

Schlussbericht zum Projekt
„Hochtemperatur shape screening keramischer Bauteile“

im Rahmen des Programms
„Unterstützung kleiner und mittlerer Unternehmen bei der
Umsetzung von Innovationen in den Bereichen Messen, Normen, Prüfen
und Qualitätssicherung“ (**MNPQ-Transfer**) des
Bundesministeriums für Wirtschaft und
Technologie

Autoren:

Ulrich Marzok (BAM)

Ralf Müller (BAM)

Michael Krauhausen (nokra)

Frank Burgstedt (Tridelta Thermprozess)

Wolfgang Brode (Siegert TFT)

MNPQ-Transfer-Programm

AZ: II D 5 – 25/06

Allgemeine Angaben

Projektpartner

- nokra Optische Prüftechnik und Automation GmbH, 52499 Baesweiler
- Tridelta Thermprozess GmbH, 07629 Hermsdorf
- Siegert Thinfilm Technology GmbH, 07629 Hermsdorf
- BAM Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung, 12205 Berlin

Projektleitung

Dr. Ralf Müller, BAM

Projektbearbeitungszeitraum

01. Juli 2007 – 31. Dezember 2009

I Kurzdarstellungen

I.1 Aufgabenstellung

Ziel des Projekts war die Entwicklung eines Laser-Messmoduls, mit dessen Hilfe die Formänderung keramischer Bauteile während des Sinterns erfasst werden kann. Dabei sollten durch eine kontinuierliche und simultane Vermessung der Probenkontur und der Oberflächentemperatur während des Brennprozesses neue Daten zum Sinterverhalten gewonnen werden, die u. a. auch eine FE-Modellierung dieser komplexen Prozesse überprüfen und ergänzen können. Dieses Ziel sollte am Beispiel großformatiger niedrig sinternder keramischer Folien für LTCC¹-Anwendungen verfolgt werden.

I.2. Voraussetzungen

Im Projekt konnten langjährige Erfahrungen und Kompetenzen bei der Entwicklung und Anwendung von Laserabstandssensoren (nokra), beim Bau von Hochtemperaturspezialöfen (Tridelta Thermprozess), bei der Herstellung komplexer LTCC-Keramik-Module für die Mikrosystemtechnik und Sensorik (Siegert TFT) sowie bei der thermischen Charakterisierung des Sinterverhaltens von glasigen und keramischen Werkstoffen an der BAM zusammen geführt werden.

I.3. Stand der Technik vor Beginn des Projekts

Hochleistungssinterwerkstoffe spielen eine wachsende Rolle in derzeitigen Schlüsseltechnologien. Dabei steigen die Anforderungen an die präzise Steuerung der Sinterung komplex geformter, gradiertes oder inhomogener Formkörper wie z. B. Schichtverbunde aus keramischen Folien für die Mikrosystemtechnik oder spongiöse bzw. zelluläre Bauteile (Free-Form-Fabrication) für biomedizinische Anwendungen. Die präzise Beherrschung des Sinterprozessschrittes hat einen wesentlichen Einfluss auf die mechanische Integrität und die Zuverlässigkeit der gesinterten Bauteile.

¹ Low Temperature Co-fired Ceramics

Im Bereich der *Mikrosystemtechnik und Sensorik* zwingt der wachsende Miniaturisierungs- und Integrationsgrad zur Entwicklung maßgeschneiderter miteinander kompatibler Sinterwerkstoffe. Der dabei zunehmend breite Einsatz komplexer LTCC (Low Temperature Co-fired Ceramics) Multilayer-Bauteile aus verschiedenen funktionskeramischen Folien mit integrierten passiven Bauelementen und metallischen Leiterbahnen stellt neue Anforderungen an die Sinterprozessführung. Von besonderer Bedeutung ist die Untersuchung intermediärer Verwerfungen im Frühstadium der Sinterung entsprechender Multilayer (analog zum „Bi-Metall-Effekt“) und der Übergang zum schrumpfungskontrollierten Sintern.

Für *biomedizinische* Anwendungen sind häufig unregelmäßig geformte Bauteile mit speziellen Poren- und / oder Wabenstrukturen von Interesse. Der Schwindungsprozess wird hier durch die inhomogene Gründichte- und Temperaturverteilung bzw. durch komplexe Deformations-, Torsions- und Verschiebungsvorgänge überlagert.

1-D Schwindungsmessungen

Zum Zeitpunkt des Projektstarts und bis heute wurden bzw. werden derartige Schwindungsprozesse im Wesentlichen mit Hilfe der *klassischen Dilatometrie* charakterisiert. Die verfügbaren kommerziellen (z. T. hoch präzisen) Dilatometer können jedoch nur kleine Proben in einer Dimension untersuchen. Für die Interpretation der Messung werden eine homogene Gründichte- und Temperaturverteilung, isotropes und proportionales Schwinden, sowie meist nur geringe Effekte der Sinterlast vorausgesetzt. Abgesehen von speziellen wissenschaftlichen Untersuchungen (z.B. zur Sinterlast /Rah84/) wird die gemessene lineare Schwindung dementsprechend nur zur Bestimmung des optimalen Sinterintervalls genutzt. Mit wachsenden Anforderungen an die Maßhaltigkeit für große Sinterkörper, für sinterlastempfindliche Materialien sowie für komplex geformte oder zelluläre Sinterkörper ist die 1-D Dilatometrie nur noch sehr bedingt oder nicht mehr aussagefähig.

2-D Schwindungsmessungen

Bei Materialien mit hohem Glasphasenanteil hat die Sinterlast einen starken Einfluss auf die beobachtete Schwindung. Daneben tritt bei uniaxial gepressten Sinterkörpern aus nicht sphärischen Pulverpartikeln (in der Praxis üblich) eine anisotrope Schwindung auf. Diese Effekte und der Versuch die auftretenden Sinterkräfte direkt zu erfassen haben zu 2-D Schwindungsuntersuchungen mit *axialen und radialen Wegaufnehmern* (z.B. /Pan89/) sowie im *Schattenrissverfahren* mittels Erhitzungsmikroskopie und Bildauswertung geführt (z.B. /Gör96/, /Boc00/, /Rae01/). Das erste Verfahren ist auf die kubische oder Zylindergeometrie, das Schattenrissverfahren auf konvexe, quaderförmige und rotationssymmetrische Proben beschränkt. Dies grenzt die Anwendbarkeit stark ein. Die Beschreibung unregelmäßiger Formänderungen (z. B. Verwerfungen sinternder Folien) ist unmöglich. Beide Verfahren blieben daher bislang auf wenige universitäre Forschungsaktivitäten begrenzt. Kommerziell sind lediglich Erhitzungsmikroskope erhältlich.

3-D Schwindungsmessungen

Trotz zunehmend zahlreicher Arbeiten zur FE-Simulation des Sintervorgangs (z. B. /Ole00/, /Hoo00/) gibt es praktisch noch keine Möglichkeit zur experimentellen 3-D Erfassung der Schwindung. Ein erster Ansatz ist die Verwendung eines 2achsigen optischen Dilatometers. Hier wird die laterale Schwindung (Draufsicht) sowie die Verwerfung keramischer Folien (Seitenansicht) während der Sinterung erfasst /Roo02/. Letzteres erfolgt jedoch im Schattenriss. Eine quantitative Bestimmung der 3-D Geometrie (oder zumindest der Folienkrümmung $z[x,y]$) ist nicht möglich. Das Gerät ist nicht kommer-

ziell erhältlich. Kommerzielle Autofocus-Laserprofilometer sind dagegen nicht bei den erforderlichen hohen Temperaturen einsetzbar. Auch glasige und glashaltige Proben sind mit dem Verfahren kaum messbar.

Fazit

Die bekannten 1-D und 2-D dilatometrischen Verfahren liefern nicht die erforderlichen Informationen zur Optimierung der Sinterung komplex geformter Formkörper, Formkörper mit inhomogener Gründichtevertelung bzw. zellulärer Werkstoffe. Die hierzu zwingend notwendige quantitative Erfassung der 3-D Formänderungen bei hohen Temperaturen ist derzeit nicht möglich.

I. 4. Ablauf des Projekts

Nach Bewilligung des Projektes wurde von der BAM eine Stelle für einen Physiker mit Erfahrung auf dem Gebiet der optischen und Lasermesstechnik ausgeschrieben. Auf diese Stelle wurde Herr Dr. Ulrich Marzok eingestellt, der langjährige Erfahrungen auf dem Gebiet der digitalen Bildverarbeitung mit in die Projektbearbeitung einbringen konnte.

Im Bearbeitungszeitraum fanden 13 projektbegleitende Treffen der BAM mit den KMU-Partnern in unterschiedlicher Zusammensetzung und in Abhängigkeit von den jeweils laufenden Arbeitsaufgaben statt. Von besonderer Bedeutung war ein Projektmeeting im Juni 2008 im Beisein eines Vertreters des BMWi mit der Berichterstattung über das erste Jahr der Projektbearbeitung. Der Arbeitsplan unseres Projektes gliederte sich in 2 Phasen.

Phase 1 umfasste Vorexperimente zum Messprinzip für das zu entwickelnde Messmodul. Als geeignetes Messverfahren für ein solches Modul erwies sich sehr bald die Lasertriangulation unter Verwendung eines singulären Laserstrahls. Hierbei ist die Realisierung hoher Streulichtintensitäten und damit präzise Messungen auch im Bereich hoher Temperaturen möglich. Die Erfassung der vollständigen Probengeometrie mit diesem Verfahren erfordert jedoch eine zweidimensionale Relativbewegung von Lasertriangulationssensor und Probe zueinander. Der prinzipielle Funktionsnachweis des Verfahrens bei Oberflächentemperaturen bis 1000°C konnte schon frühzeitig bei Liniensprofilmessungen an einfachen Keramikteilen mit manueller Sensorpositionierung in einem umgebauten Laborkammerofen erbracht werden. Mit dem Einsatz eines Pyrometers, das die Temperatur punktwise erfasst, anstelle der im Projektantrag geplanten Wärmebildkamera wurde das Messprinzip zur Bestimmung des geometrischen Oberflächenprofils und der Temperaturverteilung vereinheitlicht. Die Laserabstandswerte und die Oberflächentemperatur werden damit im gleichen Koordinatensystem abgebildet.

Phase 2 sah die technische Realisierung des Verfahrens an einem Sinteraggregat der BAM für großformatige keramische Folien vor. An diesem Sinteraggregat sollten die Möglichkeiten der Hochtemperaturformerkennung auch unter industrienahen Bedingungen demonstriert werden. Insbesondere die notwendige relative und präzise Positionierung von Sensor und Probe entsprechend der Ergebnisse der bis zu diesem Zeitpunkt erfolgten Vorversuche war aus konstruktiven Gründen an diesem Sinteraggregat nicht möglich. Stattdessen war der Bau eines geeigneten Testgerätes notwendig. Das Testgerät wurde von nokra und der BAM gemeinsam entworfen und anschließend den Projektpartnern Tridelta Thermprozess und Siegert TFT in einer Projektinformation vorgestellt und diskutiert. Zum Schutz des neu entstandenen Know-hows wurden durch nokra und die BAM entsprechende Patente angemeldet [1,2]. Der Bau des gemeinsam entworfenen Testgeräts wurde von der BAM Ende 2007 ausgeschrieben. Den Zuschlag

für den Aufbau des Testgerätes erhielt die HTM Reetz GmbH in Berlin, die unter anderem Hochtemperatur-Spezialöfen für Forschungseinrichtungen produziert.

Während der Bauphase des Testgerätes wurden die Voruntersuchungen und die Entwicklung von Detaillösungen fortgesetzt. Zur Erfassung der Messanforderungen an den Lasertriangulationssensor wurden von nokra 8“x8“-Keramikfolien auf einem mikropositionierbaren x - y -Präzisionstisch vermessen. Weitere wichtige Ergebnisse, beispielsweise von theoretischen Schwingungsuntersuchungen der BAM zur Lagerung des Probenhalters, gingen unmittelbar in die Dimensionierung mechanischer Komponenten ein. Die exakte Positionierung von Probe und Sensor wurde durch die schrittmotorgesteuerte Translation des Sensors und die ebenso gesteuerte Rotation des Probenhalters realisiert. Die erforderliche dauerhafte geometrische Präzision und Steifheit der Messanordnung wurde durch die Verwendung eines schwingungsgedämpften Granittisches erreicht. In einem weiteren eigens für diese Untersuchungen aufgebauten Testofen wurde die Temperaturfeldverteilung auf einer Probenauflagefläche mittels Thermoelementen gemessen und mit theoretischen Simulationsrechnungen (COMSOL) verglichen.

Nachdem das Testgerät mechanisch komplett aufgebaut und der Ofen erprobt wurde, erstellte nokra die Software zur Steuerung und Bedienung des Testaufbaus einschließlich der Messdatenerfassung. BAM und nokra nahmen das Testgerät am BAM-Standort in Berlin-Adlershof mit Unterstützung von HTM Reetz im Herbst 2008 in Betrieb. Zur Minimierung der Fluktuationen des Brechungskoeffizienten der Luft, die bei hohen Temperaturen temporär zu irregulären Laserabstandswerten führten, wurden konstruktive Änderungen der Luftumwälzung am Spalt, durch den die Objektoberfläche im Ofen mit dem Laserabstandssensor detektiert wird, vorgenommen.

Es erfolgten Tests verschiedener Messstrategien (Spiral-, Kreis- und Linien-Scans) sowie der Ofensteuerung. Bei den ersten Berechnungen der Oberfläche aus Spiraldaten gab es Verzerrungen der berechneten Oberfläche um den Rotationsmittelpunkt, die auf Probleme bei der Koordinatentransformation hindeuteten. Daraufhin wurde ein Kalibrierverfahren entworfen und entwickelt, mit dem der Rotationsmittelpunkt des Probenhalters im Koordinatensystem des Lasertriangulationssensors exakt bestimmt wird.

Seit Beginn des Jahres 2009 wurden dann verschiedene folienartige und flach geformte keramische Objekte beim Sinterprozess gemessen: einfache Folien und Lamine, Lamine mit Fenstern oder Kavitäten, mehrlagige Substrate aus unterschiedlichen Materialien, mit Metallpaste bedruckte Folien zur Simulation von Leiterbahnstrukturen bei Mikrosystemen und Sensoren usw. Für größere Serienvorversuche zur Vermessung der Schrumpfung und zur Erkennung von Verwerfungen wurden verschiedene keramische Teststrukturen von Siegert TFT entworfen. Die Proben wurden sowohl in Form freier sinterter Lamine als auch in gebundenen Tapestrukturen auf AlN-Basis hergestellt. Dabei wurden werkstofftechnische Voruntersuchungen und Analysen vorgenommen. Weitere Proben sind von anderen am Messverfahren interessierten Unternehmen, die durch die Tagungsauftritte (Poster, Vortrag) sowie über andere Kooperationsvorhaben der BAM indirekt auf das MNPQ-Projekt aufmerksam wurden, zur Verfügung gestellt worden.

Parallel zu den Messungen wurden Auswertelgorithmen entwickelt. So wurden aus den Rohdaten der Laserabstands- und der Temperaturwerte Oberflächenbilder berechnet, die mit üblichen Verfahren der Bildverarbeitung weiter behandelt werden können. Eine wichtige Aufgabenstellung war dabei das Erkennen von Verwerfungen, bei der vorgegebene Toleranzwerte überschritten werden. Eine weitere Aufgabenstellung war das Erkennen und Verfolgen von markanten detektierbaren Punkten, zum Beispiel Eck-

punkte von Folien, oder das Verfolgen von indirekt bestimmbar Positionen, wie den Folienmittelpunkt. Aus diesen Koordinaten können verschiedene charakteristische Größen von Sinterprozessen berechnet werden, darunter das laterale und axiale Schwindungsverhalten. Mit Linien-Scans, aber auch mit Messpunkten von Spiral-Scans, die auf einer Geraden liegen, wurden Krümmungsanalysen der Probenoberfläche vorgenommen. Es wurden auch Routinen zur Rohdatenarchivierung und -komprimierung entwickelt, damit jederzeit nach dem Erreichen eines neuen Entwicklungsstandes der Software auf die alten Daten zurück gegriffen werden kann. Schließlich wurden Algorithmen entwickelt, die Einzelbilder des Sinterprozesses in einem Film zusammen fügen und speichern.

Ein weiterer Teilaspekt der Zielstellung der 2. Phase des Projekts – der Eignungstest des Lasertriangulationsverfahrens unter industrienahen Bedingungen – konnte mit dem Testgerät nicht vorgenommen werden. Diese Lücke wurde durch den Umbau eines Technikumsofens der Partnerfirma Tridelta Thermprozess im zweiten Halbjahr 2009 geschlossen. Mit dem Einsatz eines Laserlichtschnittsensors konnte nachgewiesen werden, dass man äußere Störungen und thermische Drifteffekte durch gleichzeitiges Messen der Probenoberfläche und von Teilen des Probentellers bei der Auswertung kompensieren kann. Im Technikumsofen konnten Formänderungen der Proben während thermischer Behandlungen bis 500°C untersucht werden. Die Versuche wurden von allen Projektpartnern gemeinsam durchgeführt. Es konnte gezeigt werden, dass die Messung der Probengeometrie auch für die prozessintegrierte Verfolgung und Steuerung des Sinterprozesses in der Industrie genutzt werden kann.

I.5. Zusammenarbeit mit Stellen außerhalb des Projekts

Nach der Vorstellung des Testgerätes auf der Jahrestagung der Deutschen Keramischen Gesellschaft 2009 in Aachen ergaben sich vielfältige Gelegenheiten, Versuche mit keramischen Folien von mehreren deutschen LTCC-Herstellern durchzuführen. Im Rahmen dieser Kontakte und weiterer Anfragen zeigte sich ein großes Interesse an möglichen Anwendungen des Verfahrens zur Produktionsüberwachung aber auch der Bedarf an der Entwicklung eines kommerziell verfügbaren 3D-Labormessplatzes, der zum Test und zur Optimierung von Sinterverfahren verschiedenartigster keramischer und pulvermetallurgischer Materialien bis 1700°C eingesetzt werden kann.

II. Eingehende Darstellung

II.1. Erzielte Ergebnisse

Phase 1: Vorexperimente zum Messprinzip

Sensorauswahl

Im Projektansatz wurde die Verwendung eines Lasertriangulationssensors zur Vermessung von heißen Probenoberflächen im Ofen gegenüber anderen optischen Messverfahren favorisiert. Das Funktionsprinzip des Lasertriangulationssensors ist in Bild 1 dargestellt. Der von einer Laserdiode emittierte Lichtstrahl wird auf ein Werkstück gerichtet. Das Laserlicht wird am Auftreffpunkt gestreut. Ein Objektiv, das in einem definierten Winkel zur Einfallsrichtung des Laserstrahls angeordnet ist, bildet den Leuchtfleck auf einem Detektor ab. Die Lage des abgebildeten Leuchtflecks auf dem Detektor (y_1, y_2) ist ein Maß für den Abstand des Werkstücks in z-Richtung (z_1, z_2). Da der Abstand punktweise bestimmt wird, müssen Sensor und Werkstück zur Vermessung der gesamten Oberfläche definiert zueinander zweidimensional verschoben werden. Hauptgesichtspunkte bei der Auswahl des Sensors waren die Einfachheit und Robustheit des Messprinzips sowie die Leistung des Laserstrahls, mit der die Intensität der Eigenstrahlung heißer Oberflächen überstrahlt werden kann. In Voruntersuchungen musste jedoch die Eignung des Sensors für den konkreten Anwendungsfall noch erbracht werden.

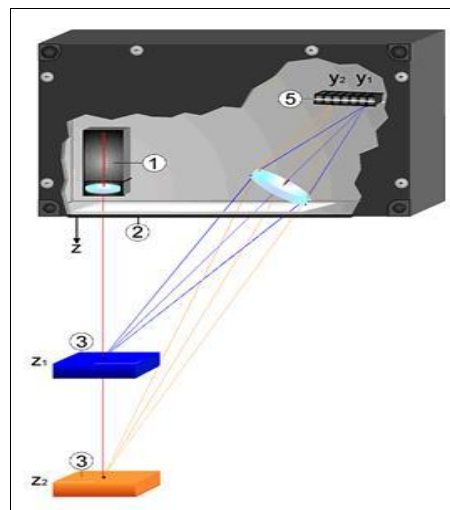


Bild 1: Funktionsprinzip eines Lasertriangulationssensors

Vermessung von 8“x8“-Keramikfolien bei Raumtemperatur:

Zur Bestimmung der Messanforderungen wurde eine gesinterte 8“x8“-Keramikfolie mit einem Lasertriangulationssensor bei einer Temperatur von 20°C auf einem x - y -positionierbaren Präzisionstisch (Bilder 2 und 3) vermessen. Die Folie wurde in x - und y -Richtung mit 1 μ m-Schritten abgetastet. Die Wellenlänge des verwendeten Lasersensors betrug 650 nm, die Genauigkeit der Abstandsmessung 10 μ m.



Bild 2: Anordnung zur Laserabstundmessung mit einem Präzisionsmesstisch: oben Lasertriangulationssensor, unten x - y -Positioniereinrichtung mit Folie

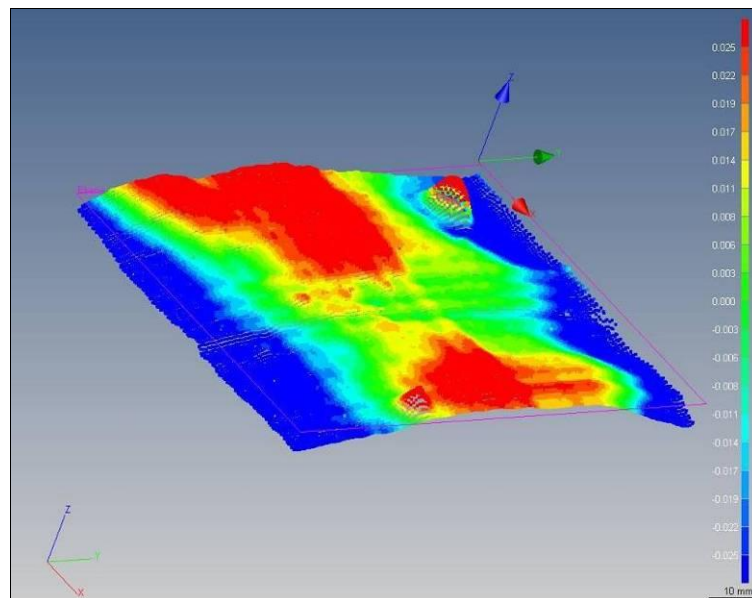


Bild 3: Oberflächenprofil. Farbcodierung: $z = 25 \mu\text{m}$ (rot), $z = -25 \mu\text{m}$ (blau)

Mit der erreichten Genauigkeit ist es prinzipiell möglich, bei keramischen Proben das Oberflächenprofil zu messen und auch geometrische Formänderungen, wie sie für Sinterprozesse typisch sind (Schwindung, Verwerfungen), zu erkennen und zeitlich zu verfolgen, vorausgesetzt das Messprinzip funktioniert bei hohen Temperaturen.

Test des Lasertriangulationssensors bei 1000°C:

Für Tests verschiedener Lasertriangulationssensoren bei Oberflächentemperaturen der Probe um 1000°C wurde ein Laborkammerofen präpariert. In die Tür an der Vorderseite wurde ein schmaler horizontaler Schlitz in das Gehäuse und die Isolation des Ofens gefräst. Durch diesen Schlitz wurde der Laserstrahl auf die Probe gerichtet und das gestreute Laserlicht durch den Detektor des Sensors empfangen. Vor dem Ofen wurde der Lasertriangulationssensor für die Messung eines Linienprofils auf einer Schiene mit Hilfe einer Gewindestange manuell verschoben. Die Positioniergenauigkeit dieser ein-

fachen mechanischen Anordnung, die in Bild 4 abgebildet ist, war in der Größenordnung von 0,1 mm. Der Abstand zwischen dem Sensor und dem Messobjekt im Ofen beträgt etwa 340 mm.

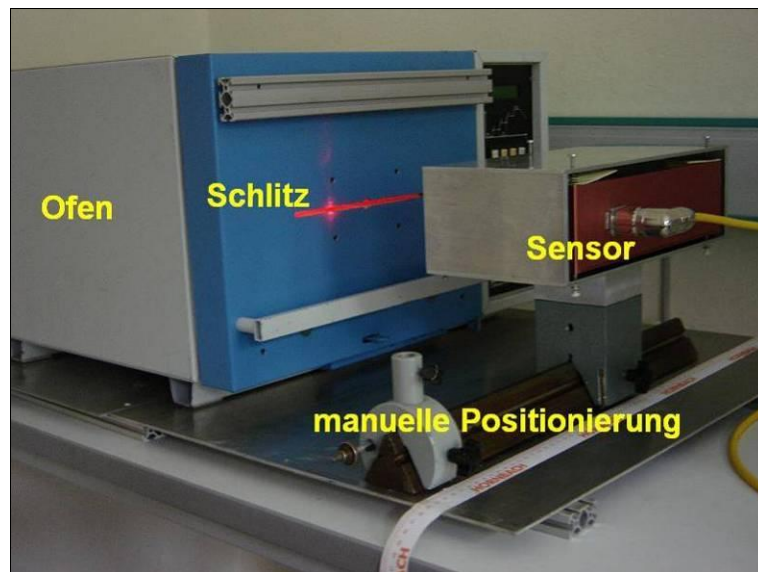


Bild 4: Versuchsanordnung zur Erprobung des Lasertriangulationssensors

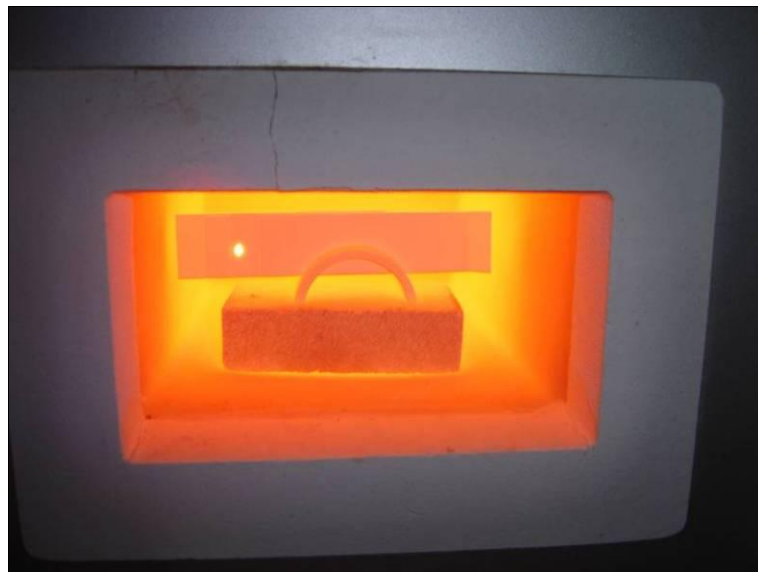


Bild 5: Geöffnete heiße Ofenkammer mit Messobjekt und sichtbarem Laserpunkt. Der messtechnisch relevante Laserfleckdurchmesser ist $\ll 1$ mm. Er erscheint im Bild durch Streuung viel größer und wird wegen Übersteuerung des Kamerachips nicht rot sondern weiß abgebildet.

Bild 5 zeigt den Innenraum des geheizten Ofens. Das Messobjekt ist ein Stapel von etwa 0,6 mm dicken, versetzt angeordneten keramischen Plättchen.

Dieser Folienstapel wurde sowohl bei Raumtemperatur als auch bei etwa 1000°C mehrfach gemessen (Bild 6). Erkennbar sind die gute Reproduzierbarkeit der Messungen im kalten und heißen Zustand sowie eine Verkrümmung des Stapels auf der linken Seite durch die thermische Behandlung.

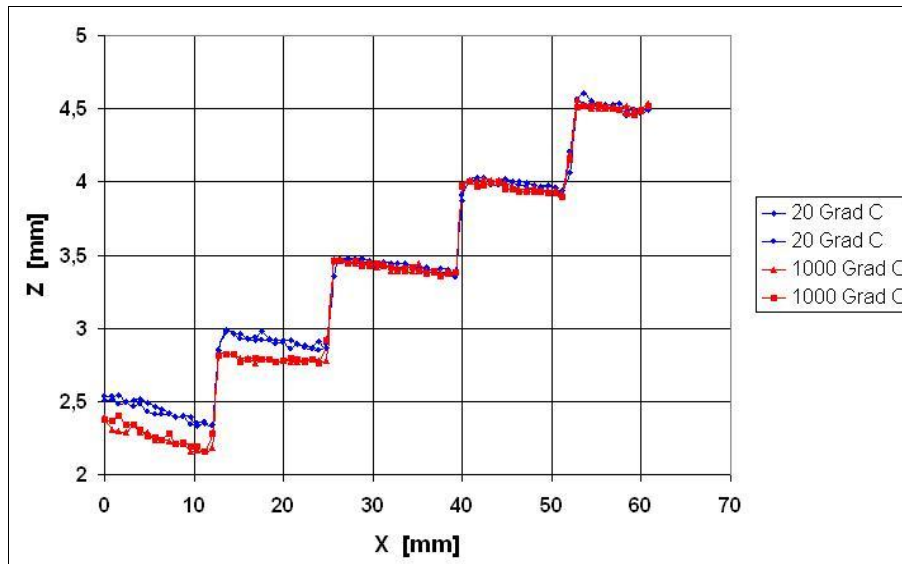


Bild 6: Manuell erzeugtes Linienprofil eines versetzt angeordneten Folienstapels bei 20°C und 1000°C

Mit dem Versuch an dem Laborkammerofen wurde der Funktionsnachweis des Lasertriangulationssensors für Oberflächentemperaturen bis 1000°C erbracht. Mit diesem Temperaturbereich kann die Sinterung von keramischen Folien (LTCC) für Schaltungsträger der Mikrosystemtechnik messtechnisch komplett erfasst werden.

Die Laserleistung des verwendeten Sensors Cyclop 340/130 betrug 25 mW. Mit dieser Leistung konnte ein ausreichender Hochtemperatur-Signal-Rausch-Abstand realisiert und somit das Funktionsprinzip erfolgreich nachgewiesen werden. Es konnte zudem gezeigt werden, dass mit gleicher Genauigkeit auch Proben mit einer Temperatur von 1300°C vermessen werden können. Für dieses Experiment wurden die Proben im vorliegenden Ofen mit einer Zusatzheizung versehen. Mit dem frühzeitigen Erreichen dieses Meilensteines konnten die Arbeiten am MNPQ-Projekt zielgerichtet weiter geführt werden.

Störungen des Messprinzips durch mechanische Erschütterungen:

Zur Demonstration des Einflusses äußerer Störungen wurden Abstandsmessungen zwischen einem Lasertriangulationssensor (ILD 2200-40 von Micro-Epsilon) und einer nahe gelegenen keramischen Oberfläche vorgenommen. Für den Test wurde die auf einem einfachen Labortisch befindliche Versuchsanordnung in Bild 4 genutzt. Der Sensor wurde an dem Stativ der manuellen Positioniereinrichtung befestigt. Die keramische Folie wurde mit Tesa-Powerstrips vorn an den Ofen geklebt.

Bild 7 zeigt zeitlich aufgelöst eine gedämpfte periodische Abstandsänderung nach einem leichten Schlag auf den Labortisch. Die Messung in Bild 8 illustriert den Einfluss äußerer Erschütterungen von einer mehrere hundert Meter entfernten Baustelle.

Diese einfachen Versuche zeigen, dass das Mess- bzw. Positioniersystem statisch und dynamisch sehr steif sein muss, um Schwankungen des Abstandes zwischen Sensor und Probenaufnahme zu minimieren. Weiterhin ist bei der Messung eine Schwingungsentkopplung der Messanordnung gegenüber äußeren Einflüssen notwendig. Ist das nicht möglich, muss versucht werden, mit geeigneten Verfahren diese Störungen aus dem Messsignal zu eliminieren.

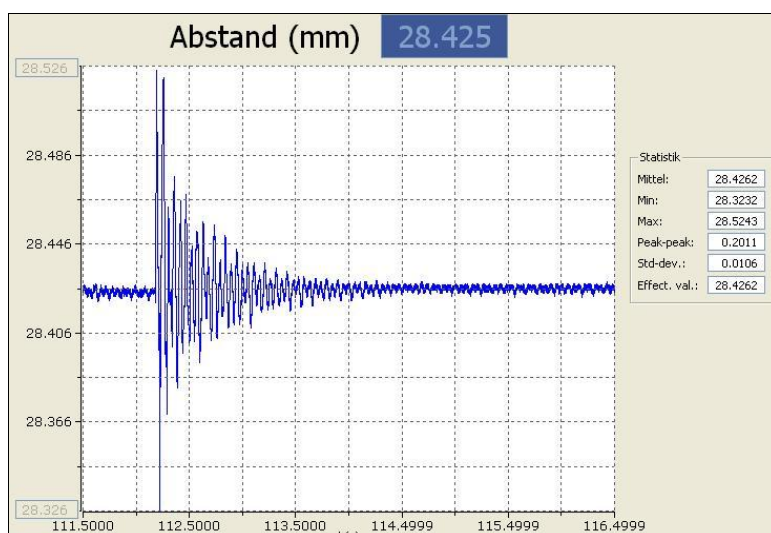


Bild 7: Abstandssignal bei einer impulsartigen Einwirkung auf die Messanordnung

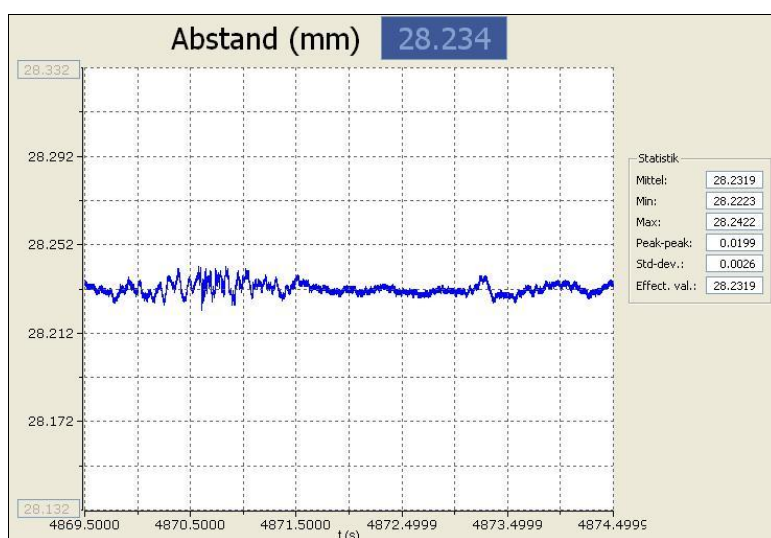


Bild 8: Abstandssignal bei kontinuierlich wirkenden äußeren Störungen

Temperaturverteilung auf dem Probenhalter:

Sehr wichtig für das Messverfahren ist es, während des gesamten Heizprozesses geringe Temperaturunterschiede im Ofeninnenraum, insbesondere im Bereich der Probe, zu realisieren. Damit soll erreicht werden, dass die bei der Messung festgestellten Verformungs- und Deformationseffekte an keramischen Bauteilen nicht in möglicherweise inhomogenen thermischen Versuchsbedingungen begründet sind sondern nur von den Materialeigenschaften und der Geometrie dieser Teile sowie der Heizrate abhängen. Eine wichtige Rolle spielt dabei die Temperaturverteilung im Probenhalter.

Zur Auffindung geeigneter Werkstoffe für den Probenhalter wurden Experimente an einem Ofenmodell (Bild 9 und 10) bestehend aus Wärmedämmplatten, einer Keramikheizplatte mit 12 parallelen Röhren, durch die ein Kanthaldraht als Widerstandsheizer geführt wurde, einer Ofensteuerung, dem Probenhalter und mehreren Thermoelementen mit Auswertelektronik, durchgeführt. Zum Vergleich wurden die Temperaturen an den Messstellen entsprechend Bild 10 beim Heiz- und Abkühlungsprozess gemessen.

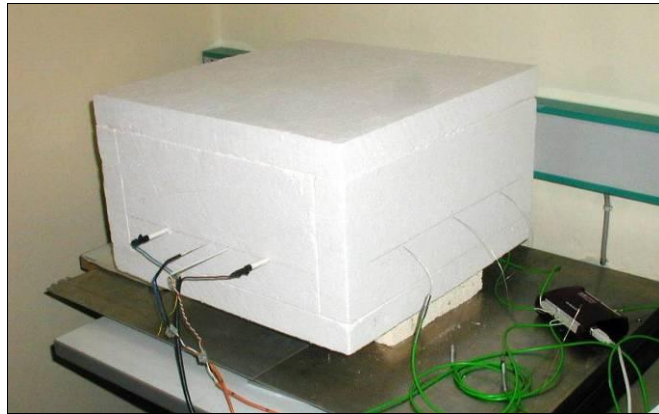


Bild 9: Außenansicht des Ofenmodells: Wärmedämmplatten, Anschlussleitungen für Heizung und Thermoelemente

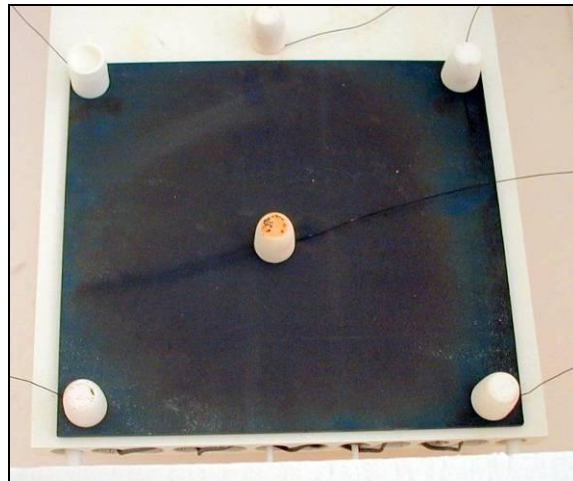


Bild 10: Innenansicht des Ofenmodells: Keramikheizplatte, darauf der Probesteller (dunkel, SiC) und Thermoelemente (Messstellen unter den Keramikziegeln)

Als ein gut geeignetes Material für den Probesteller stellte sich poröses Siliziumkarbid (SiC) heraus. Bild 11 zeigt die Temperaturverläufe auf der keramischen Heizplatte ohne zusätzlich aufgelegte SiC-Platte. Die Thermoelemente befanden sich in diesem Fall direkt auf der Keramikheizplatte. Die maximale Temperaturdifferenz zwischen den Messpunkten beträgt mehr als 70 K. Im Vergleich hierzu beträgt der maximale Temperaturunterschied ΔT_{max} bei den Messstellen auf der zusätzlichen SiC-Platte < 25 K (Bild 12). Allein mit den thermischen Eigenschaften von Siliziumkarbid konnten so die Temperaturunterschiede auf dem Heizer deutlich verringert werden.

Parallel zu den Messungen wurden numerische Simulationen mit dem Programm „COMSOL Multiphysics“ vorgenommen. Bild 13 zeigt die Temperaturverteilung auf der Oberseite der Heizplatte mit aufgelegter SiC-Platte in der Anfangsphase des Heizprozesses. Sichtbar ist die über die Wärmeleitung glättende Wirkung der SiC-Platte im Vergleich zum Rand des Heizers ohne SiC-Platte, wo sich die Heizdrähte schärfer abbilden. Ein analoges Ergebnis ist im Bild 14 dargestellt, wo der Verlauf des Kanthaldrahts sehr deutlich auf der Unterseite der Heizplatte erkennbar ist.

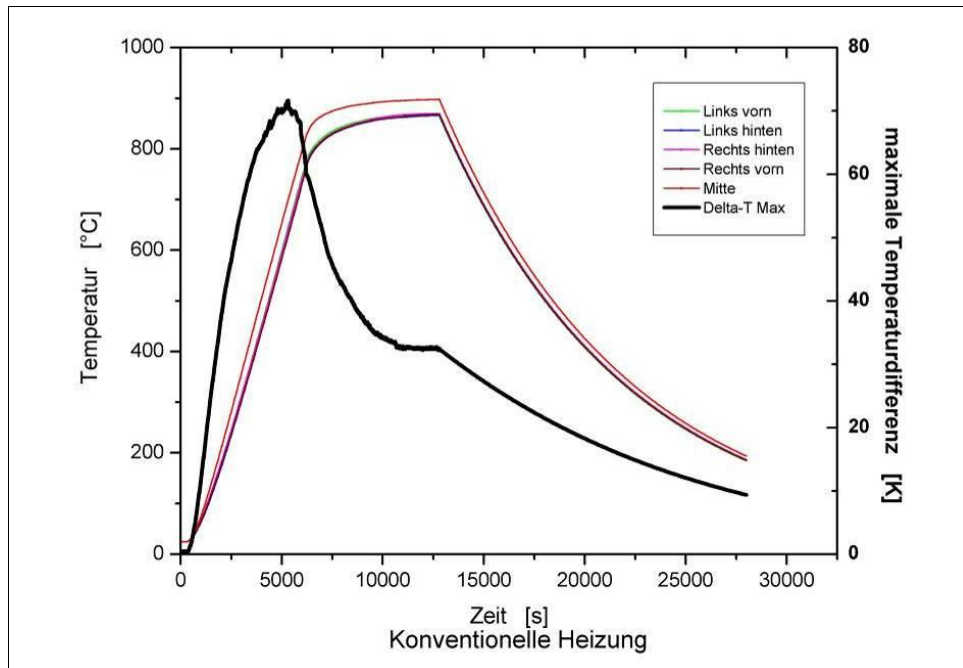


Bild 11: Temperaturverlauf bei der Messung ohne SiC-Platte: ΔT_{max} schwarze Kurve

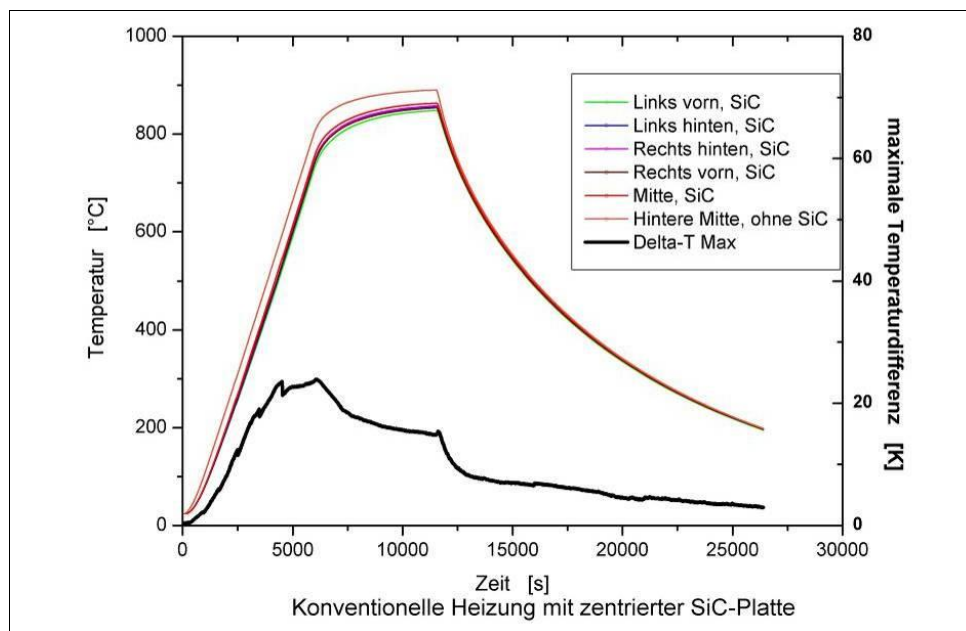


Bild 12: Temperaturverlauf bei der Messung mit SiC-Platte: ΔT_{max} bezieht sich nur auf Messpunkte auf der SiC-Platte also ohne die obere Kurve (hintere Mitte ohne SiC)

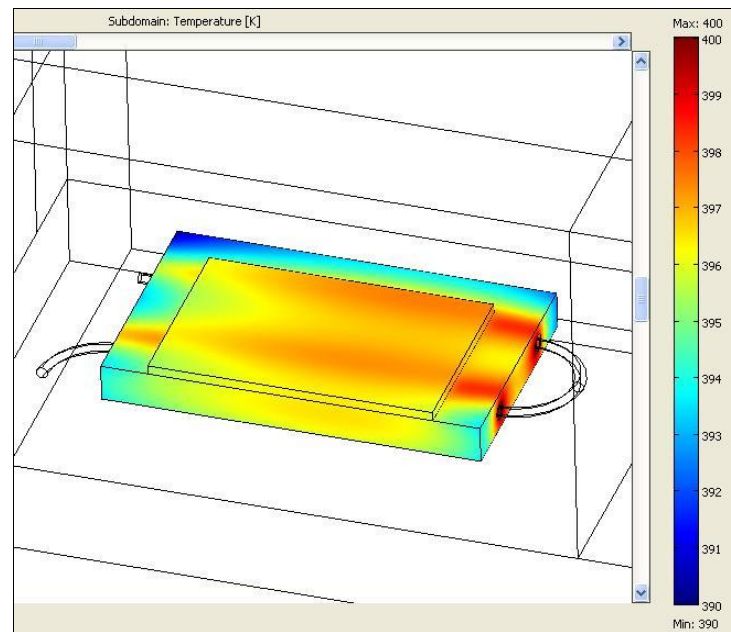


Bild 13: Simulierte Temperaturverteilung auf der Oberseite der Heizplatte mit SiC-Platte zu Beginn des Heizprozesses: visualisierter Temperaturbereich 390 – 400 K

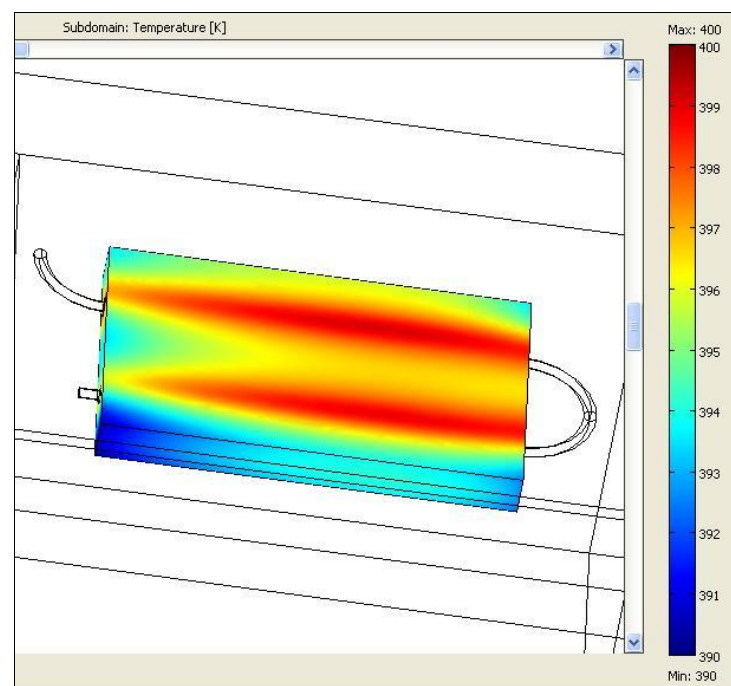


Bild 14: Simulierte Temperaturverteilung auf der Unterseite der Heizplatte zur gleichen Zeit

Test eines Pyrometers:

Im Projektantrag wurde ursprünglich für die Messung der Oberflächentemperatur der keramischen Bauteile eine Wärmebildkamera vorgesehen. Um ein einheitliches Konzept der Abstands- und Temperaturmessungen zu realisieren, das für eine kombinierte quantitative geometrische und thermische Auswertung der Sinterprozesse in einem einheitlichen Koordinatensystem Voraussetzung ist, wurde nach einer geeigneten punktförmigen pyrometrischen Temperaturmessung recherchiert. Die Schwierigkeit bestand darin, dass der Strahlengang des Pyrometers durch die gleiche kleine (schmale) Öffnung in der Ofenwand geführt werden muss wie der Laserstrahl des Sensors. Wegen der zu erwartenden beengten Einbauverhältnisse beim Testmodul war ein Pyrometer mit Lichtleiteroptik, bei dem das eigentliche Pyrometer und der Messkopf räumlich getrennt sind, von Vorteil.

Unter diesen Anforderungen wurde nur das Quotientenpyrometer IGAR 12-LO von IMPAC ermittelt. Es ist nebenbei bemerkt gegenüber einer Wärmebildkamera deutlich kostengünstiger. Das Pyrometer hat einen Temperaturmessbereich von 350°C bis 1300°C, eine Integrationszeit von 2 ms, eine Apertur der Messoptik von 7 mm und im Messabstand von 120 mm einen Messfleckdurchmesser von 1,2 mm. Bild 15 zeigt schematisch den Strahlengang dieses Pyrometers. Es ist erkennbar, dass der Durchmesser des Strahlengangs in einem Abstandsbereich von über 70 mm einer angenommenen Ofenwanddicke, kleiner als 3,2 mm ist. Damit ist der Einsatz des Pyrometers an kleinen Ofenöffnungen möglich. Die Größe des Messflecks auf der Probe ergibt sich dann aus der konkreten Geometrie.

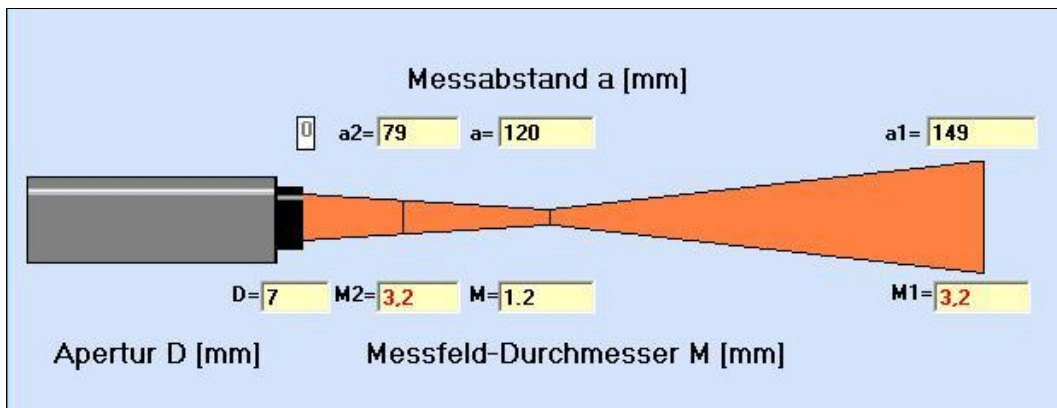


Bild 15: Strahlengang des Pyrometers IGAR 12-LO (Quelle: www.impac-systems.de)

Für den Test des Pyrometers wurde in das Dach des Ofenmodells (Bild 9) ein Keramikröhrchen mit einer Länge von 100 mm und einem Innendurchmesser kleiner 5 mm eingeklebt. Mit der Länge sollte die Größenordnung der Wandstärke der Ofendecke nachgebildet werden. Die Optik des Pyrometers wurde an einem Stativ befestigt und senkrecht über dem Röhrchen angeordnet (Bild 16).

Die Temperatur auf der SiC-Platte wurde während des Heizprozesses mit dem Pyrometer gemessen. Zum Vergleich wurden in unmittelbarer Nähe der Messstelle Thermoelemente angeordnet. Bereits nach wenigen Einstellschritten eines digitalen Korrekturfaktors im Steuer Menü des Pyrometers konnte während des laufenden Heizprozesses eine sehr gute Übereinstimmung der pyrometrisch bestimmten Temperatur mit den Messwerten der Thermoelemente festgestellt werden.



Bild 16: Positionierung der Pyrometeroptik über einem in das Ofendach eingeklebten Keramikröhrchen mit der Länge von 100 mm und dem Innendurchmesser von 5 mm

Phase 2: Technische Realisierung für großformatige keramische Folien

Integration des Messmoduls in das Großraumsinteraggregat:

In der zweiten Projektphase sollte nach den ursprünglichen Planungen das Hochtemperatur-Laser-Messmodul an ein vorhandenes Sinteraggregat des Projektpartners Tridelta Thermprozess an der BAM für großformatige Folien angebaut werden (Bild 17).

Insbesondere die zur Erfassung der Probengestalt notwendige relative Positionierung von Sensor und Probe zueinander war jedoch an diesem speziellen Gerät aus konstruktiven Gründen nicht möglich. Als erhebliches konstruktives Problem bei der Umsetzung dieser Idee erwies sich insbesondere der geringe Platz zur Einbringung eines Fensters für die Messung mit dem Lasertriangulationssensor und zur Befestigung einer Mikropositioniereinrichtung. Um die Temperaturverteilung im Ofen nicht zu beeinflussen, kamen nur ein schmales Fenster oder ein Spalt in Betracht, über dem der Lasersensor eindimensional linear verschoben wird. Das hatte zur Folge, dass mit dem Probenteller die zweite Komponente der zusammengesetzten Bewegung realisiert werden musste. Die nachträgliche Installation einer Bewegung des Probentellers im Ofen war ebenfalls nicht möglich.



Bild 17: Aggregat zur Sinterung großformatiger keramischer Folien an der BAM

Testgerät für großformatige Folien:

Daher wurde entschieden, ein neues Sinteraggregat für großformatige keramische Folien („Testgerät“) aufzubauen, das die Erfassung des Oberflächenprofils einer einzelnen großformatigen 8“x8“-Folie während des Sinterns aus geringem Abstand erlaubt. Zudem sollte eine synchrone pyrometrische Temperaturerfassung der gemessenen Punkte der Probenoberfläche erfolgen.

Dieses Vorgehen bot den Vorteil, dass alle funktionalen Komponenten des Gerätes unabhängig von konstruktiven oder technischen Einschränkungen, die sich zwangsläufig bei der Anpassung an ein vorhandenes Sinteraggregat ergeben hätten, entwickelt werden konnten. So war es möglich, das 3D-Lasermessverfahren für die Hochtemperaturanwendung unter nahezu idealen Bedingungen mit der gezielten Variation einzelner Parameter zu erproben und so die eigentlichen Grenzen seiner Anwendung zu bestimmen. Das Gerät stellt zugleich die breitesten Anforderungen an die zu entwickelnde Software. Vereinfachte Messaufgaben wie die Erfassung repräsentativer Linienprofile, Messungen mit geringerer Genauigkeit usw. können nach Projektabschluss durch die Partner schnell realisiert werden.

Positionierkonzept:

Die Relativbewegung von Probe und Lasertriangulationssensor („LT-Sensor“) sollte durch eine schrittmotorgesteuerte lineare Translation des LT-Sensors und eine Rotation der Probe realisiert werden. Der Lasertriangulationssensor wird dabei mit einem linearen Mikropositioniersystem bewegt, das an einer Brücke über dem Ofen angeordnet ist (Bild 18). Dieser Ansatz zur Positionierung ist optimal. Über eine kleine Sichtfläche (Spalt) wird eine große Messfläche auf dem Probenteller erreicht. Damit ist die Störung des Temperaturfeldes im Ofen nur gering.

Die Vermessung, bei der eine Verschiebung des Sensors mit einer x-y-Stelleinheit vorgenommen wird, ist thermisch sehr ungünstig da dazu ein Fenster im Ofen erforderlich ist, das so groß wie die Grundfläche der Probe ist. Eine periodische translatorische Bewegung der Probe im Ofen erfordert dagegen einen größeren Ofenraum, ist technisch aufwendig und birgt die Gefahr großer Temperaturgradienten.

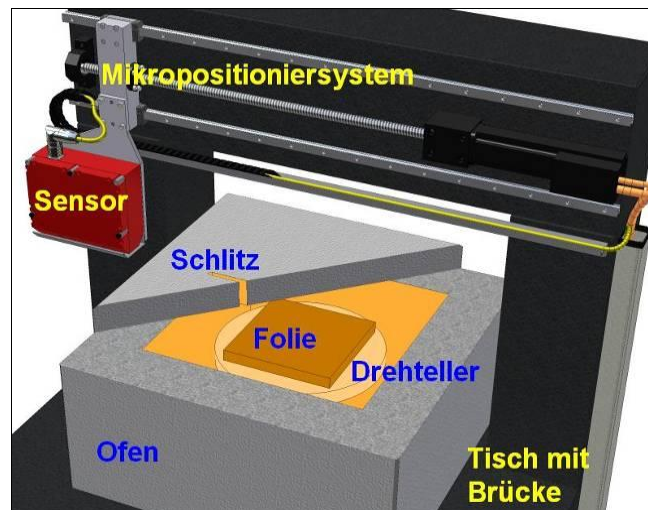


Bild 18: Grundprinzip des Messsystems mit Translation des Lasertriangulationssensors und Rotation der Probe

Messstrategien:

Mit dieser Anordnung sind verschiedene Messstrategien zur Abtastung der Probenoberfläche möglich:

- Spirale (Translation des Sensors, Rotation des Probentellers),
- Gerade (Translation des Sensors, ruhender Probenteller),
- Kreis (ruhender Sensor, Rotation des Probentellers),
- Punkt (ruhender Sensor, ruhender Probenteller; Spezialfall).

Mit der *Spiralbahn* wird die gesamte Probenoberfläche abgetastet. Der Abstand benachbarter Windungen ergibt sich aus dem Verhältnis von Translationsgeschwindigkeit und Rotationsfrequenz. Mit den Lasermessdaten entlang der Spirale wird die dreidimensionale Oberfläche des zu untersuchenden Bauteils berechnet. Die Messzeit berechnet sich aus dem Radius, mit dem die Probe vollständig umschrieben wird, und der Translationsgeschwindigkeit. Diese Aufnahmezeit zur Erfassung der Spirale und damit eines momentanen Oberflächenprofils ist jedoch begrenzt. Zum einen sollte sich während der Abtastung der Probe z.B. während eines Heizprogramms die Temperatur der Probe nur unwesentlich ändern. Zum anderen müssen geometrische Veränderungen der sintern-

den Probe während der Abtastung minimal bleiben. Diese Abweichungen bestimmen analog zum Verwacklungseffekt in der Photographie die „geometrische und thermische Schärfe“ der Oberflächenprofil-„Aufnahme“. Die maximale Messzeit ergibt sich so aus dem Verhältnis einer noch festzulegenden zulässigen Temperaturdifferenz während der „Aufnahme“ und der Heizrate des Ofens.

Der Scan entlang einer *Geraden* liefert ein hochauflösendes Linienprofil, mit dem spezielle Merkmale der Probe (Abstände, sprunghafte Änderungen der Geometrie usw.) bestimmt werden. Wegen der sehr kurzen Messzeit eines Linien-Scans ergibt sich ein scharfes Abbild des Linienprofils. Geometrische Änderungen des Objekts während der Messung sind vernachlässigbar. Einschränkend ist jedoch, dass die Messlinie immer am Rotationsmittelpunkt vorbeigeht.

Ferner können mit einem *Kreis-Scan* beispielsweise Außenkanten (Sprünge Probe-Probenteller) detektiert werden. Bei rechteckigen Objekten kann somit bei nur einer Umdrehung das umschreibende Rechteck bestimmt werden.

Genauigkeitsanforderungen:

Eine typische Messaufgabe im Zusammenhang mit der Charakterisierung bzw. Optimierung des Sinterns keramischer Folien ist die Bestimmung der Schrumpfung von großformatigen 8“x8“-Folien (ca. 200x200 mm) mit einer Dicke von 150 bis 1000 μm beim Sintern. Dabei müssen die laterale und axiale Schwindung quantitativ erfasst werden.

Tabelle 1 zeigt typische Anforderungen an die Genauigkeit des zu entwickelnden Messmoduls für konventionelle und zero shrinkage Technologien. Im letzten Fall wird eine sehr geringe laterale Schwindung von Mehrfachlaminaten durch die Verbindung von sinternden und nicht sinternden Folien erreicht. z steht für die axiale Dimension (Höhe bzw. Foliendicke) und l für die laterale Dimension (Folien- oder Kantenlänge). Δz und Δl sind die typischen Dicken- und Längenänderungen der Folie während des Sinterprozesses. Um die zeitlichen Schwindungsverläufe abbilden zu können, sind mindestens 10 Stützstellen erforderlich. Daraus ergeben sich die in den Tabellen angegebenen minimalen Messgenauigkeiten d_z bzw. d_l , die nicht größer als 1/10 der vollständigen Schwindungen sein dürfen.

Tabelle 1: Typische axiale und laterale Dimensionen (z , l), relative und absolute Schwindung (Δz , Δl) von LTCC-Folien für konventionelle und zero shrinkage Technologien. Die resultierende Mindestanforderung der Messgenauigkeit d_z und d_l beträgt ca. $0,1\Delta z$ bzw. $0,1\Delta l$.

	z [μm]	Δz [%]	Δz [μm]	d_z [μm]
Konventionell	150	15	22,5	2,3
Zero shrinkage	150	30 – 40	45 – 60	4,5 – 6
	l [mm]	Δl [%]	Δl [mm]	d_l [μm]
Konventionell	200	15	30	3.000
zero shrinkage	200	0,1 – 0,3	0,2 – 0,6	20 – 60

Tabelle 1 zeigt, dass für die Erfassung der axialen Schwindung die Abstandsmessungen in z -Richtung mit dem Lasersensor eine Genauigkeit von ca. 2 μm haben müssen. Mit der derzeit gegebenen Genauigkeit des Lasersensors von ca. 10 μm bei Raumtemperatur ist deshalb die Verfolgung der axialen Schwindung zumindest für konventionelle Sintertechnologien nicht möglich. Auch das Verfolgen der lokalen Schrumpfung von Oberflächenstrukturen in Bezug auf das Substrat ist auf Objekte mit Höhenstufen

oberhalb 50-100 μm begrenzt. Die Erfassung der lateralen Schwindung, bei der mit dem an ein Mikropositioniersystem gekoppelten Sensor der Folienrand detektiert wird, ist dagegen mit Positioniergenauigkeiten im einstelligen μm -Bereich problemlos. Die Erkennung von Verwerfungen der Folie bei der Sinterung, eine weitere Messaufgabe, kann man dagegen bereits mit einer deutlich geringeren Messgenauigkeit des Lasertriangulationssensors in z -Richtung realisieren.

Konstruktion und Bau des Testgerätes:

Auf der Basis dieser Genauigkeitsforderungen wurde in enger Zusammenarbeit mit dem Projektpartner nokra ein Gerätekonzept entwickelt. Das Messprinzip sowie das Konzept des gesamten aufzubauenden Testgerätes mit Spezialofen einschließlich der Genauigkeitsanforderungen wurde in einer Projektinformation den Projektpartnern Tridelta Thermprozess und Siegert TFT vorgestellt und gemeinsam diskutiert. Zugleich wurde von der BAM und von nokra ein Patent zu einem Verfahren und einer Vorrichtung zur Sinterung eines Objektes unter Bestimmung seines geometrischen Oberflächenprofils angemeldet [1, 2] (siehe Abschnitt 4).

Der Aufbau des entsprechenden Testgerätes, das alle für die späteren Untersuchungen notwendigen Hardware-Komponenten umfasst, wurde von der BAM öffentlich ausgeschrieben. Das Testgerät sollte aus folgenden Komponenten bestehen:

- Allseits beheizter *Spezialofen* mit Mehrzonenregelung für 8"x8"-Folien mit einer maximalen Temperaturabweichung am Messobjekt $< 8 \text{ K}$ bei einer Heizrate von 10 K/min, $T_{\text{max}} = 1000^\circ \text{ C}$, elektrischen Anschlusswerten von $\leq 400 \text{ V} / 32 \text{ A}$ sowie der Möglichkeit zum einfachen Probenwechsel,
- *Lasertriangulationssensor* mit IR-Spezialfenster, Strahlungsschild und Halterung sowie Steuersoftware, eine Spaltlänge zum vollständigen Erfassen einer 8"x8"-Folie, Messabstand ca. 10 cm, z -Genauigkeit 10 μm
- *Drehteller* zur Aufnahme der Probe,
- *Positionierantriebe* inklusive Steuerung für Schrittweiten der Translation $< 5 \mu\text{m}$ und Winkelschritten der Rotation $< 1^\circ$,
- *Grundgestell* mit Messbrücke zur Aufnahme des Ofens, des Lasertriangulationssensors und der Positionierantriebe,
- Steuerschrank und -PC

Nach Ablauf der Ausschreibungsfrist erhielt die HTM Reetz GmbH den Zuschlag zum Bau des Testgerätes. Dieses Berliner Unternehmen entwickelt und produziert Hochtemperatur-Öfen für verschiedenste Anwendungen, insbesondere für den Bereich Forschung und Entwicklung, in Standardausführungen sowie in modifizierten Versionen nach kundenspezifischen Parametern. Bild 19 zeigt den Spezialofen des Testgerätes. Der nach außen isolierte Ofen wird mit Heizelementen an allen Seiten über mehrere getrennte, einzeln regulierbare Kreise beheizt, womit beim Aufheizen eine annähernd gleichförmige Temperaturverteilung auf der Folie erreicht werden soll. Über einem schmalen Spalt in der Ofendecke wird ein Lasertriangulationssensor, der linear mikropositioniert wird, angeordnet. Der für die Messung notwendige Schlitz darf die thermischen Verhältnisse im Ofen nur minimal beeinflussen. Mit dem linear positionierbaren Sensor wird das Höhenprofil des Objekts entlang einer Geraden bestimmt. Die Probe wird im Ofen auf einem motorgesteuerten Drehteller mit Drehwinkelgeber gelagert, womit aus der Messung auf einer Spiralbahn die Berechnung der dreidimensionalen Oberflächenkoordinaten des Objekts erfolgt.



Bild 19: Rohbau des Spezialofens (geöffnet; links - fest angeordnetes Oberteil mit vorbereitetem Schlitz, rechts - für den Probenwechsel verschiebbares Oberteil, Mitte - spiralförmiger Spalt für den Heizdraht in der Isolation des Unterteils)

Die Ofenkammer ist flach und speziell für keramische Folien und flache Objekte bis zur Größe 200 mm x 200 mm x 10 mm ausgelegt. Der mittlere Abstand zwischen dem Probenteller mit Messobjekt im Ofen und dem Lasersensor beträgt 120 mm.

Der Ofen wird durch Aufschieben der vorderen oberen Hälfte zum Probenwechsel geöffnet. Der Schlitz mit einer Breite von 5 mm wurde in die hintere unbewegliche Ofendecke eingearbeitet und kann mit einer IR-Spezialscheibe abgedeckt werden. Der Ofen verfügt über 6 Heizzonen, die einzeln programmiert und geregelt werden. Damit soll erreicht werden, dass die Temperaturunterschiede während des gesamten Heizprozesses im Ofen gering sind. Auf der Oberseite befinden sich 3 getrennte Heizbereiche in der vorderen und hinteren Hälfte der Ofendecke sowie um den Spalt herum. Die Heizdrähte sind in offenen geradlinigen Kanälen verlegt. Auf der Unterseite sind die Heizdrähte spiralförmig verlegt - im inneren Bereich unter dem Probenteller sowie in zwei ringförmigen Zonen im äußeren Bereich. Der Ofenregler ist über eine Profibuschnittstelle mit dem Steuer-PC des Gesamtsystems gekoppelt. Der Ofen wird durch die Röhren in den Aluminiumprofilen des Gehäuses mit Wasser gekühlt, das in einem geschlossenen Kreislauf mit Thermostat zirkuliert.

Ein wichtiger Aspekt ist die Steifigkeit des Messsystems zur Vermeidung unerwünschter Schwingungen und Störungen. Um das Problem äußerer mechanischer Störungen und der Eigenschwingungen im Testgerät zu beherrschen, wurde anstelle des einfachen Grundgestells eine aus Granit gefertigte Basisplatte mit Messbrücke auf einem schwingungs isolierten Gestell in das Gerätekonzept einbezogen. Der Ofen wurde fest mit der Granitbasisplatte verbunden. Die Antriebe für den Drehteller und die Laserpositionierung wurden ebenfalls starr mit der Basisplatte beziehungsweise mit der Quertraverse der Messbrücke verbunden.

Der Lasertriangulationssensor wird mit einem an der Messbrücke befestigten Mikropositioniersystem über dem Ofenspalt bewegt. Er wurde mit einem Schutzschild versehen, an dem ein kleiner Lüfter befestigt ist. Neben dem Schutz des Sensors vor

Überhitzung soll durch die schwache horizontale Strömung eine Schichtbildung der Luft und damit Fluktuationen des Brechungskoeffizienten der Luft verhindert werden. Damit werden Fehlmessungen des Lasersensors, die sich aus der Brechung des Laserstrahls und gestreuten Lichtes ergeben, unterdrückt.

Über einen Haltewinkel wurde der optische Messkopf eines Pyrometers am Lasersensor befestigt. Der Messkopf wurde so ausgerichtet, dass seine optische Achse und der Laserstrahl des Abstandssensors sich in der Probenellerebene schneiden. Da der Abstand zwischen Pyrometer und Oberfläche ≤ 120 mm ist, beträgt der Messfleckdurchmesser etwa 1,5 mm (Bild 15). Strukturen, die größer als der doppelte Messfleckdurchmesser sind, müssten bei Vorhandensein von Temperaturunterschieden erkennbar sein. Feinstrukturen, wie sehr dünne metallische Leiterbahnen auf bedruckten LTCC, sind nicht detektierbar.

Der Probeneller wurde aus porösem Siliziumkarbid (SiC) angefertigt. Die guten ausgleichenden thermischen Eigenschaften dieses Materials wurden bereits in den eingangs erwähnten Vorversuchen nachgewiesen.

Mit dem zum Gesamtsystem gehörenden PC werden die Messabläufe des Lasersensors und des Pyrometers sowie die entsprechende Mikropositionierung gesteuert und alle Messdaten und Betriebsparameter in Datensätzen gespeichert.

Baugruppe des Probenellers:

Von besonderer Bedeutung ist die tragende Baugruppe des Probenellers, welche eine präzise Rotation der Probe im Ofen realisieren muss (Bild 20).

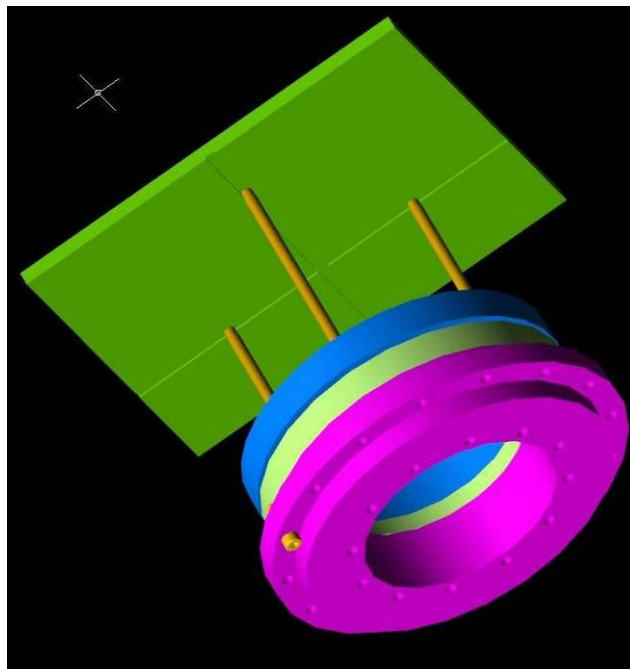


Bild 20: Lagerung des SiC-Probenellers (grün) auf drei Keramikstiften (braun).
Blau: Stifthalterring, Hellgrün/ violett: Ringlager

Hierzu werden ein Präzisionsantrieb mit Zahnriementrieb und ein Ringlager außerhalb der heißen Zone an der Ofenunterseite verwendet. Der Probeneller wird abnehmbar auf drei Keramikstäben gelagert. Diese sind im Ringlager fixiert. Die drei Stifte bewegen

sich in einem schmalen kreisförmigen Spalt im isolierten Ofenboden, wobei sich zwischen den Stäben kreisförmige Isolationssegmente zur Minimierung thermischer Verluste befinden (nicht in Bild 20 gezeigt). Der SiC-Probenteller verfügt auf seiner Unterseite über zwei kreuzförmig angeordnete Nuten, in der die Keramikstäbe definiert geführt werden. Damit werden thermische Verspannungen der Baugruppe vermieden. Aufgrund dieser Konstruktion mussten jedoch unerwünschte Eigenschwingungen befürchtet werden.

Daher wurde in der Entwurfsphase das Torsionsverhalten dieser Baugruppe abgeschätzt. In die Schwingungsgleichung

$$J \ddot{\varphi} + k \varphi = 0$$

gehen die Stab-Federkonstante k und der Probenteller mit seinem Trägheitsmoment J ein. In diesem Schwingungsmodus führt jeder Einzelstab jeweils eine Biegeschwingung in Tangentialrichtung aus. Die Eigenfrequenz beträgt

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{J}} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{14\pi E r^4 R^2}{\rho l^3 a^4 h}}$$

mit dem Radius r , der freien Länge l und dem Elastizitätsmodul E der Keramikstäbe der Dichte ρ , der Kantenlänge a und der Dicke h des Probentellers sowie dem Radius R des Kreises, auf dem die Stäbe angeordnet sind. Bei dickeren und kürzeren Stäben nimmt die Eigenfrequenz und somit die Steifigkeit der Baugruppe zu. Durch eine geeignete Wahl von Stablänge und -durchmesser konnten so störende Eigenschwingungen der Baugruppe vermieden werden. Die Rotationsfrequenz des Drehtellers wird vorwiegend durch die auftretenden Fliehkräfte auf etwa 2 s^{-1} begrenzt. Diese Fliehkräfte können durch die geringe Reibung zwischen Folie und Probenteller leicht ein Verrutschen der Folien verursachen falls diese nicht sehr genau zentriert wird. Selbst bei sehr guter Zentrierung kann es während des Schwindung zu einer erneuten Verlagerung des Masseschwerpunktes der Folie und so zu einer Exzentrizität kommen. Die Gefahr des Verrutschens der Folien ist während des Ausbrennens organischer Additive besonders groß, da hier die Reibungskräfte durch den entstehenden Gasfilm besonders gering sind. Eine Erhöhung der Rotationsfrequenz erfordert somit Vorkehrungen zur Probenfixierung. Dies kann jedoch zu unerwünschten Verformungen der Proben im Bereich der Fixierung führen.

Aufstellung des Testgerätes in der BAM:

Nach der Montage des Gerätes und einiger wichtiger Tests der Grundfunktionen des Spezialofens, der Sensoren und der Positionierantriebe wurde das Testgerät von der HTM Reetz GmbH der BAM übergeben (Bilder 21 bis 23).

Die weitere Inbetriebnahme, einschließlich der Kontrolle der wesentlichen in der Geräteauschreibung geforderten Systemparameter wurde gemeinsam von der BAM und nokra vorgenommen. Es erfolgte die Abnahme des Testgerätes.



Bild 21: Testgerät zur Hochtemperatur-Laserprofilometrie: Gesamtansicht

Technische Daten des realisierten Testgerätes:

Ofen:

- flacher Ofeninnenraum mit rotierendem Probenteller 210 mm x 210 mm
- Proben bis 200 mm x 200 mm x 10 mm
- 6 programmierbare Heizzonen
- $T < 1000^\circ \text{C}$

Laserabstandssensor:

- Wellenlänge (Laserdiode): 650 nm
- Messbereich: 25 mm
- Grundabstand Messbereichsmitte: 120 mm
- Genauigkeit: 10 μm
- Messfrequenz: bis 30 kHz
- exakte positionsabhängige externe Triggerung

Mikropositionierung:

- Translation: Präzisionsschritte 1 μm
 $0 \text{ mm s}^{-1} \leq v \leq 200 \text{ mm s}^{-1}$
- Rotation: Präzisionsschritte $0,02^\circ$ (bei $r = 100 \text{ mm}$ tangential $\Delta l = 35 \mu\text{m}$)
 $0 \text{ s}^{-1} \leq f \leq 2 \text{ s}^{-1}$ (begrenzt durch Unwucht der Probe, Fliehkraft)

Pyrometer:

- Messbereich: 350 bis 1300°C
- Messunsicherheit: 0,5 %
- Integrationszeit: 2 ms
- Messfleckdurchmesser: ca. 1,5 mm auf der Probenoberfläche

Schwingungsgedämpfter Tisch:

- Isolierung vor äußeren Schwingungen effektiv ab $f \geq 5 \text{ s}^{-1}$

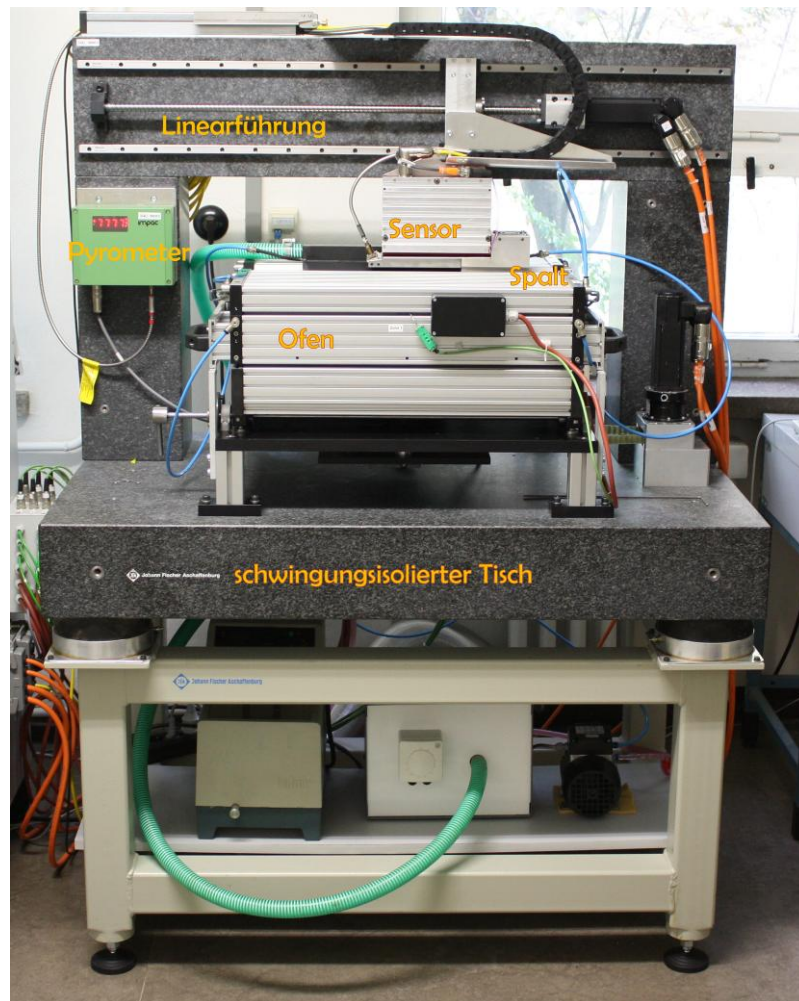


Bild 22: Testgerät zur Hochtemperatur-Laserprofilometrie: Messtisch

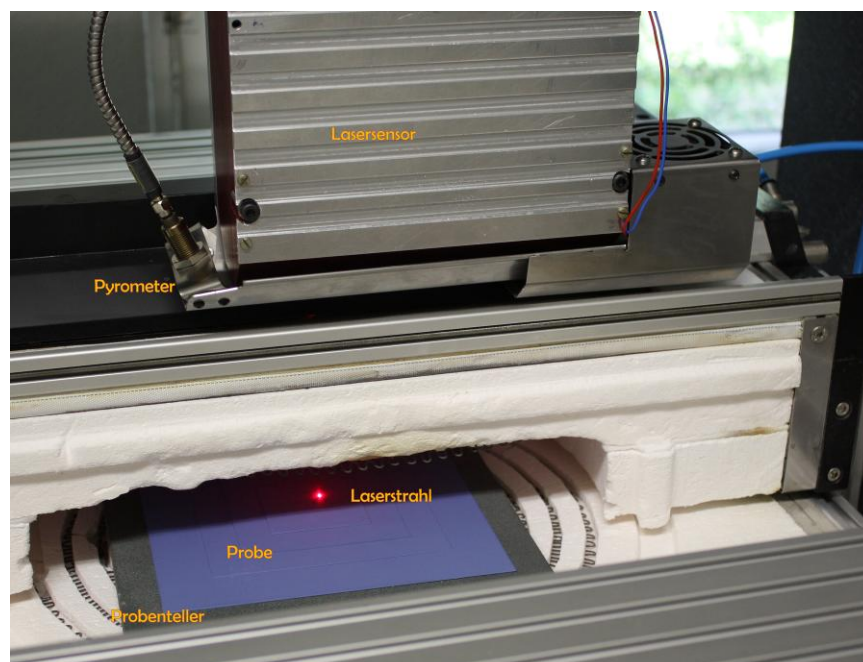


Bild 23: Detailansicht des Testgerätes mit geöffnetem Ofen

Test der Ofensteuerung:

Zunächst wurde die Temperaturverteilung des Ofens bei unterschiedlichen Heizraten getestet. Dazu wurden die Temperaturmesswerte der in den Heizzonen direkt zwischen den Heizdrähten angeordneten Kontrollthermoelemente verwendet. Ihr Abstand zu einem benachbarten Heizdraht ist nicht größer als 5 mm. In Bild 24 ist das Verhalten der Ofentemperaturregelung bei einem Versuch mit einer Heizrate von 3 K/min dargestellt. Der Verlauf der mittleren Ofentemperatur bis zum Erreichen eines im Heizprogramm eingestellten Plateauwertes ist streng linear. Größere Schwankungen zwischen der größten und kleinsten Heizzonentemperatur gibt es in der Anfangsphase des Heizprozesses bei Ofentemperaturen unter 300°C. Es scheint ein Problem bei Regelkreisen zu sein, kleine dosierte Energiemengen bei den Verzögerungs- und Integrationszeiten der Kontrollmechanismen in ein Objekt einzubringen. Wegen der Stabilität der Regelung können diese Zeiten nicht beliebig klein gewählt werden. Andererseits werden die Temperaturunterschiede durch die direkte Nachbarschaft der Thermoelemente zu den Heizdrähten messtechnisch deutlich überbewertet. In einem wesentlich größeren Abstand, zum Beispiel zwischen den Heizzonen und dem Probenteller, gibt es durch die Überlagerung der Strahlung der verschiedenen Heizzonen einen Glättungseffekt. Die mittlere Temperaturdifferenz zwischen den Heizzonen beträgt 4 K über die gesamte Messzeit.

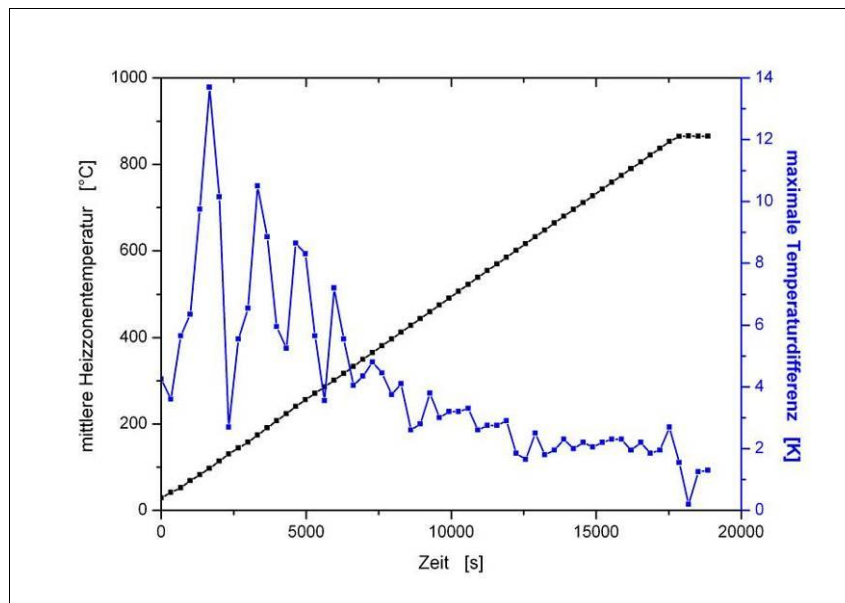


Bild 24: Verlauf der mittleren Ofentemperatur (Heizzonen) und der maximalen Temperaturdifferenz bei einer Heizrate von 3 K/min

Bild 25 zeigt den Versuch bei einer Heizrate von 10 K/min. Erkennbar ist wieder der lineare Verlauf der mittleren Ofentemperatur. Das Niveau des Verlaufs der größten Temperaturdifferenz liegt etwas höher bei einem Mittelwert von 9 K. Bei gleicher zeitlicher Abtastrate der Regelkreise und höheren Momentanleistungen der Heizzonen ergeben sich zwangsläufig etwas größere Temperaturunterschiede. Mit diesen Versuchen konnte dennoch gezeigt werden, dass der Testofen die in der Ausschreibung geforderte Temperaturhomogenität hinreichend erfüllt.

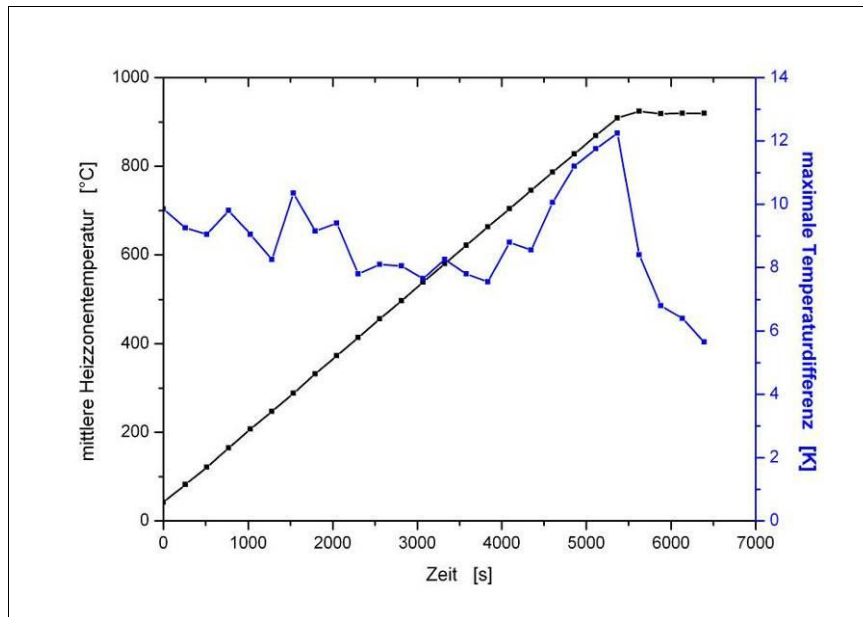


Bild 25: Verlauf der mittleren Ofentemperatur (Heizzonen) und der maximalen Temperatur­differenz bei einer Heizrate von 10 K/min

Optimierung des Testgerätes, Messbeispiele, Softwareentwicklung

In weiteren Untersuchungen wurde die Anwendbarkeit der Messmethode für verschiedene Anwendungsbeispiele getestet, konstruktive Verbesserungen am Testgerät vorgenommen und Grundkonzepte der Messdatenerfassungs- und Auswertesoftware entwickelt.

Kalibrierung des Rotationsmittelpunkts:

Das unmittelbare Ergebnis einer Abstandsmessung mit bekannter Positionierung des Lasertriangulationssensors ist das Tripel x_L , φ und z , das die Position des Auftreffpunktes des Laserstrahls an einem Messobjekt in einem räumlichen Koordinatensystem beschreibt.

Der Lasertriangulationssensor bewegt sich auf der x -Achse eines fest mit dem Ofen verbundenen kartesischen Koordinatensystems, dessen Nullpunkt theoretisch im Rotationsmittelpunkt des Proben­tell­ers liegt. x_L ist die Position des Sensors in diesem Koordinatensystem während einer Messung. Gleichzeitig ist der Proben­tel­ler in diesem Moment um den Winkel φ ab der positiven x -Achse, wo die Winkel­messung entgegen dem Uhrzeigersinn beginnt, verstellt. z ist der Abstand zwischen Sensor und Auftreffpunkt des Laserstrahls.

Für die weitere Messwertverarbeitung ist eine Transformation der Daten in ein kartesisches Koordinatensystem (x, y, z) , das mit dem Proben­tel­ler fest verankert ist und seinen Koordinatenursprung im Rotationsmittelpunkt hat, sinnvoll. Die Oberflächendaten können dann mit Methoden der Bildverarbeitung, die meist auf einem quadratischen Koordinatengitter basieren, ausgewertet werden. Zunächst gilt der einfache Transformationsansatz:

$$x = x_L \cos(\varphi),$$

$$y = x_L \sin(\varphi).$$

Bereits erste Messungen an einem Objekt, dessen geradlinige Kante in unmittelbarer Nähe des Rotationsmittelpunktes gelegt wurde, haben jedoch nach der Transformation Verzerrungen dieser Kante im Nahbereich des Koordinatenursprungs gezeigt. Das Problem besteht darin, dass bei der praktischen Einrichtung des Testgerätes der Rotationsmittelpunkt des Probenhalters und die Nullposition des Lasertriangulationssensors nur näherungsweise in Übereinstimmung gebracht werden können. Der Rotationsmittelpunkt M hat jedoch in Wirklichkeit eine exzentrische Lage mit dem Exzentrizitätsradius ε_M und dem Exzentrizitätswinkel φ_M im Koordinatensystem des Lasersensors.

Die transformierten Koordinaten der gemessenen Punkte setzen sich im x - y - z -Koordinatensystem des Probenhalters aus den Anteilen der Lage des Rotationsmittelpunktes M und der Position des Messpunktes zum Rotationsmittelpunkt in der Form zusammen:

$$\begin{aligned}x &= \varepsilon_M \cos(\varphi_M) + r \cos(\varphi - \varphi_{\text{korrr}}), \\y &= \varepsilon_M \sin(\varphi_M) + r \sin(\varphi - \varphi_{\text{korrr}}),\end{aligned}$$

wobei r der Abstand zwischen Rotationsmittelpunkt und Laserauftreffpunkt mit

$$r(x_L, \varepsilon_M, \varphi_M) = \sqrt{x_L^2 + \varepsilon_M^2 - 2x_L \varepsilon_M \cos(\varphi_M)}$$

und φ_{Korr} Korrekturwinkel für die Winkelposition φ mit

$$\varphi_{\text{korrr}}(x_L, \varepsilon_M, \varphi_M) = \arccos\left(\frac{x_L^2 + r^2(x_L, \varepsilon_M, \varphi_M) - \varepsilon_M^2}{2x_L r(x_L, \varepsilon_M, \varphi_M)}\right)$$

sind.

Eine Möglichkeit zur Bestimmung der Lage des Rotationsmittelpunktes (ε_M, φ_M) besteht darin, die während einer Spiralmessung an der geradlinigen Kante eines Kalibrierkörpers detektierten Sprünge ($x_L[i], \varphi[i]$) zwischen seiner Oberfläche und dem Probenhalter unter Variation der Lage des Rotationsmittelpunktes so zu transformieren, dass im Koordinatensystem des Probenhalters mit den berechneten Koordinaten ($x[i], y[i]$) exakt eine Gerade abgebildet wird. Dazu wird mit den transformierten Koordinaten der maximale lineare Korrelationskoeffizient $K_{j,k}$

$$K_{j,k} = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2 \sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2}}$$

bestimmt, wobei in zwei ineinander geschachtelten Programmschleifen j, k die Lage des Rotationsmittelpunktes, der in die Berechnung eingeht, mit kleinen Schritten in den Intervallen $0 \leq \varepsilon_M[j] \leq \varepsilon_{M\text{max}}$ und $0 \leq \varphi_M[k] < 2\pi$ verändert wird und \bar{x} und \bar{y} die Mittelwerte der transformierten Messwertfolgen sind.

Die Einzelmessungen werden bei der Kalibrierung vielfach wiederholt. Die jeweils bestimmten Koordinaten $x_\varepsilon = \varepsilon_M \cos(\varphi_M)$ und $y_\varepsilon = \varepsilon_M \sin(\varphi_M)$ des Rotationsmittelpunktes werden gemittelt. Das Ergebnis der aktuellen Kalibrierung, die 50mal unter leichter Veränderung der Lage der geradlinigen Kalibrierkante durchgeführt wurde, ist:

$$x_\varepsilon = (1,832 \pm 0,078) \text{ mm},$$

$$y_\varepsilon = (0,090 \pm 0,011) \text{ mm}.$$

Der mittlere Exzentrizitätsradius ε_M beträgt so 1,834 mm und der Exzentrizitätswinkel φ_M ist $2,81^\circ$. Die Kalibrierung wird nach bestimmten größeren Zeitabständen, zum Beispiel monatlich, wiederholt oder sofort nach Montagearbeiten am Testgerät durchgeführt.

Spiralmessung und Berechnung des Oberflächenbildes:

Zur Beschreibung der kompletten sichtbaren dreidimensionalen Oberfläche des Messobjektes wird die Spiralmessung verwendet. Dabei bewegt sich der Lasertriangulations-sensor mit der Translationsgeschwindigkeit v bezogen auf den Nullpunkt des ortsfesten Laserkoordinatensystems und der Proben-teller rotiert mit der Frequenz f . Während einer vollen Umdrehung des Proben-tellers ($\Delta\varphi = 2\pi$) verschiebt sich der Sensor um die Distanz a , dem Linienabstand der Spirale. Dieser ergibt sich aus dem Verhältnis von Translationsgeschwindigkeit und Rotationsfrequenz zu

$$a = \frac{v}{f}.$$

Die Koordinaten entlang der Spiralbahn genügen den Gleichungen

$$\varphi = 2\pi f t \text{ und}$$

$$r = a \frac{\varphi}{2\pi}$$

wobei r der Abstand zum Nullpunkt und φ der in der Zeit t zurückgelegte Winkel ist. Die Probe darf während des gesamten Prozesses nicht verrutschen. Wegen der wirkenden Fliehkraft ist die Rotationsfrequenz deshalb auf 2 Hz begrenzt. Weiterhin wird der Proben-teller nicht plötzlich auf die Rotationsfrequenz f gebracht, sondern in einer kurzen Startphase mit einer konstanten Winkelbeschleunigung bis zum Erreichen von f gedreht. Dieser Vorgang ist in die Präzisionsmotorsteuerung implementiert und in der mathematischen Beschreibung der Spirale berücksichtigt.

Die Messung wird bei den Spiral- und Kreisbahnmessungen über den Positionsgeber des Drehantriebs ausgelöst. Die Messroutine erfasst alle $0,02^\circ$ einen Messwert, also 18000 Messwerte pro Umdrehung. Die Anzahl der Messpunkte bei einer Spiralmessung liegt in der Größenordnung von 10^6 .

Die Spiraldaten der Laserabstands- und Temperaturwerte werden jeweils in die Oberflächenbilder $z(x, y)$ und $T(x, y)$ mit diskreten Bildpunktkoordinaten umgerechnet. Das zugeordnete Koordinatensystem ist fest mit dem Proben-teller verbunden. Der Rotationsmittelpunkt befindet sich im Zentrum des Bildes, der Winkel $\varphi = 0$ auf der positiven x -Achse. Das Bildraster in x - und y -Richtung entspricht einer halben Spiralkonstante $a/2$. Die Lasermesswerte der Spirale werden abstands- und richtungsabhängig gewichtet den Rasterpunkten zugeordnet. Das Programm interpoliert daraus die jeweiligen Abstandswerte für das Oberflächenbild. Beim Oberflächentemperaturbild wird analog verfahren.

Befindet sich in der Nähe des Kreuzungspunktes eine sprunghafte Änderung der Probenoberfläche, werden nur die Messwerte zur Interpolation herangezogen, die sich mit dem Kreuzungspunkt auf einem gleichen Abstandsniveau befinden. Diese Entscheidung wird durch eine Analyse der Nahumgebung des Rasterpunktes getroffen. Damit wird verhindert, dass steile Stufen durch das Interpolationsverfahren als schräge Flächen erscheinen.

Schwindungsmessung an einem Laminat für LTCC-Anwendungen:

Eine wichtige Aufgabenstellung ist die Messung der Schwindung keramischer LTCC-Folien. Die Schwindung einer Folie wird aus der Änderung eines definierten Abstandsmaßes während des gesamten Sinterprozesses als Funktion der Temperatur bestimmt. Bedingung ist nur, dass das festgelegte Merkmal zu jedem Zeitpunkt verfolgt, erkannt und vermessen werden kann.

Das Maß der lateralen Schwindung kann zum Beispiel der Abstand jeweils zweier gegenüberliegender Seiten der Folie sein.

Bei der axialen Schwindung muss ein definierter Punkt auf der Probenoberfläche der Folie verfolgt werden. Da dieser Punkt in der Regel in den geometrischen Messdaten nicht sichtbar ist, müssen seine Koordinaten während des Prozesses ständig neu berechnet werden. Ein verfolgbarer Messpunkt ist beispielsweise der Schnittpunkt der Diagonalen der rechteckigen Folie. Für die Berechnung der axialen Schwindung wird die aktuelle Dicke der Probe in diesem Punkt verwendet.

Bei rechteckigen Folien bieten sich folgende Schwindungsmaße $S(T)$ an:

$$S_x(T) = \frac{L_x(T) - L_x(T_0)}{L_x(T_0)} \quad \text{und} \quad S_y(T) = \frac{L_y(T) - L_y(T_0)}{L_y(T_0)}$$

für die laterale Schwindung, wobei die Maße L_x und L_y senkrecht aufeinander stehen,

$$S_z(T) = \frac{L_z(T) - L_z(T_0)}{L_z(T_0)}$$

für die axiale Schwindung, wobei das Maß L_z die Dicke im Schnittpunkt der Diagonalen sein kann. $L(T_0)$ ist jeweils das Maß zum Startzeitpunkt bei Raumtemperatur T_0 . Die Temperatur T ist die mittlere Ofentemperatur während der Spiralmessung. Bild 26 zeigt ein einfaches LTCC-Laminat.

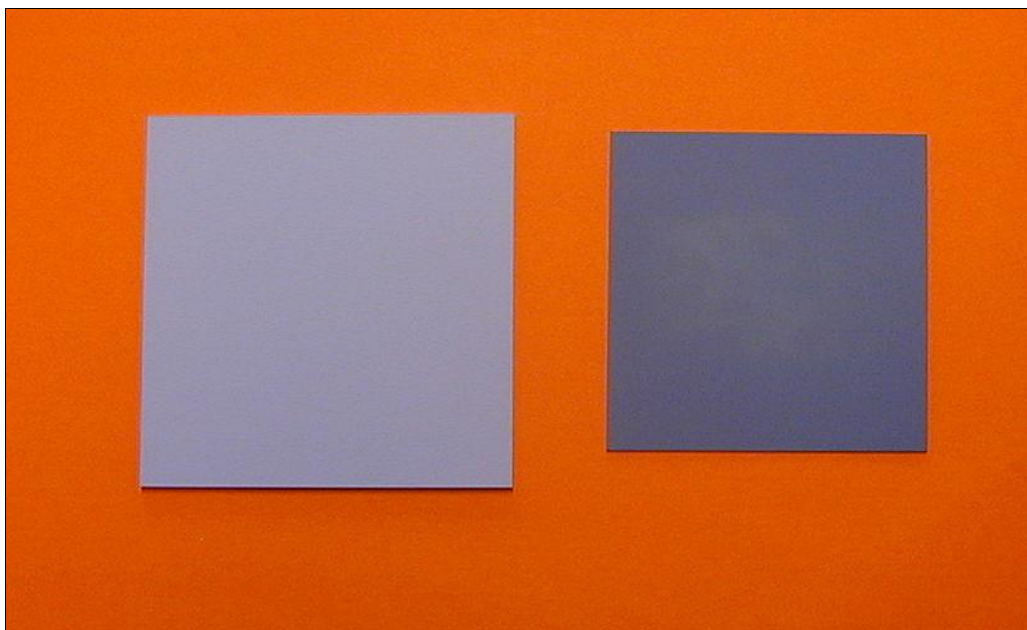


Bild 26: Einfaches quadratisches Laminat: links vor der Schwindung (9,5 x 9,5 cm), rechts nach der Schwindung (8,1 x 8,1 cm)

Der Schwindungsprozess dieses Laminats wurde mit Spiralmessungen begleitet (Bild 27). Zur Illustration wurde in das berechnete Oberflächenbild zum Startzeitpunkt schematisch eine Spirale eingezeichnet. Folgende Versuchsparameter wurden eingestellt:

- Heizrate des Ofens $\beta = 3 \text{ K/min}$,
- Translationsgeschwindigkeit des Sensors $v = 0,5 \text{ mm s}^{-1}$,
- Rotationsfrequenz des Probentellers $f = 0,5 \text{ s}^{-1}$.

Der Abstand zwischen 2 benachbarten Spiralwindungen beträgt somit 1 mm. Die Messung der Spirale dauert 2,3 Minuten. In dieser Zeit erhöht sich die Temperatur um 7 K.

Die Messzeit könnte man mit der Erhöhung der Translationsgeschwindigkeit verkürzen. Wird nicht gleichzeitig die Rotationsfrequenz erhöht, vergrößert sich die Spiralkonstante und die Abtastdichte auf der Probenoberfläche wird geringer. Bei festgelegter maximal zulässiger Temperaturdifferenz und der begrenzten Rotationsfrequenz muss für die Messung ein Kompromiss gefunden werden.

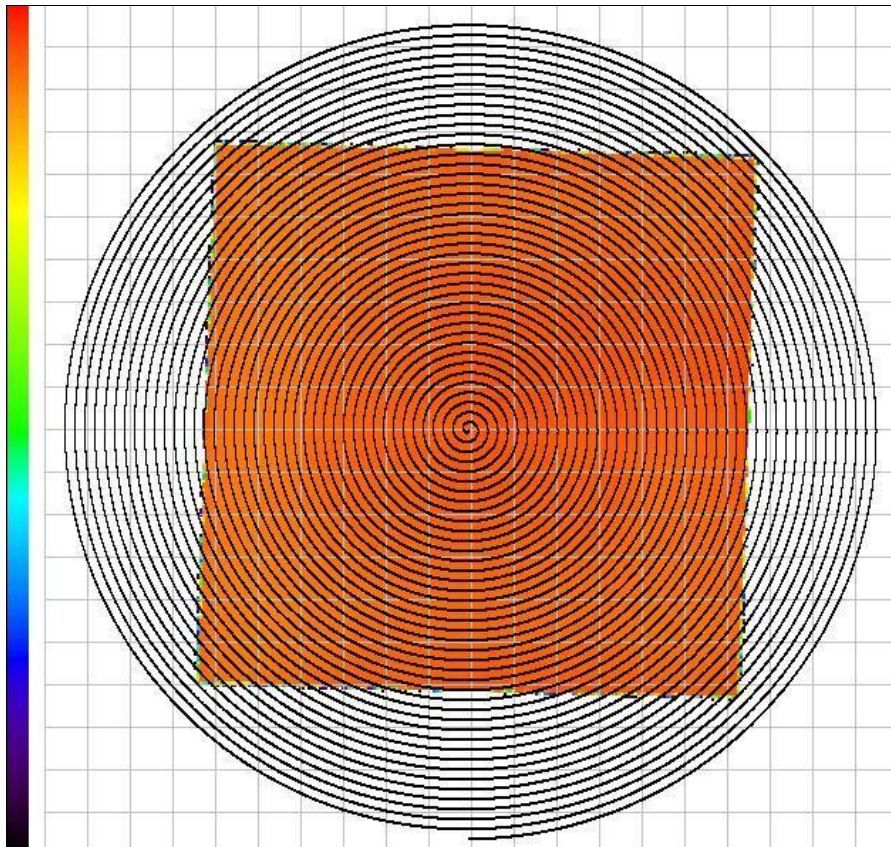


Bild 27: Schematische Darstellung eines Spiral-Scans, eingezeichnet in das Oberflächenbild zum Startzeitpunkt

Aus den Spiraldaten wird das Oberflächenbild berechnet. Von den berechneten Abstandswerten des Oberflächenbildes wird das Niveau des Probentellers subtrahiert. Die Probentellerebene wird dazu aus den Spiralwindungen, die bereits außerhalb der Probe verlaufen, mit der Methode der kleinsten quadratischen Abweichung berechnet. Der Wert $z = 0$ beschreibt somit im Oberflächenbild die Probentellerebene. Die Gleichungen für die umschreibenden Geraden werden direkt aus den Sprüngen in der Spirale eben-

falls mit der Methode der kleinsten quadratischen Abweichung bestimmt. Man könnte das umschreibende Viereck auch aus dem Oberflächenbild berechnen, das jedoch durch das diskrete Raster etwas ungenauer wird. Die Schnittpunkte der umschreibenden Geraden ergeben die Eckpunkte der rechteckigen Folie. Die lateralen Schwindungsmaße lassen sich vorteilhaft aus den Abständen der Seitenhalbierenden der jeweils gegenüberliegenden Folienkanten berechnen.

Die Bilder 28 und 29 zeigen auf der linken Seite das erste und das letzte Oberflächenbild des Messprozesses. Das Oberflächenprofil der Folie wird mit einer Farbskala, die einen Höhenbereich von 1800 μm ab Probentellerebene umfasst, visualisiert. Der Maßstab des unterlegten quadratischen Gitters beträgt 7,5 mm. Anhand der Ausdehnung des Objektes im Gitter und den Farbwerten ist die Schwindung des Laminats qualitativ gut erkennbar. Auf der rechten Seite der Bilder werden die von der Temperatur abhängigen lateralen Schwindungskurven $S_x(T)$ und $S_y(T)$ entwickelt. Im Bild 29 sind im Oberflächenbild die zu bestimmenden Maße L_x und L_y eingezeichnet. Die in Bild 29 komplett abgebildeten Schwindungskurven zeigen, dass die laterale Schwindung anisotrop verläuft. Das hängt vermutlich mit dem Fertigungsprozess der Folien zusammen, bei der sich die Eigenschaften in Transport- oder Gießrichtung von denen in senkrechter Richtung unterscheiden.

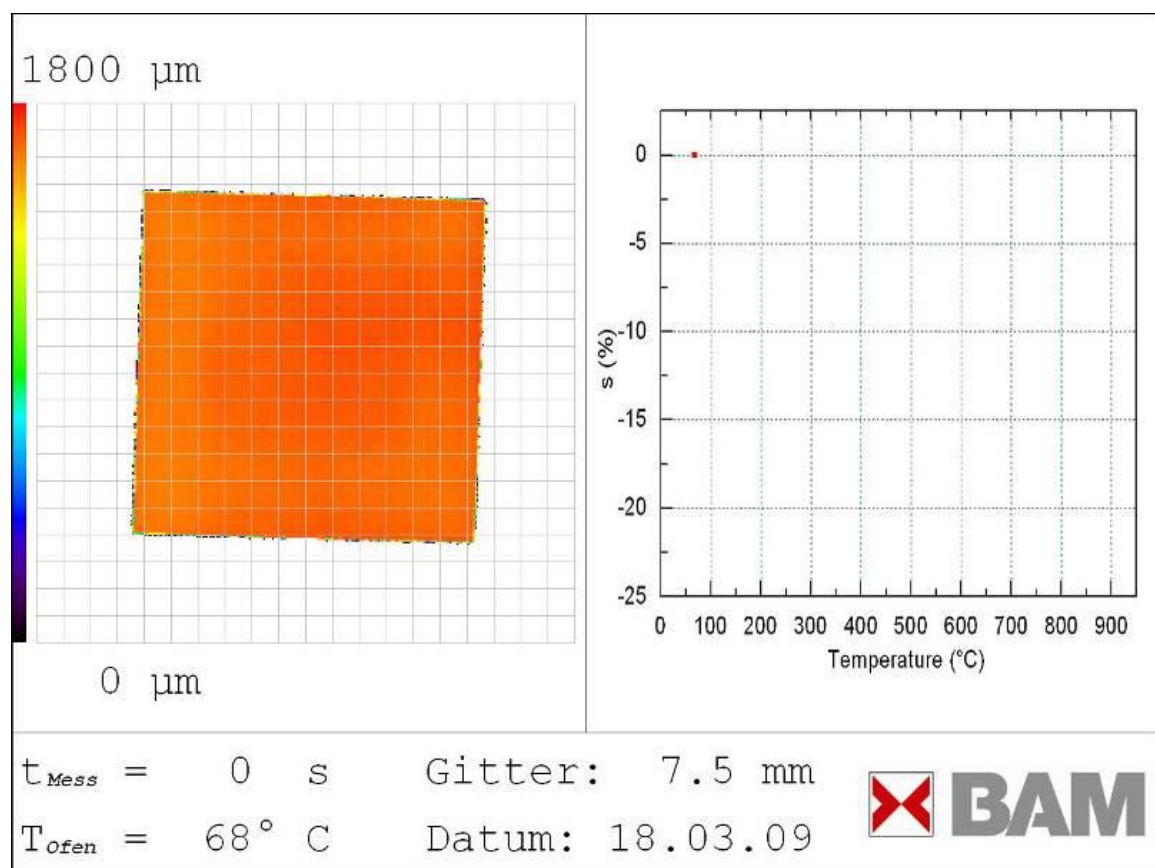


Bild 28: Oberflächenprofil (links) und erster Messpunkt der Schwindungsmessung (rechts) bei Raumtemperatur.

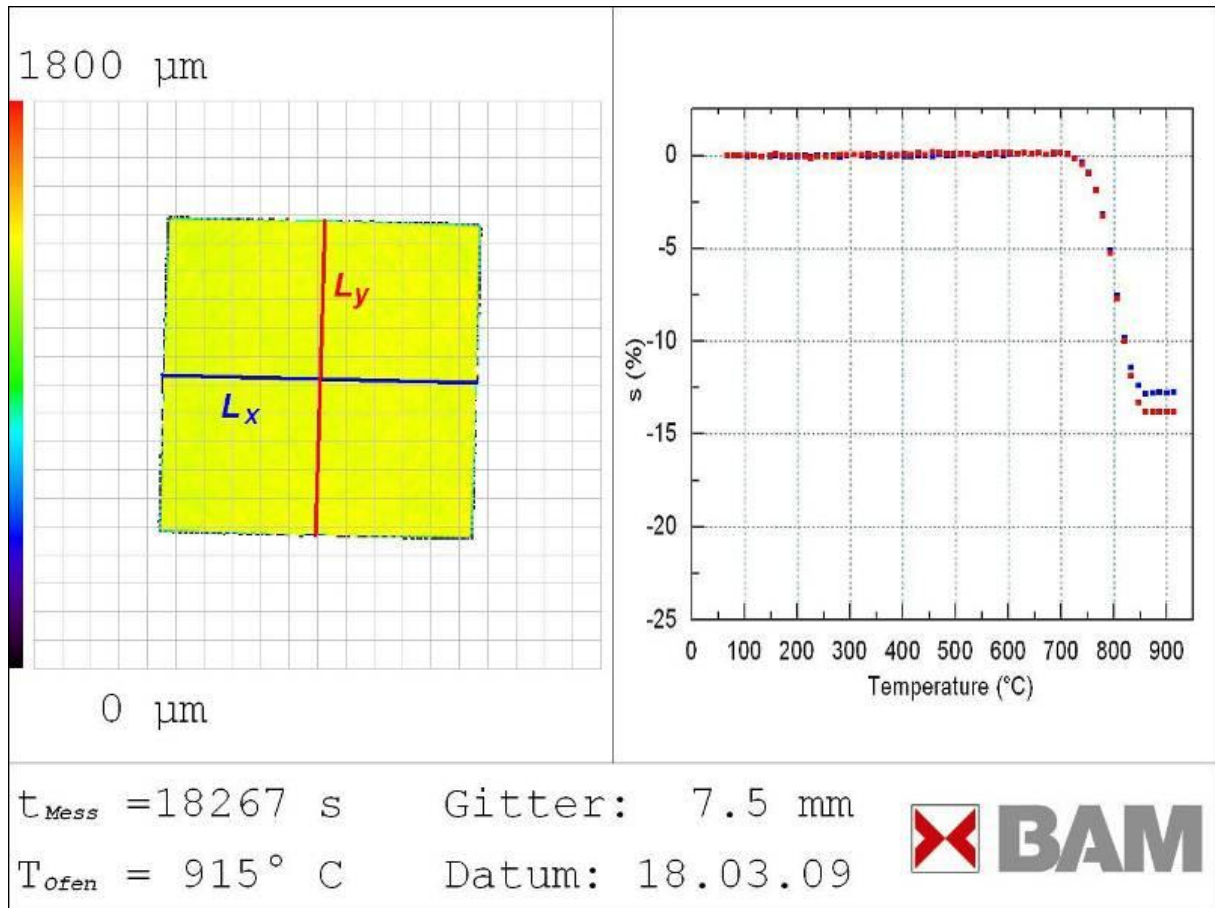


Bild 29: Oberflächenprofil (links, letzte Messung bei 915°C) mit den eingezeichneten Maßen L_x und L_y , und Schwindungskurven $S_x(T)$ und $S_y(T)$ (rechts)

Mit der zu einem Film verknüpften Bildfolge, bestehend aus den Bildern 28 und 29 sowie allen Zwischenschritten, lässt sich der gesamte Prozess in seinem zeitlichen Ablauf anschaulich darstellen.

In Bild 30 sind die gemessenen Schwindungskurven eines anderen, etwa doppelt so dicken, Laminats abgebildet. Die Versuchsparameter wurden gegenüber der vorhergehenden Messung nicht verändert. Die axiale Höhenänderung in einer kleinen kreisförmigen Umgebung des Schnittpunktes der Diagonalen mit dem Durchmesser der 0,05-fachen Diagonalen werden mit roten Punkten und die lateralen Schwindungen mit grünen und blauen Punkten dargestellt. Bis zur Temperatur von 700°C erfolgt in allen drei Dimensionen eine Vergrößerung des Objektes um 1 bis 2 % wahrscheinlich in Folge der thermischen Ausdehnung und der Lockerung des Gefüges durch die Entbinderung. Unmittelbar vor der Schwindung gibt es eine Aufwölbung der Folie (rote Punkte). Die laterale Schwindung endet für die x - und y -Komponenten bei etwa 15 %. Die axiale Schwindung beträgt 17,5%.

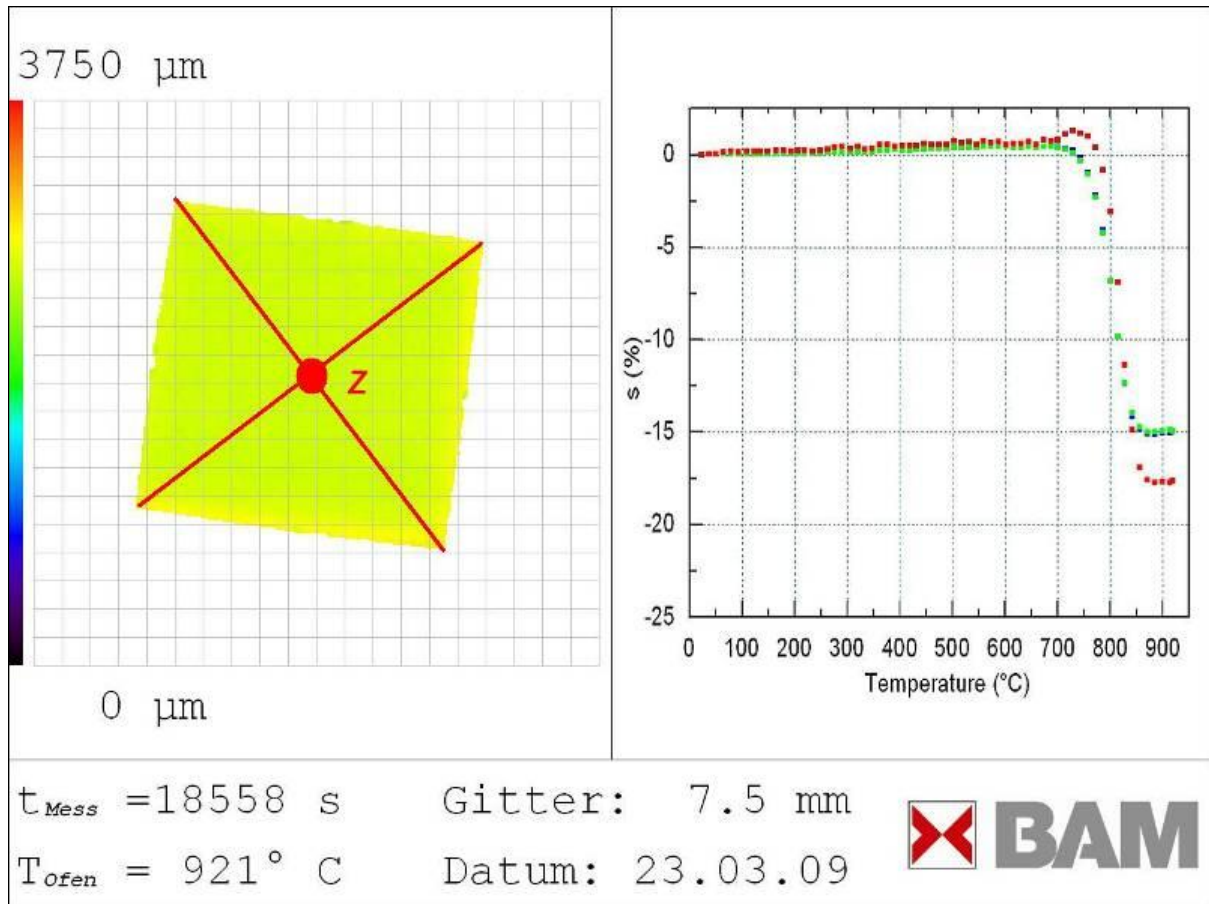


Bild 30: Schwindung einer dickeren Folie: links Darstellung der Bestimmung des Messortes für die axiale Schwindung; rechts rote Punkte axiale Schwindung, grüne und blaue Punkte laterale Schwindungen

Keramikmultilayer mit Kavität:

In weiteren Versuchen sollte getestet werden, ob Delaminierungen in Multilayer- Bauteilen mit eingebrachten Kavitäten schon in den aufgezeichneten Spiralmessdaten während der Sinterung erkennbar sind.

Angelehnt an die Messung der axialen Schwindung des einfachen Laminats wurden dazu die lateralen Koordinaten von neun Messpunkten auf der Oberfläche der Probe definiert, die während des gesamten Sinterprozesses hinsichtlich der Schwindung korrigiert wurden (Bild 31). Somit ließ sich der axiale Sinterprozess ortsfest (bzgl. des Tapes) verfolgen. Die kreisförmigen Umgebungen der Punkte mit dem Durchmesser der 0,05-fachen Diagonale wurden im Schnittpunkt der Diagonalen (rot) und auf den acht Positionen am Rand (schwarz), die entweder auf den Diagonalen beziehungsweise auf den beiden waagerechten und senkrechten, ebenfalls durch den Schnittpunkt verlaufenden Geraden liegen, angeordnet. Die Position und die Größe der Messkreise ändern sich proportional mit der lateralen Schwindung und können somit verfolgt werden.

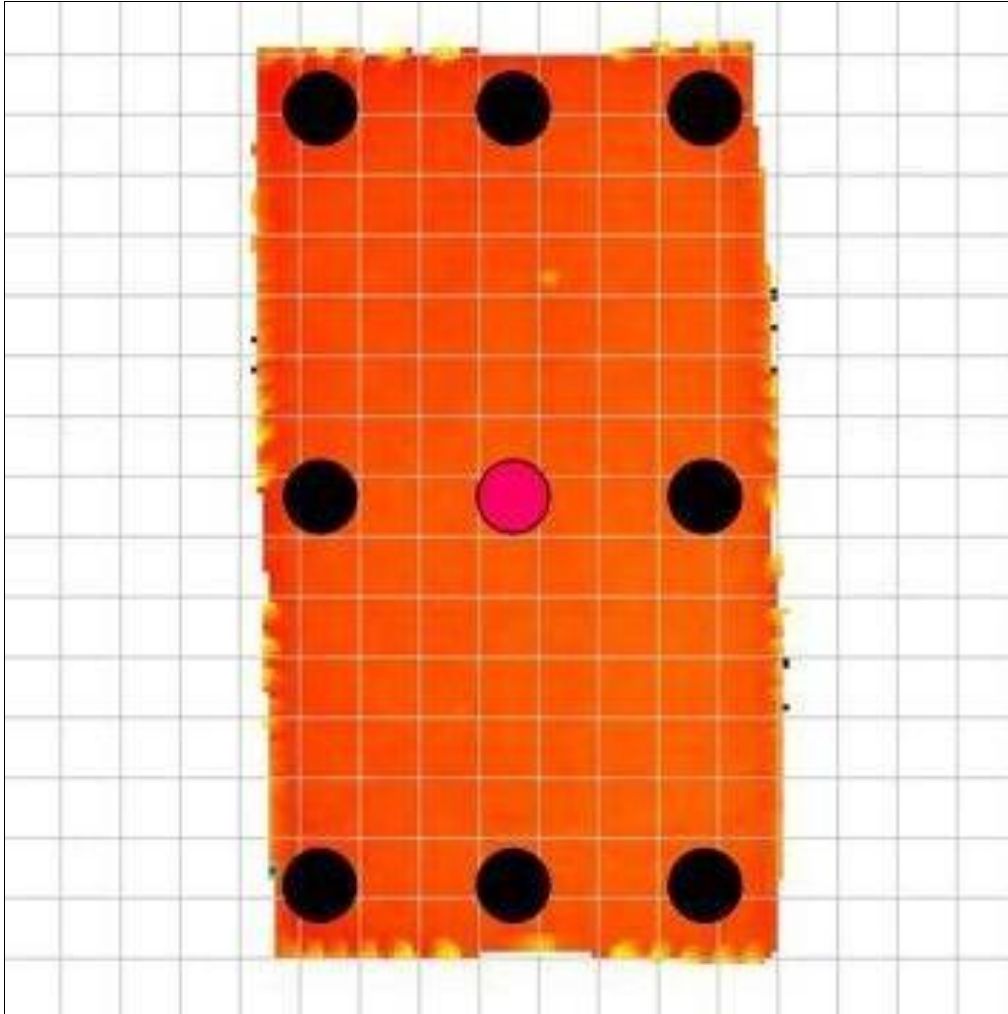


Bild 31: Anordnung der Messkreise auf dem Multilayer, in denen die relative Höhe während des gesamten Prozesses bestimmt wird (Gitter 2,5 mm)

Die Versuchsparameter für die Laserprofilometrie während des Sinterprozesses waren ein vorgegebenes Heizprogramm (Bild 32), eine Translationsgeschwindigkeit des Sensors von $v = 0,2 \text{ mm s}^{-1}$ sowie eine Proben-Rotationsfrequenz von $f = 0,4 \text{ s}^{-1}$. Die Spiralkonstante a betrug 0,5 mm. Die Messung der Spirale dauerte 2,5 Minuten. In dem entscheidenden Temperaturbereich für die Schwindung von 780 bis 860°C wurde eine Heizrate von 0,8 K/min verwendet, so dass die Ofentemperatur bei einer Einzelmessung nur um 2 K stieg.

Bild 33 zeigt auf der linken Seite das Oberflächenbild des Multilayers bei der Temperatur von 860°C am Ende des Schrumpfungsprozesses. Im Bereich der Kavität (Mitte) ist die Oberfläche abgesenkt (dunkleres Blau). Weiterhin sind der linke und der obere Rand etwas höher als der rechte Rand, was auf Delaminationen hinweisen könnte.

Auf der rechten Seite in Bild 33 ist die relative Höhenänderung in allen neun Messkreisen in Abhängigkeit von der Temperatur abgebildet (rot: Mitte; schwarz: alle anderen). Für die Zuordnung wird in einem 3x3-Feld die Höhenänderung aller 9 Messkreise visualisiert (schwarz geringste relative Höhe, weiß größte relative Höhe bezogen auf die Startwerte). Für den zentralen Messpunkt (rot in Bild 31) und den mittleren unteren Messpunkt (schwarz in Bild 31) wird oberhalb von 750°C ein Aufwölben von bis zu 3% beobachtet (Bild 33 rechts, obere Kurven). In der Schwindungsphase tritt für diese

Messpunkte eine besonders schnelle Schwindung auf. Zum Ende der Schwindung bildet sich im Bereich der Kavität eine Senke aus und beide Messpunkte zeigen nun die größte Höhenschwindung.

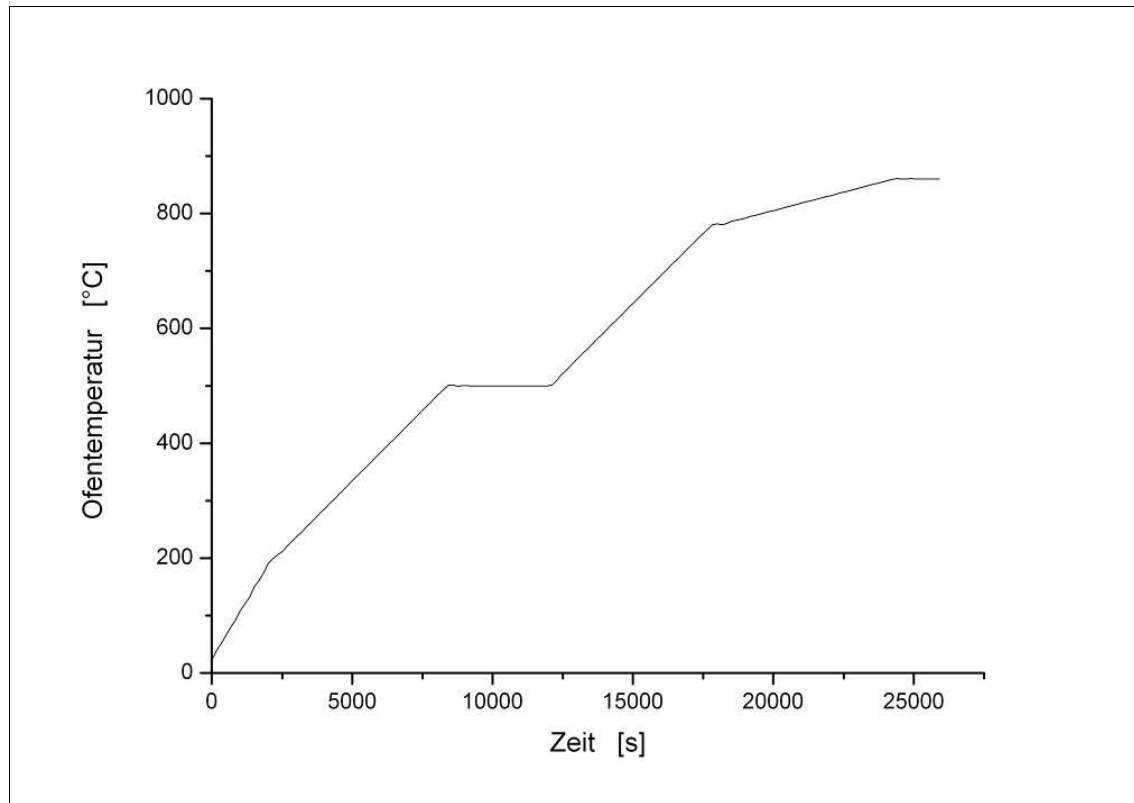


Bild 32: Zeitlicher Verlauf der mittleren Ofentemperatur während des Versuchs

Diese Delamination und ihre räumlich Verteilung konnte mittels Ultraschallmikroskopie bestätigt werden. Bild 34 (links) zeigt die fotografische Aufnahme der Probe nach der Sinterung; Bild 34 (rechts) zeigt eine Ultraschallaufnahme des gesinterten Bauteils. In der Mitte befindet sich eine eingefräste Kavität (gelb), umgeben von senkrecht angeordneten Metallstiften. Auf der gesamten linken Seite und rechts oben hat sich die Verbindung der oberen und unteren Schicht gelöst also delaminiert, erkennbar an der gelben Farbe, die auf eine Diskontinuität oder einen Hohlraum hinweist. Ansonsten ist die Verbindung auf der rechten Seite nach dem Sinterprozess noch intakt (weiß).

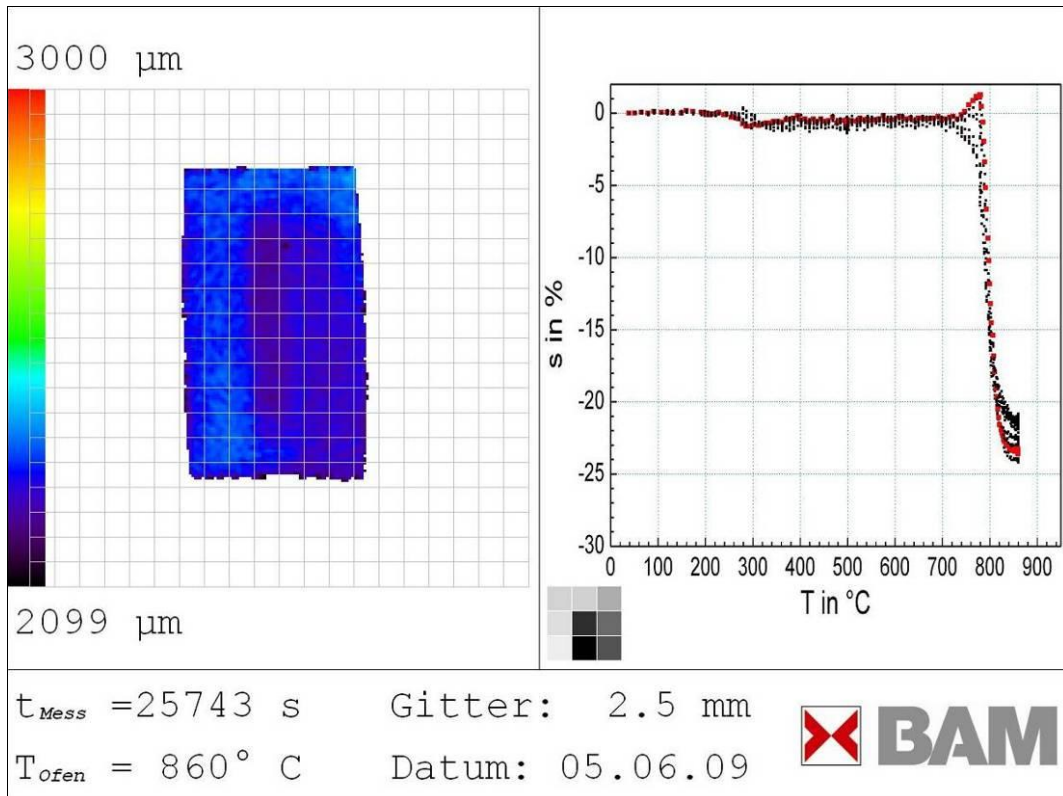


Bild 33: Letzte Messung bei 860°C: links Oberflächenbild des Multilayers; rechts Schwindungskurven für alle Messpositionen, 3x3-Fenster zur Anzeige der relativen Höhe

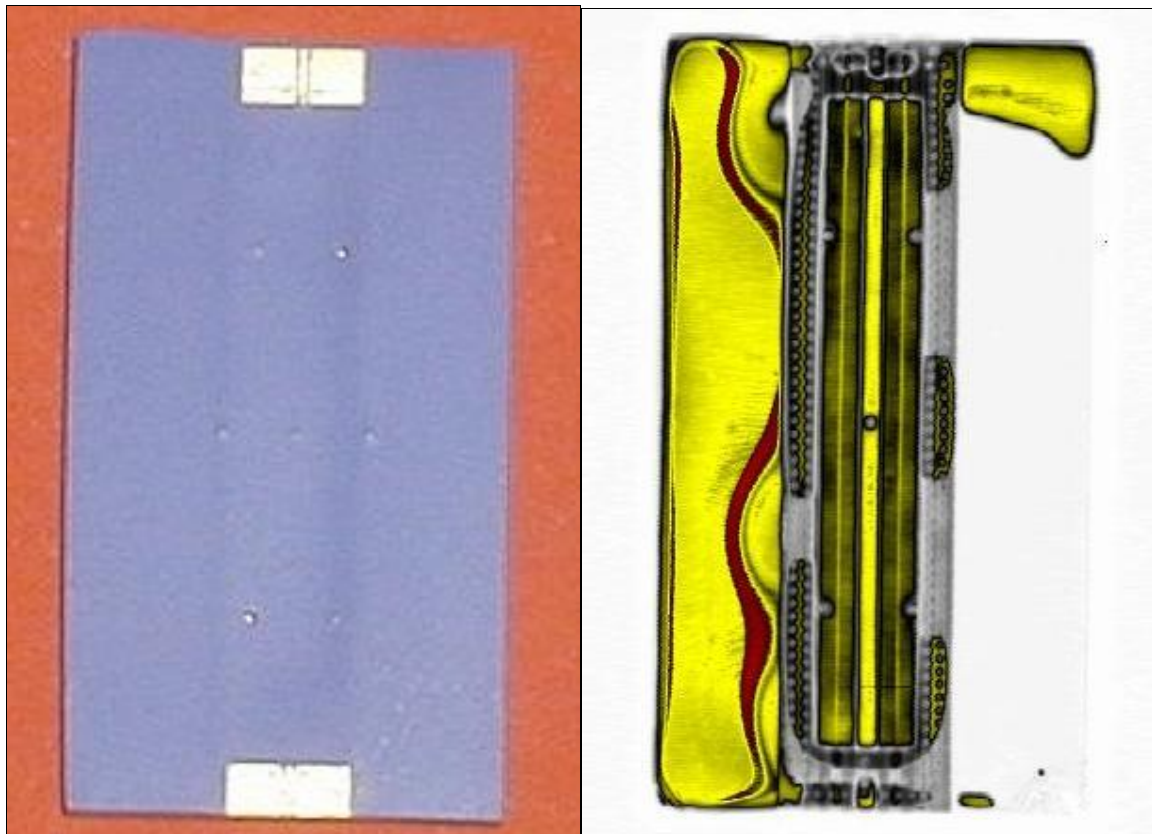


Bild 34: Keramikmultilayer mit Kavität. Links: Foto nach der Sinterung. Rechts: Ultraschallaufnahme nach der Sinterung mit Delamination (gelb)

Tape, laminiert auf Aluminiumnitrid:

Der Hintergrund des folgenden Versuches ist der Test von Werkstoffverbunden, bei denen metallische oder andere Komponenten gemeinsam gesintert werden. Es geht um die Haltbarkeit dieser Gefüge während der thermischen Behandlung. Für den Entwickler von Werkstoffkombinationen ist es sehr interessant, ob beziehungsweise wann, bei welcher Temperatur die Zerstörung erfolgt. Daraus können Rückschlüsse auf die Ursache und folglich Änderungen am Entwurf beziehungsweise dem Sinterregime vorgenommen werden.

Bild 35 zeigt eine Aluminiumnitridplatte mit einem auflaminierten Tape vor und nach dem Sinterprozess. Es ist erkennbar, dass sich an den Rändern die Beschichtung durch die thermische Behandlung gelöst hat. Die Heizrate war 3 K/min.



Bild 35: Aluminiumnitridplatte (6 cm x 10 cm) mit auflaminiertem Tape vor und nach der Sinterung

In Bild 36 ist der Endzustand bei einer Temperatur von 850°C dargestellt. Die Abplatzungen sind im Oberflächenbild an drei Seiten der Platte deutlich erkennbar, genau wie auf dem Foto nach der Sinterung. Die ersten messbaren Anzeichen, dass sich das Tape vom Untergrund löst, gibt es bei etwa 520°C am linken Rand der Platte (Bild 37).

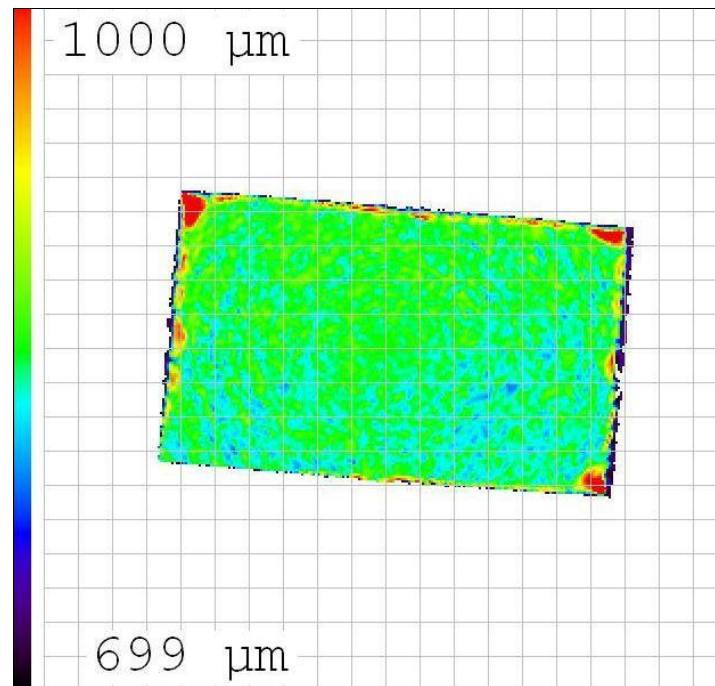


Bild 36: Oberflächenbild der Aluminiumnitridplatte mit Tape bei 850°C

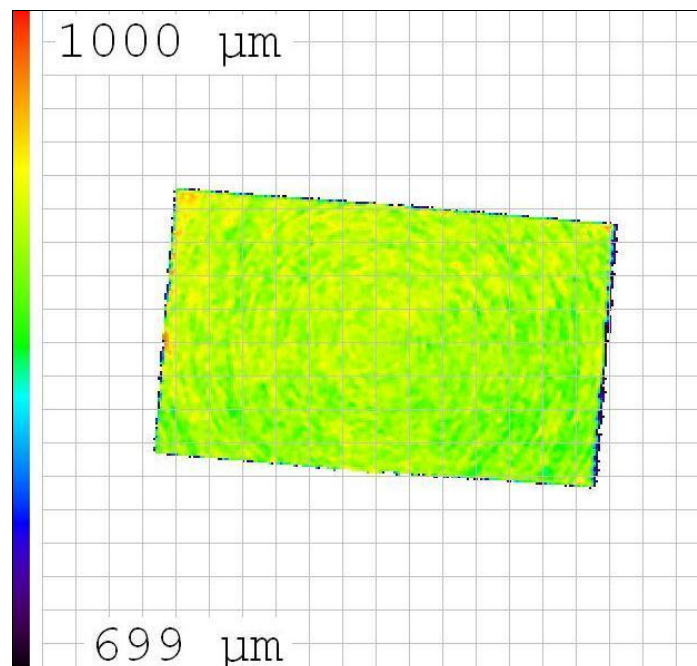


Bild 37: Oberflächenbild der Aluminiumnitridplatte mit Tape bei 520°C

Krümmungsanalyse:

Ein Parameter zur Beurteilung von dreidimensionalen Oberflächen ist der Krümmungsradius, der entlang einer beliebigen Spurgeraden berechnet werden kann. Die Spurgerade wird in der x - y -Ebene des Probentellers festgelegt. In einer Programmschleife werden die Spiralmessdaten $(x_L[i], \varphi[i], z[i])$ ermittelt, die nach der Koordina-

tentransformation in $(x[i], y[i], z[i])$ unter Berücksichtigung der exzentrischen Lage des Rotationsmittelpunktes die Gleichung der Spurgeraden erfüllen. Es erfolgt eine nochmalige Transformation der gefundenen Messpunkte in ein Koordinatensystem, bei dem die \tilde{x} -Achse entlang der Spurgeraden verläuft. Man erhält eine Liste mit den Koordinaten $(\tilde{x}[i], z[i])$ des Linienprofils entlang der Spurgeraden. In der weiteren Darstellung wird anstelle der Bezeichnung \tilde{x} wieder ein einfaches x verwendet.

Bei Spurgeraden, die nahe dem Rotationsmittelpunkt liegen, kann man den schnellen Linien-Scan verwenden. Man erhält dann direkt das Linienprofil $(x[i], z[i])$. Die Lage der Spurgeraden wird durch den während der Messung konstanten Winkel des Drehtellers φ eingestellt.

Mit den Koordinaten $(x[i], z[i])$ des Profils werden mit dem Kreisansatz

$$x^2 + z^2 + ax + bz + c = 0$$

über die Methode der kleinsten quadratischen Abweichung zunächst die Koeffizienten a , b und c bestimmt:

$$\sum_i (x_i^2 + z_i^2 + ax_i + bz_i + c)^2 \rightarrow \text{Minimum.}$$

Der Radius R wird mit der Gleichung

$$R = \sqrt{\frac{a^2 + b^2}{4} - c}$$

berechnet. Die Koordinaten des Kreismittelpunktes sind $x_0 = -a/2$ und $z_0 = -b/2$. Die Krümmung ρ ist durch den Kehrwert des Radius mit $\rho = 1/R$ definiert. Liegt der Kreismittelpunkt unterhalb der Kontur, handelt es sich um eine konvexe Krümmung des Profils. Im umgekehrten Fall ist die Krümmung konkav und wird mit einem Minuszeichen versehen.

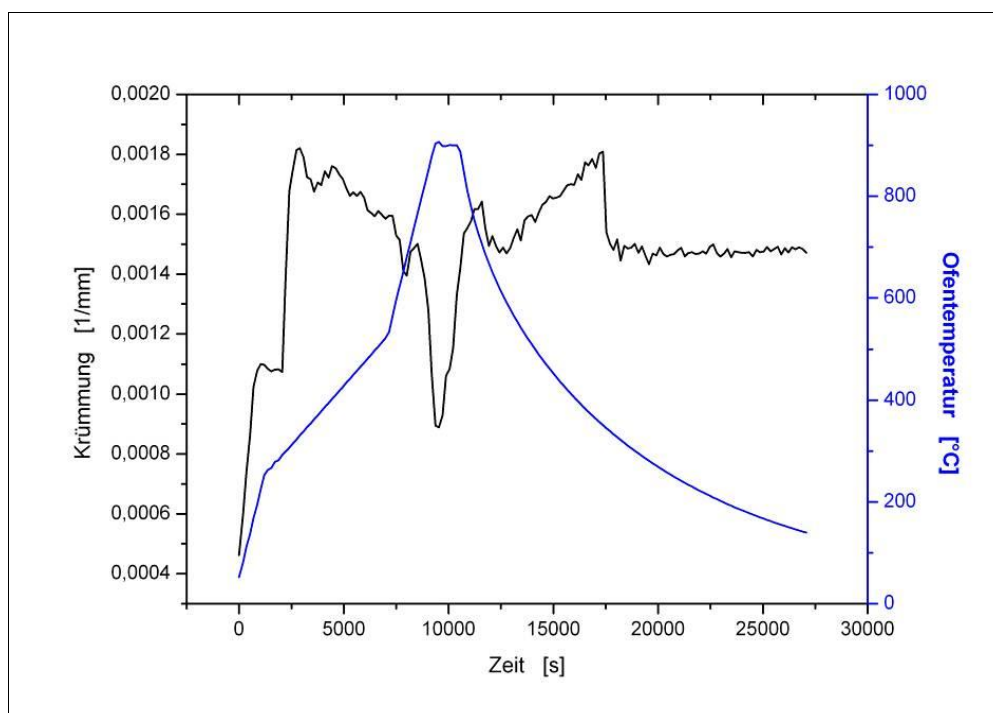


Bild 38: Krümmungskurve eines unsymmetrischen Laminats mit Temperaturverlauf

Bild 38 zeigt die Krümmungsanalyse bei einem unsymmetrisch aufgebauten mehrschichtigen Laminat während des vollständigen thermischen Prozesses von der Entbinderung über die Sinterung bis zur Abkühlung. Die Spurgerade liegt dabei auf der x-Achse. Bereits bei der Entbinderung erfolgt eine starke konvexe Aufwölbung. Das Oberflächenbild in Abbildung 39 ist dem ersten Krümmungsmaximum von $0,0018 \text{ mm}^{-1}$ zuzuordnen. Während der Schwindungsphase ist die Krümmung des Laminats rückläufig, um dann bei der Abkühlung wieder anzusteigen.

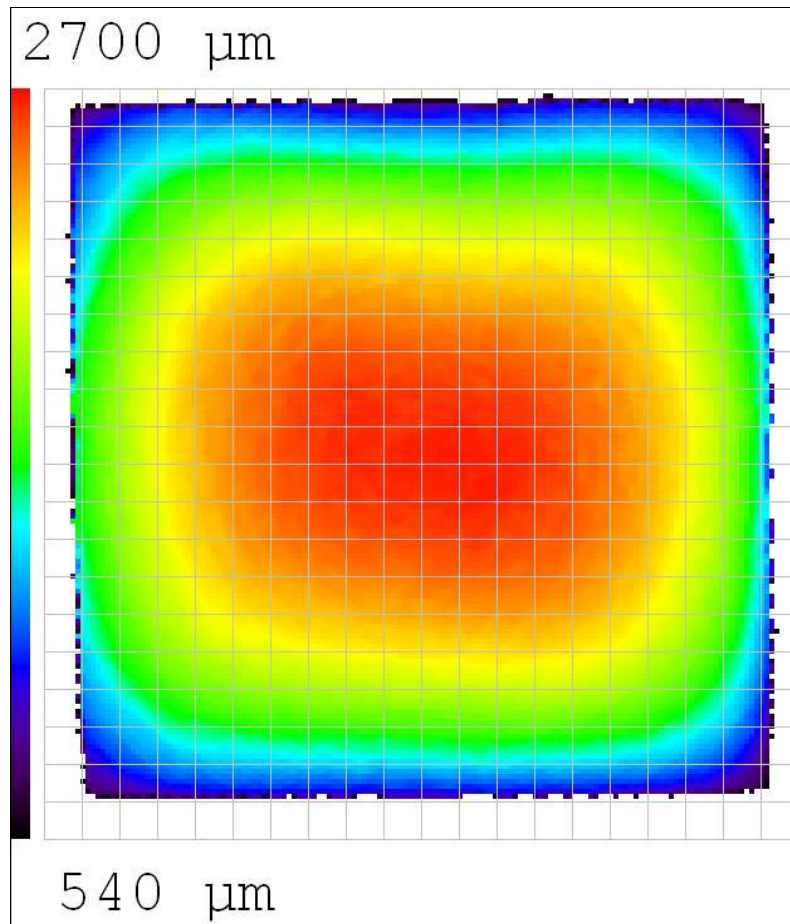


Bild 39: Oberflächenbild bei der Ofentemperatur von 320°C

Verwerfung einer bedruckten Folie:

Die in situ Messung während der Sinterung ist auch wichtig, um temporäre Verwerfungen des Bauteils zu erkennen. Ohne diese Kontrolle bleiben solche Vorgänge unbemerkt, können aber später Schäden in elektronischen Baugruppen verursachen. An einem Versuch mit einer bedruckten Folie, bei der LTCC und Metallisierung nicht aufeinander abgestimmt sind, sollte eine temporäre Verwerfung gezeigt werden. Diese Folie ist in Bild 40 abgebildet.

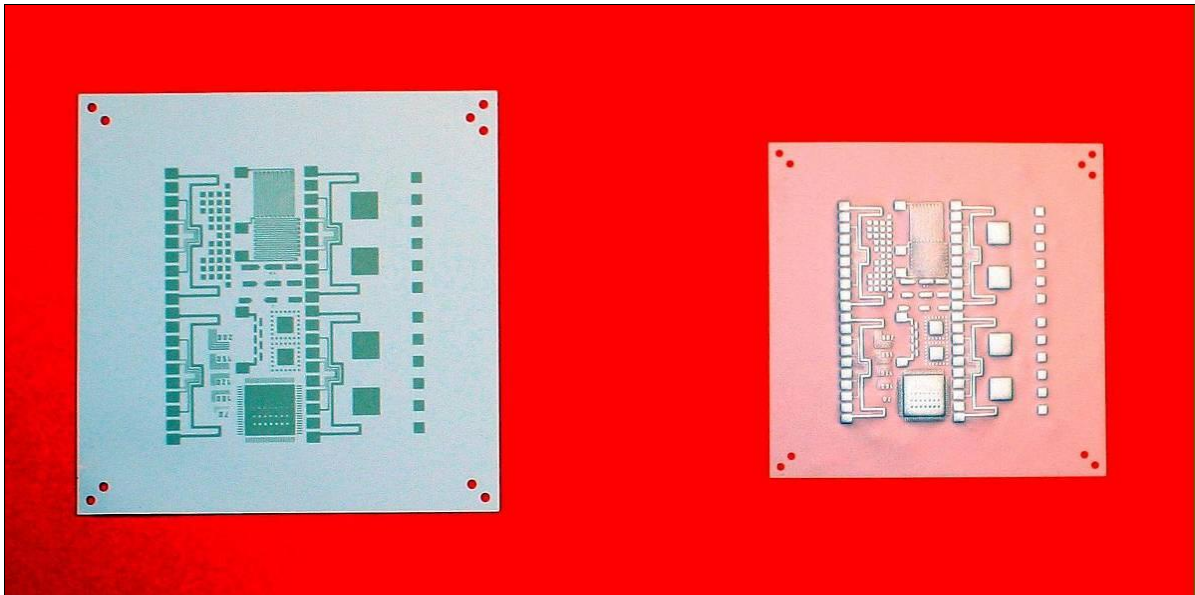


Bild 40: Bedruckte Folie: links vor der Schwindung (9 cm x 9 cm), rechts nach der Schwindung (7 cm x 7,2 cm)

Folgende Versuchsparameter wurden eingestellt:

- Heizrate des Ofens $\beta = 3 \text{ K/min}$,
- Translationsgeschwindigkeit des Sensors $v = 0,5 \text{ mm s}^{-1}$,
- Rotationsfrequenz des Proben-tellers $f = 0,5 \text{ s}^{-1}$.

Die Spiralkonstante betrug 1 mm. Die Messung der Spirale dauerte 2,25 min. In dieser Zeit erhöhte sich die Temperatur um ca. 7 K.

Bild 41 zeigt das Oberflächenbild der Folie bei 790°C. Es sind fast 3 mm hohe Verwerfungen erkennbar, die mit einem Pfeil markiert sind. Zum Ende der Sinterung bei 860°C sind diese Verwerfungen nicht mehr vorhanden (Bild 42). In diesem Bild sind Strukturen des aufgedruckten Musters, die sich durch die Sinterung aufgewölbt haben, gut erkennbar. Der Prozess kann wesentlich anschaulicher auch als Bildfolge visualisiert werden.

Am Beispiel der bedruckten Folie wird ein Linien-Scan gezeigt, der entlang der Spurgeraden (Bild 43), vorgenommen wurde. Der Lasertriangulationssensor wird bei Linien-Scans vom Positionsgeber des Linearantriebs getaktet. Im vorliegenden Fall wurden 42500 Messpunkte bei einer eingestellten Schrittweite von 2 μm in die Auswertung mit einer Fast Fourier Transformation einbezogen (Bild 44).

Linien-Scans können beim Testgerät mit Translationsgeschwindigkeiten bis 20 cm/s ausgeführt werden. Es lassen sich somit schnell Daten zur Vermessung spezieller Objektmerkmale, wie Abstände zwischen sprunghaften Profiländerungen erzeugen. Linien-Scans verlaufen immer unmittelbar am Rotationsmittelpunkt vorbei. Mit einer schnellen Wiederholung der Scans unter verschiedenen Winkelpositionen des Proben-tellers lassen sich Merkmale auf der gesamten Probenoberfläche vermessen.

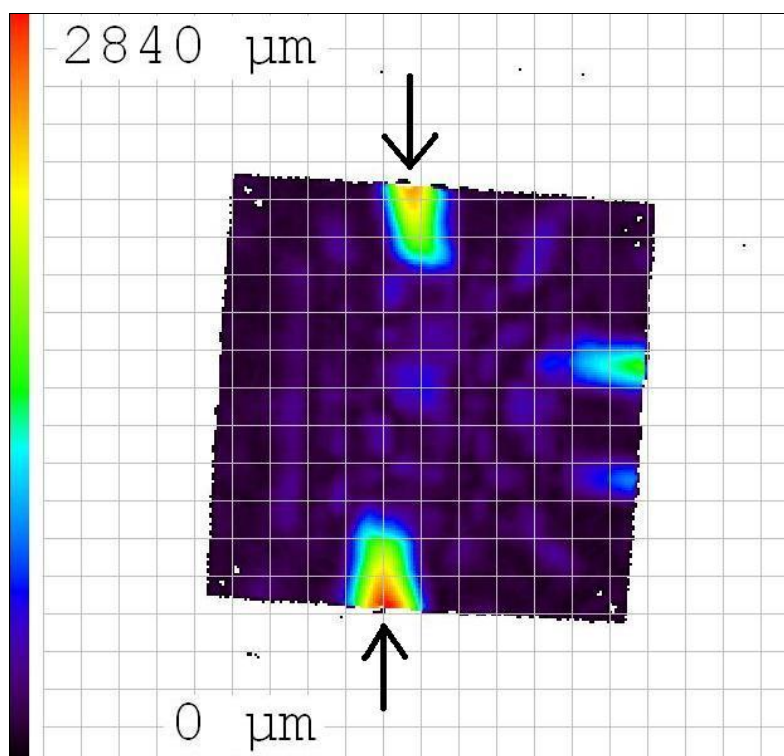


Bild 41: Bedruckte Folie bei 790°C mit Verwerfungen (Gitter 7,5 mm)

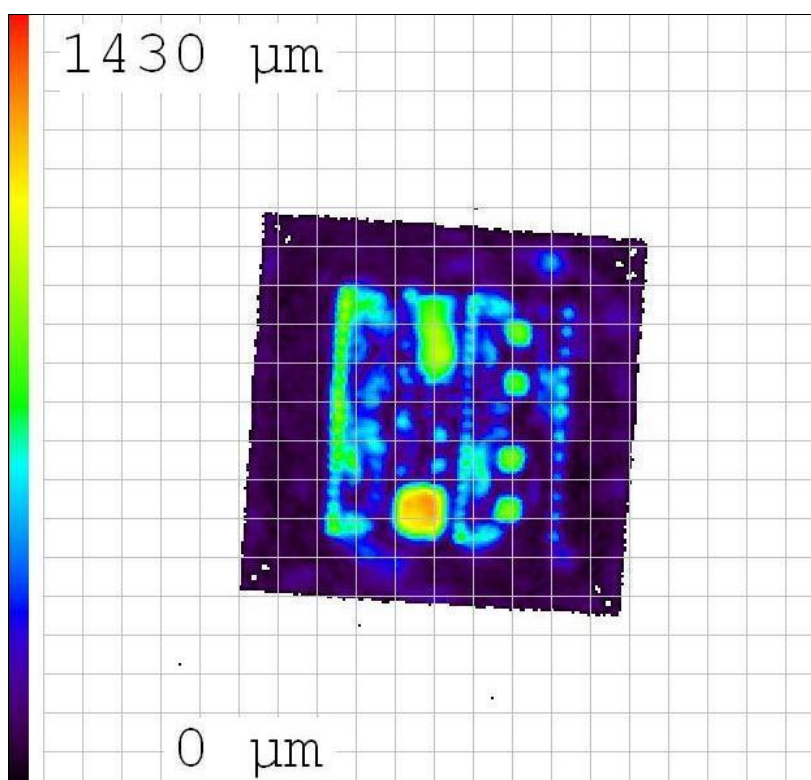


Bild 42: Bedruckte Folie bei 860°C mit teilweise erkennbaren Feinstrukturen (Gitter 7,5 mm)

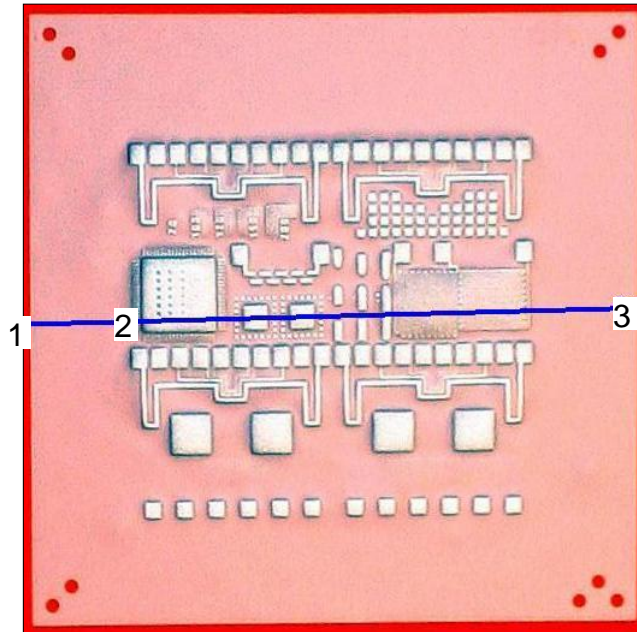


Bild 43: Foto der gesinterten Folie mit Spurgerade für den Linien-Scan. 1 und 3: Folienkanten, 2: Kante eines Metallisierungsbereichs

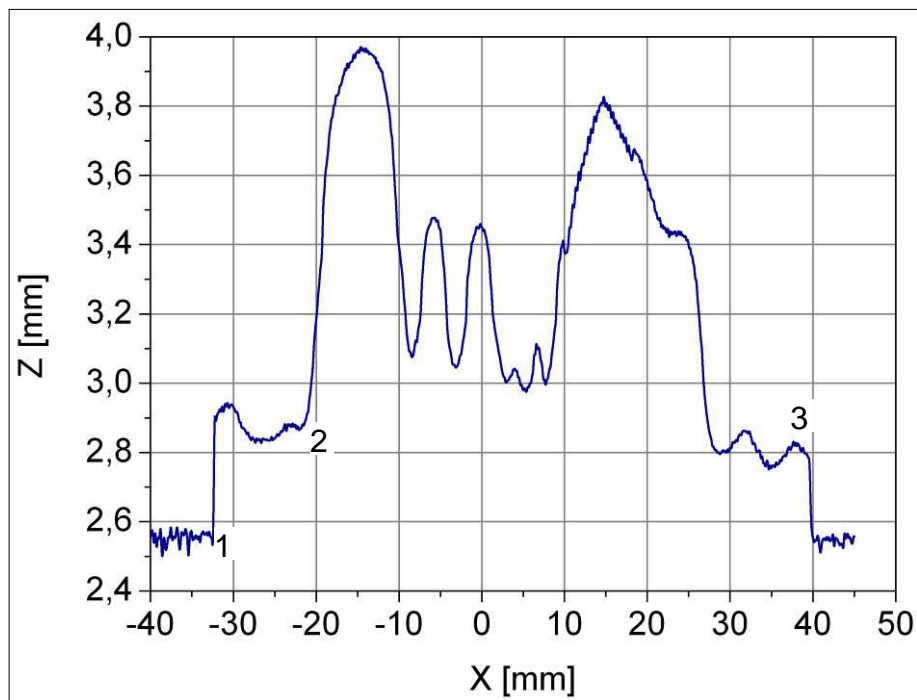


Bild 44: Profil des Linien-Scans entlang der Spurgeraden (blauer Pfeil in Bild 43). 1 und 3: Folienkanten, 2: Kante eines Metallisierungsbereichs

Bestimmung der Oberflächentemperatur:

Mit dem Testgerät werden gleichzeitig mit den Laserabstandsmessungen Temperaturmessungen vorgenommen. Der Messkopf des Pyrometers ist mit einem Haltewinkel am Gehäuse des Lasertriangulationssensors befestigt und so ausgerichtet, dass seine optische Achse mit dem Laserstrahl auf dem Probeneller zusammentrifft.

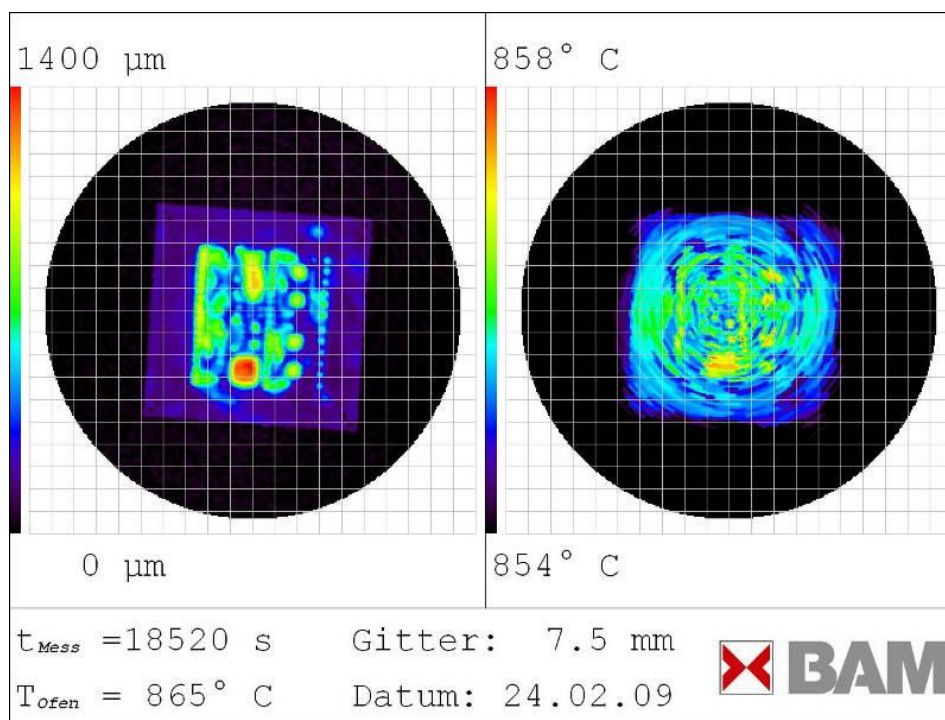


Bild 45: Temperaturverteilung auf der bedruckten Folie bei einer Ofentemperatur von 865°C; links Oberflächenbild, rechts Oberflächentemperaturbild

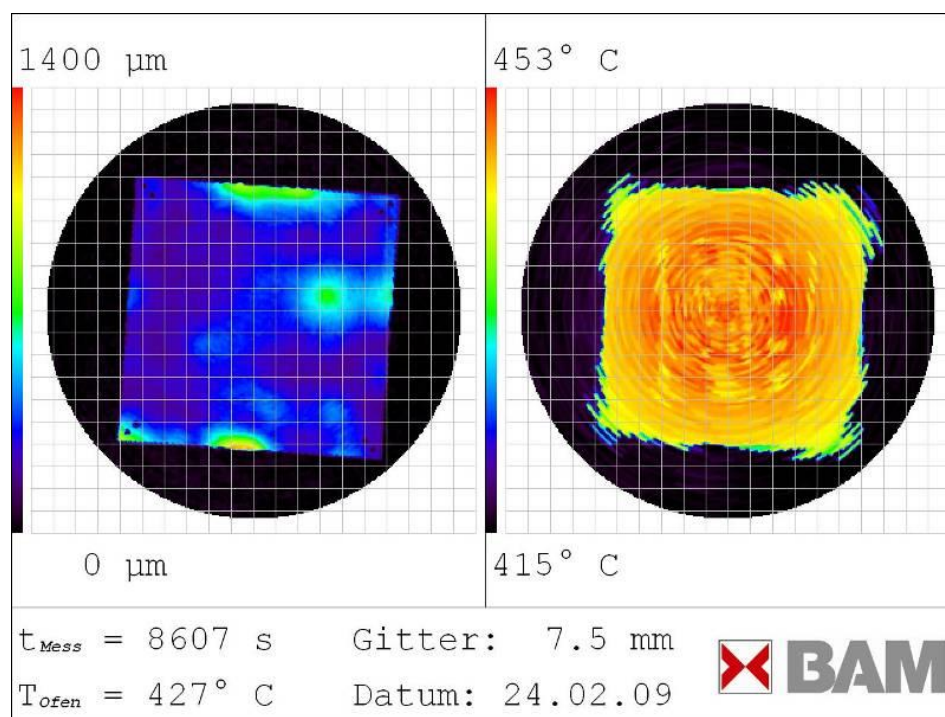


Bild 46: Temperaturverteilung auf der bedruckten Folie bei einer mittleren Ofentemperatur von 427°C; links Oberflächenbild, rechts Oberflächentemperaturbild

Bild 45 zeigt die Temperaturverteilung auf der bedruckten Folie aus dem vorherigen Versuch bei der Ofentemperatur von 865°C während der abschließenden Plateauphase des Heizprogramms.

Nach der Lösung von Synchronisationsproblemen bei der Einbeziehung des Pyrometers in den Messablauf wurde ein weiteres Problem deutlich (Bild 46). Da die Heizdrähte offen liegen und das Pyrometer unter einem Winkel angeordnet ist, wird zusätzliche Infrarotstrahlung glühender Heizdrähte von der Messobjektoberfläche in den optischen Messkopf reflektiert. Diese Strahlung kann das Messergebnis teilweise beträchtlich verfälschen. Das ist hier erkennbar an einer scheinbar deutlich höheren Oberflächentemperatur gegenüber der mit Thermoelementen gemessenen Ofentemperaturen in unmittelbarer Nähe der Heizdrähte.

Zur Beseitigung des Effekts, der besonders im unteren Ofentemperaturbereich deutlich wird, muss eine Möglichkeit gefunden werden, diese Fremdstrahlung mit einer mechanischen Vorrichtung vom Pyrometer abzuschirmen.

Test unter industriennahen Bedingungen

Aufbau der Versuchsanordnung bei Tridelta Thermprozess:

Eine wesentliche Herausforderung für den Einsatz der Methode in der industriellen Praxis ist die Notwendigkeit einer präzisen und damit schwingungsarmen Positionierung von Probe und Sensor. Im Fall des Testgeräts war diese Frage durch die Verwendung eines luftgedämpften massereichen und steifen Granittisches gelöst worden.

Eine alternative und in diesem Zusammenhang attraktivere Möglichkeit ist jedoch die Gewinnung von Echtzeitreferenzdaten zur Position der Probenunterlage und einer Korrektur der Messwerte bzgl. von Vibrationen. Die sehr kurzen Messzeiten der Lasertriangulationsmethode ermöglichen die Korrektur von Schwingungen in einem großen Frequenzbereich.

Solche Referenzdaten könnten durch einen zweiten, ggf. starren Lasersensor gewonnen werden. Eine noch einfachere Variante ist jedoch die Verwendung eines Laserlichtschnittsensors. Der Lichtschnittsensor basiert ebenfalls auf dem Triangulationsprinzip. Im Gegensatz zum Punktsensor wird über eine feststehende Linienoptik eine Laserlinie auf die Objektoberfläche projiziert. Im Sensor wird neben der Abstandsinformation auch die wahre Position entlang der Laserlinie bestimmt. Mit einem Lichtschnittsensor kann somit ohne Relativbewegung zwischen Probe und Sensor ein Linienprofil gemessen werden. Zugleich können Referenzdaten zur Position der Probenunterlage gewonnen werden. Trotz der hierbei geringeren Empfindlichkeit des Sensors sind eine Reihe vielfältiger Anwendungen in der Industrie denkbar (z.B. eine Schwindungskontrolle großer Bauteile oder die Detektion von Verwerfungen.)

Nach dem erfolgreichen Funktionsnachweis des Lasertriangulationssensors unter Hochtemperaturbedingungen, dem Nachweis der erforderlichen Empfindlichkeit für die Messung der Schwindung von großformatigen keramischen Folien, der Demonstration diverser Messstrategien und unterschiedlicher Anwendungsmöglichkeiten der Methode sowie der Entwicklung wichtiger Grundkonzepte der Messwertverarbeitung sollte im Verlauf einer kostenneutralen Verlängerung des Projektes auch demonstriert werden, dass das Verfahren unter industrierelevanten rauen Bedingungen anwendbar ist.



Bild 47: Entbinderungs-ofen der Fa. Tridelta im ursprünglichen Zustand

Zu diesem Zweck wurde von Tridelta Thermprozess ein luftgeheizter geregelter Entbinderungs-ofen bereitgestellt (Bild 47). Der Ofen arbeitet in einem Temperaturbereich bis etwa 500°C. Für die Versuche stellte nokra einen Laserlichtschnittsensor vom Typ „Taglio“, Modell 220/105x120, zur Verfügung. Sein Messbereich in Abstandsrichtung beträgt 105 mm. Der Messbereich entlang der Laserlinie ist 120 mm und der Grundabstand zur Messbereichsmittle beträgt 220 mm. Die Belichtungszeit für eine Einzelaufnahme ist 10µs.

Von Tridelta Thermprozess wurden Konstruktionsentwürfe für mögliche Anbauvarianten dieses optischen Messsystems auf dem Entbinderungs-ofen erstellt und mit nokra abgestimmt (Bild 48).

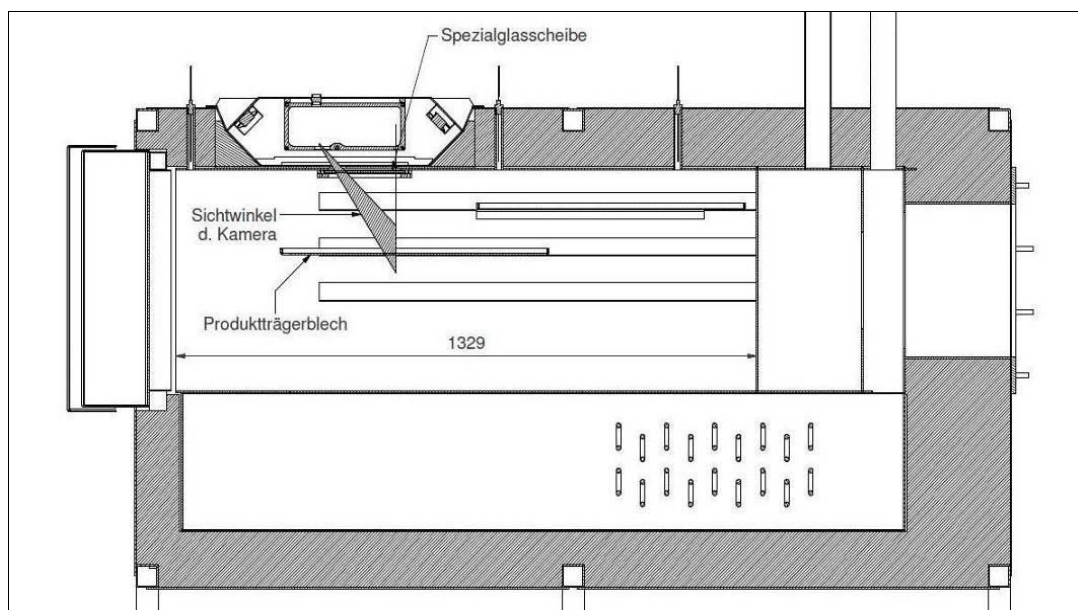


Bild 48: Schnittzeichnung des Entbinderungs-ofens mit Anordnung des Laserlichtschnittsensors



Bild 49: Einbau des Laserlichtschnittsensors in das Ofendach

Danach erfolgte der Umbau des Ofens durch Tridelta Thermprozess. In das Dach des Ofens mit der thermischen Isolation wurde eine trapezförmige Mulde für den Sensor eingearbeitet. Diese wird unten durch ein mit Öffnungen für die Strahlengänge des Sensors versehenes Strahlungsschutzblech abgeschlossen. Auf dem Boden der Mulde liegt eine Spezialglasscheibe zur zusätzlichen thermischen Abschirmung, um den Temperaturgradienten im Ofeninnenraum gering zu halten und den Sensor zu schützen. Darüber wurde der Laserlichtschnittsensor an Haltewinkeln, die mit dem Ofengehäuse verschraubt sind, angeordnet.

Bild 49 zeigt die Mulde mit Lasersensor während der Einbauphase. In dem kleinen Spalt zwischen Sensor und Quarzglasscheibe wurde mit kleinen in der Computerbranche üblichen Kühllüftern eine schwache Luftströmung erzeugt. Im Ofeninnenraum befand sich in Messbereichsmittle des Sensors ein auf Schienen gelagertes Produktträgerblech. Auf diesem Blech wurden die Messobjekte positioniert.

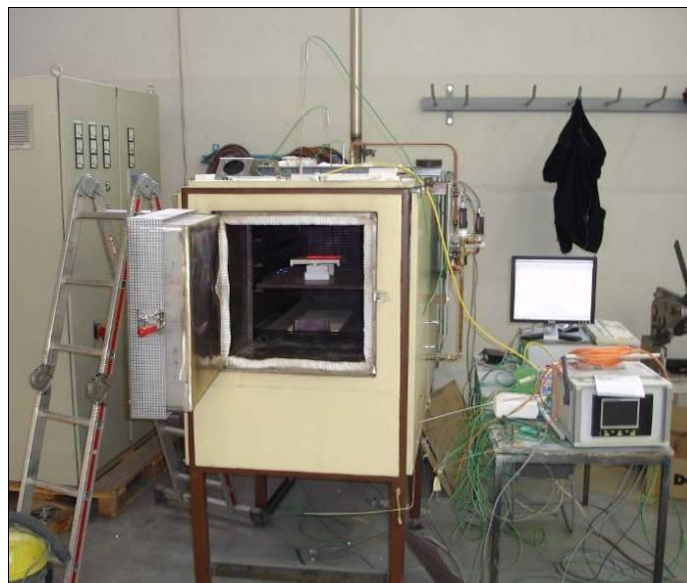


Bild 50: Gesamtansicht der Versuchsanordnung bei Tridelta Thermprozess

Bild 50 zeigt den gesamten Versuchsaufbau in einer Fertigungshalle bei Tridelta Thermprozess in Hermsdorf. Diese Anordnung besteht aus dem umgebauten Ofen mit Lasersensor (Bildmitte), der Ofensteuerung (links) und der Auswerteeinheit (rechts). Im geöffneten Ofen ist das Trägerblech erkennbar, auf dem sich ein keramisches Messobjekt befindet, das gerade gemessen wird.

Messung von Linienprofilen:

Die Eignung des Messverfahrens sollte am Beispiel der Entbinderung einer Probe, die aus 98,3 mm x 98,6 mm großen 3lagig angeordneten Aluminiumoxidfolien mit einer Gesamthöhe von 3,4 mm bestand, demonstriert werden. Bild 51 zeigt den geöffneten Ofen mit dem auf Schienen gelegenen Trägerblech, auf dem sich eine ebene gesinterte keramische Basisplatte mit dem Folienpaket befindet. Eine Detailansicht zeigt Bild 52

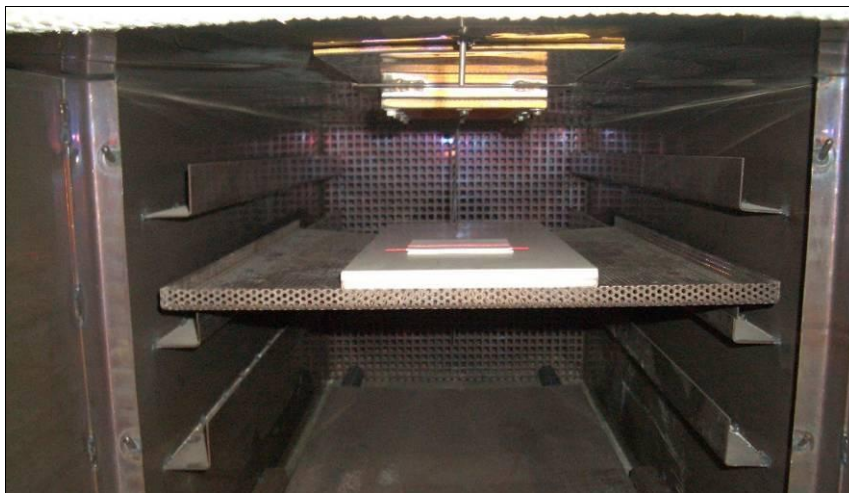


Bild 51: Geöffneter Entbinderungs-ofen mit Probe und Laserlinie des Lichtschnittsensors

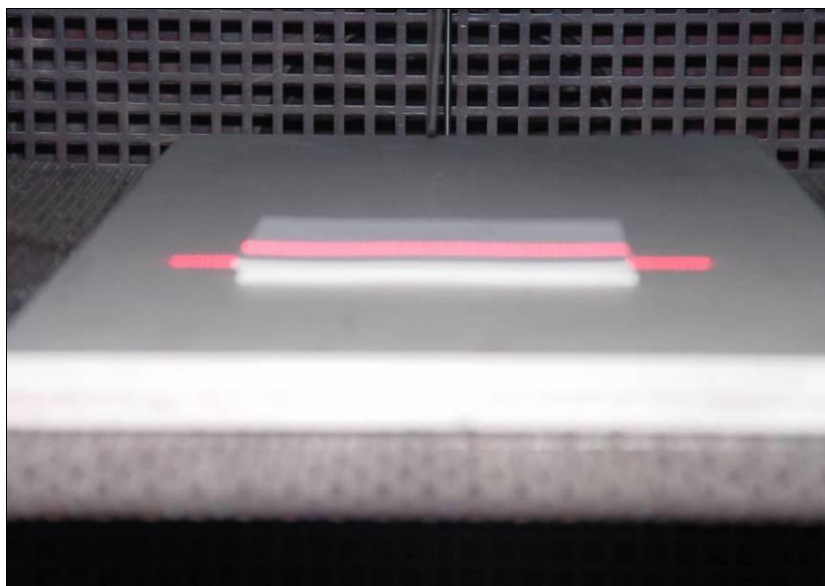


Bild 52: Detailansicht: Folienpaket auf Basisplatte mit Laserlinie

Die Heizrate des Ofens betrug 1 K/min. In regelmäßigen Zeitabständen wurde ein Linienprofil aufgenommen. In Bild 53 sind die Rohdaten ausgewählter Profile dargestellt. Das abgebildete Profil der Basisplatte (Tisch) wurde nach dem Entbindern bei Raumtemperatur bestimmt. Die Messbereichsmittelpunkte des Lasersensors ist mit $z = 0$ definiert. Größere Messpunktabstände bezogen zur Messbereichsmittelpunkte sind positiv, kleinere negativ.

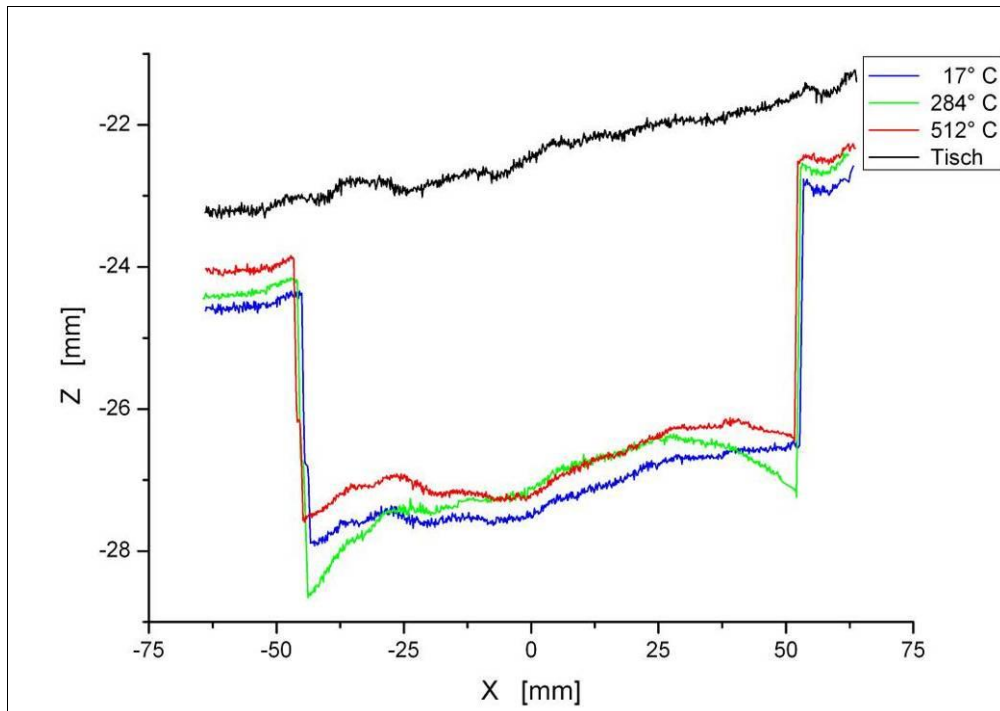


Bild 53: Ausgewählte Rohdaten von Linienprofilen während der Entbinderung

Das z -Niveau der Rohdaten der Messpunkte auf der Basisplatte verschiebt sich im Laufe des Heizprozesses durch thermische Ausdehnung. Das höhere Niveau der Basisplatte nach dem Versuch ist nur durch eine sprunghafte Entspannung des vermutlich durchgebogenen Trägerbleches nach einer mechanischen Erschütterung beim Öffnen des abgekühlten Ofens und dem Entfernen der Probe erklärbar. Ansonsten müssten die Daten in den Randbereichen wieder mit der ersten Probenmessung bei 17°C übereinstimmen.

Aus den Randpunkten außerhalb des Folienpaketes wurde in allen Datensätzen eine Regressionsgerade berechnet, die das Niveau der Basisplatte beschreibt. Von den Rohdaten wurden die Funktionswerte der Regressionsgeraden subtrahiert. Man erhält damit für alle Messungen einen Profilverlauf bezogen auf die Basisplatte (Bild 54). Weiterhin wurden die Abstandswerte in diesem Beispiel mit einer gleitenden Mittelwertbildung über 7 Messpunkte geglättet. Es ist erkennbar, dass sich das Linienprofil während des gesamten Prozesses messbar ändert. Das Profil bei der Ofentemperatur von 284°C weist die größte Deformation auf (Bild 55). Mit der weiteren Erhöhung der Temperatur verringert sich die Aufwölbung wieder.

Es konnte gezeigt werden, dass die Messung der Probengeometrie damit auch für eine prozessintegrierte Beobachtung und Steuerung von Sinterprozessen in der Industrie genutzt werden kann. Die vertikalen Verschiebungen des Probenesches konnten rechnerisch kompensiert werden.

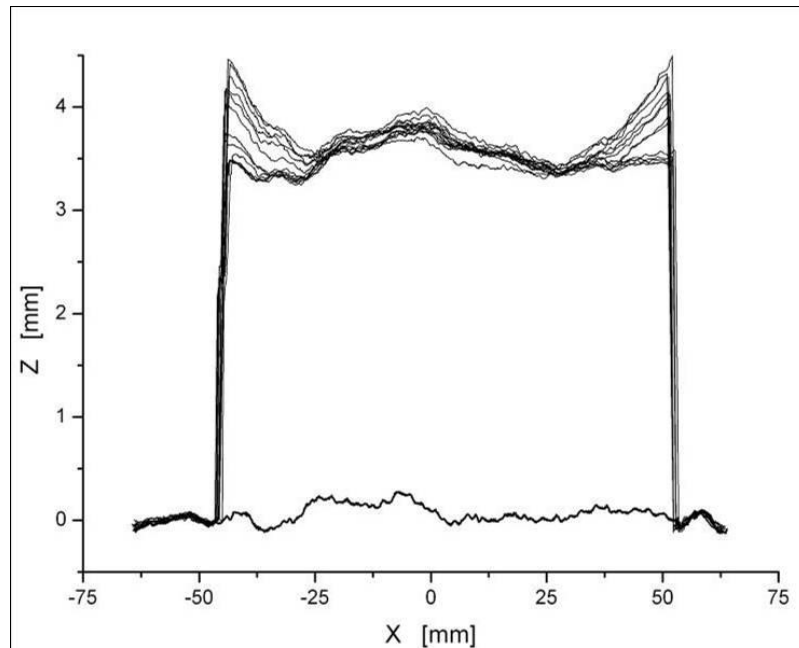


Bild 54: Darstellung aller gemessenen Profile nach Korrektur der z -Verschiebung

Bei Öfen, in denen ein kontinuierlicher Produktionsprozess mit stetigem Transport der Sinterobjekte abläuft, müssen auch seitliche Verschiebungen rechnerisch korrigiert werden. Das Lichtschnittverfahren, bei dem in schneller Abfolge Profile bestimmt werden können, bietet weiterhin die Möglichkeit der Anwendung statistischer Methoden bei der Messdatenbearbeitung.

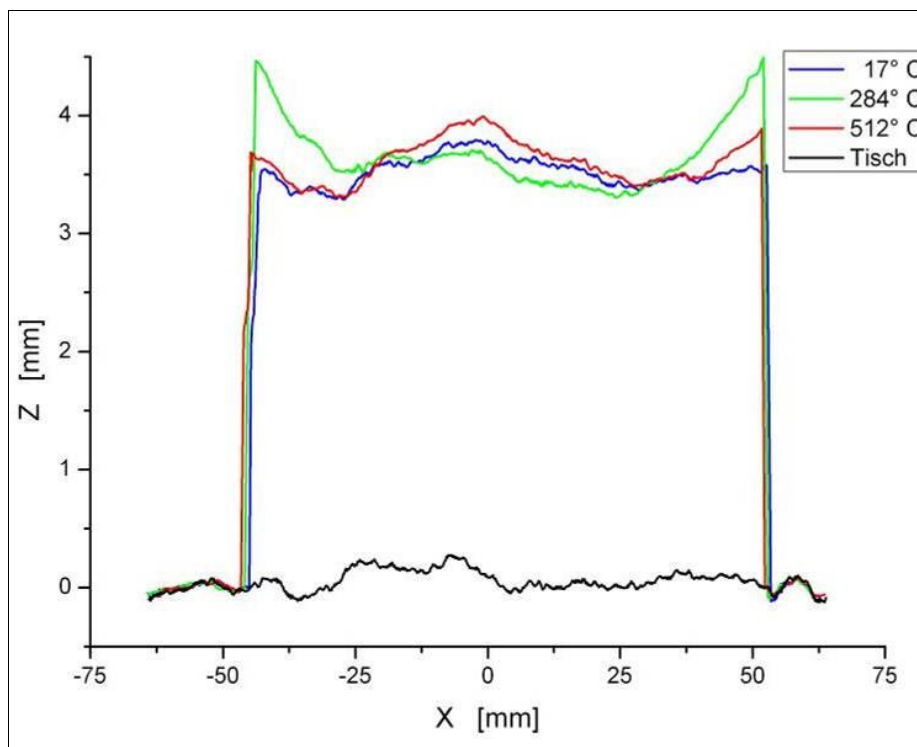


Bild 55: Ausgewählte Linienprofile

II.2. Voraussichtlicher Nutzen, Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans

I. Keramische Industrie: Zuverlässigkeit durch prozessintegrierte Prüfung

Für den Einsatz keramischer Werkstoffe im Hochleistungsbereich ist die Gewährleistung einer hohen Zuverlässigkeit unabdingbare Voraussetzung. Demzufolge haben Prüfverfahren, die auf den Zusammenhang zwischen keramotechnologischen Prozessschritten und Zuverlässigkeitsparametern zielen, eine hohe wirtschaftliche Bedeutung für die Keramik-Industrie. Dies gilt insbesondere für *prozessintegrierte Prüftechniken*, die durch Verringerung der erreichbaren Eigenschaftsstreuung zunehmend auch *sicherheitsrelevante Anwendungen* keramischer Hochleistungswerkstoffe ermöglichen. Vor diesem allgemeinen Hintergrund führen die Projektergebnisse zu folgenden Nutzeffekten:

- Das aufgebaute Testgerät erbringt den *prinzipiellen Funktionsnachweis* der Messmethode bis 1000°C.
- Das Testgerät demonstriert Möglichkeiten und Grenzen der Messmethode und erschließt bzw. definiert *mögliche Anwendungsgebiete*. (Der verwendete Lasersensor kann bis mindestens 1300°C zur Abstandsmessung eingesetzt werden.)
- Der modulare Aufbau des Testgeräts erlaubt die *Bewertung von Fehlerquellen* der Methode (mechanische Schwingungen, Luftwirbel, Hintergrundstrahlung, Positioniergenauigkeit, ...) sowie den *Test von neuartigen Komponenten und Modulen* im Rahmen zukünftiger prüfmethodischer Entwicklungen.
- Die erarbeitete Software zur Messwertverarbeitung, Kalibrierung, Rohdatendarstellung und zur Gewinnung von Probenmerkmalen bilden eine gute *Grundlage für den Aufbau eines geschlossenen Softwaresystems* zur 3D-Hochtemperaturformerkennung an sinternden Bauteilen.

II. Niedrig sinternde keramische Folien

Ein wichtiges Applikationsfeld keramischer Hochleistungswerkstoffe mit großen Auswirkungen auf moderne Querschnittstechnologien sind keramische Module auf Basis niedrig sinternder keramischer Folien (*Low Temperature Co-fired Ceramics*). Die entsprechenden Marktanteile haben sich im letzten Jahrzehnt stark erhöht. Dies beruht vor allem auf der zunehmenden Anwendung von LTCC-Modulen in der Automobilelektronik. Obwohl die derzeitige konjunkturelle Entwicklung, insbesondere im Automobilbereich, diesen Trend dämpft, spricht die erreichbare hohe Qualität und Zuverlässigkeit von LTCC-Modulen (Integrationsdichte, geringe dielektrische Verluste im Höchstfrequenzbereich, mechanische und chemische Langzeitbeständigkeit, Gasdichtigkeit u.a.) für eine langfristig wachsende Bedeutung dieser Technologie.

Bedingung ist jedoch die Erfüllung erhöhter Qualitäts- und Kostenanforderungen sowie die Verkürzung der Entwicklungszeiten bei der Realisierung kundenspezifischer Anforderungsprofile. Dies zwingt insbesondere auch im scharfen Wettbewerb mit asiatischen Konkurrenten dazu, die bislang empirisch geprägte Material- und Bauteilentwicklung, die einerseits auf Schwindungsmessung an separaten Prüfkörpern vereinfachter Geometrie (Schattenrissverfahren, Dilatometrie) und andererseits auf der Beurteilung fertig gesinterter Bauteile beruht, durch eine zeitaufgelöste 3D-Formerkennung an sinternden großformatigen Folien zu untersetzen. In diesem Zusammenhang führen die erzielten Ergebnisse des Projektes zu weiteren Nutzeffekten:

- Das aufgebaute *Testgerät* ermöglicht die zeitaufgelöste durchgehende Erfassung 3dimensionaler Daten zur Sinterung von keramischen Folien oder Laminaten im 8x8“ Format. Die bislang erreichte Genauigkeit der Abstandsmessung (z) beträgt 30 μm bei einer Temperatur von 1000°C (10 μm bei Raumtemperatur) und einem Messabstand von ca. 10 cm.
- Diese Daten können zur Validierung von FEM-Sintermodellen und zur Ermittlung diesbezüglicher Werkstoffkennwerte dienen.
- Für eine Reihe von deutschen Herstellern von LTCC-Folien und -Modulen sind Testmessungen bereits durchgeführt worden.
- Durch Testmessungen an diesem Gerät können potentielle Nutzer die Möglichkeiten und Grenzen des Verfahrens für andere Anwendungsmöglichkeiten prüfen. So können an Proben geeigneter Geometrie auch das mehrdimensionale thermische Dehnungsverhalten von Werkstoffen (z.B. Marmor) oder Delaminationen in keramischen Folienstacks bei der Entbinderung untersucht werden.
- Das Testgerät und die bei der gemeinsamen Projektbearbeitung gewonnenen Erfahrungen versetzen potentielle Gerätehersteller in die Lage, mit *kalkulierbarem Aufwand* kommerzielle Messgeräte für die o. g. Anwendung zu entwickeln.
- Das Testgerät und die entwickelte Software demonstrieren Möglichkeiten und Grenzen verschiedener *Messstrategien* (Linienprofile, spiralförmig abgetastete Flächenprofile).

II.3. Während der Durchführung des Projekts bekannt gewordener Fortschritt auf dem Gebiet des Projekts bei anderen Stellen

Die im Rahmen der Erfindungsanmeldungen erfolgten Recherchen sowie die Prüfberichte des Patentamts zeigen, dass weltweit keine andere Stelle das entwickelte Verfahren zur 3dimensionalen Formerkennung an keramischen Proben während des Sinterprozesses schützen lässt, beherrscht oder nutzt. Im Projektzeitraum wurden lediglich neuere Veröffentlichungen zu zweidimensionalen Verfahren wie die Erfassung des Schattenrisses ermittelt.

II.4. Veröffentlichung der Ergebnisse

- [1] U. Marzok, R. Müller, R. Schadrack, M. Krauhausen: Verfahren und Vorrichtung zur Sinterung eines Objektes unter Bestimmung des geometrischen Oberflächenprofils des Objektes; **DE 10 2008 024 731 A1** 2009.12.03 (Offenlegungsschrift)
- [2] U. Marzok, R. Müller, R. Schadrack, M. Krauhausen: Verfahren und Vorrichtung zur Sinterung eines Objektes unter Bestimmung des geometrischen Oberflächenprofils des Objektes; **WO 2009/141337 A1** (Offenlegungsschrift)
- [3] U. Marzok, R. Müller, R. Schadrack, M. Krauhausen: „Formerkennung an sinternden Glasmatrixkompositen mit Lasertriangulation“; Poster 82. Glastechnische Tagung, 19.-21. Mai 2008, Hameln
- [4] U. Marzok, R. Müller, R. Schadrack, M. Krauhausen: „Formerkennung an sinternden Glasmatrixkompositen mit Lasertriangulation“; Poster DKG-Jahrestagung, 26.-28. Mai 2008, Höhr-Grenzhausen
- [5] U. Marzok, R. Müller, R. Schadrack, M. Krauhausen: „Formerkennung an sinternden keramischen Folien mit Lasertriangulation“; Vortrag DKG-Jahrestagung, 23.-24. März 2009, Aachen
- [6] U. Marzok, R. Müller, R. Schadrack, M. Krauhausen: „Hochtemperatur-Laserprofilometrie für keramische Folien“; Poster DKG-Jahrestagung, 23.-24. März 2009, Aachen
- [7] „Formerkennung an sinternden Glasmatrixkompositen mit Lasertriangulation“; Tätigkeitsbericht 2008 für das 88. Geschäftsjahr, Hüttentechnische Vereinigung der Deutschen Glasindustrie

- [8] „Hochtemperatur-Laserprofilometrie für keramische Folien“; Tätigkeitsbericht 2009 für das 89. Geschäftsjahr der Hüttentechnischen Vereinigung der Deutschen Glasindustrie
- [9] U. Marzok, R. Müller, R. Schadrack, M. Krauhausen: Hochtemperatur-Laserprofilometrie für keramische Bauteile. In Vorbereitung für die Zeitschrift „cfi - ceramics forum international“ der DKG.

September 2009 wurde das Messprinzip den Teilnehmern der „ZEMI Microsystems Summer School“ in einer Praktikumsveranstaltung vorgeführt.

Es erfolgte eine Ausstellung zum Messverfahren auf dem BAM-Gemeinschaftsstand der Hannover-Messe 2010.

II.5. Literatur

- /Rah84/ M. N. Rahaman, L. C. De Jonghe; Commun. Amer. Ceram. Soc., [10] (1984) C 205-207
- /Pan89/ P. C. Panda, R. Raj; J. Amer. Ceram. Soc., 72 (1989) [8] 1564-66
- /Gör96/ R. Görke, K-J Leers; Keram. Zeitschr., 48 (1996) 300-305
- /Boc00/ A. Boccacini, H. Kern, J. Janzak-Rusch; Keram. Zeitschr., 52 (2000) 496-501
- /Rae01/ F. Raether, R. Springer, S. Beyer; Mat. Res Innovat (2001) 4: 245-250
- /Ole00/ E. A. Olevsky, R. M. German, A. Upadhyaya; Acta mater., 48 (2000) 1167 – 1180
- /Hoo00/ R. Hooper, Ch. W. Macosko, J. J. Derby; Chem. Engineering 55 (2000) 5733 – 5746
- /Roo02/ M. Wagner, A. Roosen, A. Stiegelschmitt, D. Schamke; Key Engineering Materials Vols. 206-213 (2002) 1281 - 1284
- /EFF02/ Effenberger, Produktion von Leiterplatten und Systemen (PLUS) 4/2002
- /IPC03/ Institute for Printed Circuits (IPC), Roadmap 2002/2003, D53-68