

Materialintegrierte Messung von mechanischen Größen: Sensoren und Anwendungen

Dissertation

von Daniel Gräbner

Materialintegrierte Messung von mechanischen Größen: Sensoren und Anwendungen

vom Fachbereich für Physik und Elektrotechnik
der Universität Bremen
genehmigte Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften
(Dr. Ing.)

von
Daniel Gräbner, M.Sc.
wohnhaft in Bremen

Referent: Prof. Dr.-Ing. Walter Lang
Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Steffen Paul

Eingereicht am: 12. März 2021
Tag des Promotionskolloquiums: 17. Juni 2021

Danksagung

Der erste Dank gilt meinem Doktorvater Prof. Dr. Walter Lang vom Institut für Mikrosensoren, -aktoren und -systeme (IMSAS) der Universität Bremen für die Betreuung meiner Promotion, die stets anregenden Diskussionen über meine Arbeit und die großen Freiheiten, die er mir bei der Durchführung meiner Forschung gelassen hat. Ich danke ihm ebenso wie Herrn Prof. Dr. Steffen Paul für die Übernahme der Begutachtung meiner Dissertation. Weiterhin bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr. Michael Vellekoop und Herrn Prof. Dr. Ludger Kempen für ihre Tätigkeit als Prüfer bei meinem Promotionskolloquium.

Ein großer Dank gilt auch den Herren Prof. Dr. Ulrich Giese, Dr. Robert Zahn und Dr. Nils Kröger vom Deutschen Institut für Kautschuktechnologie in Hannover für die großartige Kooperation in unserem gemeinsamen Forschungsprojekt „Sensorintegration in Elastomerdichtungen für die Zustandsüberwachung“. Außerdem bedanke ich mich bei meinem Vorgänger Herrn Dr. Timo Schotzko für seine vielen Vorarbeiten, auf die ich meine Arbeit aufbauen konnte, und die gelungene Übergabe des Projekts an mich.

Ich danke weiterhin Frau Dr. Monika Leester-Schädel, deren Vorlesung „Einführung in die Mikrosystemtechnik“ mich erst so für das Themengebiet begeistert hat, dass ich bis zur Promotion darin tätig geblieben bin. Mein Dank gilt auch den Herren Dr. Tobias Beutel und Dr. Martin Schwerter, unter deren Anleitung ich lange am IMT tätig war und unendlich viele Erfahrungen sammeln durfte.

Meine Dankbarkeit gilt zudem allen Kollegen vom IMSAS, die mich während meiner Zeit dort begleitet haben. Neben vielen wertvollen Anregungen und Diskussionen hat mir vor allem das gute Arbeitsklima und der Zusammenhalt unter den Kollegen meine Arbeit stets angenehm gemacht. Nicht zuletzt möchte ich den vielen Studenten, die unter meiner Anleitung ihre Projekt- und Abschlussarbeiten geschrieben oder für mich als Hilfskräfte gearbeitet haben, für ihren unschätzbaren Beitrag zu meiner Arbeit und auch dieser Dissertation danken. Ohne ihre Arbeitskraft und ihren Zeiteinsatz wären einige Inhalte deutlich kürzer ausgefallen.

Mein größter Dank gilt meiner Familie und meinen Freunden, die mich auf meinem Weg begleiten. Meine Frau Melanie und meine Tochter Isabel sind mir stets eine Quelle der Ruhe und Kraft. Meine Eltern haben mir durch ihre Erziehung und Zuwendung meinen Weg erst möglich gemacht. Besonders danken möchte ich auch meinem Großvater, weil er mich stets in meinen Plänen bestärkt hat und mir immer ein Vorbild war.

Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit behandelt die Entwicklung und Charakterisierung von Dehnungs- und Drucksensoren, die potenziell zur materialintegrierten Messung mechanischer Größen geeignet scheinen. Anhand von drei Beispielen wird das materialintegrierte Messen mit ausgewählten Sensoren für verschiedene Zwecke vorgestellt.

Die Arbeit beginnt mit einer Analyse der Bedeutung des materialintegrierten Messens und den Anforderungen, die an dazu geeignete Sensoren gestellt werden. Anhand verschiedener Beispiele aus der Literatur wird ein Überblick über aktuelle Entwicklungen gegeben.

Es werden verschiedene Dehnungssensoren vorgestellt, die für die Materialintegration geeignet scheinen. Dabei handelt es sich um miniaturisierte, klassische Metall-Dehnungsmessstreifen (DMS), aber auch um neuartige, hybride DMS, bei denen Komposit-Materialien als dehnungssensitives Element genutzt werden. Es zeigt sich, dass vor allem metallische DMS die Kriterien für die Integrierbarkeit in Materialien erfüllen. Außerdem wird ein neuartiges Verfahren vorgestellt und untersucht, dass die Messung von Dehnung und Temperatur gleichzeitig mit guter Ortsauflösung ermöglicht.

Geeignete Sensoren zur materialintegrierten Messung von Druck sind erheblich schwieriger zu entwickeln als entsprechende Dehnungssensoren. Es werden Sensoren auf Basis eines Dünnschicht-Piezoelektrikums und eines organischen Feldeffekttransistors und ein Komposit-Drucksensor untersucht. Die Eignung der untersuchten Drucksensoren ist jedoch fraglich oder nicht gegeben. Komposit-Drucksensoren bieten aber einen vielversprechenden Ansatz für weitere Entwicklungen.

Der Ansatz zur Zustandsüberwachung von Elastomer-Dichtungen mit integrierten DMS von Schotzko wird aufgegriffen und weiterentwickelt. Der Fokus liegt dabei auf der Entwicklung eines Verständnisses für die Messdaten während der Zustandsüberwachung. Es wird eine modellgestützte Auswertung vorgenommen, die eine Aussage über die Funktionalität der Dichtung anhand der Messdaten ermöglicht. Außerdem wird die Anwendung des neuartigen DMS gezeigt, der die gleichzeitige Messung von Dehnung und Temperatur ermöglicht.

Als weiteres Anwendungsbeispiel wird eine 3D-gedruckte Schraube mit integriertem Dehnungsmessstreifen vorgestellt. Durch den integrierten Sensor ist das Drehmoment, mit dem die Schraube angezogen wird, messbar. Hierbei zeigt sich jedoch auch, dass es beim materialintegrierten Messen zu mehrachsigen Beanspruchungen kommt, deren Einfluss auf das Sensorsignal nicht ausreichend verstanden ist.

Zuletzt wird der Ansatz eines sensorischen Werkstücks von Dumstorff und Sarma zur materialintegrierten Messung von Dehnung und Temperatur in Fertigungsprozessen aufgegriffen und mit weiterentwickelten Sensoren umgesetzt. Es werden Messergebnisse beim Flachsleifen und Festwalzen präsentiert und analysiert.

Abstract

The following thesis deals with the development and characterization of strain and pressure sensor, which are potentially suitable for material-integrated sensing of mechanical loads. Based on three examples, material integrated sensing with selected sensors for different purposes is presented.

The thesis starts with an analysis of the meaning of material-integrated sensing and its requirements regarding suitable sensors. Different examples from literature give an overview over recent developments in the field of material-integrated sensing.

Various strain sensors, which might be applicable for material-integrated sensing, are presented and analyzed. Those sensors include miniaturized, classic metal strain gauges as well as novel, hybrid strain gauges, which consist of composite sensing elements. Especially metal strain gauges fulfil the criteria for the integration in materials.

Suitable sensors for material-integrated sensing of pressure are much harder to develop than strain sensors. Sensors based on thin film piezoelectrics and organic field effect transistors as well as composite pressure sensors are investigated. The suitability of all investigated sensors for material-integrated sensing is at least questionable. However, composite pressure sensors are a promising approach for future development.

The method for condition monitoring of elastomer gaskets by Schotzko is picked up on and extended. The work is focused on the development of an interpretation of the measured data during condition monitoring. Data evaluation is done on the base of a numerical model that allows the deduction of suitable condition indicators that describe the remaining performance of the gasket. Additionally, a novel strain gauge is applied for condition monitoring, which allows the simultaneous measurement of strain and temperature.

In another example, a 3D-printed screw with integrated strain gauge is presented. The signal of the sensor is correlated to the torque, which is used to fasten the screw. In material-integrated sensing multiaxial loads occur and that their impact on the signal of the sensor is not yet understood properly.

In the last example, the approach of Dumstorff and Sarma for material-integrated sensing of strain and temperature in machining processes is picked up on and enhanced sensors are being applied. Measurements results from grinding and deep rolling are presented and analyzed.

Inhalt

1	Einleitung.....	1
1.1	Relevante Messgrößen und geeignete Messverfahren.....	1
1.2	Materialien und Integrationsverfahren.....	2
1.3	Der Sensor im Material.....	3
1.4	Einordnung dieser Arbeit.....	3
2	Materialintegriertes Messen.....	6
2.1	Effekt des Sensors als Fremdkörper im Material.....	6
2.2	Anforderungen an Sensoren zur Materialintegration.....	8
2.2.1	Anforderungen des Integrationsprozesses.....	8
2.2.2	Eignung zur Detektion der erwarteten Messgröße.....	8
2.2.3	Optimierung der Belastungsübertragung von Material auf Sensor.....	9
2.2.4	Kontaktierung zu Messgeräten.....	9
2.2.5	Langzeitstabilität.....	9
2.2.6	Belastbarkeit und Interpretierbarkeit gemessener Größen.....	9
2.3	Beispiele materialintegrierter Sensorik.....	10
3	Sensorik zur materialintegrierten Messung von Dehnung.....	12
3.1	Charakteristika von Dehnungsmessstreifen.....	12
3.1.1	Methoden zur Bestimmung des k-Faktors.....	13
3.1.2	Der k-Faktor bei resistiven Dehnungsmessstreifen.....	14
3.1.3	Temperaturempfindlichkeit.....	15
3.2	Trägermaterial für Dehnungsmessstreifen.....	16
3.3	Metallische Dehnungsmessstreifen.....	19
3.3.1	Besonderheiten metallischer Dünnschicht-Dehnungsmessstreifen.....	20
3.4	Herstellung und Charakterisierung metallischer Dünnschicht-Dehnungsmessstreifen.....	21
3.4.1	Materialauswahl.....	21
3.4.2	Herstellung.....	23
3.4.3	Einfache metallische Dehnungsmessstreifen.....	27
3.4.3.1	Bestimmung des k-Faktors.....	28
3.4.3.2	Einschätzung der Nutzbarkeit zur Materialintegration.....	28
3.4.4	Zwei-Metall Dehnungsmessstreifen zur Temperaturkompensation.....	29
3.4.4.1	Bestimmung des Temperatur-Widerstands-Koeffizienten.....	30
3.4.4.2	Einschätzung der Nutzbarkeit zur Materialintegration.....	31
3.4.5	Dehnungsmessstreifen aus hyperelastischen Materialien.....	31
3.4.5.1	Herstellung.....	32
3.4.5.2	Bestimmung des k-Faktors.....	32
3.4.5.3	Einschätzung der Nutzbarkeit zur Materialintegration.....	33
3.5	Halbleiter Dehnungsmessstreifen.....	33
3.6	Hybride Dehnungsmessstreifen.....	33

3.6.1	Dehnungsmessstreifen mit nanogranulären Metallen	34
3.6.1.1	Sensorentwurf.....	35
3.6.1.2	Herstellung	36
3.6.1.3	Bestimmung der Dehnungsempfindlichkeit.....	38
3.6.1.4	Langzeitstabilität und Hysterese.....	39
3.6.1.5	Eignung zur Materialintegration	41
3.6.2	Dickschicht-Dehnungsmessstreifen.....	41
3.6.2.1	Design.....	41
3.6.2.2	Herstellung	43
3.6.2.3	Bestimmung des k-Faktors.....	43
3.6.2.4	Einschätzung der Nutzbarkeit zur Materialintegration.....	46
4	Sensorik zur materialintegrierten Messung von Druck.....	48
4.1	Membran-Drucksensoren.....	48
4.2	Flexible, folienbasierte Drucksensoren	49
4.2.1	Piezoelektrische Dünnschichtsensoren auf Basis von PVDF-TrFE	49
4.2.1.1	Sensorentwurf und -herstellung	50
4.2.1.2	Charakterisierung.....	51
4.2.1.3	Eignung zur Materialintegration	52
4.2.2	OFET-Drucksensoren	52
4.2.2.1	Organischer Halbleiter Pentacen	53
4.2.2.2	Sensorentwurf.....	53
4.2.2.3	Herstellung	54
4.2.2.4	Charakterisierung.....	56
4.2.2.5	Eignung zur Materialintegration	58
4.2.3	Dickschicht-Drucksensoren	58
4.2.3.1	Herstellung	60
4.2.3.2	Bestimmung der Drucksensitivität.....	61
4.2.3.3	Dehnungssensitivität.....	62
4.2.3.4	Temperaturverhalten.....	64
4.2.3.5	Eignung zur Materialintegration	64
5	Integration von Sensoren in Elastomer-Dichtungen.....	66
5.1	Eigenschaften von Polymerwerkstoffen.....	67
5.1.1	Gummi-Elastomere.....	68
5.1.1.1	Alterung von Elastomeren.....	68
5.1.1.2	Ausgewählte Elastomere.....	69
5.2	Bisherige Entwicklungen zur Überwachung von Dichtungen.....	70
5.2.1	Modellbildung.....	71
5.2.2	Integrierte Sensoren.....	71
5.2.3	Integrationsprozess	73
5.2.4	Alterungsverhalten	74
5.3	Zustandsüberwachung von Dichtungen mit integrierten Sensoren.....	74

5.3.1	Haftung zwischen Substratfolie und Elastomeren	75
5.3.2	Dehnungsmessung bei Alterung einer Dichtung	78
5.3.3	Modellierung des mechanischen Verhaltens von Elastomeren	78
5.3.4	Viskoelastische Materialmodelle zur Beschreibung der Alterung von Elastomeren	81
5.3.5	Simulation von Verpressung und Alterung	83
5.3.6	Einschätzung der Anwendbarkeit zur Zustandsüberwachung	86
5.3.7	Temperaturmessung als Alterungsindikator	87
6	Integration von Sensoren im Polymer-3D-Druck	90
6.1	Integration von Sensoren beim 3D-Druck-Prozess	90
6.2	Die sensorische Schraube	90
6.2.1	Positionierung des Sensors	91
6.2.2	Herstellung des Sensors und der Schraube	92
6.2.2.1	Herstellung des Dehnungsmessstreifens	92
6.2.2.2	Herstellung der Schraube	93
6.2.2.3	Integration des Sensors	94
6.2.3	Charakterisierung	95
6.2.3.1	Mechanische Charakterisierung	96
6.2.3.2	Elektrische Charakterisierung	97
6.2.3.3	Materialkriechen	98
6.2.3.4	Vorspannkraft	98
6.2.4	Einordnung der Messergebnisse	99
7	Integration von Sensoren in Stahlwerkstoffe	102
7.1	Das Konzept „Prozesssignatur“	102
7.2	Beanspruchungsmessung in Fertigungsverfahren	104
7.3	Integration von Sensoren in Werkstücke	104
7.4	Beanspruchungsmessung beim Flachsleifen	105
7.5	Beanspruchungsmessung beim Festwalzen	109
8	Zusammenfassung und Ausblick	116
8.1	Dehnungsmessstreifen zum materialintegrierten Messen	116
8.2	Drucksensoren zum materialintegrierten Messen	117
8.3	Sensorintegration in Elastomerwerkstoffe	117
8.4	Sensorintegration in der additiven Fertigung	118
8.5	Sensorintegration in Stahlwerkstücke	119
8.6	Fazit	119
9	Literaturverzeichnis	A
10	Vorangegangene Veröffentlichungen des Autors	G
11	Studentische Arbeiten	I

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: Probekörper mit Inlay und Last.....	7
Abbildung 2.2: Von-Mises-Vergleichsspannung in MPa	7
Abbildung 3.1: Aufbauten zur Bestimmung des k-Faktors.....	13
Abbildung 3.2: Temperaturkompensation mit aktivem und passivem DMS	16
Abbildung 3.3: Temperaturprofil zur Polymerisierung von Polyimid.....	17
Abbildung 3.4: Dynamische Differenzkalorimetrie von U Varnish S Polyimid	18
Abbildung 3.5: Thermogravimetrische Analyse von U Varnish S Polyimid	18
Abbildung 3.6: Typisches Messgitter eines metallischen Dehnungsmessstreifens	19
Abbildung 3.7: Querschnitt eines DMS	20
Abbildung 3.8: Verschiedene Aufbauten für Dehnungsmessstreifen	22
Abbildung 3.9: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Gold und Leitungen aus Kupfer.	24
Abbildung 3.10: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Gold und Leitungen aus Gold.	25
Abbildung 3.11: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Gold und Leitungen aus Gold.	25
Abbildung 3.12: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Titan und Leitungen aus Gold.	26
Abbildung 3.13: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Chrom und Leitungen aus Gold.	26
Abbildung 3.14: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Aluminium.	27
Abbildung 3.15: DMS Teststruktur.	28
Abbildung 3.16: Temperaturkompensation durch ineinander verschränkte DMS.....	29
Abbildung 3.17: Messaufbau zur Bestimmung des Temperatur-Widerstands-Koeffizienten.	30
Abbildung 3.18: Widerstand-Temperatur-Kennlinie von Gold- und Platin-Dehnungsmessstreifen.....	31
Abbildung 3.19: Herstellung NiTiInol DMS.....	32
Abbildung 3.20: Leitmechanismus hybrider DMS	34
Abbildung 3.21: Verschiedene Entwürfe für Dehnungsmessstreifen	36
Abbildung 3.22: Strahlüberlappung bei der Ionenstrahlabscheidung	37
Abbildung 3.23: Herstellungsprozess von DMS mit nanogranulären Metallen	38
Abbildung 3.24: Widerstand eines ng-Pt Sensors während eines Zugversuchs.....	38
Abbildung 3.25: Grundwiderstand von ng-DMS über die Zeit	40
Abbildung 3.26: Hysterese von ng-DMS über 50 Lastwechsel	40
Abbildung 3.27: Hysterese von ng-DMS.....	41
Abbildung 3.28: Bemaßte Darstellung der Zugprobe.....	42
Abbildung 3.29: (oben) Anordnung der DMS auf der Zugprobe; (unten) Abmessungen der DMS	42
Abbildung 3.30: Ablauf der Herstellung siebgedruckter Dehnungsmessstreifen	43
Abbildung 3.31: Dehnungsempfindlichkeit der mit Carbon-Paste CHSN8002 gedruckten DMS.....	44
Abbildung 3.32: Darstellung der Dehnungsempfindlichkeit der mit Carbon-Paste ECI 7004LR E&C-NCI 7002E&C gedruckten DMS	45

Abbildung 4.1: Aufbau eines piezoresistiven Silizium-Drucksensors mit longitudinalen und transversalen Widerständen.	49
Abbildung 4.2: Polyvinylidenfluorid-Monomer.	50
Abbildung 4.3: Poly[vinylidenfluorid-co-trifluoroethylen].	50
Abbildung 4.4: Querschnitt eines piezoelektrischen PVDF-TrFE Drucksensors.	51
Abbildung 4.5: Aufbau eines organischen Feldeffekttransistors (OFET).....	52
Abbildung 4.6: Chemische Struktur von Pentacen.....	53
Abbildung 4.7: Übersicht über verschiedene OFET-Topologien	54
Abbildung 4.8: Herstellungsablauf von organischen Feldeffekttransistoren.....	54
Abbildung 4.9: REM-Aufnahme eines organischen Feldeffekttransistors	55
Abbildung 4.10: REM-Aufnahmen einer Pentacen-Schicht.....	55
Abbildung 4.11: Kontaktierung von OFET-Drucksensoren zur Charakterisierung.	56
Abbildung 4.12: Kennlinie eines OFETs mit Kanalbreite $W = 880 \mu\text{m}$ und Kanallänge $L = 20 \mu\text{m}$	56
Abbildung 4.13: OFET-Kennlinie mit und ohne Druckbelastung	57
Abbildung 4.14: Signal eines OFET-Drucksensors vor und nach Temperung.....	58
Abbildung 4.15: Schematischer Aufbau eines Force Sensing Resistors	59
Abbildung 4.16: Funktionsprinzip eines Komposit-Drucksensors.	60
Abbildung 4.17: Herstellung siebgedruckter Drucksensoren.....	61
Abbildung 4.18: Elektrodengeometrien siebgedruckter Drucksensoren.....	61
Abbildung 4.19: Relative Widerstandsänderung über aufgebrachtem Druck für jedes Elektrodenpaar	62
Abbildung 4.20: Relative Widerstandsänderung über aufgebrachtener Dehnung für jede Elektrodengeometrie	63
Abbildung 4.21: Relative Widerstandsänderung über der Temperatur.....	64
Abbildung 5.1: Konzept „Intelligente Dichtung“	66
Abbildung 5.2: Polymerisationsreaktion von Polyethylen	67
Abbildung 5.3: Alterungsmechanismen von Elastomeren	68
Abbildung 5.4: Strukturformel PDMS.....	69
Abbildung 5.5: Strukturformel: (links) HNBR; (rechts) EPDM.	69
Abbildung 5.6: Flachdichtung mit Elektrodenarray.....	70
Abbildung 5.7: Einfluss der Sensorpositionierung auf gemessene Beanspruchung	71
Abbildung 5.8: Dehnungsmessstreifen zur Integration in Dichtung nach Schotzko	72
Abbildung 5.9: Effekt eines Sensors auf Matrix-Material	72
Abbildung 5.10: Dehnungsmessstreifen mit partiellem NBR-Substrat	72
Abbildung 5.11: Dichtung mit im Formpressverfahren integriertem Sensor.....	73
Abbildung 5.12: Widerstandsänderung eines Dehnungsmessstreifens über die Zeit bei der künstlichen Alterung einer Dichtung aus HNBR.	74
Abbildung 5.13: FTIR-Spektrum der Polyimid-Precursor-Lösung U-Varnish-S (links) sowie der Polyimid-Folie (rechts).....	75
Abbildung 5.14: Messung des Weiterreißwiderstands der Gummimischungen mit eingebrachter Polyimid-Folie.....	76

Abbildung 5.15: Messung des Weiterreißwiderstands der EPDM-Mischung (links) sowie der HNBR-Mischung (rechts).....	76
Abbildung 5.16: Messung des Weiterreißwiderstands der EPDM-Mischung (links) sowie der HNBR-Mischung (rechts).....	77
Abbildung 5.17 Multi-Hysterese Zug-Dehnungs-Messung am Beispiel des schwach vernetzten EPDM-Systems.....	80
Abbildung 5.18 Zeitlicher Verlauf der Probenhärte während des Alterungsprozesses.....	80
Abbildung 5.19: Auftragung des Druckverformungsrests gegen die Alterungszeit bei 140 °C in einem Umluftofen.....	81
Abbildung 5.20: a) Kelvin-Voigt-Modell, b) Maxwell-Modell.....	82
Abbildung 5.21: Von Mises Vergleichsspannung im Querschnitt einer verpressten Dichtung	84
Abbildung 5.22: Dehnung eines integrierten Sensors über 72 Stunden während künstlich beschleunigter Alterung.....	85
Abbildung 5.23: Kontaktdruck zwischen Dichtung und Kompressionsplatte aus Alterungssimulation	85
Abbildung 5.24: PDMS-Dichtungsring mit integriertem Zwei-Metall-DMS.	88
Abbildung 5.25: Widerstandsänderung eines Zwei-Metall-Dehnungsmessstreifens bei der Alterung einer PDMS-Dichtung.	88
Abbildung 5.26: Mittels Zwei-Metall-Dehnungsmessstreifen ermittelte Dehnung (links) und Temperatur (rechts) über die Zeit bei der Alterung einer PDMS-Dichtung.....	89
Abbildung 6.1: Konzept der „smarten“ Schraube	90
Abbildung 6.2: Radiale Dehnung im Schraubenkopf.....	91
Abbildung 6.3: Geometrie des Dehnungsmessstreifens relativ zum Schraubendurchmesser	93
Abbildung 6.4: 3D CAD Modell einer ISO M6 Schraube	93
Abbildung 6.5: Herstellungsprozess der intelligenten Schraube	94
Abbildung 6.6: Foto von ABS Flex Schrauben mit integrierten Sensoren.....	95
Abbildung 6.7: Messaufbau.....	95
Abbildung 6.8: Fotos von abgescherten Schrauben.....	96
Abbildung 6.9: Relative Widerstandsänderung über dem angelegten Drehmoment	97
Abbildung 6.10: Relative Widerstandsänderung über 16 Stunden nach dem Anziehen einer ABS Flex Schraube.....	98
Abbildung 6.11: Vertikale Dehnung im Schraubenkopf	100
Abbildung 6.12: HTM140 M Schraube, die am Sensor abgeschert wurde	101
Abbildung 7.1: Einteilung der Fertigungsverfahren nach DIN 8580.....	102
Abbildung 7.2: Konzept „Prozesssignatur“	103
Abbildung 7.3: Zwei-Metall-DMS aus Platin und Gold auf Stahlsubstrat.....	106
Abbildung 7.4: Messelektronik beim Flachsleifen.....	106
Abbildung 7.5: Geschliffenes Werkstück mit Sensor.	107
Abbildung 7.6: Dehnung und Temperaturänderung beim Flachsleifen 1,4 mm unter der Oberfläche.....	108
Abbildung 7.7: Festwalzprozess mit Kugel-Werkzeug.....	109
Abbildung 7.8: Sensoraufbau zum Festwalzen.....	110
Abbildung 7.9: Aufbau des sensorischen Werkstücks beim Festwalzen.....	111

Abbildung 7.10: Versuchsaufbau beim Festwalzen.	112
Abbildung 7.11: Messelektronik beim Festwalzen.....	112
Abbildung 7.12: Dehnungsmessung beim Festwalzen.....	113
Abbildung 7.13: Delaminierter Sensor nach der Werkstückpräparation zum Festwalzen.	114

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: k-Faktoren verschiedener Materialien	22
Tabelle 2: Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands für ausgewählte Materialien	23
Tabelle 3: Abscheidungs- und Strukturierungsprozesse verschiedener Metalle	23
Tabelle 4: k-Faktoren von Gold, Platin und Kupfer	28
Tabelle 5: k-Faktoren verschiedener ng-Me DMS.....	39
Tabelle 3.6: Dehnungsempfindlichkeit der mit Carbon Paste CHSN8002 gedruckten DMS.....	45
Tabelle 3.7: Dehnungsempfindlichkeit der mit Carbon-Paste ECI 7004LR E&C-NCI 7002-E&C gedruckten DMS	46
Tabelle 8: Ergebnisse Charakterisierung PVDF-TrFE-Sensor	51
Tabelle 9: Ergebnisse von Zugversuchen an HNBR-Dichtungen ohne Sensor, mit Sensor und mit Sensor und Haftvermittler.....	78
Tabelle 10: Rezepturen der hergestellten Gummimischungen	79
Tabelle 11: Materialparameter	83
Tabelle 12: Relaxationsparameter	83
Tabelle 13: Drehmoment beim Abscheren von Schrauben aus verschiedenen Materialien.....	97
Tabelle 14: Geometrische Parameter der gedruckten Schrauben.....	99
Tabelle 15: Typische Vorspannkräfte für ISO M6 Schrauben aus verschiedenen Materialien	99

Abkürzungsverzeichnis

Al	Aluminium
Au	Gold
Cu	Kupfer
CVD	Chemical Vapour Deposition
DMS	Dehnungsmessstreifen
DSC	Differential Scanning Calorimetry
DVR	Druckverformungsrest
EPDM	Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk
FEBID	Focused Electron Beam Induced Deposition
FEM	Finite-Elemente-Methode
FIBID	Focused Ion Beam Induced Deposition
FSR	Force Sensing Resistor
FTIR	Fourier-transformierte Infrarot Spektroskopie
HNBR	Hydrierter Acrylnitrilbutadien-Kautschuk
ng-Me	Nanogranuläres Metall
NMP	N-Methyl-2-pyrrolidon
OFET	Organischer Feldeffekttransistor
PDMS	Polydimethylsiloxan
Pt	Platin
PVDF	Polyvinylidendifluorid
PVDF-TrFE	Poly[vinylidenfluorid-co-trifluoroethylen]
REM	Rasterelektronenmikroskop
TCR	Temperatur-Widerstands-Koeffizient
TGA	Thermogravimetrische Analyse

1 Einleitung

Die Gewinnung von Informationen aus dem Inneren eines Materials kann aus verschiedenen Gründen von Interesse sein. In vielen Fällen ist die Messung des Materialverhaltens direkt während einer Beanspruchung oder über die Zeit unter verschiedenen Lasten gewünscht, um daraus den Materialzustand abzuleiten. Änderungen des Materialverhaltens können so festgestellt und deren Auswirkungen berücksichtigt werden. Vor allem bei Polymeren ist aber auch die Messung von Materialparametern während der Herstellung und über die Lebenszeit interessant. So kann etwa der Polymerisationsgrad bestimmt oder eine Wasseraufnahme über die Zeit gemessen werden.

Es ist vergleichsweise einfach, Materialdaten von der Oberfläche zu erhalten. Daher wird heutzutage oft aus diesen durch mathematische Modelle auf den Materialzustand im Inneren geschlossen. Die wirkliche Messung des Zustands im Material gestaltet sich im Allgemeinen weitaus schwieriger, da zu diesem Zweck entsprechende Sensoren und ggf. auch notwendige Elektronik im Material integriert werden müssen. Daher muss bei der Integration von Sensoren in Material immer zwischen Oberflächenintegration und wirklicher Materialintegration unterschieden werden. Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich hauptsächlich mit der Entwicklung und Verwendung von Sensorik, die in Vollmaterial integriert wird, um Materialeigenschaften im Inneren verschiedener Bauteile zu messen.

1.1 Relevante Messgrößen und geeignete Messverfahren

Mechanisch ist insbesondere die Erfassung von Dehnung und Druck in vielen Anwendungen von Interesse. Klassische, resistive Dehnungsmessstreifen sind durch ihren einfachen Aufbau, ihre geringe Größe und ihre hohe Beständigkeit gegenüber mechanischer, chemischer und thermischer Beanspruchung in vielen Fällen sehr gut zur Integration in Materialien geeignet. Kapazitive Dehnungsmessstreifen eignen sich ähnlich gut, ihre Miniaturisierung ist allerdings begrenzt und neben der Dehnung messen sie immer auch mögliche Veränderungen der Dielektrizität.

Weitaus schwieriger als die Integration von Dehnungssensoren ist die Integration von Drucksensoren. Diese sind üblicherweise in Silizium-Technologie gefertigt. Auch hier ist die Miniaturisierung stark begrenzt. Zusätzlich ist Silizium als Fremdkörper in einem Material problematisch, da es sehr starr ist und bei Beanspruchung des umgebenden Materials daher besonders ausgeprägt wie eine Fehlstelle wirkt. Neue Methoden zur Herstellung von folienbasierte Drucksensoren in Dünnschicht- oder Dickschichttechnik haben das Potenzial, Drucksensoren hervorzubringen, die für die Integration in Materialien deutlich besser geeignet sind.

Temperatur ist eine weitere Messgröße, die häufig von Interesse ist. Thermisch induzierte Materialveränderungen können zum Beispiel zur Beschleunigung der Alterung von Bauteilen führen und einen vorzeitigen Ausfall dieser verursachen. Analog zu resistiven Dehnungsmessstreifen ist auch die Integration resistiver Thermosensoren eine einfache, gut geeignete Methode zur Messung der Temperatur im Inneren von Materialien. Wegen der in der Regel bestehenden Querempfindlichkeit resistiver Thermosensoren gegenüber mechanischer Belastung empfiehlt sich aber auch die Integration von Thermoelementen.

Auch **chemische Eigenschaften** von Materialien können von großem Interesse sein. Viele chemische Materialkennwerte haben einen Einfluss auf die Leitfähigkeit und Dielektrizität. Durch die Integration von einfachen, folienbasierten Interdigitalsensoren können diese beiden Parameter gut gemessen werden.

Eine große Herausforderung bei der Messung von Materialbeanspruchungen im Inneren des Materials ist die Interpretation der Messwerte. Nur sehr selten tritt eine Beanspruchung allein auf. Häufig wirkt eine Kombination aus Beanspruchungen oder Materialveränderungen auf einen integrierten Sensor. Die Unterscheidung der für die Veränderung des Sensorsignals verantwortlichen Größen ist denkbar schwierig. So kann etwa die Widerstandsänderung eines Dehnungsmessstreifens nicht nur durch Dehnung, sondern auch durch Temperaturänderungen beeinflusst werden. Bei einigen Messmethoden kann durch geeignete Kompensationsmethoden der Einfluss von Störgrößen schon bei der Messwertaufnahme ausgeglichen werden. Bei anderen Methoden kann die Messgröße wiederum durch geeignete Verarbeitung der Messdaten extrahiert werden. Letztlich gibt es aber auch Messverfahren, bei denen die Unterscheidung verschiedener Einflussgrößen nicht möglich ist.

1.2 Materialien und Integrationsverfahren

Neben den relevanten Messgrößen und deren Erfassbarkeit stellt sich die Frage nach geeigneten Materialien, in die Sensoren integriert werden können, und zur Integration geeigneten Herstellungsverfahren. Grundsätzlich können Sensoren in jedes Material integriert werden. Bestimmte Materialien bieten aufgrund ihrer Herstellung allerdings Vorteile bei der Integration.

Viele **Polymere** liegen vor der Polymerisation als flüssige Monomere vor. Hier ist die Integration von Sensoren während der Polymerisation besonders einfach. Das Ausgangsprodukt kann den Sensor einfach umfließen und dann in der Regel ohne oder nur mit geringer Beanspruchung vernetzt werden. Die Integration von Sensoren in nicht-flüssige Polymere ist ebenfalls möglich. Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, dass die Öffnung im Material, in die der Sensor eingebracht wird, häufig nicht wieder ohne bleibende Beeinträchtigung wieder verschlossen werden kann. Es gilt daher, diese Beschädigung so klein wie möglich zu halten.

Die Integration von Sensoren in **metallische Werkstoffe** stellt mehrere sehr hohe Anforderungen an die Sensoren. Zum einen ist es durch das Schmelzen von Metallen zwar möglich, einen Sensor form- oder sogar stoffschlüssig zu umschließen, hierfür sind aber in der Regel hohe Temperaturen notwendig, die ein Sensor unbeschadet überstehen können muss. Zum anderen ist die verlässliche elektrische Isolation des Sensors gegenüber dem ihn umgebenden Metall erforderlich. Dieses Problem ist wegen eines Mangels an hochtemperaturbeständigen, einfach verarbeitbaren und zuverlässigen Isolatoren nicht zu vernachlässigen.

Viele **Keramiken** werden in einem Sinterprozess hergestellt. Hierbei ist es, ähnlich wie bei flüssigen Polymeren, sehr gut möglich, Sensoren in das Material zu integrieren. Das keramische Material liegt häufig als Pulver vor und wird dann unter Druck und Temperatureinfluss gesintert. Ein Sensor kann dabei einfach und wenigstens formschlüssig mit in die Keramik eingebracht werden.

1.3 Der Sensor im Material

Unabhängig vom Material, in das ein Sensor eingebracht wird, stellt dieser immer einen Schaden in der strukturellen Integrität des Materials da. Im Idealfall beeinträchtigt der Sensor das umgebende Material nicht maßgeblich. Dies ist in der Regel der Fall, wenn der Sensor ausreichend klein, sein mechanisches Verhalten dem des Materials ähnlich und die mechanische Anbindung an das Material gut ist. Im schlimmsten Fall stellt der Sensor im Material eine Wunde oder Fehlstelle da, von der eine Kerbwirkung ausgeht. Bei Beanspruchung ist die Stabilität des Materials dann beeinträchtigt.

Eine zentrale Frage, die sich bei der Integration von Sensoren in Material immer wieder stellt, ist, wie das Signal des Sensors aus dem Material herausgeführt werden kann. Dieser Aspekt ist eng damit verknüpft, welcher Ansatz zur Integration und Kontaktierung des Sensors verfolgt wird. In [1] sind drei Ansätze dazu beschrieben:

1. Sensor und Elektronik werden gehaust und auf einer Leiterplatte montiert und diese wird in ein Material eingebettet. Die Signalübertragung erfolgt durch Kabel, die aus dem Material geführt werden.
2. Sensor und Elektronik werden ohne Hausung einzeln auf einer flexiblen Leiterplatte montiert. Die Leiterplatte wird aus dem Material herausgeführt und das Signal kann abgegriffen werden.
3. Der Sensor selbst wird folienbasiert ausgeführt und integriert. Die Kontakte werden aus dem Material geführt. Die Elektronik wird nicht mit in das Material eingebettet.

Mit jedem Schritt nimmt das Fremdvolumen im Material ab und der Wundeffekt wird verringert.

Die vorliegende Arbeit behandelt einige der genannten Aspekte und stellt neue Entwicklung und Problemlösungskonzepte vor. In Kapitel 2 werden einige Anwendungsfälle für materialintegriertes Messen näher vorgestellt und die daraus abgeleiteten Anforderungen an die Sensoren beschrieben. Kapitel 3 und 4 stellen die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Sensoren zur Messung der mechanischen Größen Dehnung und Druck sowie der Temperatur vor, die für die Materialintegration vielversprechend scheinen und untersucht deren Potential zur Integration. In Kapitel 5 wird die Integration von Sensoren in Elastomerdichtungen beschrieben. Kapitel 6 beschäftigt sich mit der Integration von Sensoren in additiv gefertigte Polymer-Bauteile. Kapitel 7 zeigt die Möglichkeiten des Einbringens von Sensoren in metallische Werkstoffe zur Charakterisierung von Fertigungsprozessen auf. In Kapitel 8 werden die Erkenntnisse dieser Arbeit noch einmal zusammengefasst und ein Ausblick in künftige Entwicklungen und Potentiale gegeben.

1.4 Einordnung dieser Arbeit

Die Versuche und Messungen in der vorliegenden Arbeit wurden überwiegend im Rahmen des Projekts IGF 18695N „Sensorintegration in Elastomerdichtungen für die Zustandsüberwachung“ (kurz: „Intelligente Dichtung“) in Zusammenarbeit mit dem Deutschen Institut für Kautschuktechnologie e. V. Hannover und des Teilprojekts C04 „Messung der Werkstoffbeanspruchungen mit materialintegrierten Sensoren“ des transregionalen Sonderforschungsbereichs 136 „Prozesssignaturen“ (kurz: „SFB TR 136 TP C04“) in Zusammenarbeit mit verschiedenen Lehrstühlen der Universität Bremen und der RWTH Aachen, dem Leibniz Institut für werkstofforientierte

Technologie Bremen und der Oklahoma State University durchgeführt. Die Gemeinsamkeit der Projekte ist der Wunsch, mechanische und thermische Größen im Inneren von Materialien zu messen. Die in dieser Arbeit vorgestellten Sensoren und Messverfahren sind entsprechend immer mit dem Projekthintergrund zu betrachten und die Entwicklung erfolgte hauptsächlich anhand der Anforderungen aus den Projekten.

Im Projekt „Intelligente Dichtung“ sollen vor allem die Größen Dehnung und Druck in Elastomer-Dichtungen gemessen werden. Dazu werden dünne, folienbasierte Sensoren benötigt, die sich bei der Herstellung einer Dichtung in diese integrieren lassen. Die gewonnenen Messwerte sollen zur Zustandsüberwachung der Dichtung während ihrer Einsatzzeit genutzt werden.

Im Rahmen des SFB TR 136 wird die Wirkung von traditionellen Fertigungsverfahren auf den bearbeiteten Werkstoff untersucht. Hierbei wird primär der Stahlwerkstoff 42CrMo4 untersucht. Im TP C04 sollen Sensoren für Dehnung und Temperatur so in Werkstücke integriert werden, dass diese die Beanspruchung des Werkstücks in dessen Randzone, also an oder knapp unter der Oberfläche, bei verschiedenen Fertigungsverfahren messen. Ziel ist das Verständnis von Modifikationsmechanismen in der Randzone von Werkstücken.

2 Materialintegriertes Messen

Zustandsinformationen aus dem Inneren eines Materials zu gewinnen, setzt voraus in der Lage zu sein, geeignete Sensoren unbeschädigt in das Material einbringen zu können. Außerdem darf die Integrität des Materials selbst durch den Sensor nicht maßgeblich beeinflusst werden.

Der Integrationsprozess stellt hohe Anforderungen sowohl an den Sensor als auch an den Fertigungsprozess des Materials selbst. Das Einbringen von Sensoren ist prinzipiell in jedes Material möglich. Oft sind aber spezielle Herstellungsverfahren nötig, damit die Integration gelingt. Vor allem hohe Verarbeitungstemperaturen stellen oft eine Herausforderung dar. Eine Vielzahl heutzutage verfügbarer Sensoren ist nicht dafür geeignet, hohen Temperaturen und großen Kräften, wie sie etwa beim Gießen und Umformen von Metallen auftreten, standzuhalten. Die Integration von Sensoren fällt daher in Materialien, die unter weniger harschen Bedingungen verarbeitet werden, wesentlich leichter. Durch geeignete Anpassungen an Sensoren und Verarbeitungsprozessen können viele Hürden allerdings umgangen werden. [1]

Neben den Schwierigkeiten des Integrationsprozesses stellt sich auch die Frage, welchen Einfluss ein integrierter Sensor auf das makroskopische Verhalten eines Bauteils hat. Häufig agiert ein Sensor als Fremdkörper im Material. Die resultierende „Wunde“ kann als Materialfehler angesehen werden und daher zum Ausfall oder zu beschleunigter Abnutzung des Bauteils führen. Neben der Größe des Sensors spielen bei der Beurteilung dieses Effekts vor allem die Einbindung des Sensors im Material und der Unterschied im mechanischen Verhalten des Sensors und des Materials selbst eine entscheidende Rolle. Ist der Sensor nicht gut im Material eingebunden, so entstehen an seinen Kanten Kerben im Material. Ebenso kann es durch Unterschiede bei dem Verhalten bei Belastung, wie etwa unterschiedlich starker Ausdehnung, zum Auftreten erhöhter Spannung im Material kommen. Beide Effekte werden letztendlich durch die Größe des Sensors stark beeinflusst. [1, 2]

2.1 Effekt des Sensors als Fremdkörper im Material

Zur Veranschaulichung des Wundeffekts wird mit dem Abbildung 2.1 gezeigten Modell eine einfache FEM-Simulation durchgeführt. In einen 30 mm x 10 mm großen Probekörper wird ein 3 mm x 0,5 mm Inlay eingebracht. Die Abmessungen des Inlays sind denen vieler gängiger Sensoren ähnlich. Auf der rechten Seite wird der Probekörper fest gelagert, auf der linken Seite wird eine feste Last beaufschlagt. Die Eigenschaften des Matrixmaterials werden nicht verändert. Das mechanische Verhalten des Inlays wird durch eine Variation des E-Moduls relativ zum E-Modul des umgebenden Materials geändert. Betrachtet wird der durch den gestrichelten Kasten markierte Bereich direkt an der Grenze zwischen Matrix und Inlay.

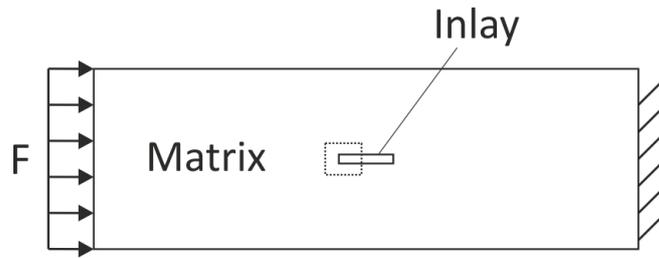


Abbildung 2.1: Probekörper mit Inlay und Last

Abbildung 2.2 zeigt die Beanspruchungsverteilung im betrachteten Bereich bei verschiedenen E-Modulen des Inlays. Das Verhältnis der E-Module von Matrix und Inlay V ist definiert als

$$V = \frac{E_{Inlay}}{E_{Matrix}} \quad (1)$$

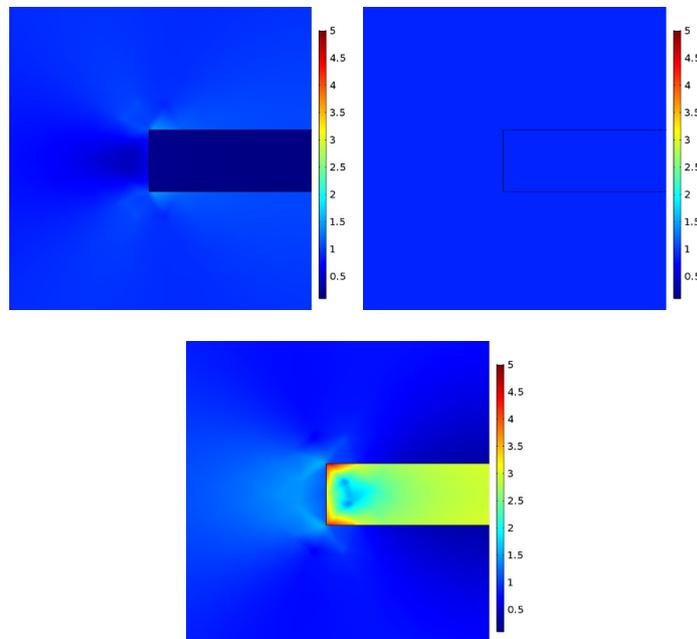


Abbildung 2.2: Von-Mises-Vergleichsspannung in MPa : $V = 0,1$ (oben links), $V = 1$ (oben rechts), $V = 10$ (unten)

Für den Fall, dass das Matrixmaterial das gleiche elastische Verhalten wie das Inlay aufweist ($V = 1$), ist eine homogene Verteilung der Beanspruchung zu sehen. Deutliche Unterschiede in der Beanspruchungsverteilung sind zu erkennen, wenn das Inlay der Verformung weniger ($V = 0,1$) bzw. mehr ($V = 10$) Widerstand entgegensetzt. Im ersten Fall ist die Beanspruchung des Inlays deutlich geringer als die des umgebenden Materials. Insbesondere an den Ecken des Inlays weist das Matrixmaterial eine deutlich erhöhte Beanspruchung auf. Für den zweiten Fall ist neben dem ebenfalls auftretenden Anstieg der Beanspruchung der Matrix an den Inlay-Ecken ein starker Anstieg der Beanspruchung des Inlays zu sehen. In beiden Fällen ist von einer erhöhten Beanspruchung des gesamten Probekörpers durch Unterschiede im mechanischen Verhalten der beiden verwendeten Materialien auszugehen. Ähnliche Ergebnisse können auch für andere Lastfälle festgestellt werden.

Vor allem die Beanspruchung des Inlays steigt bei einer deutlich höheren Festigkeit dessen gegenüber dem umgebenden Material stark an. (1) Dies erschwert etwa die Verwendung Silizium-basierter Sensoren, da Silizium ein sehr hohes E-Modul hat.

2.2 Anforderungen an Sensoren zur Materialintegration

Eine der wichtigsten Anforderungen an Sensoren, damit diese sich zur Materialintegration eignen, ist ohne Zweifel die Minimierung des oben beschriebenen Wundeffekts. Bei der Materialintegration ergeben sich aber auch viele weitere Anforderungen, die oft stark von der Anwendung abhängen. Im Folgenden werden einige Aspekte betrachtet, die beim Design geeigneter Sensoren berücksichtigt werden sollen oder gar müssen.

2.2.1 Anforderungen des Integrationsprozesses

Die offensichtlichste Anforderung an jeden Sensor, der in ein Material integriert werden soll, ist, dass er den Integrationsprozess möglichst unbeschadet überstehen muss. Dabei tritt bei der Integration selten nur eine Belastung auf. Häufig erfolgt die Integration des Sensors während der Herstellung eines Bauteils. Soll ein Sensor etwa beim Gießen in eine Metallschmelze integriert werden, so muss er primär die dort vorherrschenden Temperaturen ertragen. Neben der thermischen Belastung tritt aber häufig auch eine mechanische Belastung auf, hier etwa durch den Schmelzefluss oder thermisch verursachte Ausdehnung von Materialien.

Es lässt sich festhalten, dass grundsätzlich bereits in einer frühen Phase der Entwicklung der vorgesehene Integrationsprozess analysiert und seine Anforderungen an den Sensor berücksichtigt werden müssen. Dies betrifft vor allem die Geometrie des Sensors und die zur Herstellung des Sensors verwendeten Materialien und Prozesse.

2.2.2 Eignung zur Detektion der erwarteten Messgröße

Unabhängig vom Integrationsprozess muss der integrierte Sensor in der Lage sein, die gewünschte Messgröße zu erfassen. Hierbei geht es vor allem darum, dass bereits vor der Entwicklung des Sensors klar sein sollte, welche Messgröße in welcher Größenordnung und mit welcher Genauigkeit erfasst werden soll.

Durch Einschränkungen in der Wahl von Materialien und Fertigungsprozessen ist diese Frage umso entscheidender, da möglicherweise im Normalfall besonders gute zur Herstellung von Sensoren geeignete Materialien und Geometrien nicht verwendet werden können. Ein Beispiel hierfür sind etwa herkömmlich Silizium-Drucksensoren, die zwar gut erforscht und sehr drucksensitiv, gleichzeitig aber nicht beliebig miniaturisier- und flexibilisierbar sind und bei ungeeigneter Belastung zum schnellen Ausfall neigen.

Wichtig ist auch, dass die Größenordnung der Messgröße bekannt ist. Viele Messgrößen im Inneren von Materialien lassen sich nicht intuitiv abschätzen. Hierfür kann es besonders hilfreich sein, die geplanten Einsatzszenarien in eine Modellrechnung zu überführen, um einen Eindruck von auftretenden Belastungen zu gewinnen. Es gilt dann zu berücksichtigen, dass nicht jeder Sensor jede

Belastung unbeschädigt erfassen kann. Typische Dehnungsmessstreifen aus Metall verformen sich bei zu großer Dehnung etwa selbst plastisch oder neigen zu erheblicher Nicht-Linearität des Signalverlaufs.

2.2.3 Optimierung der Belastungsübertragung von Material auf Sensor

Beim materialintegrierten Messen ist es von wichtiger Bedeutung, dass der Sensor keine Wunde im Material verursacht. Gleichzeitig muss der Sensor sich aber auch so ins Material einbinden lassen, dass die Belastung des Materials, die der Sensor erfassen soll, gut vom Material auf den Sensor übertragen wird. Eine optimale Übertragung der Belastung wird üblicherweise durch einen Stoffschluss zwischen Sensor und Matrix gewährleistet. Leider ist die Erzielung eines Stoffschlusses in den meisten Anwendungen nicht oder nur sehr schwierig möglich. Die Übertragung von mechanischen Belastungen kann ggf. durch den Einsatz von Haftvermittlern verbessert werden. Thermische Belastungen verlustfrei zu übertragen ist hingegen schwierig, da jeder Materialübergang oft auch eine Wärmeflussbarriere ist.

Letztlich ist damit zu rechnen, dass die durch einen Sensor im Material gemessene Belastung Abweichungen zur realen Belastung im reinen Vollmaterial aufweist. Durch den Sensor als Fremdkörper und die Wunde durch den Integrationsprozess ist die Belastungsverteilung im Matrix-Material oft bereits beeinflusst. Mögliche Abweichungen können, falls nötig, durch Modellrechnungen identifiziert und ggf. kompensiert werden.

2.2.4 Kontaktierung zu Messgeräten

Ein Sensor im Material genügt allein noch nicht, um Messwerte zu generieren. In aller Regel muss der Sensor zu externen Messgeräten verbunden werden, über die das Signal aufgenommen und weiterverarbeitet wird. Zur elektrischen Verbindung müssen typischerweise Kontakte aus dem Material herausgeführt werden. Oft sind Leiterbahnen und Kontakte wesentlich größer als die sensitiven Strukturen selbst, so dass eine weitere Schädigung der strukturellen Integrität des Materials verursacht wird. Außerdem ist auch darauf zu achten, dass die Kontaktierungsmöglichkeiten den Integrationsprozess nicht behindern.

2.2.5 Langzeitstabilität

Insbesondere in Anwendungen zur Zustandsüberwachung ist es kritisch, dass der integrierte Sensor selbst eine ausreichende Langzeitstabilität aufweist. Nur so kann ausgeschlossen werden, dass eine Änderung des Sensorsignals nicht aus einer Veränderung des Sensors selbst resultiert. Die Langzeitstabilität ist vor allem beim Einsatz von organischen Materialien zur Sensorherstellung fraglich, da diese z. B. häufig bereits mit geringen Mengen Sauerstoff chemisch reagieren und ihre Eigenschaften ändern können. Ein weiteres Problem kann bei vielen Materialien das Fließen sein, das auftreten kann, wenn der Sensor über lange Zeit dauerhaft mechanisch belastet wird.

2.2.6 Belastbarkeit und Interpretierbarkeit gemessener Größen

Gelingt es letztlich, sensorisch Informationen aus dem Inneren eines Materials zu gewinnen, stellt sich die Frage, wie die gemessenen Größen zu interpretieren sind. Da der Sensor fast immer einen Fremdkörper im Material darstellt und das Verhalten des Gesamtsystems je nach Anwendung mehr

oder weniger stark beeinflusst, muss über Modellrechnungen der Einfluss des Sensors ermittelt werden. Erst dann kann eine Aussage darüber getroffen werden, inwiefern die Messwerte eine Aussage über das Materialverhalten erlauben.

2.3 Beispiele materialintegrierter Sensorik

Sowohl im wissenschaftlichen als auch im kommerziellen Umfeld gibt es bereits eine Vielzahl von Beispielen für materialintegriertes Messen. Im industriellen Umfeld werden dabei häufig kommerzielle Sensoren nachträglich in an sich bereits fertige, funktionsfähige Bauteile integriert. Ein typisches Beispiel hierfür sind Temperatursensoren, die über einen Schraubanschluss am Gehäuse direkt in ein Innengewinde in einem Bauteil geschraubt werden können. So werden etwa Temperaturen an verschiedenen Stellen in Verbrennungsmotoren gemessen. Ein solcher Aufbau hat den Vorteil, dass der Sensor durch sein Gehäuse gut geschützt und durch die Schraubverbindung im Schadensfall einfach auszutauschen ist. Dafür wird in Kauf genommen, dass der Sensor samt Gehäuse sehr groß ist und eine entsprechend große Schwachstelle im Bauteil erzeugt. Außerdem kann das Gehäuse das Messergebnis etwa durch mangelhafte thermische Leitfähigkeit deutlich beeinflussen. [3]

In der Forschung wird häufig ein ähnlicher Ansatz bei der Messung von Temperatur genutzt. Hier wird allerdings der Genauigkeit der Messung der Vorzug gegenüber Zuverlässigkeit und Wiederherstellbarkeit im Schadensfall gegeben. Dazu wird etwa auf ein großes Gehäuse mit Schraubanschluss verzichtet. Stattdessen werden zum Beispiel feine Thermoelemente mit einfacher, dünner Verkapselung in kleine Bohrungen in Bauteilen eingebracht. Die Schwachstelle im Bauteil ist so wesentlich geringer und die Messungsgenauigkeit durch das Gehäuse wird deutlich reduziert. [4]

Die Messung von mechanischen und chemischen Größen erfordert in der Regel Sensoren, die sich nicht so leicht miniaturisieren lassen wie Thermoelemente. Dies stellt kein Problem dar, solange ein Wundeffekt vernachlässigbar ist. Ein typisches Beispiel dafür ist die Integration von optischen Dehnungsmesssystemen in Beton-Bauteile [5] oder Straßenbeläge [6]. Hierbei werden optische Fasern mit Faser-Bragg-Gittern (FBG) ins Material eingebracht. Bei Verformung dieser ändert sich die Amplitude des einbrachten Lichts durch Interferenz. Obwohl optische Fasern inklusive ihrer Mantelung relativ zu anderen Sensoren groß sind, verursachen sie in den in der Regel noch wesentlich größeren Bauteilen nur einen geringen Wundeffekt.

Ein Gebiet, in dem die Anwendung von verschiedenen, miniaturisierten Sensoren von großem Interesse ist, ist die Integration in Faserverbundwerkstoffe. Das Interesse ist hier stark durch die Luftfahrtindustrie getrieben, welche an einer Überwachung der strukturellen Integrität von Bauteilen, der strukturellen Stabilität bei möglichst geringem Gewicht, also bei möglichst geringem Materialeinsatz, und einer effizienten Herstellung interessiert ist. Zur Überwachung der strukturellen Integrität bieten sich diverse Sensoren an. So wurden dazu bereits einfache Dehnungsmessstreifen, Faseroptiksensoren sowie piezoelektrische Sensoren genutzt. [7] Bei der Herstellung von Faserverbundwerkstoff-Bauteilen ist besonders die Überwachung der Aushärtung des Polymers, welches die Fasern umgibt, von Interesse. Neben indirekten Methoden über die Messung von Dehnung bzw. Spannung im Material mit optischen FBG-Sensoren [8] oder DMS [9] über die Messung mit Ultraschallsensoren [10], kommt hier vor allem die dielektrische Messung mit Interdigitalsensoren zum

Einsatz [11]. Diese Sensoren lassen sich sehr dünn und flexibel gestalten, so dass ihr Einfluss auf die mechanische Integrität des Bauteils vernachlässigbar ist [12].

Auch im Bereich der reinen Kunststoffbauteile gibt es einige Beispiele für integrierte Sensorik. In der Kunststoffherstellung treten Temperaturen und mechanische Beanspruchungen auf, die die meisten Sensoren unbeschadet überstehen. Abot et al. berichten in [13] über ein ganzes Netzwerk von Dehnungssensoren, das in einem Kunststoffbauteil die Messung einer Dehnungsverteilung erlaubt. Die Robotik treibt die Entwicklung von taktilen Sensoren als Hautnachbildung für Roboter voran [14]. Im Bereich der Smart Wearables ist vor allem die Integration von Sensoren in Kunststoffgewebe von Interesse [15].

Im Bereich der in Metall-Bauteile integrierten Sensorik gibt es einige Ansätze. Problematisch ist hierbei vor allem der Integrationsprozess. Die Integration erfolgt im Idealfall in eine Metallschmelze. Die dabei vorherrschenden Temperaturen führen bei vielen Sensoren zu Beschädigung oder Zerstörung. Im Bereich des Aluminium-Gusses gibt es einige Beispiele für die erfolgreiche Integration verschiedener Sensoren wie zum Beispiel Dehnungsmessstreifen oder Piezokeramiken [16–18]. Vor allem im Bereich der Sensorintegration in Stahlbauteile werden häufig entweder Ansätze gewählt, bei denen sensorische Strukturen direkt auf der Oberfläche von Stahlbauteilen abgeschieden werden [19], oder Sensoren in Bohrungen oder Nuten im Bauteil mit einer Fügenschicht eingeklebt werden [20–22].

3 Sensorik zur materialintegrierten Messung von Dehnung

Mechanische Zustandsgrößen dienen häufig als entscheidender Indikator für Belastungsspielräume und -grenzen. Die am einfachsten zu messenden Größen sind dabei Dehnung und Druck. Häufig lassen sich aus der Kenntnis einer dieser beiden Größen vielfältige Informationen ableiten. Allen voran kann auf mechanische Spannungen in Bauteilen geschlossen werden, deren maximale Höhe oft als Versagenskriterium definiert ist.

Die Dehnung gibt die Längenänderung eines Bauteils in Relation zur Ausgangslänge an und ist daher einheitenlos. Jedes Material verändert bei mechanischer Belastung seine Form. Insbesondere bei metallischen Werkstoffen sind die Längenänderungen, die ein Bauteil vor einer plastischen Verformung ertragen kann, gering. Die sog. Dehngrenze, bis zu deren Erreichen Verformungen in der Regel elastisch und somit reversibel geschehen, liegt für viele Metalle bei 0,2%. Die Erfassung von Dehnungen bis zu dieser Grenze ist daher von besonderem Interesse und viele Messverfahren wurden mit Blick auf diesen Messbereich optimiert. Metallische und Halbleiter-Dehnungsmessstreifen eignen sich gut, um diese geringe Dehnung zu erfassen.

Bei Polymerwerkstoffen können weitaus höhere elastische Dehnungen auftreten als bei Metallen. Viele Kunststoffe lassen sich um mehrere Prozent reversibel dehnen. Elastomere können sogar über 100% hinaus elastisch gedehnt werden. Die Messung solch großer Dehnungen mit Dehnungsmessstreifen ist nicht ohne weiteres möglich, da die Messstreifen selbst sich bei derart hohen Dehnungen irreversibel verformen oder ganz zerstört werden und starke Nichtlinearitäten im Messsignal auftreten.

Ein besonderer Fokus in dieser Arbeit liegt auf der Entwicklung und Erprobung von Dehnungsmessstreifen, die das Potential besitzen, unbeschadet in Vollmaterial integriert werden zu können, geringe Dimensionen und eine gute Sensitivität aufzuweisen und zur Messung großer Dehnungen geeignet zu sein.

3.1 Charakteristika von Dehnungsmessstreifen

Die wichtigste Kenngröße eines Dehnungsmessstreifens ist der sog. k-Faktor (eng. Gauge Factor – G.F.). Dieser gibt das Verhältnis zwischen Dehnung und relativer Änderung der Messgröße an. Der k-Faktor wird häufig idealisiert als konstanter Wert angenommen, so dass ein linearer Zusammenhang zwischen Dehnung und Messgröße besteht, wie er in Gl. (2) beschrieben ist.

$$\frac{\text{Messgrößenänderung}}{\text{Ausgangswert der Messgröße}} = k * \epsilon \quad (2)$$

Für resistive DMS lautet die Formel dann entsprechend:

$$\frac{\text{Widerstandsänderung}}{\text{Ausgangswiderstand}} = \frac{\Delta R}{R_0} = k * \epsilon \quad (3)$$

Für kapazitive DMS gilt analog:

$$\frac{\text{Kapazitätsänderung}}{\text{Ausgangskapazität}} = \frac{\Delta C}{C_0} = k * \epsilon \quad (4)$$

Um den k-Faktor zu bestimmen, muss der Dehnungsmessstreifen um eine bekannte Dehnung gedehnt werden und gleichzeitig die dadurch auftretende Messgrößenänderung gemessen werden. Dabei ist darauf zu achten, dass Störungen etwa durch Temperaturschwankungen oder elektromagnetische Einkopplungen vermieden werden.

3.1.1 Methoden zur Bestimmung des k-Faktors

Die Norm VDI/VDE 2635-1 [23] sieht zur Bestimmung der Charakteristika eines DMS den Zugversuch oder einen Biegeversuch vor. In Abbildung 3.1 sind die beiden Versuchsaufbauten dazu schematisch dargestellt. Am einfachsten lässt sich der k-Faktor im genormten Zugversuch (z. B. nach ISO 6892-1:2016 [24]) bestimmen. Dazu wird ein Dehnungsmessstreifen auf eine Zugprobe aufgebracht. Diese wird in einer Zugmaschine dann definiert gedehnt. Die Dehnung wird auf den DMS übertragen und so eine Änderung der Messgröße verursacht. Der k-Faktor kann anschließend aus bekannter Dehnung und Messwerten berechnet werden.

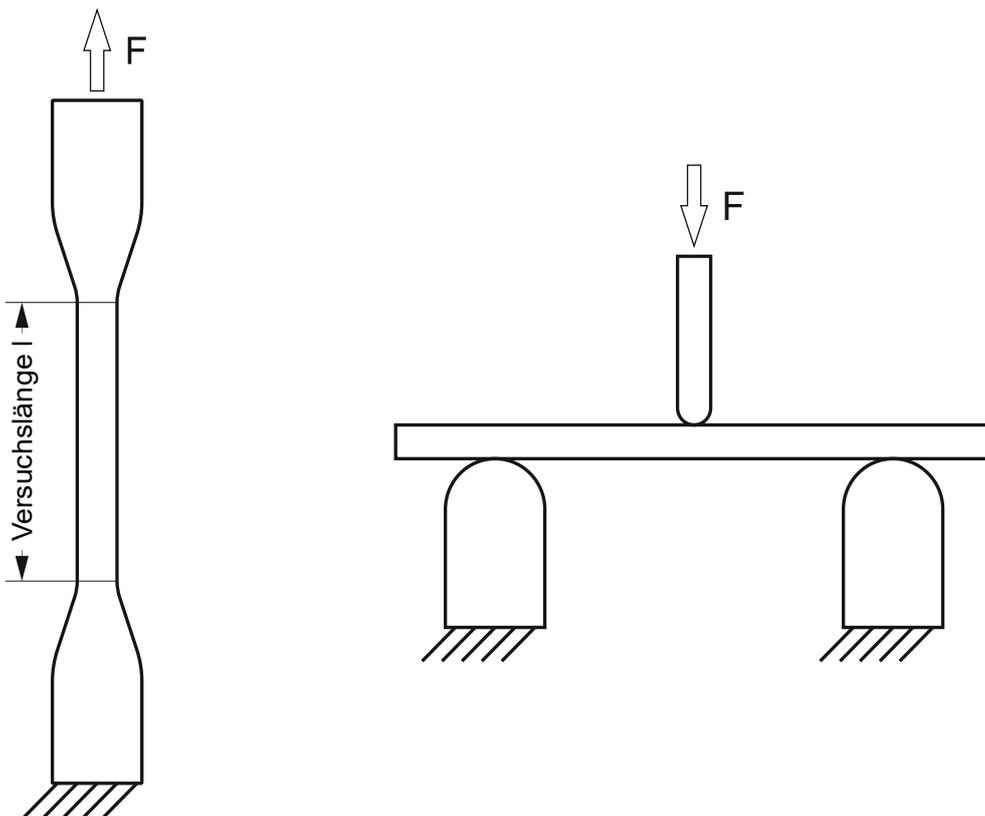


Abbildung 3.1: Aufbauten zur Bestimmung des k-Faktors: (links) Zugversuch, (rechts) Biegeversuch

Diese Methode eignet sich grundsätzlich immer dann, wenn der Dehnungsmessstreifen folienbasiert ausgeführt ist, also kein starres Substrat hat. Dies liegt daran, dass der DMS glatt und vollflächig auf den Prüfkörper aufgebracht werden muss, um eine ideale Übertragung der Dehnung zu gewährleisten. Andernfalls kann nicht davon ausgegangen werden, dass ein DMS die gleiche Dehnung wie der Prüfkörper erfährt und die Berechnung des k-Faktors kann fehlerhaft sein.

Geht es darum, Dehnungsmessstreifen in Material zu integrieren, so kann nicht immer eine folienbasierte Lösung zum Einsatz kommen. Dies ergibt sich aus den verschiedenen Anforderungen, die der Integrationsprozess an den Sensor stellt. Insbesondere bei der Integration in Metalle ist die Verwendung eines starren Substrats unausweichlich. Die Bestimmung des k-Faktors wird dadurch erheblich erschwert. Alternativ zum Zugversuch kann der Dreipunktbiegeversuch zur Bestimmung des k-Faktors genutzt werden. Hierbei wird ein Probekörper mit DMS auf zwei Schenkeln gelagert und dann mit einem Stempel mittig durchgebogen. Die Bestimmung der Dehnung entlang der Unterseite des Probekörpers, wo der DMS platziert ist, ist aus Versuchsdaten möglich, wenn auch deutlich umständlicher als im Zugversuch. Zunächst muss dazu das E-Modul der Probe E berechnet werden, wenn dieses nicht ohnehin bekannt ist. Für dieses gilt

$$E_x = \frac{F * l^3}{48 * I * w} \quad (5)$$

wobei F die aufgebrachte Kraft, l der Abstand zwischen den Auflagern, I das Flächenträgheitsmoment der Probe und w die Durchbiegung der Probe ist. Die Spannung an der Unterseite des Probekörpers ist gegeben durch

$$\sigma_x = \frac{F * l}{4 * W} \quad (6)$$

wobei W das Widerstandsmoment der Probe ist. Sowohl das Flächenträgheitsmoment I als auch das Widerstandsmoment W sind rein von der Geometrie des Probenquerschnitts abhängige Werte und deren Bestimmung lässt sich gängigen Tabellenwerken wie [25] entnehmen. Die Berechnung der Dehnung erfolgt aus dem Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung. Für linearelastische Materialien ergibt sich die Dehnung nach dem Hook'schen Gesetz als

$$\epsilon_x = \frac{\sigma_x}{E_x} \quad (7)$$

Der große Nachteil der k-Faktor-Bestimmung im Dreipunktbiegeversuch ist die Notwendigkeit, die Position des DMS exakt zu kennen. Die maximale Dehnung tritt direkt unterhalb des Stempels auf und der DMS muss daher genau dort platziert werden. Leichte Lageabweichungen können das Ergebnis der Messung verfälschen, da von einer falschen Dehnung ausgegangen wird.

3.1.2 Der k-Faktor bei resistiven Dehnungsmessstreifen

Ein resistiver DMS kann als einfacher Leiter mit der Länge l , dem Leitungsquerschnitt A und dem spezifischen Widerstand ρ betrachtet werden. Der Grundwiderstand des Leiters ist dann

$$R_0 = \frac{\rho * l}{A} \quad (8)$$

Wird der DMS gedehnt, dann wird die messbare Widerstandsänderung durch die Längenänderung Δl , die Querschnittsänderung ΔA und die Änderung des spezifischen Widerstands $\Delta \rho$ verursacht. Die relative Widerstandsänderung ergibt sich durch partielle Differentiation von (8) als

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{\Delta l}{l_0} - \frac{\Delta A}{A_0} + \frac{\Delta \rho}{\rho_0} \quad (9)$$

Außerdem gilt für die durch Querkontraktion verursachte Querschnittsänderung unter Berücksichtigung der Poisson-Zahl ν

$$\frac{\Delta A}{A_0} = -2\nu \frac{\Delta l}{l_0} \quad (10)$$

Setzt man Gl. (10) in Gl. (9) ein, dann ergibt sich für den k-Faktor

$$k = \frac{\frac{\Delta R}{R_0}}{\frac{\Delta l}{l_0}} = 1 + 2\nu + \frac{\frac{\Delta \rho}{\rho_0}}{\frac{\Delta l}{l_0}} \quad (11)$$

Der k-Faktor ist letztendlich also abhängig von der Poisson-Zahl des Leitermaterials und der Änderung des spezifischen Widerstands des Materials durch Dehnung. [26]

3.1.3 Temperaturempfindlichkeit

Ein großes Problem bei der Dehnungsmessung mit DMS ist die grundsätzlich vorhandene Querempfindlichkeit gegenüber Temperatur. Bei resistiven DMS ergibt sich diese aus dem thermoresistiven Effekt als

$$\frac{\Delta R}{R_0}(\tau) = 1 + \alpha_T * (\tau - \tau_0) + \beta_T * (\tau - \tau_0)^2 \quad (12)$$

wobei α_T und β_T die Temperatur-Widerstands-Koeffizienten (engl. Temperature Coefficient of Resistance – TCR) ersten und zweiten Grades und τ_0 die Temperatur bei der Bestimmung von R_0 sind. Bei der Messung von Dehnung bei sich ändernder Temperatur ergibt sich unter Vernachlässigung höhergradiger TCR dann eine Gesamtwiderstandsänderung von

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{\Delta R_{Dehn.} + \Delta R_{temp}}{R_0} = k * \epsilon + \alpha_T * \Delta T \quad (13)$$

Bei der Dehnungsmessung ist es also wichtig, eine konstante Temperatur zu gewährleisten oder den Einfluss von Temperatur zu kompensieren. Zwei Methoden zur Temperaturkompensation haben sich in der Vergangenheit etabliert. Die einfachste Methode ist die Messung von Dehnung und Temperatur mit einem DMS und die gleichzeitige Messung der Temperatur mit einem Temperatursensor, z. B. einem Thermoelement. Die Widerstandsänderung des DMS durch Temperatureinfluss kann bei dann bekannter Temperatur mathematisch kompensiert werden.

Die am weitesten verbreitete Methode zur Temperaturkompensation ist die Nutzung von zwei DMS, einem aktiven und einem passiven, in Halb- oder Voll-Brücken-Verschaltung. Die beiden DMS haben dabei die gleichen Dimensionen und so auch den gleichen Ausgangswiderstand. Sie werden, wie in Abbildung 3.2 dargestellt, in Reihe geschaltet. Der aktive Dehnungsmessstreifen erfährt eine Widerstandsänderung durch Dehnung und Temperatur. Der passive DMS ist gegenüber dem aktiven

um 90° gedreht angeordnet und erfährt so eine vernachlässigbare Dehnung. Sein Widerstand ändert sich nur durch Temperatureinfluss. Die Brückenspannung ändert sich jetzt nur noch durch Dehnung, der Temperatureinfluss wird kompensiert.

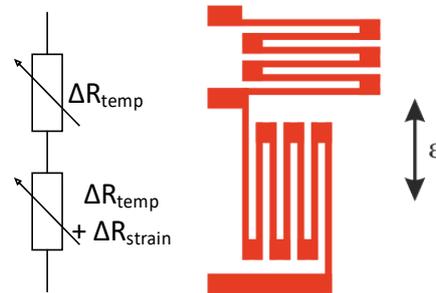


Abbildung 3.2: Temperaturkompensation mit aktivem und passivem DMS

Die hauptsächlichen Nachteile beider Methoden ist der große Platzbedarf durch den zusätzlichen Temperatursensor bzw. den zweiten DMS sowie die problematische Annahme, dass aktiver DMS und Temperatursensor bzw. passiver DMS dieselbe Temperaturänderung erfahren. Diese beiden Aspekte sind im Rahmen der Integration von Sensoren in Materialien besonders problematisch, da der Sensor häufig insgesamt möglichst klein sein muss und im Inneren von Materialien hohe örtliche Temperaturgradienten auftreten können. Neben der allgemeinen Temperaturabhängigkeit der Resistivität besteht diese bei vielen Materialien auch für den k-Faktor [27, 28]. In der Regel nimmt die Dehnungssensitivität bei steigender Temperatur ab.

3.2 Trägermaterial für Dehnungsmessstreifen

Die ersten Dehnungsmessstreifen bestanden aus Drähten, die in Messgitterform gebogen und auf eine Trägerfolie aufgeklebt wurden. Moderne DMS werden in der Regel durch das Beschichten eines Foliensubstrats mit einer dünnen Metallschicht und die Strukturierung dieser Schicht, z. B. mittels Lithographie und Ätzen oder per Laserstrukturierung, hergestellt. Als Folienmaterial kommt dabei in den meisten Fällen ein Polyimid zum Einsatz. Polyimide sind Hochleistungspolymere, die sich durch gute mechanische Eigenschaften und exzellente chemische und thermische Stabilität auszeichnen. Das am weitesten verbreitete Polyimid ist Kapton von der Firma DuPont. Polyimide können als fertige Folie oder aber auch als flüssiger Precursor erworben werden. In der Mikrosystemtechnik ist es üblich, flüssige Precursoren zu verwenden und im Spin-On-Verfahren dünne Polymerschichten auf Trägerwafern zu erzeugen.

Im Rahmen dieser Arbeit wird vielfach das Polyimid U Varnish S von der Firma UBE Chemicals als Trägerfolie oder Isolationsschicht für Dehnungsmessstreifen genutzt. Aus dem flüssigen Precursor wird dazu eine Schicht erzeugt, die im Normalfall 5 µm dick ist. Nach dem Aufbringen des Precursors im Spin-On-Verfahren wird die entstandene Schicht unter Temperatureinfluss im Vakuum polymerisiert. Der Standardprozess zur Polymerisierung nutzt dabei das in Abbildung 3.3 gezeigte Temperaturprofil mit einer maximalen Temperatur von 450°C. Im Temperaturbereich bis 150°C wird dabei hauptsächlich das Lösemittel des flüssigen Precursors verdampft. Zwischen 150°C und 250°C findet die Imidisierung statt. Das Ausheizen oberhalb von 250°C kann eine weitere Imidisierung stattfinden und das Material entwickelt eine teilkristalline Struktur.[29] Die entstehende Schicht zeichnet sich durch eine geringe

Rauheit, hohe chemische Beständigkeit und gute mechanische Eigenschaften aus. Beides sind optimale Voraussetzungen zur weiteren mikrotechnologischen Bearbeitung.

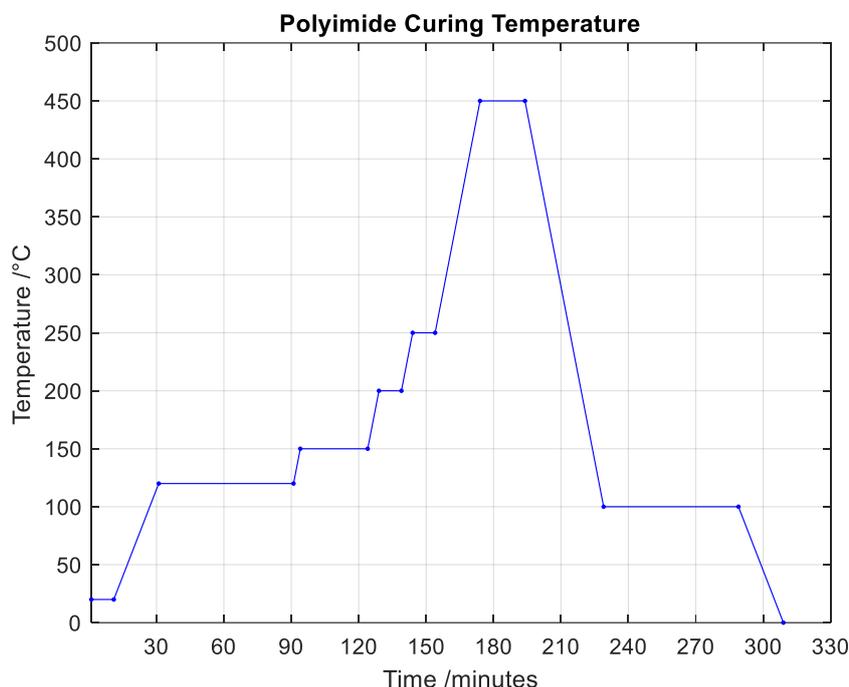


Abbildung 3.3: Temperaturprofil zur Polymerisierung von Polyimid [30]

Zur Integration von Sensoren auf Materialien ist die chemische Innertheit des Polyimidträgers eher nachteilig. Die Oberfläche des vollständig vernetzten Polyimids neigt kaum dazu, im Inneren des Matrixmaterials chemisch zu haften. Es wurde daher die Möglichkeit untersucht, die Polyimidschicht nicht vollständig zu polymerisieren, so dass noch frei Bindungen an der Oberfläche verfügbar sind. Dazu wurde das Polyimid zunächst mittels Dynamischer Differenzkalorimetrie analysiert. Dabei wird der Precursor in einem Tiegel langsam erhitzt. Als Referenz wird ein leerer Tiegel ebenfalls erhitzt. Beim Einsetzen der Polymerisationsreaktion wird Energie benötigt (endotherme Reaktion) oder abgegeben (exotherme Reaktion). Die Energie wird aus der nötigen Heizleistung zum Aufheizen der Tiegel berechnet. Da im leeren Tiegel keine Energie zusätzlich erzeugt wird oder verloren geht, kann durch die Bildung der Differenz des Energiebedarfs zum Aufheizen die durch die Reaktion entstandene oder aufgenommene Energie ermittelt werden. Das Ergebnis ist in Abbildung 3.4 dargestellt. Es ist sowohl im Verlauf der Heizleistung des Polyimid-Tiegels als auch in der Differenzansicht eindeutig zu erkennen, dass die Polymerisationsreaktion im Bereich von ca. 200°C bis 220°C stattfindet. Ein kleiner Ausschlag bei ca. 305°C kann auf eine leichte Nachvernetzung hinweisen. Oberhalb dieser Temperatur ist keinerlei weitere chemische Reaktion festzustellen. Es kann davon ausgegangen werden, dass das Polyimid bei 220°C vollständig oder nahezu vollständig polymerisiert ist.

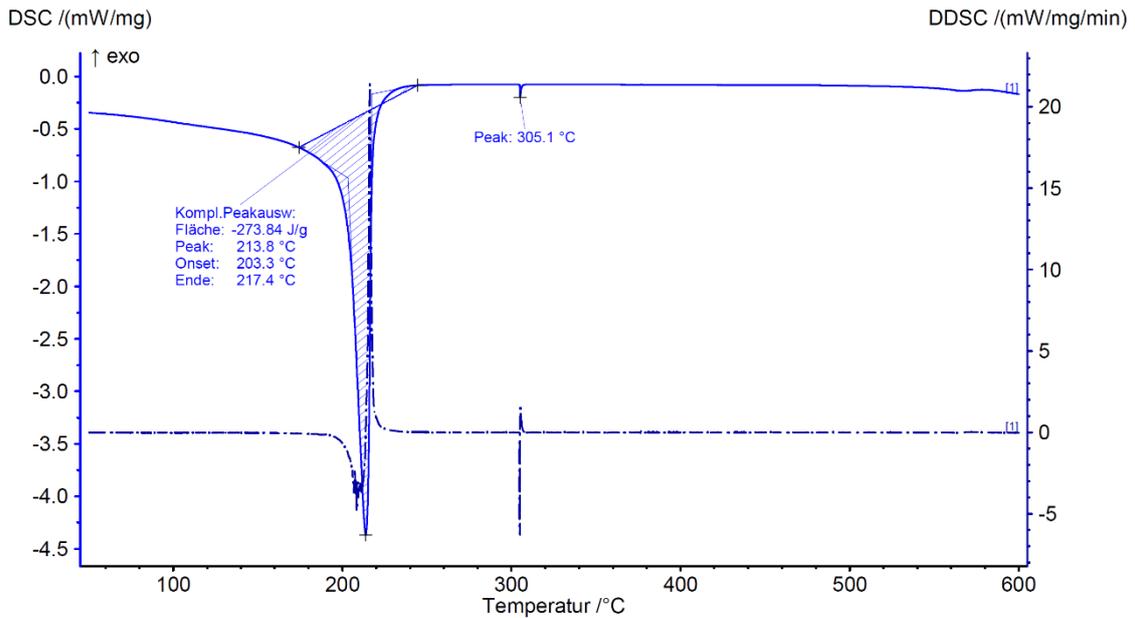


Abbildung 3.4: Dynamische Differenzkalorimetrie von U Varnish S Polyimid

Um die thermische Stabilität des Polyimid zu ermitteln, wurde zusätzlich eine thermogravimetrische Analyse des Polyimids durchgeführt. Dabei wird das Gewicht des Precursors bei der Erhitzung gemessen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 3.5 gezeigt. Es ist gut zu erkennen, dass das Gewicht ab ca. 100°C drastisch zunächst abnimmt. Dieser Effekt ist mit dem Verdampfen des hohen Lösemittelgehalts des Precursors zu erklären. Nachdem das Lösemittel verdunstet ist, ist keine nennenswerte Veränderung des Gewichts bis ca. 600°C mehr festzustellen. Oberhalb von 600°C zersetzt sich das Material und ab ca. 650°C sind nur noch einige Rückstände, die nicht verdampfen, vorhanden. Die Ergebnisse decken sich mit den Angaben des Herstellers UBE Chemicals, der eine Dauereinsatztemperatur von 400°C und eine Kurzzeitstabilität bis 600°C garantiert.

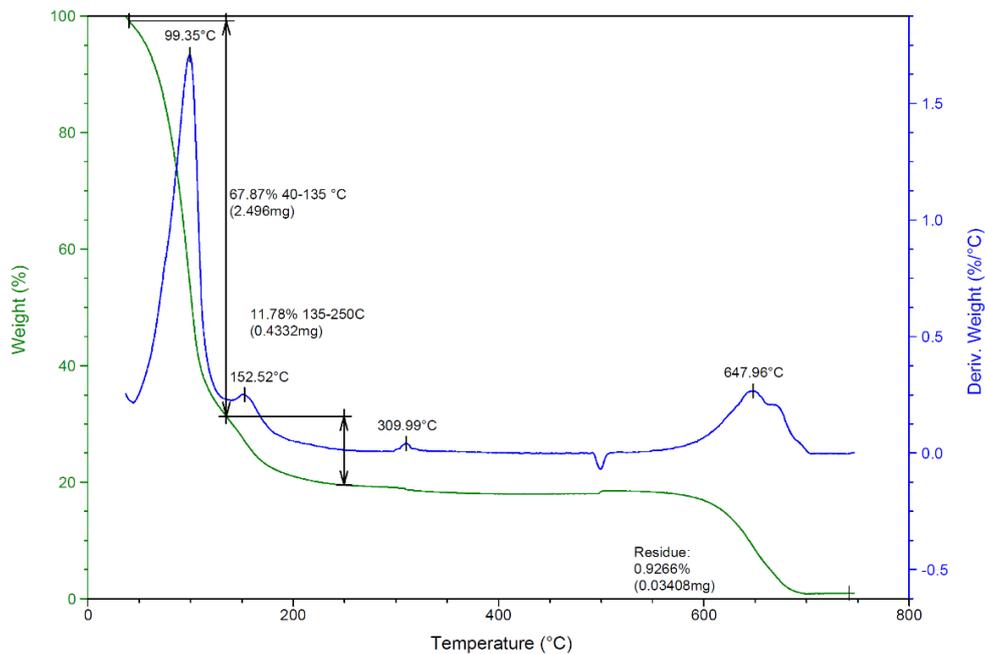


Abbildung 3.5: Thermogravimetrische Analyse von U Varnish S Polyimid

3.3 Metallische Dehnungsmessstreifen

Metallische Dehnungsmessstreifen sind die älteste und am weitesten verbreitete Form von Dehnungsmessstreifen. Sie bestehen aus einem metallischen Leiter, der sensitiv gegenüber Dehnung ist. Üblicherweise wird der Leiter zu einem Messgitter angeordnet, wie es in Abbildung 3.6 zu sehen ist. Der mäanderförmige Verlauf dient dabei hauptsächlich dazu, einen hohen Grundwiderstand durch Verlängerung des Leiters auf einer möglichst kleinen Fläche zu erzeugen. Wegen der hohen Leitfähigkeit der meisten Metalle hätte ein kurzer, gerader Leiter einen so geringen Widerstand, dass dieser nur schwer messbar wäre.

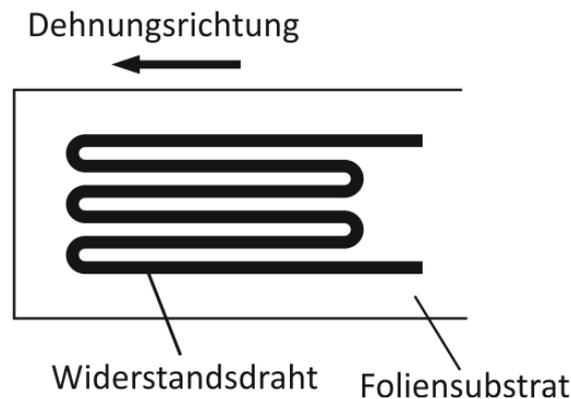


Abbildung 3.6: Typisches Messgitter eines metallischen Dehnungsmessstreifens

Metallische Dehnungsmessstreifen weisen häufig einen k-Faktor von ca. 2 auf. Dies ist dadurch zu erklären, dass die Widerstandsänderung durch Dehnung hauptsächlich durch eine Veränderung der Leitergeometrie verursacht wird und eine Änderung des spezifischen Widerstands häufig vernachlässigt wird. Außerdem liegt die Poisson-Zahl für Metalle typischerweise zwischen 0,2 und 0,4. Gl. (11) ergibt so [26]

$$k = \frac{\frac{\Delta R}{R_0}}{\frac{\Delta l}{l_0}} = 1 + 2\nu \Rightarrow [1,4 \leq k \leq 1,8] \quad (14)$$

In einigen Ausnahmen, wie etwa bei Platin, das einen k-Faktor von bis zu 6 aufweisen kann, gibt es andere Mechanismen, die die Widerstandsänderung zusätzlich beeinflussen. Bridgman [31, 32] hat etwa für bestimmte Werkstoffe eine Änderung des spezifischen Widerstands in Abhängigkeit der Volumenänderung festgestellt. Diese ergibt sich mit dem Proportionalitätsfaktor κ als

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \kappa \frac{\Delta V}{V} \quad (15)$$

Durch Geometrische Zusammenhänge gilt

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{\Delta l}{l} (1 - 2\nu) \quad (16)$$

und somit wird

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = \kappa \frac{\Delta l}{l} (1 - 2\nu) \quad (17)$$

Fügt man Gl. (17) in Gl. (11) ein, dann ergibt sich

$$k = \frac{\frac{\Delta R}{R_0}}{\frac{\Delta l}{l_0}} = (1 + 2\nu) + \kappa(1 - 2\nu) \quad (18)$$

Somit kann erklärt werden, dass Metalle einen größeren k-Faktor als 2 haben, wenn eine dehnungsabhängige Änderung des spezifischen Widerstands auftritt.

Die Vorteile von metallischen Dehnungsmessstreifen sind vor allem die einfache und günstige Herstellbarkeit und die Einfachheit des Aufbaus, die die DMS flexibel gestaltbar und widerstandsfähig gegenüber vielerlei Belastungen macht. Die beiden großen Nachteile metallischer DMS sind zum einen die vergleichsweise geringe Dehnungsempfindlichkeit und zum anderen die große Querempfindlichkeit gegenüber Temperatur. Besonders Reinelemente zeigen eine ausgeprägte Temperaturabhängigkeit ihrer Leitfähigkeit.

3.3.1 Besonderheiten metallischer Dünnschicht-Dehnungsmessstreifen

Verschiedene Annahmen bei der Beschreibung von DMS gelten unter der Annahme, dass die Dimensionen des Leiters ausreichend groß sind. Der Grund hierfür scheint historisch bedingt, da DMS zunächst aus auf Folie geklebtem Draht mit rundem Querschnitt gebaut worden sind. Ein typischer Wert für den Durchmesser einer solchen Drahtes ist 25 μm . In diesem Größenbereich treten keine unerwünschten, die Leitfähigkeit des Materials verändernden Effekte auf. Anders verhält es sich bei DMS, die aus Dünnschichten erzeugt werden. Der Querschnitt des Leiters ist durch die Herstellung näherungsweise rechteckig mit einer typischen Breite von einigen Mikrometern und einer Höhe von einigen 10 bis 1000 Nanometern. Abbildung 3.7 verdeutlicht den Unterschied zwischen Draht-DMS und Dünnschicht-DMS.

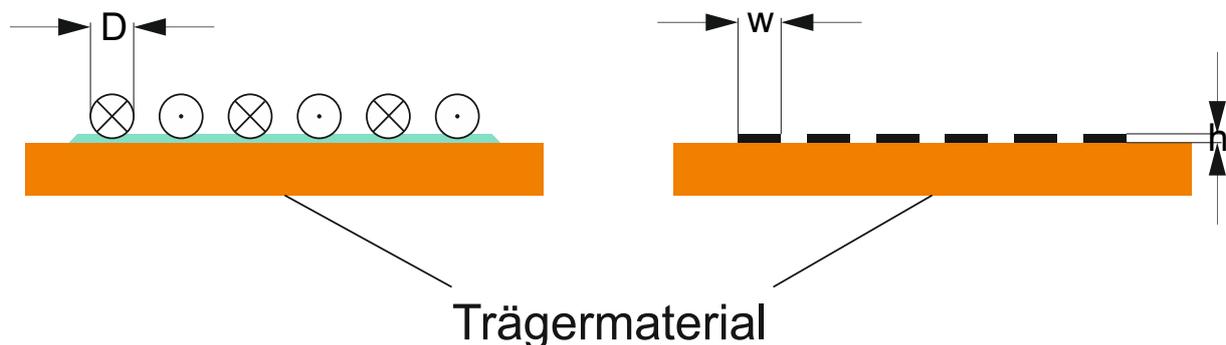


Abbildung 3.7: Querschnitt eines DMS mit (a) runden Querschnitt (Draht-DMS) und (b) rechteckigem Querschnitt (Dünnschicht-DMS)

Bei ausreichend dünnen Schichten können die Streuung von Elektronen an der Oberfläche des Leiters und an Verunreinigungen, Phononen, Fehlstellen oder Versetzungen die Leitfähigkeit maßgeblich beeinträchtigt [33]. Unterhalb einer Höhe des Leiters von ca. 100 nm lässt sich etwa beobachten, dass

der k-Faktor von verschiedenen Metallen deutlich abnimmt [34]. In [35] ist am Beispiel von Platin gezeigt, dass auch der TCR deutlich von der Schichtdicke abhängt. Für die Verlässlichkeit und Reproduzierbarkeit von Messungen mit verschiedenen Dünnschicht-DMS ist also eine konstante Höhe des Leiters besonders wichtig. Gl. (10) wird für Dünnschicht-DMS mit rechteckigem Leiterquerschnitt zu

$$\frac{\Delta A}{A_0} = \frac{(h * w) - ((h - \Delta h) * (w - \Delta w))}{h * w} = \frac{(h * w) - ((h \left(1 - v \frac{\Delta l}{l_0}\right)) * (w \left(1 - v \frac{\Delta l}{l_0}\right)))}{h * w} \quad (19)$$

Es ist zu erkennen, dass die Höhe des Leiters eines DMS mit der Dehnung abnimmt. Selbst unter der ungünstigen Annahme, dass die Querkontraktionszahl ungefähr 0,5 ist und eine hohe Dehnung von 2% gemessen wird, verringert sich die Höhe des Leiters allerdings nur um 1%. Bei Leiterhöhen um 100 nm ist dann keine signifikante Änderung des k-Faktors zu erwarten. Bei kleineren Höhen ist die Änderung des k-Faktors mit der Höhe allerdings stärker, so dass der Effekt ggf. nicht mehr vernachlässigt werden kann.

3.4 Herstellung und Charakterisierung metallischer Dünnschicht-Dehnungsmessstreifen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Dünnschicht-DMS aus verschiedenen Materialien hergestellt und untersucht, da sie auf Grund ihrer Eigenschaften besonders vielversprechend für die Integration in Materialien erscheinen. Insbesondere der einfache und auch dadurch widerstandsfähige Aufbau versprechen große Vorteile.

3.4.1 Materialauswahl

Zur Herstellung der Dehnungsmessstreifen in dieser Arbeit werden ein bis drei Metallisierungen benötigt. Die verschiedenen Herstellungsabläufe sind in Abbildung 3.8 abgebildet. Im einfachsten Fall a) werden sowohl das Messgitter als auch die Zuleitungen in einem Schritt aus derselben Metallisierung erzeugt. Dieses Verfahren bietet den Vorteil, dass die Prozessierung sehr schnell und wenig fehleranfällig ist, da nur eine Maskenebene und ein Ätzschritt benötigt wird. Nachteilig ist hierbei, dass die Schichtdicke für das Messgitter gering sein muss, um einen ausreichenden Messwiderstand zu erzeugen, und die Zuleitungen durch die geringe Dicke ggf. auch einen signifikanten Widerstand ausweisen. Dieser Effekt kann verringert werden, wenn die Zuleitungen ausreichend breit sind.

Im Fall b) wird durch die Nutzung einer dünnen Metallisierung zur Herstellung des Messgitters und einer dickeren Metallisierung zur Herstellung der Zuleitungen gewährleistet, dass die Zuleitungen einen sehr geringen Widerstand haben, so dass dieser vernachlässigt werden kann. Dafür wird in Kauf genommen, dass die Fehleranfälligkeit in der Herstellung durch eine zweite Maskenebene und einen weiteren Ätzprozess zunimmt. Außerdem greift bereits die Einschränkung, dass nur Metalle zusammen verwendet werden können, deren Prozessierung auf derselben Oberfläche möglich ist.

Im Fall c) werden bereits zwei verschränkte DMS hergestellt. Die Zuleitungen werden dabei jeweils aus denselben Metallisierungen wie das Messgitter hergestellt. Es gelten die Einschränkungen der Fälle a) und b).

Im komplexesten Fall d) werden 3 Metallisierungen benötigt, je eine für die beiden Messgitter und eine für die Zuleitungen. Die Prozessierung von 3 Materialien auf derselben Oberfläche ist technologisch herausfordernd, da die Kompatibilität von Herstellungsprozessen entweder nicht gegeben oder zumindest oft unklar ist. Im Ergebnis entsteht allerdings die beste Kombination aus verschränkten DMS und niederohmigen Zuleitungen.

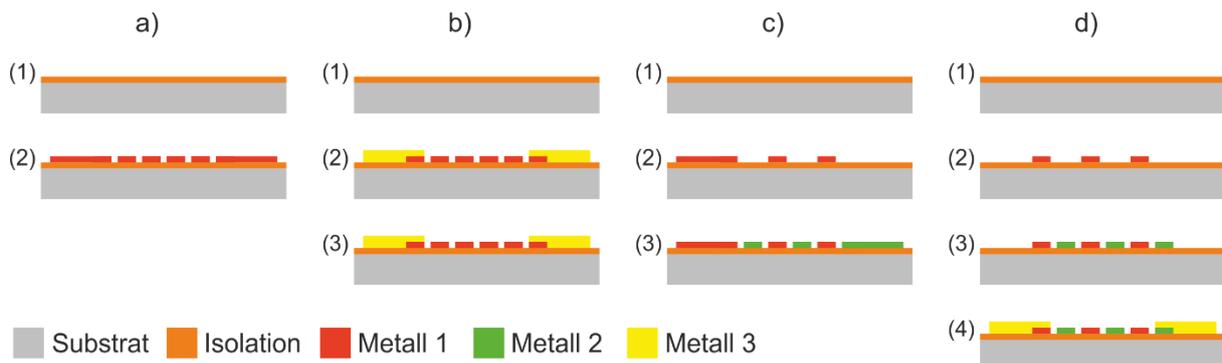


Abbildung 3.8: Verschiedene Aufbauten für Dehnungsmessstreifen : a) Einfacher DMS, b) Einfacher DMS mit Leiterbahn auf anderem Metall, c) Verschränkte DMS, d) Verschränkte DMS mit Leiterbahnen aus anderem Metall

Neben der Prozessierbarkeit sind vor allem die Empfindlichkeiten der genutzten Metalle gegenüber Dehnung und Temperatur von Bedeutung. Nach Gl. (18) ist der k-Faktor bei Metallen aus geometrischen Gründen zwischen 1,4 und 2. Unterschiede im k-Faktor können nur durch eine Veränderung der Resistivität bei Dehnung erklärt werden. In der Literatur finden sich vor allem Platin und platinhaltige Legierungen, die einen höheren k-Faktor als 2 zeigen. Eine weitere Ausnahme bildet Nickel, welches einen negativen k-Faktor von -12 zeigt. Der Grund hierfür liegt im ferromagnetischen Verhalten von Nickel, welches den Leitungsmechanismus beeinflusst. Tabelle 1 enthält eine exemplarische Übersicht von k-Faktoren verschiedener Materialien, die häufig zur Herstellung von DMS verwendet werden. Auffällig ist dabei, dass vielfach Legierungen verwendet werden. Dies liegt daran, dass durch das Mischen verschiedener Metalle oft spezielle Eigenschaften eingestellt werden können, etwa ein geringer Temperaturkoeffizient.

Tabelle 1: k-Faktoren verschiedener Materialien

Material	k-Faktor	Quelle
Konstantan	2	[36, 37]
Nichrome	2 bis 2,5	[36, 37]
Nickel	-10 bis 2	[36, 37]
Nimonic 90	1,8	[36, 37]
Platin Iridium (95 Pt, 5 Ir)	6,5	[36]

Platin-Wolfram (92 Pt, 8 W)	4	[36, 37]
Platin	6,1	[38]
Manganin (83 Cu, 14 Mn, 3 Ni)	0,47 bis 2	[36, 38]

Der Temperaturempfindlichkeit von vielen Metallen ist in einem ähnlichen Bereich. Für Dünnschicht-DMS ist zu erwarten, dass der TCR deutlich geringer als der von Bulk-Material ist. Bei ähnlichen Schichtdicken wird davon ausgegangen, dass das Verhältnis zwischen den Temperaturkoeffizienten allerdings konstant bleibt. Tabelle 2 gibt einen Überblick über die Temperaturkoeffizienten verschiedener Materialien, die zur Herstellung von DMS genutzt werden. Es wird deutlich, dass viele Legierungen offensichtlich gerne genutzt werden, da sie nur eine vergleichsweise geringe Temperaturempfindlichkeit aufweisen.

Tabelle 2: Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands für ausgewählte Materialien

Material	Temperaturkoeffizient ($10^{-3}/K$)	Quelle
Konstantan	0,01	[39]
Nichrome	0,11	[40]
Nickel	6,0	[39]
Platin Iridium (95 Pt, 5 Ir)	1,9	[41]
Platin-Wolfram (92 Pt, 8 W)	0,24	[42]
Platin	3,92	[39]
Manganin (83 Cu, 14 Mn, 3 Ni)	0,04	[39]
Gold	3,7	[39]

3.4.2 Herstellung

Die Herstellung der metallischen Dehnungsmessstreifen erfolgt in dieser Arbeit grundsätzlich mit Hilfe von Lithographie und Ätzverfahren. Die Laserstrukturierung steht zum einen nicht zur Verfügung und zum anderen sind die angestrebten Strukturauflösungen mit Laserstrukturierung kaum zu realisieren. Als Trägerfolie oder Isolation gegen ein starres, leitfähiges Substrat wird das in Abschnitt 3.2 beschriebene Polyimid U Varnish S von UBE Chemicals verwendet. Die Abscheidung der metallischen Dünnschichten erfolgt durch Sputtern. Es stehen die in Tabelle 3 gelisteten Materialien zur Verfügung.

Tabelle 3: Abscheidungs- und Strukturierungsprozesse verschiedener Metalle

Material	Abscheidung	Strukturierung
Gold (Au)	DC Sputtern	Nasschemisch mit Iod-Lösung oder Au Etch 200
Platin (Pt)	DC Sputtern	Nasschemisch mit Königswasser
Kupfer (Cu)	RF Sputtern	Nasschemisch mit Alketch

Aluminium (Al)	RF Sputtern	Nasschemisch mit Phosphorsäureätzlösung
Titan (Ti)	RF Sputtern	Nasschemisch mit Oxide Etch
Chrom (Cr)	DC Sputtern	Nasschemisch mit Chrome Etch Plus

Die Ergebnisse der Herstellung von DMS aus verschiedenen Materialien ist in den folgenden Abbildungen gezeigt. Um den elektrischen Widerstand der Kontaktleitungen zum Messgitter gering zu halten, ist es im Allgemeinen sinnvoll, die Leitungen aus einer dritten, dickeren Metallschicht zu erzeugen. Abbildung 3.9 zeigt einen Sensor mit zwei verschränkten Messgittern aus Gold und Platin jeweils mit einer Schichtdicke von 100 nm und Leitungen aus Kupfer mit einer Schichtdicke von 500 nm. Die Prozessierung der drei Metalle ist problemlos mittels nasschemischen Ätzens möglich. Beim Ablösen der Sensoren vom Trägerwafer ist jedoch festzustellen, dass die Sensoren sich selbst aufrollen. Dies liegt vermutlich an einer hohen intrinsischen Druckeigenspannung der Kupferleitungen. Die Nutzung der Sensoren ist so kaum möglich.

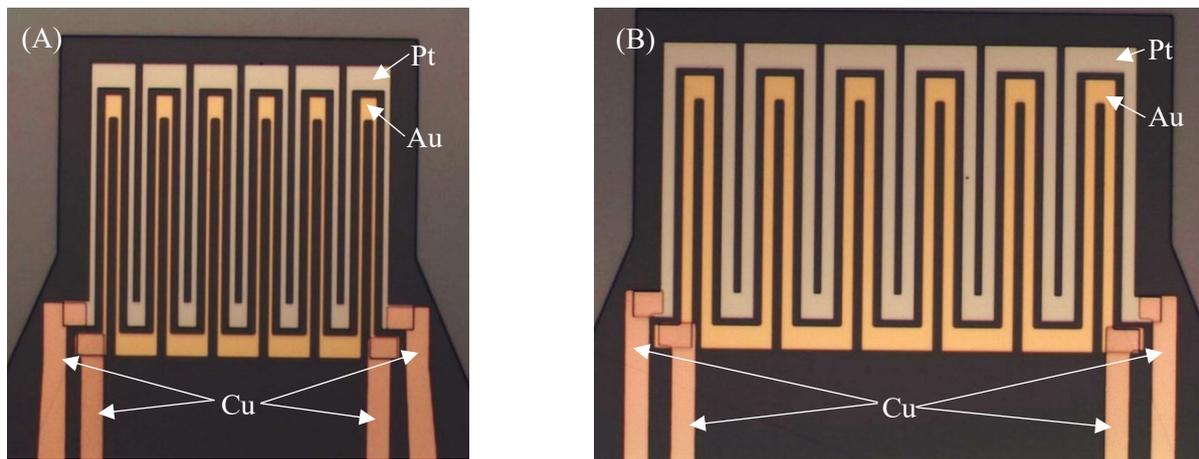


Abbildung 3.9: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Gold und Leitungen aus Kupfer. (A) 10 µm Strukturweite, (B) 20 µm Strukturweite. [43]

Abbildung 3.10 zeigt ähnliche Sensoren wie zuvor. Der Unterschied ist hier, dass die Zuleitungen zu den Messgittern jetzt ebenfalls aus der 100 nm dicken Goldschicht erzeugt werden, aus der auch das Gold-Messgitter hergestellt wird. Die Sensoren weisen so keine Verformung durch Eigenspannung mehr auf. Allerdings ist der Widerstand der Zuleitungen so im Bereich von 5 bis 10 % des Gesamtwiderstands des DMS. Ein Einfluss auf das Messsignal durch eine Verformung und daraus resultierende Widerstandsänderung der Leiterbahnen kann so nicht mehr vollständig ausgeschlossen bzw. vernachlässigt werden.

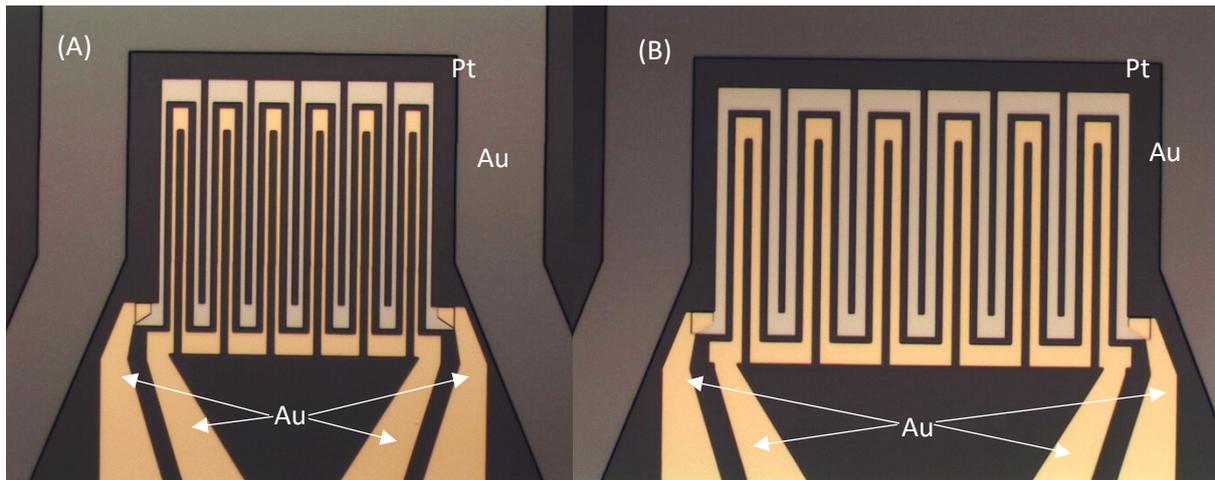


Abbildung 3.10: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Gold und Leitungen aus Gold.
(A) 10 µm Strukturbreite, (B) 20 µm Strukturbreite. [43]

Da die Kombination von Messgittern aus Platin und Gold sehr gute Fertigungsergebnisse zeigt, wurden die in Abbildung 3.11 abgebildeten Sensoren hergestellt, bei denen die Leiterbahnen zur Reduktion des Widerstands aus einer 500 nm dicken Goldschicht mittels Lift-Off-Verfahren erzeugt wurden. Am Rand der Leiterbahnen ist gut zu erkennen, dass durch den Lift-Off-Prozess Abrisskanten entstehen. Gelegentlich kommt es zum Kurzschluss zwischen benachbarten Leiterbahnen, wenn nach dem Lift-Off-Prozess Material zurückbleibt. Ein Beispiel ist in Abbildung 3.11 (b) zu sehen. Dieses Problem tritt vor allem dann auf, wenn der Abstand zwischen Leiterbahnen gering ist.

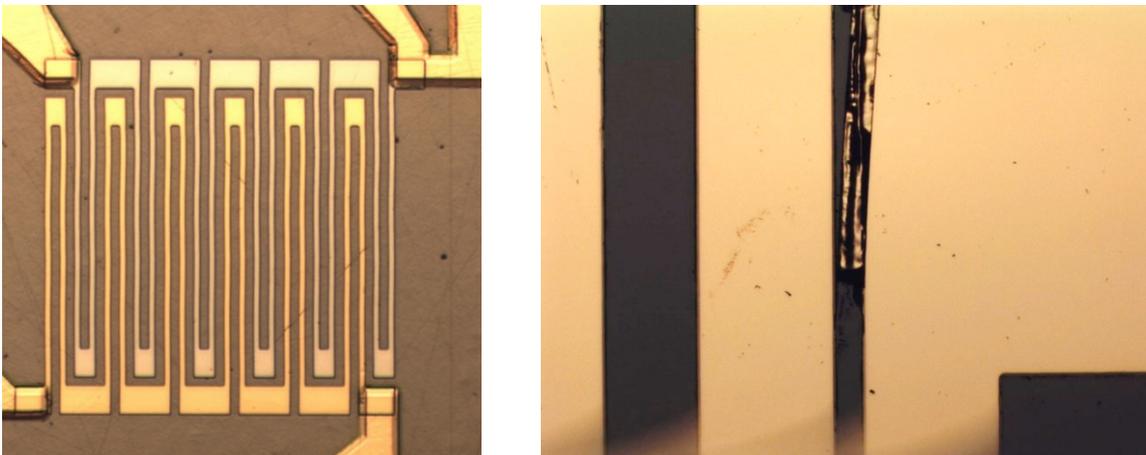


Abbildung 3.11: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Gold und Leitungen aus Gold.
[43]

In Abbildung 3.12 sind Messgitter aus Platin und Titan mit Leiterbahnen aus Gold zu sehen. Die Herstellung funktioniert ohne Probleme. Nach dem Prozessieren der Titanschicht können in den Platinstrukturen jedoch Fehlstellen beobachtet werden. Hierbei handelt es sich vermutlich um Wölbungen, die durch mechanische Spannungen in der Titan-Schicht auf die bereits vorhandenen Platinstrukturen übertragen wurden. Sowohl Platin- als auch Titan-Messgitter sind jedoch elektrisch funktionsfähig.

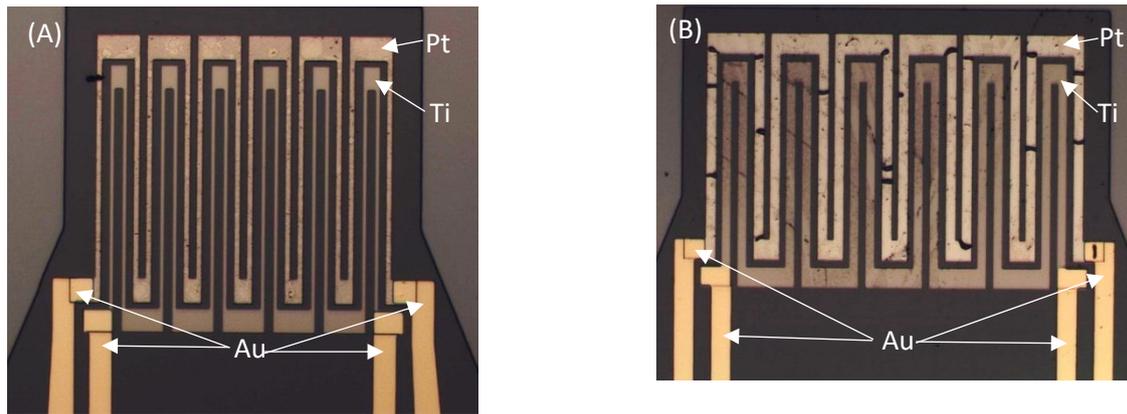


Abbildung 3.12: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Titan und Leitungen aus Gold.
(A) 10 µm Strukturbreite, (B) 20 µm Strukturbreite. [43]

Abbildung 3.13 zeigt Sensoren mit Messgittern aus Platin und Chrom. Auch hier sind im Platin nach dem Erzeugen der Chrom-Strukturen ähnlich Fehlstellen wie im vorigen Beispiel zu sehen. Das Messgitter aus Chrom weist eine starke Rissbildung auf. Dies deutet auf eine enorme Eigenspannung in der Chromschicht hin. Die Rissbildung ist so ausgeprägt, dass die Chromstrukturen elektrisch nicht mehr durchgehend leitfähig sind. Messgitter aus Chrom lassen sich also nicht herstellen.

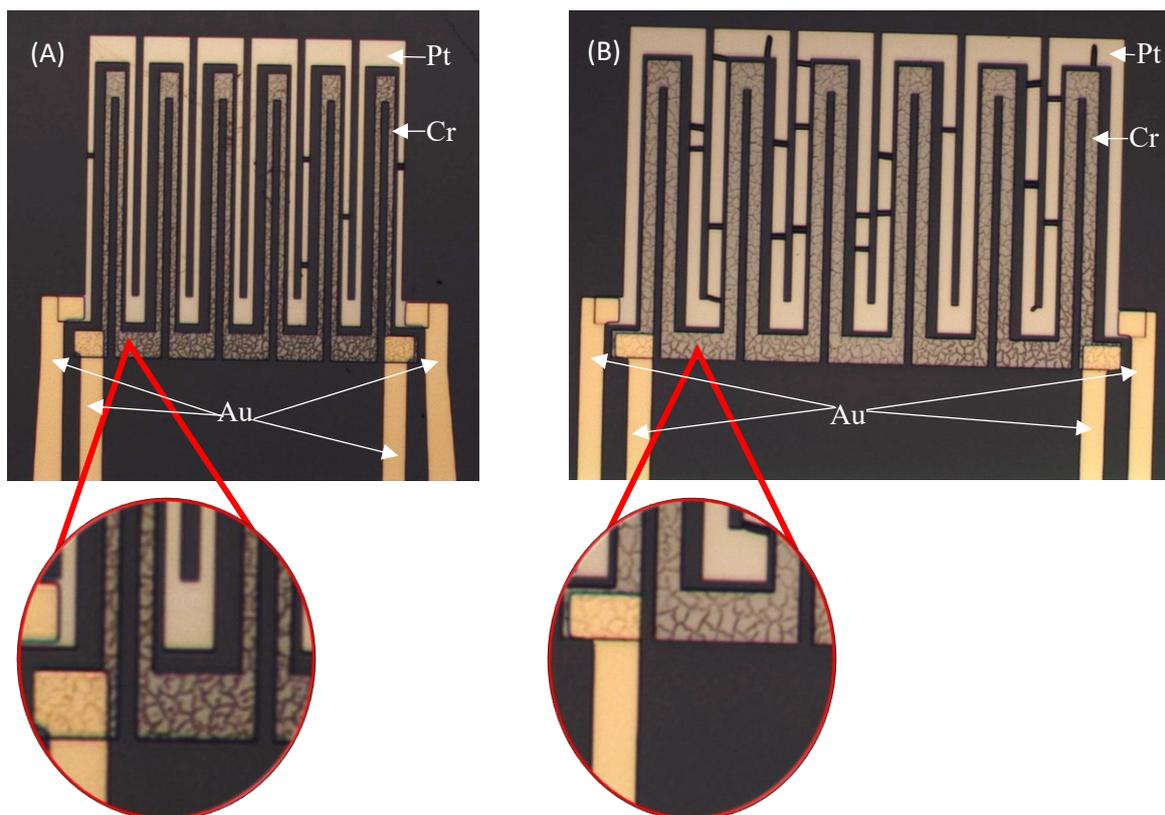


Abbildung 3.13: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Chrom und Leitungen aus Gold. (A) 10 µm Strukturbreite, (B) 20 µm Strukturbreite. [43]

Zuletzt sind in Abbildung 3.14 Sensoren mit Messgittern aus Platin und Aluminium abgebildet. Wie schon in den vorigen Beispielen zeigen sich auch hier wieder ähnlich Fehlstellen im Platin nach der

Erzeugung der Aluminium-Strukturen. Die Aluminium-Strukturen sind beim nasschemischen Ätzen stark beschädigt worden und zeigen große Lücken im Messgitter. Die Haftung von Aluminium auf dem Polyimid-Untergrund ist im Allgemeinen schlecht, so dass es vermutlich zur Ablösung und daraus resultierend zu einer starken Unterätzung kommt.

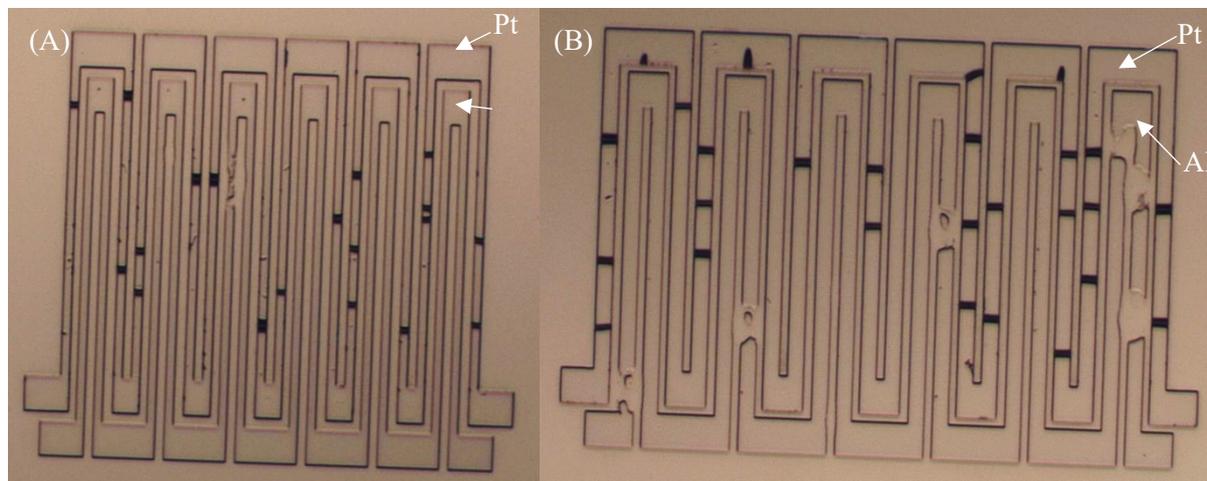


Abbildung 3.14: Dehnungsmessstreifen mit Messgittern aus Platin und Aluminium. (A) 10 µm Strukturweite, (B) 20 µm Strukturweite. [43]

Abschließend lässt sich festhalten, dass die Herstellung von Messgittern aus Platin und Gold am besten funktioniert. Es ist dabei möglich, Zuleitungen aus Kupfer oder Gold zu erzeugen, die durch ihre hohe Schichtdicke einen geringen Widerstand haben. Die Verwendung von Kupferleiterbahnen für Dehnungsmessstreifen, die vom Trägerwafer gelöst werden, ist nicht möglich, die hohe Eigenspannung in der Kupferschicht zur starken Verformung des Sensors führen und eine Handhabung so unmöglich machen. Die Verwendung von Titan zur Herstellung von DMS ist möglich, aber auch hier treten vermutlich hohe Eigenspannungen in der Schicht auf. Durch die geringe Schichtdicke der Messgitter fallen diese aber nicht so stark ins Gewicht, dass es zu einer Verformung des Sensors kommt. Chrom und Aluminium eignen sich nicht zur Herstellung von Dehnungsmessstreifen, da die Schichten nach der Prozessierung stark beschädigt und elektrisch nicht mehr funktionsfähig sind.

3.4.3 Einfache metallische Dehnungsmessstreifen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden einfache metallische DMS aus Gold, Platin, Kupfer, Titan und Aluminium mit Leiterbahnbreiten und -abständen von 5, 10, 15 und 20 µm hergestellt und untersucht. Die Fläche des Messgitters war dabei immer ähnlich. Daraus resultiert, dass kleinere Strukturgrößen eine steigende Anzahl von Mäandern im Messgitter haben. Der Aufbau der DMS ist in Abbildung 3.15 gezeigt. Die großen Kontaktpads dienen zur leichten Kontaktierung. Der gesamte DMS hat eine Größe von 1x1 cm² und kann zur Charakterisierung so passgenau auf die Versuchslänge von Zugprobekörpern aus V2A-Stahl aufgeklebt werden.

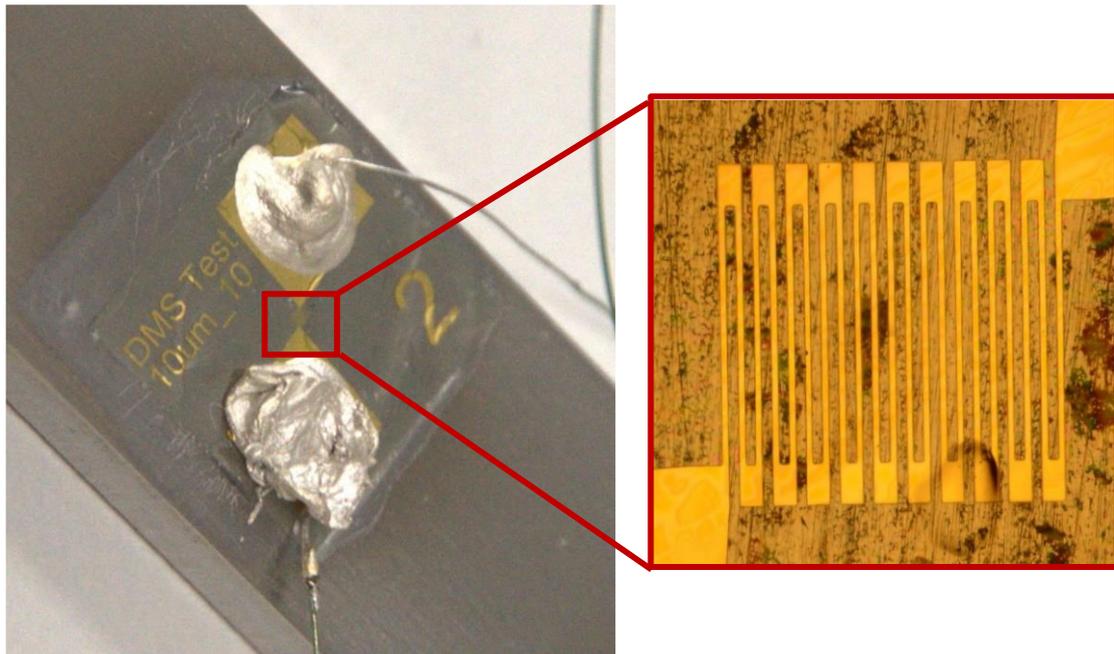


Abbildung 3.15: DMS Teststruktur.

3.4.3.1 Bestimmung des k-Faktors

Der k-Faktor der Dehnungsmessstreifen wird im Zugversuch bestimmt. Als Referenzmessung wird eine Zugprobe mit einem kommerziell erhältlichen DMS der Firma MicroTec ausgestattet und vermessen. Im Zugversuch wird die Zugprobe mit einer Kraft von 4,5 kN belastet. Die daraus resultierende Dehnung ist 0,04 %. Unter der Annahme, dass gleichartige Zugproben immer die gleiche Dehnung erfahren, ergeben sich die k-Faktoren für Platin, Gold und Kupfer gemäß Tabelle 4.

Tabelle 4: k-Faktoren von Gold, Platin und Kupfer [44]

Material	Mittlerer k-Faktor	Standardabweichung des k-Faktors abs. (rel.)
Gold	3,75	0,99 (26,4 %)
Platin	5,68	1,38 (24,3 %)
Kupfer	2,66	0,82 (30,8 %)

DMS aus Titan zeigen ein sehr heterogenes und nicht reproduzierbares Verhalten bei Dehnung. Der k-Faktor schwankt sehr stark zwischen 0 und 2. Im Rahmen dieser Arbeit konnten keine DMS aus Titan erzeugt werden, die zur Dehnungsmessung geeignet sind. Aluminium konnte nicht als Material für DMS mit Polyimidsubstrat charakterisiert werden, da keine ausreichende Haftung von Aluminium auf der Polyimidoberfläche vorhanden war. Die Aluminiumstrukturen wurden beim nasschemischen Strukturieren vollständig von der Oberfläche gelöst und zerstört.

3.4.3.2 Einschätzung der Nutzbarkeit zur Materialintegration

Einfache metallische Dehnungsmessstreifen scheinen sehr gut zur Integration in Materialien geeignet. Durch den einfachen Aufbau und die Verwendung widerstandsfähiger Materialien können die

Sensoren auch hohe Beanspruchungen während des Integrationsprozesses unbeschadet überstehen. Die Nutzung von Polyimid als Trägersubstrat kann hingegen nachteilig sein, da dieses durch seine hohe chemische und thermische Beständigkeit einerseits sehr stabil ist, andererseits aber auch nicht dazu neigt, sich mit dem Matrixmaterial zu verbinden. Es ist also zu vermuten, dass das Polyimid durch mangelnde Haftung eine signifikante Fehlstelle im umgebenden Material erzeugt.

3.4.4 Zwei-Metall Dehnungsmessstreifen zur Temperaturkompensation

Da die Querempfindlichkeit von resistiven Dehnungsmessstreifen zu Temperatur durch den thermoresistiven Effekt typischerweise sehr hoch ist und die Verwendbarkeit von DMS unter sich ändernder Umgebungstemperatur stark einschränkt, wurde im Rahmen dieser Arbeit zudem eine neue Methode zur Temperaturkompensation erprobt, die neben der Verbesserung der Ortsauflösung durch Miniaturisierbarkeit auch den Vorteil hat, dass die Temperatur nicht nur kompensiert sondern zusätzlich zur Dehnung bestimmt wird. Die Methode wurde zuerst von Dumstorff und Sarma [45, 46] beschrieben und zwischenzeitlich für siebgedruckte DMS von Enser et al. [47] umgesetzt. Die Methode nutzt zwei ineinander verschränkte angeordnete DMS, wie sie in Abbildung 3.16 abgebildet sind. Beide DMS sind hier sensitive gegenüber Dehnung und Temperatur. Die verschränkte Anordnung erlaubt es, den Abstand zwischen beiden Dehnungsmessstreifen sehr gering zu halten. Dadurch kann sichergestellt werden, dass beide DMS auch bei hohen Temperaturgradienten die gleiche Temperatur erfahren.

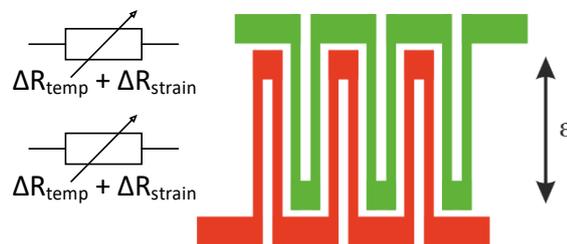


Abbildung 3.16: Temperaturkompensation durch ineinander verschränkte DMS.

Die Temperaturkompensation wird dadurch erreicht, dass die beiden Dehnungsmessstreifen aus unterschiedlichen Materialien gefertigt werden und dadurch unterschiedliche Empfindlichkeiten gegenüber Dehnung und Temperatur zeigen. Aus Gl. (13) ergibt sich für die beiden DMS das folgende lineare Gleichungssystem mit 2 Gleichungen und 2 Unbekannten:

$$\frac{\Delta R}{R_{0_{DMS1}}} = k_{Material\ 1} * \epsilon + \alpha_{T,Material\ 1} * \Delta T \quad (20)$$

$$\frac{\Delta R}{R_{0_{DMS2}}} = k_{Material\ 2} * \epsilon + \alpha_{T,Material\ 2} * \Delta T \quad (21)$$

Das Gleichungssystem hat eine eindeutige Lösung, wenn die k-Faktoren und Temperaturkoeffizienten der beiden Materialien bekannt sind und die relative Widerstandsänderung gemessen wird. Dehnung und Temperatur berechnen sich dann als

$$\epsilon = \frac{\alpha_{T,Mat.2} * \frac{\Delta R}{R_{0,DMS1}} - \alpha_{T,Material 1} * \frac{\Delta R}{R_{0,DMS2}}}{k_{Material 1} * \alpha_{T,Material 2} - k_{Material 2} * \alpha_{T,Material 1}} \quad (22)$$

$$\Delta T = \frac{k_{Material 1} * \frac{\Delta R}{R_{0,DMS2}} - k_{Material 2} * \frac{\Delta R}{R_{0,DMS1}}}{k_{Material 1} * \alpha_{T,Material 2} - k_{Material 2} * \alpha_{T,Material 1}} \quad (23)$$

3.4.4.1 Bestimmung des Temperatur-Widerstands-Koeffizienten

Die Trennung von Dehnung und Temperatur erfordert neben der Bestimmung der Dehnungssensitivität auch die Bestimmung der Temperatursensitivität. Diese wird durch den Temperatur-Widerstands-Koeffizienten beschrieben. Für Bulk-Materialien sind in der Literatur präzise Werte vorhanden. Es ist allerdings bekannt, dass diese Werte für Dünnschichtstrukturen stark abweichen können [35]. Abbildung 3.17 zeigt den Aufbau zur Bestimmung des TCR.

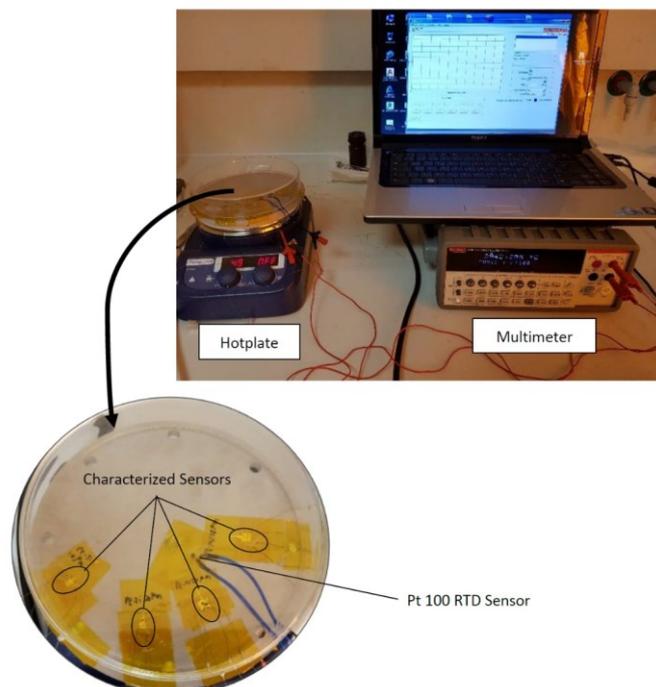


Abbildung 3.17: Messaufbau zur Bestimmung des Temperatur-Widerstands-Koeffizienten. [43]

Die hergestellten Dehnungsmessstreifen werden auf eine Hotplate geklebt. Zur Bestimmung der genauen Temperatur an der Oberfläche der Hotplate wird ein kommerziell erhältlicher Pt100 Widerstand genutzt. Die Hotplate wird mit einer Glasschale abgedeckt um Wärmeverlust durch Konvektion zu vermeiden. Die Temperatur an der Oberfläche der Hotplate wird von 30 °C bis 120 °C in Schritten von 10 °C und von 120 °C bis 280 °C in Schritten von 20 °C erhöht. Bei steigender Temperatur ergibt sich eine immer höhere Differenz zwischen eingestellter und realer Temperatur. Sobald eine Temperaturstufe erreicht ist und stabil bleibt, wird der Widerstand der DMS über 10 Minuten aufgezeichnet und gemittelt. So wird verhindert, dass leichte Schwankungen durch die gepulste Temperaturregelung der Hotplate die Messung verfälschen. Abbildung 3.18 zeigt den Widerstand von

Gold- und Platin-DMS mit einer Schichtdicke von jeweils 100 nm über die Temperatur. Sowohl bei Gold als auch bei Platin ist ein linearer Zusammenhang zu erkennen. Für Gold wird ein TCR von $\alpha_{T,Au} = 2,2 \cdot 10^{-3} \frac{1}{K}$ mit einem Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,9962$ und für Platin von $\alpha_{T,Pt} = 2,35 \cdot 10^{-3} \frac{1}{K}$ mit einem Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,9926$ bestimmt [48].

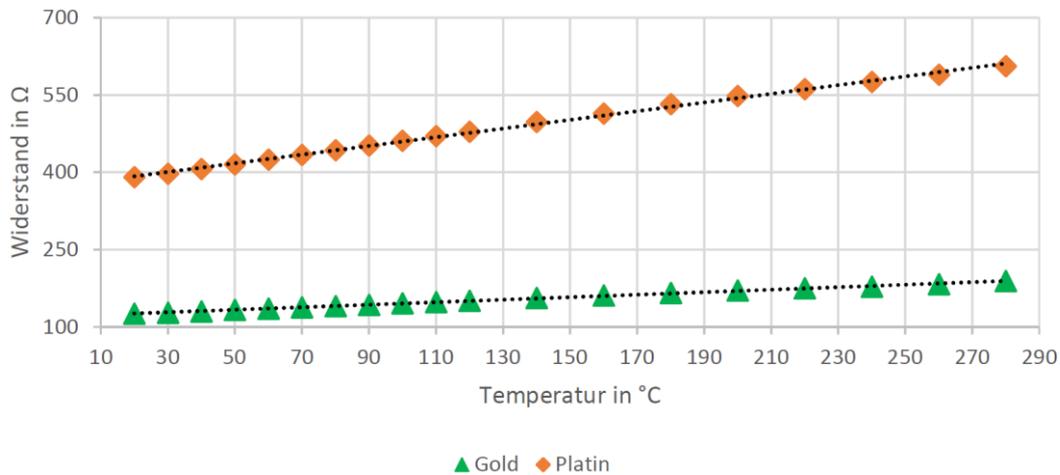


Abbildung 3.18: Widerstand-Temperatur-Kennlinie von Gold- und Platin-Dehnungsmessstreifen mit Schichtdicke von 100 nm. [48]

Die gängigen Temperaturkoeffizienten für Bulk-Material sind $\alpha_{T,Au,bulk} = 3,7 \cdot 10^{-3} \frac{1}{K}$ und $\alpha_{T,Pt,bulk} = 3,9 \cdot 10^{-3} \frac{1}{K}$. Das Verhältnis der Temperaturkoeffizienten ist für Bulk-Material ca. 1,054. Für die hergestellten DMS ist das Verhältnis ca. 1,068. Unter der Annahme, dass die Schichtdicke für beide Materialien einen ähnlichen Einfluss auf den TCR hat, sind die ermittelten Werte plausibel.

3.4.4.2 Einschätzung der Nutzbarkeit zur Materialintegration

Die Eignung zur Integration in Materialien unterscheidet sich nicht von der Eignung einfacher metallischer DMS. Durch die Verwendung eines zusätzlichen Metalls muss auf die Kompatibilität eines weiteren Materials mit dem Integrationsprozess und dem Matrixmaterial Rücksicht genommen werden. Im Allgemeinen sind bei der Verwendung von Vollmetallen aber keine weiteren Probleme zu erwarten.

3.4.5 Dehnungsmessstreifen aus hyperelastischen Materialien

Die Messung hoher elastischer Dehnungen, wie sie etwa bei der Verformung von Kunststoffen auftreten können, setzt voraus, dass ein Dehnungsmessstreifen ausreichend dehnbar ist, ohne zerstört zu werden. Typischerweise sind metallische Werkstoffe bis ca. 0,2% elastisch verformbar und werden bei höheren Dehnungen plastisch verformt und brechen danach. Hyperelastische Materialien hingegen sind bis zu mehreren Prozent elastisch verformbar. Solche Materialien erscheinen daher besonders geeignet zur Herstellung von DMS zur Messung hoher Dehnungen.

Neben der hohen elastischen Dehnbarkeit spricht auch eine möglicherweise hohe Änderung des Widerstands bei Dehnung für den Einsatz von hyperelastischen Materialien. Neben Hyperelastizität zeigen hyperelastische Legierungen häufig auch ein Formgedächtnis. Dazu ist eine Phasenumwandlung

im Material während der Verformung notwendig. Ein solche Phasenumwandlung sollte sich auch auf die Resistivität des Materials auswirken, so dass die Widerstandsänderung bei Dehnung verstärkt wird.

3.4.5.1 Herstellung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Dehnungsmessstreifen mit einem Messgitter aus Nitinol hergestellt. Dabei handelt es sich um eine Legierung aus Nickel und Titan, die für ihre Hyperelastizität und elastische Dehnbarkeit bis zu 20% bekannt ist. Die Abscheidung und Strukturierung einer Nitinol-Dünnschicht ist nicht ohne weiteres möglich und erfordert umfassende technologische Kenntnisse. Die Schichten wurden deshalb bei der Firma Acquandas abgeschieden und strukturiert. Die weitere Prozessierung erfolgte am IMSAS.

Nitinol muss nach erfolgreicher Dünnschichtabscheidung bei 500 bis 600 °C getempert werden, um eine gute Legierungsbildung zu gewährleisten und die hyperelastischen Materialeigenschaften zu erzeugen. Im Gegensatz zu den anderen in dieser Arbeit hergestellten DMS musste der Fertigungsprozess grundlegend modifiziert werden, da die Temperung nicht erfolgen kann, wenn die Polyimid-Trägerfolie schon unterhalb der Nitinol-Strukturen vorhanden ist. Der Aufbau der DMS wurde daher umgekehrt. Der Fertigungsablauf ist in Abbildung 3.19 zu sehen. Im ersten Schritt werden die Nitinol-Messgitter auf einer Opferschicht aus Kupfer erzeugt. Die Kontakte aus Gold werden im nächsten Schritt dann auf die Messgitter aufgebracht. Anschließend wird die Polyimid-Folie auf der Oberseite der DMS erzeugt. Zum Lösen der DMS wird im letzten Schritt die Opferschicht aus Kupfer nasschemisch geätzt, so dass die DMS vom Trägerwafer gelöst werden können.

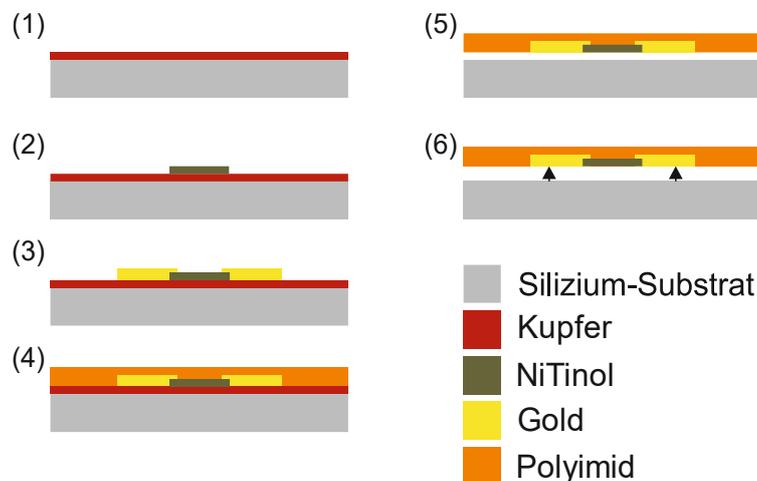


Abbildung 3.19: Herstellung NiTiNol DMS

3.4.5.2 Bestimmung des k-Faktors

Die Bestimmung des k-Faktors erfolgt auch für DMS mit hyperelastischen NiTiNol-Messgittern im Zugversuch. Der Zusammenhang zwischen Dehnung und Widerstandsänderung ist bei Dehnungen bis ca. 0,15 % linear und wird danach zunehmend nichtlinear. Im Bereich bis 0,15% Dehnung ist der k-Faktor ca. 2,1.

Im Vergleich zu DMS aus Reinmetallen konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht festgestellt werden, dass die maximale Dehnung, die der DMS vor dem Ausfall erfahren kann, durch die Verwendung eines hyperelastischen Messgitters höher ist. Verschiedene Ursachen können dieses Verhalten verursachen. Zum einen könnte der DMS nicht im Messgitter brechen, sondern in den Leiterbahnen, die aus reinem Gold gefertigt sind. Zum anderen ist es möglich, dass bei der Polymerisation des Polyimids eine ungewünschte weitere Wärmebehandlung des hyperelastischen Materials dazu führt, dass die Hyperelastizität verloren geht.

3.4.5.3 Einschätzung der Nutzbarkeit zur Materialintegration

Dehnungsmessstreifen mit hyperelastischen Messgittern aus NiTiNol-Legierung unterscheiden sich in ihrer Eignung zur Materialintegration nicht wesentlich von DMS mit reinmetallischen Messgittern. Die Nutzung von hyperelastischen DMS ist genauso gut möglich. Die komplexere Herstellung gegenüber einfachen DMS spricht jedoch gegen die Nutzung von hyperelastischen Materialien als Dehnungsmessstreifen.

3.5 Halbleiter Dehnungsmessstreifen

Die zweite, lange bekannte Art der Dehnungsmessstreifen sind die Halbleiter-DMS. Die dehnungssensitive Struktur besteht hier aus einem Halbleiter wie z. B. Silizium. Vom Aufbau gleichen die Halbleiter DMS ansonsten den Metall-DMS. Der große Vorteil bei der Verwendung von Halbleitern ist die deutlich höhere Dehnungsempfindlichkeit dieser gegenüber Metallen. So sind etwa k-Faktoren von -100 bis +100 für dotiertes Silizium möglich. Dieses Phänomen ist dadurch zu erklären, dass der Leitungsmechanismus in Halbleitern grundsätzlich anders funktioniert als bei leitenden Metallen. Elektronen „springen“ von Atom zu Atom und müssen dabei eine Energiebarriere überwinden. Die dazu notwendige Energie ist stark abhängig von der Distanz zwischen den Atomen. Durch Dehnung wird die Distanz vergrößert, was sich in einer deutlich höheren Energie, die die Elektronen zum Weiterbewegen benötigen, zeigt und als starke Widerstandsänderung messbar ist. [49]

Der entscheidende Nachteil von Halbleiter-DMS ist ihre oft geringe Bruchdehnung. Silizium bricht etwa ab einer Dehnung über 0,2%. Außerdem lassen sich Halbleiter oft deutlich schwieriger herstellen und verarbeiten als Metalle. Dies gilt insbesondere dann, wenn Halbleiter in monokristalliner Form erzeugt werden sollen. Amorphe Halbleiter sind zwar einfacher herzustellen, ihre Eigenschaften, insbesondere die Dehnungssensitivität, sind aber in der Regel deutlich schlechter als die der einkristallinen Form.

3.6 Hybride Dehnungsmessstreifen

Die Suche nach DMS, die die Vorteile metallischer und halbleitender DMS verbinden, hat in der jüngeren Vergangenheit eine weitere Art der Dehnungsmessstreifen hervorgebracht. Diese werden in dieser Arbeit als hybride DMS bezeichnet. Bei dieser Art DMS wird ein nicht-leitfähiges Matrix-Material mit leitfähigen Partikeln gemischt. Durch den Anteil leitfähiger Partikel lässt sich dabei die Resistivität und Dehnungssensitivität einstellen. Abbildung 3.20 verdeutlicht dieses Verhalten. Bei geringem Füllstoffanteil berühren die leitfähigen Partikel sich nicht (Bereich I und II). Ein Stromfluss kann nur durch den quantenmechanischen Tunneleffekt entstehen. Der Abstand zwischen den Partikeln geht

dabei quadratisch in die Berechnung des Widerstands ein. Bei Dehnung wird der Abstand zwischen den Partikeln größer und führt zu einer größeren Widerstandsänderung als bei metallischen DMS.

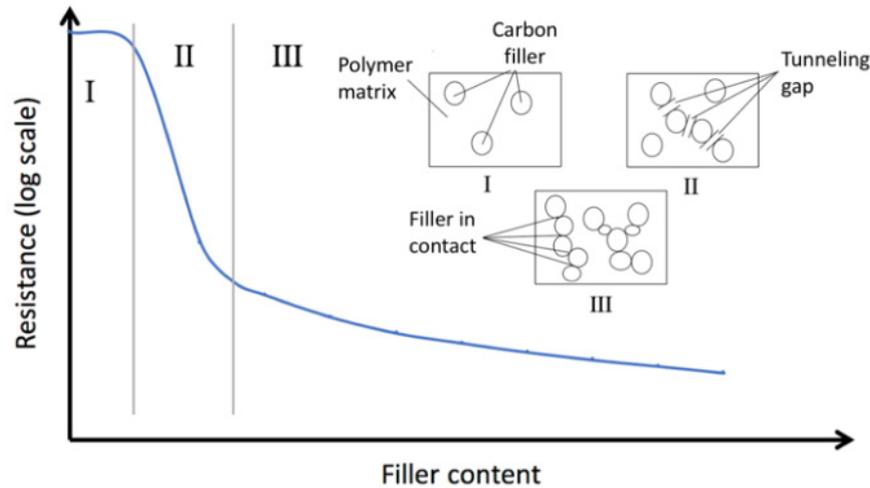


Abbildung 3.20: Leitmechanismus hybrider DMS

Das mechanische Verhalten hybrider DMS wird hauptsächlich durch die Matrix bestimmt. Diese ist typischerweise wesentlich weniger steif als der Füllstoff und wird daher bei Dehnung primär verformt. Die Füllstoffpartikel werden vermutlich nur geringfügig verformt. Es kann deswegen vermutet werden, dass der größer werdende Abstand zwischen den Partikeln der hauptsächliche Grund für eine Widerstandsänderung bei Dehnung ist.

3.6.1 Dehnungsmessstreifen mit nanogranulären Metallen

Ein vielversprechender Ansatz zur Kombination der Vorteile von Metall- und Halbleiter-DMS liegt in der Verwendung sogenannter nanogranulärer Metalle (ng-Me). Dabei handelt es sich um Materialien, welche aus metallischen Nanokristalliten in einer isolierenden Matrix dispergiert sind. Häufig ist Kohlenstoff in Form von Graphit die Matrix dieser Materialien. [50, 51] Dies ist durch die Art der Herstellung bedingt, da nanogranuläre Metalle in der Regel aus der Gasphase mit einem organischen Precursor-Gas abgeschieden werden.

Die isolierende Matrix bildet die Korngrenze zwischen den Nanokristalliten. Zwischen benachbarten metallischen Körnern existiert die Tunnelkopplung g . Diese Tunnelkopplung wird als dimensionslose Größe in Einheiten der Quantenleitfähigkeit $(2e^2)/h$ gemessen. Im Korninneren herrscht die Tunnelkopplung g_0 . Ist die Tunnelkopplung im Korninneren g_0 im Vergleich zur Tunnelkopplung zwischen benachbarten metallischen Körnern g deutlich besser, wird ein Material granulär genannt.

Der Ladungstransport in nanogranulären Metallen wird durch den oben beschriebenen Tunneleffekt ermöglicht. Die Leitfähigkeit des Materials hängt dabei quadratisch von der Distanz zwischen einzelnen Nanokristalliten ab, so dass eine hohe Dehnungssensitivität eines solchen Materials zu erwarten ist, da durch Dehnung eben diese Distanz erhöht wird. Schwalb et al. berichten von k-Faktoren bis 12 für nanogranuläre Platinstrukturen [50]. Vollberg et al. berichten von k-Faktoren bis 25 für nanogranuläres Nickel [52]. Zusätzlich zu ihrer guten Dehnungssensitivität sind nanogranuläre Metalle deutlich stärker elastisch dehnbar als typische Halbleiter.

Für das materialintegrierte Messen von Dehnung sind nanogranuläre Metalle vor allem durch ihre dimensionale Skalierbarkeit während der Herstellung von Interesse. Die Abscheidung des Materials ist prinzipiell mit verschiedenen Verfahren möglich. Neben der Abscheidung mittels PECVD-Verfahren ist hier vor allem die Elektronen- oder Ionenstrahl-induzierte Abscheidung von Interesse. Dabei wird das organische Trägergas mittels fokussiertem Elektronen- oder Ionenstrahl aufgespalten, so dass sich eine Abscheidung ergibt. Die Methode erlaubt das lokale Abscheiden von Strukturen im Sub- μm -Bereich bis hin zu Strukturgrößen im Bereich einiger Nanometer. Diese winzigen Dimensionen stellen eine enorme Miniaturisierung von Dehnungssensoren sowie eine Steigerung der Ortsauflösung in Aussicht.

Fraglich hingegen sind Langzeitstabilität und Reproduzierbarkeit und müssen näher betrachtet werden. Für Anwendungen in der Zustandsüberwachung ist mangelnde Langzeitstabilität ein Ausschlusskriterium, da ggf. nicht zwischen intrinsischen Änderungen des Sensors und extrinsischen Gründen für eine Signaländerung unterschieden werden kann. Im Hinblick auf die Reproduzierbarkeit der erzeugten Strukturen ist vor allem der k-Faktor des Materials und der Grundwiderstand von Interesse. Große Schwankungen in diesen Eigenschaften würden die Kalibrierung jedes einzelnen Sensors sowie eventuelle Anpassungen an der Messelektronik bedingen.

3.6.1.1 Sensorentwurf

Ein wichtiger Grund für die Verwendung eines mäanderförmigen Messgitters bei metallischen Dehnungsmessstreifen ist die Erhöhung des Grundwiderstands durch eine Erhöhung der Leiterlänge. Dies wird getan, um der Selbsterwärmung durch einen zu hohen Stromfluss und somit einer Verfälschung des Messsignals vorzubeugen. Der elektrische Widerstand nanogranulärer Metalle bestimmt sich maßgeblich durch den Anteil metallischer Nanopartikel in der isolierenden Matrix. Üblicherweise ist der Anteil so gering, dass der dominierende Leitmechanismus auf dem Tunneleffekt basiert. Dadurch ist der spezifische Widerstand nanogranulärer Metalle um ein Vielfaches höher als jener von reinen Metallen. Ein ausreichender Grundwiderstand kann somit auch bei kurzen Leiterlängen erreicht werden. [53]

Abbildung 3.21 zeigt in konventionelle Entwürfe für Dehnungsmessstreifen mit Messgitter (a)) und zusätzlicher Temperaturkompensation durch einen zweiten, passiven DMS (b)). Im Vergleich dazu werden Entwürfe für DMS mit nanogranulärem Metall-Strukturen dargestellt. Als einfacher DMS kann eine kleine Struktur zwischen zwei Elektroden (c)) angewendet werden. Zur Temperaturkompensation und Messwertverstärkung kann eine ganze Messbrücke auf dem DMS (d)) abgeschieden werden. Die Elektrodengeometrie wird für die DMS zunächst einfach und breit gewählt, um den Widerstand der Leiterbahnen möglichst gering zu halten. Es lässt sich aber bereit erkennen, welches Miniaturisierungspotential Dehnungsmessstreifen aus Ionenstrahlinduzierter Abscheidung bieten.

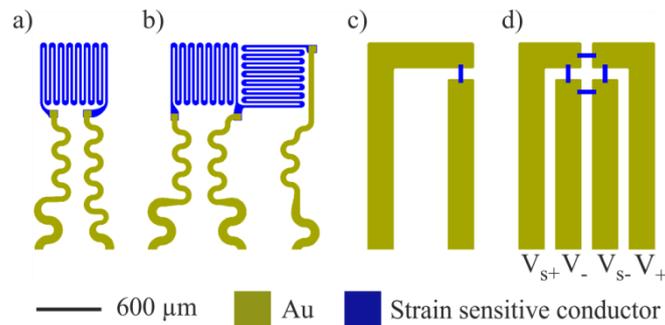


Abbildung 3.21: Verschiedene Entwürfe für Dehnungsmessstreifen : a) Konventioneller Entwurf; b) Konventioneller Entwurf mit zweitem, passivem DMS zur Temperaturkompensation; c) Entwurf für DMS mit nanogranulärem Metall; d) Entwurf für DMS mit ng Metall und vollständiger Messbrücke.

[54]

3.6.1.2 Herstellung

In dieser Arbeit erfolgt die Abscheidung ausschließlich per fokussiertem Ionenstrahl (eng. Focused Ion Beam Induced Deposition - FIBID). Die Auflösungsgrenze dieser Methode liegt bei ca. 300 nm. Bei der Ionenstrahlabscheidung werden lokal und maskenlos Abscheidungen von Materialien aus der Gasphase erzeugt. Damit ist FIBID den Verfahren der chemischen Gasphasenabscheidung (engl. Chemical Vapour Deposition – CVD) zuzuordnen. Die Abscheidung erfolgt aus einem in der Regel organischen Precursor-Gas, welches durch die Einwirkung des fokussierten Ionenstrahls gespalten wird. Durch den Ionenstrahl wird die Oberfläche des Substrats chemisch aktiviert und die Moleküle des Precursors können adsorbiert werden. Unter weiterer Einwirkung des Ionenstrahls wird der Precursor zersetzt. Einige Bestandteile bleiben als Feststoff auf der Oberfläche zurück, andere Bestandteile verflüchtigen sich in Gasform. Die stetige Wiederholung dieses Vorgangs führt zum Wachsen einer Ablagerung auf der Substratoberfläche. Die Form und Größe wird dabei durch den Ionenstrahl bestimmt. Um großflächige Abscheidungen zu ermöglichen, ist es notwendig, dass der Ionenstrahl in einem Raster über die Oberfläche geführt wird.

Durch den Ionenstrahl wird nicht nur Material auf der Substratoberfläche abgeschieden, sondern auch Material von der Oberfläche entfernt. Insbesondere die Stromstärke des Ionenstrahls bestimmt, welcher der beiden Prozesse dominiert und ob sich am Ende überhaupt eine Abscheidung bildet. Neben der Stromstärke gibt es zwei weitere wichtige Abscheidungsparameter. Zu einen bestimmt die Verweildauer mit der Stromstärke die Bestrahlungsdosis. Typischerweise führt eine hohe Dosis zu einer Dominanz des Materialabtrags. Zum anderen ist die Strahlüberlappung bei der Rasterung wichtig. Die Überlappung wird in Abbildung 3.22 veranschaulicht.

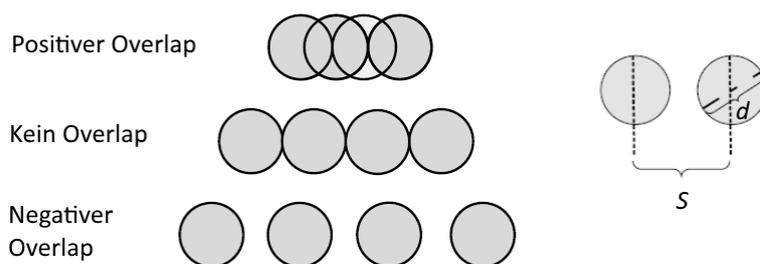


Abbildung 3.22: Strahlüberlappung bei der Ionenstrahlabscheidung nach [55].

Die Strahlüberlappung kann sowohl positiv als auch negativ sein und berechnet sich durch

$$OL = \frac{d - s}{d} \quad (24)$$

wobei d der Strahldurchmesser an der Substratoberfläche und s die Schrittweite des Strahls bei der Rasterung ist. Eine positive Überlappung führt zu einer höheren Bestrahlungsdosis pro Fläche und dadurch auch zur Dominanz des Materialabtrags. Zur Abscheidung wird daher üblicherweise keine oder eine negative Überlappung genutzt.

Die Qualität der Ablagerung durch Ionenstrahldeposition hängt zudem stark von den Wechselwirkungen der auftreffenden Ionen mit dem Probenmaterial ab. Die Resonanz des gegebenen Probenmaterials zum Ionenstrahl ist stark abhängig von Faktoren wie die Ionenstrahlstromstärke bzw. -stromdichte auf der Probenoberfläche, der Energie der einfallenden Ionen, den Geometriefaktoren der Probenoberfläche, dem Rastermuster des Ionenstrahls und dem Fräswinkel von Strahl zu Probenoberfläche. Zusätzlich tritt im lokalen Wechselwirkungsvolumen die Verunreinigung mit Ionen auf. Diese Ionen können aus der Tiefe von bis zu 200 \AA nicht wieder zurückgestreut werden und werden implantiert. [56]

Die Herstellung von Dehnungsmessstreifen mit dehnungssensitiven Strukturen aus nanogranulärem Platin ist in Abbildung 3.23 schematisch dargestellt. In Schritt a) werden Leiterbahnen und Pads zur elektrischen Kontaktierung lithographisch aus einer 100 nm dicken Goldschicht hergestellt. Als Träger der DMS dient eine 5 \mu m dicke Polyimidfolie, die aus dem flüssigen Precursor U Varnish S von UBE Chemicals hergestellt wird. Die Polymerisation erfolgt unter Vakuum, um die Entstehung von intrinsischen Spannungen im Polyimid zu verhindern. Zum einfacheren Handling während der Fertigung erfolgt die Herstellung auf einem Silizium-Trägerwafer. Zwischen den Goldkontakten wird in Schritt b) eine Struktur aus nanogranulärem Platin mittels FIBID abgeschieden.

Die Abscheidung erfolgt in einem Zeiss Gemini Rasterelektronenmikroskop mit einer Zeiss Auriga Ionenstrahlsäule. Das nanogranuläre Metall wird aus Trimethylmethylcyclopentadienyl Platin ($\text{MeCpPt}(\text{Me})_3$) bzw. Dimethylgold(III)-trifluoroacetylacetonat ($\text{Me}_2\text{-Au-tfac}$) abgeschieden. Es werden verschiedene Strahlströme verwendet, um deren Einfluss zu ermitteln. Schwalb et al. zeigen in ihren Arbeiten [50], dass der Strahlstrom während der Abscheidung einen Einfluss auf den Grundwiderstand aber insbesondere auch auf den k-Faktor der DMS haben. Die Abscheidung kann auch per fokussiertem Elektronenstrahl (FEBID) erfolgen, was die elektrischen Eigenschaften ebenfalls beeinflussen kann [53]. Auf den Vergleich mit per FEBID erzeugten Strukturen wird in dieser Arbeit aber verzichtet. Im letzten

Schritt c) erfolgt die Vereinzelung und Ablösung der fertigen Sensoren vom Trägerwafer. In d) ist eine REM-Aufnahme der Platinstruktur zwischen den Goldkontakten zu sehen. Die Struktur ist 50 μm lang und ca. 1 μm breit. Die Goldkontakte sind deutlich größer. Es ist gut zu erkennen, dass die stark isolierende Polyimidfolie im REM starke Aufladungseffekte zeigt, da der Abfluss der Elektronen des Elektronenstrahls nur begrenzt möglich ist.

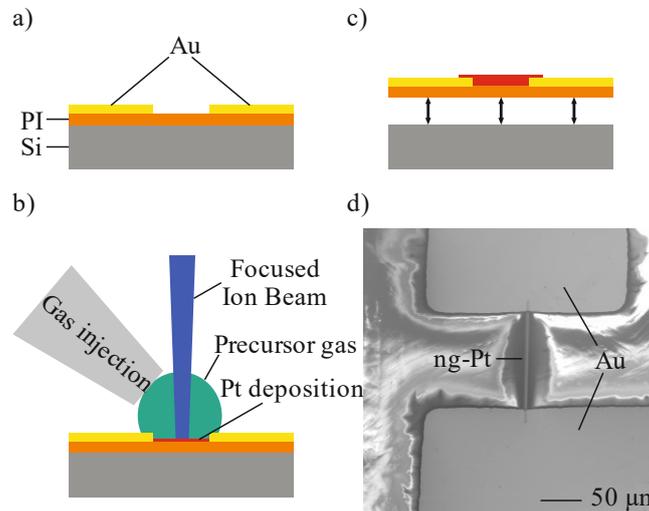


Abbildung 3.23: Herstellungsprozess von DMS mit nanogranulären Metallen : a) Mikrotechnisch hergestellte Kontaktstrukturen, b) Abscheidung von ng-Platin, c) Ablösen des Folien-DMS vom Silizium-Träger, d) REM-Aufnahme der ng-Pt-Struktur. [54]

3.6.1.3 Bestimmung der Dehnungsempfindlichkeit

Zur Bestimmung der Dehnungssensitivität wurden die Sensoren auf eine Zugprobe geklebt, welche dann im Zugversuch, wie er in Abschnitt 3.1.1 beschrieben ist, gedehnt wurden. Die Versuche erfolgten kraftgesteuert mit einer Geschwindigkeit von 10 N/s bis zu einer maximalen Last von 1000 N. Beim Erreichen der maximalen Last wurde die Probe umgehend wieder entlastet. Die Wegänderung wurde durch die Zugmaschine aufgezeichnet.

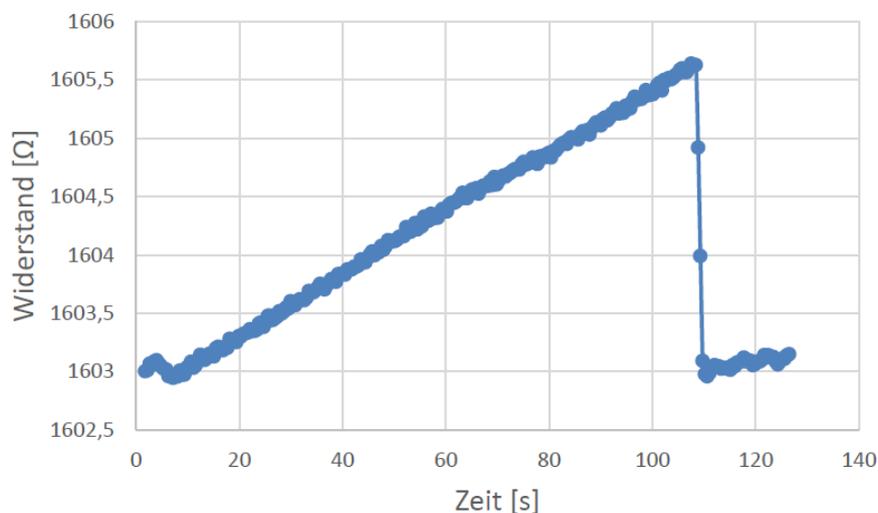


Abbildung 3.24: Widerstand eines ng-Pt Sensors während eines Zugversuchs [57]

Der Widerstand der Sensoren wurde parallel mit einem Keithley 2000 Multimeter gemessen. Pro Zugversuch wurde jeweils ein Sensor charakterisiert. Abbildung 3.25 zeigt exemplarisch den Widerstand eines DMS über die Zeit während eines Zugversuchs. Es ist zu erkennen, dass die Widerstandsänderung linear mit der Dehnung zusammenhängt. Nach Entlastung der Probe wird außerdem der Ursprungswiderstand wieder erreicht.

Tabelle 5 zeigt die k-Faktoren von Gold und Platin ng-Me DMS bei der Variation verschiedener Parameter. Es zeigt sich kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Grundwiderstand und k-Faktor und den Herstellungsparametern. Auch die Reproduzierbarkeit ist schlecht.

Tabelle 5: k-Faktoren verschiedener ng-Me DMS [57]

Material	Strahlstrom	Dicke	Länge	R0	k-Faktor
Gold	500	1000	30	2,7	0,78
Gold	50	1000	50	40,9	1,85
Gold	500	200	10	3,7	1,67
Gold	500	400	10	2,4	7,82
Gold	500	100	10	3,7	4,14
Gold	500	50	10	279,0	7,85
Platin	500	500	20	3,65	0,74
Platin	500	500	20	3,19	0,70
Platin	500	400	10	0,57	0,90
Platin	500	200	10	2,1	1,21
Platin	500	200	10	2,37	9,50
Platin	500	150	10	118,0	1,14
Platin	500	100	10	5,68	1,50
Platin	500	50	10	22,70	5,13
Platin	500	50	10	8,74	4,90
Platin	500	50	10	73,40	1,01

3.6.1.4 Langzeitstabilität und Hysterese

Zur Abschätzung der Langzeitstabilität der Sensoren wurde der Grundwiderstand über einen Zeitraum von 2 Wochen beobachtet. Die Sensoren wurden dabei an normaler Luft gelagert. Die Bestimmung des Widerstands erfolgte immer unter ähnlichen Umgebungsbedingungen, so dass insbesondere ein

Temperatureinfluss zum Zeitpunkt der Messung ausgeschlossen werden konnte. Abbildung 3.25 zeigt den normierten Grundwiderstand einiger Sensoren über die Zeit. Bei einigen Sensoren wurde keine Änderung des Widerstands festgestellt. Bei anderen Sensoren hingegen hat sich der Grundwiderstand teilweise sogar sehr stark erhöht. Eine Systematik im Alterungsverhalten konnte nicht festgestellt werden. Weder Geometrie noch Herstellungsparameter konnten als Ursache ausgemacht werden. Letztlich scheint das Alterungsverhalten im Wesentlichen zufallsbedingt zu sein.

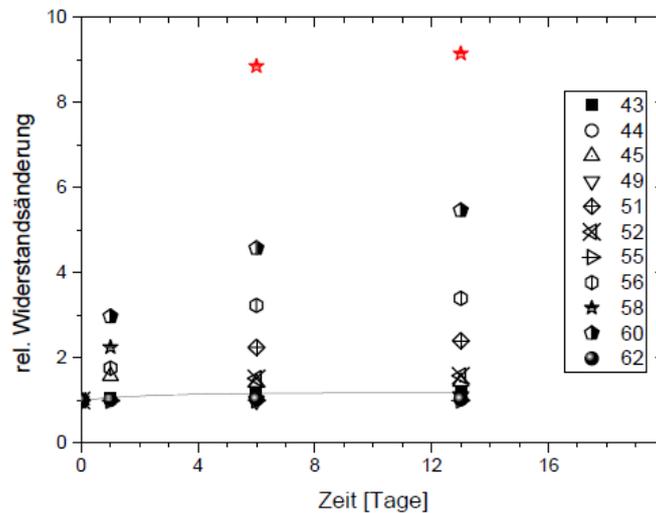


Abbildung 3.25: Grundwiderstand von ng-DMS über die Zeit [57]

Neben der Langzeitstabilität wurde das Hysterese-Verhalten der DMS untersucht. Dazu wurde ein Zugversuch mit wechselnder Last durchgeführt. Abbildung 3.26 zeigt den Widerstand eines DMS über die Zeit über 50 Lastwechsel mit einer Frequenz von 0,2 Hz. Zu Beginn und Ende des Versuchs wird die Last dabei langsam erhöht bzw. verringert.

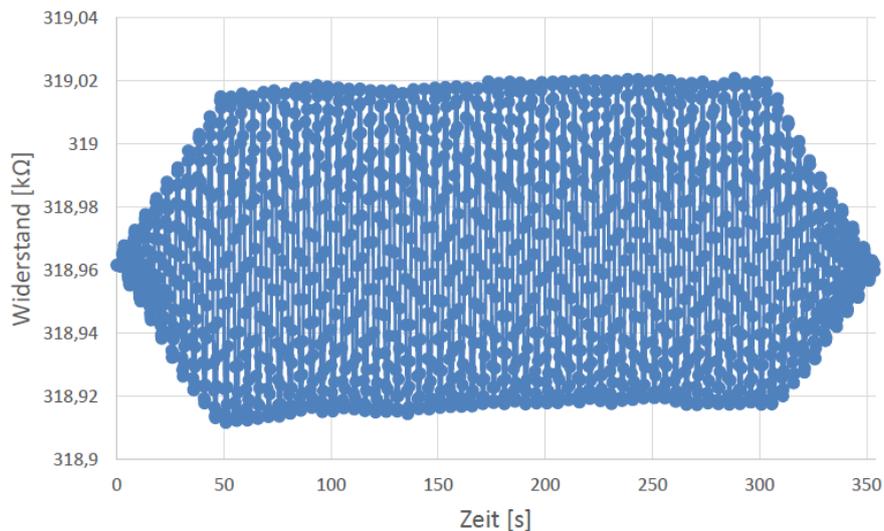


Abbildung 3.26: Hysterese von ng-DMS über 50 Lastwechsel [57]

In Abbildung 3.27 ist das Einschwingen der Last sowie die ersten Lastwechsel noch einmal detailliert dargestellt. Der Widerstand ändert sich bei Belastung gleichmäßig und instantan. Es ist also weder eine

Hysterese noch ein Zeitverhalten des Sensors festzustellen. Der leichte Drift im Widerstand ist vermutlich durch leichte Änderungen der Temperatur über die Versuchszeit zu erklären.

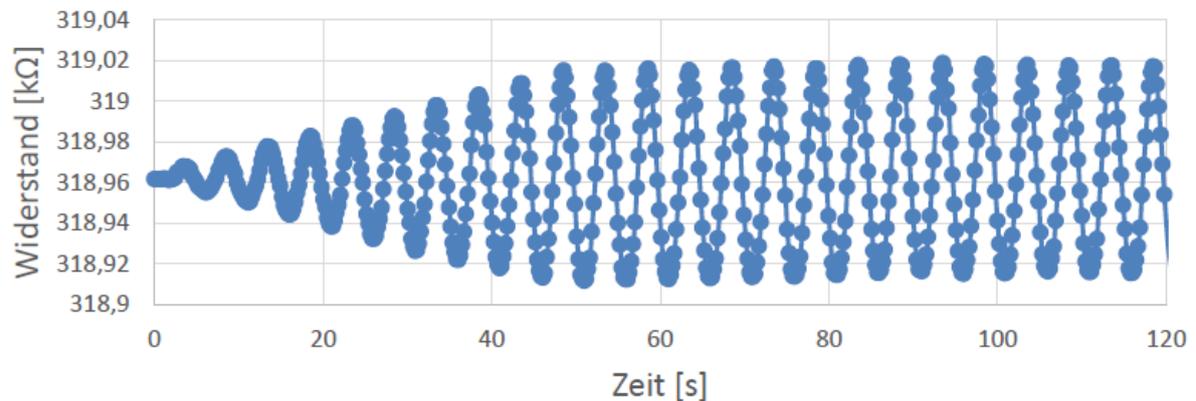


Abbildung 3.27: Hysterese von ng-DMS [57]

3.6.1.5 Eignung zur Materialintegration

Dehnungsmessstreifen aus nanogranulären Metallen sind vor allem durch ihre hervorragende Miniaturisierbarkeit für die Integration in Materialien interessant. Dies bietet die Möglichkeit, den Fremdkörpereffekt gering zu halten und mit einer sehr hohen Ortsauflösung Dehnungen zu messen. Zugleich können höhere k-Faktoren als bei Metall-DMS erreicht werden.

Der große Nachteil der im Rahmen dieser Arbeit hergestellten DMS mit nanogranulären Metallen ist ihre eingeschränkte Reproduzierbarkeit sowie die nicht gegebene Langzeitstabilität.

3.6.2 Dickschicht-Dehnungsmessstreifen

Im Rahmen des Aufkommens additiver Fertigungstechnologien in den letzten Jahren wurde die Herstellung von Elektronik mittels Druckverfahren wiederentdeckt und weiterentwickelt. Der Siebdruck ist dabei eine lange bekannte Technologie, die besonders durch die Entwicklung neuer Druckpasten mit vielversprechenden Eigenschaften wieder in den Fokus von Forschung und Industrie gerückt ist. Die Herstellung von Dehnungsmessstreifen im Siebdruck wird durch die Verwendung von neuartigen Pasten interessant, die die Hersteller mit einer erhöhten Dehnungsempfindlichkeit bewerben.

Die Vorteile des Siebdruckverfahrens zur Herstellung von Elektronik liegen vor allem in der Einfachheit des Verfahrens und im Preis, der gegenüber anderen Herstellungsverfahren sehr gering ist. Im Prinzip kann jedermann eine manuelle Siebdruckanlage schon für wenige Euro erwerben und nach kurzer Einarbeitung bedienen. Auch die Kosten für Verbrauchsmaterialien sind vergleichsweise gering.

3.6.2.1 Design

Zur einfachen Charakterisierung im Zugversuch werden die DMS direkt auf Zugprobekörper aus Aluminium gedruckt. Dabei handelt es sich um 1 mm dicke Flachproben mit einer Versuchslänge von 82,56 mm und -breite von 10 mm. Die genauen Maße der Zugproben sind in Abbildung 3.28 gezeigt.

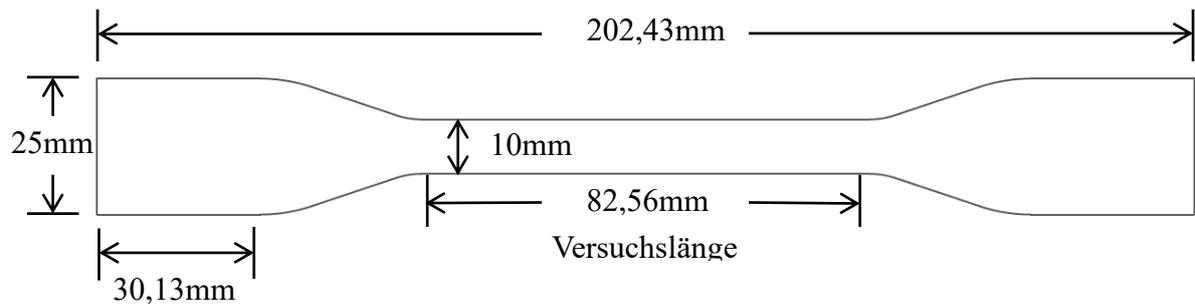


Abbildung 3.28: Bemaßte Darstellung der Zugprobe

Die Zugproben entsprechen nicht den Anforderungen der DIN EN ISO 6892-1:2017-02 „Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur“ [58] bzw. DIN 50125:2016-12 „Prüfung metallischer Werkstoffe – Zugproben“ [59]. Die Anforderungen der Normen sollen sicherstellen, dass über die Versuchslänge eine homogene Dehnung der Zugprobe angenommen werden kann. Von Flachproben wird dabei insbesondere eine Dicke von mindestens 3 mm gefordert. Um eine Verfälschung der Messergebnisse durch Inhomogenität auszuschließen wurde deshalb eine Simulation der hier genutzten Geometrie durchgeführt. Dabei zeigt sich über die gesamte Versuchslänge eine homogene Verteilung der Dehnung bei einer maximalen Dehnung von 0,2%.

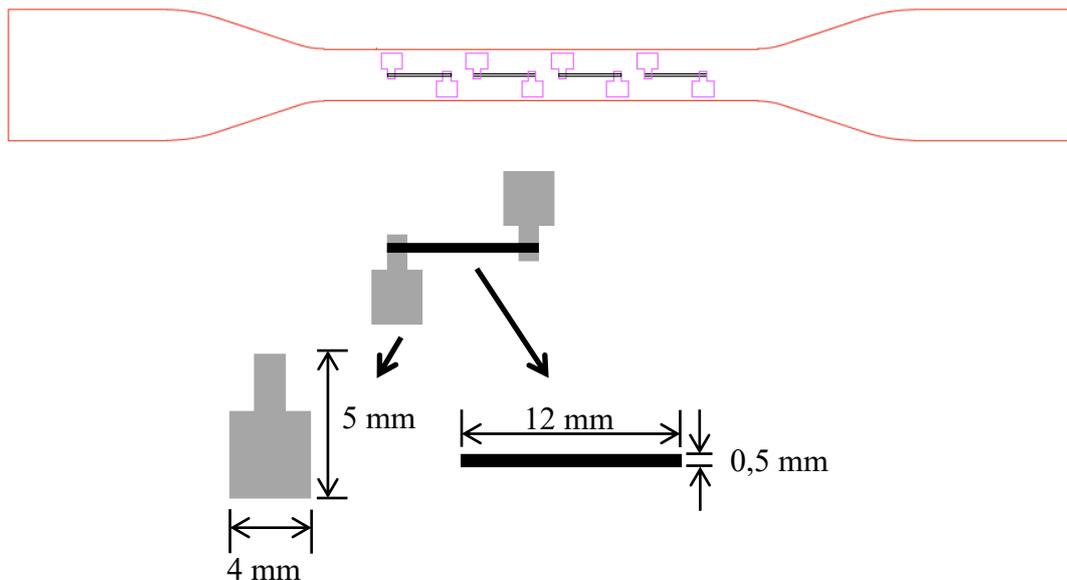


Abbildung 3.29: (oben) Anordnung der DMS auf der Zugprobe; (unten) Abmessungen der DMS [60]

Abbildung 3.29 zeigt oben die Anordnung der DMS auf der Zugprobe. Es finden 4 DMS auf der Versuchslänge der Zugprobe Platz. Unten sind die Abmessungen der DMS gezeigt. Es wird davon ausgegangen, dass Länge und Form der DMS keinen Einfluss auf das Verhalten bei Dehnung haben. Es wird daher eine sehr einfache Geometrie mit 12 mm Länge und 0,5 mm Breite gewählt. Die Kontaktierung erfolgt über zwei aus Silberpaste gedruckte Kontaktpads.

3.6.2.2 Herstellung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Dehnungsmessstreifen aus zwei carbonhaltigen Kompositen hergestellt und charakterisiert. Dabei handelt es sich um die Siebdruckpasten *CHSN8002 Conductive Carbon* der Firma *Sun Chemical* sowie das Zwei-Pasten-Gemisch *ECI 7004LR E&C* und *NCI 7002 E&C* der Firma *Henkel*. Die erste Paste wird vom Hersteller mit einem besonders hohen k-Faktor bis 16 beworben. Das Pastengemisch bietet die Möglichkeit, den Füllstoffanteil gezielt einzustellen, da nur der Teil *ECI 7004LR E&C* leitfähige Carbon-Partikel enthält. Die Kontaktierung der DMS erfolgt über Kontaktpads, die mit der silberhaltigen Paste *CHSN8013 Conductive Silver* der Firma *Sun Chemical* gedruckt wurden. Da die Zugproben aus Aluminium und somit leitfähig sind, bedarf es einer Isolation der DMS und Kontaktpads zum Substrat. Hierfür wird der Kleber *UHU Endfest* genutzt, bei dem es sich um ein Epoxidharz handelt.

Abbildung 3.30 zeigt den Ablauf der Herstellung. Zunächst werden zwei Schichten der Isolation gedruckt. Dadurch wird eine vollflächige Isolation gewährleistet. Beide Schichten werden jeweils für 10 Minuten bei 120°C im Ofen ausgeheizt. Anschließend benötigt der Kleber noch ca. 12 Stunden bei Raumtemperatur, um vollständig auszuhärten. Im nächsten Schritt werden die Kontaktpads aus Silberpaste gedruckt. Diese Schicht wird für 30 Minuten bei 120°C im Ofen ausgehärtet. Direkt im Anschluss werden abschließend die DMS aufgebracht. Bei längeren Verzögerungen in der Herstellung an dieser Stelle kann es zu einer Beeinträchtigung des Kontaktwiderstands zwischen Silber- und Carbon-Pasten kommen, die vermutlich auf eine Oxidation der Oberfläche der Silberpartikel zurückzuführen ist. Beide Carbon-Pasten werden ebenfalls für 30 Minuten bei 120°C im Ofen ausgehärtet.

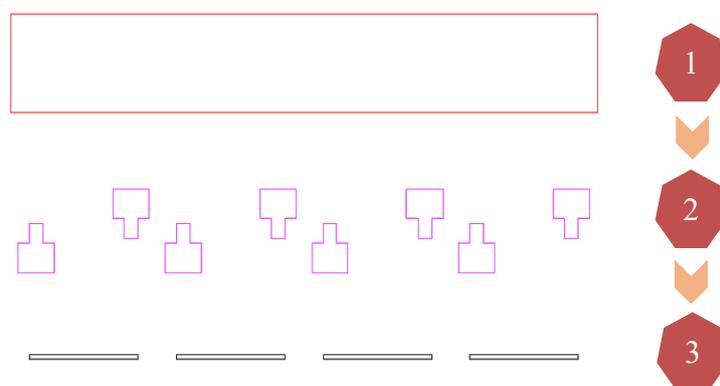


Abbildung 3.30: Ablauf der Herstellung siebgedruckter Dehnungsmessstreifen [60]

Zur Kontaktierung der Dehnungsmessstreifen werden belackte Kupferdrähte genutzt. Diese werden mit der Silberpaste auf die Kontaktpads geklebt. Zur Aushärtung der Klebestellen werden die Proben ein letztes Mal für 30 Minuten bei 120°C im Ofen ausgeheizt.

3.6.2.3 Bestimmung des k-Faktors

Die Bestimmung des k-Faktors erfolgt im Zugversuch. Dazu wird die bedruckte Zugprobe in eine Zugmaschine eingespannt und mit einer definierten Kraft belastet. Die resultierende Längenänderung wird aufgezeichnet. Die Belastung erfolgt dabei mit einer Kraftzunahme von 25 N/s bis zu einer

maximalen Kraft von 500 N. Dies entspricht einer maximalen Dehnung der Versuchslänge der Proben von ca. 0,1%. Die Dehnung ist somit voll elastisch. Während der Dehnung wird der Widerstand der Dehnungsmessstreifen aufgezeichnet. Nach Formel (3) lässt sich mit bekanntem Ausgangswiderstand und bekannter Ausgangslänge nun der k-Faktor der DMS berechnen.

CHSN8002 Conductive Carbon

Insgesamt wurden zwanzig mit der Paste *CHSN8002 Conductive Carbon* gedruckte Dehnungsmessstreifen charakterisiert. In Abbildung 3.31 ist ein typischer Verlauf der relativen Widerstandsänderung über die Dehnung dargestellt. Der Widerstand steigt weitgehend linear mit der Dehnung an. Eine lineare Regression ergibt einen k-Faktor von ca. 13,47 bei einem Bestimmtheitsmaß der Regression von $R^2 = 99,5\%$. Nach Entlastung der Probe wurde ein vollständiger Rückgang der Widerstandsänderung beobachtet.

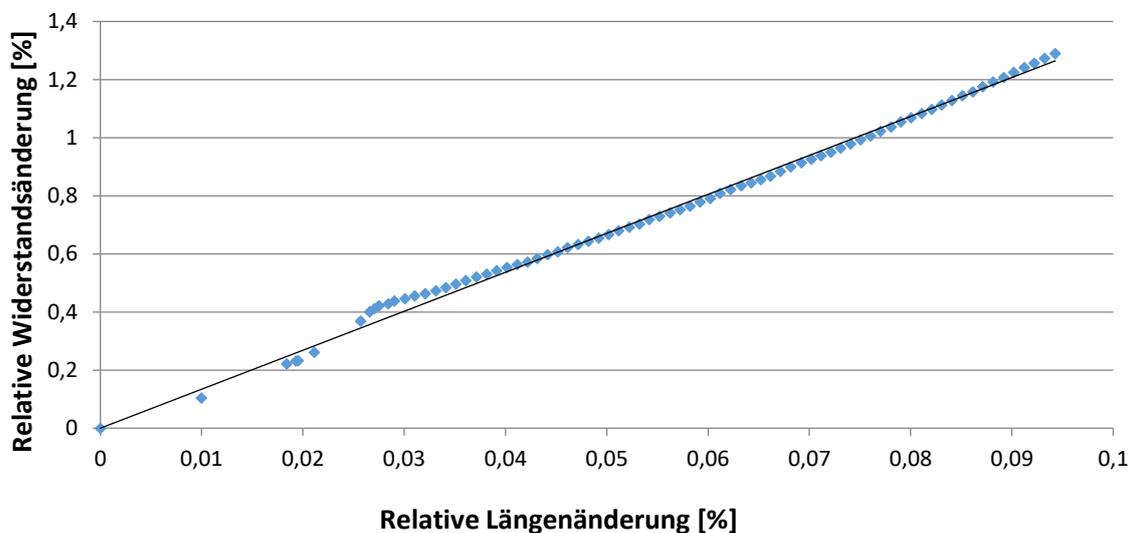


Abbildung 3.31: Dehnungsempfindlichkeit der mit Carbon-Paste CHSN8002 gedruckten DMS [60]

Tabelle 3.6 zeigt die k-Faktoren aller getesteten DMS. Der mittlere k-Faktor ist 10,41 mit einer Standardabweichung von 1,64. Der maximale und minimale k-Faktor sind 13,47 bzw. 7,44.

Tabelle 3.6: Dehnungsempfindlichkeit der mit Carbon Paste CHSN8002 gedruckten DMS [60]

	k-Faktor		k-Faktor		k-Faktor		k-Faktor
DMS 1	12.54	DMS 6	12.92	DMS 11	10.69	DMS 16	7.44
DMS 2	11.82	DMS 7	10.9	DMS 12	9.8	DMS 17	10.21
DMS 3	9.57	DMS 8	9.65	DMS 13	11.22	DMS 18	9.01
DMS 4	9.46	DMS 9	13.47	DMS 14	9.99	DMS 19	9.2
DMS 5	12.59	DMS 10	11.93	DMS 15	8.41	DMS 20	7.94
Mittelwert		10,41 ± 1,64					

Die Herstellerangabe eines k-Faktors bis 16 kann folglich nur bedingt nachvollzogen werden. Im Rahmen dieser Arbeit konnte dieser Wert nicht erreicht werden. Dennoch lässt sich sagen, dass mit einem mittleren k-Faktor von über 10 eine deutliche Steigerung der Dehnungsempfindlichkeit gegenüber herkömmlichen Metall-DMS gegeben ist.

Carbon-Paste ECI 7004LR E&C-NCI 7002 E&C

Um die Dehnungsempfindlichkeit zu ermitteln, wurden ebenfalls zwanzig Dehnungsmessstreifen mit dem Zwei-Pasten-Gemisch *ECI 7004LR E&C-NCI 7002 E&C* gedruckt und charakterisiert. Abbildung 3.32 zeigt wieder einen typischen Verlauf der relativen Widerstandsänderung über die Dehnung. Auch bei dieser Paste steigt der Widerstand weitgehend linear mit der Dehnung. Die lineare Regression ergibt hier einen k-Faktor von ca. 4,07 mit einem Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 99,3\%$. Auch für dieses Material wurde ein vollständiger Rückgang der Widerstandsänderung nach Entlastung der Probe festgestellt.

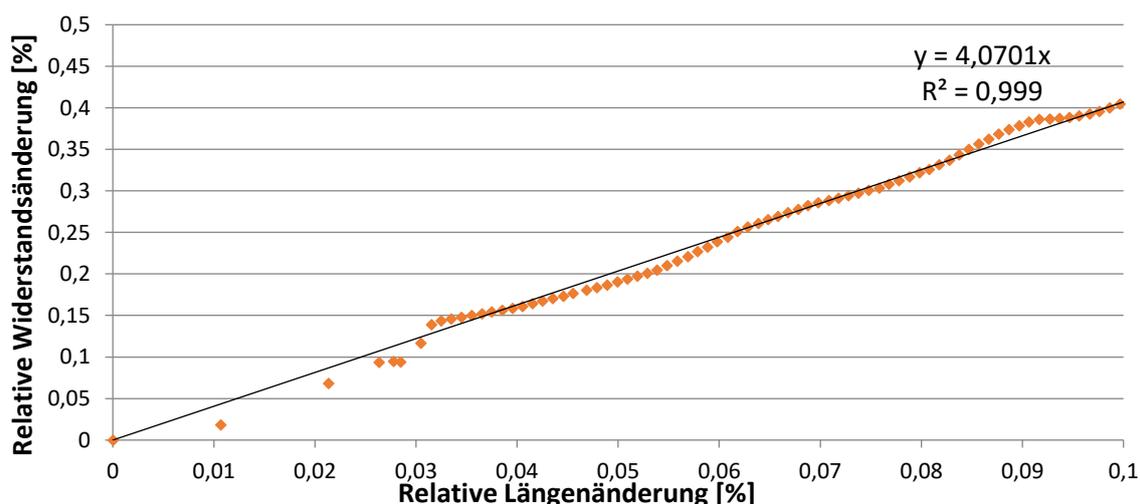


Abbildung 3.32: Darstellung der Dehnungsempfindlichkeit der mit Carbon-Paste ECI 7004LR E&C-NCI 7002E&C gedruckten DMS [60]

Tabelle 3.7 zeigt die k-Faktoren aller getesteten DMS. Der mittlere k-Faktor ist 3,02 mit einer Standardabweichung von 0,86. Der maximale und minimale k-Faktor sind 4,84 bzw. 1,60.

Tabelle 3.7: Dehnungsempfindlichkeit der mit Carbon-Paste ECI 7004LR E&C-NCI 7002-E&C gedruckten DMS [60]

	k-Faktor		k-Faktor		k-Faktor		k-Faktor
DMS 1	1,67	DMS 5	3,26	DMS 9	3,36	DMS 13	2,52
DMS 2	2,42	DMS 6	2,82	DMS 10	2,58	DMS 14	3,71
DMS 3	4,84	DMS 7	2,93	DMS 11	1,6	DMS 15	2,87
DMS 4	4,39	DMS 8	4,06	DMS 12	2,63	DMS 26	2,61
Mittelwert		3,02 ± 0,86					

Da vom Hersteller der Paste keine Angabe über einen möglichen k-Faktor gemacht wird, entfällt eine vergleichende Einschätzung. Die Dehnungssensitivität ist gegenüber herkömmlichen Metall-DMS aber nur unwesentlich besser. Gegenüber der CHSN8002 Conductive Carbon Paste ist die Dehnungssensitivität hingegen deutlich schlechter.

3.6.2.4 Einschätzung der Nutzbarkeit zur Materialintegration

Die Dehnungsmessstreifen sind sehr einfach und robust aufgebaut. Durch ihre hohe Flexibilität sind sie gut zur Integration in weiche Materialien wie etwa Polymere geeignet. Die Temperaturstabilität bei der Integration ist durch die Polymermatrix vermutlich sehr materialabhängig. Auch die Alterungsbeständigkeit hängt vermutlich im Wesentlichen von der Polymermatrix ab. Bei der Zusammensetzung des Komposits gibt es allerdings einen großen Spielraum, so dass die Eigenschaften und auch die Stabilität dieser Sensoren verschiedenen Bedürfnissen angepasst werden können.

4 Sensorik zur materialintegrierten Messung von Druck

Kraft ist als Ursache von Verformung eine besonders wichtige mechanische Belastungsgröße, da die Stabilität eines Bauteils maßgeblich vom Einhalten definierter Belastungsgrenzen abhängt. Wirkt eine Kraft auf eine Fläche, so spricht man von einem Druck. Zur Messung von Druck gibt es eine Vielzahl verschiedener mikrotechnischer Sensoren. Gemein ist dabei allen, dass die Bestimmung des Drucks immer indirekt erfolgt. Es wird stets die aus einer Druckbelastung resultierende Verformung des jeweiligen sensitiven Elements gemessen. Die Druckmessung erfolgt also über den Umweg der Verformungs- bzw. Dehnungsmessung. Durch eine vorherige Kalibrierung kann dem Messwert dann ein Druck zugeordnet werden.

4.1 Membran-Drucksensoren

Klassische Drucksensoren werden in der Regel aus Stahl oder Silizium gefertigt. Der Aufbau ist bei beiden Varianten ähnlich. Zunächst wird eine biegsame Membran erzeugt. Bei Druckbelastung verformt die Membran sich. Die Verformung wird wahlweise lokal mit Dehnungsmessstreifen, die auf der Membranoberfläche hergestellt werden, oder flächig kapazitiv erfasst. Bei der kapazitiven Variante bildet die Membran üblicherweise eine bewegliche Elektrode eines Kondensators. In vielen Anwendungen werden heutzutage Silizium-Drucksensoren verwendet. Diese lassen sich mittels etablierter Prozesse im Batch-Verfahren kostengünstig und mit hoher Reproduzierbarkeit fertigen.

Ein typischer Aufbau eines klassischen piezoresistiven Silizium-Drucksensors ist in Abbildung 4.1 gezeigt. Im Silizium wird eine Kavität erzeugt, über der die biegsame Membran verbleibt. Auf der Membran werden piezoresistive Widerstände in einer Brückenschaltung angeordnet. Bei Druckbelastung kann die Membran sich verformen und dehnt oder staucht dabei die Widerstände. Entscheidend für eine Verformung ist dabei ein Druckunterschied zwischen Ober- und Unterseite der Membran. Dies kann zum einen dadurch erreicht werden, dass der Sensor zwischen zwei Bereichen mit veränderlichem Druck eingebaut wird. Die Membran biegt sich dann in Richtung des niedrigeren Drucks. Man spricht hierbei von einem Relativdrucksensor, da das Signal den relativen Unterschied zwischen beiden Drücken widerspiegelt. Alternativ kann die Kavität etwa durch einen Glasverschluss versiegelt werden. In diesem Fall ist der in der Kavität eingeschlossene Druck eine feste Referenz, so dass man von einem Referenzdrucksensor spricht. Ist in der Kavität ein Vakuum eingeschlossen, so wird der Sensor auch als Absolutdrucksensor bezeichnet.

Unabhängig von der genauen Ausführung haben Membran-Drucksensoren den Nachteil, verhältnismäßig groß und unflexibel zu sein. Während die lateralen Maße Potential zur Miniaturisierung haben, so ist vor allem die Dicke nur eingeschränkt reduzierbar, da die Erzeugung der Kavität dies beschränkt. Bei Referenzdrucksensoren ist zusätzlich die Dicke des Verschlusses nicht beliebig reduzierbar. Durch die relativ großen Abmessungen und die materialbedingt hohe Steifigkeit des Sensors sind Membran-Drucksensoren letztendlich nur sehr eingeschränkt für die Materialintegration nutzbar. Die durch den Sensor verursachte Schädigung des Matrixmaterials wird immer hoch und kaum vernachlässigbar sein. Insbesondere bei integrierten Sensoren, die in fertigen Bauteilen verbleiben sollen, wird die mechanische Stabilität der Teile stark beeinflusst.

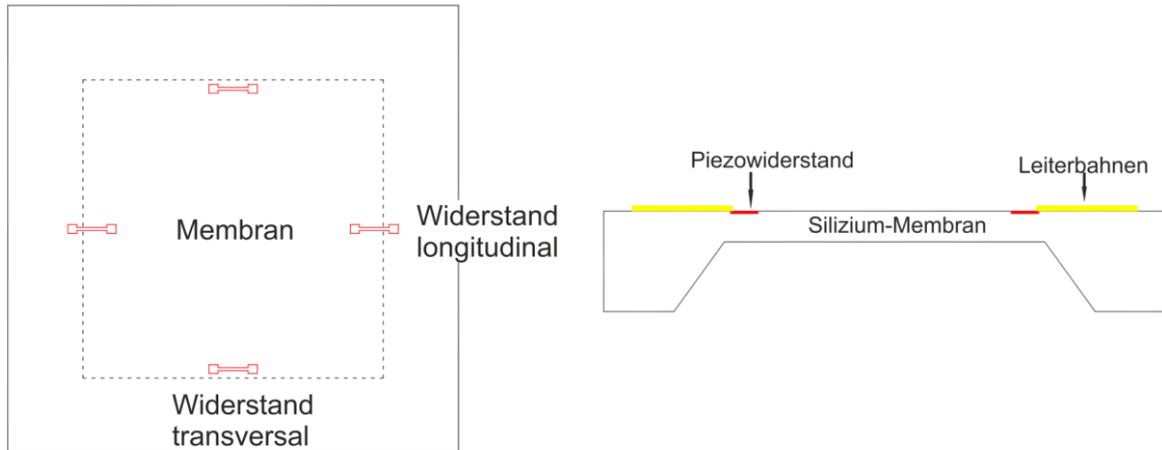


Abbildung 4.1: Aufbau eines piezoresistiven Silizium-Drucksensors mit longitudinalen und transversalen Widerständen.

4.2 Flexible, folienbasierte Drucksensoren

Ob in Bulk- oder Oberflächenmikromechanik ausgeführt, der hauptsächliche Nachteil von Membrandrucksensoren im Hinblick auf die Integrierbarkeit in Materialien ist ihre eingeschränkte Miniaturisierbarkeit und Starrheit. Durch diese Nachteile fügen sie dem Matrix-Material unweigerlich eine Wunde zu. Entsprechend besteht hier Bedarf an dünnen, flexiblen Drucksensoren. Im Folgenden werden die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten und auf ihre Eignung zur Materialintegration getesteten folienbasierten Drucksensoren vorgestellt.

4.2.1 Piezoelektrische Dünnschichtsensoren auf Basis von PVDF-TrFE

Piezoelektrika bilden bei Verformung eine messbare elektrische Spannung an ihren gegenüberliegenden Oberflächen aus. Dieses Phänomen nennt man den piezoelektrischen Effekt. Er tritt dann auf, wenn es in einem Material durch eine Verformung zur Verschiebung von Ladungsträgern und somit zu einer Polarisation kommt. Je nach Material kann die Spannung entlang der oder transversal zur Verformung abgegriffen werden.

Ein häufig verwendetes und gut erforschtes Dünnschicht-Piezoelektrikum ist Polyvinylidenfluorid (PVDF). Es kann in Pulverform in verschiedenen Lösemitteln gelöst und dann in einem einfachen Spin-On-Verfahren als Dünnschicht appliziert werden. Anschließend wird das Lösemittel thermisch verdampft und die Schicht quervernetzt. Der molekulare Aufbau eines PVDF-Monomers ist in Abbildung 4.2 gezeigt.

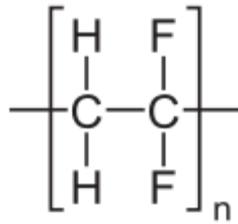


Abbildung 4.2: Polyvinylidenfluorid-Monomer.

PVDF kann in verschiedenen 4 verschiedenen Phasen vorliegen. In der α -Phase ist das Polymer helixförmig aufgebaut, so dass die polaren Fluoratome in verschiedene Richtungen orientiert sind. Insgesamt weist das Polymer daher kein Dipolmoment auf und ist nicht elektroaktiv. Die stabilste elektroaktive Phase ist die β -Phase [61]. Diese kann durch mechanische Verformung, Polarisierung in einem elektrischen Feld oder Wärmebehandlung erzeugt werden. Dabei werden alle Fluoratome in dieselbe Raumrichtung orientiert und es entsteht ein starkes Dipolmoment. [62]

Eine Weiterentwicklung von PVDF ist das Co-Polymer Poly[vinylidenfluorid-co-trifluoroethylen] (PVDF-TrFE). Dabei wird in die PVDF-Polymerkette in zufälligen Abständen ein Trifluoroethylen-Monomer eingefügt. Durch die Variation des Gehalts an TrFE-Monomeren können verschiedene elektrische Eigenschaften erzeugt werden. Das TrFE-Monomer sorgt für eine Stabilisierung der β -Phase, so dass bessere piezo- und ferroelektrische Eigenschaften gegenüber reinem PVDF gewonnen werden. [63] Abbildung 4.3 zeigt ein PVDF-TrFE-Copolymer. Es ist zu sehen, dass die polaren CF_2 -Gruppen stets in dieselbe Richtung orientiert sind.

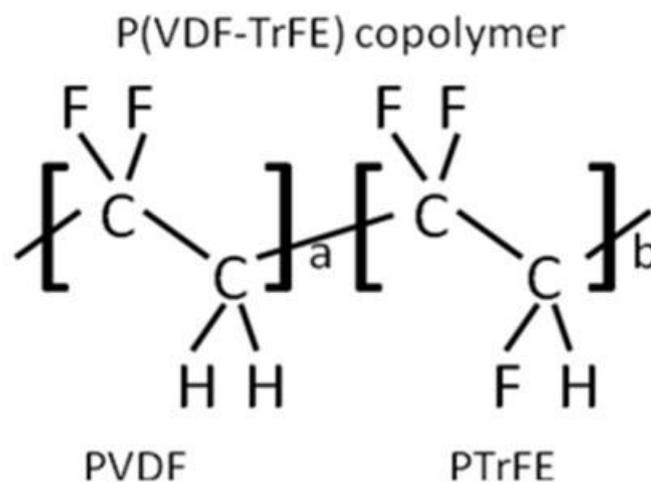


Abbildung 4.3: Poly[vinylidenfluorid-co-trifluoroethylen]. [64]

4.2.1.1 Sensorentwurf und -herstellung

Der Aufbau eines piezoelektrischen Sensors ist denkbar einfach und in Abbildung 4.4 dargestellt. Zwischen 2 Goldelektroden befindet sich ein Piezoelektrikum. Als Substrat dient auch hier Polyimid-Folie. Die Herstellung erfolgt durch einfache mikrotechnologische Prozesse. Die Goldelektroden werden mittels Lithographie und nasschemischem Ätzen erzeugt. Die PVDF-TrFE-Schicht wird durch Spin-Coating und anschließendem Ausheizen erzeugt. Anschließend wird sie per Lithographie und

Plasma-Ätzen strukturiert. PVDF-TrFE ist nicht beständig gegen häufig genutzte Lösemittel wie Aceton oder Isopropanol. Bei der Prozessierung müssen daher kompatible Chemikalien genutzt werden.

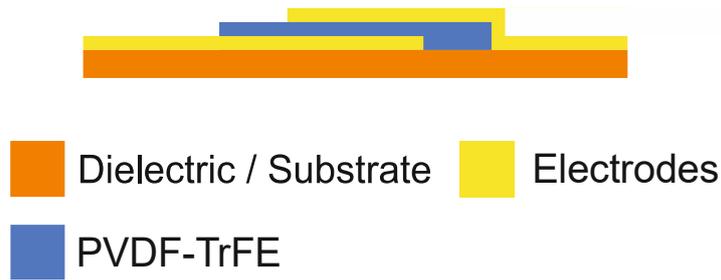


Abbildung 4.4: Querschnitt eines piezoelektrischen PVDF-TrFE Drucksensors.

Um eine Drucksensitivität des Piezoelektrikums zu erzeugen, muss das Material polarisiert werden. Dazu muss das Material in ein elektrisches Feld eingebracht werden. Dies geschieht am einfachsten durch das Anlegen einer Spannung an den Goldelektroden. Zur Polarisierung können verschiedene Muster genutzt werden. Im einfachsten Fall wird ein konstantes elektrisches Feld durch Anlegen einer konstanten Spannung an den Elektroden genutzt und für eine bestimmte Zeit aufrechterhalten. Eine bessere Polarisierung kann durch das Anlegen von verschiedenen elektrischen Feldern mit steigender Feldstärke erreicht werden.

4.2.1.2 Charakterisierung

Nach der Polarisierung kann bei mechanischer Belastung des Sensors eine Spannung an den Goldelektroden abgegriffen werden. Diese entsteht durch die Potentialbildung an den Oberflächen des Piezoelektrikums bei Verformung. Um den sofortigen Ausgleich der Potentiale durch einen Stromfluss zwischen den Polen zu verhindern, muss die entstehende Spannung über ein Messgerät mit möglichst hoher Eingangsimpedanz gemessen werden. Am einfachsten kann dies durch das Nutzen eines Operationsverstärkers erreicht werden. Die Ergebnisse vom Test einiger piezoelektrischer Sensoren sind in Tabelle 8 gezeigt. Es konnte kein Unterschied zwischen den Polarisierungsmethoden festgestellt werden. Die erzeugte Spannung beim Aufbringen einer Kraft von ca. 100 N liegt im Bereich weniger Millivolt.

Tabelle 8: Ergebnisse Charakterisierung PVDF-TrFE-Sensor [65]

	Polarisierungsmethode	Polarisierungszeit [min]	Polarisierungsspannung [V]	Aufgebrachte Kraft [N]	Ausgangsspannung [mV]
Sensor 1	Ansteigende Feldstärke	100	100	Ca. 100	10
Sensor 2	Konstant	10	100	Ca. 100	20
Sensor 3	Konstant	10	100	Ca. 100	7

Nach dem Aufbringen der Kraft wurden die Sensoren entlastet und die Kraft wurde erneut aufgebracht. Dabei konnte keine Spannung mehr gemessen werden, was darauf hindeutet, dass die Sensoren bei einmaliger Belastung wahrscheinlich entpolarisiert werden. Nach erneuter Polarisierung konnte wieder eine Spannung gemessen werden.

4.2.1.3 Eignung zur Materialintegration

Piezoelektrische Drucksensoren auf Basis von PVDF-TrFE eignen sich nicht zur Materialintegration. Die Sensoren eignen sich nur zum einmaligen Messen einer auftretenden Kraft und verlieren dabei schnell ihre Polarisierung. Eine Langzeitstabilität kann nicht vermutet werden. Außerdem ist sehr fraglich, ob die Sensoren den Integrationsprozess in ein Fremdmaterial unbeschadet überstehen können. Bekannt ist aus der Literatur, dass die Polarisierung von PVDF-TrFE auch bei Temperaturen ab 90°C verschwindet. Temperaturen jenseits von 90°C treten aber bei vielen Integrationsprozessen auf. Es ist jedoch denkbar die Polarisierung erst nach der Integration durchzuführen.

4.2.2 OFET-Drucksensoren

Drucksensoren auf Basis organischer Feldeffekttransistoren (OFET) scheinen attraktiv für die Materialintegration, da sie sehr dünn und klein aufgebaut werden können. Verschiedene Arbeitsgruppen haben bisher gezeigt, dass OFETs grundsätzlich drucksensitiv sind und durch Modifikation mit PVDF ein relevanter Messbereich erreicht werden kann. Als Messgröße dient der Strom zwischen Drain und Source des Transistors I_{DS} . Dieser ist abhängig von der Geometrie des Transistors, der Spannung zwischen Drain und Source und der am Gate angelegten Spannung und nimmt zudem bei Druckbelastung ab. In Abbildung 4.5 ist der grundsätzliche Aufbau eines OFETs gezeigt. Grundsätzlich besteht ein OFET aus einer Gate-Elektrode, die durch ein Dielektrikum von Drain- und Source-Elektroden getrennt ist. Drain- und Source-Elektroden sind über einen organischen Halbleiter miteinander verbunden. Die Drain- und Source-Elektroden sind typischerweise als Interdigitalelektroden angeordnet, wobei die Gate-Elektrode wahlweise vollflächig unter der gesamten Fläche oder nur im Raum zwischen den Elektrodenfingern platziert wird. Die für den erreichbaren Stromfluss relevanten geometrischen Parameter sind die Kanalbreite W entlang der Gate-Elektrode, die Kanallänge L , die dem Abstand zwischen Drain- und Source-Elektrode entspricht, und die Dicke des Dielektrikums d zwischen Gate-Elektrode und Drain- und Source-Elektrode bzw. Halbleiter.

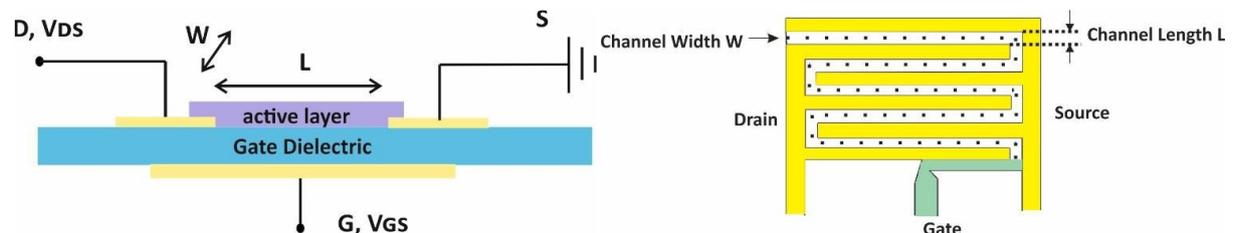


Abbildung 4.5: Aufbau eines organischen Feldeffekttransistors (OFET) : Querschnitt (links); Draufsicht (rechts). [66]

Der Strom zwischen Drain und Source lässt sich mit folgender Gleichung abschätzen [67]

$$I_{DS} \approx \frac{W}{L} \cdot C_i \cdot \mu \cdot ((V_G - V_{th}) \cdot V_{DS} - \frac{V_{DS}^2}{2}) \quad (25)$$

wobei C_i die Kapazität der Isolationsschicht, μ die Feld-Effekt-Mobilität des Halbleiters, V_G die am Gate anliegende Spannung, V_{th} die Threshold-Spannung des Transistors und V_{DS} die zwischen Drain und Source anliegende Spannung ist.

4.2.2.1 Organischer Halbleiter Pentacen

Im Rahmen dieser Arbeit wurde Pentacen als organischer Halbleiter zur Herstellung von OFETs genutzt. Abbildung 4.6 zeigt die chemische Struktur von Pentacen mit seinen fünf linear kondensierten Benzolringen. Die chemische Summenformel ist $C_{22}H_{14}$. [68]

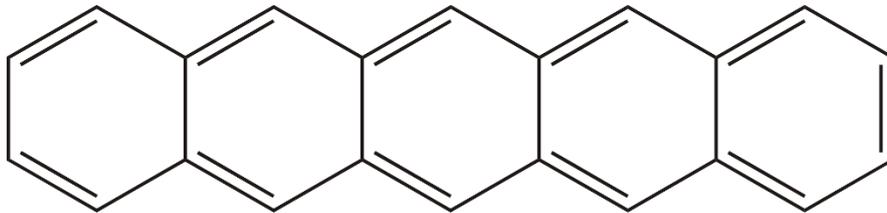


Abbildung 4.6: Chemische Struktur von Pentacen. [68]

Transistoren mit Pentacen zeigen ein charakteristisches p-Typ-Verhalten. Dies bedeutet, dass an der Gate-Elektrode eine negative Spannung angelegt werden muss, um im Halbleiter positive Spiegelladungen zu erzeugen, die einen Kanal zwischen Drain und Source bilden. Die Leitung von Strom erfolgt dann durch Löcherleitung. Die Feld-Effekt-Mobilität des in dieser Arbeit verwendeten organischen Halbleiters Pentacen kann im einkristallinen Zustand bis zu $60 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ betragen [69]. Durch Unreinheiten und Mehrkristallinität ist die erreichbare Mobilität in der Praxis in der Regel jedoch deutlich geringer. Reines Silizium hat im Vergleich dazu eine Feld-Effekt-Mobilität bei Löcherleitung von bis zu $450 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ und bei Elektronenleitung sogar bis zu 1400 [70].

Die Drucksensitivität von OFETs auf Basis von Pentacen kann durch verschiedene Effekte erklärt werden. So ändern sich bei Druckbelastung die Feld-Effekt-Mobilität, der Kontaktwiderstand des Halbleiters zu Drain- und Source Elektroden und die Threshold-Spannung des Transistors. Da alle diese Größen Einfluss auf den Stromfluss zwischen Drain- und Source haben, sind OFETs auf Basis von Pentacen drucksensitiv. [67]

4.2.2.2 Sensorentwurf

Organische Feldeffekttransistoren können in verschiedenen Anordnungen gefertigt werden. Die möglichen Geometrien sind in Abbildung 4.7 dargestellt. Zum einen kann die Gate-Elektrode ober- oder unterhalb des Dielektrikums liegen. Zum anderen ist es wahlweise auch möglich, Drain- und Source ober- oder unterhalb des organischen Halbleiters zu platzieren. Der gewählte Aufbau kann großen Einfluss auf die elektrischen Eigenschaften des Transistors haben. So weisen etwa OFETs mit oben gelegenem Gate häufig einen hohen Leckstrom im gesperrten Zustand auf, der vermutlich auf die Abscheidung des Dielektrikums auf dem Halbleiter zurückzuführen ist. Problematisch sind häufig

auch Anordnungen, in denen Drain- und Source-Elektrode auf dem Halbleiter erzeugt werden, da auch hier bei der Abscheidung des Elektrodenmaterials der Halbleiter beschädigt werden kann. Die allgemein bevorzugte und auch in dieser Arbeit verwendete Anordnung ist daher die mit unten gelegenen Gate und unterhalb des organischen Halbleiters erzeugten Drain- und Source-Elektroden.

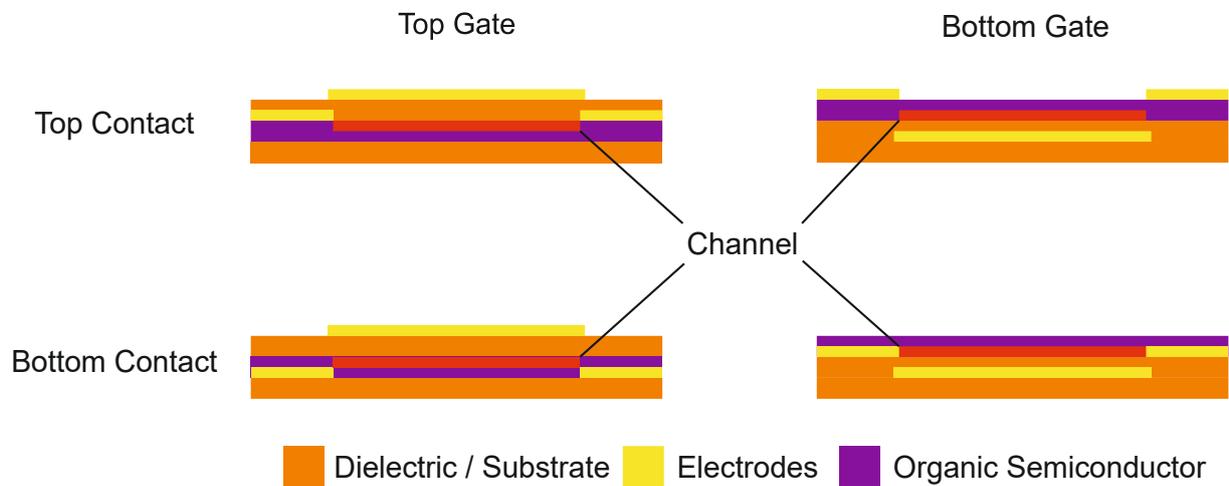


Abbildung 4.7: Übersicht über verschiedene OFET-Topologien

4.2.2.3 Herstellung

Abbildung 4.8 zeigt schrittweise das Herstellungsverfahren für die OFETs. (1) Als Träger des Sensors wurde zunächst eine 5 µm dicke Polyimid-Schicht auf einen Handling-Wafer aus Silizium aufgebracht. (2) Danach wurde 15 nm Chrom als dünne Haftschiicht und 100 nm Gold zur Erzeugung der Gate-Elektrode abgeschieden und strukturiert.

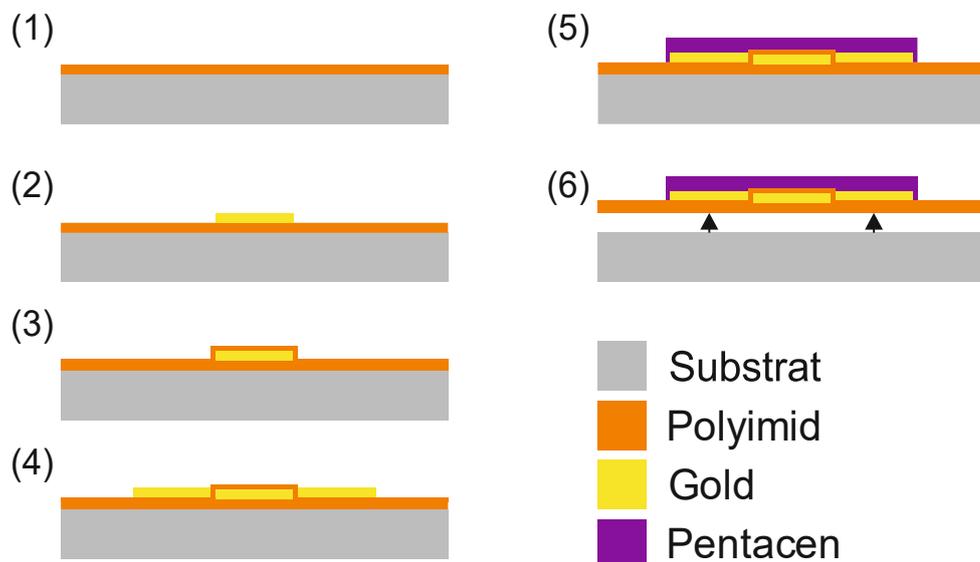


Abbildung 4.8: Herstellungsablauf von organischen Feldeffekttransistoren

(3) Anschließend wurde das Dielektrikum zur Isolation zwischen Gate- und Drain-/Source-Elektroden aufgebracht. In ersten Versuchen handelte es sich hierbei um eine ca. 500 nm dicke Polyimidschicht.

In einer Weiterentwicklung wurde als Dielektrikum das ferro-elektrische PVDF(TrFE) mit einer Dicke von ca. 800 nm verwendet. Das Dielektrikum wurde strukturiert, so dass die Gate-Elektrode zugänglich ist. (4) Source- und Drain-Elektroden wurden auf der Isolationsschicht aus einer 100 nm dicken Goldschicht strukturiert. (5) Im letzten Schritt wurde der organische Halbleiter Pentacen thermisch aufgedampft. Die Strukturierung erfolgte beim Aufdampfen durch eine Schattenmaske. In Abbildung 4.9 ist eine REM-Aufnahme eines OFETs zu sehen. Das Pentacen bedeckt die Elektroden großflächig. Die Gate-Elektrode ist unter dem Isolator nur zu erahnen.

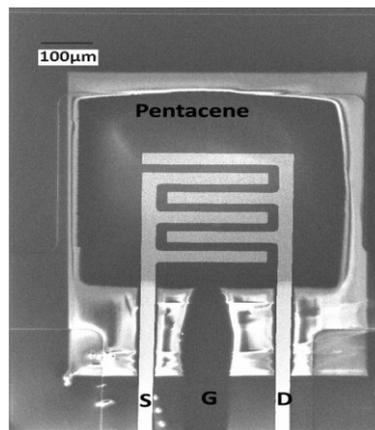


Abbildung 4.9: REM-Aufnahme eines organischen Feldeffekttransistors [65]

Abbildung 4.10 zeigt REM-Aufnahmen einer aufgedampften Pentacen-Schicht. Die Aufnahmen zeigen Pentacen auf den Gold-Elektroden und auf der Polyimid-Isolation zur Gate-Elektrode. Die Kristalle sind auf der Goldoberfläche mit 700-800 nm deutlich größer auf der Polyimidoberfläche mit 300-400 nm. Eine Erklärung hierfür liegt möglicherweise in der höheren Oberflächenrauheit des Polyimids gegenüber der Gold-Schicht. Die morphologische Aufnahme (rechts) macht deutlich, dass die Rauigkeit der Trägerschicht sich auf den Pentacen-Film überträgt. Gut zu erkennen ist auch, dass an der Gold-Polyimid-Grenze vereinzelt Kristalle unterbrochen sind. Eine solche Diskontinuität führt zu einem erhöhten Kontaktwiderstand zwischen Elektroden und Kanal.

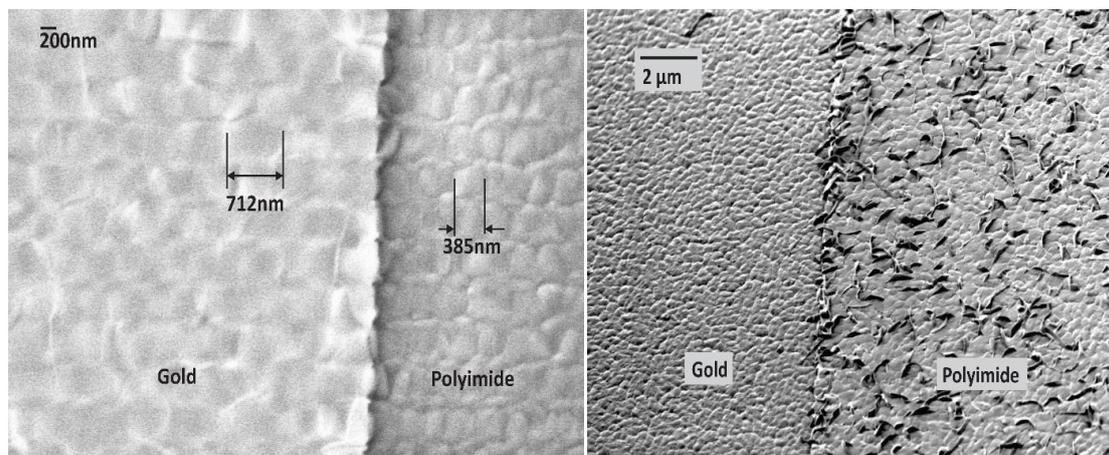


Abbildung 4.10: REM-Aufnahmen einer Pentacen-Schicht : (links) Kristallgröße, (rechts) Oberflächenmorphologie auf Gold und Polyimid. [66]

4.2.2.4 Charakterisierung

Die Charakterisierung der OFETs erfolgt mit einem Halbleiteranalysator (HP 4432). Die Sensoren werden, wie in Abbildung 4.11 gezeigt, über Kontaktnadeln mit den Drain-, Source- und Gate-Anschlüssen verbunden.

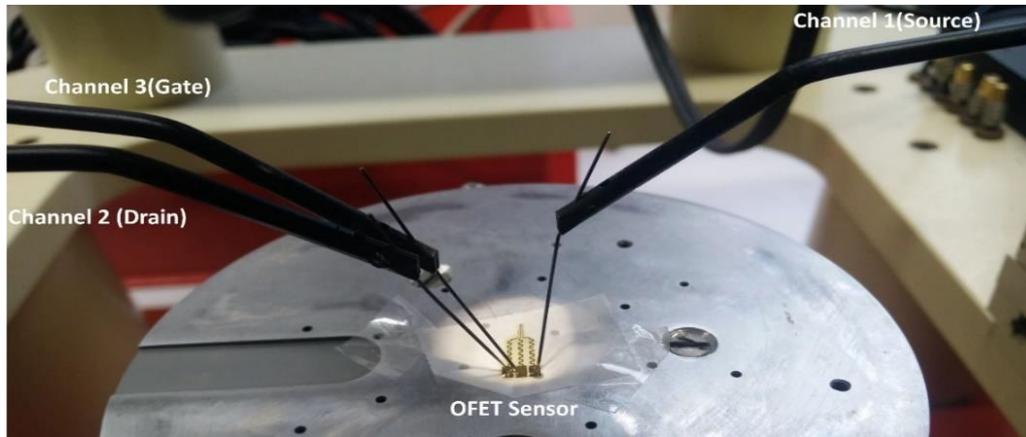


Abbildung 4.11: Kontakttierung von OFET-Drucksensoren zur Charakterisierung.

Im ersten Schritt wird untersucht, ob die Sensoren eine Funktionalität als Transistor zeigen. Dazu wird der Drain-Source-Strom bei verschiedenen Gate- und Drain-Source-Spannungen gemessen. Abbildung 4.12 zeigt den Verlauf für einen OFET mit einer Kanalbreite $W = 880 \mu\text{m}$ und Kanallänge $L = 20 \mu\text{m}$. Die hergestellten OFETs zeigen eine charakteristische Transistorkennlinie mit linearem Zusammenhang zwischen Drain-Source Strom und Source-Drain-Spannung. Es kann keine Sättigung bis zu einer Drain-Source-Spannung von -100 V festgestellt werden.

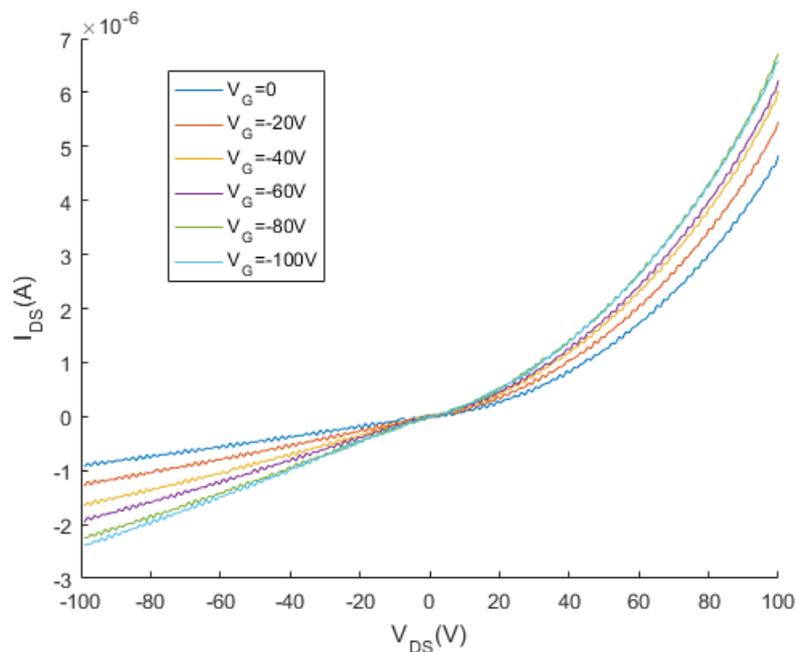


Abbildung 4.12: Kennlinie eines OFETs mit Kanalbreite $W = 880 \mu\text{m}$ und Kanallänge $L = 20 \mu\text{m}$ [66]

Bei $V_{DS} = -20\text{ V}$ wird ein An-Aus-Verhältnis zwischen $V_G = -100\text{ V}$ und $V_G = 0\text{ V}$ von 1,13 ermittelt. Das niedrige An-Aus-Verhältnis erklärt auch, dass bei positiver Drain-Source-Spannung ein hoher Stromfluss messbar ist. Die Vermutung liegt nahe, dass der organische Halbleiter bei der Herstellung entweder mit Metalpartikeln in der Aufdampfkammer verunreinigt wurde oder in seiner Struktur so beschädigt wurde, dass bereits Ladungsträger vorhanden sind. Letztlich führen beide Vermutungen dazu, dass der hauptsächliche Ladungstransport nicht durch feldinduzierte Ladungsträger erfolgt. Aus den aufgenommenen Kennlinien wurde nach Formel (27) eine Ladungsträgermobilität von ca. $0,3\text{ cm}^2/\text{Vs}$ berechnet. Die Mobilität ist damit wesentlich kleiner als bei einkristallinem Pentacen, was ebenfalls auf Unreinheiten und Beschädigungen in der Schicht hinweist.

Die ermittelten Kennlinien lassen sich durch eine Schottky-Barriere an den Grenzflächen zwischen Drain-Elektrode und Halbleiter erklären [71]. Die Barriere entsteht dadurch, dass Ladungsträger ein gewisses Energieniveau erreichen müssen, um vom Metall in den Halbleiter injiziert zu werden. Liegt am Drain eine negative Spannung an, so können durch unbeabsichtigte Unreinheiten vorhandene Löcher im Halbleiter die Barriere überwinden. Es zeigt sich ein entgegengesetzt fließender Strom, der mit der Spannung ansteigt, jedoch durch den ohmschen Widerstand des Halbleiters beschränkt ist. Liegt am Drain eine positive Spannung an, so können energiereiche Elektronen die Barriere überwinden. Steigt die Spannung ausreichend stark an, dann sinkt die Barriere immer mehr ab, da die Verarmungsregion nicht aufrechterhalten werden kann. Dadurch kann ein starker Anstieg des Stroms beobachtet werden.

Um zu ermitteln, ob die Transistoren eine Druckempfindlichkeit zeigen, wurde manuell eine Kraft aufgebracht. Um Beschädigungen zu verhindern wurde eine dünne Stück Silikon auf den Transistor gelegt. Abbildung 4.13 zeigt die Kennlinie eines OFETs ohne und mit konstanter Druckbelastung bei einer Gate-Spannung von $V_G = -50\text{ V}$. Der Stromfluss sinkt durch Druckeinfluss merklich ab.

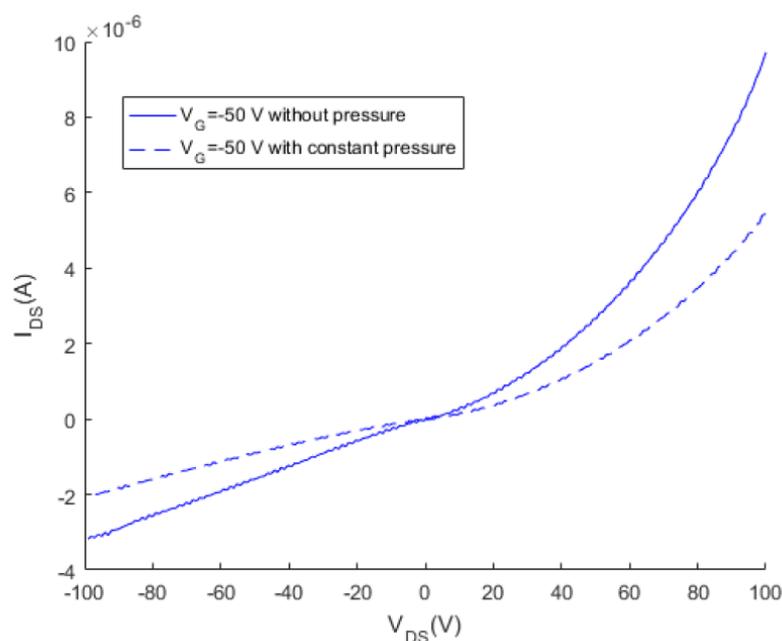


Abbildung 4.13: OFET-Kennlinie mit und ohne Druckbelastung [66]

Abschließend lässt sich festhalten, dass die elektrische Performance der OFETs schlecht ist. Der Leerlaufstrom ist sehr hoch, da der Ladungsträgertransport durch feldinduzierte Ladungsträger nicht der dominante Leitungsmechanismus ist. Der erzielte Drain-Source-Strom ist allerdings vergleichbaren Transistoren ähnlich. Eine Drucksensitivität ließ sich ermitteln, auf Grund der schlechten allgemeinen Performance und des zu erwartenden geringen Einsatzbereichs wurde aber keine genaue Charakterisierung der Druckempfindlichkeit durchgeführt. [67]

4.2.2.5 Eignung zur Materialintegration

Der Einsatz von OFET-Drucksensoren war im Rahmen dieser Arbeit zur Integration in Elastomer-Dichtungen vorgesehen. Beim Integrationsprozess ist mit dem Auftreten eines hohen Drucks und Temperaturen von bis zu 160°C zu rechnen. Es ist zu erwarten, dass die OFET die Druckbelastung ohne Beschädigung ertragen können. Fraglich erscheint, ob der organische Halbleiter Pentacen ausreichend temperaturstabil ist, um den Integrationsprozess zu überstehen. In Anlehnung an den Herstellungsprozess von Elastomerdichtungen aus Kapitel 5.3.3 wurden die OFET-Sensoren in einem Ofen bei 150°C für 15 Minuten getempert. Abbildung 4.14 zeigt den Drain-Source-Strom eines OFETs bei $V_G = -50$ V vor und nach der Temperung. Es ist eindeutig zu erkennen, dass der OFET nach der Wärmebehandlung keinerlei Signal mehr liefert und zerstört ist.

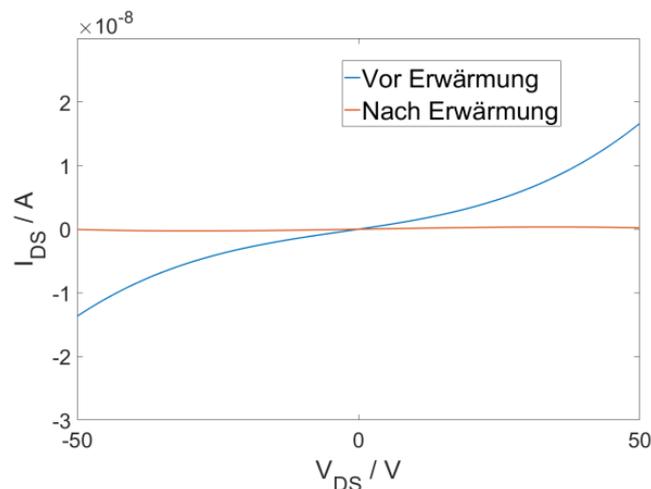


Abbildung 4.14: Signal eines OFET-Drucksensors vor und nach Temperung

Abschließend lässt sich sagen, dass OFET-Drucksensoren zur Materialintegration wenig geeignet scheinen. Zum einen ist der Druckbereich, in dem sie einsetzbar sind, wenig interessant für materialintegriertes Messen und zum anderen ist die mangelnde Stabilität der Sensoren schon gegenüber moderaten Temperaturen ein Ausschlusskriterium. Außerdem sind Herstellung und Ansteuerung gegenüber resistiven Sensoren wesentlich schwieriger.

4.2.3 Dickschicht-Drucksensoren

Mittels Dickschicht-Technologie hergestellte Drucksensoren sind unter der Bezeichnung *Force Sensitive Resistor* (FSR) kommerziell erhältlich. Diese Art von Sensoren wurde von der Firma Interlink Electronics entwickelt. Der schematische Aufbau eines FSR ist in Abbildung 4.15 dargestellt. Auf einem nicht notwendigerweise flexiblen Substrat werden zunächst Interdigitalelektroden erzeugt. Auf ein

zweites Substrat, typischerweise eine dünne, flexible Folie, wird eine Dickschicht eines leitfähigen Polymer-Partikel-Komposits gedruckt. Die beiden Substrate werden über einen starren Abstandshalter miteinander verbunden. Wird die obere Folie mit einer Kraft belastet, so wird die Dickschicht auf die Interdigitalelektroden gepresst. Es entstehen leitfähige Pfade zwischen den Elektroden, die als Widerstand gemessen werden können. Je stärker die Dickschicht auf die Elektroden gepresst wird, desto geringer ist der Widerstand zwischen den Elektroden. [72]

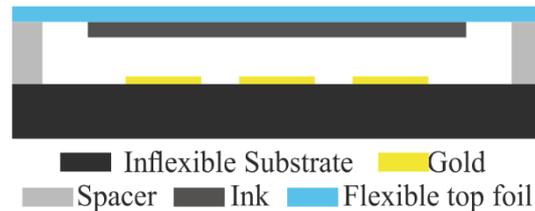


Abbildung 4.15: Schematischer Aufbau eines Force Sensing Resistors

Typischerweise zeigen FSR-Sensoren einen starken Abfall des Widerstands bei geringer Belastung, da zunächst die Entstehung von immer mehr leitfähigen Pfaden zwischen den Elektroden sowie die Reduzierung des Kontaktwiderstands zwischen Elektroden und Dickschicht die Widerstandsänderung dominant bestimmen. In diesem Lastbereich funktioniert ein FSR mehr als Schalter denn als Drucksensor. Ab einer gewissen Belastung, bei der der Kontaktwiderstand bereits gering ist und die Elektroden über viele Pfade verbunden sind, wird eine weitere Reduzierung des Widerstands von Verschiebungen der leitfähigen Partikel in der Dickschicht bestimmt. Dies entspricht einer Umkehrung des in Abschnitt 3.6 beschriebenen Effekts für die Widerstandsänderung von Polymer-Partikel-Kompositen unter Dehnungseinfluss. Je nach dominierendem Leitungsmechanismus rührt eine Widerstandsänderung von einer Verringerung des Partikelabstands (Tunnel-Leitung) oder einer Verringerung des Inter-Partikel-Kontaktwiderstands (Ohm'sche Leitung) her. Im ersten Fall ist die Drucksensitivität von FSR-Sensoren deutlich stärker als im zweiten Fall, da der Partikelabstand quadratisch in die Berechnung des Widerstands eingeht.

Das Prinzip des FSRs basiert zum einen auf einem leitfähigen Polymer, welches unter Einwirkung einer Kraft eine höhere elektrische Leitfähigkeit und somit einen geringeren Widerstand aufweist. Zum anderen wird ein Stromfluss erst durch die Einwirkung einer Kraft möglich, da die Elektroden und das leitfähige Polymer unter normalen Bedingungen keinen Kontakt miteinander haben. Steigt die Kraft auf den Sensor, so wird die Kontaktfläche zwischen den Elektroden und dem Polymer größer und die Leitfähigkeit steigt somit ebenfalls an. Das Prinzip dieses Effektes wird in Abbildung 1.4 veranschaulicht. Bei der Betrachtung der schematischen Darstellung, der Karbonpartikeln innerhalb eines Polymers, ist deutlich zu erkennen, dass sich der Abstand zwischen den einzelnen Karbonpartikeln verringert, wenn eine Kraft auf das Polymer wirkt. Diese Verringerung des Abstandes macht das Polymer drucksensitiv, da der Abstand zwischen den Karbonpartikeln in Korrelation mit der einwirkenden Kraft steht.

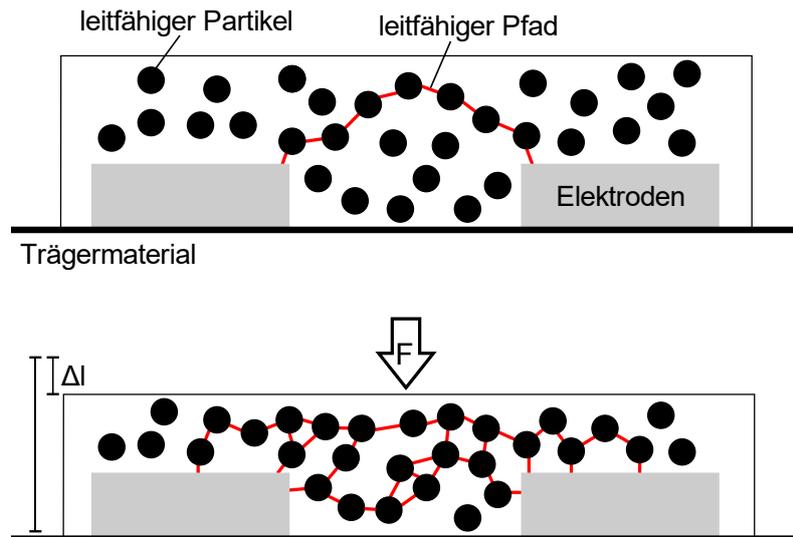


Abbildung 4.16: Funktionsprinzip eines Komposit-Drucksensors. Die Kohlenstoffpartikel werden durch die Einwirkung einer Kraft enger angedrückt. Dadurch ist die Energiebarriere zwischen den einzelnen Kohlenstoffpartikeln geringer und somit die Leitfähigkeit des Polymers größer.

4.2.3.1 Herstellung

Das Siebdruckverfahren ermöglicht eine im Vergleich zu herkömmlichen Drucksensoren relative einfache und kostengünstige Herstellung der Sensoren. Es sind weder ein Reinraum noch komplexe und kostenintensive Anlagen nötig, um den im Siebdruckverfahren hergestellten Drucksensor zu realisieren. Im Folgenden wird der Herstellungsprozess der Sensoren im Siebdruckverfahren in seinen Einzelheiten beschrieben.

Die Sensoren können auf prinzipiell auf jeder Art von Substrat hergestellt werden. Es muss lediglich sichergestellt sein, dass die Schichten auf dem Substrat haften und dass die Oberfläche des Substrats ausreichend eben ist. Im Rahmen dieser Arbeit werden Sensoren sowohl auf verschiedenen Folien-Substraten (Polyimid, Mylar) als auch auf starren Plexiglasplatten hergestellt. Ein durch das Substrat bedingter Unterschied im Verhalten wird nicht erwartet. Der zweistufige Herstellungsprozess ist in Abbildung 4.17 gezeigt. In Schritt a) werden auf dem Substrat Interdigitalelektroden erzeugt. Dies erfolgt im Siebdruck mit leitfähiger Silberpaste (Sun Chemical CHSN8013 Conductive Silver). Der Druck wird mit einem SEFAR Type 180/305-27 PW Sieb durchgeführt. Die resultierende Nassschichtdicke nach [73] beträgt ca. 14 μm . Die Elektroden werden im Ofen bei 90°C für 30 Minuten ausgehärtet. Alternativ ist auch die Verwendung von mikrotechnologisch strukturierten Dünnschicht-Goldelektroden möglich. In einem zweiten Schritt b) wird die drucksensitive Schicht über den Elektroden aufgebracht. Diese wird mit einem SEFAR Type 54/137-64 PW Sieb gedruckt. Die Schicht besteht aus einer Mischung der nicht-leitfähigen Paste Henkel NCI 7002 E&C und der leitfähigen Paste Henkel ECI 7004LR E&C. Das Mischverhältnis bestimmt dabei die Konzentration an leitfähigen Partikeln in der isolierenden Matrix und beeinflusst daher das Verhalten der Sensoren. Die Nassschichtdicke der drucksensitiven Schicht ist ca. 35 μm , so dass die Elektroden in jedem Fall gut bedeckt sind. Die Paste wird ebenfalls im Ofen bei 90°C für 30 Minuten ausgehärtet. Die Kontaktierung der Sensoren erfolgt über Kupferdrähte, die mit elektrisch leitfähigem Klebstoff auf die Kontaktpads geklebt werden.

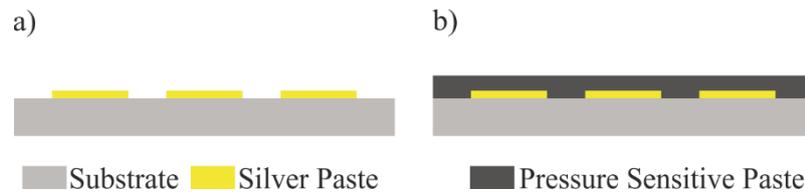


Abbildung 4.17: Herstellung siebgedruckter Drucksensoren : (a) Elektroden aus Silberpaste werden gedruckt; (b) Drucksensitive Schicht wird auf die Elektroden gedruckt.

In Abbildung 4.18 sind die verschiedenen Elektrodengeometrien abgebildet, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht werden. Der mit gestrichelter Linie umrandete Bereich gibt an, wo die drucksensitive Schicht über die Elektroden appliziert wird.

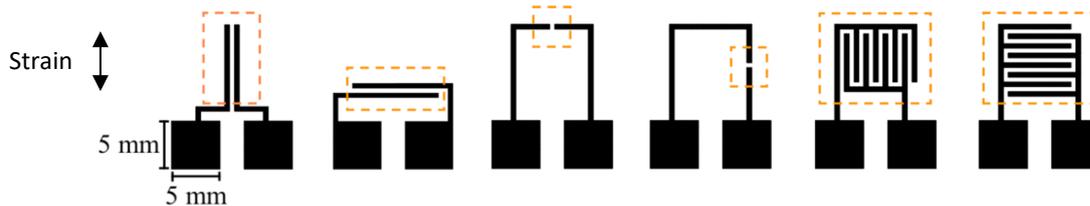


Abbildung 4.18: Elektrodengeometrien siebgedruckter Drucksensoren (v.l.n.r.): Vertikale Einzelelektroden mit Überlappung; Horizontale Einzelelektroden mit Überlappung; (3) Vertikale Einzelelektroden ohne Überlappung; Horizontale Einzelelektroden ohne Überlappung; Vertikale Mehrfachelektrode mit Überlappung; Horizontale Mehrfachelektroden mit Überlappung. Die gestrichelten gelben Linien markieren den Bereich, der mit drucksensitiver Tinte überdruckt wird.

Es wird erwartet, dass die Geometrie einen Einfluss auf die Drucksensitivität der Sensoren sowie auf eine mögliche Querempfindlichkeit zu Dehnung hat. Bei den Elektroden 1, 3 und 5 wird bei Dehnung primär der Abstand zwischen den leitfähigen Partikeln erhöht, wohingegen bei den Elektroden 2, 4 und 6 ebenfalls der Abstand zwischen den Elektroden deutlich vergrößert wird. Es wird daher davon ausgegangen, dass die Elektroden 2, 4 und 6 deutlich stärker empfindlich gegenüber Dehnung sind.

4.2.3.2 Bestimmung der Drucksensitivität

Zur Bestimmung der Drucksensitivität werden die Sensoren in einer Vakuum-Kammer aus Stahl mit Kabeldurchführungen platziert. Der Druck in der Kammer wird per Druckluft über einen *Druck DPI 510* Druck-Controller eingestellt. Der Druck wird sukzessive in Schritten von 0,1 bar von 0 bis 6 bar relativ zum Umgebungsdruck erhöht. Abbildung 4.19 zeigt die relative Widerstandsänderung für Sensoren mit unterschiedlichen Elektrodengeometrien über den Druck. Grundsätzlich sinkt der Widerstand bei Druckbelastung wie zu erwarten. Ähnliche, nur um 90° gedrehte Geometrien zeigen vergleichbare Ergebnisse, so dass festgehalten werden kann, dass die Orientierung der Elektroden keinen Einfluss auf die Drucksensitivität hat.

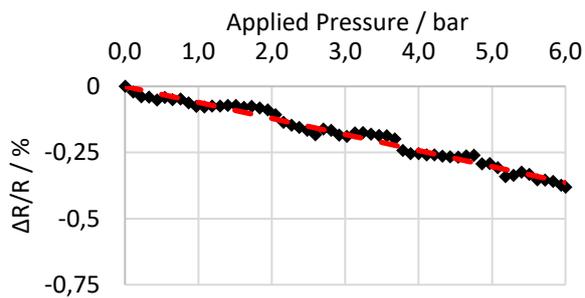
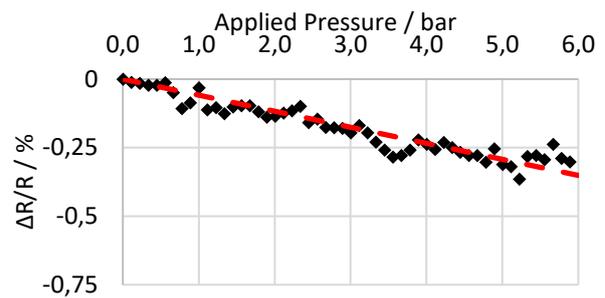
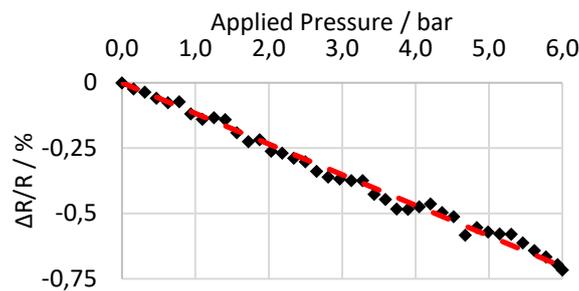
Geometrien 1&2**Geometrien 3&4****Geometrien 5&6**

Abbildung 4.19: Relative Widerstandsänderung über aufgebrachtem Druck für jedes Elektrodenpaar . Messwerte (schwarze Punkte) und lineare Approximierung (rote, gestrichelte Linie).

Die Elektroden 1&2 und 3&4 zeigen zudem eine ähnliche Drucksensitivität. Der Widerstand der Elektroden 3&4 zeigt aber deutlich höhere Schwankungen. Die Elektroden 5&6 zeigen eine deutlich stärkere Drucksensitivität. Die Anzahl der Elektrodenfinger beeinflusst die Drucksensitivität also deutlich, wohingegen die Überlappung der Elektrodenlänge Fluktuationen im Signal verhindert.

4.2.3.3 Dehnungssensitivität

Die Dehnungssensitivität der Sensoren wird im Zugversuch ermittelt. Dazu werden Sensoren auf Plexiglas-Substraten verwendet, da diese direkt in die Aufnahmen einer *DYNA MESS Zugtestmaschine* geklemmt werden können. Der Zugversuch kann entweder weg- oder kraftgesteuert durchgeführt werden. Da die Kraftsteuerung wesentlich geringere Dehnraten erlaubt, wird diese zur Durchführung der Versuche genutzt. Die Kraft wird während des Versuchs mit einer Rate von 5 N/s bis zu einem Maximum von 1000 N erhöht. Die führt zu einer maximalen Dehnung von ca. 0,3%.

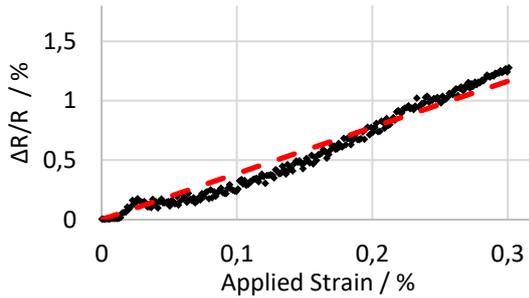
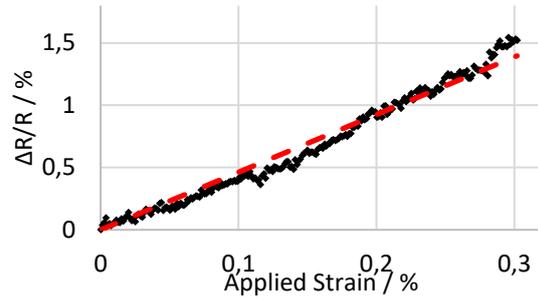
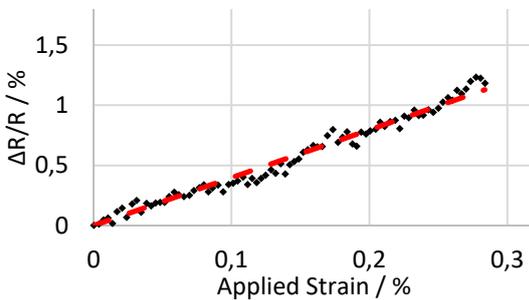
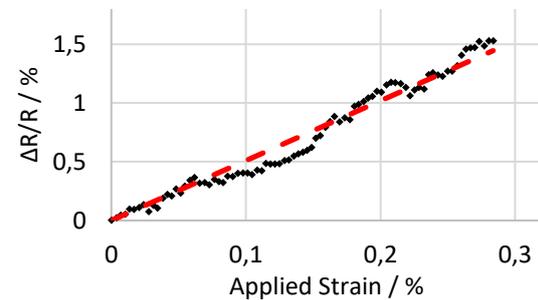
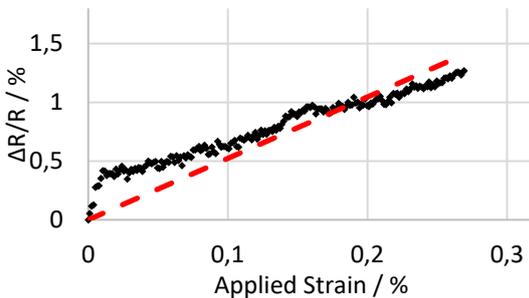
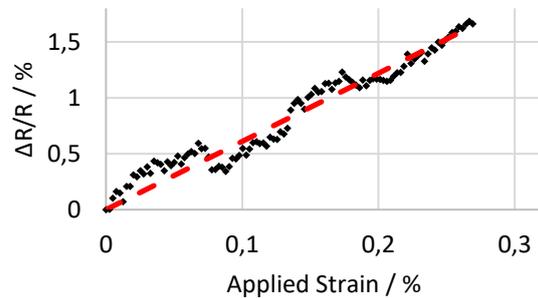
Geometrie 1**Geometrie 2****Geometrie 3****Geometrie 4****Geometrie 5****Geometrie 6**

Abbildung 4.20: Relative Widerstandsänderung über aufgebrachtener Dehnung für jede Elektroden-geometrie. Messwerte (schwarze Punkte) und lineare Approximierung (rote, gestrichelte Linie).

Abbildung 4.20 zeigt die relative Widerstandsänderung über der Dehnung für alle Elektrodengeometrien. Die Sensoren mit vertikal angeordneten Elektroden sind dabei in der linken Spalte und die Sensoren mit horizontal angeordneten Elektroden entsprechend in der rechten Spalte abgebildet. Für alle Sensoren zeigt sich ein näherungsweise linearer Zusammenhang zwischen Widerstandsänderung und Dehnung. Die Sensoren mit horizontal angeordneten Elektroden zeigen jedoch eine 15 bis 25% höhere Sensitivität gegenüber Dehnung. Sensoren mit ähnlicher Elektrodenorientierung zeigen auch eine ähnliche Empfindlichkeit gegenüber Dehnung. Es kann daher festgehalten werden, dass sowohl die Anzahl der Elektrodenfinger als auch die Überlappung nur einen sehr geringen Einfluss auf die Dehnungsempfindlichkeit haben.

4.2.3.4 Temperaturverhalten

Die Temperaturempfindlichkeit der Sensoren wurde auf einer Hotplate getestet. Die Sensoren wurden dabei mit einem Deckel bedeckt, um Wärmeverlust zu vermeiden. Die Temperatur wurde von Raumtemperatur in Schritten von 5°C auf 100°C erhöht. Nach jeder Erhöhung wurde die Temperatur konstant gehalten, bis der Widerstand der Sensoren sich stabilisiert hat. Alle Elektrodengeometrien haben das gleiche Temperaturverhalten gezeigt. Die relative Widerstandsänderung der Sensoren über die Temperatur ist in Abbildung 4.21 gezeigt. Bis zu einer Temperatur von ca. 50°C sinkt der Widerstand zunächst linear ab. Oberhalb von 50°C steigt der Widerstand hingegen wieder linear zur Temperatur an. Insgesamt kann allerdings festgehalten werden, dass die Temperaturempfindlichkeit bis 100°C mit unter 0,1% Widerstandsänderung sehr gering ist.

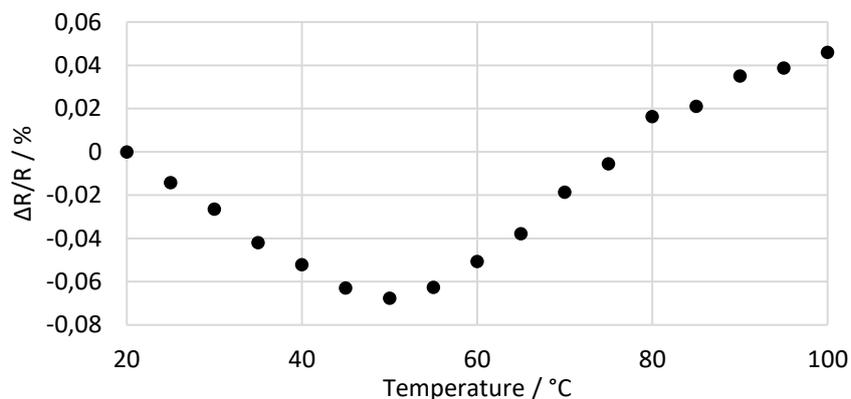


Abbildung 4.21: Relative Widerstandsänderung über der Temperatur.

4.2.3.5 Eignung zur Materialintegration

Die Drucksensoren sind durch ihren einfachen, robusten Aufbau und ihre geringe Dicke und Flexibilität gut zur Integration in Materialien geeignet, ohne dabei einen großen Fremdkörpereffekt zu erzeugen. Die Stabilität gegenüber Temperaturbelastung beim Integrationsprozess ist jedoch fraglich. Die Füllstoffe der Komposite sind vermutlich ausreichend temperaturstabil. Das Polymergefüge der Komposite hingegen kann bei hohen Temperaturen beschädigt werden. Auch ist die Langzeitstabilität der Sensoren wesentlich von dem Alterungsverhalten des Polymergefüges abhängig. Bei der Zusammensetzung des Komposits besteht allerdings ein nahezu unbegrenzter Spielraum, da verschiedenste Polymergefüge und Füllstoffe genutzt werden können, so dass verschiedenste Eigenschaften erzeugt werden können.

Ein Problem bei dieser Art Drucksensoren ist die ausgeprägte Querempfindlichkeit gegenüber Dehnung. Bei mehrachsiger Belastung können gegenläufige Effekte das Signal des Sensors beeinflussen, die nicht voneinander getrennt werden können. Es ist möglich, die Sensitivität gegenüber verschiedenen Belastungen etwa durch die Anordnung der Elektroden zu beeinflussen. Trotzdem muss vor der Integration detailliert bekannt sein, welche Belastungen zu erwarten sind, damit der Sensor entsprechend ausgelegt werden kann.

5 Integration von Sensoren in Elastomer-Dichtungen

Elastomerdichtungen sind kleine, aber wichtige Bauteile in vielen technischen Systemen. In der Regel entfällt nur ein sehr geringer Teil der Kosten eines Systems auf Dichtungen. Fehlerhafte oder defekte Dichtungen können jedoch große, z. T. sogar katastrophale Schäden verursachen. Dichtungen sind sehr sensible Bauteile, dementsprechend sorgfältig müssen sie montiert und überwacht werden. Da es heute in der Regel nicht möglich ist, den Zustand einer Dichtung in der Anwendung zu überwachen, kann erst im Falle des Ausfalls reagiert werden. Alternativ sind für einen zuverlässigen Gebrauch von Elastomerdichtungen regelmäßige Wartungen unabdingbar, welche allerdings mit hohen Kosten verbunden sind.

Viele Probleme bei der Nutzung von Dichtungen und die daraus resultierenden Gefahren könnten vermieden werden, wenn man Sensoren direkt in die Dichtung integrieren könnte, aus deren Messgrößen auf den korrekten Einbau und die einwandfreie Funktion der Dichtung während der Nutzung geschlossen werden kann. Abbildung 5.1 zeigt das Konzept der intelligenten Dichtung nach Schotzko [2]. Ein Sensor wird so in eine Dichtung integriert, dass er in der Lage ist, die nachlassende Rückstellkraft der Dichtung zu messen. Bei dem Sensor kann es sich um einen Druck- oder Dehnungssensor handeln.

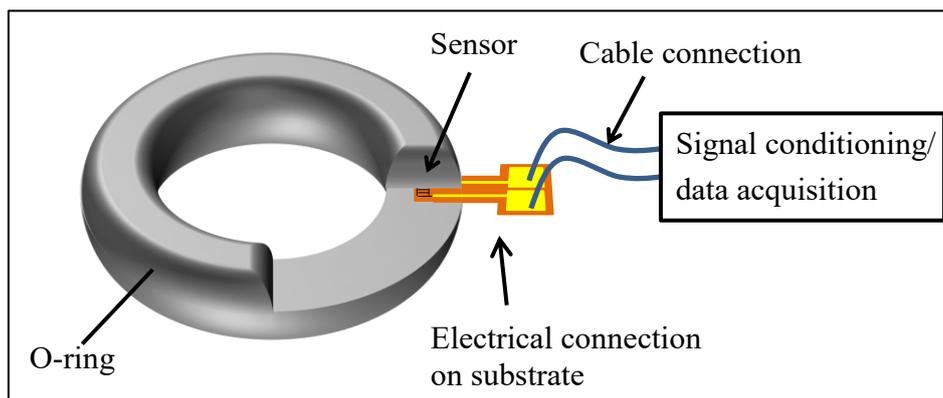


Abbildung 5.1: Konzept „Intelligente Dichtung“ [2]

Durch die Nutzung von integrierten Sensoren und eine gezielte Zustandsüberwachung können folgende Probleme beim Einsatz von Dichtungen vermieden oder die Wahrscheinlichkeit ihres Auftretens zumindest reduziert werden:

- Zustandsüberwachung und flexible Wartung:

Der Zustand von Dichtungen in einem komplexen Produktionssystem kann überwacht werden. Das Erkennen des Versagens einer Dichtung vor seinem Auftreten ermöglicht den rechtzeitigen Austausch in flexiblen Wartungsintervallen. Regelmäßige Wartungsarbeiten, wie sie ohne Überwachung nötig sind, können vermieden werden und so ggf. Wartungsintervalle deutlich verlängert werden. Außerdem kann die Verringerung der Effizienz oder sogar Schädigung von Anlagen durch den nicht erkannten Ausfall einer Dichtung vermieden werden.

- Umweltschutz:

Gerade teure Spezialdichtungen werden häufig in Bereichen verwendet, in denen Stoffe eingeschlossen werden müssen, die nicht in die Umwelt gelangen dürfen. Durch die immer strenger werdende Umweltgesetzgebung wird die Sicherstellung und Kontrolle von Leckage-Freiheit immer wichtiger. Durch eine sensorische Dichtung können Leckagen vorhergesehen und vermieden werden, so dass die Dichtheit eines Systems gegenüber der Umwelt stets gewährleistet ist.

- Arbeitssicherheit:

Durch die frühzeitige Detektion und Vermeidung eines Dichtungsausfalls wird nicht zuletzt die Arbeitssicherheit im Bereich von abgedichteten Systemen verbessert.

- Installationsüberwachung:

Bereits beim Einbau einer Dichtung kann die Dichtheit eines Systems und somit die korrekte Installation überwacht werden. Leckagen nach dem Einbau fallen somit frühzeitig auf und können vor Inbetriebnahme des Systems behoben werden.

- Materialeinsparung durch Kenntnis des Alterungsverhalten im Feld und dessen Nutzung in Materialentwicklung:

Die hohe Bedeutung einer verbesserten, materialsparenden und zuverlässigen Werkstoffentwicklung und Bauteilauslegung mit geringen Ausschussraten und Reklamationen, die nur mit einem entsprechenden Materialverständnis möglich ist, zeigt sich auch bei Berücksichtigung des Rohstoffpreises.

5.1 Eigenschaften von Polymerwerkstoffen

Polymerwerkstoffe existieren in vielen Ausprägungen und mit einer Vielzahl von Eigenschaften. Die Gemeinsamkeit ist dabei die immer gleiche chemische Struktur. Polymere entstehen durch eine Verkettung, die sog. Polymerisation, eines oder weniger verschiedener organischer Monomere. Die Basis bildet dabei eine Kette aus Kohlenstoffatomen. Der einfachste Fall für eine Polymerisationsreaktion ist in Abbildung 5.2 gezeigt. Durch die Spaltung einer Kohlenstoffdoppelbindung im Ethen können Ethen-Monomere sich zu einer langen Kette verbinden. Es entsteht Polyethylen.

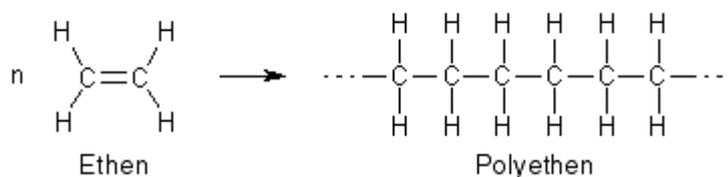


Abbildung 5.2: Polymerisationsreaktion von Polyethylen Eine ähnliche Reaktion wie im Falle der Polyethylenbildung findet bei der Herstellung aller Polymerwerkstoffe statt. Die enorme Vielfalt an verfügbaren Polymeren ist durch die Austauschbarkeit des Wasserstoffs, der an die Kohlenstoffatome gebunden ist, mit diversen funktionellen Gruppen begründet. Eine wichtige Rolle insbesondere für die mechanischen Eigenschaften spielt auch die letztendliche, durchschnittliche

Länge der Polymerkette sowie der Grad der Verknüpfung zwischen einzelnen Polymerketten in einem Werkstoff.

5.1.1 Gummi-Elastomere

Eine spezielle Form der Polymere sind die Elastomere. Landläufig werden diese häufig als „Gummi“ bezeichnet. Elastomere zeichnen sich durch hervorragende mechanische Eigenschaften wie z. B. eine enorm hohe Dehnbarkeit und hohe Dämpfung aus. Sie finden in vielen Bereichen Verwendung. Typische Elastomer-Bauteile sind Dichtungen, Lager, (Stoß-) Dämpfer, Walzen und natürlich Reifen.

5.1.1.1 Alterung von Elastomeren

Das Alterungsverhalten von Elastomeren ist sehr komplex und wird von diversen Faktoren bestimmt. Im Folgenden werden die wichtigsten Größen und deren Einfluss auf das Alterungsverhalten vorgestellt. Die hauptsächlichen Alterungsmechanismen sind Kettensplittung und Rekombination. In Abbildung 5.3 ist links ein ungealtertes Polymernetzwerk gezeigt. Rechts ist ein gealtertes Netzwerk abgebildet, in dem es zu Kettensplittungen und Rekombination gekommen ist. Die Eigenschaften gealterter Elastomere hängen stark davon ab, welcher der beiden Alterungsmechanismen dominant auftritt. Dies wiederum ist stark vom Material und den Alterungsbedingungen abhängig. Erhöhte Temperatur, aggressive Chemikalien und mechanische Belastung haben großen Einfluss auf das Alterungsverhalten.

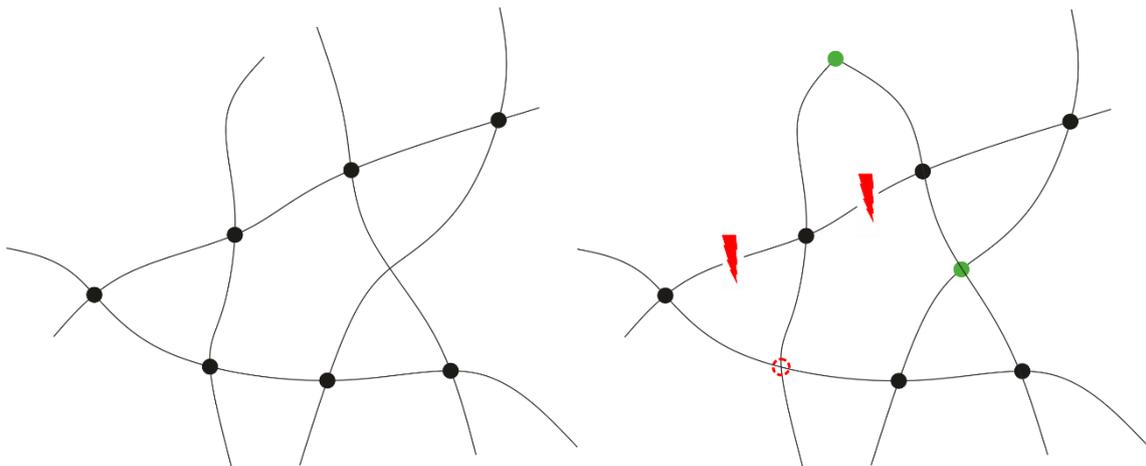
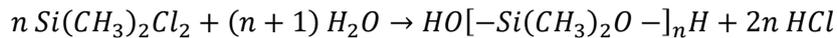


Abbildung 5.3: Alterungsmechanismen von Elastomeren : (links) Ungealtertes Polymernetzwerk; (rechts) Gealtertes Polymernetzwerk mit Kettensplittung (rot) und Rekombination (grün)

Materialcharakterisierung und Modellbildung spielen bei der Integration von Sensoren eine wichtige Rolle, um Sensoren den erwarteten Anforderungen entsprechend entworfen und eingesetzt werden können. Eine vollständige Beschreibung des Alterungsverhaltens inklusive Alterungskinetik von Elastomeren ist jedoch schwer aufzustellen. Die Vereinfachung, allein die mechanischen Kenndaten gealterter Probekörper heranzuziehen, ist unzureichend. Problematisch ist dabei vor allem, dass die mechanische Charakterisierung von Elastomeren in der Regel an genormten Hantelprobekörpern im Zug- und Druckversuch durchgeführt wird. Über den gesamten Querschnitt des Hantelprüfkörpers wird lediglich eine gemittelte Alterungsstruktur ermittelt.

5.1.1.2 Ausgewählte Elastomere

Im Rahmen dieser Arbeit werden drei Elastomere betrachtet und verwendet. Dabei handelt es sich zum einen um das in der Mikrosystemtechnik verbreitete Silikon *Polydimethylsiloxan* (PDMS), welches unter dem Handelsnamen *Dow Corning 184 Silicone Elastomer* erhältlich ist. Das Material wird aus zwei Komponenten polymerisiert, die im flüssigen Zustand vermischt und zur Formgebung gegossen werden können. Die Sensorintegration ist dadurch sehr einfach zu realisieren. Abbildung 5.4 zeigt die chemische Struktur von reinem PDMS. Die Synthese von reinem PDMS erfolgt aus Dimethyldichlorsilan und Wasser nach folgender Formel:



In Abhängigkeit des verwendeten Silans können einzelne Methylgruppen (CH_3) durch andere funktionale Gruppen ersetzt werden, so dass weitere Zweige in der Polymerkette oder Quervernetzungen zu anderen Polymerketten realisiert werden können. Außerdem ist es möglich, die Oberfläche chemisch zu modifizieren, um etwa die Haftung zu anderen Materialien zu verbessern oder die hygroskopischen Eigenschaften zu verändern. [74]

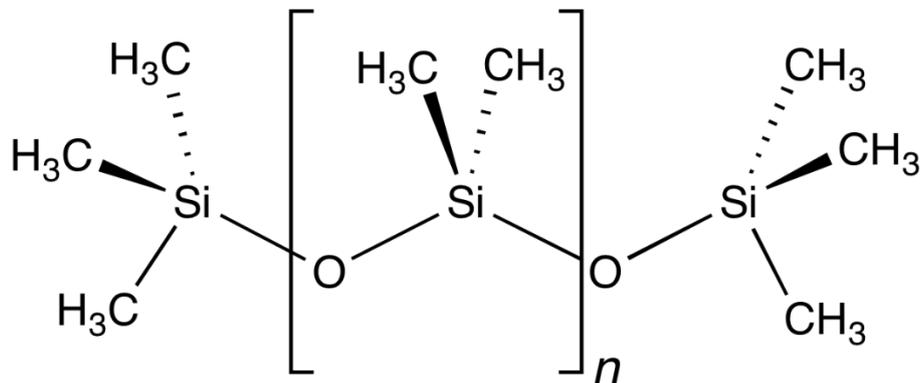


Abbildung 5.4: Strukturformel PDMS [75]

Zum anderen werden im Rahmen dieser Arbeit ein Hydrierter Acrylnitrilbutadien- (HNBR) und ein Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM) genutzt. Dabei handelt es sich um unter den Handelsnamen Therban bzw. Keltan erhältliche Materialien. HNBR wird vermehrt zur Herstellung relativ hochpreisiger Dichtungen für spezielle Anwendungen eingesetzt, wohingegen EPDM ein vergleichsweise preiswertes Material für die Massenfertigung ist.

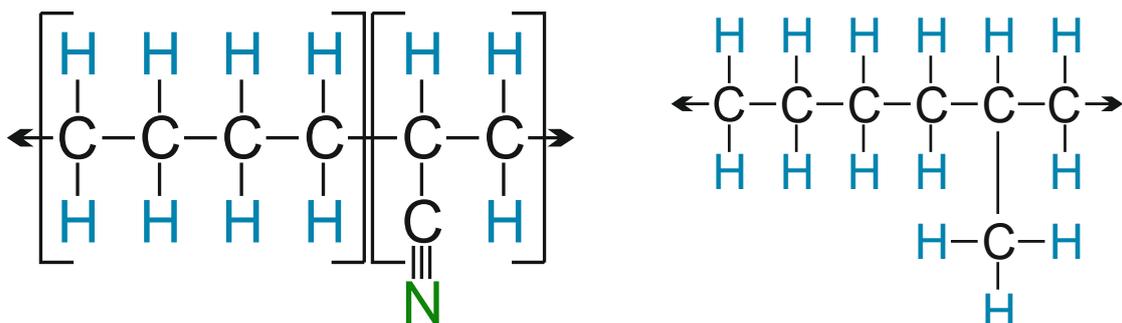


Abbildung 5.5: Strukturformel: (links) HNBR; (rechts) EPDM.

5.2 Bisherige Entwicklungen zur Überwachung von Dichtungen

Die Zustandsüberwachung von verschiedenen Dichtungen mit integrierten Drucksensoren wurde bereits vor rund 30 Jahren erstmals diskutiert. In Ermangelung geeigneter Sensoren konnte die Idee aber zunächst nicht umgesetzt werden. Mittlerweile sind aber verschiedene Ansätze erprobt und teilweise zu Produkten weiterentwickelt worden:

- Die Integration einfacher Temperatursensoren in Dichtungen wurde bereits erfolgreich durchgeführt und entsprechende Produkte sind am Markt verfügbar. Die Firma DANA hat etwa Zylinderkopfdichtungen mit integrierten Temperatursensoren entwickelt, wodurch ein optimiertes Motorenmanagement erreicht wird.
- Es sind Kunststoffdichtungen mit aufgebracht Sensor-Arrays bekannt (vgl. Abbildung 5.6). Hierdurch können verschiedene Phänomene wie etwa fehlerhafte Montage, Leckagen oder chemische und physikalische Alterungsprozesse der Dichtung gemessen werden. [76] Die Verwendung dieser Sensorarrays ist aber auf Flachdichtungen und starren Kunststoffen beschränkt und kann nicht auf Elastomerdichtungen übertragen werden.

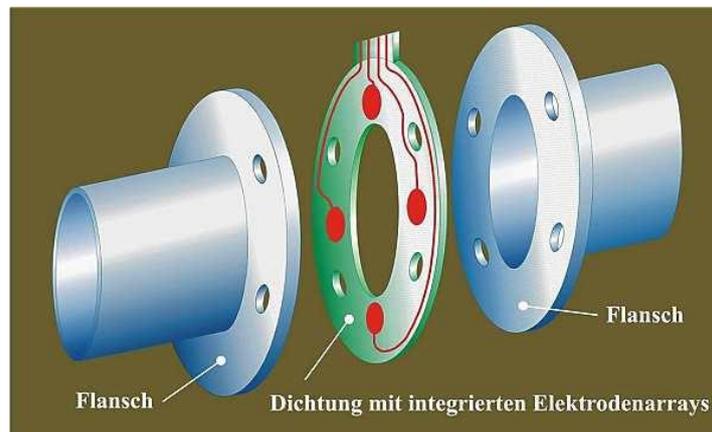


Abbildung 5.6: Flachdichtung mit Elektrodenarray [77]

- Bekannt sind auch Wellendichtringe mit integrierten Leckage-Sensoren. Zur Detektion befindet sich im Inneren der Dichtung ein Auffangbehälter für Öl. Das Vorhandensein von Öl in diesem Behälter kann erfasst werden und dient als Indikator für Leckagen. [78]
- Von der Firma Freudenberg existiert ein Produkt, bei dem eine flexible Leiterbahn in eine Dichtung integriert ist. So können Signale aus einem abgedichteten Volumen durch eine Dichtung hindurch übertragen werden. [79] Die Integration eines Sensors in die Dichtung selbst wird dabei jedoch nicht berücksichtigt.

Die im Rahmen der vorliegenden Dissertation durchgeführten Arbeiten basieren auf den und knüpfen an die Arbeiten von Schotzko [2] an. Die Entwicklung von zur Integration in Dichtungen geeigneten Sensoren und des Integrationsprozesses selbst sowie eine Validierung des Konzepts zur Überwachung der Verpressung einer Dichtung sind die Kernelemente der Arbeiten von Schotzko. Im Folgenden wird zunächst ein Überblick über diese wesentlichen Entwicklungen und Erkenntnisse von Schotzko gegeben.

5.2.1 Modellbildung

Die Modellierung des mechanischen Verhaltens einer Dichtung mit integriertem Sensor bildet die Ausgangsposition für die Umsetzung des Konzeptes zur Zustandsüberwachung. In Abbildung 5.7 sind links drei verschiedene Positionen zur Integration eines Sensors markiert. Im Graphen rechts ist die Dehnung des Sensors an den jeweiligen Positionen gezeigt. Position A und C zeigen eine sehr ähnliche Dehnung, wohingegen die Dehnung, die der Sensor erfährt, in Position B deutlich geringer ist. Die Integration eines Dehnungssensors entlang der zentralen Achse des Dichtungsquerschnitts ist somit optimal.

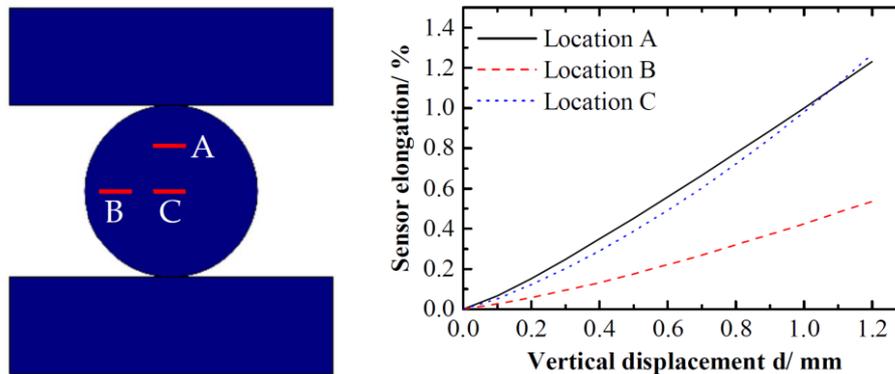


Abbildung 5.7: Einfluss der Sensorpositionierung auf gemessene Beanspruchung: (links) Verschiedene untersuchte Positionen A, B und C; (rechts) Dehnung des Sensors über Kompression der Dichtung. [2]

Die Bestimmung der optimalen Position eines integrierten Sensors ist besonders wichtig, um ein möglichst großes Messsignal zu erhalten. Die Simulation der Alterung einer Dichtung und der daraus folgenden Änderung des Signals eines integrierten Sensors wird bei Schotzko hingegen nicht betrachtet.

5.2.2 Integrierte Sensoren

Schotzko entwickelte und erprobte im Rahmen seiner Arbeit eine Reihe verschiedener Dehnungsmessstreifen, die zur Integration in eine Dichtung geeignet sind. Die Integration eines Drucksensors zur direkten Messung des Anpressdrucks auf die Dichtung wird bereits diskutiert, mangels eines geeigneten Sensors jedoch nicht durchgeführt. Abbildung 5.8 zeigt links den von Schotzko entwickelten Dehnungsmessstreifen. Rechts ist eine vergrößerte Aufnahme des Messgitters gezeigt. Als Substrat wird Polyimid genutzt. Das Messgitter selbst ist aus einer 100 nm dicken Platinschicht strukturiert worden. Die Leiterbahnen sind aus 500 nm dickem Gold. Lediglich die Spitze mit dem Messgitter ist für die Integration in eine Dichtung vorgesehen. Der überwiegende Teil des Sensors mit den Leiterbahnen dient der elektrischen Kontaktierung des Sensors außerhalb der Dichtung.

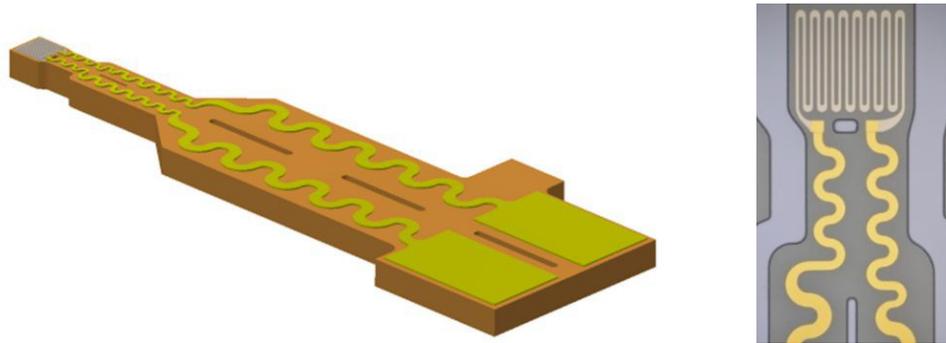


Abbildung 5.8: Dehnungsmessstreifen zur Integration in Dichtung nach Schotzko [2]

Ein allgemeines Problem bei der Integration von Sensoren in Materialien ist die Schaffung einer Schwachstelle im Material durch den Sensor. Um diesen Effekt so gering wie möglich zu halten, ist es von Interesse, dass sich der Sensor möglichst über chemische Bindungen mit der Matrix verknüpft. Abbildung 5.9 verdeutlicht den Unterschied zwischen integriertem Sensor (a) ohne und (b) mit chemischer Verknüpfung zum Matrix-Material.

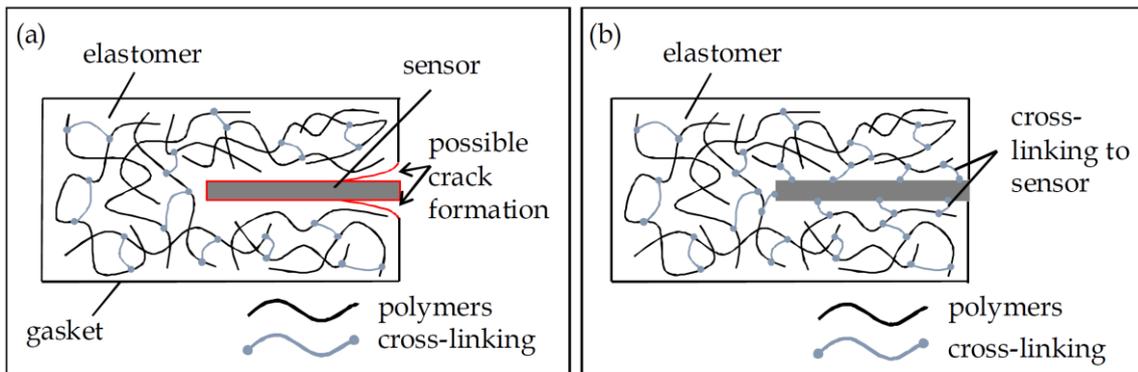


Abbildung 5.9: Effekt eines Sensors auf Matrix-Material: (a) ohne chemische Bindung und (b) mit chemischer Bindung. [2]

Um eine chemischer Verknüpfung von Sensor und Matrix-Material zu erreichen, wurde von Schotzko ein Dehnungsmessstreifen mit partiellem NBR-Substrat entwickelt. Dieser Sensor ist in Abbildung 5.10 gezeigt.

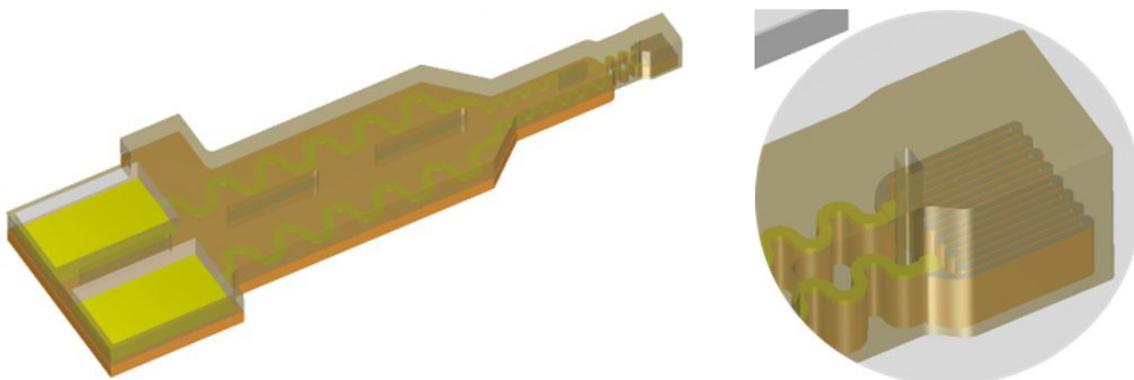


Abbildung 5.10: Dehnungsmessstreifen mit partiellem NBR-Substrat [2]

Das Grundsubstrat des DMS bleibt weiterhin Polyimid, welches dem Sensor ausreichend mechanische Stabilität für ein sicheres Handling verleiht. Um das Messgitter wird das Polyimid jedoch weitestgehend entfernt und der Sensor wird anschließend mit NBR beschichtet. Danach ist das Messgitter größtenteils von NBR umgeben.

Nach der Integration in eine Dichtung zeigen diese Sensoren zwar eine leichte Veränderung des Verhaltens bei Belastung der Dichtung, es kann jedoch keine Verbesserung der mechanischen Stabilität der Dichtung festgestellt werden. Es ist davon auszugehen, dass durch die zusätzliche NBR-Beschichtung zwar das mechanische Verhalten des Sensors beeinflusst wird, jedoch keine chemische Bindung zwischen NBR und Dichtungsmaterial erzeugt werden kann. Wahrscheinlich sind an der Oberfläche des NBR nach der mikrotechnologischen Prozessierung keine freien Bindungen mehr verfügbar, an denen das Dichtungsmaterial anbinden kann.

5.2.3 Integrationsprozess

Es wurden drei verschiedene Methoden zur Integration eines Sensors in eine Dichtung untersucht: Formpressen, Einpressen und Einimpfen. Es zeigte sich, dass besonders das Formpressen zur Integration von Sensoren geeignet ist [29]. Dabei wird in einer Pressform das Elastomer in die Form einer Dichtung gepresst und anvernetzt. In diese Vorform wird dann ein Schlitz geschnitten, in den der Sensor eingebracht wird. Danach wird die Dichtung in der Pressform fertig vulkanisiert. Das Verfahren konnte soweit optimiert werden, dass eine hohe Ausbeute an funktionsfähigen sensorischen Dichtungen erreicht wurde. Abbildung 5.11 zeigt eine Dichtung, bei der während des Formpressens ein Sensor integriert wurde.

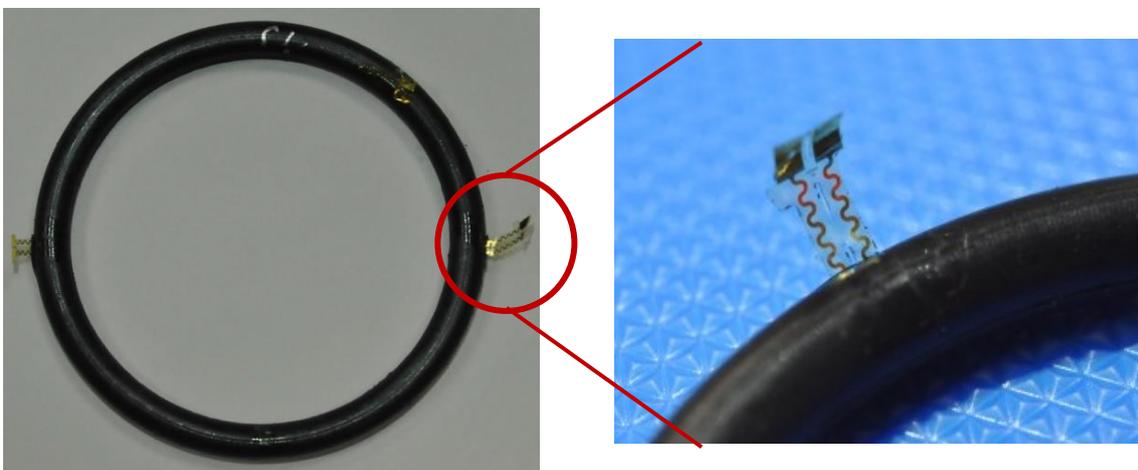


Abbildung 5.11: Dichtung mit im Formpressverfahren integriertem Sensor

Das Einpressen eines Sensors in Zwei-Komponenten-Dichtungen konnte ebenfalls erfolgreich gezeigt werden. Hierbei wird an einen starren Kunststoffring das Dichtungsmaterial angepresst und so beide Elemente verbunden. Vor dem Verbinden kann auf dem Kunststoffring ein Sensor platziert werden, so dass dieser nach der Fertigung genau zwischen beiden Elementen sitzt. Auch dieses Verfahren lieferte eine hohe Ausbeute.

Hinter dem Einimpfen steht die Idee, dass eine bereits fertig vulkanisierte Dichtung lokal aufgeschmolzen und der Sensor in die Schmelze eingebracht wird. Bei Elastomeren handelt es sich in der Regel allerdings um Duroplaste, die nicht schmelzen. Das Einimpfen eines Sensors in eine Elastomer-Dichtung ist daher nicht möglich.

5.2.4 Alterungsverhalten

Die Widerstandsänderung eines in die Dichtung integrierten Dehnungsmessstreifens über die Zeit während einer künstlich beschleunigten Alterung ist in Abbildung 5.12 gezeigt. Beim Verpressen der Dichtung und Aufheizen zum Beschleunigen der Alterung steigt der Widerstand stark an. Die Dichtung wurde für 72 Stunden bei einer Temperatur von 70 °C verpresst ausgelagert. Während der Alterung nimmt der Widerstand des DMS langsam ab, was auf einen Verlust von radialer Dehnung hindeutet. Nach dem Abkühlen und Entlasten der Dichtung wird eine permanente Veränderung des Widerstands beobachtet. Die Dichtung ist folglich plastisch verformt. Diese plastische Verformung ist durch das Alterungsverhalten des Elastomers verursacht.

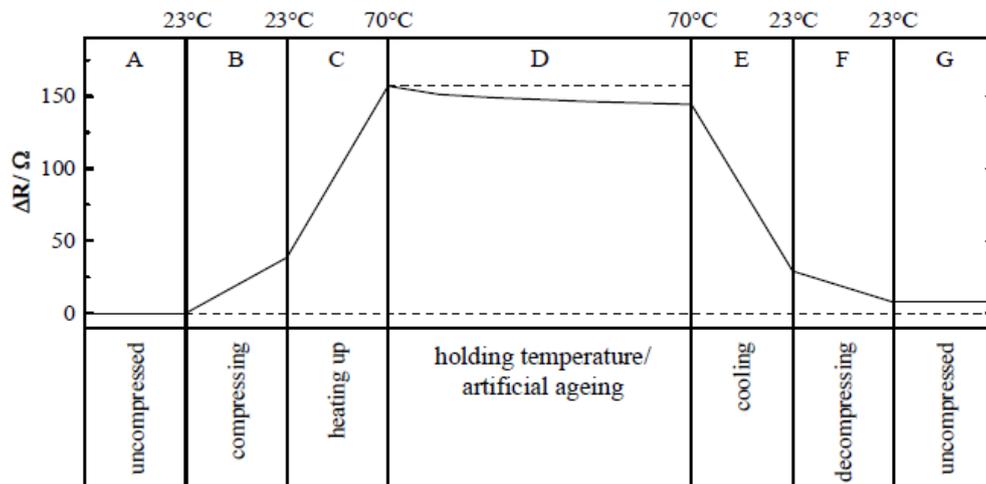


Abbildung 5.12: Widerstandsänderung eines Dehnungsmessstreifens über die Zeit bei der künstlichen Alterung einer Dichtung aus HNBR. [2]

Nach der künstlichen Alterung wird ein Druckverformungsrest (DVR) von ca. 34% festgestellt. Eine genauere Betrachtung des Alterungsvorgangs bleibt bei Schotzko aus. Es wird darauf hingewiesen, dass der Verlauf der Alterung auf eine Spannungsrelaxation innerhalb der Dichtung hindeutet.

5.3 Zustandsüberwachung von Dichtungen mit integrierten Sensoren

Die im Weiteren gezeigten Arbeiten und Ergebnisse setzen die Arbeit von Schotzko fort und entstanden in enger Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Robert Zahn, Herrn Dr. Nils-Hendrik Kröger und Herrn Prof. Dr. Ulrich Giese vom Deutschen Institut für Kautschuktechnologie Hannover e. V.

Das letztendliche Ziel der Integration von Sensoren in Dichtungen ist die Überwachung des Alterungszustands von Dichtungen. Ein gebräuchlicher Indikator für den Zustand einer Dichtung ist der Druckverformungsrest. Dieser kann allerdings erst nach dem Ausbau einer Dichtung bestimmt werden. Die Korrelation von Sensorsignal und DVR ist daher nur eingeschränkt sinnvoll. Im Sinne einer

kontinuierlichen Einschätzung des Degradationszustands der Dichtung erscheint eine Kopplung von Sensorsignal und realitätsnah modelliertem Materialverhalten zielführend. Zum einen lässt sich so die Degradation kontinuierlich beschreiben, zum anderen können auch Sprünge im Sensorsignal berücksichtigt werden. Nachteilig ist, dass zur realitätsnahen Beschreibung des Alterungsverhaltens von Elastomeren Materialcharakteristika dieser in erheblichem Umfang bekannt sein müssen.

5.3.1 Haftung zwischen Substratfolie und Elastomeren

Da die Verwendung eines Polyimid-NBR-Substrats keinen maßgeblichen Vorteil gegenüber der Verwendung eines reinen Polyimid-Substrats erbrachte, wurde der Fokus auf die Untersuchung zur Haftung des Polyimids mit den Dichtungsmaterialien gerichtet. Hierzu wurde zunächst die Polyimid-Folie, die den Sensor trägt, einer Charakterisierung unterzogen, um zu ermitteln, ob es Oberflächengruppen in der Polymerkette gibt, an die eine chemische Anbindung möglich ist. Anschließend erfolgte eine Untersuchung der Haftung der Materialien. Hierbei wurde insbesondere die Verwendung eines Haftvermittlers untersucht.

Die Herstellung der Polyimid-Folie geschieht direkt bei der Sensorherstellung aus einer Precursor-Lösung. Dazu wird diese erhitzt, so dass eine Polykondensation der enthaltenen Ausgangsverbindungen einsetzt. Die Analyse der Precursor-Lösung wurde mit der Fourier-transformierten Infrarotspektroskopie (FTIR), der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) und der thermogravimetrischen Analyse (TGA) durchgeführt. Die FTIR-Spektren der Precursor-Lösung und der Polyimid-Folie sind in Abbildung 15 gezeigt. Es ist der Absorptionsgrad bei der Transmission von Infrarotlicht bei verschiedenen Wellenzahlen gezeigt. Die Absorptionspeaks sind charakteristisch für bestimmte Materialien. Der Abgleich mit einer Materialdatenbank ergab, dass es sich bei der Precursor-Lösung um eine Lösung aus Polyamidcarbonsäure in N-Methyl-2-pyrrolidon, kurz NMP, handelt. Durch die hygroskopische Eigenschaft des NMP ist eine beträchtliche Menge an Wasser in der Lösung vorhanden, welches bei der thermogravimetrischen Analyse bei etwa 100 °C aus dem System verdampft.

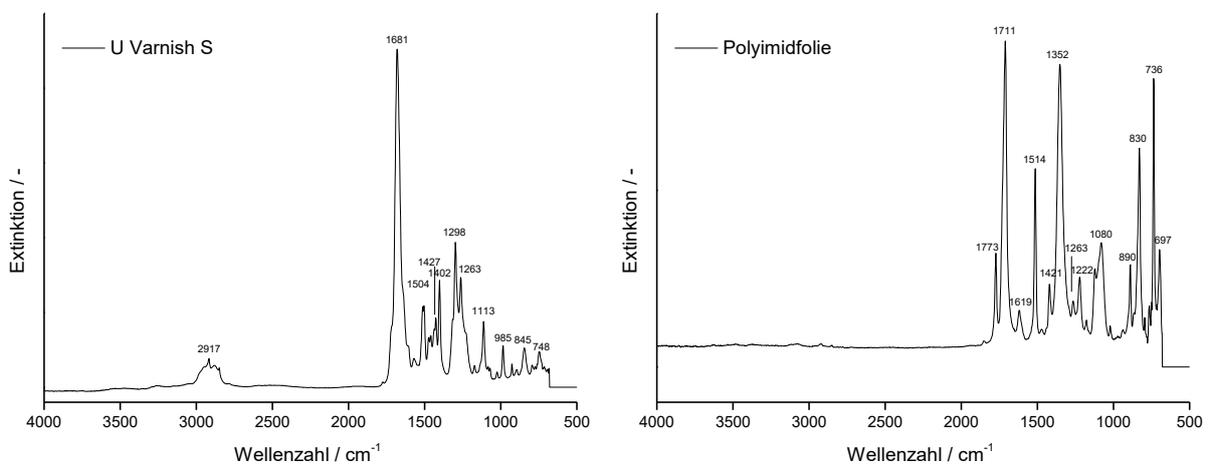


Abbildung 5.13: FTIR-Spektrum der Polyimid-Precursor-Lösung U-Varnish-S (links) sowie der Polyimid-Folie (rechts).

Durch die Polykondensation der Amidfunktion mit der Carbonsäure entsteht Polyimid. Die DSC-Analyse ergab, dass die Kondensationsreaktion bei Temperaturen oberhalb von 200 °C einsetzt. Das entstehende Polyimid ist, wie durch die TGA gezeigt werden konnte, bis zu Temperaturen von etwa 650 °C stabil. Somit steht die Vulkanisationstemperatur bei der Anfertigung der Dichtungen von bis zu 180 °C einem Einsatz von Polyimid nicht im Wege.

Die Haftung zwischen der Polyimid-Folie und den elastomeren Materialien wurde über die Messung des Weiterreißwiderstands bei der Trennung einer Streifenprobe gemessen. Dazu wird die Polyimid-Folie als ein 1 cm breiter Streifen zwischen zwei 1 mm dicke Platten der Rohmischungen vulkanisiert. Aus den erhaltenen 2 mm Platten werden Prüfkörper ausgestanzt, die senkrecht zur Messrichtung den Streifen aus Polyimid-Folie beinhalten. Die Messstreifen werden anschließend in einem Zugversuch auseinandergezogen. Der dabei auftretende Widerstand spiegelt die Haftung zwischen den Materialien wider. In Abbildung 5.14 ist der Ablauf der Prüfung gezeigt.



Abbildung 5.14: Messung des Weiterreißwiderstands der Gummimischungen mit eingebrachter Polyimid-Folie.

Abbildung 5.15 stellt den Verlauf des Weiterreißwiderstands über die Länge der Probe dar. Bei den Referenz-Prüfkörpern ohne eingebrachte Polyimid-Folie zeigt sich dabei im Verlauf der Messung ein konstanter Weiterreißwiderstand. Durch die Vulkanisation in der Heizpresse verbinden sich die zwei Platten miteinander, was zu einer guten Haftung führt.

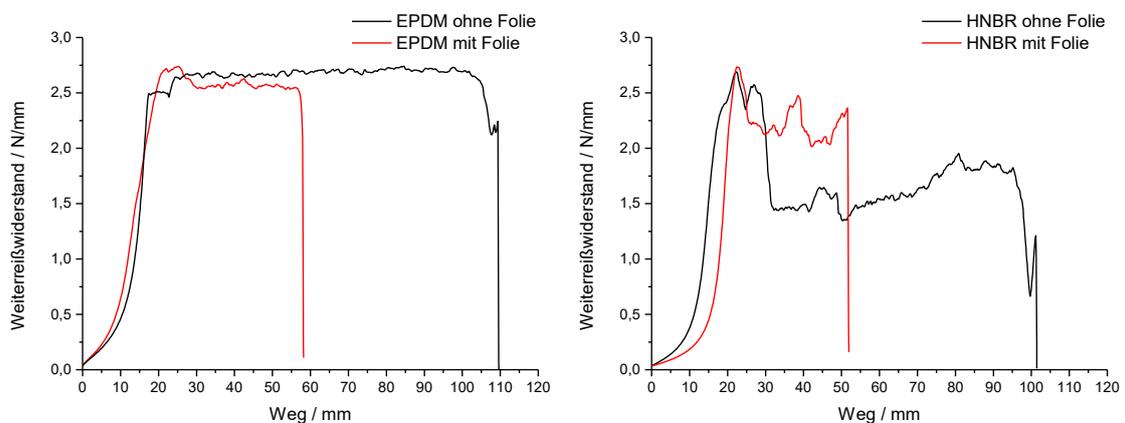


Abbildung 5.15: Messung des Weiterreißwiderstands der EPDM-Mischung (links) sowie der HNBR-Mischung (rechts), jeweils mit und ohne Polyimid-Folie. Die Beispiele zeigen die Kautschukmischungen mit einer mittleren Vernetzungsdichte.

Der Riss erfolgt im Experiment an der Nahtstelle der Platten, was einem Adhäsionsbruch entspricht. Die Messung der Probekörper mit der Polyimid-Folie zeigt beim Erreichen der Folie einen Abfall des Weiterreißwiderstands. Zwischen der Folie und den Polymeren bildet sich keine Verbindung aus und es entsteht somit keine Haftung.

Um die Haftung zu verbessern wurden die Materialien mit einem Haftvermittler vorbereitet. Dazu wird ein System aus einem Primer (Chemosil 211) und dem Haftvermittler (Chemosil NL411) als ein etwa 1 cm breiter Streifen auf die vorbereiteten und noch nicht vulkanisierten 1 mm Platten der Kautschukmischungen aufgetragen. Auf den Haftvermittler wird anschließend die Folie aufgebracht, so dass der Kontakt zwischen der Folie und den Kautschukmischungen auf beiden Seiten durch den Haftvermittler erfolgt. Anschließend werden die Materialien in der Heizpresse vulkanisiert und die Prüfkörper ausgestanzt. In Abbildung 5.16 sind die Messergebnisse der entsprechenden Zugversuche dargestellt. Die beiden Kautschuksysteme zeigen ein unterschiedliches Verhalten. Im Fall des EPDM zeigt der Haftvermittler eine Verschlechterung der Verbindung der beiden Kautschukplatten. Der Haftvermittler verbindet sich nicht mit dem Kautschuk und bildet eine Trennschicht aus. Diese ist durch die hohen Temperaturen bei der Vulkanisation nicht gleichmäßig, sondern zeigt starke Risse. Das Resultat sind Bereiche mit hohem und geringem Weiterreißwiderstand im Wechsel. Mit der Polyimid-Folie zeigt sich hier eine leichte Verbesserung der Haftung, die jedoch ebenfalls ungleichmäßig ist. Beim HNBR steigt der Weiterreißwiderstand im Vergleich zu den Proben ohne Haftvermittler stark an. Es kommt hier zu einem Kohäsionsbruch, was bedeutet, dass der Bruch im Material und nicht an der Kontaktfläche eintritt. Auch der Kontakt zur Polyimid-Folie wird deutlich verbessert, so dass von einer guten Verbindung zwischen den Materialien ausgegangen werden kann.

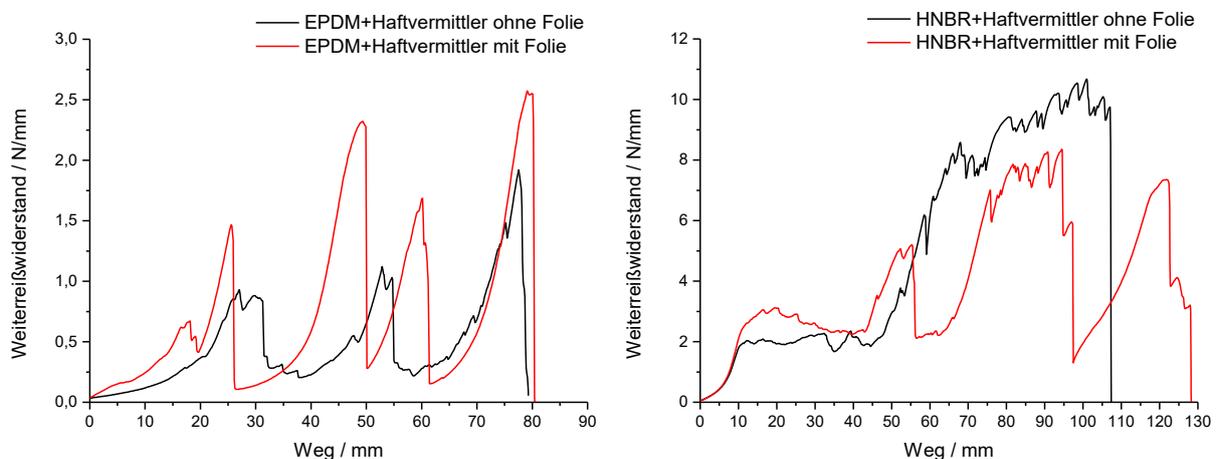


Abbildung 5.16: Messung des Weiterreißwiderstands der EPDM-Mischung (links) sowie der HNBR-Mischung (rechts), jeweils mit und ohne Polyimid-Folie in den Systemen mit aufgebrachtem Haftvermittler. Die Beispiele zeigen die Kautschukmischungen mit einer mittleren Vernetzungsdichte.

Es ist festzuhalten, dass die Haftung zwischen den Elastomeren und der Polyimid-Folie unzureichend ist. Durch den Einsatz eines Haftvermittlers kann die Haftung im Falle des HNBR deutlich verbessert werden. Beim EPDM zeigt sich hier nur eine sehr geringe Verbesserung, der jedoch eine abnehmende Festigkeit des Kautschuks mit sich selbst entgegensteht.

In weiteren Versuchen wurden Polyimid-Sensoren mit Haftvermittler in Dichtungen eingebettet. Dazu wurde der Haftvermittler auf die Sensoren aufgetragen, bevor diese im Formpressverfahren in HNBR-Dichtungen integriert wurden. An den Dichtungen wurden anschließend Zugversuch durchgeführt, um zu überprüfen, ob der Einfluss der integrierten Sensoren auf die mechanische Stabilität der Dichtung durch eine verbesserte Haftung minimiert werden konnte. Tabelle 9 zeigt die die Ergebnisse. Es kann eine minimale Verbesserung der mechanischen Stabilität festgestellt werden. Einzig die Bruchdehnung wird bei der Verwendung von Haftvermittler verschlechtert. Der Einsatz von Haftvermittler hat einen insgesamt zu vernachlässigenden Einfluss auf die Stabilität der Dichtung.

Tabelle 9: Ergebnisse von Zugversuchen an HNBR-Dichtungen ohne Sensor, mit Sensor und mit Sensor und Haftvermittler

Probe	Ohne Sensor	Mit Sensor	Mit Sensor und Haftvermittler
100% Modul [N/mm ²]	9,1	8,1 (-11%)	8,2 (-10%)
Zugfestigkeit [N/mm ²]	20,6	18,3 (-11%)	17,6 (-15%)
Bruchdehnung [%]	164,8	165,2 (0%)	157,7 (-5%)

Eine Auffälligkeit beim Zerreißen der Dichtungen mit Sensor und Haftvermittler war, dass diese Dichtungen stets an der Stelle rissen, an der der Sensor integriert war. Eine nähere Betrachtung der Stelle zeigte eine spürbare Verhärtung und Versprödung der Dichtung um den Sensor. Der Haftvermittler führt also zu einer deutlichen Veränderung des Bruchverhaltens von duktil zu spröde und eine Verwendung ist daher eher nachteilig zu bewerten.

5.3.2 Dehnungsmessung bei Alterung einer Dichtung

Zur Interpretation des gemessenen Sensorsignals wird dieses mit den Ergebnissen von Modellrechnungen verglichen. Das Modell bildet dabei allgemein das Alterungsverhalten einer Dichtung ab und die Alterungsparameter werden so angepasst, dass berechneter und gemessener Signalverlauf ähnlich sind. Die Parameter können dann als Indikator für den Zustand der Dichtung herangezogen werden. Außerdem lässt sich aus der Modellrechnung eine Aussage über die Abnahme der Dichtungswirkung ableiten.

5.3.3 Modellierung des mechanischen Verhaltens von Elastomeren

Elastomere zeigen ein Verhalten, welches eine Ausnahme in der Elastizitätstheorie darstellt. Gegenüber anderen Materialien können Elastomere eine weitaus größere elastische Verformbarkeit vorweisen. Durch ihre komplexe molekulare Struktur, die wiederum von vielen Faktoren bei der

Herstellung abhängig ist, können Elastomere zudem eine riesige Spanne von mechanischen Eigenschaften besitzen.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden zur Durchführung von Modellrechnungen und Simulationen zunächst zwei Dichtungsmaterialien ausgewählt und dann vom DIK hergestellt und mechanisch charakterisiert. Die beiden unterschiedlichen Polymersysteme wurden dabei mit verschiedenen Vernetzungsdichten hergestellt. Bei den Materialien handelte es sich um ein EPDM- (Handelsname Keltan) und ein HNBR-Elastomer (Handelsname Therban). Die entsprechenden Rezepturen sind in Tabelle 10 zusammengefasst.

Tabelle 10: Rezepturen der hergestellten Gummimischungen (linke Seite EPDM/Keltan, rechte Seite HNBR/Therban).

Komponente	phr	Komponente	phr
Keltan 2450	100	Therban 3407	100
Ruß N550	50	Ruß N550	25
Zinkoxid	5		
Stearinsäure	3		
Sunpar 2280 Öl	5		
TBBS	1,0/1,5/2,0	DIPP <small>(Perkadox 14-40 B PD)</small>	4/8/12
TBzTD-70	3,5/5,4/7,0	TAIC DC 50	2/4/6
Schwefel	3/4/6		

Die Mischungsherstellung erfolgte in einem 1,5 L Knetter mit ineinandergreifender Rotorgeometrie. Die Mischungen wurden in der Presse bei 160 °C (Keltan-System) bzw. 170 °C (Therban-System) zu 2 mm Prüfplatten und hantelförmigen Prüfkörpern vulkanisiert. Die Probekörper wurden ungealtert und gealtert vermessen. Zur Alterung wurden die Probekörper für verschiedene Zeiträume bei 140 °C im Wärmeschrank gelagert. Die Messung des Zug-Dehnungs-Verhaltens ist am Beispiel der schwach vernetzten Proben des Keltan-Systems in Abbildung 5.17 gezeigt.

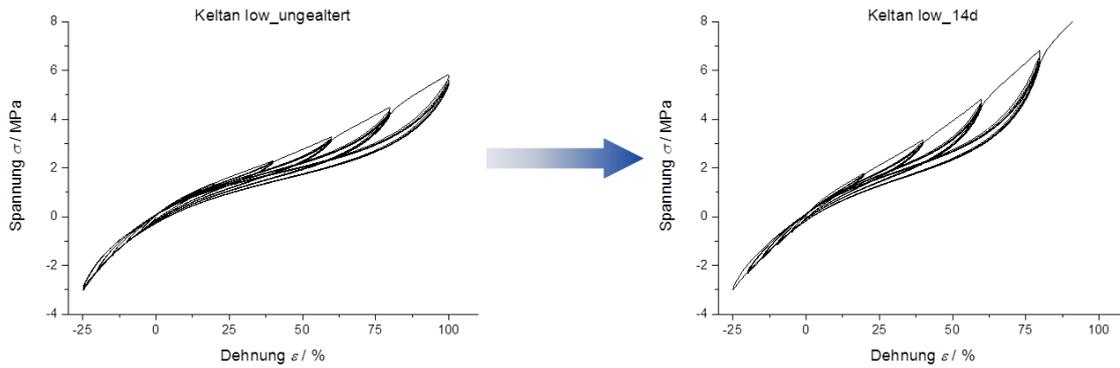


Abbildung 5.17 Multi-Hysterese Zug-Dehnungs-Messung am Beispiel des schwach vernetzten EPDM-Systems.

Es zeigte sich mit steigender Alterungszeit eine erhöhte Steifigkeit. Dies ist in Abbildung 5.17 anhand der höheren Steigung der Hysteresekurven nach 14 Tagen Alterungszeit ersichtlich.

Neben den Simulationsparametern wurden weitere Materialcharakteristika bestimmt. Hierzu gehören die Ermittlung der Vernetzungsdichte und der Shore A Härte. Auch hier wurde der Trend zu steigenden Werten mit längerer Alterungszeit beobachtet. Am Beispiel der Shore A Härte ist in Abbildung 5.18 der zeitliche Verlauf dargestellt.

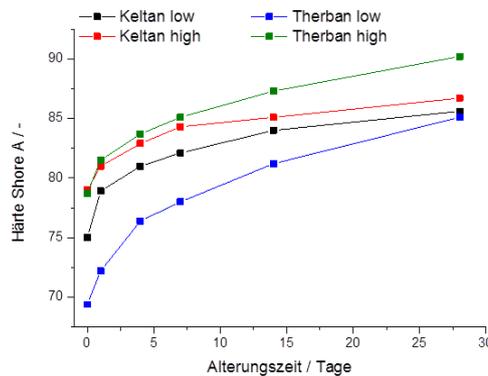


Abbildung 5.18 Zeitlicher Verlauf der Probenhärte während des Alterungsprozesses.

Ausgehend von den ermittelten Werten ist festzustellen, dass die verwendeten Mischungen während der thermischen Behandlung stark altern und somit den Anforderungen an eine Dichtung nicht mehr entsprechen, da die benötigten Rückstellkräfte nicht mehr vorhanden sind. Dies ist für den weiteren Verlauf von Vorteil, da bewusst eine Alterung hervorgerufen werden kann. Eine gezielte Einstellung des Alterungszustandes ist somit möglich und das Verhalten der Sensoren in gealterten Materialien kann beobachtet werden.

Um die Analysen zu ergänzen bzw. zu vervollständigen, wurden Messungen des Druckverformungsrests angefertigt. Diese geben Hinweise auf das Materialverhalten im verpressten Zustand und können in weiteren Simulationsrechnungen eingesetzt werden. Die Messungen des Druckverformungsrests erfolgten entsprechend der DIN ISO 815. Dabei werden die Prüfkörper zwischen zwei Metallplatten eingespannt und zusammengedrückt. Die Verpressung erfolgt auf 75 %

der Ausgangshöhe und wird durch entsprechende Abstandhalter realisiert. Anschließend werden die Probenhalter im Umluftofen für eine definierte Zeit gelagert. Nach der Lagerung werden die Proben entspannt bevor nach 30 Minuten die Höhe nach der Verformung bestimmt wird. Um einen Referenzwert zu bestimmen wurde zunächst der DVR bei einer Temperatur von 70 °C und einer Lagerzeit von drei Tagen bestimmt. Der Referenzwert entspricht dem DVR einer ungealterten Probe. Anschließend wurde der DVR für weitere Probekörper bei der im vorherigen Projektzeitraum festgelegten Alterungstemperatur von 140 °C bestimmt. Die Lagerzeit variierte dabei von einem bis sieben Tagen. Die ermittelten Werte können für die weiteren Simulationen eingesetzt werden. In Abbildung 5.19 ist der Verlauf der DVR-Werte gegen die Alterungsdauer in Tagen aufgetragen. Die Polymertypen zeigen ein unterschiedliches Verhalten. Der EPDM zeigt von Beginn an einen hohen DVR und somit eine hohe bleibende Verformung, während der HNBR nur eine geringe bleibende Verformung aufzeigt. Erst durch die höhere Vernetzungsdichte steigt der Referenzwert an. Mit zunehmender Alterungsdauer nehmen die Werte zu. Beim EPDM ist ein starker Anstieg schon nach einem Tag Alterung bei hohen Temperaturen zu sehen, während die Werte anschließend nahezu konstant verlaufen. Die HNBR Mischungen zeigen hingegen eine gleichmäßige Zunahme der bleibenden Verformung über den gesamten Bereich der Alterung von null bis sieben Tagen.

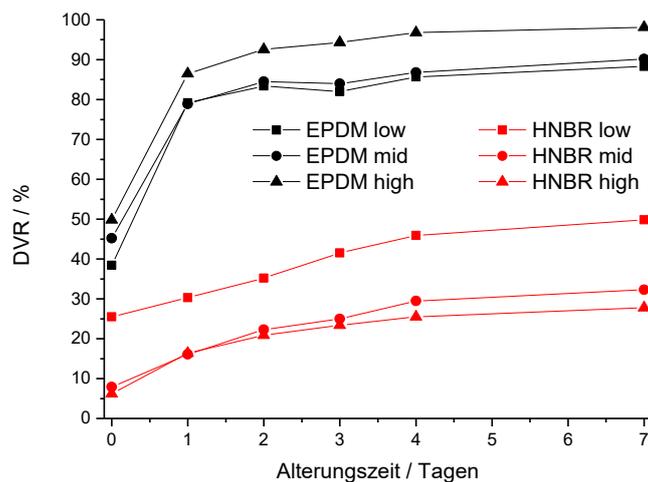


Abbildung 5.19: Auftragung des Druckverformungsrests gegen die Alterungszeit bei 140 °C in einem Umluftofen.

5.3.4 Viskoelastische Materialmodelle zur Beschreibung der Alterung von Elastomeren

Das Alterungsverhalten von Elastomeren wird durch diverse Mechanismen bestimmt. Durch ihr viskoelastisches Verhalten zeigen Elastomere ein charakteristisches Alterungsverhalten. Durch Verformung ins Material eingebrachte Spannungen bauen sich dabei mit der Zeit ab. Man spricht von Spannungsrelaxation. Dieses Phänomen lässt sich durch verschiedene chemische Mechanismen während der Alterung erklären. Zum einen Verschieben sich Polymerketten im Material, gleiten aneinander ab oder verhaken ineinander. Zum anderen können Verbindungen in den Polymerketten aufbrechen oder sich neu bilden, so dass das Material sich chemisch rekonfiguriert.

Zur phänomenologischen Beschreibung von Spannungsrelaxation stehen zwei einfache Materialmodelle zur Verfügung: das Kelvin-Voigt- und das Maxwell-Modell. Die Modelle sind in

Abbildung 5.20 schematisch dargestellt. Beide Modelle beschreiben das Materialverhalten mit einer Kombination aus Federn und Dämpfern. Die Feder bildet dabei den instantanen, elastischen Anteil einer Verformung ab, wohingegen der Dämpfer eine zusätzliche Zeitabhängigkeit der Verformung bedingt.

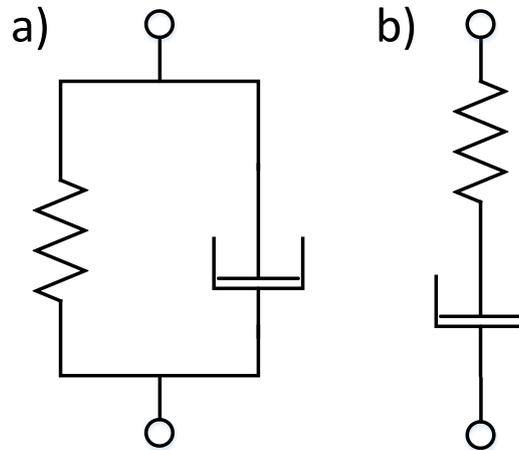


Abbildung 5.20: a) Kelvin-Voigt-Modell, b) Maxwell-Modell

Das Kelvin-Voigt-Modell verbindet eine Feder und wenigstens einen Dämpfer parallel. Bei Belastung verformt die Feder sich sofort elastisch. Die Dämpfer verformen sich hingegen zeitabhängig und dämpfen so die Verformung. Dadurch benötigt das Material bei Belastung erst eine gewisse Zeit, um seine letztendliche Form anzunehmen. Bei Entlastung ist die Formänderung in diesem Modell, zwar ebenfalls zeitabhängig, vollständig reversibel. Ein Kelvin-Voigt-Körper lässt sich mathematisch durch die Differentialgleichung

$$\sigma_0 = E * \epsilon + \eta * \dot{\epsilon} \quad (26)$$

beschreiben, wobei σ_0 die ins Material eingebrachte mechanische Spannung, E das E-Modul, ϵ die Dehnung, $\dot{\epsilon}$ die Dehnrage und η die dynamische Viskosität sind. Für $t \rightarrow \infty$ folgt unter der Randbedingung $\epsilon(t = 0) = 0$, dass $\dot{\epsilon} = \frac{\epsilon}{t} = 0$ und somit

$$\sigma_0 = E * \epsilon \quad (27)$$

Das Verhalten des Kelvin-Voigt-Körpers nähert sich also dem eines rein elastischen Hook'schen Körpers an.

Das Maxwell-Modell verbindet wenigstens eine Feder und einen Dämpfer in Reihe. Auch hier verformt sich die Feder bei Belastung sofort elastisch. Der Dämpfer verformt sich mit der Zeit und nimmt dabei einen Teil der Verformung der Feder auf. Bei Entlastung geht die Feder in ihren Ausgangszustand zurück. Der Teil der Verformung, welcher bereits von der Feder in den Dämpfer übertragen wurde, ist jedoch irreversibel verloren. Im Material zeigt sich dieses Verhalten als dauerhaftes Nachlassen des elastischen Rückstellpotentials.

5.3.5 Simulation von Verpressung und Alterung

Vor der Durchführung einer Modellrechnung muss der Eingangszustand des Modells sowie seine Randbedingungen beschrieben werden. Die Darstellung der Annahmen erfolgt hier in der Reihenfolge, wie sie von *COMSOL Multiphysics* bei der Erstellung eines Modells abgefragt werden.

Zur Modellierung einer O-Ring-Dichtung bietet sich ein zweidimensional rotationssymmetrisches Modell an. Die Geometrie der Dichtung und des Sensors werden gemäß den hergestellten Testsystemen gewählt. Die Dichtung hat einen inneren Radius von 7,5 mm und einen äußeren Radius von 12,5 mm. Die Schnurstärke ist entsprechend 5 mm. Der Sensor hat eine Höhe von 5 µm und eine Breite von 500 µm. Der Sensor wird mittig im Querschnitt der Dichtung platziert. Die Kompression der Dichtung erfolgt zwischen zwei Platten. Die untere Platte ist fest gelagert, die obere Platte ist beweglich. Zwischen den Platten und der Dichtung wird ein einfaches Kontaktverhalten angenommen. Reibungseffekte werden hier vernachlässigt.

Den einzelnen Komponenten werden verschiedene Materialmodelle zugewiesen. Grundsätzlich werden alle Teile linear elastisch modelliert, lediglich der Dichtung wird ein viskoelastisches Verhalten und eine InkompRESSIBILITÄT hinzugefügt. Für die Platten wird ein einfacher Baustahl als Material festgelegt. Dieser verfügt gegenüber den anderen Materialien über eine hohe Steifigkeit, so dass er sich kaum verformen kann. Der Sensor wird als Polyimid modelliert. Der Einfluss der sensitiven Schichten wird vernachlässigt. Die Materialparameter der Dichtung werden gemäß experimentell ermittelter Kennwerte der verwendeten Elastomere festgelegt. Alle verwendeten Materialparameter lassen sich Tabelle 11 entnehmen.

Tabelle 11: Materialparameter

Material	E-Modul [MPa]	Poissonzahl	Dichte [kg/m ³]
Baustahl	200*10 ³	0,33	7850
Polyimid	3,1*10 ³	0,33	1300
Keltan	6,8	0,49	1000
Therban	10,46	0,49	1000

Die Spannungsrelaxation wird mit einem parallelgeschaltetem, 3-ästigen Maxwell-Modell berechnet. Dies erlaubt die Relaxation von verschiedenen Anteilen des elastischen Rückstellpotentials mit verschiedenen Zeitkonstanten. Für die genutzten Materialien sind keine Relaxationsparameter in der Literatur verfügbar. Die zur Berechnung genutzten Parameter, die in Tabelle 12 enthalten sind, wurden von ähnlichen Materialien bzw. ähnlichen Alterungsbedingungen herangezogen und manuell so angepasst, dass es eine näherungsweise Übereinstimmung zwischen experimentellen und Simulationsdaten gibt.

Tabelle 12: Relaxationsparameter

Ast #	Anteil des Schubmoduls	Relaxationszeit [h]
1	20 %	20
2	60 %	200
3	20 %	1000

Die Vernetzung des Modells stellt eine Herausforderung dar, weil der Sensor im Vergleich zu den anderen Komponenten sehr klein ist. Um eine gute Übertragung von Kräften zwischen Dichtung und Sensor zu gewährleisten, muss das Netz im Bereich um den Sensor sehr fein aufgelöst sein. Platten und Sensor werden mit Rechteckelementen vernetzt, da diese die rechteckige Form der Komponenten optimal ausfüllen. Die Dichtung wird mit dreieckigen Netzelementen gefüllt. Während die Elemente der Dichtung am äußeren Rand der Dichtung sehr gleichmäßig groß sind, nimmt die Größe in Richtung des Sensors ab. Am Rand zwischen Sensor und Dichtung erfolgt die Vernetzung so, dass die Knotenpunkte der Netze der beiden Komponenten aufeinanderliegen. Dies beugt numerischen Fehlern bei der Berechnung erheblich vor.

Die Berechnung selbst wird in zwei Abschnitte unterteilt. Im ersten Schritt wird die Dichtung stationär komprimiert. Dazu wird die obere Platte schrittweise um 1 mm nach unten verschoben. Der zweite Schritt ist zeitabhängig und bildet die Spannungsrelaxation der Dichtung ab. Die Verpressung von 1 mm wird dabei konstant gehalten.

Abbildung 5.21 zeigt die simulierte von-Mises-Vergleichsspannung im Querschnitt einer Dichtung direkt nach der Verpressung (a) und nach 168 Stunden Spannungsrelaxation. Die deutlich sichtbare Abnahme der Spannung bedeutet eine Dissipation des elastischen Rückstellpotenzials. Außerdem ist zu sehen, dass die Spannung um den Sensor herum wesentlich höher ist als im Rest des Querschnitts.

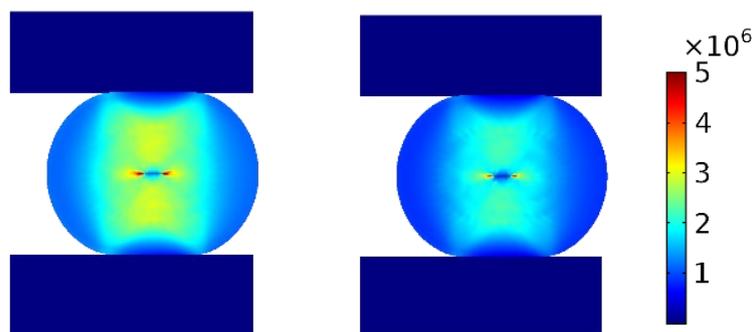


Abbildung 5.21: Von Mises Vergleichsspannung im Querschnitt einer verpressten Dichtung nach a) Verpressung und b) 168 Stunden Spannungsrelaxation.

In Abbildung 5.22 ist die Dehnung des Sensors aus Alterungsversuchen und der Simulation gezeigt. Die initiale Dehnung nach Verpressung ist sehr ähnlich. Im tatsächlichen Alterungsversuch nimmt die Dehnung bei Einsetzen der Alterung zunächst stark und anschließend relativ linear ab. Die Ergebnisse der Simulation zeigen einen vergleichbaren Verlauf. Die Abnahme ist zu Beginn allerdings weniger drastisch und dafür im späteren Verlauf der Alterung deutlich stärker. Durch eine weitere Anpassung

der Relaxationsparameter ließe sich das Simulationsergebnis vermutlich weiter an die experimentellen Daten anpassen.

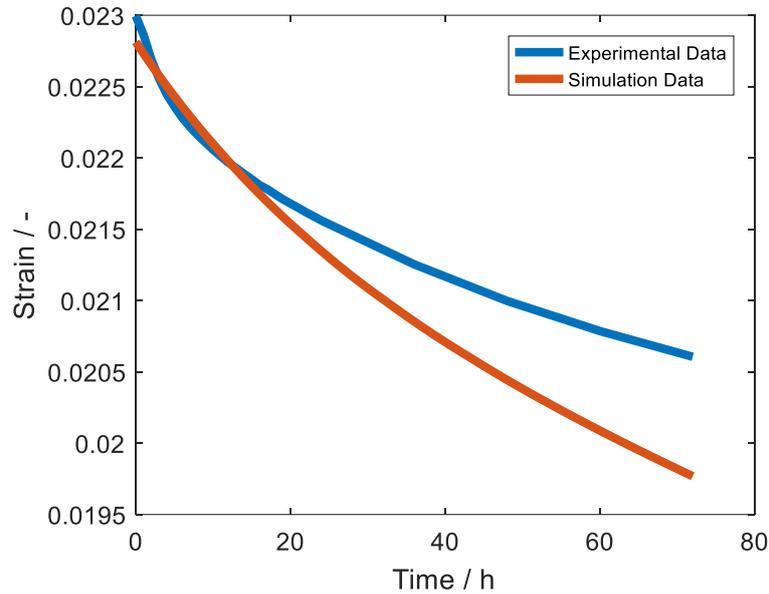


Abbildung 5.22: Dehnung eines integrierten Sensors über 72 Stunden während künstlich beschleunigter Alterung.

Abbildung 5.23 zeigt den aus der Simulation berechneten Kontaktdruck zwischen der Dichtung und der oberen Kompressionsplatte über die Zeit. Der Kontaktdruck ist ein direkter Indikator für die Funktionsfähigkeit einer Dichtung.

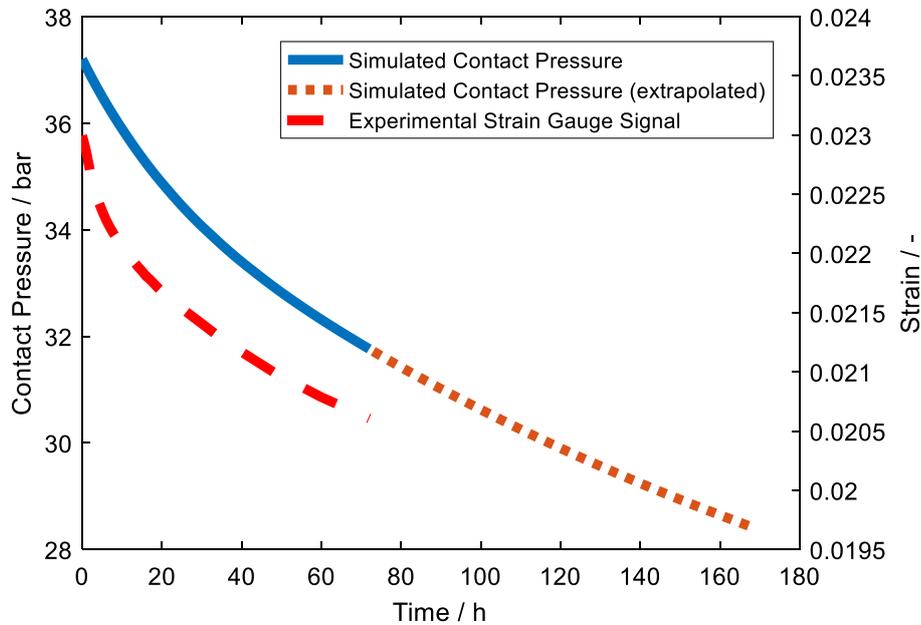


Abbildung 5.23: Kontaktdruck zwischen Dichtung und Kompressionsplatte aus Alterungssimulation berechnet (blaue Linie) und extrapoliert (orange, gepunktete Linie) und experimentell ermittelte Dehnung eines integrierten DMS (rote, gestrichelte Linie).

Es ist zu sehen, dass der Kontaktdruck während der Alterung mit einer sehr ähnlichen Rate abnimmt wie die experimentell ermittelte Dehnung. Der Kontaktdruck nimmt über die Alterung von 72 Stunden um ca. 15% ab. Die Simulation erlaubt eine Extrapolation, durch die zu erkennen ist, dass der Kontaktdruck durch weitere Spannungsrelaxation weiter abnimmt.

5.3.6 Einschätzung der Anwendbarkeit zur Zustandsüberwachung

Die Simulation der Alterung ermöglicht eine Korrelation des mit dem integrierten Dehnungssensor gemessenen Signals mit dem verbleibenden Kontaktdruck der Dichtung zu den Platten. Der Abfall des Kontaktdrucks über die Zeit folgt dabei qualitativ der Abnahme der Dehnung, die der DMS misst. Da der Kontaktdruck zwischen Dichtung und Platte ein Maß für die Dichtfähigkeit des Gesamtsystems ist, kann also eine Aussage über den Zustand des Systems getroffen werden.

Durch die Kopplung von gemessener Dehnung und Simulation des verbleibenden Kontaktdrucks lassen sich zudem Parameter für die Spannungsrelaxation im Dichtungsmaterial während der Alterung ableiten. Materialwissenschaftlich sind diese Kennwerte von Interesse, da sie mit gängigen Methoden schwer oder gar nicht ermittelt werden können und das Alterungsverhalten des Materials gut beschreiben. Es ist jedoch zu beachten, dass die mit dieser Methode ermittelten Werte modellbedingt die homogene Alterung des Materials voraussetzen. In der Realität ist das Alterungsverhalten von Elastomeren vermutlich aber in gewissem Umfang inhomogen und stark von Probengeometrie und Umgebungsbedingungen abhängig. Da aber schlicht zu wenige Kenntnisse zur Beschreibung des realen Alterungsverhaltens vorliegen, ist eine realitätsnahe Modellierung kaum möglich. Letztendlich lässt sich sagen, dass die hier beschriebene Methode zukünftig als Ausgang für eine schrittweise Erweiterung der modellbasierten Messwertauswertung dienen kann. Je besser es gelingt, das wirkliche Alterungsverhalten der Dichtung zu beschreiben, desto besser kann auch eine Aussage über den Zustand aus den Messwerten generiert werden.

Für eine umfassende Modellierung des Alterungsverhaltens müssen sowohl die Sauerstoffdiffusion als auch die thermisch-oxidative Alterungsreaktion bezüglich kinetischer Aspekte intensiver betrachtet werden, sodass die chemisch-mechanische Wechselwirkung modelliert werden kann [80, 81]. Auch aktuellere Veröffentlichungen validieren den Ansatz zur Beschreibung von heterogener oxidativer Alterung über eine Kombination des Fick'schen Diffusionsgesetz und klassischer Reaktionskinetikmodelle. [82, 83]

Vielversprechende Ansätze der Modellierung wurden z. B. im IGF-Vorhaben 16913BG „Verbesserung der Lebensdauervorhersage für Elastomerwerkstoffe und -bauteile durch analytische Aufklärung und Entwicklung eines numerischen Simulationsmodells der chemischen Alterung“ erarbeitet [80]. Nicht berücksichtigt wurden bisher jedoch konkrete Diffusionsvorgänge [81]. Für statische Anwendungen hat sich ein Zwei-Netzwerk-Modellansatz bewährt [80, 84, 85]. Um die Beiträge des primären und sekundären Netzwerks sowie das volumetrische Verhalten zu modellieren, wird der zweite PIOLA-KIRCHHOFF-Spannungstensor in drei Anteile zerlegt:

$$\underline{\underline{\tilde{T}}} = \underline{\underline{\tilde{T}}^h} + \underline{\underline{\tilde{T}}^p} + \underline{\underline{\tilde{T}}^s}$$

Der Tensor $\underline{\underline{\tilde{T}}^h}$ beschreibt den hydrostatischen Spannungsanteil. Der Beitrag des primären Polymernetzwerks, dessen Einfluss in der Folge von Kettenspaltungsreaktionen stetig abnimmt, wird durch den Anteil $\underline{\underline{\tilde{T}}^p}$ beachtet. Der dritte Spannungsanteil $\underline{\underline{\tilde{T}}^s}$ beachtet das sekundäre Netzwerk, das das Ergebnis von Neuvernetzungsreaktionen ist [85]. Die Anteile für primäres und sekundäres Netzwerk können hierbei über beliebige Materialmodelle beschrieben werden. In [85] wurde zunächst ein rein phänomenologischer Ansatz der mechanischen Materialmodellierung gewählt. Erste Fortschritte basierend auf [1] in der physikalisch motivierten mechanischen Modellierung beruhen auf der Nutzung eines komplexeren Materialmodells (Dynamic Flocculation Model (DFM), [14]). Eine Kombination aus einem physikalisch-motivierten Modell, sowie des Zwei-Netzwerkansatzes und einer Beschreibung der Reaktionsdiffusionskinetik als Ausbildung neuer Netzknoten oder einer Erweichung des Materials infolge Degradationsvorgänge bei simultaner Sauerstoffdiffusion, [9], [10], welche direkt als Parameter in ein physikalisches Modell eingehen - scheint vielversprechend. Die Bedeutung ist hier sehr hoch, da diese chemischen Vorgänge das für die Dichtfunktion limitierende Relaxationsverhalten bestimmen und im Detail bis heute nicht verstanden sind. Eine entsprechend detaillierte Erfassung der Spannungsrelaxation ist damit für eine Simulation von bisher nur wenig berücksichtigtem Nutzen. [15] Alternative gekoppelte Modelle zur Beschreibungen in Rahmen kleiner Deformation finden sich in [16], und für große Deformationen auf Grundlage eines phänomenologischen Mooney-Rivlin-Ansatzes für die Mechanik bei Lion et.al. [17].

5.3.7 Temperaturmessung als Alterungsindikator

Die Temperatur im Inneren einer Dichtung kann alternativ oder zusätzlich zur Dehnung als indirekter Prediktor für die Alterung des Materials genutzt werden. Chemische Alterungsprozesse in Elastomeren sind im Allgemeinen stark temperaturabhängig. Die Kenntnis der Temperatur ist für die Vorhersage chemischer Veränderungen im Material daher von entscheidender Bedeutung. Die Abhängigkeit zwischen Alterungsprozessen und Temperatur ist für viele Mechanismen bekannt und beschrieben. Es ist daher von Interesse, neben der Dehnung auch die Temperatur im Inneren einer Dichtung zu erfassen. Hierzu stellt die in Abschnitt 3.4.3 beschriebene Methode zur simultanen Messung von Dehnung und Temperatur einen vielversprechenden Ansatz dar.

Im Rahmen dieser Arbeit werden zur Integration in Dichtungen geeignete Zwei-Metall-DMS hergestellt und angewandt. Der Einsatz dieser Sensoren erfolgt ausschließlich in Dichtungen aus PDMS. Der verwendete Sensor besteht aus zwei verschränkt angeordneten DMS aus Gold bzw. Platin. Zur Integration wird die Spitze des Sensors, auf der sich die DMS befinden, in eine Gussform eingelegt. Diese wird dann mit flüssigem PDMS gefüllt. Das Material wird im Ofen bei 120°C für 30 Minuten ausgehärtet. Eventuell vorhandener Materialüberstand wird entfernt. Es entsteht so eine Dichtung aus PDMS mit integriertem Sensor.

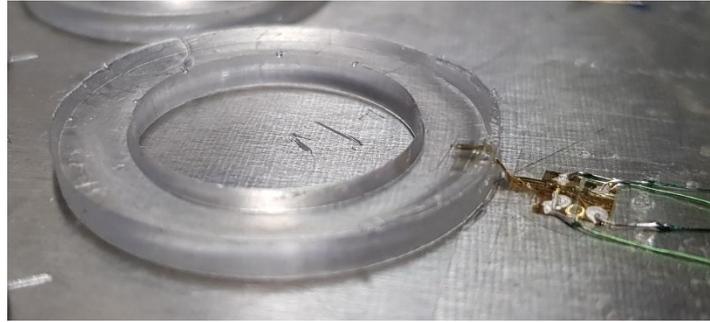


Abbildung 5.24: PDMS-Dichtungsring mit integriertem Zwei-Metall-DMS.

Die Sensoren werden an Kontaktpads mit Drähten bestückt. Die Drähte werden dazu mit elektrisch leitfähigem Kleber fixiert. Die Aufzeichnung des Widerstands der DMS erfolgt mit einem Keithley DMM6500 Labormultimeter mit Keithley 2000SCAN Multiplexer-Erweiterung. So kann der Widerstand von 4 Sensoren bzw. 8 DMS gleichzeitig aufgenommen werden. Abbildung 5.25 zeigt die relative Widerstandsänderung beider DMS über einen Alterungszeitraum von 10 Tagen. Die Alterung der Dichtung erfolgt bei 70°C in einem Ofen. Die Dichtung ist dabei zwischen zwei Metallplatten um 30% verpresst. Der Widerstand der DMS wird während der Alterung alle 30 Sekunden gemessen.

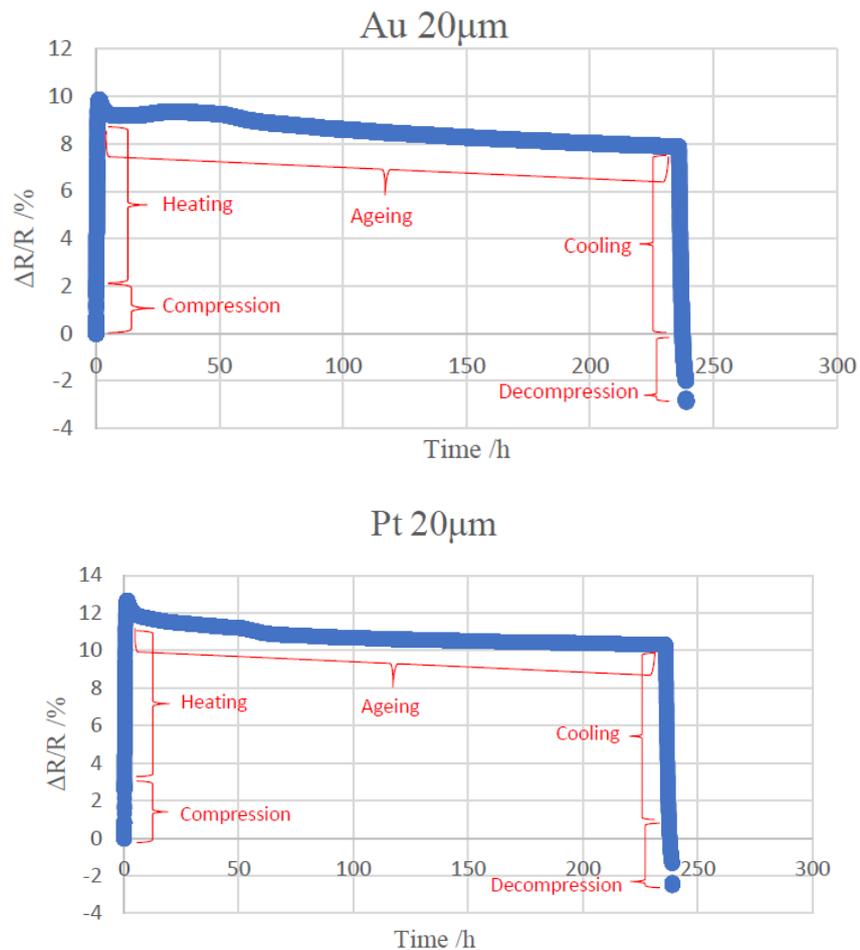


Abbildung 5.25: Widerstandsänderung eines Zwei-Metall-Dehnungsmessstreifens bei der Alterung einer PDMS-Dichtung. (oben) Gold-DMS; (unten) Platin-DMS. [43]

Der qualitative Verlauf der Widerstandsänderung entspricht den Ergebnissen der Alterungsmessung mit einfachen DMS. Auffällig ist, dass am Ende der Alterung und nach Dekompression eine negative Widerstandsänderung verbleibt. Dies deutet auf eine bleibende Stauchung des Sensors und somit auf ein horizontales Schrumpfen der Dichtung hin. An der Dichtung wird ein DVR von ca. 67% ermittelt, was auf fortgeschrittene Alterung hinweist.

Abbildung 5.26 zeigt den aus der Widerstandsänderung des Zwei-Metall-Dehnungsmessstreifens nach Gleichung (22) und (23) berechneten Verlauf von Dehnung und Temperatur über die Zeit. Der Verlauf der Kurven lässt sich kaum durch die Alterung der Dichtung erklären. Während Vorhersagen über die Dehnung schwierig sind, so ist der Verlauf der Temperatur durch den experimentellen Ablauf bekannt und sollte während der Alterung konstant bei 70°C liegen.

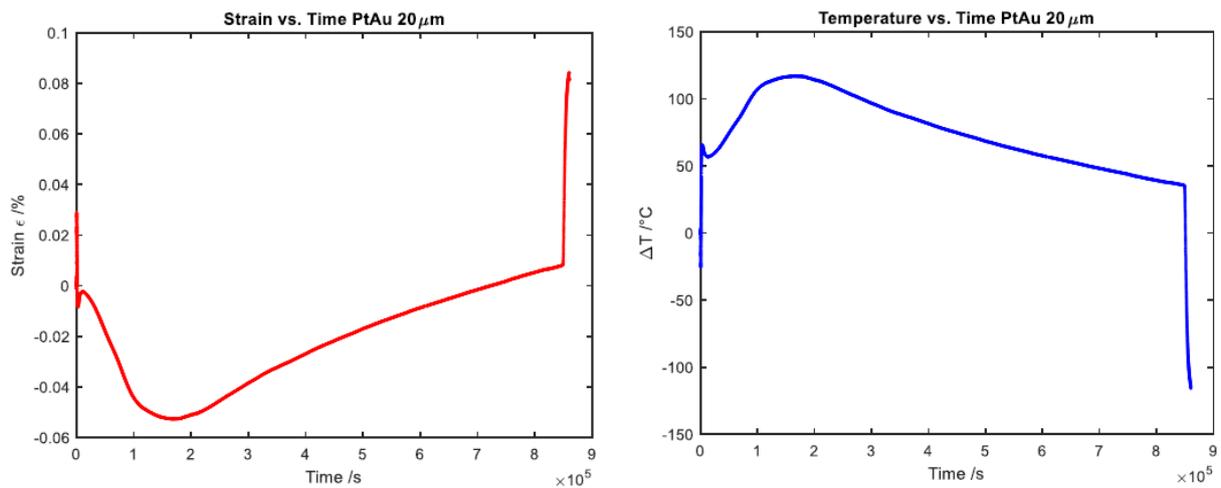


Abbildung 5.26: Mittels Zwei-Metall-Dehnungsmessstreifen ermittelte Dehnung (links) und Temperatur (rechts) über die Zeit bei der Alterung einer PDMS-Dichtung. [43]

Es muss festgehalten werden, dass die Trennung von Dehnung und Temperatur mittels Zwei-Metall-DMS mittels Gleichung (22) und (23) vermutlich unzureichend ist. Es gibt zwei mögliche Erklärungen hierfür. Zum einen ist es denkbar, dass vernachlässigte Effekte, wie die Temperaturabhängigkeit des k-Faktors oder die Temperaturabhängige Eigendehnung des Sensors [26], einen nicht zu vernachlässigenden Einfluss auf das Signal haben. Zum anderen besteht die Möglichkeit, dass die Charakteristika der einzelnen DMS zu stark schwanken oder nicht stabil über die Zeit sind. Erste Untersuchungen haben hier bereits gezeigt, dass sowohl der Grundwiderstand der DMS als auch der k-Faktor sich bereits durch eine Wärmebehandlung bei Temperaturen um 100°C dauerhaft verändern können. Es wird in Zukunft zu klären sein, welche Charakteristika eines DMS tatsächlich vernachlässigbar sind und inwiefern einfache, metallische Dünnschicht-DMS stabil gegenüber Alterung sind.

6 Integration von Sensoren im Polymer-3D-Druck

Additive Herstellungsverfahren von Bauteilen haben in jüngster Vergangenheit stark an Bedeutung gewonnen und werden auch in Zukunft weiterentwickelt und sich immer weiter verbreiten [86, 87]. In der Zahnmedizin können heutzutage ganze Prothesen schon im 3D-Druck gefertigt werden [88]. Der 3D-Druck von Polymeren ermöglicht bereits die schnelle Fertigung von Prototypen und Ansichtsexemplaren von Teilen mit großer Formfreiheit und hoher Strukturauflösung [89, 90].

Die Weiterentwicklung und Kombination von additiven Fertigungsverfahren und gedruckten Funktionsstrukturen ermöglicht die Fertigung neuartiger sensorischer Komponenten aus einer Vielzahl von Materialien.

6.1 Integration von Sensoren beim 3D-Druck-Prozess

Espalin et al [91] haben eine Technologie beschrieben, mit der sich während des Drucks eines Bauteils Sensoren in dieses integrieren lassen. Dabei wird der Druck des Teils auf jener Ebene, an der ein Sensor integriert werden soll, unterbrochen. Ein dünner, folienbasierter Sensor wird dann auf der Oberfläche des halbfertigen Bauteils angebracht. Danach wird der Druck des Teils fortgesetzt. Der Sensor wird dabei einfach überdruckt und befindet sich nach Abschluss des Druckprozesses im Inneren des Bauteils. So ist es sehr einfach möglich, Sensoren in Polymerbauteile einzubetten.

Die Stop&Go-Technologie wurde im Rahmen dieser Arbeit genutzt, um die Einbettung eines im Siebdruckverfahren ebenfalls additiv gefertigten Dehnungsmessstreifens in eine 3D-gedruckte Polymerschraube zu demonstrieren. Die Schraube soll weniger eine realistische Anwendung des Verfahrens darstellen als vielmehr die Realisierbarkeit des dahinterstehenden Konzepts aufzeigen. Anhand der Schraube werden Herausforderungen bei der Fertigung, Vor- und Nachteile des Verfahrens und die Funktionalität so hergestellter Bauteile aufgezeigt.

6.2 Die sensorische Schraube

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine ISO M6 Schraube gedruckt, die einen Außensechskant-Kopf hat. Es handelt sich dabei um ein standardisiertes Maschinenelement. Abbildung 6.1 zeigt das Konzept der „smarten“ Schraube, die entstehen soll.

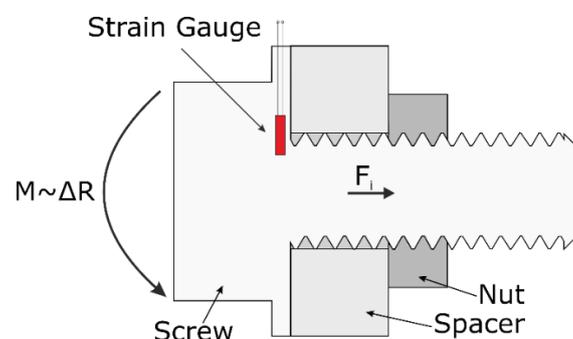


Abbildung 6.1: Konzept der „smarten“ Schraube mit einem Dehnungsmessstreifen im Schraubenkopf, der die Messung des Anzugsmoments M ermöglicht. [92]

Das zu messende Parameter ist die am Schaftansatz der Schraube auftretende Dehnung, welche durch Torsion des Kopfes beim Anziehen der Schraube verursacht wird. Aus dieser Dehnung kann die Vorspannkraft der Schraubverbindung berechnet werden, welche ein gebräuchliches Maß für die Festigkeit einer Schraubverbindung ist.

Die Vorspannkraft F_i einer ISO-standardisierten Schraube lässt sich gemäß Gl. (28) aus dem Anziehmoment M sowie der Geometrie der Schraube berechnen:

$$F_i = \frac{M}{\frac{d_2}{2} * \left(\left(\frac{P}{\pi * d_2} \right) + \frac{\mu_t}{\cos\left(\frac{\alpha}{2}\right)} \right) + \mu_h * \frac{D_{Km}}{2}} \quad (28)$$

Hierbei ist d_2 der Durchmesser des Gewindes, P die Steigung des Gewindes, μ_t der Reibungskoeffizient des Gewindes, μ_k der Reibungskoeffizient des Schraubenkopfes und D_{Km} der effektive Durchmesser des Reibungsmoments des Schraubenkopfes. [93]

6.2.1 Positionierung des Sensors

Der DMS muss an einer Stelle in den Schraubenkopf integriert werden, an der beim Anziehen der Schraube eine signifikante Dehnung auftritt. Nach Goodno und Gere [94] tritt die maximale Dehnung am Umfang des Schafts der Schraube auf und ist entlang des Umfangs gerichtet. Die Integration des DMS entlang des Umfangs ist allerdings nicht sinnvoll, da der DMS dort keine Dehnung sondern eine komplette Verschiebung erfahren würde. Sinnvoller ist die Positionierung des DMS senkrecht zum Umfang des Schraubenschafts. Um die optimale Position zu bestimmen, wurden FEM-Simulationen mit COMSOL Multiphysics durchgeführt. Abbildung 6.2 zeigt qualitativ die radiale Dehnung im Schraubenkopf 0,1 mm unter der Oberfläche (links) und 0,5 mm unter der Oberfläche (rechts).

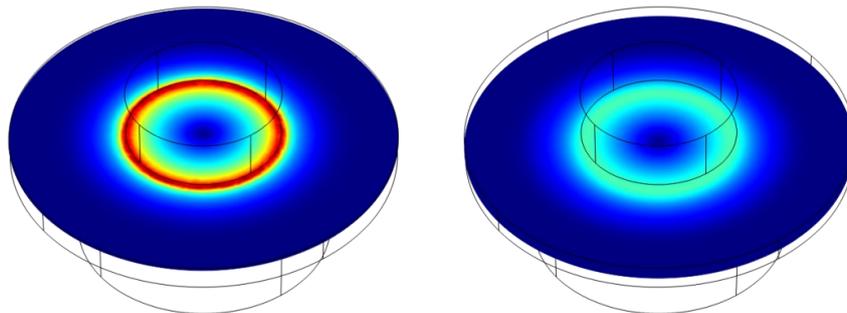


Abbildung 6.2: Radiale Dehnung im Schraubenkopf 0,1 mm unter der Oberfläche (links) und 0,5 mm unter der Oberfläche (rechts). Die maximale Dehnung ist nahe der Oberfläche höher und die schmaler. Geringe Dehnung ist in dunkelblau und hohe Dehnung in rot dargestellt. [95]

Die maximale Dehnung tritt genau am Umfang des Schraubenschafts auf. Näher an der Oberfläche ist das Maximum schmaler und scharf begrenzt. Tiefer im Material weitet das Maximum sich auf und ist deutlich geringer. Im Idealfall muss der Sensor als möglichst dicht unter der Oberfläche und direkt am Umfang des Schraubenschafts integriert werden.

6.2.2 Herstellung des Sensors und der Schraube

Die Herstellung der Intelligenten Schraube ist in 3 wesentliche Schritte gegliedert: die Herstellung des Dehnungsmessstreifens, das Drucken der Schraube und die Integration des DMS während der Drucks. Im Folgenden werden die Schritte detailliert beschrieben.

6.2.2.1 Herstellung des Dehnungsmessstreifens

Das Design des DMS ist in Abbildung 6.3 (links) dargestellt. Zwei Dehnungsmessstreifen werden mit einem Kohlenstoff-Polymer-Komposit auf eine Folie gedruckt und mit ebenfalls gedruckten Silberleiterbahnen verbunden. Die Breite sowohl der Leiterbahnen als auch der DMS ist 400 μm , da Strukturen mit dieser Größe einfach und gut reproduzierbar mittels manuellem Siebdruck hergestellt werden können. Kleinere Strukturgrößen bis ca. 100 μm sind möglich, erfordern aber einen deutlich höheren Aufwand in der Herstellung. Die beiden Dehnungsmessstreifen können als Halbbrücke betrieben werden. Der DMS in der Mitte des Schraubendurchmessers dient dabei zur Temperaturkompensation. Liegt an der Schraube beim Festziehen ein Torsionsmoment an, so erfährt der innere DMS nahezu keine Dehnung und ist daher nur temperatursensitiv. Der außenliegende DMS erfährt durch das Torsionsmoment eine Dehnung. Die Leiterbahnen führen zu Kontaktpads, die eine Kontaktierung außerhalb des Schraubenkopfes mit Drähten oder Stiftleisten ermöglichen. Die Silberleiterbahnen haben einen geringen Widerstand von ca. 20 Ohm und die DMS haben einen Widerstand von ca. 22 k Ω . Entsprechend kann der Einfluss der Leiterbahnen auf den gemessenen Gesamtwiderstand und die Widerstandsänderung durch Dehnung vernachlässigt werden.

Die Herstellung des Sensors erfolgt im manuellen Siebdruckverfahren mit einem einfachen Plastiksieb vom Typ *SEFAR PCF FC 180-27-Y-PW*. Als Substrat wird eine 6 μm dicke Polyester-Folie (*Mylar*) verwendet. Diese wird zur Stabilisierung während des Bedruckens auf einen Keramikträger gespannt. Die Folie muss relativ dünn sein, da der 3D-Druck der Schraube in Schichten mit einer Dicke von 25 μm erfolgt. Zunächst werden die Leiterbahnen mit der silbergefüllten, dehnbaren Siebdruckpaste *PE873* des Hersteller *DuPont* gedruckt. Die Paste wird in einem Ofen bei 120°C für 20 Minuten ausgeheizt. Die Schichtdicke nach dem Ausheizen beträgt ca. 5 μm . In einem zweiten Siebdruckprozess werden die Dehnungsmessstreifen mit der Paste *ECI 7004LR E&C* des Herstellers *Henkel* hergestellt. Die Aushärtung dieser Paste erfolgt ebenfalls in einem Ofen bei 120°C für 20 Minuten. Die Charakterisierung der Dehnungssensitivität der verwendeten Paste ist in Abschnitt 3.6 umfassend beschrieben. Der k-Faktor ist dort mit 3,0+/-0,86 beschrieben.

Nach der Integration in die Schraube werden die Dehnungsmessstreifen an den Kontaktpads durch Steckleisten kontaktiert. Die Steckleisten werden zunächst mit Cyanacrylat-Klebstoff in eine Aussparung im Schraubenkopf eingeklebt und dann mit dem elektrisch leitfähigen Klebstoff *Panacol Ecolit 3025* mit den Kontaktpads am Sensor verbunden. Der Kleber härtet bei Raumtemperatur über 24 Stunden aus. Ein Foto des vollständig gedruckten Sensors ist in Abbildung 6.3 (rechts) zu sehen.

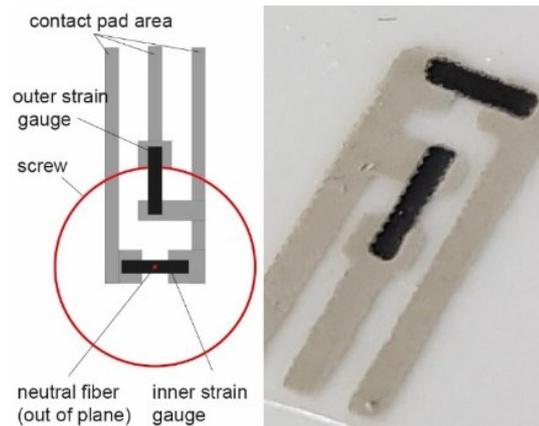


Abbildung 6.3: Geometrie des Dehnungsmessstreifens relativ zum Schraubendurchmesser (links); Gedruckter DMS auf 6 µm dicker Polyester-Folie (rechts).

6.2.2.2 Herstellung der Schraube

Alle im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Schrauben wurden in aufrechter Position gedruckt. Zum Einsatz kam dabei der Mikrostereolithographie-Drucker *Perfactory Micro HiRes* von der Firma EnvisionTec Inc. Die Schrauben werden mit einer Schichtdicke von 25 µm gedruckt. Die Generierung des Schichtaufbaus erfolgt mit der Software *Perfactory RP 3.0.900*. Es werden keine z- oder Kontur-Korrekturen angewendet. Um Schrumpf während und nach der Herstellung auszugleichen, wird stattdessen das Eingangsmodell bereits angepasst. Die Druckplattform ermöglicht den Druck von 4 Schrauben pro Druckvorgang. Es werden zwei verschiedene Acryl-Harze verwendet. Das erste Material ist HTM140 M. Dabei handelt es sich um ein hochauflösendes, temperaturstabiles und niedrigviskoses Harz. Die Belichtung erfolgt bei fester Dosis über 3000 ms pro Schicht. Es entsteht ein Körper aus hartem und sprödem Kunststoff mit hoher Detailtreue und guter Oberflächenqualität. Beim zweiten Material handelt es sich um ABS Flex. Dieses ist im Ausgangszustand wesentlich viskoser und klebrig. Im ausgehärteten Zustand ist der Kunststoff entsprechend flexibler und elastisch mit einer weicheren Oberfläche, die dafür eine reduzierte Detailtreue aufweist. Das Material wird mit 800 ms pro Schicht belichtet. Der Druckprozess startet mit dem Kopf der Schraube. Freistehende Strukturen werden von automatisch generierten Stützstrukturen getragen.



Abbildung 6.4: 3D CAD Modell einer ISO M6 Schraube mit Sechskant-Kopf, Platzhalter und Öffnung zur Kontaktierung des integrierten Sensors. Die Substratfolie des Sensors sowie die Kontaktpads sind erkennbar. [92]Abbildung 6.4 zeigt ein CAD-Modell der fertigen Schraube mit integriertem Sensor. Es

handelt sich dabei um eine ISO M6 Schraube mit hexaedrischem Kopf und Abstandshalter. Der Schaft der Schraube ist 15 mm lang. Der Abstandshalter ist 1 mm hoch und hat einen Durchmesser von 15 mm. Auf der Unterseite des Abstandshalters sind Öffnungen zur Kontaktierung des Sensors vorgesehen. Zusätzlich gibt es Ausrichthilfen zum Anbringen des Steckverbinders, der zur Kontaktierung genutzt wird.

6.2.2.3 Integration des Sensors

Zur Integration des Sensors wird der Druckprozess unterbrochen sobald die halbe Höhe der Anschlagsscheibe erreicht ist (Abbildung 6.5 (a)). Die Druckplattform wird aus dem Drucker entfernt und der Sensor wird manuell auf der Anschlagsscheibe platziert. Die Kontaktpads zeigen dabei nach oben. Der Sensor wird zentriert und entsprechend der vorgesehenen Position der Widerstände auf dem Umfang des Schraubenschafts ausgerichtet (Abbildung 6.5 (b)). Durch die starke Adhäsion der dünnen Sensorfolie auf vielen Oberflächen und dem flüssigen Harz-Film, der auf den Schraubenköpfen vorhanden ist, kann die Folie zu beiden Seiten des Schraubenkopfes auf der Plattform befestigt werden und es ist keine weitere Fixierung notwendig (Abbildung 6.5 (c)). Die Druckplattform wird vorsichtig wieder in ihrer ursprünglichen Position in den Drucker eingesetzt und der Druckprozess wird fortgesetzt (Abbildung 6.5 (d)).

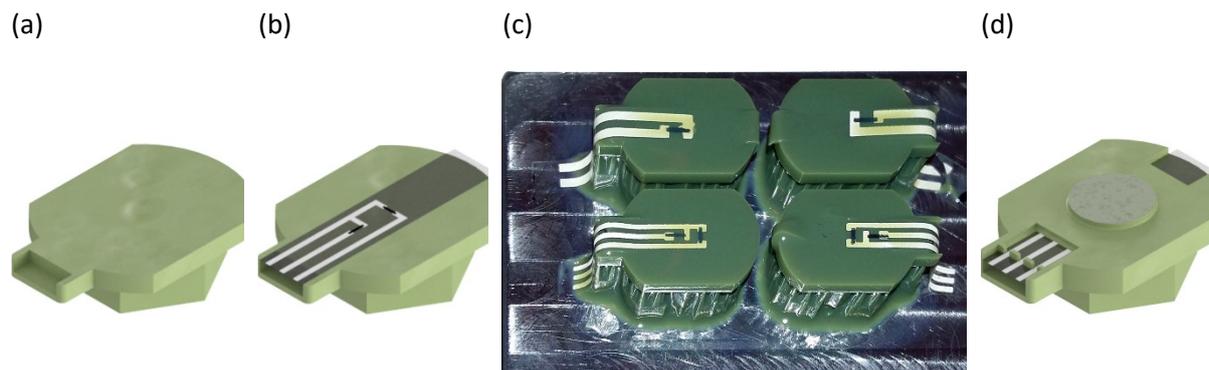


Abbildung 6.5: Herstellungsprozess der intelligenten Schraube : (a) Druck des Schraubenkopfes; (b) Einbringen und Ausrichten des Sensors; (c) Fortsetzen des Druckprozesses; (d) Foto der Schraubenköpfe mit den eingebrachten Sensoren. Flüssiges Druckmaterial bedeckt die Schraubenköpfe und ist als schimmernder Film zu erkennen. [92]

Nach dem Druck werden alle Teile in einem Standard-Verfahren nachbehandelt: Abspülen und Reinigen mit Isopropanol, Trocknen mit Druckluft und Nachvernetzung durch UV-Flutbelichtung für 2 bis 5 Minuten. Abschließend benötigt jede Schraube eine elektrische Kontaktierung der Dehnungsmessstreifen. Dazu wird eine Stiftleiste mit elektrisch leitfähigem Kleber auf die Kontakte des Sensors geklebt. Die Positionierung der Stiftleiste wird durch im Druck erzeugte Ausrichthilfen vereinfacht.

Abbildung 6.6 zeigt ein Foto einer fertigen Schraube aus ABS Flex. Der Dehnungsmessstreifen ist durch die Anschlagsscheibe erkennbar. Im linken Bild ist eine Lageabweichung des Sensors erkennbar. Gedruckte Schrauben aus beiden verwendeten Materialien funktionieren gut mit zugekauften ISO M6 Metall- und Plastikmuttern.



Abbildung 6.6: Foto von ABS Flex Schrauben mit integrierten Sensoren. Eine Lageabweichung des Sensors im linken Bild ist zu erkennen. [92]

6.2.3 Charakterisierung

Der Messaufbau zum Anlegen eines bekannten Drehmoments an die Schraube ist in Abbildung 6.7 abgebildet. Ein Stahlrohr, welches an einem Ende ein ISO M6 Innengewinde und am anderen Ende einen Hebel hat, wird in zwei PTFE-Gleitlager montiert. Das Rohr kann so um die eigene Achse rotieren. Die Reibung in den Lagern kann vernachlässigt werden, so dass dort kein maßgeblicher Energieverlust zu erwarten ist. Der dynamische Reibungskoeffizient ist ca. 0,04. Der Hebel drückt beim Drehen des Rohres auf einen TE Connectivity FS 20 Kraftsensor. Dadurch ist die Rotation des Rohres blockiert und das Drehmoment kann aus der gemessenen Kraft und der Länge des Hebels berechnet werden.

Der Widerstand des integrierten Dehnungsmessstreifens wird mit einem Keithley 2100 Multimeter und das Signal des Kraftsensors mit einem Keithley 2000 Multimeter aufgenommen. Die Schraube wird mit einem 5-Phasen-Schrittmotor (Orientalmotor PKP544MN18A bzw. PKP546MN18A) mit einer kleinen Winkelauflösung von $0,36^\circ/\text{Schritt}$ und einem maximalen Drehmoment von 220 Nmm bzw. 440 Nmm. Die Messung des Drehmoments wurde durch das Aufbringen eines bekannten Drehmoments validiert und es wurden nur vernachlässigbare Unterschiede zwischen aufgebrachtem und berechnetem Drehmoment gefunden.

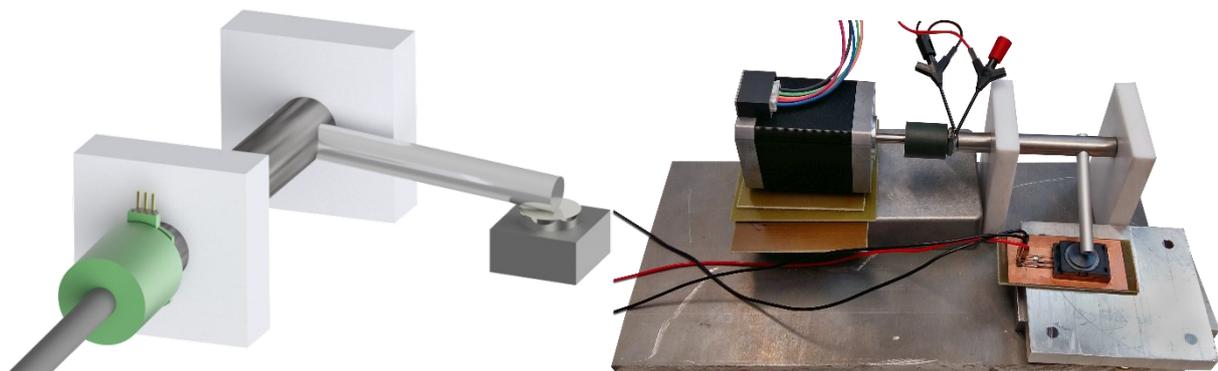


Abbildung 6.7: Messaufbau : (links) Schematische Darstellung mit Stahlrohr, PTFE-Lagern, Motorachse, Nuss und Schraube, Hebelarm und Kraftsensor; (rechts) Foto des Messaufbaus inklusive Motor und Verbindungskabeln. [95]

6.2.3.1 Mechanische Charakterisierung

Mit Schertests wurde untersucht, ob die integrierten Sensoren einen Einfluss auf die mechanische Stabilität der Schrauben haben. Abbildung 6.8 zeigt das typische Bruchverhalten der Schrauben und ABS Flex (links) und HTM 140M (rechts). Beim ABS Flex kommt es typischerweise zum Abscheren der Schraube direkt am Sensor. Dies spricht dafür, dass keine gute Haftung zwischen Sensor und Schraube entsteht. Beim HTM 140M hingegen ist in der Regel kein Unterschied im Abscherverhalten zwischen Schrauben mit und ohne Sensor zu erkennen. Die Schrauben brechen üblicherweise am Schaft.

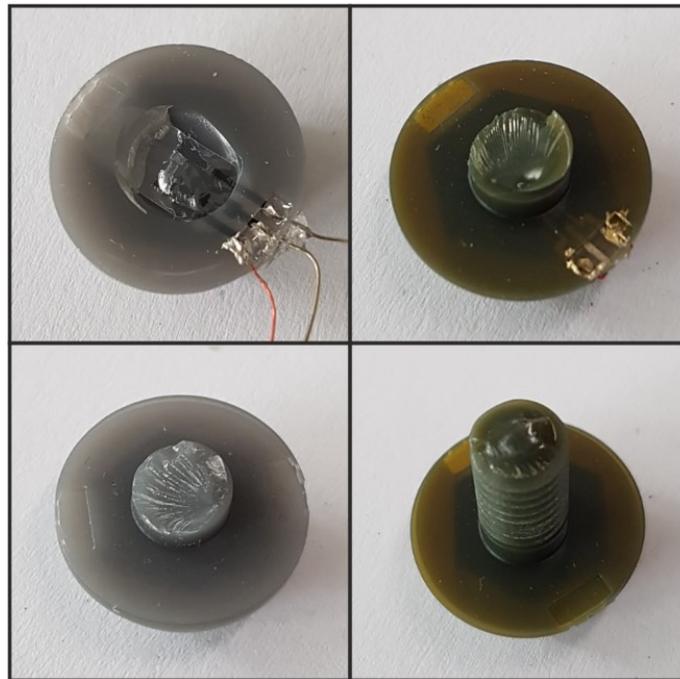


Abbildung 6.8: Fotos von abgescherten Schrauben : (oben links) ABS Flex Schraube mit Sensor; (unten links) ABS Flex Schraube ohne Sensor; (oben rechts) HTM140 M Schraube mit Sensor; (unten rechts) HTM140 M Schraube ohne Sensor. [96]

Das zum Abscheren der Schrauben notwendige Drehmoment wurde während der Versuche aufgenommen und mit vorherigen Ergebnissen verglichen, bei denen zum Festziehen eine Mutter verwendet wurde. Die Ergebnisse sind in Tabelle 13 gegenübergestellt. Es zeigt sich, dass das Drehmoment beim Abscheren signifikant höher ist, wenn die Schrauben in ein Kerngewinde anstelle einer Mutter geschraubt werden. Das Abscherdrehmoment ist bei den Schrauben aus HTM 140M 2,2-fach höher. Die Schrauben aus ABS Flex konnten mit dem maximalen Drehmoment des Testaufbaus von 440 Nmm nicht abgeschnitten werden.

Tabelle 13: Drehmoment beim Abscheren von Schrauben aus verschiedenen Materialien mit und ohne Sensor.

Material	Mittleres Drehmoment beim Abscheren (N mm)	
	Anziehen mit Mutter	Anziehen mit Rohr mit Innengewinde
HTM140 M	135 +/- 39	-
HTM140 M mit Sensor	159 +/- 70	355 +/- 70
ABS Flex	462 +/- 55	-
ABS Flex mit Sensor	302 +/- 53	>440

6.2.3.2 Elektrische Charakterisierung

Zunächst wurde untersucht, ob der Integrationsprozess der Sensoren in die Schrauben Einfluss auf deren Widerstand hat. Obwohl zu erwarten war, dass die Sensoren durch den Einbettungsprozess bereits eine Beanspruchung erfahren, die z. B. aus der Schrumpfung des Schrauben-Materials bei der Polymerisation resultiert, konnte keine signifikante Widerstandsänderung der Sensoren vor und nach der Einbettung gemessen werden.

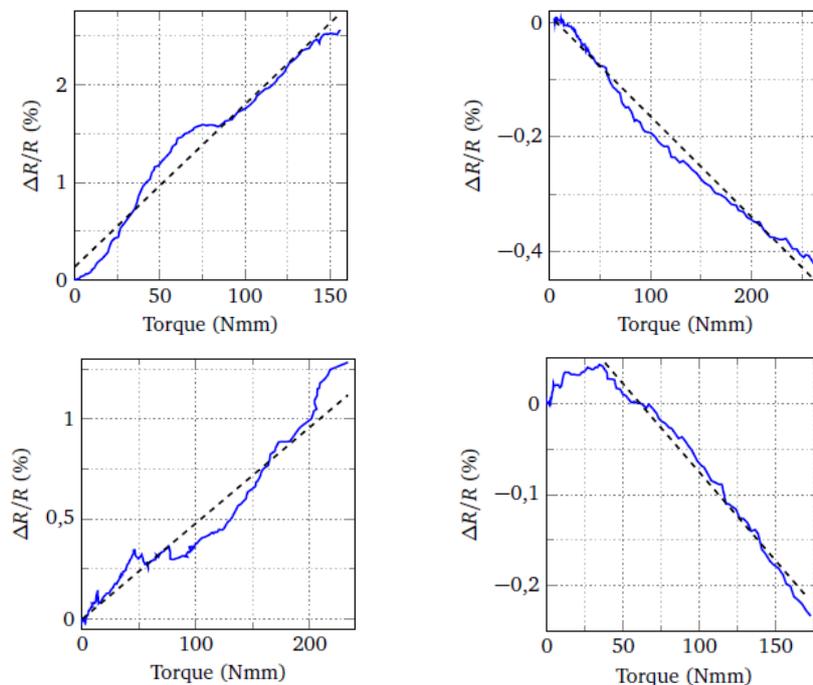


Abbildung 6.9: Relative Widerstandsänderung über dem angelegten Drehmoment für ABS Flex (links) und HTM140M (rechts) Schrauben während des Festziehens. [92]

Im Folgenden wurde die Veränderung des Sensorsignals beim Festziehen der Schrauben untersucht. Die Ergebnisse sind exemplarisch in Abbildung 6.9 gezeigt. Links ist die relative Widerstandsänderung über dem Angelegten Drehmoment für Schrauben aus ABS Flex, rechts für Schrauben aus HTM 140M abgebildet. Die Widerstandsänderung hängt bei beiden Materialien weitgehend linear mit dem angelegten Drehmoment zusammen. Bei den Schrauben aus ABS Flex steigt der Widerstand mit dem Drehmoment an, was für eine Dehnung der DMS spricht. Überraschenderweise sinkt der Widerstand der DMS in HTM 140M Schrauben mit steigendem Drehmoment, was auf eine Stauchung der Sensoren hindeutet. Es wurden 4 Schrauben pro Material untersucht. Die mittlere Sensitivität ist für ABS Flex $11,4 \pm 6,68 \text{ \%}/\text{Nm}$ und für HTM 140M $-1,46 \pm 0,67 \text{ \%}/\text{Nm}$.

6.2.3.3 Materialkriechen

Kriechen ist ein Phänomen, das bei vielen Materialien beobachtet werden kann, Viele Polymere zeigen unter Last ein ausgeprägtes Kriechverhalten. Dieses wird durch die innere Struktur von Polymeren verursacht. Die einzelnen, langen Molekülketten, aus denen das Polymer besteht, sind im unbelasteten Zustand ineinander verschränkt. Bei Belastung gleiten die Ketten langsam aneinander ab und Verschränkungen lösen sich mit der Zeit. Dieser Vorgang ist als starkes Kriechen zu beobachten. Solches Kriechverhalten kann auch nach dem Anziehen einer Polymerschraube beobachtet werden. Abbildung 6.10 zeigt die relative Widerstandsänderung eines in eine ABS-Flex Schraube integrierten Dehnungsmessstreifens über 16 Stunden nach dem Anziehen der Schraube. In den ersten 8 bis 10 Stunden nach dem Anziehen sinkt der Widerstand relativ stark ab. Dies spricht für ein Kriechen des Materials in diesem Zeitraum. Das Kriechen lässt dann deutlich nach, so dass nach ca. 16 Stunden ein stationärer Zustand erreicht ist.

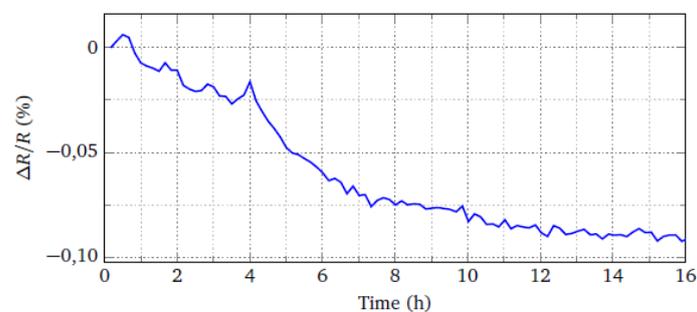


Abbildung 6.10: Relative Widerstandsänderung über 16 Stunden nach dem Anziehen einer ABS Flex Schraube. [92]

6.2.3.4 Vorspannkraft

Nach Gleichung (28) lässt sich Vorspannkraft der Schraube aus dem gemessenen Drehmoment und der Geometrie der Schraube berechnen. Die Daten der im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Schrauben sind in Tabelle 14 enthalten.

Tabelle 14: Geometrische Parameter der gedruckten Schrauben

Parameter	Ausprägung
P	1 mm
d ₂	5,53 mm
α	60°
D _{Km}	10 mm
μ _t	0,1
μ _h	0,1

Der Zusammenhang zwischen Vorspannkraft und relativer Widerstandsänderung ergibt sich dann zu $F_i = \frac{\Delta R}{R} * 6,55 \text{ kN}$ für ABS Flex Schrauben und $F_i = \frac{\Delta R}{R} * 51,55 \text{ kN}$ für HTM140 M Schrauben. Tabelle 15 gibt einen Überblick über typische Vorspannkraft von ISO M6 Schrauben aus verschiedenen Materialien. Die maximale Vorspannkraft von Schrauben aus HTM140 M ist signifikant kleiner als die von kommerziell erhältlichen Polyamid-Schrauben. Die maximale Vorspannkraft von ABS-Flex Schrauben konnte nicht ermittelt werden, da der Versuchsaufbau ein Abscheren dieser Schrauben nicht ermöglicht. Die ABS Flex Schrauben erreichen aber wenigstens mehr als die Hälfte der Vorspannkraft von Polyamid-Schrauben. Metallische Schrauben können naturgemäß weitaus höhere Vorspannkraft erzeugen.

Tabelle 15: Typische Vorspannkraft für ISO M6 Schrauben aus verschiedenen Materialien

Material	Vorspannkraft (N)	Material	Vorspannkraft (N)
HTM140 M	max. 355	Messing	3,500
ABS Flex	>440	Edelstahl	2,100 bis 9,700
Polyamid	800	Baustahl	3,000 bis 17,000

6.2.4 Einordnung der Messergebnisse

Ein überraschendes Ergebnis der Messungen ist, dass das Vorzeichen der Sensorantwort vom Material der Schraube abhängig ist. Ein solches Verhalten wurde nicht erwartet. Eine wahrscheinliche Erklärung hierfür ist, dass der Sensor durch die Vorspannkraft und die daraus resultierende Dehnung im Schraubenkopf neben einer radialen Dehnung auch eine Verformung in Richtung des Schraubenschafts erfasst. Das Ergebnis einer entsprechenden Modellrechnung ist in Abbildung 6.11 gezeigt. Es ist die Dehnung in Richtung des Schafts an der Ecke des Kopfes zum Schaft zu sehen. Diese Dehnung entsteht durch die beim Festziehen erzeugte Vorspannkraft. Die Dehnung beträgt mehrere Prozent und ist damit nicht zu vernachlässigen. Dass der Sensor aus einem leitfähigen Komposit gedruckt wurde, lässt die Vermutung zu, dass er auf Dehnung in alle Raumrichtungen reagiert. Der Einfluss auf den Sensor kann allerdings kaum abgeschätzt werden. Durch die unterschiedliche mechanische Festigkeit der

Schraubenmaterialien kommt es zu einem unterschiedlichen Verhältnis zwischen radialer und vertikaler Dehnung im Schraubenkopf. In Abhängigkeit der dominierenden Dehnung kann so der Vorzeichenunterschied in der Sensitivität erklärt werden.

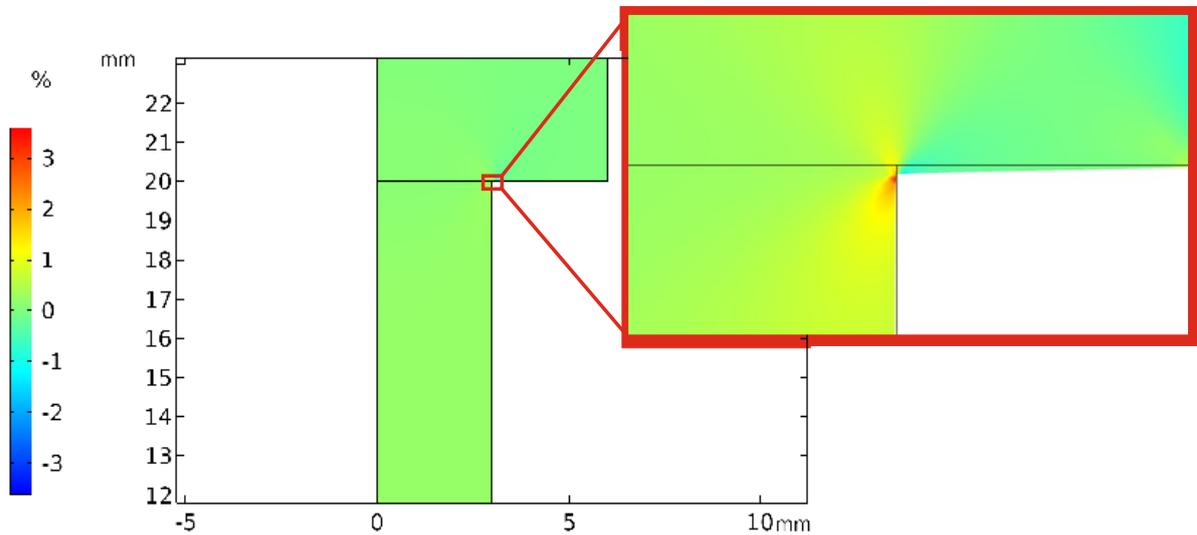


Abbildung 6.11: Vertikale Dehnung im Schraubenkopf bei einer Vorspannkraft von 200 N

Eine andere mögliche Ursache ist, dass der Sensor an den unterschiedlichen Polymeren unterschiedlich gut haftet und die Kraftübertragung sich daher stark unterscheidet. In einfachen Haftungstest zeigte sich, dass HTM140 M eine deutlich bessere Haftung auf der Substratfolie des Sensors hat. Diese Beobachtung passt auch zum Abscherverhalten. HTM140 M konnte nach dem Aushärten nicht von der Folie gelöst werden, wohingegen ABS Flex einfach abgezogen werden konnte. Ein Unterschied in der Dehnungsübertragung von Schraube auf Sensor ist also eine plausible Erklärung für die Unterschiede im Signal.

Ein weiterer Grund der unterschiedlichen Vorzeichen kann auch eine Fehlpositionierung der Sensoren im Inneren der Schrauben sein. In Abbildung 6.12 ist eine HTM140 M Schraube zu sehen, die absichtlich im Bereich des Sensors abgeschert wurde. Auch hier ist sehr gut zu erkennen, wie gut Folie und sensorische Schichten im Material haften. Es ist allerdings auch zu erkennen, dass der Sensor nicht gut positioniert ist. Dies könnte auch eine schlechte Positionierung oder eine Verschiebung des Sensors vor dem Fortsetzen des Druckprozesses zurückzuführen sein. Da die Oberfläche des Schraubenkopfs beim pausieren des Druckvorgangs mit flüssigem Material benetzt ist, kann es zu einem Wegschwimmen des Sensors beim Einsetzen der Druckplattform in den Drucker kommen. Befindet der Sensor sich nicht mehr auf dem Rand des Schraubenschafts, dann ist er einer signifikant mehrachsigen Belastung ausgesetzt. Das Sensorsignal ist dann schwer vorherzusagen. In jedem Fall wirkt sich die Belastung durch die Vorspannkraft stärker auf den Sensor aus, wenn dieser weiter im Schraubeninneren sitzt, so dass diese Belastung nicht vernachlässigt werden kann.

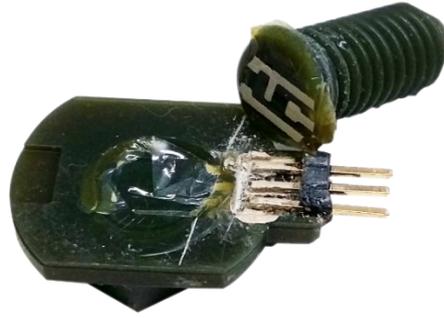


Abbildung 6.12: HTM140 M Schraube, die am Sensor abgesichert wurde . Der dehnungssensitive Sensor ist markiert. [92]

Als weiterer möglicher Grund, der den Unterschied im Signal erklären kann, kommt intrinsische Spannung im Material in Betracht. Die intrinsische Spannung, die beim Druckprozess durch Schrumpfung im Material entsteht, ist sehr wahrscheinlich materialabhängig. Wenn die Schrauben bereits intrinsisch vorgespannt sind, kann diese Vorspannung auch eine Dehnung des Sensors verursachen, die beim Festziehen zunächst abgebaut werden muss. Daher kann es beim Festziehen zu einem sinken des Widerstands kommen. Es konnte eine leichte Verschiebung des Grundwiderstands der Sensoren nach der Integration festgestellt werden, die diese These stützen könnte. Allerdings kann die Änderung des Grundwiderstands auch durch die Belichtung mit UV-Licht, den Kontakt mit dem flüssigen Ausgangsmaterial oder Temperatureinflüsse zu erklären sein.

Zusätzlich zum Unterschied des Vorzeichens, der nicht erwartet worden war, hat sich gezeigt, dass die Sensitivität der Schraube beim Festziehen ebenfalls materialabhängig ist. Dieses Verhalten war erwartet worden, da das HTM140 M Material wesentlich steifer als ABS Flex ist. Die gleiche Belastung erzeugt im ABS Flex also eine deutlich höhere Dehnung.

Der Unterschied im Abscherverhalten der Schrauben kann durch die unterschiedlich gute Haftung zwischen Sensor und Schraubenmaterial erklärt werden. Im ABS Flex, das nicht gut am Sensor haftet, entsteht durch den Sensor eine signifikante Schwächung der mechanischen Festigkeit, so dass die Schrauben aus ABS Flex dazu neigen, direkt am Sensor abzuscheren. Die deutlich bessere Haftung des HTM140 M am Sensor führt dazu, dass der Fremdkörpereffekt deutlich schwächer ausgeprägt ist und die Schrauben häufiger im Schaft abscheren.

Die berechneten Vorspannkräfte lassen sich gut mit denen von kommerziell erhältlichen Polyamid-Schrauben vergleichen. Schrauben aus HTM140 M scheren zwar schon bei geringen Lasten ab, dies war aber durch die Steifigkeit des Materials zu erwarten. ABS Flex Schrauben hingegen können womöglich sogar ähnliche Vorspannkräfte wie Polyamid-Schrauben aushalten. Es hat sich außerdem gezeigt, dass die Integration eines Sensors die Belastbarkeit der Schraube verringern kann.

7 Integration von Sensoren in Stahlwerkstoffe

Metalle sind die hauptsächlich genutzten Werkstoffe in vielen Bereichen der industriellen Fertigung. Insbesondere Stahl in all seinen Formen und Legierungen ist durch seine Vielfältigkeit und Anpassbarkeit an spezifische Anforderungen kaum durch andere Werkstoffe zu ersetzen. Die Fertigungstechnik kennt eine Vielzahl von Verfahren, um Werkstoffe zu bearbeiten. Sie sind in der DIN 8580 in sechs Hauptgruppen unterteilt. Die Einteilung orientiert sich dabei historisch bedingt maßgeblich an der Metallverarbeitung. Die Gruppen sowie eine Auswahl von Untergruppen für das „Trennen“ sind in Abbildung 7.1 dargestellt.

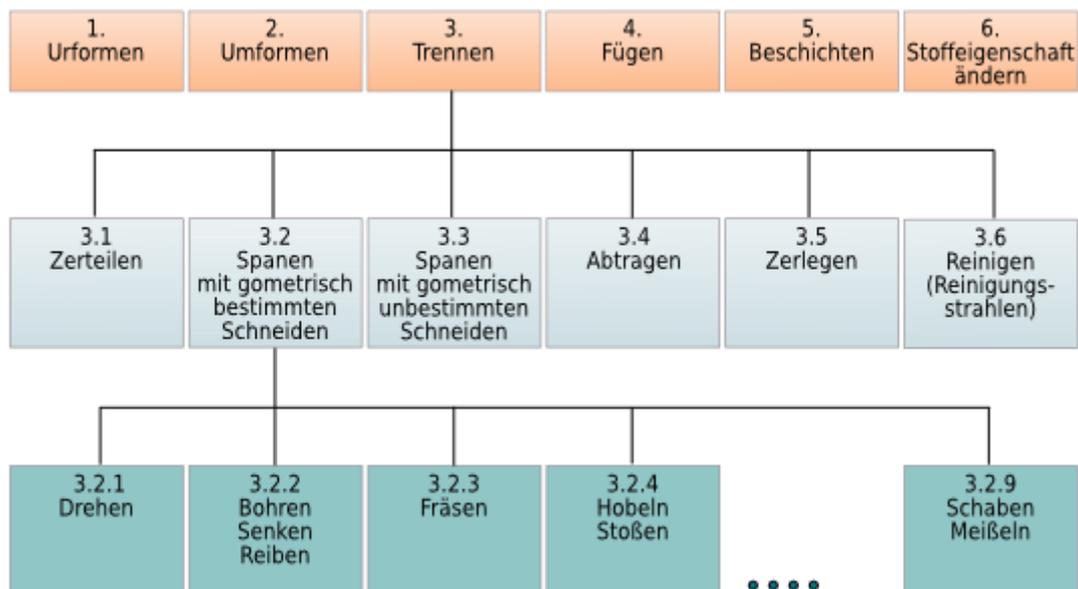


Abbildung 7.1: Einteilung der Fertigungsverfahren nach DIN 8580 [97]

Allen Fertigungsverfahren ist gemein, dass sie neben den hauptsächlich gewünschten immer auch weitere Materialmodifikationen hervorrufen. So entstehen etwa bei spanenden Verfahren neben dem beabsichtigten Materialabtrag auch durch Reibungswärme induzierte Veränderungen an der Oberfläche des bearbeiteten Materials. Solche zusätzlichen Modifikationen können einerseits zum Beispiel durch eine Kühlung während der Bearbeitung unterdrückt werden. Andererseits kann man durch geschickte Kombination von Werkstoff und Fertigungsverfahren die zusätzliche Modifikation gezielt ausnutzen. So kann beispielsweise die Reibungswärme bei spanenden Verfahren genutzt werden, um die Oberfläche eines Stahlwerkstücks während des Materialabtrags gezielt zu härten.

7.1 Das Konzept „Prozesssignatur“

Viele Fertigungsverfahren wie etwa Schleifen und Fräsen sind heutzutage sehr weit in der industriellen Fertigung verbreitet. Viele Aspekte dieser Verfahren sind bekannt und schon seit Jahrzehnten Gegenstand der Forschung. Viele Eigenschaften eines Werkstücks wie Form, Maßhaltigkeit oder Oberflächenrauheit lassen sich durch geeignete Verfahrenswahl und gezielte Einstellung der Prozessparameter präzise einstellen [98]. Die genauen Mechanismen der Werkstoffmodifikation im oberflächennahen Bereich während der Fertigung sind hingegen nur unzulänglich beschrieben. Auch

sind die Beanspruchungen, die den Umbildungsmechanismen zu Grunde liegen, oder zumindest ihre Größenordnung oft unbekannt. Oft fehlt es an einer systematischen Beschreibung des Verfahrens und an Kenntnissen über die genaue Wirkungsweise verschiedener Prozessparameter. Die Mechanismen selbst, die zu einer Werkstückmodifikation führen, sind zudem für viele Verfahren und Werkstoffe ebenfalls nur unzureichend erforscht. Fertigungsabläufe, die eine eingangs beschriebene, kombinierte Modifikation gezielt ausnutzen, sind sehr individuell und basieren heutzutage häufig auf Erfahrungen des Anwenders.

Die systematische Beschreibung von Verfahren, ihren Parametern, der resultierenden Modifikation des Werkstoffs und den hinter der Modifikation stehenden Mechanismen wird durch das Konzept der Prozesssignatur verfolgt. Ziel ist dabei, langfristig die funktionsorientierte Fertigung von Bauteilen zu ermöglichen. Vor allem geht es darum, oberflächennahe Eigenschaften eines Werkstücks bei der Bearbeitung gezielt einstellen zu können. Dazu sollen Fertigungsprozesse beanspruchungsorientiert ausgelegt werden. Das heißt, dass als Steuerparameter nicht mehr nur Maschinenstellgrößen, sondern direkt die aus diesen Größen resultierenden Werkstoffbeanspruchungen genutzt werden. So kann zum einen gezielt die aus der Beanspruchung resultierende Modifikation erzielt werden und zum anderen können verschiedene Fertigungsverfahren über den Abgleich der Beanspruchung miteinander verglichen werden. Dahinter steht die Idee, dass bei derselben Beanspruchung unterschiedliche Verfahren vergleichbare Modifikationen erzeugen. Abbildung 7.2 zeigt schematisch den Ablauf bei der Fertigung und die Bedeutung der Prozesssignatur.

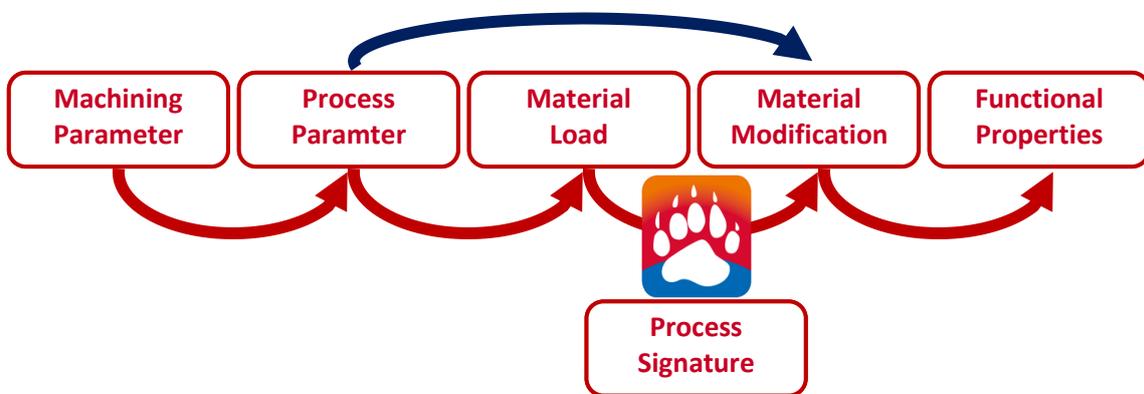


Abbildung 7.2: Konzept „Prozesssignatur“

Eine aktueller Untersuchungsgegenstand in den Fertigungswissenschaften ist die Dissipation von Energie während eines Prozesses und wie die dissipierte Energie die Oberflächeneigenschaften eines Werkstücks modifiziert [99, 100]. Aus Sicht der Messtechnik und Sensorik ist bei der Untersuchung verschiedener Fertigungsverfahren vor allem die genaue Bestimmung der Beanspruchung des Werkstücks, die aus der in das Werkstück eingebrachten Energie resultiert, bei der Bearbeitung von Interesse. Dabei geht es nicht nur um die präzise Quantifizierung, sondern auch um die exakte Verortung der Beanspruchung.

7.2 Beanspruchungsmessung in Fertigungsverfahren

Zwei besonders relevante Beanspruchungen in Fertigungsverfahren sind Dehnung und Temperatur. Es gibt bereits verschiedene Ansätze zur Messung dieser Größen während der Fertigung. Eine gängige Methode zur Bestimmung der Temperatur ist etwa die Integration eines kommerziellen Thermoelements in ein Werkstück [101–103]. Typischerweise wird dazu ein Loch in das Werkstück gebohrt und das Thermoelement in dieses eingesetzt. Diese Methode ist sehr einfach und erlaubt die Messung von Temperaturen in vielen Bereichen eines Werkstücks. Die Genauigkeit und das Zeitverhalten dieser Messmethode hängen allerdings stark von der thermischen Kopplung zwischen Thermoelement und Werkstück ab. In vielen Fällen behindert die Hausung des Thermoelements eine gute thermische Anbindung an das Werkstück. Oft ist daher mit dieser Methode nur ein Temperaturtrend im Werkstück zu erkennen und kurzzeitige Temperaturschwankungen etwa durch den Eingriff der einzelnen Schneidkanten beim Fräsen lassen sich nicht beobachten. Die genauen Prozesstemperaturen können so bestenfalls über ein Modell abgeleitet werden.

Die Messung von Dehnung in oberflächennahen Bereichen des Werkstücks während der Bearbeitung ist noch wesentlich herausfordernder als die Messung von Temperatur. Optische Methoden wie die Speckle-Interferometrie eignen sich etwa nur zur Beobachtung von Dehnung direkt auf Oberflächen [104]. Dehnungen im Material können zum Beispiel mittels Röntgendiffraktometrie ermittelt werden. Die Bestimmung ist hierbei aber mit einem sehr komplexen Versuchsaufbau verknüpft [105].

Im Rahmen dieser Arbeit wird das Konzept des intelligenten Werkstücks aus vorangegangenen Arbeiten [21] aufgegriffen, modifiziert und auf verschiedene Fertigungsverfahren angewandt, um Dehnung und Temperatur während der Fertigung zu messen. Je nach Fertigungsverfahren können bei der Bearbeitung ganz unterschiedliche Beanspruchungen einzeln oder kombiniert auftreten. Die im Folgenden vorgestellten Messsysteme kommen dazu beim Festwalzen und beim Flachsleifen zum Einsatz.

Das Festwalzen ist ein ausschließlich mechanischer Prozess. Das Werkstück wird beim Festwalzen mit einer Kugel oder einem Zylinder mit hohem Druck überrollt. Als Beanspruchung wird dadurch eine Dehnung im Bereich der Werkstückoberfläche erwartet. Die Oberfläche wird durch die Überrollung zusammengepresst und bei Überschreiten der Streckgrenze plastisch verformt. Die plastische Verformung führt zum Verbleib von Eigenspannungen an der Werkstückoberfläche, welche die mechanischen Eigenschaften des Werkstücks beeinflussen.

Die Beanspruchungslage beim Flachsleifen ist wesentlich komplexer als beim Festwalzen, da es sich hierbei um einen thermo-mechanischen Prozess handelt. Je nach genutzten Prozessparametern tritt also eine kombinierte Beanspruchung aus Dehnung und Temperatur auf. Vor allem durch die Variation der Kühlung kann der Fertigungsprozess thermisch oder mechanisch dominiert sein.

7.3 Integration von Sensoren in Werkstücke

Die Anlagen der Fertigungstechnik sind in der Regel zur Bearbeitung makroskopischer Werkstücke ausgelegt. Um diese Werkstücke mit Sensoren zur Beanspruchungsmessung auszustatten, kommen zwei Methoden in Frage. Zum einen können Sensoren oberflächlich auf einem Werkstück appliziert

werden. Alternativ können sensorische Inlays in das Werkstück eingebracht werden. Beide Methoden haben Vor- und Nachteile. So ist bei oberflächlicher Applikation auch nur die Messung von Beanspruchungen an der Oberfläche möglich. Außerdem kann der Sensor in der Regel nicht direkt am Ort des Werkzeugeingriffs platziert werden, da er dort im Prozess sofort zerstört oder den Prozess behindern würde. Die Applikation an der Oberfläche ist dafür im Allgemeinen technologisch recht einfach. So können sensitive Strukturen direkt auf dem Werkstück erzeugt werden oder als folienbasierte Sensoren auf das Werkstück aufgeklebt werden.

Um Sensoren im Werkstück zu integrieren, kommen zwei Ansätze in Betracht. Zum einen kann der Sensor bei der Herstellung des Werkstücks im Material eingebracht werden. Dies muss bei der Herstellung des Grundkörpers aus einer Schmelze passieren. In [106] ist ein geeigneter Sensor für die Integration in Aluminium-Gussteile beschrieben. Die genaue Lage des Sensors im fertigen Bauteil und auch die mechanische Einbindung des Sensors im Bauteil sind bei dieser Methode unklar und schwierig zu bestimmen. Außerdem ist das Verfahren für Stahlbauteile weniger gut geeignet, da Stahlschmelzen eine wesentlich höhere thermische Belastung für einen Sensor bedeuten und es kaum geeignete Sensormaterialien gibt, die diese Last aushalten. Methoden wie das selektive Laserschmelzen können hier die thermische Last bei der Integration deutlich verringern und die Integration von herkömmlichen Sensoren auch in Stahl ermöglichen [107].

Die zweite Methode zur Integration von Sensoren in Stahlwerkstücke ist das Fügen von sensorischen Inlays in dafür vorgesehene Bohrungen oder Nuten im Bauteil. Diese Methode wird hier angewendet. Die Sensoren werden dabei auf Stahlsubstraten hergestellt, die dem Gefügestand des Bauteils, in das sie integriert werden, entsprechen. Die Fügung zwischen sensorischem Inlay und Bauteil erfolgt durch eine Klebung mit geeignetem Klebstoff. Entsprechende Verfahren sind von Dumstorff in [46] erprobt und beschrieben worden. Beim Einkleben entsteht nur eine geringe thermische Belastung, so dass diverse Materialien und auch Polymere bei der Herstellung der Sensoren genutzt werden können. Außerdem kann die Lage des Inlays und somit auch der sensitiven Strukturen im fertigen Bauteil sehr präzise eingestellt werden. Dies ermöglicht die Bestimmung von Beanspruchungen in Produktionsprozessen mit guter Ortsauflösung. Nachteilig ist an dieser Methode der Einfluss der Fügenschicht auf das Verhalten des Bauteils. So werden durch die Fügenschicht etwa sowohl der thermische Energiefluss als auch der mechanische Kraftfluss im Bauteil verändert. Dumstorff hat bereits gezeigt, dass zumindest die Veränderung des thermischen Energieflusses durch Modellrechnungen bestimmt und eliminiert werden kann [46].

7.4 Beanspruchungsmessung beim Flachsleifen

Im Flachsleifprozess kommen die in 3.4.4 beschriebenen verschränkten Dehnungsmessstreifen zum Einsatz, um sowohl Dehnung als auch Temperatur erfassen zu können. Als Materialkombination wird Gold/Platin verwendet und die elektrische Kontaktierung erfolgt über Gold-Leiterbahnen. Eine Mikroskop-Aufnahme der DMS ist in Abbildung 7.3 zu sehen. Die Isolation der Sensoren gegenüber dem Stahlsubstrat erfolgt mit Polyimid.

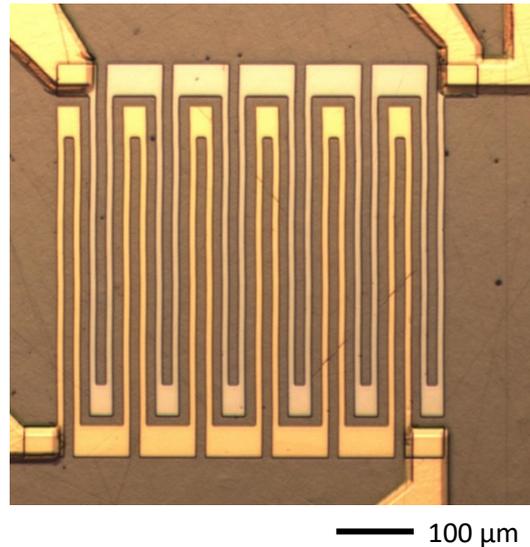


Abbildung 7.3: Zwei-Metall-DMS aus Platin und Gold auf Stahlsubstrat

Die Kontaktierung der Sensoren erfolgt über einen ZIF-Stecker, welcher mit dem leitfähigen Klebstoff Elecolit 414 auf die Leiterbahnen des Sensors geklebt wird. Die dabei entstehenden Kontaktwiderstände sind sehr gering und können daher vernachlässigt werden. Zum Schutz der Kontaktstellen und Leiterbahnen werden die offenliegenden Bereiche und Kontakte mit Schrumpfschlauch überzogen und mit Epoxidharzklebstoff versiegelt. Ein Kurzschluss durch Kühlschmierstoff oder beim Materialabtrag entstehende, leitfähige Späne wird so vermieden.

Die Aufnahme des Sensorsignals erfolgt über eine Adapterelektronik und ein National Instruments DAQ USB 6009 Analog-Digital-Wandler. Die Verschaltung ist in Abbildung 7.4 zu sehen.

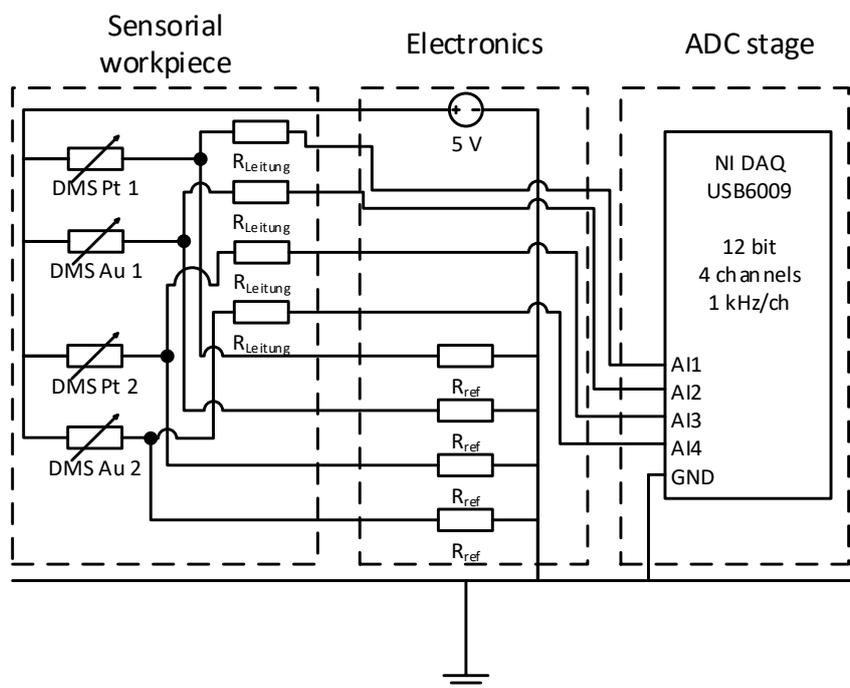


Abbildung 7.4: Messelektronik beim Flachscheifen

Auf der Adapterplatine befindet sich ein LT1763, der aus der Versorgung mit einer 9 V Batterie eine präzise, stabile Versorgungsspannung von 5 V erzeugt. Die einzelnen DMS sind mit einem fixen Referenzwiderstand zu einem Spannungsteiler verschaltet. Der Mittelabgriff des Spannungsteilers wird an einen analogen Spannungseingang des AD-Wandlers angeschlossen. Das Erdungspotential von Adapterplatine und AD-Wandler wird ebenfalls verbunden. Das digitale Spannungssignal wird über eine USB-Verbindung an einen Computer übertragen und dort gespeichert.

In Abbildung 7.5 ist ein geschliffenes Werkstück mit integriertem Sensor zu sehen. Der Schrumpfschlauch, der die Kontaktstelle schützt, ist gut zu erkennen. Die Nut im Werkstück ist ca. 10 mm breit. Die Dehnungsmessstreifen sind direkt im Zentrum der Nut platziert. Beim Schleifen wurde die im Werkstück entstehende Temperatur durch den Einsatz von Kühlschmierstoff stark begrenzt.

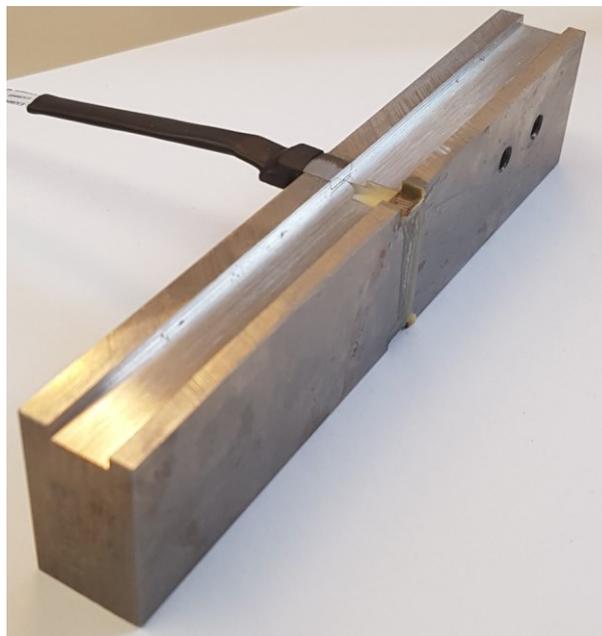


Abbildung 7.5: Geschliffenes Werkstück mit Sensor.

Abbildung 7.6 zeigt die Dehnung und die Temperatur während eines Überschliffs über das gesamte Werkstück während der Sensor in einer Tiefe von ca. 1,4 mm lag. Die Trennung von Dehnung und Temperatur aus dem Signal der beiden verschränkten DMS wurde nach (22) und (23) durchgeführt. Die aufgezeichneten Rohdaten wurden vor der Verarbeitung mit einem Butterworth-Filter mit einer Grenzfrequenz von 5 Hz gefiltert, da während des Schleifprozesses ein erhebliches Maß an Rauschen in das Signal eingekoppelt wurde. Als Quelle der Störungen werden die Motoren der Anlage sowie deren Elektronik vermutet.

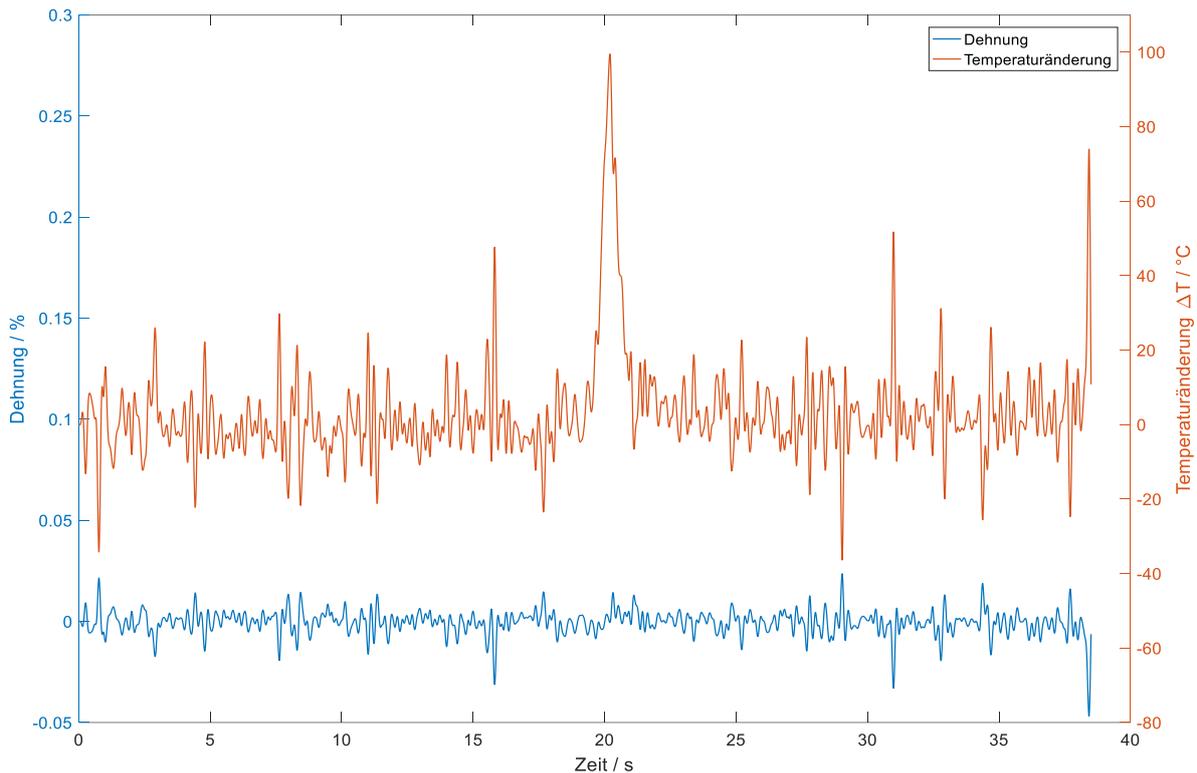


Abbildung 7.6: Dehnung und Temperaturänderung beim Flachsleifen 1,4 mm unter der Oberfläche.

Trotz der bereits starken nachträglichen Filterung ist ein starkes Rauschen vor allem im Kurvenverlauf der Temperatur zu erkennen. Dies lässt sich dadurch erklären, dass der Algorithmus zur Trennung von Dehnung und Temperatur ein geringes Restrauschen im Signal nicht auftrennen kann und die Sensitivität der DMS gegenüber Temperaturänderungen deutlich stärker ausfällt als gegenüber Dehnung. Grundsätzlich lässt sich allerdings festhalten, dass die Trennung von Dehnung und Temperatur in diesem Einsatzbereich gut funktioniert. Die rekonstruierte maximale Temperaturänderung von ca. 100°C liegt im Bereich der Erwartung durch die Fertigungstechnik. Auch ist 1,4 mm unterhalb der Oberfläche kein Auftreten von Dehnung beim Schleifen zu erwarten. Die gemessene Temperatur ist mit Messwerten aus früheren Arbeiten vergleichbar. In [21] wurde bei ähnlichen Versuchen eine Temperatur von bis zu 90°C gemessen. Der Unterschied zur in dieser Arbeit ermittelten Temperatur kann mit abweichenden Schleifparametern und einem veränderten Aufbau der sensorischen Inlays erklärt werden.

Beim Betrachten der Messwerte fällt auf, dass die Trennung zwischen Dehnung und Temperatur gut funktioniert. Im Messbereich 1,4 mm unterhalb der Werkstückoberfläche ist zwar keine durch mechanische Belastung verursachte Dehnung zu erwarten, dennoch sollte eine thermische Dehnung des Werkstücks auftreten, welche in den Messdaten allerdings nicht zu sehen ist. Zurückzuführen ist dies wohl auf die Funktionsweise der Algorithmus zur Trennung von Dehnung und Temperatur. Im Gleichungssystem wird bei der Berechnung der Dehnung lediglich eine Dehnung durch mechanische Belastung, nicht aber durch thermische Ausdehnung des Werkstücks berücksichtigt. Der Effekt thermischer Ausdehnung auf den Sensor wird durch die Vernachlässigung fälschlich in eine geringfügig zu hohe Temperatur einberechnet. Bei der Auswertung von Zwei-Metall-Dehnungsmessstreifen muss die thermische Ausdehnung in Zukunft gesondert berücksichtigt werden.

Während des Flachsleifens wurde leider ein frühzeitiger Ausfall der Sensoren beobachtet. Bereits nach einigen Überschliffen versagten die Sensoren, so dass keine Messwerte in der Nähe der Oberfläche gewonnen werden konnten. Der Grund des Ausfalls konnte nicht ermittelt werden. Da beim Ausfall eine Spannung von ca. 0 V gemessen wurde, ist davon auszugehen, dass die DMS oder Leiterbahnen mechanisch geschädigt wurden. Untersuchungen an den ZIF-Steckern zeigten, dass diese nicht als Ausfallursache in Betracht kommen. Die Ausfallanalyse der Beanspruchungsmessung beim Festwalzen in Kapitel 7.5 legt jedoch nahe, dass es zur Delamination des Polyimids vom Stahl kommt und die Sensoren dabei zerstört werden.

7.5 Beanspruchungsmessung beim Festwalzen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Festwalzversuche mit einem Kugel-Werkzeug durchgeführt. Der Festwalzprozess ist in Abbildung 7.7 illustriert. Eine Keramikugel wird dabei mittels hydraulischem Druck auf das Werkstück gepresst und abgerollt. Es entsteht eine von der Werkzeuggeometrie und der Druck abhängige Spur.

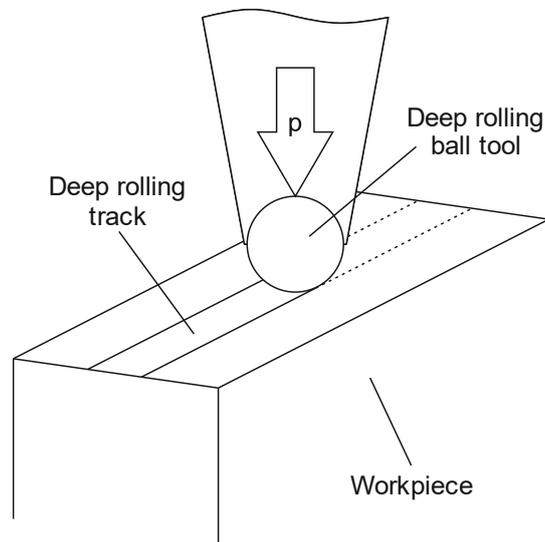


Abbildung 7.7: Festwalzprozess mit Kugel-Werkzeug.

Zur Herstellung der sensorischen Inlays kommt 42CrMo4 Stahl im gehärteten QT400 Zustand zum Einsatz. Zur Herstellung der Sensoren werden 2 mm Scheiben von gehärtetem Rundmaterial mit einer Dicke von 20 mm geschnitten und anschließend poliert. Der Aufbau der sensorischen Inlays beim Festwalzen ist in Abbildung 7.9 abgebildet. Zum Einsatz kommen zwei verschiedene Anordnungen von je 8 Dehnungsmessstreifen. Die horizontale Anordnung (links) erlaubt das Messen der Dehnung in Vorschubrichtung über die Spurbreite, wohingegen die vertikale Anordnung (rechts) das Messen in Vorschubrichtung an hintereinanderliegenden Stellen in der Mitte der Spur ermöglicht. Die DMS haben jeweils eine Fläche von $100 \times 100 \mu\text{m}^2$. Die Leiterbahnbreite ist $5 \mu\text{m}$. Die Wendungen der Mäander sind $20 \mu\text{m}$ breit um ihren Einfluss auf die Dehnungsmessung zu verringern. Alle DMS sind auf dem Inlay an einer Versorgungsleitung angeschlossen. Die andere Seite jedes DMS ist einzeln kontaktiert.

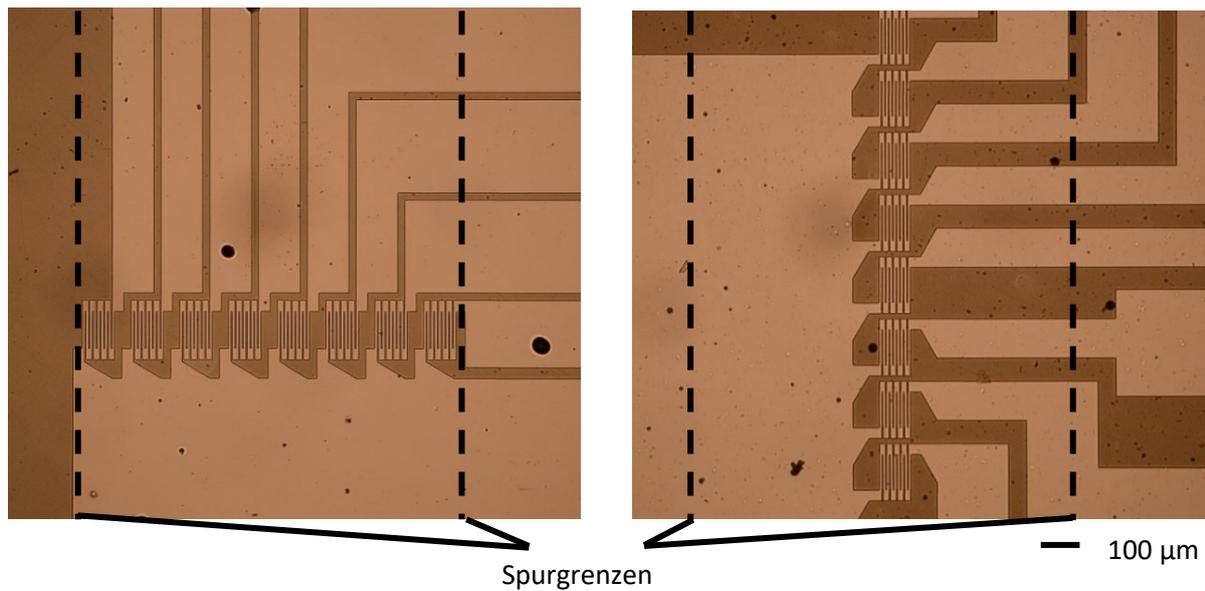


Abbildung 7.8: Sensoraufbau zum Festwalzen.

Die Werkstücke sind ebenfalls aus 42CrMo4 Stahl im QT400 Zustand gefertigt. Sie haben Abmessungen ($l \times h \times b$) von 140 mm x 30 mm x 18 mm. Auf der Oberseite sind 6 Nuten eingeschliffen, in die die Inlays mit der Unterseite nach oben geklebt werden. Die Inlays sind so dimensioniert, dass die Sensoren beim Anschlag des Inlays an einer Werkstückseite genau mittig auf der Breite des Werkstücks positioniert sind. Das fertige Werkstück ist in Abbildung 7.9 (links) zu sehen. Die Anschlussstecker an den Inlays werden mit Kabeln ausgestattet und mit Schumpfschlauch und Epoxidharz versiegelt. Abbildung 7.9 (rechts) zeigt Querschnitte durch die Inlays und das Werkstück. Da die Sensoren nach der Integration 2 mm unter der Oberfläche liegen und in dieser Tiefe keine Dehnung beim Festwalzen erwartet wird, werden die Werkstücke an der Oberseite abgeschliffen. Dadurch lässt sich der Abstand zwischen Oberfläche und Sensoren einstellen.

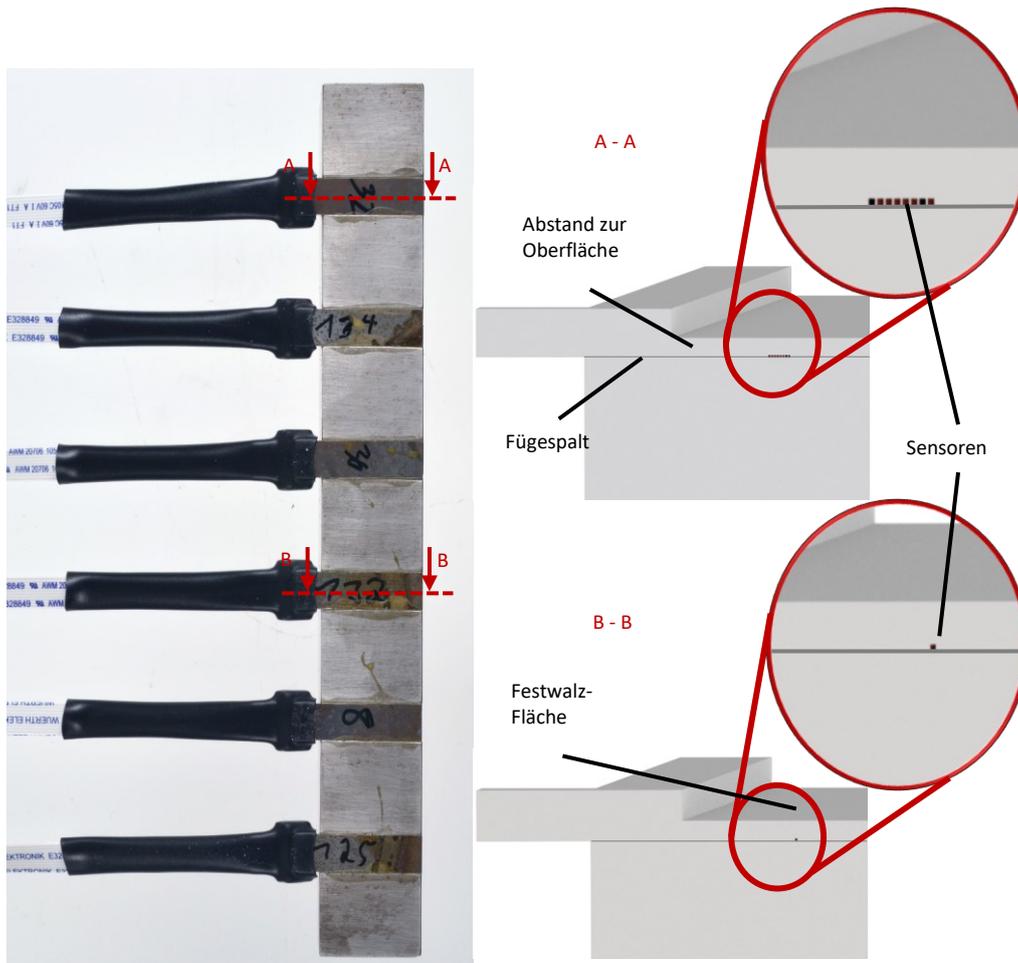


Abbildung 7.9: Aufbau des sensorischen Werkstücks beim Festwalzen.

Der Aufbau beim Festwalzen selbst ist in Abbildung 7.10 abgebildet. Der Festwalzprozess wird mit einem EcoRoll HG-13 Kugelwerkzeug auf einer Standard-CNC-Werkzeugmaschine durchgeführt. Durch die hydraulische Steuerung des Festwalzdrucks kommt es zum Austritt von Öl aus dem Werkzeug, welches auf das Werkstück und in den Maschinenraum fließt. Entsprechend müssen alle offenliegenden leitfähigen Teile der Inlays verkapselt werden. Die Messelektronik ist neben dem Schraubstock in einer öl-dichten Kiste installiert. Nach dem Festwalzen ist eine deutliche Spur auf der Oberfläche des Werkstücks zu sehen.

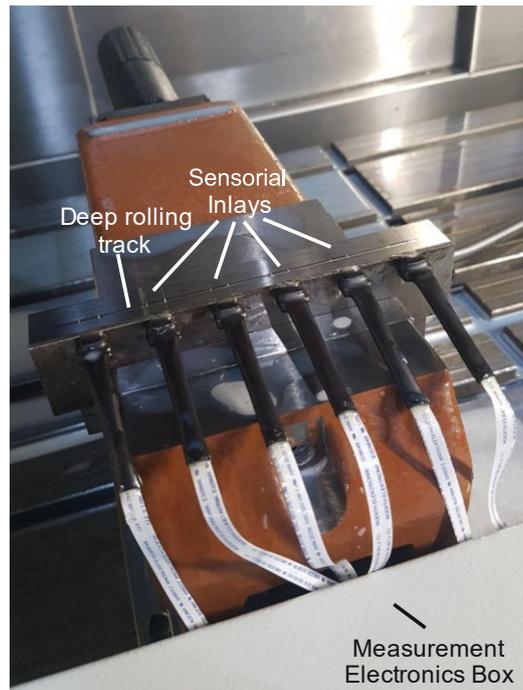


Abbildung 7.10: Versuchsaufbau beim Festwalzen.

Der Aufbau der Messelektronik ist in Abbildung 7.11 gezeigt. Jeder der 8 Dehnungsmessstreifen pro Inlay wird über die gemeinsame Versorgungsleitung mit 5 V Spannung versorgt. Jeder einzelne DMS wird mit einem weiteren Widerstand zu einem Spannungsteiler verbunden. Als Messsignal dient der Mittelabgriff des Spannungsteilers. Zur weiteren Verarbeitung des Signals wird zunächst ein Offset von 2,5 V vom Messsignal abgezogen und die Spannung anschließend 20-fach verstärkt. Die Analog-Digital-Wandlung erfolgt mit National Instruments DAQ USB6000 A/D-Wandlern. Diese bieten eine Auflösung von 12 bit und werden mit einer Abtastrate von 1 kHz pro Kanal betrieben.

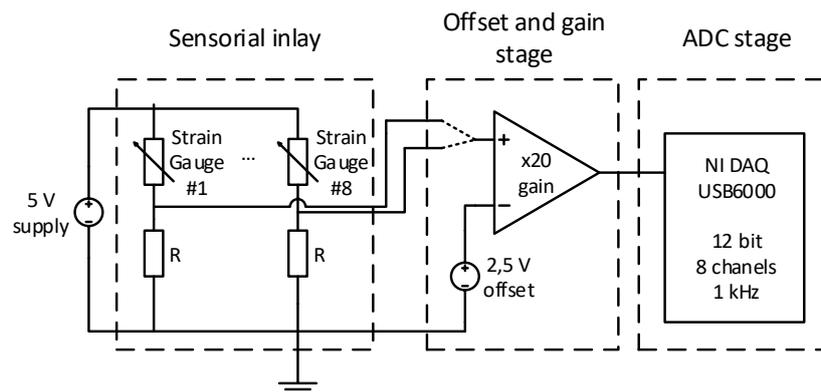


Abbildung 7.11: Messelektronik beim Festwalzen

Die in-situ Dehnungsmessung beim Festwalzen erfolgt mit einem Festwalzdruck von 400 bar bei Raumtemperatur. Temperatureinflüsse können vernachlässigt werden, da nicht zu erwarten ist, dass durch den Prozess eine Temperaturänderung auftritt. Die Dehnungsmessstreifen zeigen an unterschiedlichen Positionen qualitativ vergleichbare Signale. In Abbildung 7.12 ist die Dehnung in Walzrichtung ca. 200 μm unterhalb der Oberfläche und ca. 1,2 mm neben der Spurmitte gezeigt.

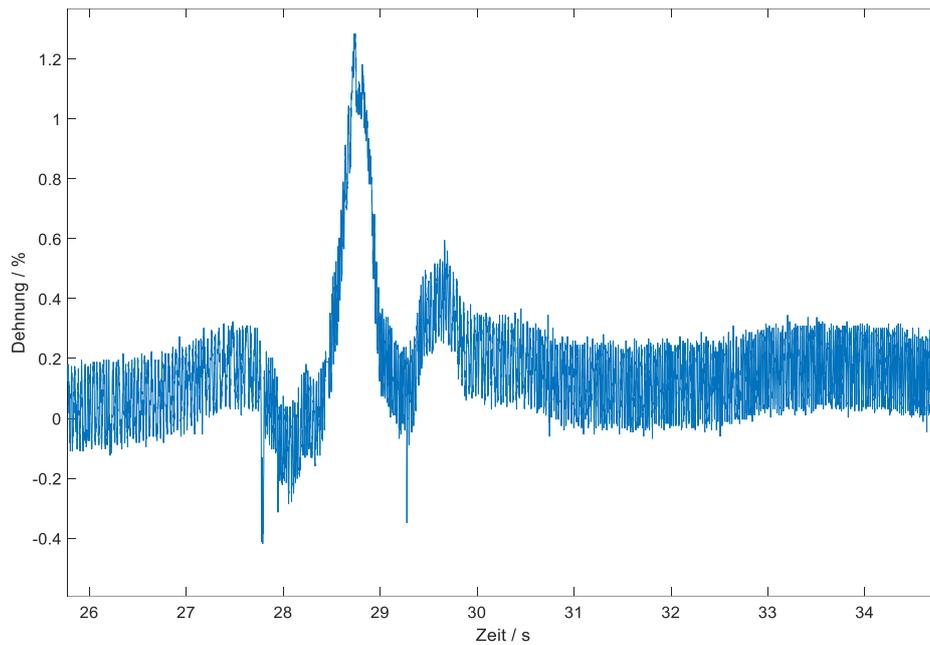


Abbildung 7.12: Dehnungsmessung beim Festwalzen. Dehnungsmessstreifen 200 μm unterhalb der Oberfläche und 1,2 mm neben Spurmitte.

Es ist zu sehen, dass der Festwalzprozess eine dynamische Dehnungsbeanspruchung ins Material einträgt. Deutlich zu erkennen ist das Dehnungsmaximum, welches genau dann auftritt, wenn das Werkzeug exakt über dem DMS ist. Vor Auftreten des Maximums kann eine Kompression beobachtet werden. Durch die Bewegung des Festwalzwerkzeugs schiebt dieses vermutlich ein kurzes Stauchungsfeld vor sich her. Das dynamische Verhalten nach dem Maximum kann nicht erklärt werden. Die gemessene Dehnung wird möglicherweise durch eine Verformung der Erdungsleiterbahn auf dem Inlay verursacht. Eine kleine plastische Verformung scheint nach dem Festwalzen zu verbleiben.

Abschließend lässt sich festhalten, dass die Methode zum Messen der Dehnung beim Festwalzen grundsätzlich funktioniert. Die Messmethode kann in Zukunft helfen, die Bildung von plastischer Verformung und Eigenspannungen im oberflächennahen Bereich eines Werkstücks zu untersuchen und zu verstehen.

Es werden in der Zukunft einige Aspekte der Messmethode zu verbessern sein. Die hauptsächliche Herausforderung ist die Minimierung des Verlusts von funktionsfähigen Sensoren während der Sensorherstellung und Werkstückpräparation. Abbildung 7.13 zeigt zum Beispiel ein Delaminationsproblem bei der Werkstückpräparation. Das Inlay hat sich hier großflächig vom Werkstück gelöst und wurde hochgebogen. Es ist zu sehen, dass Teile der Metallisierung des Sensors nicht mehr am Inlay sondern in der Fügenschicht haften. Dies betrifft große Teile der Leiterbahnen und alle Dehnungsmessgitter des Inlays. Auch Teile der Polyimidisolation haben sich vom Inlay gelöst. Die offenbar mangelhafte Haftung der auf dem Inlay aufgetragenen Materialien am Inlay kann auch eine mögliche Erklärung für die Abweichung der Dehnung zwischen Experiment und Simulation sein. Möglicherweise ist das experimentelle Ergebnis stark durch die Verformung der Fügenschicht dominiert, an der die Messgitter zumindest im vorliegenden Beispiel deutlich besser zu haften

scheinen als am eigentlichen Inlay. Die Delamination oder unterschiedlich starke Haftung kann in der Simulation nicht abgebildet werden.



Abbildung 7.13: Delaminierter Sensor nach der Werkstückpräparation zum Festwalzen.

Neben der Delamination stellt der vergleichsweise hohe Widerstand der Leiterbahnen auf dem Inlay ein Problem vermutlich ein Problem da. Insbesondere die gemeinsame Erdleitung der 8 Messgitter führt zu einer deutlichen Verschiebung des Messsignals. In Zukunft muss hier eine weitere, deutlich dickere Metallisierung verwendet werden, damit der Leitungswiderstand die Messung der Dehnung nicht beeinflusst.

8 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurden verschiedene Dehnungs- und Drucksensoren entwickelt und auf ihre Eignung zum materialintegrierten Messen untersucht. An verschiedenen Beispielen wurde anschließend der Einsatz geeigneter Sensoren und Messkonzepte gezeigt, um die Möglichkeiten des materialintegrierten Messens zu verdeutlichen.

8.1 Dehnungsmessstreifen zum materialintegrierten Messen

Die Anforderungen der Materialintegration an Sensoren sind durchaus hoch und mitunter schwierig zu erfüllen. Viele der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Sensoren sind nur bedingt oder gar nicht zur Materialintegration geeignet. Die Anforderungen des Integrationsprozesses sind dabei häufig ein Ausschlusskriterium.

Dehnungsmessstreifen sind sehr verlässlich in der Oberflächenapplikation und ihr einfacher Aufbau macht sie widerstandsfähig. Für die Materialintegration ist vor allem die Miniaturisierung von DMS wichtig, da die Größe eines integrierten Sensors maßgeblich für die Schädigung der strukturellen Integrität eines Bauteils ist. Im Rahmen dieser Arbeit lag ein Fokus daher auf der Untersuchung von miniaturisierten DMS. Metallische DMS konnten mit einer Messfläche von $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ erfolgreich hergestellt und eingesetzt werden.

Neben der Reduzierung des Wundeffekts steigt durch die Miniaturisierung auch die Ortsauflösung der Sensoren. Ein Ansatz zur weiteren Miniaturisierung von DMS ist die Nutzung von mittels ionenstrahl-induzierter Abscheidung hergestellter, leitfähiger Strukturen als Sensorelement. Es konnte gezeigt werden, dass solche Strukturen im Sub- μm -Bereich hergestellt werden können und sich zum Einsatz als DMS eignen. Die abgeschiedene Struktur besteht dabei aus einer isolierenden Kohlenstoffmatrix, in die nanoskalige Metallpartikel eingebettet sind. Die Leitfähigkeit entsteht durch den quantenmechanischen Tunneleffekt. Durch den Leitungsmechanismus kann bei dieser Art DMS eine deutlich höhere Dehnungssensitivität als bei metallischen DMS erreicht werden.

Zuletzt wurden Dehnungsmessstreifen auf Basis siebgedruckter Strukturen betrachtet. Die minimal erreichbaren Strukturgrößen sind hier deutlich größer als bei anderen DMS, allerdings ist die Herstellung sehr einfach und die erreichte Dehnungssensitivität kann auch hier gegenüber metallischen DMS deutlich besser sein. In der Anwendung hat sich jedoch auch gezeigt, dass diese DMS stark auf mehrachsige Beanspruchungen reagieren.

Insgesamt muss zu den im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Dehnungsmessstreifen festgehalten werden, dass sowohl Miniaturisierung als auch die Erhöhung der Sensitivität möglich sind. Gleichzeitig ist allen untersuchten DMS aber auch gemein, dass die Dehnungssensitivität stark schwankt und kaum präzise vorhergesagt werden kann. Außerdem zeigen erste Versuche auch, dass die thermische Stabilität sowohl bei metallischen als auch bei den weiteren untersuchten DMS fraglich ist. Bei allen DMS wurde eine Änderung des Grundwiderstands und teilweise auch eine Änderung der Dehnungssensitivität durch thermische Beanspruchung beobachtet. Diese Problematik ist in weiteren Arbeiten zu erforschen.

8.2 Drucksensoren zum materialintegrierten Messen

Die materialintegrierte Messung von Druck ist gegenüber der Messung von Dehnung wesentlich schwieriger. Klassische Silizium-Drucksensoren eignen sich in vielen Anwendungen nicht, da diese durch ihre vergleichsweise großen Abmessungen und ihre mechanische Steifigkeit zu einer hohen Schädigung der mechanischen Integrität von Bauteilen führen. Kleine, möglichst flexible Drucksensoren zu entwickeln ist daher die Voraussetzung zur materialintegrierten Druckmessung.

In dieser Arbeit wurden verschiedene Drucksensoren vorgestellt und untersucht, die sich vermeintlich zur materialintegrierten Druckmessung eignen könnten. Piezoelektrische Sensoren auf Basis einer PVDF-TrFE-Dünnschicht lassen sich leicht, dünn und flexibel herstellen. Es zeigte sich jedoch, dass die Sensoren bei Belastung nur kurzzeitig ein Signal liefern und danach die eingeprägte Polarisierung verloren geht. Dieses Problem kann möglicherweise durch eine verbesserte Polarisierung behoben werden. Allerdings sind die Sensoren auch sehr wenig stabil gegenüber thermischer Beanspruchung, so dass sie bei der Integration in ein Material in der Regel zerstört würden.

Ein ähnliches Bild wie bei piezoelektrischen PVDF-TrFE-Sensoren zeigt sich bei Drucksensoren auf Basis von organischen Feldeffekttransistoren mit dem organischen Halbleiter Pentacen. Die Sensoren sind gegenüber den piezoelektrischen Sensoren zwar über die Zeit stabil, werden jedoch auch schon bei geringer thermischer Beanspruchung zerstört. Die Integration in ein Material ist daher nicht möglich. Außerdem muss festgehalten werden, dass die Herstellung sehr aufwändig ist.

Vielversprechend haben sich Drucksensoren auf Basis von Komposit-Materialien gezeigt. Hierbei wird eine isolierende Matrix mit leitfähigen Partikeln gefüllt. Bei Druckbelastung wird der Abstand zwischen den Partikeln verändert, so dass eine messbare Widerstandsänderung auftritt. Diese Sensoren sind thermischer Belastung gegenüber wesentlich stabiler, sehr leicht herstellbar und durch die Variation der Matrix- und Füllstoffmaterialien können Eigenschaften gezielt eingestellt werden. Der im Rahmen dieser Arbeit genutzte Aufbau mit Interdigital-Elektroden hat allerdings den Nachteil, dass die Sensoren eine sehr starke Querempfindlichkeit gegenüber Dehnung aufweisen. Erste Versuche haben aber bereits gezeigt, dass durch eine andere Elektrodenanordnung und eine Ausrichtung der leitfähigen Partikel in der isolierenden Matrix die Querempfindlichkeit verringert werden kann.

8.3 Sensorintegration in Elastomerwerkstoffe

Schotzko hat bereits in der Vergangenheit gezeigt, dass das Signal eines integrierten Dehnungsmessstreifens während der Alterung einer Dichtung abnimmt und als Zustandsindikator genutzt werden könnte. In dieser Arbeit wurde das Konzept von Schotzko um eine simulativ gestützte Interpretation der experimentellen Messwerte erweitert. So konnte mittels eines Spannungsrelaxationsmodells das Sensorsignal während der Alterung nachmodelliert werden. Aus dem so erzeugten Modell lassen sich weitere Rückschlüsse auf die verbleibende Dichtfähigkeit einer Dichtung gewinnen. Es konnte so gezeigt werden, dass der Kontaktdruck zwischen Dichtung und Kompressionsoberfläche annähernd proportional zum Signal des DMS abnimmt. Im Gegensatz zur vorherigen Annahme, dass die Messung der Dehnung im Querschnitt nicht als direkter Zustandsindikator herangezogen werden kann, kann die Dehnung jetzt sehr wohl als direkter Indikator für den verbleibenden Kontaktdruck und damit die Dichtfähigkeit der Dichtung herangezogen werden.

Hierbei ist allerdings einschränkend festzuhalten, dass die nur unter der Annahme einer homogenen Spannungsrelaxation im gesamten Querschnitt der Dichtung möglich ist.

In der Zukunft gilt es zu klären, wie die Alterung einer Dichtung ortsabhängig verläuft. Es kann vermutet werden, dass es durch eine diffusionsbeschränkte Oxidierung zu unterschiedlichen Alterungseffekten am Rand und im Inneren des Dichtungsquerschnitts kommen kann. Dies zu beschreiben erfordert eine umfangreiche Charakterisierung der Dichtungsmaterialien. Hierbei wird es wichtig sein, dass die Charakterisierung nicht an Normproben sondern an tatsächlich genutzten Dichtungsgeometrien vollzogen wird. Die Übertragbarkeit von Normkennwerten ist durch die geometrieabhängige Alterung nur begrenzt geeignet, um die Alterung einer Dichtung zu beschreiben. Mit den Erkenntnissen einer erweiterten Materialcharakterisierung und -modellierung muss das Messsignal eines integrierten Sensors erneut abgeglichen werden, um die These eines direkten Zusammenhangs zwischen Dehnung und Zustand zu bestätigen oder zu verwerfen.

Außerdem wird es auch in Zukunft weiter von Interesse sein, einen zur Integration in eine Dichtung geeigneten Drucksensor zu entwickeln. Im Rahmen dieser Arbeit konnten erste Ergebnisse zu Kompositdrucksensoren gezeigt werden, die den Einsatz solcher Sensoren nach weiterer Modifizierung zumindest möglich erscheinen lassen. Von Besonderem Interesse könnten hier Kompositsensoren sein, die anisotrop, also nur in Richtung der Kompressionskraft auf die Dichtung, drucksensitiv sind und keine oder nur eine äußerst geringe Querempfindlichkeit gegenüber Dehnung zeigen.

Abschließend kann auch eine Übertragung des Messkonzepts in Dichtungen auf andere Elastomerbauteile erfolgen. Von Interesse können hier etwa Elastomerlager oder –walzen bis hin zu Reifen sein, die einer ähnlichen Belastung wie Dichtungen ausgesetzt sind.

8.4 Sensorintegration in der additiven Fertigung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Konzept einer intelligenten, additiv gefertigten Schraube als Beispiel für die Integration von Sensoren in additive gefertigte Bauteile vorgestellt. Es konnte gezeigt werden, dass die Integration im 3D-Druck-Prozess vergleichsweise einfach durch Pausieren des Prozesses möglich ist und die Anforderungen des Integrationsprozesses an den Sensor relativ gering sind. Anhand der intelligenten Schraube konnte gezeigt werden, dass die Sensoren nach der Integration funktionsfähig waren und durch eine geschickte Platzierung im Bauteil in der Lage waren, ein Signal zu erzeugen, welches mit dem Drehmoment beim Anziehen der Schraube korreliert. Es wurde festgestellt, dass es durch die Wahl des Druckmaterials zu erheblichen Unterschieden im Signal des Sensors kommen kann. Ebenfalls beeinflusst die Materialwahl deutlich den Wundeffekt, den ein Sensor im Bauteil verursacht. Entscheidend ist hierbei vermutlich die Haftung zwischen Sensoroberfläche und umgebendem Material.

Die aus ABS Flex hergestellten Schrauben mit integriertem Sensor können eine mit herkömmlichen Polyamid-Schrauben vergleichbare Festigkeit zeigen. Die Herstellung intelligenter Polymerbauteile im 3D-Druck ist als durchaus ohne Einbußen bei der mechanischen Stabilität denkbar. Die Übertragung des Integrationsprozesses auf andere Bauteile und der Einsatz verschiedener Sensoren scheint in Zukunft realisierbar. Außerdem ist die Integration von Sensoren in nicht-polymere Materialien wie

etwa Metalle oder Keramiken und entsprechend auch in anderen additiven Fertigungsverfahren wie Selective Laser Melting oder Selective Laser Sintering denkbar.

8.5 Sensorintegration in Stahlwerkstücke

Das Konzept der Integration sensorischer Inlays in Stahlwerkstücke zur Untersuchung von Beanspruchungen in Fertigungsverfahren wurde im Rahmen dieser Arbeit aufgegriffen und in verschiedenen Aspekten modifiziert und angewendet. Zum einen wurde mit dem Festwalzen ein weiterer Prozess mit sensorischen Werkstücken untersucht und zum anderen konnte beim Schleifen durch den Einsatz von 2-Metall-Dehnungsmessstreifen ein erster Erfolg bei der Trennung der Beanspruchungen Dehnung und Temperatur erzielt werden.

Bei der Herstellung der sensorischen Inlays wurde entgegen vorangegangener Arbeiten eine weitere Miniaturisierung vorgenommen und die Isolation des Stahlsubstrats durch eine Polyimid-Schicht eingeführt. Dies führte zu einer drastischen Erhöhung der Ausbeute an funktionsfähigen Sensoren, die zur Erlangung einer statistischen Messsicherheit durch mehrfache Durchführung einzelner Versuche notwendig ist. Die Isolation mit Polyimid stellte sich in der Anwendung jedoch auch als großes Problem heraus, da es an der Polyimidoberfläche auf Grund von schlechter Haftung zur Delamination der Isolationsschicht vom Inlay kam. Es muss im Weiteren die Entwicklung einer funktionsfähigen Dünnschicht zur Isolation fokussiert werden, die eine bessere Haftung aufweist. Versuche mit verschiedenen gesputterten Metalloxid-Schichten zeigten bisher schlechte Ergebnisse. Eine Optimierung der Sputterprozesse oder die Nutzung von Sandwich-Schichtaufbauten aus verschiedenen Metalloxiden können hier aber möglicherweise Abhilfe schaffen.

Die Messdaten aus Anwendungsversuchen müssen im nächsten Schritt mit Ergebnissen aus Modellrechnungen verglichen werden. Erste Vergleiche zeigen zumindest eine qualitative Ähnlichkeit der Beanspruchungsverläufe. Ein qualitativer Vergleich fällt indes wegen des hohen Kalibrierfehlers der Sensoren und des unklaren Einflusses der Fügenschicht schwer. Zudem ist unklar, wie die Sensoren auf mehrachsige Beanspruchungen, wie sie etwa beim Festwalzen auftreten, reagieren.

8.6 Fazit

Das materialintegrierte Messen von mechanischen Größen bietet in diversen Anwendungen die Möglichkeit, die Beanspruchung von Bauteilen und deren Reaktion darauf in relevanten Bereichen innerhalb des Materials zu erfassen. Gegenüber der Erfassung von oberflächlichen Beanspruchungen besteht der Vorteil, dass keine aufwändige Berechnung des inneren Bauteilzustands notwendig ist. Dieser Zustand wird direkt erfasst. Zudem sind die Sensoren durch die Integration weitgehend gegen Beschädigungen und äußere Einflüsse geschützt.

Nachteilig beim materialintegrierten Messen sind vor allem die oft unklaren Einflüsse von Fügenschichten, die zur Einbindung des Sensors häufig notwendig sind, und der Effekt des Sensors auf die strukturelle Integrität von Bauteilen. Zudem kommt es im Inneren von Bauteilen in der Regel zu mehrachsigen Beanspruchungen, deren Einfluss auf das Sensorsignal nur unzureichend bestimmt ist. Besonders am Anwendungsbeispiel der „intelligenten“ Schraube hat sich im Rahmen dieser Arbeit gezeigt, wie eine mehrachsige Beanspruchung ein völlig unerwartetes Signal hervorbringen kann.

9 Literaturverzeichnis

- [1] G. Dumstorff, S. Paul, und W. Lang, "Integration Without Disruption: The Basic Challenge of Sensor Integration," *IEEE Sensors J.*, vol. 14, no. 7, pp. 2102–2111, 2014.
- [2] T. Schotzko, "Sensor Integration in Silicone and Rubber Gaskets for Structural Health Monitoring (SHM)," Dissertation, Verlag Dr. Hut.
- [3] L. Körtvélyessy, *Thermoelement-Praxis: Neue theoretische Grundlagen und deren Umsetzung*, 3rd ed. Essen: Vulkan-Verl., 1998.
- [4] L. Terrei *et al.*, "In-depth wood temperature measurement using embedded thin wire thermocouples in cone calorimeter tests," *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 162, p. 106686, 2021.
- [5] C. K. Leung, N. Elvin, N. Olson, T. F. Morse, und Y.-F. He, "A novel distributed optical crack sensor for concrete structures," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 65, no. 2-3, pp. 133–148, 2000.
- [6] H. Wang and P. Xiang, "Strain transfer analysis of optical fiber based sensors embedded in an asphalt pavement structure," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 27, no. 7, p. 75106, 2016.
- [7] V. Giurgiutiu, "Structural health monitoring (SHM) of aerospace composites," in *Polymer Composites in the Aerospace Industry*: Elsevier, 2020, pp. 491–558.
- [8] V. Dewynter-Marty *et al.*, "Embedded Fiber Bragg Grating Sensors for Industrial Composite Cure Monitoring," *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, vol. 9, no. 10, pp. 785–787, 1998.
- [9] A. S. Crasto, R. Y. Kim, und J. D. Russell, "In situ monitoring of residual strain development during composite cure," *Polym. Compos.*, vol. 23, no. 3, pp. 454–463, 2002.
- [10] J.-Y. Chen, S. V. Hoa, C.-K. Jen, und H. Wang, "Fiber-Optic and Ultrasonic Measurements for In-Situ Cure Monitoring of Graphite/Epoxy Composites," *Journal of Composite Materials*, vol. 33, no. 20, pp. 1860–1881, 1999.
- [11] J. S. Kim and D. G. Lee, "Measurement of the Degree of Cure of Carbon Fiber Epoxy Composite Materials," *Journal of Composite Materials*, vol. 30, no. 13, pp. 1436–1457, 1996.
- [12] M. Hübner, "Überwachung von Faserverbundwerkstoffen mit miniaturisierten flexiblen Interdigital Sensoren," Dissertation, IMSAS, Universität Bremen, Bremen, 2019.
- [13] J. L. Abot, M. J. Schulz, Y. Song, S. Medikonda, und N. Rooy, "Novel distributed strain sensing in polymeric materials," *Smart Mater. Struct.*, vol. 19, no. 8, p. 85007, 2010.
- [14] J. C. Yeo *et al.*, "Flexible and Stretchable Strain Sensing Actuator for Wearable Soft Robotic Applications," *Adv. Mater. Technol.*, vol. 1, no. 3, p. 1600018, 2016.
- [15] X. Li, H. Hu, T. Hua, B. Xu, und S. Jiang, "Wearable strain sensing textile based on one-dimensional stretchable and weavable yarn sensors," *Nano Res.*, vol. 11, no. 11, pp. 5799–5811, 2018.
- [16] A. Ibragimov, H. Pleteit, C. Pille, und W. Lang, "A Thermoelectric Energy Harvester Directly Embedded Into Casted Aluminum," *IEEE Electron Device Lett.*, vol. 33, no. 2, pp. 233–235, 2012.
- [17] A. Klassen *et al.*, "Influence of the fabrication process on the functionality of piezoceramic patch transducers embedded in aluminum die castings," *Smart Mater. Struct.*, vol. 21, no. 11, p. 115014, 2012.

-
- [18] R. Tiedemann, M. Fischer, M. Busse, und W. Lang, "Integrating sensors in castings made of aluminum – new approaches for direct sensor integration in gravity die casting," *Procedia Manufacturing*, vol. 24, pp. 179–184, 2018.
- [19] D. Klaas, R. Ottermann, F. Dencker, und M. C. Wurz, "Development, Characterisation and High-Temperature Suitability of Thin-Film Strain Gauges Directly Deposited with a New Sputter Coating System," (eng), *Sensors (Basel, Switzerland)*, vol. 20, no. 11, 2020.
- [20] H. V. Lima, A. F. Campidelli, A. A. Maia, und A. M. Abrão, "Temperature assessment when milling AISI D2 cold work die steel using tool-chip thermocouple, implanted thermocouple and finite element simulation," *Applied Thermal Engineering*, vol. 143, pp. 532–541, 2018.
- [21] G. Dumstorff *et al.*, "Steel integrated thin film sensors for characterizing grinding processes," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 242, pp. 203–209, 2016.
- [22] M. Reimers *et al.*, "Steel Integrated IR Thermopile Array for Characterizing Grinding Processes," *Procedia Engineering*, vol. 168, pp. 1568–1572, 2016.
- [23] *Experimentelle Strukturanalyse - Dehnungsmessstreifen mit metallischem Messgitter - Kenngrößen und Prüfbedingungen*, VDI/VDE 2635-1, 2015.
- [24] *Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur*, 6892-1:2017-02.
- [25] R. Gomeringer *et al.*, *Tabellenbuch Metall: Mit Formelsammlung*, 47th ed. Haan-Gruiten: Verlag Europa Lehrmittel - Nourney Vollmer GmbH & Co. KG, 2017.
- [26] S. Keil, *Dehnungsmessstreifen*. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2017.
- [27] S. Fricke, A. Friedberger, G. Mueller, H. Seidel, und U. Schmid, "Strain gauge factor and TCR of sputter deposited Pt thin films up to 850°C," in *2008 IEEE Sensors*, Lecce, Italy, Oct. 2008 - Oct. 2008, pp. 1532–1535.
- [28] P. Schmid, C. Zarfl, G. Balogh, und U. Schmid, "Gauge Factor of Titanium/Platinum Thin Films up to 350°C," *Procedia Engineering*, vol. 87, pp. 172–175, 2014.
- [29] W. Chen, W. Chen, B. Zhang, S. Yang, und C.-Y. Liu, "Thermal imidization process of polyimide film: Interplay between solvent evaporation and imidization," *Polymer*, vol. 109, pp. 205–215, 2017.
- [30] UBE Europe GmbH Performance Materials Department, *U-VARNISH-S,-A Datenblatt*.
- [31] P. W. Bridgman, "The Effect of Homogeneous Mechanical Stress on the Electrical Resistance of Crystals," *Phys. Rev.*, vol. 42, no. 6, pp. 858–863, 1932.
- [32] P. W. Bridgman, "Compressibilities and Pressure Coefficients of Resistance of Elements, Compounds, and Alloys, Many of Them Anomalous," *Proceedings of the American Academy of Arts and Sciences*, vol. 68, no. 2, p. 27, 1933.
- [33] A. A. Cottey, "The electrical conductivity of thin metal films with very smooth surfaces," *Thin Solid Films*, vol. 1, no. 4, pp. 297–307, 1968.
- [34] C. Reale, "Size effect on the electrical conductivity and longitudinal gauge factor of thin metal films," *Czech J Phys*, vol. 21, no. 6, pp. 662–672, 1971.
- [35] Y. Zhai *et al.*, "Study on the Resistance Characteristic of Pt Thin Film," *Physics Procedia*, vol. 32, pp. 772–778, 2012.
- [36] R. Bertodo, "Development of High-Temperature Strain Gauges," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, no. 173, pp. 605–622, 1959.
-

- [37] C. Rohrbach, *Handbuch für experimentelle Spannungsanalyse*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1989.
- [38] C. A. Sciammarella and F. M. Sciammarella, *Experimental Mechanics of Solids*. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2012.
- [39] Wikipedia, *Temperaturkoeffizient - Wikipedia*. [Online] Available: <https://de.wikipedia.org/wiki/Temperaturkoeffizient>. Accessed on: Sep. 11 2020.
- [40] C. Vick, *Dampf-Drähte Überblick: TCR, Ohm, Trägheit, AWG / GA*. [Online] Available: <https://www.wolke101.de/drahtsorten/>. Accessed on: Sep. 11 2020.
- [41] PGM Database, *Platinum - 5.00% Iridium*. [Online] Available: <http://www.pgmdatabase.com/jmpgm/data/datasheet.do;jsessionid=B29DB02CE329C64EF33BAB5F8E6A2D25?record=1178>. Accessed on: Sep. 11 2020.
- [42] PGM Database, *Platinum - 8.00% Tungsten*. [Online] Available: <http://www.pgmdatabase.com/jmpgm/data/datasheet.do?record=1205>. Accessed on: Sep. 11 2020.
- [43] R. Fauzan, "Simultaneous Measurement of Strain and Temperature in a Gasket for Condition Monitoring," Masterarbeit, Hochschule Bremen, Bremen, 2019.
- [44] P. Basu, "Gauge Factor Determination and Low-Temperature Annealing Behaviour of Strain Gauge Sensors," Master-Projektarbeit, IMSAS, Universität Bremen, Bremen, 2020.
- [45] M. Sarma, *Development of Thin Film Sensors for Embedding in Steel to Characterize Mechanical Grinding*. Masterarbeit. Bremen: Universität Bremen, 2014.
- [46] G. Dumstorff, "Modellierung und experimentelle Untersuchung von materialintegrierten Sensoren," Dissertation.
- [47] J. K. Sell *et al.*, "Nested, meander shaped strain gauges for temperature compensated strain measurement," in *2017 IEEE SENSORS*, Glasgow, Oct. 2017 - Nov. 2017, pp. 1–3.
- [48] S. Stade, "Charakterisierung eines Messsystems zum Einsatz in Zerspanungsprozessen," Bachelorarbeit, IMSAS, Universität Bremen, Bremen, 2019.
- [49] A. A. Barlian, W.-T. Park, J. R. Mallon, A. J. Rastegar, und B. L. Pruitt, "Review: Semiconductor Piezoresistance for Microsystems," (eng), *Proceedings of the IEEE. Institute of Electrical and Electronics Engineers*, vol. 97, no. 3, pp. 513–552, 2009.
- [50] C. H. Schwalb *et al.*, "A tunable strain sensor using nanogranular metals," (eng), *Sensors (Basel, Switzerland)*, vol. 10, no. 11, pp. 9847–9856, 2010.
- [51] Ch. H. Schwalb, A. Kaya, M. Huth, and F. Völkle, Eds., *4.1.1 New pathways for pressure and force sensor systems – Strain sensing with nanogranular metals*. AMA Service GmbH, P.O. Box 2352, 31506 Wunstorf, Germany, 2012.
- [52] D. Vollberg *et al.*, "Hochempfindliche Folien-Dehnungsmessstreifen auf dem Weg zur technologischen Reife," *tm - Technisches Messen*, vol. 82, no. 10, 2015.
- [53] J. M. de Teresa *et al.*, "Origin of the Difference in the Resistivity of As-Grown Focused-Ion- and Focused-Electron-Beam-Induced Pt Nanodeposits," *Journal of Nanomaterials*, vol. 2009, no. 8, pp. 1–11, 2009.
- [54] D. Gräbner, E.-M. Meyer, und W. Lang, "Foil-based strain gauges with nanogranular platinum structures for the integration in elastomer gaskets," in *2016 IEEE SENSORS*, Orlando, FL, USA, Oct. 2016 - Nov. 2016, pp. 1–3.

-
- [55] W. Zhou and Z. L. Wang, *Scanning microscopy for nanotechnology: Techniques and applications*. New York, London: Springer, 2010.
- [56] S. Reyntjens and R. Puers, "A review of focused ion beam applications in microsystem technology," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, no. 11, pp. 287–300, 2001.
- [57] H. Bender, "Abscheidung von Nanogranularen Platin und Nanogranularen Gold Strukturen mittels Ionenstrahlabscheidung als sensitives Element für Dehnungsmessstreifen," Masterarbeit, Hochschule Kaiserslautern, Zweibrücken, 2017.
- [58] *DIN EN ISO 6892-1:2017-02, Metallische Werkstoffe_ - Zugversuch_ - Teil_1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur (ISO_6892-1:2016); Deutsche Fassung EN_ISO_6892-1:2016*.
- [59] *DIN 50125:2016-12, Prüfung metallischer Werkstoffe_ - Zugproben*.
- [60] M. Xu, "Herstellung und Charakterisierung im Siebdruckverfahren hergestellter Dehnungsmessstreifen auf Stahlbauteilen," Bachelorarbeit, IMSAS, Universität Bremen, Bremen, 2017.
- [61] M. J. Bowden, "Polymers for Electronic and Photonic Applications," in *Advances in Chemistry, Electronic and Photonic Applications of Polymers*, M. J. Bowden and S. R. Turner, Eds., Washington, DC: American Chemical Society, 1988, pp. 1–73.
- [62] L. Torrisi and R. Percolla, "Ion beam processing of polyvinylidene fluoride," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 117, no. 4, pp. 387–391, 1996.
- [63] I. Katsouras *et al.*, "The negative piezoelectric effect of the ferroelectric polymer poly(vinylidene fluoride)," (eng), *Nature materials*, vol. 15, no. 1, pp. 78–84, 2016.
- [64] D. Mao, B. E., und M. A., "Ferroelectric Properties and Polarization Switching Kinetic of Poly (vinylidene fluoride-trifluoroethylene) Copolymer," in *Ferroelectrics - Physical Effects*, M. Lallart, Ed.: InTech, 2011.
- [65] M. Moniri, "Fabrication of PVDF-TrFE thin film for improvement of OFET pressure sensor," Masterarbeit, IMSAS, Universität Bremen, Bremen, 2017.
- [66] P. Raja, "Fabrication of Pressure Sensitive Organic Field Effect Transistors," Masterarbeit, Hochschule Bremen, Bremen, 2016.
- [67] I. Manunza, A. Sulis, und A. Bonfiglio, "Pressure sensing by flexible, organic, field effect transistors," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 89, no. 14, p. 143502, 2006.
- [68] Wikipedia, *Pentacen - Wikipedia*. [Online] Available: <https://de.wikipedia.org/wiki/Pentacen>. Accessed on: Feb. 26 2021.
- [69] O. D. Jurchescu, J. Baas, und T. T. M. Palstra, "Effect of impurities on the mobility of single crystal pentacene," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 84, no. 16, pp. 3061–3063, 2004.
- [70] M. Levinshtein, S. Rumyantsev, und M. Shur, *Handbook Series on Semiconductor Parameters: Volume 1: Si, Ge, C (Diamond), GaAs, GaP, GaSb, InAs, InP, InSb*: WORLD SCIENTIFIC, 1996.
- [71] R. T. Tung, "The physics and chemistry of the Schottky barrier height," *Applied Physics Reviews*, no. 1, p. 11304, 2014.
- [72] Interlink Electronics, *FSR 400 Datenblatt*.
- [73] S. Stolz, "Siebdruck von elektrisch leitfähigen Keramiken zur Entwicklung heizbarer keramischer Mikrokomponenten," Freiburg (Breisgau), Univ., Diss., 2003.

- [74] J. Zhang, Y. Chen, und M. A. Brook, "Facile functionalization of PDMS elastomer surfaces using thiol-ene click chemistry," (eng), *Langmuir : the ACS journal of surfaces and colloids*, vol. 29, no. 40, pp. 12432–12442, 2013.
- [75] Wikipedia, *Polydimethylsiloxane - Wikipedia*. [Online] Available: <https://en.wikipedia.org/wiki/Polydimethylsiloxane>. Accessed on: Sep. 11 2020.
- [76] F. Kremer, "Verfahren zur Feststellung wenigstens eines Zustandsparameters eines Dichtungssystems sowie Dichtungssystem," DE10305110B3, Deutschland, Aug 19, 2004.
- [77] K. Kutzke, *Dichtheitsprüfungen und Lecksuche mit dem Helium-Leckdetektor: Ein Leitfaden zum praktischen Einsatz bei der Qualitätssicherung und Wartung ; mit 3 Tabellen*. Renningen-Malmsheim: expert-Verl., 1998.
- [78] Freudenberg Simrit KG, "Integral sensors in Freudenberg Simrit shaft seals detect leakage," *Sealing Technology*, vol. 2003, no. 7, p. 1, 2003.
- [79] Freudenberg Dichtungs- und Schwingungstechnik, "Neue Wege für Sensorsignale," *KGK Rubberpoint*, no. Juli-August 2006, 2006.
- [80] C. Naumann and J. Ihlemann, "Simulation of oxidative Ageing Processes in Elastomeric Components," *Kautschuk Gummi Kunststoffe*, no. Bd. 67, Nr. 10, pp. 68–75, 2014.
- [81] J. Verdu, *Oxidative ageing of polymers*. London, Hoboken, NJ: ISTE, 2012.
- [82] A. Herzig, L. Sekerakova, M. Johlitz, und A. Lion, "A modelling approach for the heterogeneous oxidation of elastomers," *Continuum Mech. Thermodyn.*, vol. 29, no. 5, pp. 1149–1161, 2017.
- [83] C. Naumann, "Chemisch-mechanisch gekoppelte Modellierung und Simulation oxidativer Alterungsvorgänge in Gummibauteilen," Dissertation, Technische Universität Chemnitz, Chemnitz, 2016.
- [84] B. Musil, M. Johlitz, und A. Lion, "Chemical ageing of polymers - experiments and modelling," *Constitutive Models for Rubber IX: Proceedings of the European Conference on Constitutive Models for Rubbers IX*, pp. 75–90, 2015.
- [85] C. Naumann, I. Homeier, J. Ihlemann, und U. Giese, *Schlussbericht AiF-Vorhaben: 16913 N - Experimentelle Analyse und virtuelle Nachbildung oxidativer Alterungsvorgänge in Elastomerbauteilen: AiF*, 2014.
- [86] C. Bailey, S. Stoyanov, T. Tilford, und G. Tourloukis, "3D & printed electronics manufacturing strategies," in *2017 International Conference on Electronics Packaging (ICEP)*, Yamagata, Japan, Apr. 2017 - Apr. 2017, pp. 312–315.
- [87] M. Vaezi, H. Seitz, und S. Yang, "A review on 3D micro-additive manufacturing technologies," *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 67, no. 5-8, pp. 1721–1754, 2013.
- [88] G. A. Fielding, A. Bandyopadhyay, und S. Bose, "Effects of silica and zinc oxide doping on mechanical and biological properties of 3D printed tricalcium phosphate tissue engineering scaffolds," (eng), *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, vol. 28, no. 2, pp. 113–122, 2012.
- [89] N. N. Zein *et al.*, "Three-dimensional print of a liver for preoperative planning in living donor liver transplantation," (eng), *Liver transplantation : official publication of the American Association for the Study of Liver Diseases and the International Liver Transplantation Society*, vol. 19, no. 12, pp. 1304–1310, 2013.

-
- [90] B. Berman, "3-D printing: The new industrial revolution," *Business Horizons*, vol. 55, no. 2, pp. 155–162, 2012.
- [91] D. Espalin, D. W. Muse, E. MacDonald, und R. B. Wicker, "3D Printing multifunctionality: structures with electronics," *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 72, no. 5-8, pp. 963–978, 2014.
- [92] D. Gräbner, S. Dödtmann, G. Dumstorff, und F. Lucklum, "3-D-printed smart screw: functionalization during additive fabrication," *J. Sens. Sens. Syst.*, vol. 7, no. 1, pp. 143–151, 2018.
- [93] K.-H. Decker and K. Kabus, *Maschinenelemente*, 20th ed. München: Hanser, 2018.
- [94] B. J. Goodno and J. M. Gere, *Mechanics of materials*. Boston, MA: Cengage Learning, 2018.
- [95] S. Dödtmann, "Entwicklung und Charakterisierung einer 3D-gedruckten intelligenten Schraube," Bachelorarbeit, IMSAS, Universität Bremen, Bremen, 2017.
- [96] D. Gräbner, G. Dumstorff, and F. Lucklum, Eds., *D1.4 - 3D printed machine parts: functionalization during additive fabrication*. AMA Service GmbH, Von-Münchhausen-Str. 49, 31515 Wunstorf, Germany, 2017.
- [97] Ute Imkenberg and Thorsten Mauch Datenverarbeitung GbR, *Einteilung der Fertigungsverfahren nach DIN 8580*. [Online] Available: <http://www.fachwissen-technik.de/verfahren/fertigungsverfahren.html>.
- [98] R. L. Hecker and S. Y. Liang, "Predictive modeling of surface roughness in grinding," *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 43, no. 8, pp. 755–761, 2003.
- [99] M. E. Mansori, S. Mezghani, L. Sabri, und H. Zahouani, "On concept of process signature in analysis of multistage surface formation," *Surface Engineering*, vol. 26, no. 3, pp. 216–223, 2010.
- [100] E. Brinksmeier, R. Gläbe, F. Klocke, und D. A. Lucca, "Process Signatures – an Alternative Approach to Predicting Functional Workpiece Properties," *Procedia Engineering*, vol. 19, pp. 44–52, 2011.
- [101] M. A. Davies, T. Ueda, R. M'Saoubi, B. Mullany, und A. L. Cooke, "On The Measurement of Temperature in Material Removal Processes," *CIRP Annals*, vol. 56, no. 2, pp. 581–604, 2007.
- [102] H. K. Tönshoff, T. Friemuth, und J. C. Becker, "Process Monitoring in Grinding," *CIRP Annals*, vol. 51, no. 2, pp. 551–571, 2002.
- [103] X. Xu and S. Malkin, "Comparison of Methods to Measure Grinding Temperatures," *CIRP Annals*, vol. 123, no. 2, p. 191, 2001.
- [104] A. Tausendfreund, D. Stöbener, und A. Fischer, "Precise In-Process Strain Measurements for the Investigation of Surface Modification Mechanisms," *JMMP*, vol. 2, no. 1, p. 9, 2018.
- [105] H. Meyer and J. Epp, "Spatial Internal Material Load and Residual Stress Distribution Evolution in Synchrotron In Situ Investigations of Deep Rolling," *QuBS*, vol. 4, no. 1, p. 3, 2020.
- [106] R. Tiedemann *et al.*, "A Combined Thin Film/Thick Film Approach to Realize an Aluminum-Based Strain Gauge Sensor for Integration in Aluminum Castings," *Sensors*, vol. 20, no. 12, p. 3579, 2020.
- [107] J. Mathew *et al.*, "SS316 structure fabricated by selective laser melting and integrated with strain isolated optical fiber high temperature sensor," in *24th International Conference on Optical Fibre Sensors*, Curitiba, Brazil, 2015, 96340Q.

10 Vorangegangene Veröffentlichungen des Autors

D. Gräbner, T. Zielinski, A. Vovk, O. Riemer, B. Karpuschewski, W. Lang. "An Investigation on High-Resolution Temperature Measurement in Precision Fly-Cutting." *Sensors* 21, 1530, 2021.

D. Gräbner, W. Lang. "In-Situ Sub-Surface Strain Measurement in Deep Rolling Processes." *Proceedings of the IEEE Sensors Conference 2020, Niederlande, 2020.*

D. Gräbner, R. Zahn, T. Schotzko, U. Giese, W. Lang. „Condition Monitoring of O-Ring Seals with Integrated Strain Gauges and Finite Element Analysis Assisted Signal Evaluation.“ *Procedia Manufacturing*, 2020.

D. Gräbner, M. Tintelott, K. Schön, W. Lang. „Screen-Printed Resistive Pressure Sensors: Influence of Electrode Geometry on the Performance and on Cross-Sensitivity to Strain and Temperature.“ *30th Micromechanics and Microsystems Europe workshop, Oxford, England, 2019.*

M. Tintelott, D. Gräbner, W. Lang, G. Dumstorff, F. Lucklum. „Sensitivity of Flexible Pressure Sensors Mounted on Curved Surfaces.“ *Sensors and Measuring Systems; 19th ITG/GMA-Symposium, VDE, Nürnberg, Deutschland, 2018.*

D. Gräbner, G. Dumstorff, W. Lang. „Simultaneous Measurement of Strain and Temperature with two Resistive Strain Gauges made from Different Materials.“ *Procedia Manufacturing*, 2018.

M. Hübner, D. Gräbner, A. Özdemir, W. Lang. „Influence of strain on miniaturized flexible sensor for on-line monitoring of CFRP production.“ *Procedia Manufacturing*, 2018.

D. Gräbner, S. Dödtmann, G. Dumstorff, F. Lucklum. „3-D-printed smart screw: functionalization during additive fabrication.“ *Journal of Sensors and Sensor Systems* 7, 143-151, 2018.

M. Tintelott, D. Gräbner, G. Dumstorff, F. Lucklum. „Flexible Printed Pressure Sensor Integrated into Inner Wall of a 3D Tube using Additive Manufacturing.“ *2017 IEEE Sensors, Glasgow, Schottland, 2017.*

D. Gräbner, M. Tintelott, G. Dumstorff, W. Lang. „Low-Cost Thin and Flexible Screen-Printed Pressure Sensor.“ *Proceedings of Eurosensors 2017, Paris, Frankreich, 2017.*

D. Gräbner, R. Zahn, U. Giese, W. Lang. „Intelligent Machine Parts: Challenges in the Condition Monitoring of Elastomer Gaskets with Integrated Sensors.“ *Proceedings of Eurosensors 2017, Paris, Frankreich, 2017.*

D. Gräbner, G. Dumstorff, F. Lucklum. „3D Printed Machine Parts: Functionalization During Additive Fabrication.“ *Sensor und Test* 2017, Nürnberg, Deutschland, 2017.

D. Gräbner, E.-M. Meyer, W. Lang. „Foil-based Strain Gauge with Nanogranular Platinum Structures for the Integration in Elastomer Gaskets.“ *2016 IEEE Sensors, Orlando, USA, 2016.*

T. Schotzko, D. Gräbner, W. Lang. „Strain gauges based on NBR substrates for the integration into elastic materials.“ *Materials Letters* 172, 60-63, 2016.

M. Schwerter, D. Gräbner, L. Hecht, A. Vierheller, M. Leester-Schädel, A. Dietzel. „Surface-passive pressure sensor by femtosecond laser glass structuring for flip-chip-in-foil integration.” *Journal of Microelectromechanical Systems* 25 (3), 517-523, 2016

T. Schotzko T, D. Gräbner, W. Lang. "Smart gasket: Sensor integration in elastomer gaskets for structural health monitoring (SHM)." 37th Colloquium of Automation, Steinfeld, Germany, 2015.

11 Studentische Arbeiten

Inhalte dieser Arbeit basieren teilweise auf Erkenntnissen und Ergebnissen studentischer Projekt- und Abschlussarbeiten, die durch den Autor während seiner Tätigkeit an der Universität Bremen betreut wurden. Sämtliche durch den Autor betreuten studentische Arbeiten finden sich folgend chronologisch geordnet:

B. Butt. „Simulation of strain gauges in rubber O-rings for condition monitoring.“ Masterarbeit, Hochschule Bremen, 2016.

P. Raja. „Fabrication of Pressure Sensitive Organic Field Effect Transistors.“ Masterarbeit, Hochschule Bremen, 2016.

P. Mailahn. „Charakterisierung eines AD7730 zur hochauflösenden digitalen Auswertung von elektrischen Spannungen.“ Bachelor-Projektarbeit, Universität Bremen, 2016.

R. Ravelli. „Programming and Testing of a Serial Communication Interface between an ATXmega256 microcontroller and a computer.“ Master-Projektarbeit, Universität Bremen, 2016.

M. Tintelott. „Herstellung folienbasierter Drucksensoren mittels Siebdruckverfahren.“ Bachelorarbeit, Universität Bremen, 2017.

K. Dey. „Development of a Switch Mode Power Supply for the Excitation of OFET.“ Masterarbeit, Hochschule Bremen, 2017.

S. Dödtmann. „Entwicklung und Charakterisierung einer 3D-gedruckten intelligenten Schraube.“ Bachelor-Projektarbeit, Universität Bremen, 2017.

M. Moniri. „Fabrication of PVDF-TrFE thin film for improvement of OFET pressure sensor.“ Masterarbeit, Universität Bremen, 2017.

H. Bender. „Abscheidung von Nanogranularen Platin und Nanogranularen Gold Strukturen mittels Ionenstrahlabscheidung als sensitives Element für Dehnungsmessstreifen.“ Masterarbeit, Hochschule Kaiserslautern, 2017.

A. Özdemir. „Entwicklung und Charakterisierung kapazitiver Dehnungsmessstreifen zur Materialintegration.“ Bachelorarbeit, Universität Bremen, 2018.

K. Schön. „Untersuchung des Einflusses von Dehnung und Elektrodengeometrie auf die Sensitivität im Siebdruckverfahren hergestellter Drucksensoren.“ Bachelorarbeit, Universität Bremen, 2018.

J. Waterstraat. „Untersuchung der Ortsauflösung und Hochtemperaturstabilität von im Siebdruckverfahren hergestellten Thermoelementen.“ Bachelorarbeit, Universität Bremen, 2018.

T. A. Toru. „Deposition and Characterization of ZrO₂ Thin Films for Electrical Insulation.“ Master-Projektarbeit, Universität Bremen, 2018.

S. Stade. „Charakterisierung eines Messsystems zum Einsatz in Zerspanungsprozessen.“ Bachelorarbeit, Universität Bremen, 2019.

G. Schoo. „Entwicklung von Sensor-Demonstratoren für Lehrveranstaltungen.“ Bachelorarbeit, Universität Bremen, 2019.

T. A. Toru. „Investigation on Electrical Insulation & Fabrication Capabilities of Ceramic Thin Films in Strain Gauge Fabrication.” Masterarbeit, Universität Bremen, 2019.

S. H. Chowdhury. “Development of an Autonomous Datalogger for the Recording of Sensor Data during Cylindrical Grinding.” Master-Projektarbeit, Universität Bremen, 2019.

M. Olukoya. “Performance Evaluation of Different Readout Electronics for Resistive Strain Gauges.” Master-Projektarbeit, Universität Bremen, 2020.

O. Dittrich. “Elektrisch isolierende Spin-On Beschichtungen – Herstellungsverfahren und Materialien.” Bachelorarbeit, Universität Bremen, 2020.

P. Basu. “Investigation on the Influence of Thermal Treatment on the Performance of Thin Film Strain Gauges.” Master-Projektarbeit, Universität Bremen, 2021.