



# RWTH THEMEN

Forschungsmagazin

1/2019

Der Profilbereich  
„Materials Science and Engineering“ (MatSE)

# Qualität trifft Molekül

Die Zukunft der Life-Science ist zu komplex, um sie nur aus einem Blickwinkel zu betrachten. Darum sieht Eppendorf die Welt aus vielen Perspektiven – denen von Naturwissenschaftlern, Ingenieuren, IT-Spezialisten, Wirtschaftswissenschaftlern und Fachkräften aus anderen Disziplinen. Als Premium-Hersteller für innovative Produkte und Verbrauchsmaterialien sind wir eine weltweite Gemeinschaft von über 3.400 Mitarbeitern.

Gestalten und entdecken Sie Ihre Perspektive in unserer DASGIP Information and Process Technology GmbH am Standort Jülich – zum Beispiel als

## Naturwissenschaftler/Ingenieur m/w/d im Bereich Qualitätsmanagement

## Service-Techniker m/w/d im Bereich Bioprocess

## Service-Ingenieur m/w/d für den internationalen Kundendienst im Bereich Bioprocess

### Ihre Perspektiven bei Eppendorf

- > Sehr gute Work-Life Balance durch flexible Vertrauensarbeitszeit
- > Eine von uns zusätzlich zum Gehalt finanzierte Altersvorsorge, Betriebssport und weitere Sozialleistungen – Neben regelmäßigen Teamevents auch Weihnachtsfeier und Sommerfest
- > Einen großzügigen und modernen Küchenbereich mit Herd, Backöfen und Mikrowellen für gemeinsame Mittagessen
- > Strukturierte Einarbeitung durch das Mitarbeiterführungsprogramm und kontinuierliche Weiterentwicklung Ihres Fachwissens durch den Besuch von individuell auswählbaren Schulungen und Konferenzen
- > Flache Hierarchien mit kurzen Entscheidungswegen in einem offenen und kollegialen Arbeitsumfeld

Vielseitig, innovativ und herausfordernd – so ist Arbeit bei der DASGIP GmbH als Teil der Eppendorf-Welt. Machen Sie jetzt den nächsten Karriereschritt! Bitte richten Sie Ihre Bewerbung unter Angabe Ihrer Gehaltsvorstellung und des frühestmöglichen Eintrittstermins über unser Karriereforum

<http://perspektiven.eppendorf.com> an **Mechthild Lautenschläger**.

# Inhalt

- 4 **Wie aus Visionen Zukunft wird**  
Der Profildbereich „Materials Science and Engineering“ (MatSE)  
von *Joachim Mayer, Nelly Wirch*
- 6 **Turning Visions into Future Realities**  
The “Materials Science and Engineering” Profile Area (MatSE)  
by *Joachim Mayer, Nelly Wirch*
- 8 **Materialentwicklung damals, heute und morgen**  
Von der Werkstoffkunde zur Materialwissenschaft  
von *Georg J. Schmitz*
- 16 **Elektrochemische Metallisierungszellen**  
Auf dem Weg zu neuen Paradigmen in der Computerarchitektur  
von *Michael Lübben, Stephan Menzel, Ilia Valov, Rainer Waser*
- 20 **Bleifrei ans Ziel**  
Großflächige und umweltfreundliche Solarzellen durch Chemische Gasphasenabscheidung  
von *Simon Sanders, Dominik Stümmler, Andrei Vescan, Holger Kalisch*
- 24 **StrucMatLab bündelt Kompetenzen der Strukturwerkstoffanalytik**  
Nutzung von Forschungsgroßgeräten  
von *Marcus Hans, Simon Münstermann, Jochen M. Schneider*
- 30 **Mit der Macht der Magnete**  
Das Zentrum für Magnetische Resonanz MARC ermöglicht interdisziplinäre Spitzenforschung  
von *Stefan Benders, Bernhard Blümich, Jürgen Klankermeyer, Markus Küppers*
- 36 **Metall-3D-Druck**  
Möglichkeiten und Herausforderungen  
von *Christian Haase, Iris Raffeis*
- 40 **Umformtechnik für die Elektromobilität**  
Effiziente Motoren brauchen effiziente Bleche und Spulen  
von *Gerhard Hirt, Stephan Hojda, Daniel Petrell, Xuefei Wei*
- 48 **Frühausfälle von Wälzlagern**  
Herausforderungen in der Antriebstechnik  
von *Thomas Janitzky, Florian Steinweg, Christoph Broeckmann, Georg Jacobs, Joachim Mayer*
- 52 **Graphen und 2D-Materialien**  
Ein neues Center erforscht vielseitig einsetzbare Materialien  
von *Max Lemme, Christoph Stampfer*
- 60 **Generativ mit Hochdruck**  
Aus der Kombination zweier Werkstofftechnologien entstehen neue Möglichkeiten  
von *Christoph Broeckmann, Anke Kaletsch, Johannes Kunz, Sebastian Riehm*
- 66 **Einer neuartigen chemischen Bindung auf der Spur**  
Metavalente Materialien und ihre einzigartigen Eigenschaften  
von *Stefan Maier, Oana Cojocar-Mirédin, Matthias Wuttig*
- 74 **Den Aufbau der Materie entschlüsseln**  
Das Ernst Ruska-Centrum für Mikroskopie und Spektroskopie mit Elektronen  
von *Juri Barthel, Hongchu Du, Rafal Dunin-Borkowski, Martha Lipinska, Joachim Mayer*
- 82 **Hochfeste Stähle im Bauwesen**  
Moderne Werkstoffe ermöglichen wirtschaftlicheres Bauen  
von *Markus Feldmann, Sebastian Münstermann, Simon Schaffrath, Victoria Brinzel*

# Wie aus Visionen Zukunft wird

## Der Profildbereich „Materials Science and Engineering“ (MatSE)

Die Anforderungen der Gesellschaft sowie der Globalisierung geben den Akteuren des Profildbereichs „Materials Science and Engineering“, kurz MatSE, den stetigen Impuls und die Motivation zu den neuesten Entwicklungen im Bereich der Energietechnologie, der Mobilität und der Informationstechnologie beizutragen. Im Bewusstsein, dass die Lösung der globalen Herausforderungen in vielen Fällen auf Werkstoffen als Technologietreibern beruht, hat sich MatSE zum Ziel gesetzt, die internationale Konkurrenzfähigkeit gerade in diesem Bereich zu stärken. So soll die Entwicklung unkonventioneller Zukunftsthemen unterstützt werden, beispielsweise durch die Anwendungen von Graphen, neue Materialien für elektrochemische Speicher oder funktionelle Werkstoffe für die Gebäude der Zukunft. Als übergeordnetes Ziel hat sich der Profildbereich die Stärkung der internationalen Konkurrenzfähigkeit der RWTH Aachen, die Bündelung der vorhandenen Kompetenzen und die Förderung von innovativen Zukunftsthemen zur Aufgabe gemacht.

Die Aktivitäten innerhalb des Profildbereichs konzentrieren sich auf die drei Schlüsselthemen Strukturwerkstoffe, Funktionale Materialien und Materialien für die Nanoelektronik und Quanteninformationen. Zentrale Methoden für alle Bereiche stellen die drei Querschnittsthemen Charakterisierungsverfahren, Mikro- und Nanofabrikation und Simulation bereit.

Die Realisierung dieser Themengebiete wird durch Bündelung, Vernetzung und Kooperation von Kompetenzen ermöglicht. So wurde das fakultätsübergreifende Netzwerk StrucMat (engl. Structural Materials, dt. Strukturwerkstoffe) initiiert, welches die Kompetenzen der Materialwissenschaftler an der RWTH, den Fraunhofer-Instituten in Aachen, dem

Forschungszentrum Jülich, dem Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt in Köln sowie dem Max-Planck-Institut für Eisenforschung (MPI) in Düsseldorf bündelt. Ziel ist die gemeinsame Erarbeitung von Großprojekten im Bereich Strukturwerkstoffe.

Auf regionaler sowie nationaler Ebene wirkt der Profildbereich als Mitglied im Netzwerk DGM-Regional Rhein-Ruhr, im Cluster NanoMikroWerkstoffePhotonik (NMWP.NRW) und im Netzwerk NanoMat mit dem Karlsruhe Institute of Technology KIT mit. Ein weiterer Punkt ist die interuniversitäre Vernetzung auf internationaler Ebene, um die Förderung der Lehre und den Erhalt Europas an der Weltspitze von Technologie und Wissenschaft zu sichern. So beteiligt sich der Profildbereich an den Aktivitäten der „IDEA League“, die aus TU Delft, ETH Zürich, RWTH, Chalmers University of Technology und Politecnico di Milano besteht. Im September 2018 wurde beispielsweise eine „IDEA League Doctoral School“ in Zusammenarbeit mit dem Forschungszentrum Jülich an der RWTH ausgerichtet.

Darüber hinaus pflegt der Profildbereich Partnerschaften mit außeruniversitären Einrichtungen, insbesondere mit dem Forschungszentrum Jülich in den Sektionen JARA-FIT und JARA-Energy, aber auch mit dem Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR), dem Max-Planck-Institut für Eisenforschung (MPI) und der DECHEMA in Frankfurt. Im Rahmen eines umfassenden Ansatzes, welcher die optimale Ausnutzung der Wertschöpfungskette zwischen dem akademischen Bereich und der Industrie verfolgt, ist die Gründung des RWTH-Projekthauses „Integrated Computational Materials Engineering“, kurz ICMEaix, initiiert worden. Die integrative Werkstoffmodellierung zielt auf



Bild 1: Untersuchung eines modernen Werkstoffs in einem Transmissionselektronenmikroskop am Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie (GFE).  
Foto: Peter Winandy

die Beschreibung der Gefügeentwicklung auf allen relevanten Längenskalen sowie die Gefüge-Eigenschafts-Korrelationen entlang des gesamten Herstellungsweges bis hin zum Werkstoffeinsatz im Bauteil ab. Die ICME-Methodik der RWTH beruht auf etablierten Simulationsverfahren zur skalenübergreifenden Werkstoffentwicklung und Prozessmodellierung. Diese Kompetenz ist durch die fakultätsübergreifende Zusammenarbeit von Materialwissenschaft, Metallurgie, Werkstofftechnik, Produktionstechnologie, Naturwissenschaft, IT und Werkstoff-Mechanik gegeben.

Auch unterstützte der Profilbereich die Gründung des „Aachen Graphene & 2D Materials Centers“. Dieses bündelt die Aktivitäten der Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler der RWTH und der AMO GmbH und unterstützt ihre Einbindung in die größte, europaweite Forschungsinitiative, das „Graphene Flagship“.

Die interdisziplinäre Zusammenarbeit im Profilbereich kommt auch in der Lehre zum Ausdruck, etwa seit zehn Jahren im Studiengang „Materialwissenschaften“. Weitere Aktivitäten mit materialwissenschaftlichem Schwerpunkt sind die Studiengänge „Werkstoffingenieurwesen“ und „Wirtschaftsingenieurwesen – Werkstoff- und Prozesstechnik“, der englischsprachige Studiengang „Metallurgical Engineering“ sowie Studiengänge mit Vertiefungsrichtungen im Bereich Nanomaterialien, Nanoelektronik und Oberflächentechnik.

Einen Einblick in die vielfältigen Forschungsaktivitäten im Rahmen des Profilbereichs „Materials Science and Engineering“ ermöglicht das Forschungsmagazin RWTH THEMEN. Wir wünschen Ihnen eine informative Lektüre.

---

## Autoren

Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Joachim Mayer ist Sprecher des Profilbereichs und Leiter des Gemeinschaftslabors für Elektronenmikroskopie.

Nelly Wirch, M.Sc., war Referentin des Profilbereichs und wissenschaftliche Mitarbeiterin am Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie.

---

# Turning Visions into Future Realities

## The “Materials Science and Engineering” Profile Area (MatSE)

The demands of society and the challenges of globalization are strong motivating forces for all members of the Profile Area to contribute to new developments in the fields of energy technology, mobility and information technology. As many solutions to global challenges are based on materials as technology drivers, MatSE has set itself the goal of enhancing the University's international competitiveness in this area. It strives to support the development of unconventional, forward-looking technologies, e.g. through the application of graphene, new materials for electronic storage, or functional materials for the buildings of tomorrow. Aside from enhancing the competitive edge of RWTH Aachen University, the Profile Area seeks to pool competencies in the above named fields and support research on innovative, future-oriented topics.

The pooling of competencies and cross-disciplinary collaboration make it possible to successfully address these research topics. To name an example, the cross-faculty network StrucMat (for structural materials) has been established to pool the expertise of materials scientists from RWTH, the Aachen Fraunhofer institutes, Forschungszentrum Jülich, the German Aerospace Center DLR,

and the Max-Planck-Institut für Eisenforschung in Düsseldorf (MPI). The aim is to jointly implement large-scale projects in the area of structural materials.

At both the regional and national levels, the Profile Area is an active member of the DGM-Regional Rhein-Ruhr network, the Nano-MikroWerkstoffePhotonik cluster (NMWP. NRW), and, in cooperation with the Karlsruhe Institute of Technology KIT, the NanoMat network.

Another important priority of the Profile Area is international collaboration, which helps to maintain a high quality in teaching and to secure Europe's competitiveness in science and research. Thus the Profile Area contributes to the activities of the IDEA League, a network between TU Delft, ETH Zurich, RWTH, Chalmers University of Technology, and Politecnico di Milano. In September 2018, for example, in collaboration with Forschungszentrum Jülich, RWTH hosted an “Idea League Doctoral School.” Moreover, the Profile Area has close partnerships with non-university institutions, in particular in the Jülich Aachen Research Alliance (JARA) with Forschungszentrum Jülich (sections JARA-FIT and JARA-ENERGY), but also with the German Aerospace Center DLR, the

Max-Planck-Institut für Eisenforschung (MPI), and DECHEMA in Frankfurt.

Following a comprehensive approach, which seeks to optimally exploit the value chain between academia and industry, the RWTH Project House “Integrated Computational Materials Engineering,” ICMEaix for short, has been established. Integrative materials modeling aims at describing (micro)structure development at all relevant length scales and structure-property correlations along the entire production chain up to the use of the material within the component. The ICME methodology practiced at RWTH is based on established simulation processes for materials development and process modeling across all length scales. This capability is based on the cross-faculty collaboration between the fields of materials science, metallurgy, materials engineering, production technology, natural sciences, IT, and mechanics of materials.

Furthermore, the Profile Area has supported the foundation of the “Aachen Graphene & 2D Materials Center.” This center pools the activities of researchers at RWTH and AMO GmbH and coordinates their participation in the largest European-wide research initiative, the “Graphene Flagship.”

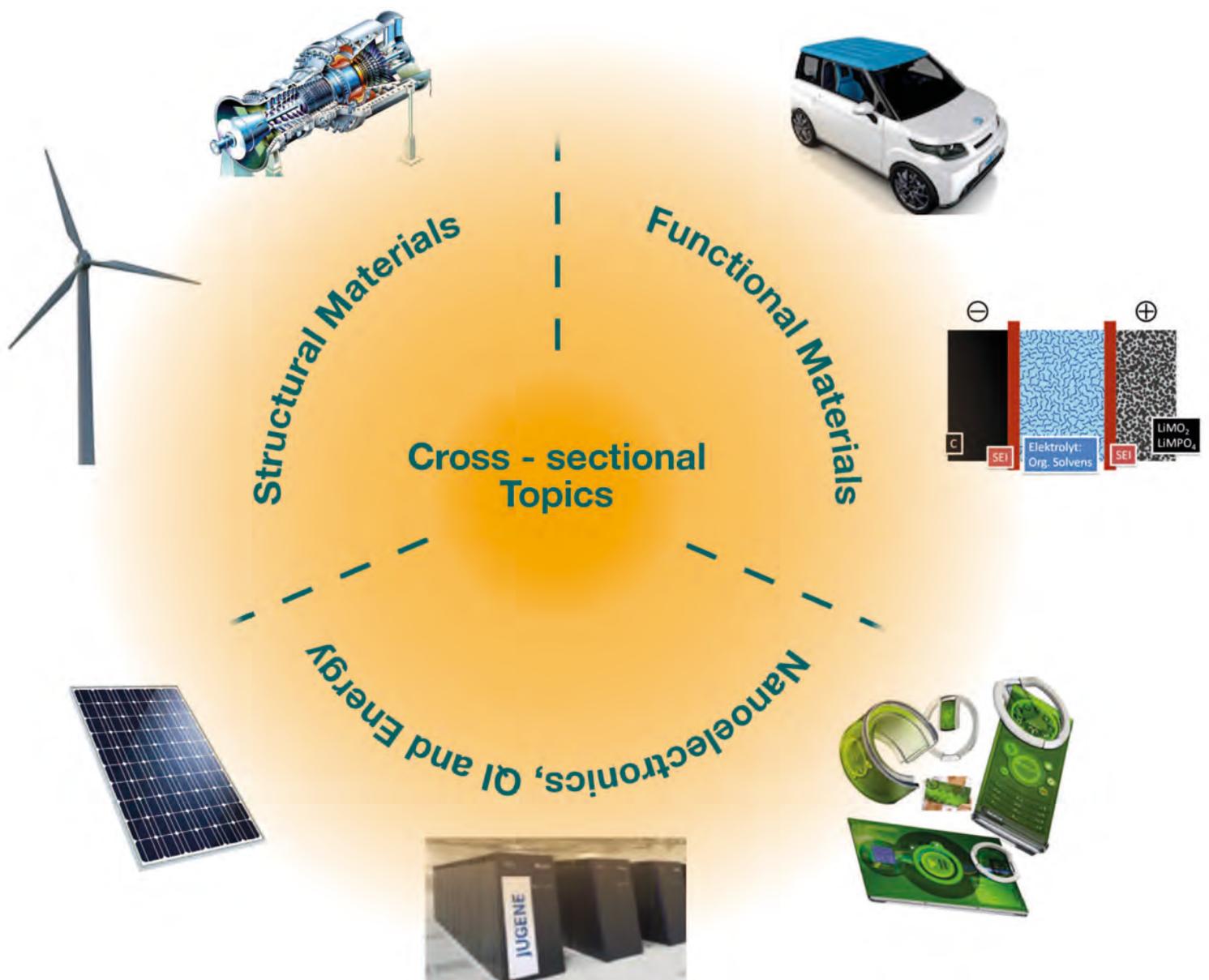


Figure 1: The three key research topics of the “Materials Science and Engineering” Profile Area are structural materials, functional materials, and materials for nanoelectronics and quantum information. Important cross-disciplinary topics that provide key methods for all areas include characterization techniques, micro- and nanofabrication, and simulation.

The interdisciplinary collaboration within the Profile Area has a positive impact on teaching – it has provided contributions to the Materials Science degree program for over ten years, for example. Other degree programs with a strong materials science focus include Materials Engineering, Industrial Engineering with specialization in Materials and Process Technology, the English-taught Metallurgical Engineering program and degree courses

with specializations in nanomaterials, nanoelectronics, and surface technology. The current issue of the RWTH THEMEN magazine provides you with insights into the varied research activities of the “Materials Science and Engineering” Profile Area. We hope you enjoy reading the magazine and find the contributions informative!

## Authors

Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Joachim Mayer is spokesperson for the Profile Area and Director of the University’s Central Facility for Electron Microscopy. Nelly Wirch, who holds an M.Sc. in Nano-engineering, was a coordinator of the Profile Area and research assistant at the Central Facility for Electron Microscopy.

# Materialentwicklung damals, heute und morgen

## Von der Werkstoffkunde zur Materialwissenschaft

Well before any computers were around to simulate materials, humankind was capable of generating useful products from a variety of materials. Even the major eras in human history like the stone-age, the bronze-age, or the iron-age are named after materials. The present article is a time-travel journey through the history of materials development. A major milestone in this history is the advent of computers and powerful simulation software, which for the first time provided the basis to turn empirical trial and error methods into predictive simulations and improved understanding of materials, their properties and their processing.

Nowadays a variety of simulation tools has reached a high degree of maturity. No individual standalone tool, however, allows tackling the complex simulation tasks required to design modern materials and products and to meet all requirements of the producing industry as highlighted in the present article. A modular, configurable combination of different tools into workflows eventually being performed on an open simulation platform is the approach of

the “Aachen (“Aix”) Virtual Platform for Materials Processing” (AixViPMaP®). Based on decades of continuous development of ICME (“Integrated Computational Materials Engineering”) at RWTH Aachen University, the AixViPMaP® is currently being developed in the frame of ICMEaix – a collaborative research effort of a number of RWTH and associated institutes.

In future, the design of new materials and components will essentially proceed based on such simulation workflows. They will be optimized towards a desired functionality and performance while at the same time obeying constraints given by manufacturing processes, by ecological footprint and by economic impact. The prediction of materials and component properties will be possible along the entire production and service-life-cycle. Simulations will bridge interfaces between inorganic, organic and biological materials, and even encompass human tissue. In an ultimate vision even the morphogenesis in complex biological systems can be addressed by simulations.

Steinzeit, Eisenzeit, Bronzezeit, Siliziumzeitalter – Materialien stehen seit jeher im Zentrum des Interesses und ihre Eigenschaften prägen ganze Zeitalter. Das bessere Material führte zum besseren Produkt und sicherte oftmals die Existenz. Werkstoffe wurden schon immer entwickelt, jedoch ermöglicht der rasante Anstieg der Simulations- und Charakterisierungsmöglichkeiten erstaunliche Beschleunigungen der Werkstoffentwicklung und -qualifikation. Werkstoffe werden zunehmend für spezielle Anwendungsfälle maßgeschneidert, und mehr als 50 Prozent der heutigen Stähle wurden erst in den letzten 20 Jahren entwickelt.

Damaszenerstahl kann als ein tausend Jahre altes Nanomaterial angesehen werden, obwohl zu dieser Zeit noch niemand den Begriff „Nano“ kannte. Das Wissen über die Rezepturen für die wiederholte und definierte Anwendung zahlreicher einzelner Umform- und Wärmebehandlungsschritte, die schließlich zu den überlegenen Eigenschaften von Damaszenerstahl führten, entwickelte sich über Generationen auf der Basis unzähliger Versuche und Irrtümer.



Bild 1: Werkstoffcharakterisierung mit moderner Elektronenmikroskopie und die Simulation von Gefügen nähern sich immer mehr an. Der Austausch komplexer Informationen zwischen realer und virtueller Welt wird zunehmend einfacher.

Foto: Peter Winandy

Noch bevor irgendeine Art von Simulation verfügbar war, konnten Menschen auf Basis experimenteller Erkenntnisse bereits Flugzeuge und Automobile bauen. Ein besseres Verständnis und Wissen über Materialien, ihre Eigenschaften und ihre Verarbeitung eröffnete immer wieder neue Wege zu neuen Designs, zu leichteren Bauweisen, zu neuen Werkstoffen und zu neuen Produkten wie beispielsweise Computern. Erste Computer sind seit Mitte der 1950er Jahre verfügbar. In der Werkstofftechnik werden Computer seit etwa Anfang der 1980er Jahre genutzt. Werkstoffe wurden Ende des letzten Jahrtausends oft durch Lichtmikroskopie charakterisiert. Ihre Mikrostrukturen beziehungsweise ihre Gefüge wurden auf Schwarz-Weiß-Bildern dokumentiert und in Gefüge-Atlanten gesammelt. Erste Personal Computer mit 80286-Prozessoren und Windows 3.1-Betriebssystem eroberten die Forschungspraxis von Nicht-Computer-Experten. Disketten hatten eine Speicherkapazität von einigen Hundert KB und eine 10 MB-Festplatte wurde als fortgeschrittene Ausrüstung betrachtet. Das Internet war in seiner frühen Entstehung. Die

Digitalisierung der Gefügebilder war damals der erste Schritt zur automatischen Bildverarbeitung und zur anschließenden, automatisierten statistischen Auswertung von Mikrostrukturen. Die ersten Grundlagen für „Computational Thermodynamics“<sup>[1]</sup> zur Vorhersage von Gleichgewichtsphasenanteilen und thermodynamischen Eigenschaften von Werkstoffen wurden gelegt. Die Herstellung und Verarbeitung von Werkstoffen konnten jedoch auch zu dieser Zeit noch eher als eine empirisch basierte „Kunde“ oder als eine „Kunst“ angesehen werden. Die Entwicklung der Computerleistung und der Simulationsmethoden hat in den letzten Jahrzehnten enorme Fortschritte gebracht. Simulationsmodelle beschreiben heute Phänomene auf allen Zeit- und Längenskalen, und eine Vielzahl von Simulationswerkzeugen ist verfügbar<sup>[2]</sup>. Selbst komplexe Simulationen können oftmals auf einem Standard-Laptop ausgeführt werden. Eine Datenspeicherung im Terabyte-Bereich ist auch im privaten Gebrauch üblich. Mikrostrukturmerkmale von Werkstoffen werden zunehmend in digitalem Format in 3D und manchmal sogar in 4D

aufgenommen. Die „Computational Thermodynamics“ haben sich auf der Basis des Phasenfeldkonzepts<sup>[3]</sup> zu einer orts aufgelösten Beschreibung von Phasenumwandlungen weiterentwickelt, die heute die Simulation der Mikrostrukturentwicklung auch in komplexen technischen Legierungssystemen ermöglicht<sup>[4]</sup>, siehe Bild 2. Die Werkstofftechnik hat damit den Sprung von der beschreibenden „Werkstoffkunde“ zur vorhersagenden „Materialwissenschaft“ vollzogen. Gegenwärtig haben zahlreiche Softwarelösungen in ihrem jeweiligen Bereich ein Niveau erreicht, das wertvolle Beiträge zu modernen Konstruktionsaufgaben in wissensbasierten Produktionsmodellen ermöglicht. Das komplexe Zusammenspiel von atomistischen Prozessen, Thermodynamik, Prozessbedingungen, Mikrostrukturentwicklung, Material- und Bauteileigenschaften wird jedoch erst durch die Kombination verschiedener Simulationstools im Rahmen eines „Integrated Computational Materials Engineering“-Ansatzes (ICME)<sup>[5]</sup> beschreibbar.

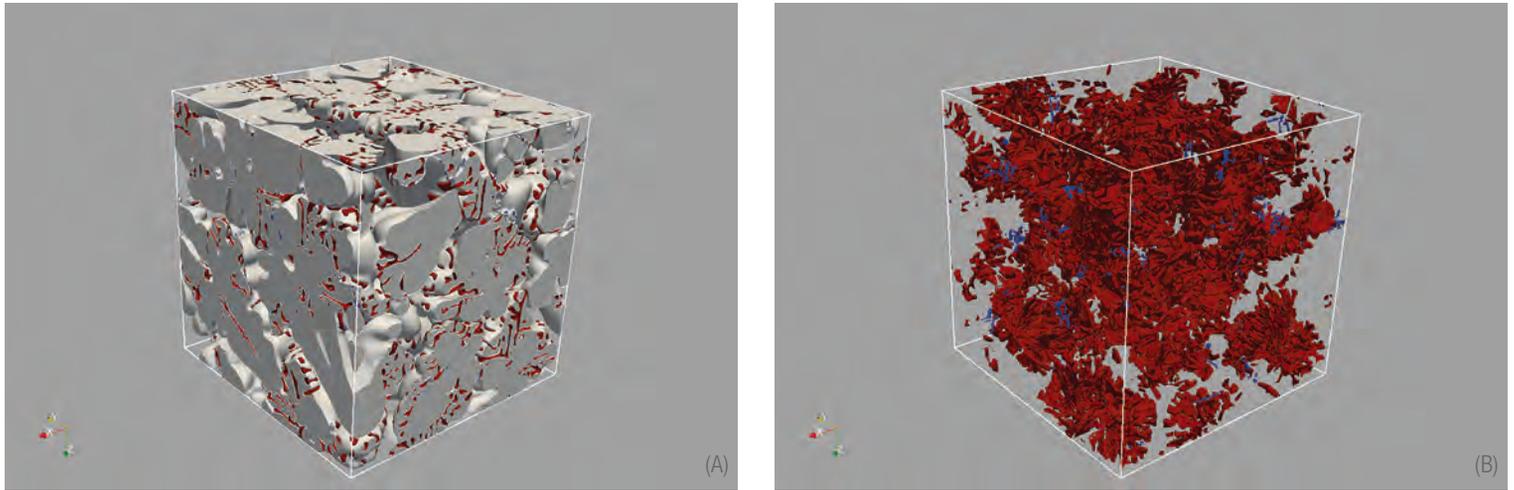


Bild 2: (A) Simuliertes Erstarrungsgefüge in einer technischen Aluminiumlegierung bei 535 °C mit 30 Prozent Restschmelze (nicht dargestellt), fcc-Aluminium (grau), Magnesiumsilizid (rot), Silizium (blau). Kantenlänge 150 µm<sup>3</sup>. (B) Separate Darstellung der Magnesiumsilizid- und der Silizium-Phasen. Morphologie und Verteilung der Phasen beeinflussen die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs.

### Industrielle Anforderungen an Werkstoffsimulation

Industrielle Anwender sind daran interessiert, neue Materialien und Produktionsprozesse für innovative Bauteile und Systeme mit maßgeschneiderter Leistung zu entwickeln sowie Lösungen für Probleme in bestehenden Produktionsprozessen zu erhalten. Ihr Produkt soll so effizient wie möglich gestaltet und hergestellt werden. Die Notwendigkeit, Materialien detaillierter und mit höherer Auflösung zu beschreiben und entlang ihres gesamten Lebenszyklus zu simulieren, ist aus der industriellen Anwenderperspektive eindeutig formuliert. Obwohl die Vorteile moderner Materialsimulationen weitgehend erkannt sind, ist die Anwendung des ICME-Ansatzes in industriellen Umgebungen immer noch eine Herausforderung. Eine spezielle Anforderung ist die modular konfigurierbare Kombination verschiedener Tools unterschiedlicher Anbieter anstelle monolithischer Lösungen:

### Folgerung 1

Günstige, schnelle, leicht verfügbare, zuverlässige und insbesondere modular konfigurierbare Lösungen werden benötigt, um komplexe Themen von technischem Interesse anzugehen.

Typische Anwender im Bereich metallischer Werkstoffe sind die Luft- und Raumfahrtindustrie, die Stahlindustrie, die Energieversorger, die Automobilindustrie und die Elektronikindustrie. Jede technische Legierung umfasst im Allgemeinen eine große Anzahl von Legierungselementen, von denen jedes in einer genau definierten Menge hinzugefügt wird, um eine spezifische Funktionalität zu erfüllen, siehe Bild 3.

Selbst kleinste Änderungen in der chemischen Zusammensetzung und/oder in den Herstellungsparametern können zu drastischen Änderungen des Bauteilverhaltens führen. Die genaue Ermittlung geeigneter und vorteilhafter Mengen an einzelnen Legierungselementen ist somit eine langwierige, zeit- und kostenintensive Aufgabe. Die Ent-

wicklung und Qualifizierung neuer Materialien dauerte aus diesem Grund bisher Jahre bis Jahrzehnte. Diese Entwicklungszyklen werden durch aktuelle Ansätze bereits drastisch verkürzt:

### Folgerung 2

Modelle und Simulationswerkzeuge werden benötigt zur Beschreibung der Herstellung und Eigenschaften komplexer, mehrkomponentiger und mehrphasiger Materialien. Es geht jedoch nicht nur um die Legierungszusammensetzung. Die Verarbeitungshistorie spielt eine entscheidende Rolle beim Erreichen der gewünschten Eigenschaften. Während der Produktion durchläuft das Material verschiedene Prozessschritte wie Gießen und Erstarren, Warm- oder Kaltumformen, Glühen, Bearbeiten, Fügen oder Beschichten. Jeder Prozessschritt beeinflusst die Mikrostruktur, die Verteilung der Legierungselemente und damit die Eigenschaften des Materials. Auch der Herstellungsprozess selbst wird oft von den Materialeigenschaften beeinflusst:

Fe	C	Mn	Si	P	Cr	Ni
Grundmaterial, bestimmt unter anderem die Einsatztemperatur	Bearbeitbarkeit, Härte, Verschleiß, ...	Bindet Schwefel, Härte, Kaltverformbarkeit, Zerspanbarkeit, ...	Elektromagnetische Eigenschaften, Oberflächeneigenschaften, Härte, ...	Härte, Warmverformbarkeit, ...	Korrosionseigenschaften, Verschleiß, thermische Stabilität, ...	Zähigkeit, Verformbarkeit, Anpassung thermischer Ausdehnungskoeffizienten, ...
> 50 wt. %	0.003 – 2 wt. %	0.02 – 27 wt. %	0.01 – 6 wt. %	0.01 – 0.6 wt. %	0.01 – 13 wt. %	0.01 – 12 wt. %

Bild 3: Technische Stähle bestehen aus zahlreichen Legierungselementen mit unterschiedlicher Menge (in Gewichtsprozent wt.%) und jeweils spezifischem Beitrag zu den konkreten Eigenschaften und der Verarbeitbarkeit des Werkstoffs.


**BOSCH**

Technik fürs Leben

**7,3** Milliarden Euro  
Aufwendungen für Forschung  
und Entwicklung

**125**

Entwicklungsstandorte  
weltweit

**4,9**  
Milliarden Euro  
Ergebnis im Jahr 2017

tausend Mit-  
arbeiterinnen  
und Mitarbeiter  
weltweit

**402**

Rund

**BOSCH  
IN ZAHLEN**

Rund

**440**

Tochter- und Regional-  
gesellschaften in 60 Ländern

**78,1**  
Milliarden Euro Umsatz  
im Jahr 2017

## Lieber bewegen statt stillstehen? Willkommen bei Bosch.

Die Bosch-Gruppe gehört zu den Global Playern im Technologie- und Dienstleistungsbereich: Wir setzen pro Jahr rund 78 Milliarden Euro um – mit insgesamt über 402.000 Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern weltweit. Wo wir aktiv sind: in den vier Unternehmensbereichen Mobility Solutions, Industrial Technology, Consumer Goods sowie Energy and Building Technology. Wie wir agieren: mit rund 440 Tochter- und Regionalgesellschaften in rund 60 Ländern. Was uns antreibt: Lösungen für das vernetzte Leben zu entwickeln und so weltweit die Lebensqualität der Menschen zu verbessern – mit innovativen und begeisternden Produkten und Dienstleistungen. Was Sie bei Bosch erwartet: die Möglichkeit, wirklich Großes zu bewegen und gemeinsam mit uns aktiv die Zukunft zu gestalten. Als Teil eines Teams, das mit sinnstiftenden Produkten neue Impulse setzt.

**Starten auch Sie etwas Großes.**

Für mehr Informationen zu Ihren  
Karieremöglichkeiten bei Bosch:

**[www.bosch-career.de](http://www.bosch-career.de)**

Let's be remarkable.



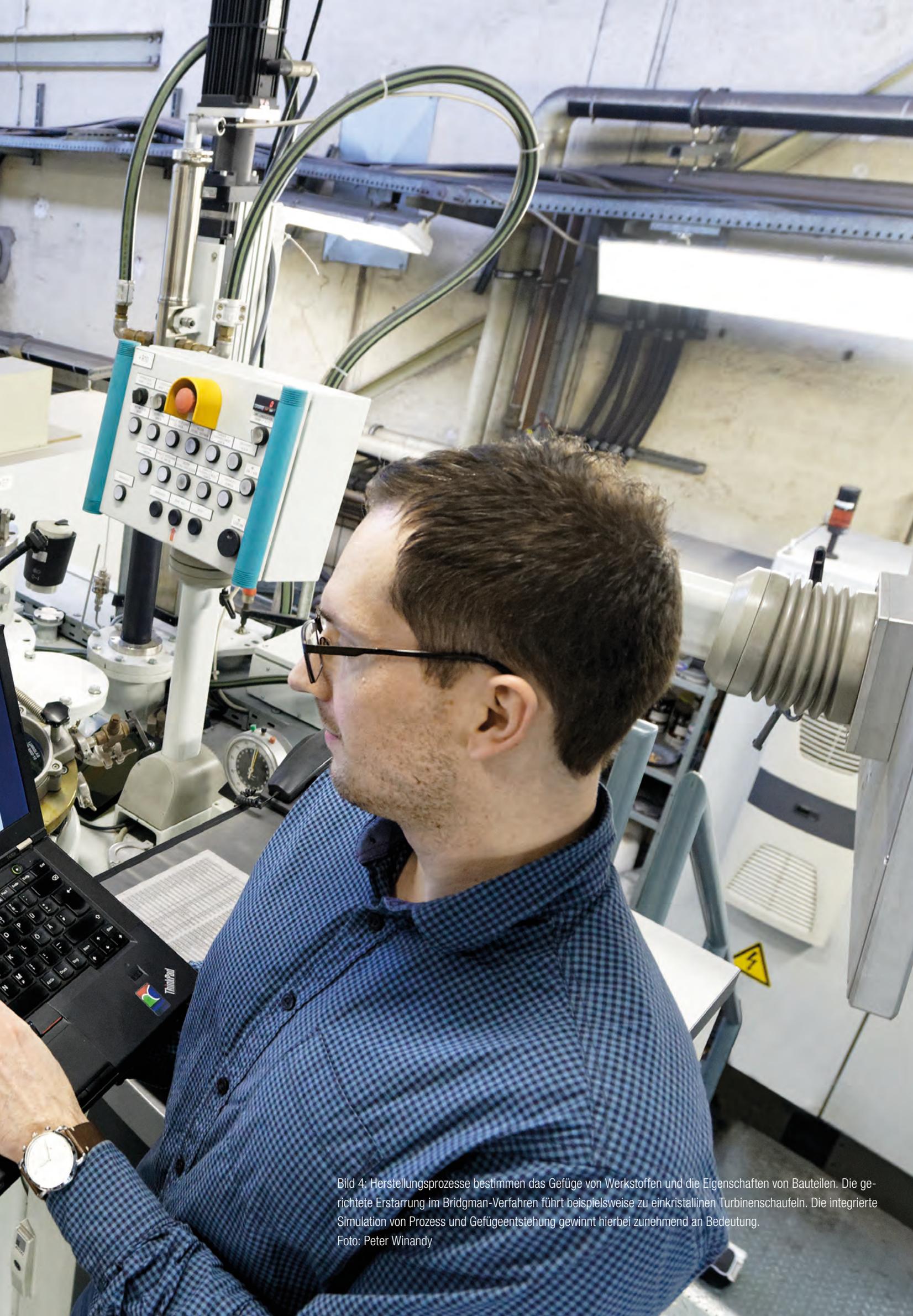


Bild 4: Herstellungsprozesse bestimmen das Gefüge von Werkstoffen und die Eigenschaften von Bauteilen. Die gerichtete Erstarrung im Bridgman-Verfahren führt beispielsweise zu einkristallinen Turbinenschaufeln. Die integrierte Simulation von Prozess und Gefügestehung gewinnt hierbei zunehmend an Bedeutung.  
Foto: Peter Winandy

### Folgerung 3

Modelle werden benötigt, die die Entwicklung von Materialien und Komponenten während ihres gesamten Produktions- und Servicelebenszyklus beschreiben und vorhersagen können.

Schließlich müssen die Simulationsergebnisse anhand von Messungen und vorhandenen Daten validiert werden. Diese Validierung beinhaltet Informationen über die Qualität der berechneten Ergebnisse einschließlich der zu erwartenden Unsicherheiten aufgrund der Verwendung nicht genauer Eingabeparameter und/oder aufgrund der Grenzen der Modelle:

### Folgerung 4

Es ist eine Validierung erforderlich, die einen verbesserten Informationsaustausch zwischen der Simulation und dem Experiment erfordert.

Die Verbesserung des Wissens über Prozesse und Materialien ist jedoch nicht das Endziel eines industriellen ICME-Anwenders. Simulationen sollen den industriellen Anwender bei seinen unternehmerischen Entscheidungen und bei der Optimierung seiner Produkte unterstützen:

### Folgerung 5

Eine Multi-Kriterien-Optimierung des Simulationsszenarios einschließlich wirtschaftlicher Aspekte ist erforderlich, um die gesamte Wertschöpfung zu optimieren.

## Integrated Computational Materials Engineering

Integrated Computational Materials Engineering, kurz ICME, bietet einen ganzheitlichen Simulationsansatz, der Prozessketten für technische Bauteile betrachtet. ICME adressiert dabei neben dem Bauteil und seinem Herstellungsprozess insbesondere auch die lokalen Materialeigenschaften innerhalb des Bauteils im mikroskopischen Maßstab<sup>[5]</sup>.

Nicht nur der aktuelle Materialzustand zu einem bestimmten Zeitpunkt, sondern auch die Entwicklung lokaler Materialeigenschaften entlang des gesamten Herstellungsprozesses und schließlich sogar während der Anwendungslebensdauer sind zentrale Themen. An der RWTH Aachen begann die Geschichte von ICME bereits um 1990 mit der Beantragung des Sonderforschungsbereichs „Integrative Werkstoffmodellierung“ (SFB370) und entwickelte sich kontinuierlich im Rahmen der Exzellenzinitiative sowie vieler nationaler und internationaler Projekte weiter, siehe Bild 5.

Die Kombination von Modellen erfordert derzeit noch einen erheblichen manuellen Aufwand für die Datenkonvertierung an den Schnittstellen zwischen verschiedenen Softwaretools. Eine „Plug & Play“-Architektur zur Kombination verschiedener Tools in Workflows auf offenen Simulationsplattformen ist daher die Schlüsselvision für zukünftiges ICME, die an der RWTH mit der „Aachen („Aix“) Virtual Platform for Materials Processing“

(AixViPMaP<sup>®</sup>) realisiert wird. Mit AixViPMaP<sup>®</sup> baut das ICMEaix eine Infrastruktur auf, die Rechnerleistung und Simulationssoftware für Forschung, Lehre, Entwicklung und auch als Dienstleistungsangebot der RWTH-Institute bereitstellt.

Das ICMEaix<sup>[9]</sup> ist die Dachstruktur für die Modellierungs- und Simulationsaktivitäten im Bereich der Strukturwerkstoffe und kooperiert mit Forschungszentren in der Region. Ziele sind die Bündelung der Simulationsaktivitäten der einzelnen Lehrstühle, die strukturelle Vernetzung aller Beteiligten und die Bearbeitung wissenschaftlicher Projekte und technischer Fragestellungen, die über die Einzelexpertise der beteiligten Akteure hinaus gehen.

### Ein Blick in die Zukunft

Alle Softwaretools und Laborgeräte im ICME-Bereich haben einen gemeinsamen Kommunikationsstandard, ähnlich dem heutigen JPG-Format für Bilder. 3D- und 4D-Simulationsergebnisse mit höchster räumlicher Auflösung können leicht ausgetauscht werden. Metadaten sammeln alle Informationen über Ursprung, Präzision, Validierung und viele andere Aspekte der Daten, welche in der Cloud oder auf leistungsstarken lokalen Exabyte<sup>1</sup>-Geräten gespeichert werden. Die 2018 über Wochen laufenden Simulationen benötigen nur Stunden oder gar Minuten/Sekunden. Modelle werden zur Verfügung

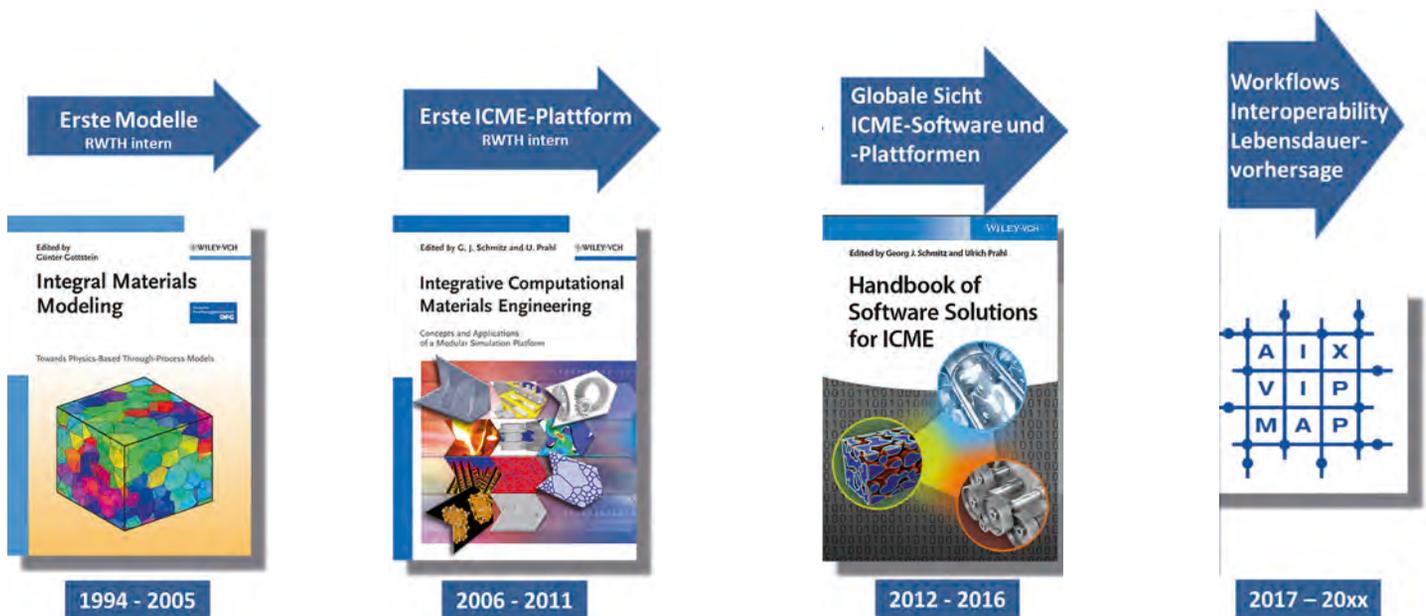


Bild 5: Entwicklung der Werkstoffsimulation an der RWTH Aachen vom Sonderforschungsbereich „Integrative Werkstoffmodellierung“ (SFB370)<sup>[6]</sup> über die beiden Förderperioden der Exzellenzinitiative „Integrative Produktionstechnik für Hochlohnländer“<sup>[7],[2]</sup> hin zur aktuellen Entwicklung der AixViPMaP<sup>[8]</sup>.



Bild 6: Der „Digitale Werkstoff-Zwilling“ ermöglicht den Blick in das Bauteil entlang seines Lebenszyklus von der Herstellung bis zur Anwendung. Schnellere und vereinfachte Modelle, sogenannte „Digitale Schatten“, ermöglichen zukünftig die Steuerung optimierter Produktionsprozesse.

Foto: Peter Winandy

stehen, um alle bekannten Phänomene, die die Eigenschaften eines Materials beeinflussen, gleichzeitig zu beschreiben. Schnelle, validierte Modelle unterstützen bei Geschäftsentscheidungen.

Die Vorhersage von Materialien und Bauteileigenschaften wird über den gesamten Produktions- und Lebensdauerzyklus hinweg möglich sein und das Design neuer Werkstoffe und Bauteile im Wesentlichen auf Simulationen basieren. Werkstoffe werden für eine gewünschte Funktionalität und Leistung optimiert, wobei sich Einschränkungen aufgrund ihrer Herstellungsprozesse überwinden lassen. Beispielsweise sind der ökologische Fußabdruck und wirtschaftlicher Erfolg konkurrierende und zu optimierende Zielgrößen. Werkstoffsimulationen werden die Grenzen zwischen anorganischen, organischen und

biologischen Materialien überbrücken und sogar menschliches Gewebe umfassen. Die Morphogenese<sup>2</sup> in komplexen biologischen Systemen kann durch Simulationen beschrieben werden. Sicherlich dauert dies noch 20 bis 25 Jahre.

Der vorliegende Artikel basiert auf Arbeiten des von der Europäischen Kommission geförderten European Materials Modelling Council (EMMC; Grant #: H2020-NMBP-CSA-2016 NMBP-24-206), des europäischen Vorhabens „MarketPlace“ (Grant #: H2020-NMBP-25-2017 760173) sowie auf Aktivitäten im Rahmen des Exzellenzclusters „Integrative Produktionstechnik für Hochlohnländer“ und des ICMEaix, die beide durch Mittel der Exzellenzinitiative des Bundes und der Länder gefördert wurden.

#### Literatur

- [1] Lukas, H. L., Fries, S.G., Sundman, B., Computational Thermodynamics - The Calphad Method. Cambridge University Press, 2007.
- [2] Schmitz, G. J., Prahl U. (eds), Handbook of Software Solutions for ICME, Wiley VCH, Weinheim, 2016.
- [3] Provatas, N., Elder, K., Phase-Field Methods in Materials Science and Engineering, Wiley-VCH 2010, Weinheim, Germany.
- [4] Schmitz, G. J., Böttger, B., Eiken, J., Apel, M., Viardin, A., Carré, A., Laschet, G., Phase-field based simulation of microstructure evolution in technical alloy grades, Int J Adv Eng Sci Appl Math 2 4 (2010) 126 DOI 10.1007/s12572-011-0026-y Springer 2010.
- [5] National Research Council, Integrated Computational Materials Engineering, A Transformational Discipline for Improved Competitiveness and National Security, National Academic Press, Washington, D. C. 2008.
- [6] Gottstein, G. (ed), Integral Materials modelling, Wiley-VCH, Weinheim 2007.
- [7] Schmitz, G. J., Prahl, U. (eds), Integrative Computational Materials Engineering- Concepts and applications of a modular simulation platform Wiley VCH, Weinheim, 2012.
- [8] [www.aixvipmap.de](http://www.aixvipmap.de)
- [9] [www.icme.rwth-aachen.de](http://www.icme.rwth-aachen.de)

#### Autor

Dr. rer. nat. Georg J. Schmitz ist wissenschaftlicher Mitarbeiter bei ACCESS e.V., einem An-Institut der RWTH Aachen.

<sup>1</sup>Einheit für sehr große Speicherkapazitäten; 10<sup>18</sup> Byte

<sup>2</sup>Bezeichnung für die Gestalt- und Formbildung im Bereich lebender Strukturen wie Pflanzen, Tiere, Viren etc.

# Elektrochemische Metallisierungszellen

## Auf dem Weg zu neuen Paradigmen in der Computerarchitektur

The computerization of our society has progressed unabatedly in recent years and advances in more and more areas of our lives. Our smartphones, pocket-sized high-performance computers, and the mobile internet make it possible to communicate anytime and anywhere and to have access to knowledge and services. The next evolutionary steps will include the Internet of Things (IoT) and Artificial Intelligence (AI). First steps in this direction have already been realized among other things with fitness watches and ever-improving language assistants. On the one hand, more and more mobile computing power is being used; on the other hand, the amount of data to be processed increases drastically.

Of course, this results in a huge increase in energy usage and faster battery drainage in mobile devices. Until now, this could be partially compensated by ongoing miniaturization of the components. However, technologically this will be increasingly difficult and inevitably encounter physical limitations. In addition, the increasing number of end user devices and the increasing interconnectivity cause the global power consumption for computational applications to increase further and further. For example, estimations of the energy consumption of internet servers alone predict a doubling every two years. Therefore, new approaches to data storage and processing have to be considered.

Die Computerisierung unserer Gesellschaft ist in den letzten Jahren unvermindert fortgeschritten und dringt in immer mehr Bereiche vor. Smartphones und das mobile Internet ermöglichen es, jederzeit ortsungebunden zu kommunizieren und Wissen sowie Dienste abzurufen. Die nächsten Stufen dieser Evolution werden das Internet of Things (IoT) und Künstliche Intelligenz (KI) beinhalten. Erste Schritte in diese Richtung sind bereits mit Fitnessuhren und stetig besser werdenden Sprachassistenten in unseren Alltag eingezogen. Dabei kommt steigende Rechenleistung zum Einsatz, während sich auch die zu verarbeitenden Datenmengen drastisch erhöhen. Dies hat einen enormen Anstieg der benötigten Energie und somit schnellere Batterieentladung in mobilen Geräten zur Folge. Bisher konnte das durch fortschreitende Miniaturisierung der Komponenten teilweise kompensiert werden. Allerdings wird die Miniaturisierung technologisch zunehmend schwerer und stößt schlussendlich unweigerlich an physikalische Grenzen. Hinzu kommt, dass

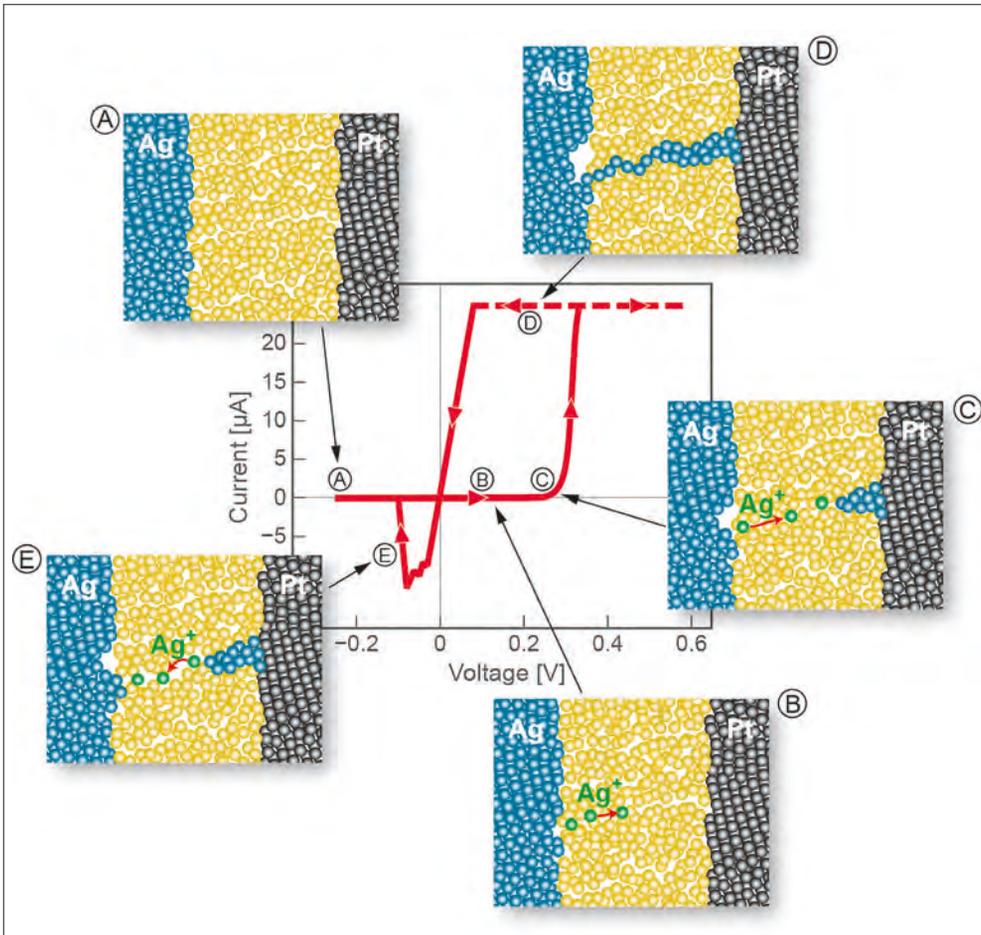


Bild 1: Schematische Darstellung der atomaren Vorgänge in einer Elektrochemischen Metallisierungszelle beim Durchlaufen einer Strom-Spannungs-Kennlinie. (A) Initialer Aus-Zustand. (B) Die positiv geladene Elektrode gibt Ionen ab, welche sich durch den Isolator bewegen können. (C) Genügend Metallatome haben sich an der Gegenelektrode angesammelt und beginnen, ein leitfähiges Filament auszubilden – Einschaltprozess. (D) An-Zustand mit durchgehendem Filament. (E) Ausschaltprozess durch den Abbau des Filaments.

durch die Zunahme der Anzahl von Endgeräten und den steigenden Grad der Vernetzung der weltweite Energieverbrauch gestiegen ist und weiter ansteigen wird. Deshalb müssen neue Wege für die Datenspeicherung sowie -verarbeitung in Betracht gezogen werden. Ein Ansatz ist mit resistiv<sup>1</sup> schaltenden Speichern gegeben. Hier gelten die Elektrochemischen Metallisierungszellen, kurz ECM, als zukunftsreichste Technologie. Im Gegensatz zu den derzeitigen Speichertechnologien, welche auf An- beziehungsweise Abwesenheit von zusätzlichen Elektronen beruhen und diese viel Platz benötigen, um lokalisiert zu bleiben, setzen ECM-Speicher auf einen einprogrammierbaren elektrischen Widerstandswert, der durch die Rekonfiguration von Atomen gesteuert wird. Bildhaft gesprochen wird dabei ein Schalter umgelegt, der einen Stromfluss erlaubt oder nicht. Im einfachsten Fall können dabei die binären Zustände „0“ und „1“ durch einen hohen beziehungsweise

niedrigen elektrischen Widerstand dargestellt werden. Zudem überzeugen ECM-Speicher aufgrund eines einfachen Schichtaufbaus: Eine typische Zelle setzt sich aus zwei Metallelektroden zusammen, die durch einen sehr dünnen, wenige Nanometer dicken, elektrischen Isolator voneinander getrennt sind. Eine Elektrode muss hierbei reversibel oxidierbar sein. Das Funktionsprinzip ist in Bild 1 anhand eines typischen Aufbaus von Silber/Siliziumdioxid/Platin dargestellt. Zunächst befindet sich die Speicherzelle in einem hochohmigen Zustand (A). Durch das Anlegen einer positiven Spannung an die Silberelektrode werden Silberatome oxidiert. Die Silberionen migrieren dann getrieben durch das elektrische Feld durch den Isolator (B), bis sie auch die negativ geladene Platinelektrode treffen und dort wieder zu Silberatomen reduziert werden (C). Weitere Silberionen lagern sich schließlich bevorzugt an bereits bestehende Silbercluster an, bis sich ein durchgehendes metallisches

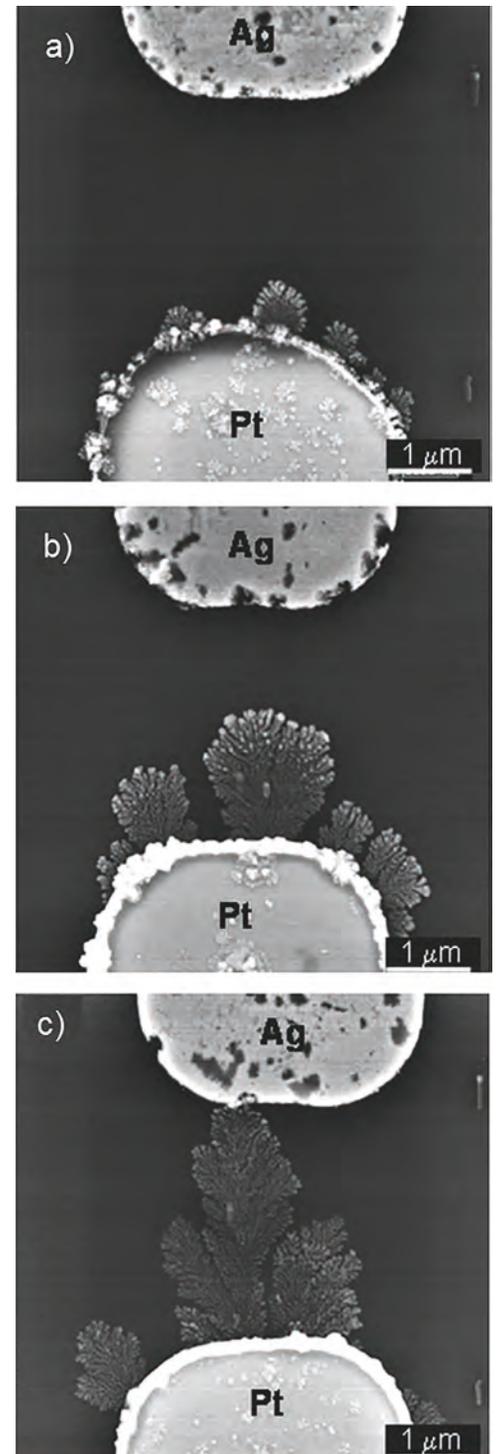


Bild 2: Rasterelektronenaufnahme eines wachsenden Filaments in Wasser zwischen Silber und Platin.

Filament gebildet hat, das die beiden Elektroden kurzschließt (D) und die Speicherzelle im niederohmigen Zustand ist. Durch Anlegen einer negativen Spannung kann das Filament wieder abgebaut werden und die Silberatome wandern zurück zur Silberelektrode (E), wodurch die Zelle wieder im hochohmigen Zustand vorliegt. Durch den kleinen Aufbau und die hohen elektrischen Feldstärken lässt sich der Schreibprozess in wenigen Nanosekunden vollziehen.

<sup>1</sup>Wortschöpfung aus dem englischen Wort für einen elektrischen Widerstand: „Resistor“

Zudem können durch eine geschickte Steuerung des Stromes beziehungsweise Wahl der Spannungssignale die Dicke des Metallfilamentes sowie auch die Tunnelstromdistanz kontrolliert werden, was das Variieren des niederohmigen Widerstands ermöglicht und damit auch eine Multibit-Speicherung in nur einer Speicherzelle erlaubt, siehe Bild 3. Im Vergleich zu dem üblichen Arbeitsspeicher in unseren Smartphones und Computern, bestehend aus vielen Kondensatoren, sind ECM-Speicher zudem nicht-flüchtig und die gespeicherten Informationen bleiben auch ohne Stromversorgung erhalten. Eine komplexe Aufgabe bei der Realisierung von ECM-Speicherelementen besteht darin, das Metallfilament beziehungsweise die Atome an Ort und Stelle zu halten. Hier treffen viele elektrochemische und thermodynamische Phänomene aufeinander: Die Atome und Ionen streben danach, ihren Grundzustand wieder einzunehmen, was dazu führen kann, dass sich das dünne Filament wieder auflöst. Zur Vermeidung dessen werden unterschiedliche Strategien eingesetzt. Neben der Suche nach neuen Materialkombinationen kann

gezieltes Engineering der Grenzflächen zwischen den Elektroden und dem Isolator die Speicherzelle positiv beeinflussen, indem sie zusätzliche energetische Barrieren aufbauen und die unerwünschten Prozesse an den Grenzflächen somit kinetisch hemmen. Auch das Einbringen von Fremdstoffen in den Isolator kann zu Änderungen der Beweglichkeiten der Atome und Ionen führen. Dabei sollen die filamentbildenden Atome gehindert werden, sich wieder unkontrolliert aus dem Filament auszubauen. Wie können diese Speicherelemente eingesetzt werden, um Hardware energieeffizienter und schneller zu machen? Die einfachste Möglichkeit wäre, bestehende Komponenten wie den flüchtigen Arbeitsspeicher zu ersetzen und somit das regelmäßige Auffrischen der Informationen zu ersparen. Auch kann durch den einfachen Schichtaufbau eine sehr hohe Speicherdichte in einer passiven Matrix (crossbar arrays) realisiert und wesentlich mehr Information auf kleinerem Raum gespeichert werden. Interessanter sind allerdings andere Möglichkeiten, die sich durch ECM-Zellen erschließen. So ist es möglich,

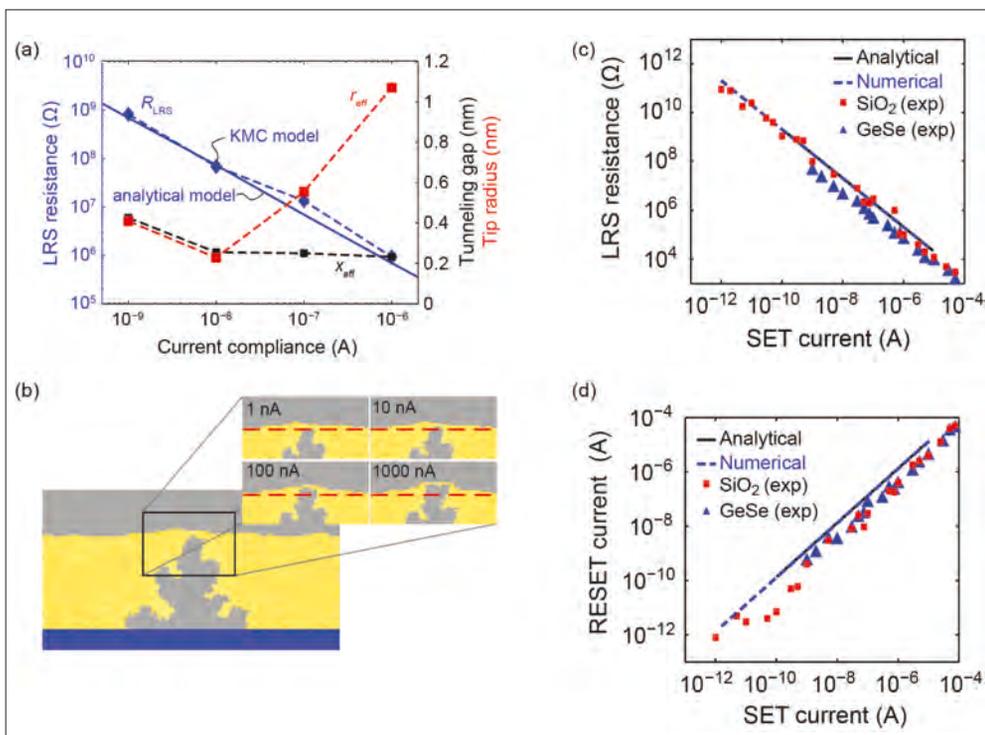


Bild 3: Simulationen und Experimente zeigen die Möglichkeit, verschiedene Widerstandszustände („LRS resistance“ – An-Widerstand) in den ECM-Speichern einzustellen. Durch die Steuerung des maximalen Stromflusses (englisch „Current Compliance“) können die Filamentdicke und/oder die Tunnelbarriere gezielt eingestellt werden (a)–(c). Durch einen niedrigen An-Zustand wird jedoch auch der nötige Stromfluss zum Ausschalten größer (d).

direkt im Speicherarray Rechenoperationen auszuführen (Logic-in-Memory) und eines der größten Probleme der heutigen Computerarchitektur zu umgehen: den sogenannten Von-Neumann-Flaschenhals, der durch die begrenzte Bandbreite zwischen der Recheninheit und dem Speicher gegeben ist. Dadurch, dass sich direkt im Speicher Logikoperationen ausführen lassen, wäre der langsame und energieintensive Datentransfer obsolet. Zudem sind energiesparende, frei konfigurierbare Schaltkreise (FPGAs) in solchen Arrays aus ECM-Zellen realisierbar. Diese sind flexibel an die zu erledigende Aufgabe anpassbare Matrizen, sodass Rechenoperationen extrem effizient auf Hardwareebene statt auf

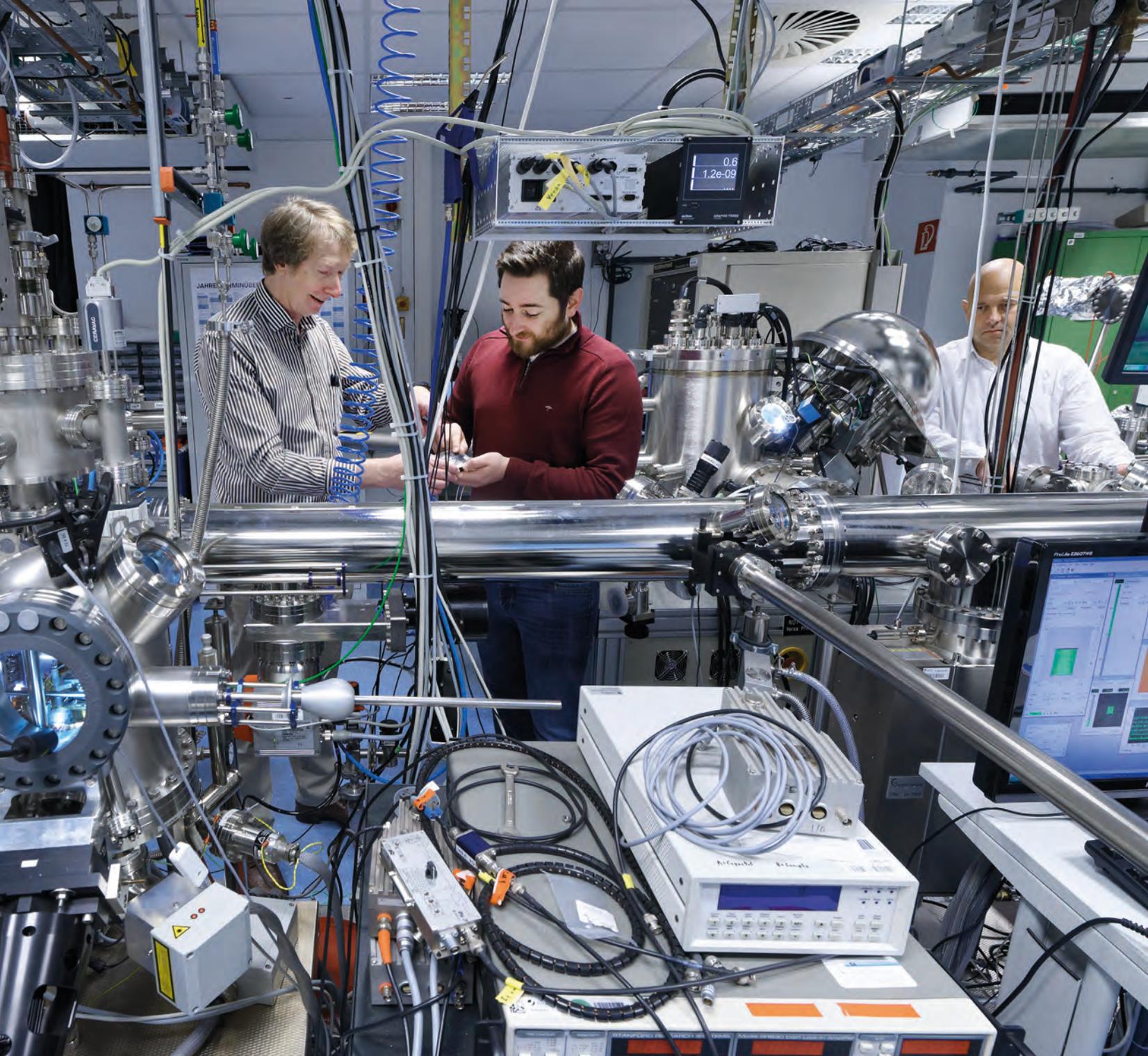


Bild 4: Wissenschaftler des RWTH-Instituts für Werkstoffe der Elektrotechnik II und des Peter Grünberg Instituts am Forschungszentrum Jülich diskutieren die nächsten Versuchsreihen am sogenannten Oxidcluster. Die Proben können in einem geschlossenen System ohne Unterbrechung des Vakuums hergestellt und untersucht werden, sodass Fremdkontamination vermieden wird.

Foto: Peter Winandy

Softwareebene durchgeführt werden können. Auch der Aufbau bio-inspirierter neuronaler Netzwerke ist möglich. Diese sind in der Lage, ein ähnliches Lernverhalten zu zeigen wie das menschliche Gehirn, wobei die ECM-Speicher die Funktion von künstlichen Synapsen erfüllen können. Vergleichbar mit biologischen Synapsen, die bei entsprechenden Eingangsimpulsen Calciumionen freisetzen und somit das nachfolgende Neuron anregen können, geben ECM-Zellen gemäß den Eingangspulsen Ionen in den Isolator frei und erhöhen die Leitfähigkeit über die (künstliche) Synapse. In beiden Fällen wird dabei ein Signal beim Überschreiten bestimmter Pulsfolgen mit entsprechender Frequenz und Amplitude an das

nachfolgende Netzwerk weitergeleitet und die Synapse/das Filament gleich einem Trainingseffekt gestärkt. Diese Stabilisierung stellt das natürliche Lernen nach. Erste Erfolge in Mustererkennung und Bildanalyse wurden auf Laborebene schon demonstriert. Besonders die Anwendung in diesem Bereich würde softwarebasierte neuronale Systeme, wie sie zurzeit für Sprach- und Bilderkennung zum Einsatz kommen, um Größenordnungen energieeffizienter und schneller werden lassen. Auch andere Einsatzgebiete und Problemstellungen könnten mithilfe von hardwarebasierten lernfähigen neuronalen Netzwerken sehr effektiv erschlossen und gelöst werden.

## Autoren

Michael Lübben, M. Sc., ist wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffe der Elektrotechnik II. Dr.-Ing. Stephan Menzel und Dr. rer. nat. Ilia Valov sind wissenschaftliche Mitarbeiter am Peter Grünberg Institut - Elektronische Materialien des Forschungszentrums Jülich.

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Rainer Waser ist Inhaber des Lehrstuhls für Werkstoffe der Elektrotechnik II und Leiter des Peter Grünberg Institutes - Elektronische Materialien des Forschungszentrums Jülich.

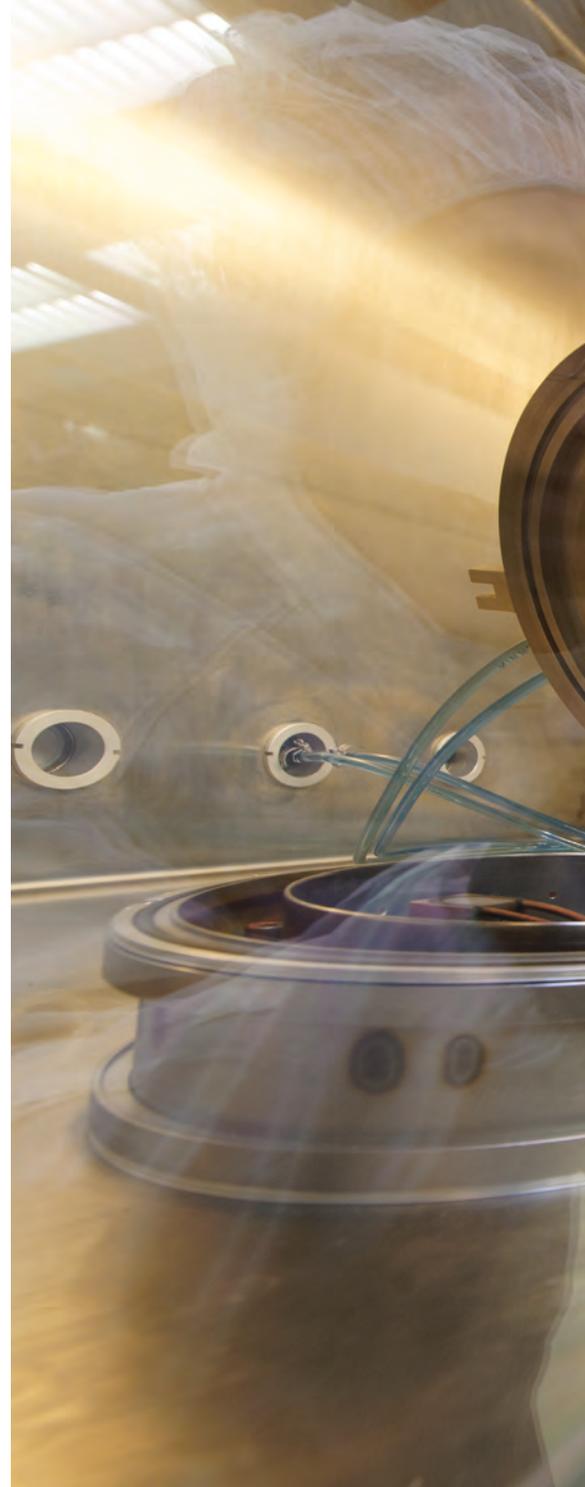
# Bleifrei ans Ziel

## Großflächige und umweltfreundliche Solarzellen durch Chemische Gasphasenabscheidung

Perovskite solar cells show a rapid increase in performance and have overcome the threshold of 20 % power conversion efficiency (PCE)<sup>[1, 2]</sup>. Their fabrication process requires less energy compared to the established silicon solar cell technology, rendering perovskite solar cells to be promising alternatives. The main issues hampering commercialization are the lack of deposition methods for large areas and the toxicity of the commonly used lead-based compounds. Thus, our current research is focused on the deposition of lead-free perovskites via chemical vapor deposition (CVD), enabling the production of environment-friendly large-area solar cells.

Perowskit-Solarzellen haben einen rasanten Aufstieg hinter sich. Aus der Forschung der Farbstoffsolarzellen hervorgegangen, sind sie innerhalb weniger Jahre zu ernsthaften Konkurrenten etablierter Solarzellentechnologien gereift. State-of-the-Art-Zellen, die unter Laborbedingungen hergestellt wurden, erreichen Effizienzen von über 20 Prozent bei deutlich geringeren Herstellungskosten im Vergleich zu herkömmlichen Silizium-solarzellen. Die industrielle Nutzbarmachung dieser Technologie hängt entscheidend von zwei Faktoren ab: Zum einen müssen Herstellungsverfahren für großflächige Module entwickelt werden, die ähnlich effektiv sind wie die im Labor hergestellten Zellen. Zum anderen müssen Alternativen zum bisher verwendeten giftigen Bleiodid gefunden werden. Die Herstellung alternativer bleifreier Perowskite mittels chemischer Gasphasenabscheidung, kurz CVD, auf großen Substraten ist daher Gegenstand aktueller Forschung am Lehr- und Forschungsgebiet Technologie der Verbindungshalbleiter (CST).

Die Grundlagen der Fotosynthese werden bereits im Schulunterricht vermittelt: Mithilfe von Farbstoffen, wie etwa Chlorophyll, sind Pflanzen in der Lage, Sonnenlicht als Energiequelle zu nutzen. Seit jeher versuchen Forscher dieses Naturphänomen in Solarzellen nachzuahmen. Ein erster Erfolg gelang 1991 der Forschungsgruppe um den Schweizer Solarforscher Michael Grätzel, die einen dünnen Farbstofffilm auf eine mesoporöse Schicht aus Titandioxid-Nanopartikeln –



einem oxidischen n-Halbleiter – aufbrachte<sup>[3]</sup>. Vom Licht angeregte Elektronen können an dieser Grenzfläche schnell vom Farbstoff in das Titandioxid übertragen werden, während zum Transport der positiven Ladungen zur Gegenelektrode ein flüssiger Elektrolyt verwendet wird, welcher den Farbstofffilm benetzt. Eingelassen zwischen zwei Glasplatten, an deren Innenseiten sich Elektroden befinden, erhält man auf diese Weise eine im Vergleich einfach herzustellende Solarzelle. Angetrieben durch diesen Forschungserfolg versuchten Wissenschaftler weltweit, dieses Solarzellenkonzept zu optimieren, zunächst über den Farbstoff der Solarzellen. Schnell stellte sich hierbei eine Materialklasse als Outperformer heraus: Organo-Blei-Halogenid-Perowskite. Der bekannteste Vertreter dieser Materialklasse ist das Methylam-

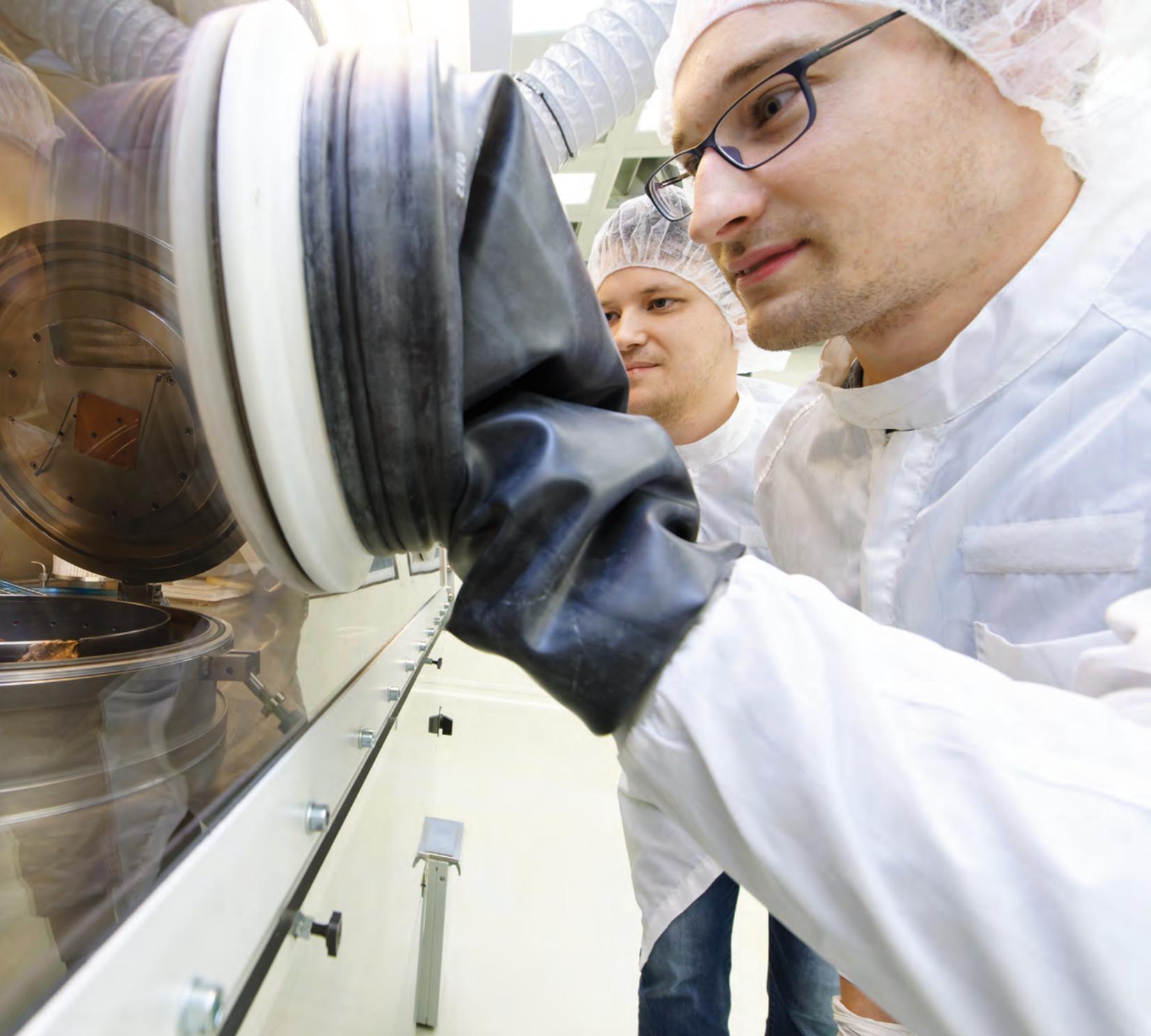


Bild 1: Der Deckel der Reaktorkammer öffnet sich in einer Stickstoff-Glovebox, um Probedegradation und Kontaminationen zu vermeiden.

Foto: Peter Winandy

monium-Bleiiodid ( $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$ ) oder kurz MAPI. Die japanische Forschungsgruppe um Tsutomu Miyasaka war die erste, die diese Kristallverbindung aus organischen und anorganischen Komponenten in Farbstoff-solarzellen einsetzte<sup>[4]</sup>. Ein erster Erfolg wurde durch die südkoreanische Forschungsgruppe um Jeong-Hyeok Im erzielt, die eine Solarzelle auf Basis von MAPI mit einer Effizienz von 6,54 Prozent demonstrierte<sup>[5]</sup>. Nun war klar, dass das herausragende Potenzial dieser Verbindungsklasse nicht allein auf die Eigenschaften als Lichtabsorber zurückzuführen ist, sondern dass MAPI auch besondere Eigenschaften hinsichtlich des Ladungstransports besitzt. Die Kopplung von Ladungstransport und Lichtabsorption unterscheidet die Physik der Perowskit-Solarzellen von der der Farbstoffsolarzellen.

### **Materialeigenschaften**

In der Kristallstruktur der Perowskit-Verbindung MAPI, siehe Bild 2 a, befindet sich das Schwermetall-Ion, also das Blei-Ion, in der Mitte eines Oktaeders, dessen Eckpunkte durch Iod-Ionen begrenzt sind. Zwischen den Oktaedern liegen die organischen Moleküle, die Methylammonium-Ionen.

Als Ersatz für das giftige Blei werden am Lehr- und Forschungsgebiet Technologie der Verbindungshalbleiter vorwiegend Bismut-Verbindungen erforscht. Da Bismut jedoch dreifach positiv geladen ist, kann es nicht ohne Weiteres das Blei im Kristallgitter ersetzen. Methylammonium-Bismutiodid ( $(\text{CH}_3\text{NH}_3)_2\text{Bi}_2\text{I}_9$ ), kurz MBI, kristallisiert daher in einer komplexen Perowskit-ähnlichen tetragonalen Struktur, siehe Bild 2 b. Nicht nur das Schwermetall-Ion, sondern auch die

anderen Bestandteile der Perowskit-Verbindung lassen sich variieren. Hierdurch können die Eigenschaften des Absorbermaterials, wie etwa die optische Bandlücke für photovoltaische Anwendungen, optimiert werden. Zusätzlich bestehen die organisch-anorganischen Perowskit-Verbindungen durch hohe Absorptionskoeffizienten, eine hohe ambipolare Ladungsträgerbeweglichkeit sowie ihre einfache Prozessierbarkeit in Niedertemperaturverfahren. Im Labormaßstab werden Perowskit-Solarzellen häufig via Rotationsbeschichtung hergestellt, was für Solarzellen mit einer aktiven Fläche bis zu einigen Quadratzentimetern anwendbar ist. Für größere Substrate ist dieses Verfahren jedoch aufgrund der fehlenden Skalierbarkeit ungeeignet. Der Fokus bei der Prozessierung größerer Flächen liegt auf Depositionsver-

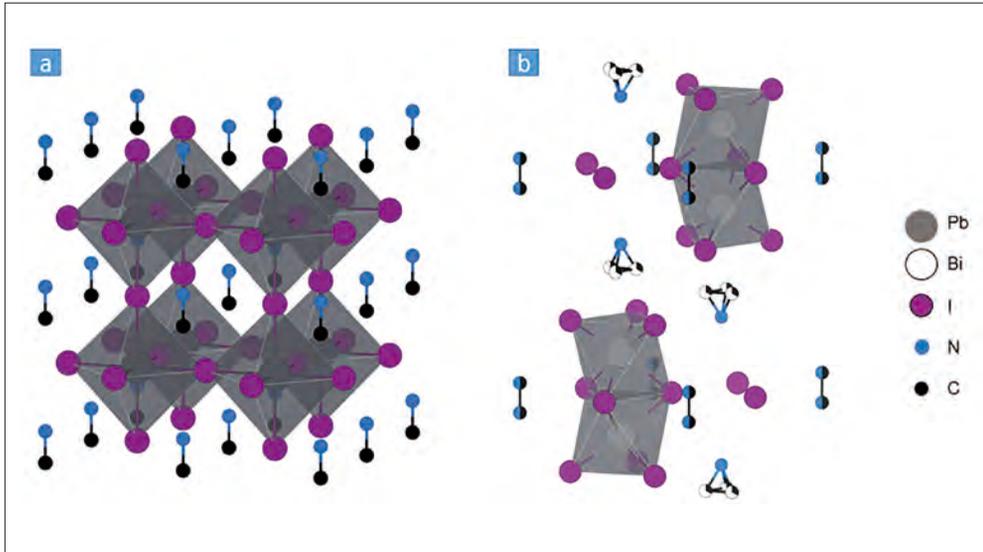


Bild 2: Perowskit-Struktur von MAPI (a) und kristallografische Struktur des bismuthaltigen Perowskits (b). Die Wasserstoffatome sind nicht dargestellt.

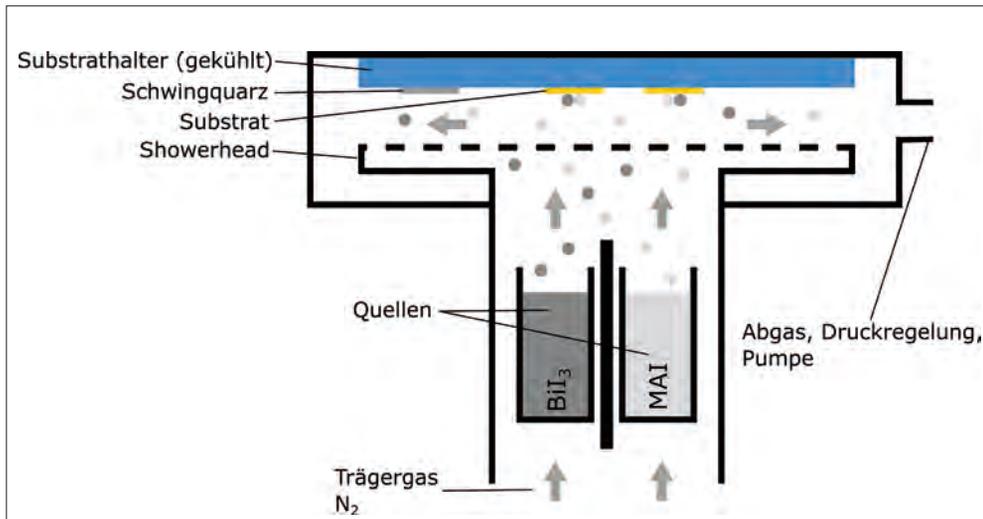


Bild 3: Schematische Darstellung der Gasphasendeposition von bismutbasierten Perowskiten.

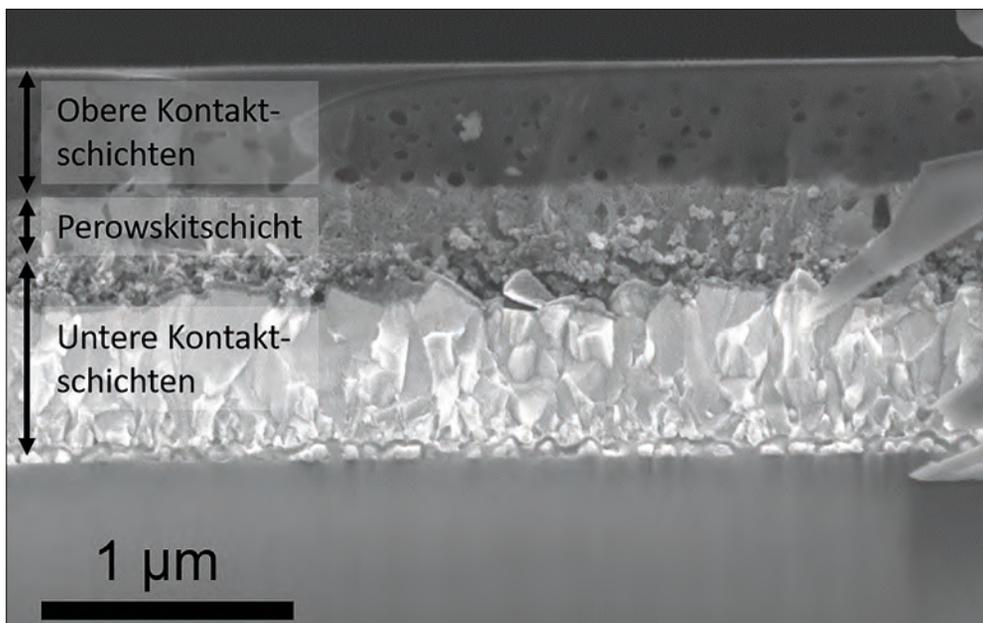


Bild 4: Querschnittsaufnahme einer Perowskit-Solarzelle mit dem Rasterelektronenmikroskop.

fahren, mit denen die Perowskite aus der Gasphase abgeschieden werden. Die Vorteile liegen hier bei einer höheren Materialeffizienz und dem Verzicht auf umwelt- und gesundheitsschädliche Lösungsmittel.

### Gasphasenabscheidung

Die chemische Gasphasenabscheidung, ein Verfahren zur Herstellung von anorganischen Halbleitern, soll genutzt werden, um Perowskit-Solarzellen aus dem Labormaßstab mit Flächen kleiner als 1 cm<sup>2</sup> zur industriellen, großflächigen Fertigung zu führen. Am Lehr- und Forschungsgebiet Technologie der Verbindungshalbleiter wurde deshalb eine Versuchsanlage gebaut, die Beschichtungen auf einer Größe von 12 cm x 9 cm ermöglicht, siehe Bild 3. Hierbei profitiert die Entwicklung der gezeigten Anlage von Synergieeffekten und Erfahrungswerten der Aachener Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler auf den Gebieten der metall-organischen Gasphasenepitaxie, kurz MOVPE, von Verbindungshalbleitern für Leuchtdioden und Höchstfrequenztransistoren und der organischen Gasphasendeposition (OVPD) für organische Elektronik und Optoelektronik. Dennoch sind die technischen Herausforderungen vielfältig. Bei CVD-Verfahren werden die Ausgangsprodukte (Methylammonium (MAI)) und das jeweilige Metalliodid, zum Beispiel BiI<sub>3</sub>, bei etwa 10 mbar in Effusionszellen erhitzt, bis sie sublimieren. Die verdampften Moleküle transportiert ein Trägergasstrom (Stickstoff, N<sub>2</sub>) zur Reaktionskammer. Der Volumenstrom lässt sich durch Massenflussregler steuern, wodurch sich die resultierende Abscheiderate und das stöchiometrische Verhältnis der Edukte präzise einstellen lassen. Um ungewolltes Kondensieren der Materialien an den Innenwänden der Rohre zu verhindern, sind sämtliche Leitungen beheizt. Dementsprechend kommen für den Aufbau nur hochfeste, temperaturbeständige Stähle infrage. In der Reaktionskammer wird der Trägergasstrom zu einer beheizten Düsenplatte, auch Showerhead genannt, geleitet. Die Düsenplatte dient dazu, das Trägergas aufzufächern und so eine großflächige Deposition zu ermöglichen. Verteilung und Größe der einzelnen Bohrlöcher wurden im Vorfeld mittels numerischer Strömungsmechanik ermittelt. Hinter dem Showerhead liegt ein gekühltes Substrat, an dem die gasförmigen Ausgangsprodukte kondensieren und sich zum gewünschten Perowskit verbinden. Kontrolliert wird die Abscheidung über einen Schwingquarz, der sich neben dem Substrat



Bild 5: Das CST-Forscherteam bei der Arbeit im Labor. Die orange-braune Farbe der MBI-Proben ist durch ihre spezifischen Absorptionseigenschaften bedingt.  
Foto: Peter Winandy

befindet und eine genaue Überwachung der Wachstumsrate ermöglicht. Der Zugang zur Reaktionskammer zum Beladen der Substrate liegt in einer Glovebox, welche unter Inertgasatmosphäre gehalten wird. Konstruktion, Aufbau sowie Inbetriebnahme der Anlage, einschließlich der regelungstechnischen Peripherie, wurden am Lehr- und Forschungsgebiet Technologie der Verbindungshalbleiter durchgeführt.

#### Mess- und Analysemethoden

Zur Analyse der Perowskit-Schichten steht eine Vielzahl von Messmethoden zur Verfügung. Für die Beurteilung der Kristallitgröße und des Bedeckungsgrades wird die Rasterelektronenmikroskopie (REM) eingesetzt. Bei einer Spaltung der kompletten Solarzellen (Stapelfolge aus verschiedenen Schichten) erlaubt dieses Verfahren ebenfalls die Begutachtung des Probenquerschnitts, siehe Bild 4. Wichtig ist, dass die einzelnen Schichten eine homogene Dicke aufweisen und es keine Kurzschlüsse in der Stapelfolge gibt. Die Stöchiometrie der Reaktion und die Orientierung der Kristalle lassen sich mittels Röntgendiffraktometrie (XRD) untersuchen. Auf dieser Basis werden die Abscheidungsparameter, insbesondere die Substrattemperatur, die Schichtdicke, die Wachstumsrate sowie das Verhältnis der Edukte dahingehend optimiert, dass besonders große Kristallite mit hohem

Bedeckungsgrad bei optimaler Stöchiometrie auf der Oberfläche wachsen. Die optimierten Schichten werden weiter zu Solarzellen prozessiert und in einem Solarsimulator hinsichtlich ihrer Strom-Spannungs-Charakteristik und Effizienz vermessen.

#### Ausblick

Die chemische Gasphasenabscheidung von Perowskiten hat jüngst große Schritte in Richtung industrieller Nutzbarmachung gemacht. Die prozesstechnische Optimierung für die Abscheidung von Methylammonium-Bismutiodid befindet sich kurz vor dem Abschluss. In Zusammenarbeit mit Partnern steht künftig die Optimierung kompletter Solarzellen im Fokus. Hier sind die Variationsmöglichkeiten vielfältig. Obwohl die Perowskit-Forschung bereits bemerkenswerte Fortschritte erzielen konnte, hat sich der grundlegende Schichtaufbau der Zelle in den letzten Jahren nur unwesentlich verändert. Eine Vielzahl von organischen Halbleitern aus der OLED-Forschung ist alternativ möglich. Ziel der Entwicklung ist ein hochintegrierter Prozess, bei dem alle Komponenten der Zellen aus der Gasphase abgeschieden werden können.

#### Literatur

- [1] Yang, W. S., Park, B.-W., Jung, E. H., Jeon, N. J., Kim, Y. C., Lee, D. U., Shin, S. S., Seo, J., Kim, E. K., Noh, J. H., Seok, S. I., Science (New York, N.Y.), 2017, 356, 1376.
- [2] Saliba, M., Matsui, T., Seo, J.-Y., Domanski, K., Correa-Baena, J.-P., Nazeeruddin, M. K., Zakeeruddin, S. M., Tress, W., Abate, A., Hagfeldt, A., Grätzel, M., Energy & environmental science, 2016, 9, 1989.
- [3] O'Regan, B., Grätzel, M., Nature, 1991, 353, 737.
- [4] Kojima, A., Teshima, K., Shirai, Y., Miyasaka, T., Journal of the American Chemical Society, 2009, 131 (17), 6050-6051.
- [5] Jeong-Hyeok, I., Chang-Ryul, L., Jin-Wook, L., Sang-Won, P., Nam-Gyu, P., Nanoscale, 2011, 3, 4088.

#### Autoren

Simon Sanders, M.Sc., und Dominik Stümmler, M.Sc., sind wissenschaftliche Mitarbeiter am Lehr- und Forschungsgebiet Technologie der Verbindungshalbleiter. Dr. rer. nat. Holger Kalisch ist Oberingenieur am Lehr- und Forschungsgebiet Technologie der Verbindungshalbleiter, Univ.-Prof. Dr.-Ing. Andrei Vescan betreut das Lehr- und Forschungsgebiet Technologie der Verbindungshalbleiter.

# StrucMatLab bündelt Kompetenzen der Strukturwerkstoffanalytik

## Nutzung von Forschungsgrößgeräten

The application-oriented design of tailored structural materials requires fundamental knowledge of the complex interplay between chemical composition, microstructure, and performance of a material. In order to understand these relationships, advanced characterization techniques are needed. As a result, typically, individual research groups acquire and maintain cost-intensive large-scale research instruments. Hence, high-end characterization tools are spread over the campus of RWTH Aachen University. In line with the Institutional Strategy II, a joint use of expensive instruments would be desirable towards stimulating excellence in research and competitiveness of RWTH as an Integrated Interdisciplinary University of Technology. The aim of StrucMatLab is to combine resources and competences within an integrated and delocalized laboratory. Members profit not only from exclusive and immediate access to high-end characterization instruments, but also from contact to experienced scientific operators, which enables the generation of high-quality research data. As an example, atom probe tomography is a powerful technique to identify the local composition of structural materials at the nanometer scale; since 2014 such an instrument has been used jointly by Materials Chemistry (MCh), the Steel Institute (IEHK), as well as the Institute of Physical Metallurgy and Metal Physics (IMM). In a long-term perspective the growth of StrucMatLab is envisioned, and it can be expected that the integration of complementary high-end research instruments will benefit all researchers addressing design issues of novel structural materials at RWTH Aachen University.

Das Design maßgeschneiderter Strukturwerkstoffe für spezifische Anwendungsfälle setzt ein Verständnis von Zusammensetzung, Struktur und den Werkstoffeigenschaften voraus. Daher ist eine Charakterisierung der chemischen Zusammensetzung, der Kristall- und Defektstruktur sowie der mechanischen Eigenschaften von Strukturwerkstoffen erforderlich. So werden nicht nur verständnisfördernde Forschungsergebnisse generiert, sondern auch potenzielle Anwendungsfelder

identifiziert. Dies gilt für unterschiedliche Werkstoffherstellungsprozesse, welche innerhalb des Profilsbereichs „Materials Science and Engineering“ (MatSE) erforscht werden. Als Charakterisierungswerkzeuge kommen Forschungsgrößgeräte zum Einsatz, die in Beschaffung und Instandhaltung kostenintensiv sind. Diese Kosten müssen üblicherweise von einzelnen Hochschulinstituten getragen werden. Aufgrund des breiten Spektrums an Forschungsschwerpunkten der im Profilsbe-

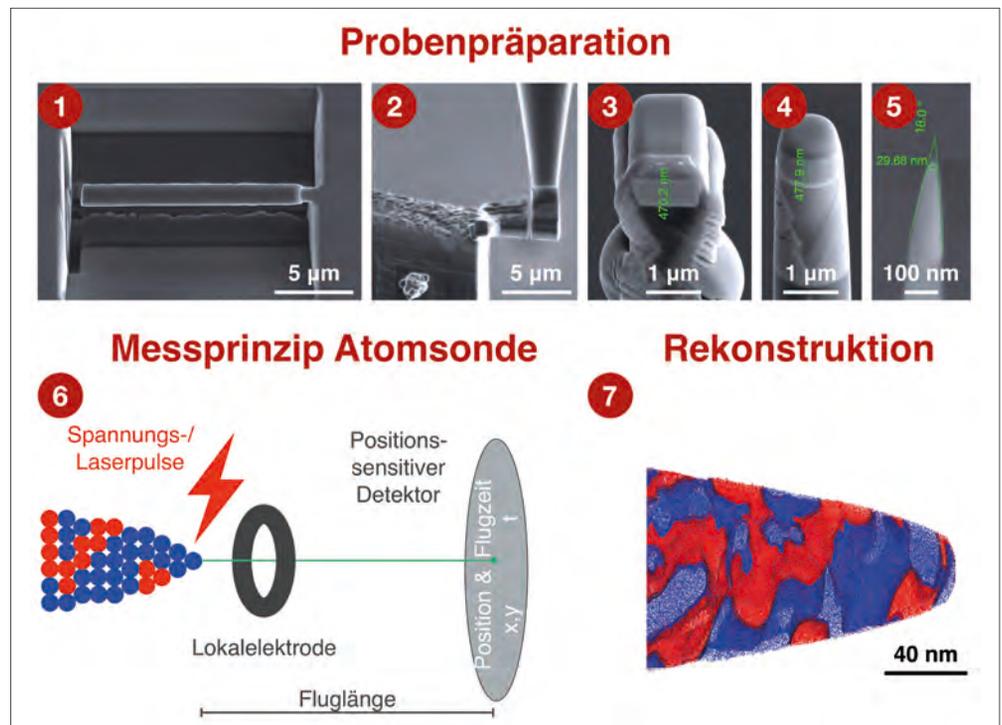


Bild 1: Die Probenpräparation für die Atomsondentomografie erfolgt in einem Elektronenmikroskop mit fokussiertem Ionenstrahl. Zuerst wird eine Materiallamelle freigeschnitten (1), dann mittels eines Manipulators sequenziell auf Silizium-Probenhalter übertragen (2-3) und auf einen Endradius von beispielsweise 15 nm „angespitzt“ (4-5). Bei der Atomsondentomografie werden die Spitzen vor einer Lokalelektrode positioniert und zwischen Spitze und Elektrode Spannungs- beziehungsweise Laserpulse angelegt (6). Der Detektor ist positionensensitiv, weiterhin wird die Flugzeit gemessen. Mithilfe einer Rekonstruktion wird die dreidimensionale chemische Zusammensetzung visualisiert (7).

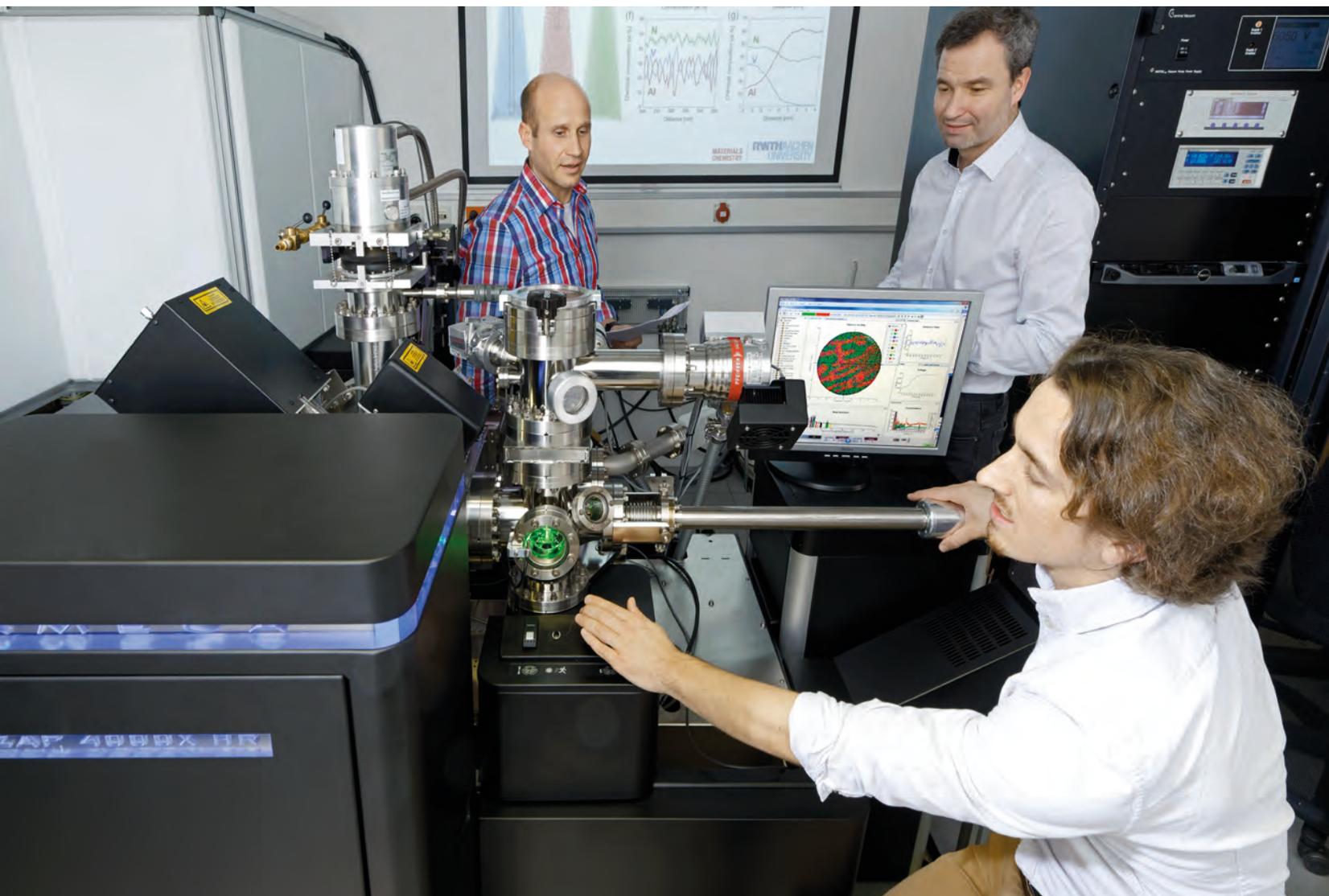


Bild 2: Da es sich bei der Atomsondentomografie um ein ressourcenintensives High-End-Analyseverfahren handelt, werden Messungen lediglich an ausgewählten Proben vorgenommen. Die Probenauswahl wird intensiv innerhalb der Arbeitsgruppe diskutiert.

Foto: Peter Winandy

reich beteiligten Institute sind verschiedene Großgeräte und damit verbundene High-End-Analyseverfahren im Hochschulbereich verteilt. Angelehnt an das Zukunftskonzept II<sup>1</sup> stärkt eine gemeinsame Nutzung von Forschungsgroßgeräten innerhalb der integrierten interdisziplinären technischen Hochschule sowohl die Spitzenforschung als auch die Wettbewerbsfähigkeit der RWTH Aachen. Ziel von StrucMatLab (Structural Materials Laboratory) ist die Bündelung von Ressourcen und Kompetenzen der Strukturwerkstoffanalytik innerhalb eines delokalisierten, integrierten Labors. Dabei verbleiben die beteiligten Forschungsgroßgeräte physisch an ihrem Einsatzort. Durch Einstellung eines Gerätes in das integrierte Labor wird dieses den Mitgliedern von StrucMatLab zugänglich gemacht. Neben dem exklusiven und unmittelbaren

Zugriff auf qualitativ hochwertige Analytikwerkzeuge steht den Mitgliedern ebenfalls die Expertise erfahrener Analytiker für jedes Messverfahren zur Verfügung. Dies gewährleistet qualitativ hochwertige Ergebnisse.

#### Atomsondentomografie

Eine High-End-Analysetechnik von StrucMatLab ist die Atomsondentomografie, ein Verfahren zur Charakterisierung der chemischen Zusammensetzung auf der Nanometer-Skala. Erfolgreiche Strukturwerkstoffe zeichnen sich durch exzellente mechanische Eigenschaften aus, deren Ursprung häufig in nanodimensionalen Merkmalen wie Ausscheidungen oder Korngrenzen begründet ist. Somit liefert die Atomsondentomografie über die chemische Charakterisierung von nanoskaligen Merkmalen essenzielle Beiträge

zum Verständnis der Strukturwerkstoffeigenschaften. Bei diesem Verfahren werden einzelne Atome von dünnen Spitzen mittels Feldverdampfung in die Gasphase überführt. Ein positionssensitives Messverfahren ermöglicht die Rekonstruktion, aus welcher Region der Spitze das detektierte Atom stammt. Mithilfe einer Flugzeitanalyse kann die chemische Zusammensetzung jedes Atoms identifiziert werden. Die hierfür benötigten dünnen Spitzen, deren Radien in der Größenordnung von zehn Nanometern liegen, können mittels fokussierten Ionenstrahlen hergestellt werden. Bild 1 verdeutlicht die Spitzenherstellung (1-5), das Messprinzip einer Atomsondenmessung (6) und die anschließende Rekonstruktion zur Visualisierung der dreidimensionalen chemischen Zusammensetzung (7).

Eine Atomsonde vom Typ CAMECA LEAP

<sup>1</sup>Weitere Informationen unter: <http://www.rwth-aachen.de/cms/root/Die-RWTH/Exzellenzinitiative/~eoe/Zukunftskonzept/>



Bild 3: Die Atomsondenspitzen werden in der grün beleuchteten Vakuumkammer gelagert und mithilfe eines Transferstabes in eine abgeschlossene Messeinheit überführt. In der Messeinheit liegt ein Ultrahochvakuum vor, welches 14 Größenordnungen (Bezug auf SI-Einheit) unterhalb des Atmosphärendrucks liegt.

Foto: Peter Winandy



4000X HR wurde 2013 am Lehrstuhl für Werkstoffchemie installiert und derzeit gemeinsam mit dem Institut für Eisenhüttenkunde sowie dem Institut für Metallkunde und Metallphysik betrieben. In einem Zeitraum von etwa drei Jahren konnten 17 Beiträge mit Atomsondendaten in international renommierten Fachzeitschriften veröffentlicht werden. Derzeit nutzen etwa zehn Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler der drei genannten Institute intensiv dieses Forschungsgrößgerät. Im Gegensatz zu konventionellen Charakterisierungsverfahren wie der Röntgenbeugung<sup>2</sup>, gibt die Atomsondentomografie Aufschluss über nanoskalige Phänomene. Im Folgenden werden daraus gewonnene Erkenntnisse anhand von zwei Beispielen für Strukturwerkstoffe verdeutlicht.

Im Rahmen des Sonderforschungsbereichs SFB-TR 87 „Gepulste Hochleistungsplasmen zur Synthese nanostrukturierter Funktionsschichten“ wird am Lehrstuhl für Werkstoffchemie das Werkstoffdesign von keramischen Hartstoffschichten wie Titan-Aluminium-Oxynitriden erforscht. Solche Schichten lassen sich durch Zerstäuben von Titan-/Aluminium-Targets in einer Stickstoff/Sauerstoff-Atmosphäre erzeugen. Bei industriellen Beschichtungsprozessen werden die zu beschichtenden Substrate vor den Plasmaquellen rotiert. Mithilfe der Atomsondentomografie konnte demonstriert werden, dass die Rotationsbewegung zu einer chemischen Modulation innerhalb der Schichten führt und dass dabei sowohl titan- und aluminiumreiche als auch sauerstoff- und stickstoffreiche Lagen mit einer Dicke von etwa zehn Nanometern entstehen, siehe Bild 4. Da solche periodischen Änderungen der chemischen Zusammensetzung die Werkstoffeigenschaften und -stabilität signifikant beeinflussen, dienen die gewonnenen Erkenntnisse unmittelbar dem Design innovativer Hartstoffe.

Im Rahmen der SFB-Initiative „Structural and Chemical Atomic Complexity: From Defect Phase Diagrams to Material Properties“ vom Institut für Metallkunde und Metallphysik werden Magnesium-Legierungen hinsichtlich der im Werkstoff vorhandenen Defekte untersucht. Ziel ist die Generierung eines umfassenden Verständnisses hinsichtlich des Einflusses der strukturellen und chemischen Komplexität von Defekten auf die mechanischen Eigenschaften und die chemische Sta-

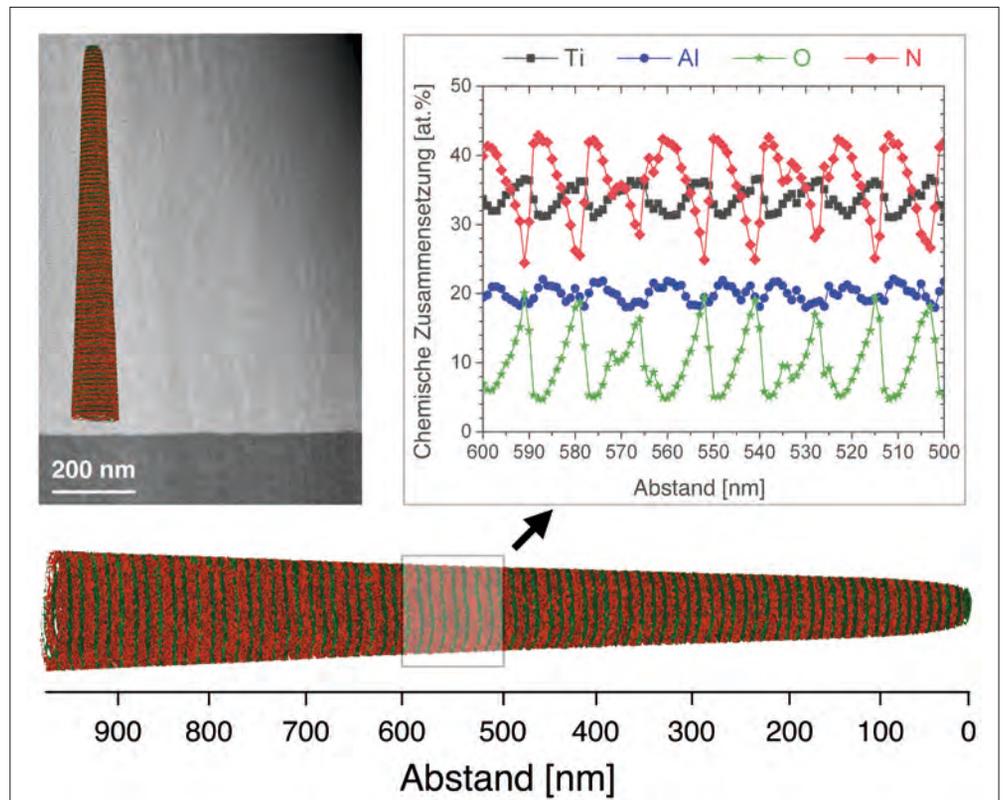


Bild 4: Rekonstruktion der Atomsondenspitze einer keramischen Hartstoffschicht. Die chemische Zusammensetzung als Funktion der Distanz innerhalb der Atomsondenspitze weist eine periodische Änderung auf. Die Region, aus der die Spitze extrahiert wurde, ist schematisch in der Mikroskopieaufnahme dargestellt.

Quelle: M. Hans et al., Surface & Coatings Technology 305 (2016) 249-253.

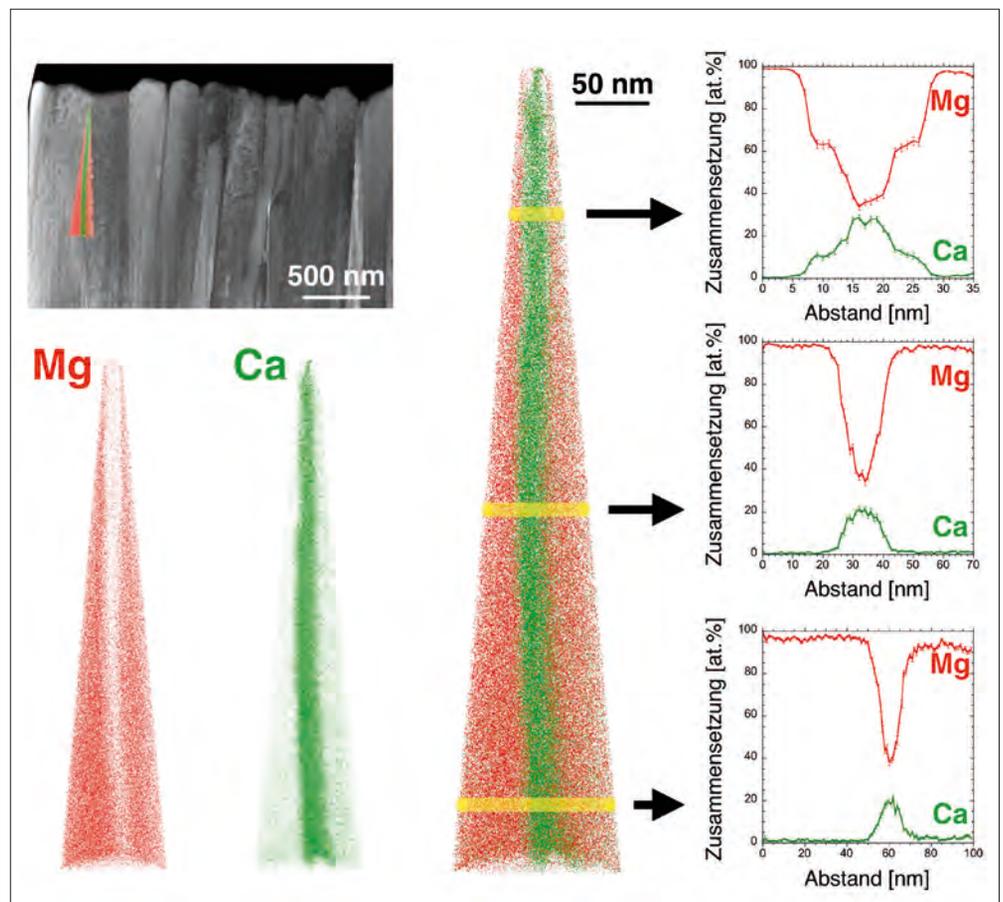


Bild 5: Rekonstruktion der Atomsondenspitze einer metallischen Dünnschicht. Die Positionen der Magnesium- und Calcium-Atome zeigen bereits eine lokale Entmischung. Chemische Konzentrationsprofile verdeutlichen, dass in der Grenzregion bis zu 20 Prozent Calcium eingelagert werden können. Die Region, aus welcher die Spitze extrahiert wurde, ist schematisch in der Mikroskopieaufnahme dargestellt.

<sup>2</sup>Zerstörungsfreie Methode der Werkstoffcharakterisierung zur Bestimmung der Kristallstruktur von Werkstoffen.



Bild 6: Blick auf einen Silizium-Probenhalter, welcher mittels einer Kupfer-Feder fixiert ist. Das Silizium-Plättchen bietet Platz für bis zu 36 Atomsondenspitzen.

Foto: Peter Winandy

bilität. In Bild 5 ist die Atomsondentomografie eines Magnesium-Calcium-Mischkristalls dargestellt und in der Mikroskopieaufnahme sind Grenzbereiche zwischen den kristallinen Kolumnen erkennbar. Die lokale chemische Zusammensetzungsanalyse gibt Aufschluss über signifikante Calcium-Anreicherungen innerhalb der Grenzbereiche. Es ist zu erwarten, dass diese lokalen Anreicherungen das Werkstoffverhalten unter mechanischer Beanspruchung sowie korrosiven Einflüssen dominieren. Weiterhin lässt sich aus den Ergebnissen eine Prozessoptimierung ableiten, um solche strukturellen und chemischen Defekte bei der Werkstoffherstellung zu vermeiden.

Die Beispiele unterstreichen die Bedeutung der lokalen chemischen Zusammensetzungsanalyse auf der Nanometer-Skala für die Strukturwerkstoffanalytik. Das erfolgreiche Konzept zur Bündelung von Analytikressourcen und -kompetenzen am Beispiel der Atomsondentomografie soll zukünftig um weitere Forschungsgrößgeräte ergänzt werden.

#### Ein umfassendes Konzept

Neben der Stärkung der wissenschaftlichen Qualität soll StrucMatLab ebenfalls die Effizienz steigern. Zur Gewährleistung der

Kostendeckung wurde ein umfassendes Finanzkonzept erstellt, das Betriebs-, Unterhalts- und Abschreibungskosten beinhaltet. Die Kostenanteile sind transparent für alle Mitglieder einsehbar und dienen der Erstellung von gerätespezifischen Stundensätzen zur internen Verrechnung.

Zusätzlich zur Atomsondentomografie sind in StrucMatLab derzeit Charakterisierungswerkzeuge zur Röntgenbeugung und Nanoindentation vorhanden. Das nächste Forschungsgrößgerät, welches allen Teilnehmenden zur Verfügung gestellt werden soll, ist ein Photoelektronenspektrometer vom Typ KRATOS AXIS SUPRA. Hiermit können die Bindungszustände in Werkstoffoberflächen bestimmt und so beispielsweise Erkenntnisse über die Affinität von metallischen Werkstoffen für die Sauerstoffaufnahme gewonnen werden. Zusätzlich bietet dieses Gerät die Möglichkeit, das Werkstoffverhalten in definierten Atmosphären zu untersuchen. Die Charakterisierungsbedingungen können so an Anwendungsfälle angepasst werden. In langfristiger Perspektive soll StrucMatLab weiter wachsen und so die Nutzung komplementärer Forschungsgrößgeräte für viele RWTH-Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler ermöglichen.

---

#### Autoren

Dr.-Ing. Marcus Hans ist Gruppenleiter der Atomsondentomografie am Lehrstuhl für Werkstoffchemie.

Dr.-Ing. Simon Münstermann ist Oberingenieur am Lehrstuhl für Werkstoffchemie.

Univ.-Prof. Jochen Schneider, Ph. D., ist Inhaber des Lehrstuhls für Werkstoffchemie.

---

# Mit der Macht der Magnete

Das Zentrum für Magnetische Resonanz MARC  
ermöglicht interdisziplinäre Spitzenforschung

Nuclear Magnetic Resonance (NMR) is an analytical technique which explores the interaction of spinning atomic nuclei with radio waves and magnetic fields. Since most materials contain nuclei with spin, for example, hydrogen nuclei, there are many applications of the technique. Often optically opaque materials and objects are studied, and molecular structures from compounds in solution are identified with unsurpassed chemical detail. Due to the wide range of different parameters that can be measured, NMR spectroscopy is applied for chemical analysis, magnetic resonance imaging for medical diagnostics and for optimizing the performance of chemical reactors and medical devices, and NMR relaxometry for nondestructive testing of material properties. The Magnetic Resonance Center (MARC) at the Institut für Technische und Makromolekulare Chemie (ITMC) is well equipped with different types of NMR instruments. It provides a multi-disciplinary platform which enables to conduct a broad range of different studies with modern high-field instruments as well as with compact and mobile low-field instruments. Innovations in methodology and hardware push the limits of sensitivity and open up new applications. Solid-state NMR spectroscopy with magic-angle-spinning (MAS) of the sample at frequencies above 50 kHz provides insights into the molecular structures of catalysts, polymers and materials. Imaging of materials

and processes is a promising field due to the excellent contrast known from clinical MRI. It is applied to study polymer products and to visualize chemical transformations and processes in chemical and medical engineering. For example, flow phenomena can be mapped without tracer particles in microreactors and aneurysm models. Moreover, the NMR methodology is advanced at the comparatively low field strengths of permanent magnets to make instruments smaller, more compact and more affordable. In particular, the sensitivity of compact NMR instruments for chemical analysis is boosted by orders of magnitude with the development of novel hyperpolarization techniques that transfer the magnetic order of parahydrogen molecules to target molecules, enabling the detection of trace amounts of chemicals in solution with compact spectrometers in the fume hood. Compact MRI equipment is employed in the engineering laboratory to study the performance of chemical reactors, and portable NMR relaxometers are carried along for nondestructive testing of polymer materials and objects of art. The NMR-MOUSE® is the most widely known mobile relaxometer. It has been developed at ITMC and can be used to measure high-resolution depth profiles through human skin, frescoes and other layered objects across a depth range of up to 25 mm.

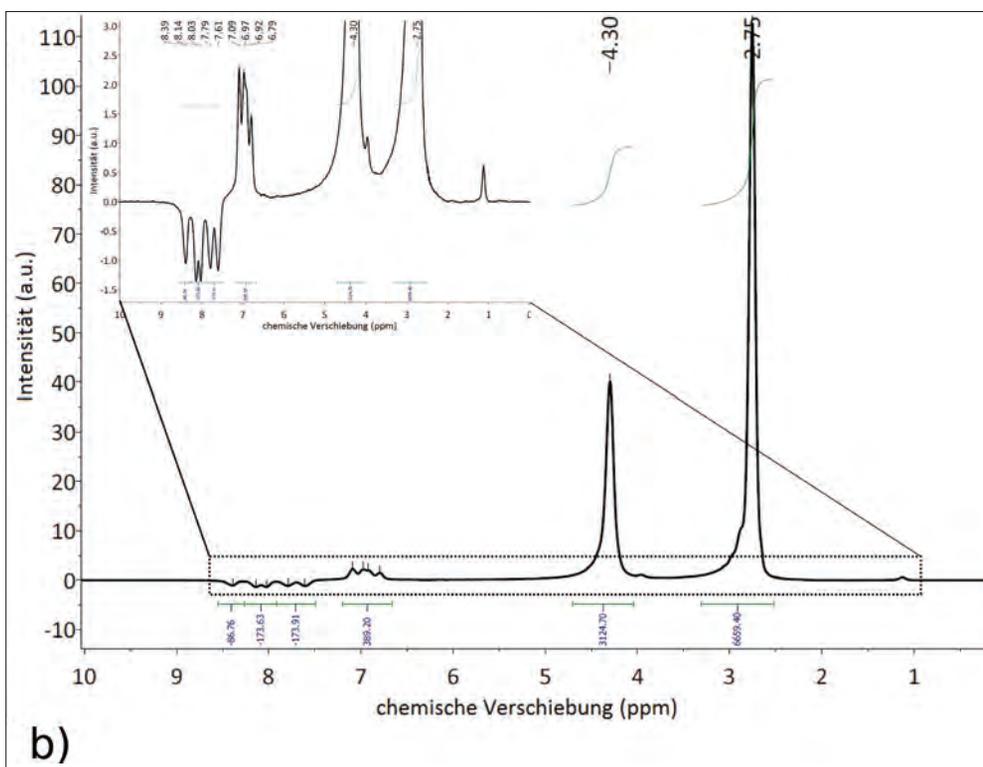
In der Magnetresonanz, auch Kernspinresonanz oder englisch Nuclear Magnetic Resonance, kurz NMR, werden die magnetischen Eigenschaften von Atomkernen, meist die des Wasserstoffkerns, untersucht. Die Methode und die möglichen Anwendungen sind vielfältig: Sie reichen von der Spektroskopie zur Untersuchung von Molekülen und ihrer Umgebung auf atomarer Ebene bis hin zur Erzeugung von Schnittbildern durch größere Objekte, zum Beispiel Menschen. Die NMR verwendet Radiofrequenzstrahlung und Magnetfelder. Diese durchdringen die Materie anders als Licht und liefern neue Einsichten in optisch undurchsichtige Materialien. Außer Molekülstrukturen oder Bildern von Gewebe können mit der NMR auch Bewegungen und damit Funktionen über viele Größenordnungen erfasst werden, die von der Rotation chemischer Gruppen bis hin zu Diffusion<sup>1</sup>, Konvektion<sup>2</sup> und Fließen vieler Moleküle reichen. Diese Hochleistungsmethodik wird im Zentrum für Magnetische Resonanz MARC am Institut für Technische und Makromolekulare Chemie, kurz ITMC, weiterentwickelt und in vielen interdisziplinären Projekten angewandt.

## Spektroskopie

Die NMR-Spektroskopie liefert detaillierte Informationen über die chemische Umgebung von Atomkernen. Diese wird zur Bestimmung der Strukturen von kleinen und großen Mole-



a)



b)

Bild 1: NMR-Spektroskopie unter der Abzugshaube:

a) Online-Analyse am Mikroreaktor, b) Spektrum einer kleinen Menge von Nicotinamid in Methanol. Das vergrößerte dargestellte Signal von Nicotinamid ist nur bei Hyperpolarisationsverstärkung sichtbar.

külen und der Kinetik ihrer chemischen Umwandlung genutzt. Hierzu dienen überwiegend teure Großgeräte mit supraleitenden Magneten in Speziallabors. An der RWTH wurden jedoch die Grundlagen für die modernen Tisch-NMR-Geräte mit Permanentmagneten gelegt, mit denen sich viele dieser Untersuchungen heute auf der Laborbank und unter dem Abzug durchführen lassen. Eine der großen Herausforderungen der NMR ist es, die Empfindlichkeit zu steigern und die Messzeit zu reduzieren. Dies erreicht man durch kostenintensive Erhöhung der Magnetfeldstärke und durch „clevere“ Chemie, die das messbare magnetische Moment der Atomkerne vergrößert. Im letzteren Fall spricht man von Hyperpolarisation<sup>3</sup>. In einer Zusammenarbeit von Chemikern am ITMC und Ingenieuren der Aachener Verfahrenstechnik, kurz AVT, wird an der effizienten Übertragung der anti-magnetischen Ordnung von Wasserstoffmolekülen im para-Zustand<sup>4</sup> auf Zielmoleküle geforscht, für welche geeignete Katalysatormoleküle als Komplexbildner synthetisiert werden. Die technische Umsetzung wird mit Mikroreaktoren auf Effizienz und Zuverlässigkeit optimiert. So zeigt das mit der Hyperpolarisationstechnik erzeugte NMR-Spektrum von Nicotinamid eine deutliche Steigerung des Signals, siehe Bild 1. Die Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler von AVT und ITMC wollen die Empfindlichkeit dieser Technik soweit erhöhen, dass damit Spurenanalytik ermöglicht wird. Hyperpolarisierte Tracermoleküle<sup>5</sup> werden aber auch für die molekulare Bildgebung in der medizinischen Diagnostik benötigt.

Im Gegensatz zu Flüssigkeiten ist die NMR-Spektroskopie von Festkörpern aufwendiger. Die sehr viel langsamere Bewegung der Moleküle im Festkörper muss durch schnelle Rotation der Probe während der Messung unterstützt werden. Die Rotationsgeschwindigkeiten können dabei bis 100.000 Umdrehungen pro Sekunde betragen. Dieses als Magic-Angle-Spinning, kurz MAS, bekannte Verfahren ermöglicht die Untersuchung von polymeren Materialien und heterogenen Katalysatoren in Hinsicht auf chemischen Aufbau,

<sup>1</sup>Zufällige Bewegung der Moleküle, auch als Brown'sche Bewegung bekannt.

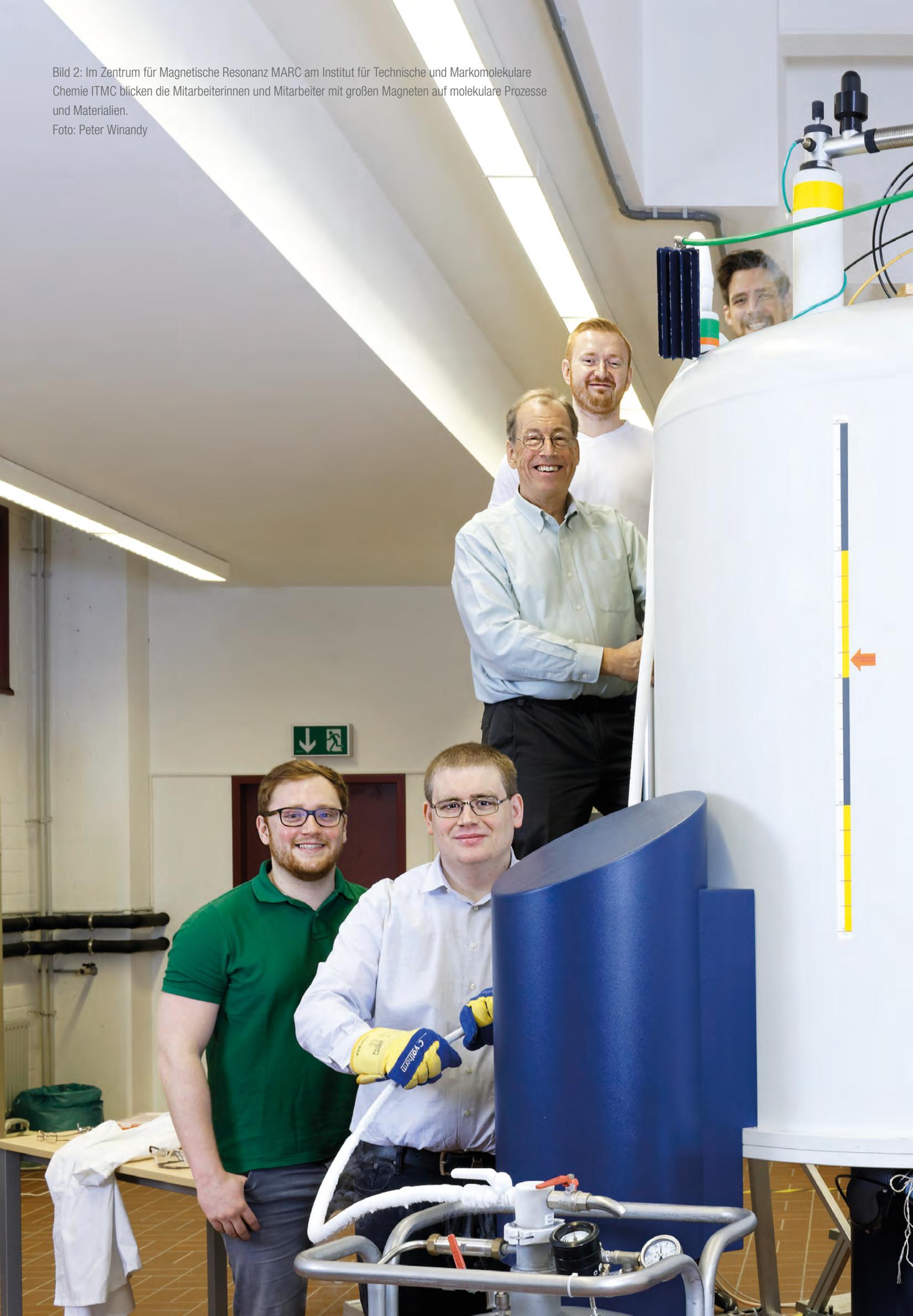
<sup>2</sup>Strömungstransport; Moleküle werden durch eine Strömung (Gas oder Flüssigkeit) mitgeführt.

<sup>3</sup>Über das thermische Gleichgewicht hinaus gesteigerte Polarisation.

<sup>4</sup>Das Wasserstoffmolekül hat zwei Spins. Der para-Zustand ist antisymmetrisch und dient zur Signalverstärkung in der NMR.

<sup>5</sup>Tracer; engl. Marker. In diesem Fall ist das Molekül markiert und lässt sich damit aufspüren beziehungsweise in der Untersuchung verfolgen.

Bild 2: Im Zentrum für Magnetische Resonanz MARC am Institut für Technische und Markomolekulare Chemie ITMC blicken die Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter mit großen Magneten auf molekulare Prozesse und Materialien.  
Foto: Peter Winandy





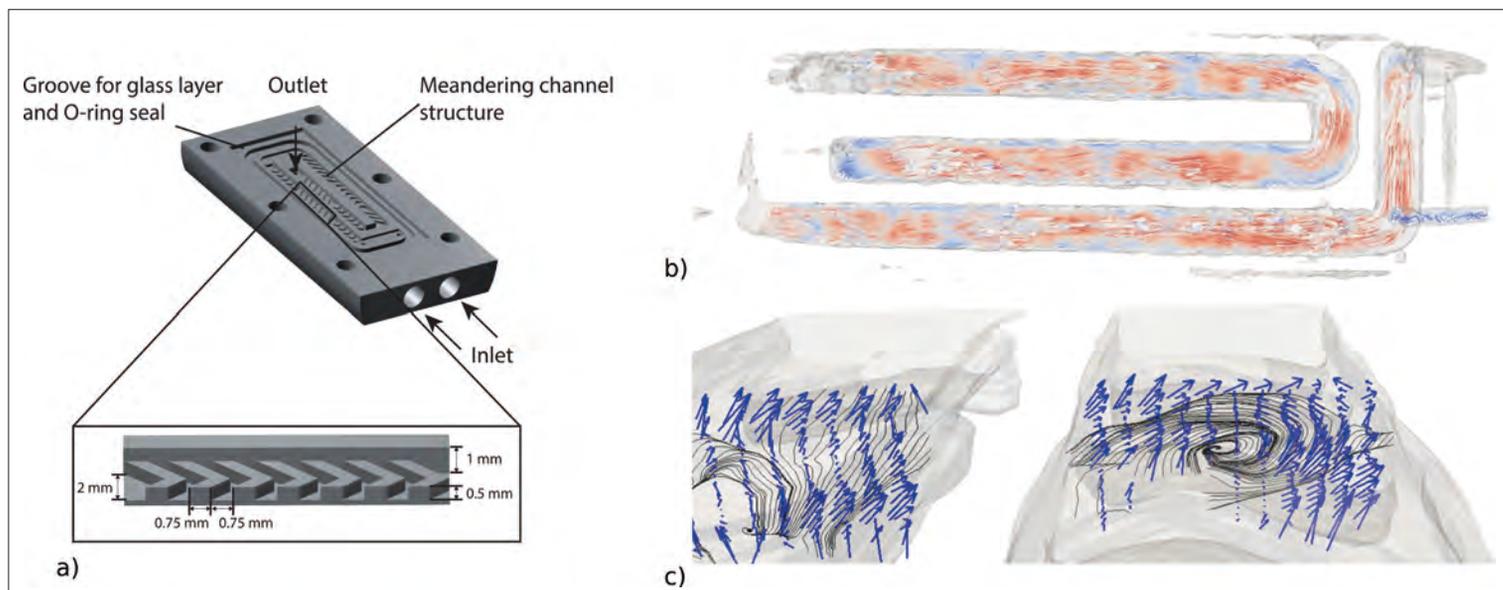


Bild 3: Fluss-MRT eines Mikroreaktors mit eingebetteter Struktur: a) Auslegung, b) gemessene Stromlinien von Wasser, das durch den Reaktor fließt, c) die Fließvektoren über dem Querschnitt zeigen die Bildung von Wirbeln an.

Funktion und Selbstorganisation zu Überstrukturen. Eine besondere Stoffklasse bilden dabei nano- und mikroporöse Materialien. Hierzu gehören Heterogenkatalysatoren und metallorganische Gerüstverbindungen, englisch metal-organic frameworks, kurz MOF. MOF dienen als Filter und Speicher für kleine Moleküle wie  $\text{CO}_2$  und kurzkettige petrochemische Fraktionen<sup>6</sup>. Sie werden in Kooperation mit amerikanischen Partnern im thematischen „Aachen California Exchange Network ACalNet“ untersucht, welches den Austausch von Studierenden sowie Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftlern der RWTH und Partneruniversitäten in Berkeley, Santa Barbara sowie Los Angeles fördert.

### Bildgebung

Oft ist nicht nur die unmittelbare Umgebung der Atome interessant, sondern auch die Verteilung von Molekülen in der gesamten Probe. Örtliche Auflösung wird in der NMR mit der Magnetresonanztomografie, kurz MRT, erreicht. Deren häufigste Anwendung ist in der Medizin, jedoch finden sich auch zahlreiche Anwendungen in der Verfahrenstechnik und der Materialwissenschaft, die im Fokus des MARC stehen. Neben den Eigenschaften wie Kristallinität und Vernetzung von polymeren Werkstoffen, die vom Verarbeitungsprozess abhängen und sich durch mechanische

Belastung und chemische Alterung ändern, können auch funktionelle Abläufe visualisiert werden. In Kooperation mit dem Institut für Anorganische Chemie ist es beispielsweise erstmals gelungen, den reaktiven Schweiß hinter einer Sauerstoffblase, die in einer Lösung aufsteigt, abzubilden. Ein anderes Beispiel betrifft die Optimierung von Mikroreaktoren und deren Komponenten in Kooperation mit der AVT. Nach wie vor ist es eine Herausforderung, zwei Stoffe in einem Mikroreaktor effizient zu vermischen. Hierzu muss der Materiestrom aufwendig strukturiert werden, siehe Bild 3a. Dies erfolgt durch geeignete Auslegung der Fließkanäle nach Maßgabe numerischer Simulationen und anschließender Produktion des Reaktors im 3D-Druckverfahren in der AVT. Die Übereinstimmung von Theorie und Praxis wird mit MRT am Institut für Makromolekulare und Technische Chemie überprüft, siehe Bild 3b. Hiermit kann nicht nur die komplexe Geometrie der Kanäle abgebildet werden, sondern auch der resultierende Materiestrom. Die Fluss-MRT verzichtet dabei auf störende Tracerpartikel, und funktionale Bilder werden als 2D-Projektionen, 2D-Schnittbilder und sogar in drei Dimensionen erzeugt. Mit der Methodik kann die Funktion von Stents für die Behandlung von Aneurysmen überprüft werden, bevor sie in den Patienten eingesetzt

werden. Darüber hinaus ist es möglich, mit MRT in poröse Medien hineinzuschauen und die darin enthaltenen Flüssigkeiten zu messen.

### Relaxometrie

Mit der NMR-Relaxometrie werden die Anzahl von Atomkernen einer Sorte pro Volumeneinheit, die sogenannte Spindichte<sup>7</sup>, und die Relaxationszeiten<sup>8</sup>  $T_1$  und  $T_2$  bestimmt. Letztere sind Maße für die Elastizität<sup>9</sup> von festen Materialien und die Viskosität<sup>10</sup> von Fluiden. NMR-Relaxometrie stellt keine hohen Anforderungen an die Qualität des magnetischen Messfeldes. Entsprechende Geräte verwenden oft Permanentmagnete und können einfach, robust und klein sein. Ein tragbares und mobiles Relaxometer ist die am ITMC entwickelte NMR-MOUSE, die inzwischen vielerorts für die zerstörungsfreie Prüfung aller möglichen Materialien eingesetzt wird, solange diese Wasserstoffatome enthalten. Dieser Sensor bezieht sein Signal aus einer flachen Schicht oberhalb des Magneten, die sich wenige Millimeter in dem zu prüfenden Objekt befindet. Mit der Position des Sensors lässt sich dieser Bereich im Objekt verschieben. Dies ermöglicht die Messung von Tiefenprofilen bis hin zu 25 mm Reichweite mit einer Auflösung von besser als 0,1 mm. Ursprünglich wurden solche Sensoren von

<sup>6</sup>Leichter Bestandteil der Aufarbeitung (Cracken) von Rohöl.

<sup>7</sup>Anzahl der Atomkerne einer Sorte mit Eigendrehimpuls (Spin) pro Volumen.

<sup>8</sup>Charakteristische Zeit für die Rückkehr aus einem angeregten Zustand in einen Gleichgewichtszustand.

<sup>9</sup>Die Eigenschaft eines Körpers, nach Krafteinwirkung in seinen ursprünglichen Zustand zurückzukehren.

<sup>10</sup>Die Fließfähigkeit eines Gases oder einer Flüssigkeit. Je höher die Viskosität, desto zäher die Substanz. Honig ist beispielsweise hoch viskos.

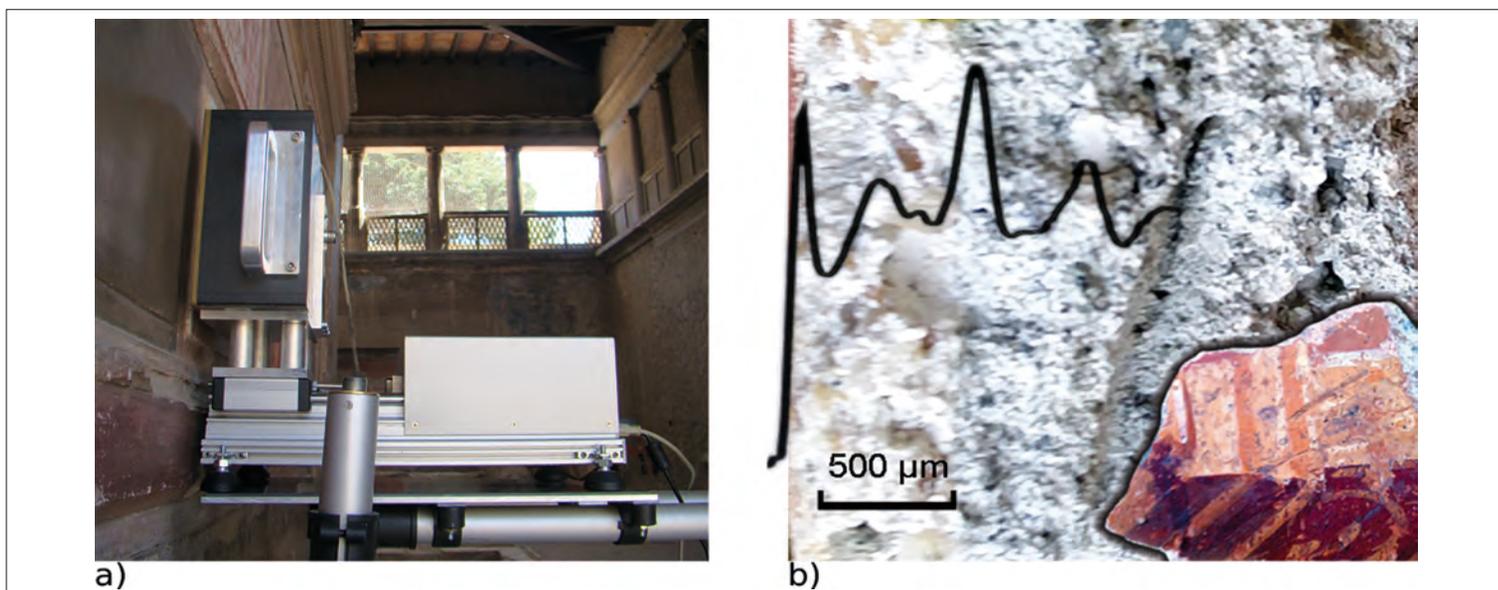


Bild 4: NMR-Relaxometrie an Objekten des kulturellen Erbes: a) Untersuchung eines Freskos in Herculaneum mit der NMR-MOUSE, b) Tiefenprofil durch ein antikes Freskenfragment.

der Erdölindustrie für die Charakterisierung der Porenstruktur und von Fluiden in der Wand von Bohrlöchern in Erdölfeldern entwickelt. Mit der kleineren NMR-MOUSE wird dagegen zum Beispiel die Qualität von Reifen während der Produktion überwacht. Es können aber auch Alterungsprozesse in Kunststoffprodukten verfolgt und die Veränderungen in den unterschiedlichen Schichten der menschlichen Haut durch Kosmetika sowie während der Dialyse abgebildet werden. Diese Information kann dann bei der Produkt- und Prozessoptimierung helfen. Besonders spannende Anwendungen gibt es bei der Untersuchung von kulturellem Erbe. Konservierungsmaßnahmen werden erst in letzter Zeit gut dokumentiert. So wurde mit der NMR-MOUSE festgestellt, dass das Schienbein von Karl dem Großen in der Aachener Domschatzkammer mit einem organischen Konservierungsmittel behandelt worden ist. Andererseits verraten Tiefenprofile durch Fresken und bemalte Wände die Struktur des Putzaufbaus, der schon in der Antike von Vitruv beschrieben wurde und in den Wänden der Ruinen von Herculaneum sowie Pompei, aber auch in den Freskenfragmenten der Museen erhalten ist, siehe Bild 4. Ein Vergleich derartiger Tiefenprofile enthüllt neue Einblicke in die handwerklichen Praktiken und sozialen Strukturen vergangener Zeiten. Auch

bei der Restaurierung von Gemälden wird die NMR-MOUSE mehr und mehr gefragt, da beim Abtragen von Lackschichten Lösungsmittel in die Farbschichten eindringt und kleine Moleküle herauslöst, die die mechanischen Eigenschaften verändern. Dieser Effekt ist vergleichbar mit einem Weichmacherverlust bei einem Kunststoff. Mit der NMR-MOUSE können diese Prozesse verfolgt und durch die gewonnenen Erkenntnisse optimiert werden.

Die Vielseitigkeit des Zentrums für Magnetische Resonanz MARC lässt Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler Einsichten in chemische und physikalische Eigenschaften von Substanzen, Materialien und Prozessen gewinnen. So wird beispielsweise die Analyse von Spuren in Flüssigkeitsgemischen mit hoch auflösender NMR-Spektroskopie durch Signalverstärkung mit Hyperpolarisation ermöglicht. Die Erzeugung von Bildern durch Magnetresonanztomografie wird dazu eingesetzt, Prozesse in chemischen Apparaturen und medizinischen Geräten sowie die Funktion poröser Materialien besser zu verstehen. Die Niederfeld-Relaxometrie mit mobilen Sensoren ist in der Lage, Objekte, die nicht in klassische Magnetresonanzgeräte passen, zerstörungsfrei zu untersuchen. Sie wird für die Analyse von Kunststoffprodukten, Baumaterialien und Kulturerbe angewandt.

---

## Autoren

Dr. rer. nat. Stefan Benders ist Postdoktorand an der New York University NYU,

Dr. rer. nat. Markus Küppers ist wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Makromolekulare Chemie.

Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Jürgen Klankermeyer betreut das Lehr- und Forschungsgebiet für Translationale molekulare Katalyse.

Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Bernhard Blümich ist Inhaber des Lehrstuhls für Makromolekulare Chemie.

---

# Metall-3D-Druck

## Möglichkeiten und Herausforderungen

Additive manufacturing (AM) methods, often referred to as 3D printing, offer numerous technological and economic advantages, as compared to forming and subtractive processes. The terms “disruptive technology”, “a new industrial revolution” and “almost infinite fields of application” are frequently used in connection with AM. However, the expectations are often inflated and a new industrial revolution of production engineering appears unrealistic. Nevertheless, further increase in the level of maturity will certainly contribute to the wide-spread integration of AM in future production chains. Especially in the field of metal AM, industrial application and academic research activities have gained strong attention. In addition to new possibilities, researchers also encounter new challenges due to the complexity of the comparatively young AM technologies. In the future, scientists of RWTH Aachen University will address these issues collectively in the new research Center for Digital Photonic Production (CDPP).

Die Technologien der additiven Fertigung, englisch Additive Manufacturing oder kurz AM, die umgangssprachlich auch als 3D-Druck-Verfahren bezeichnet werden, weisen zahlreiche technologische und ökologische Vorteile gegenüber umformenden und subtraktiven Methoden auf. Diese Vorteile sind so gravierend, dass im Zusammenhang mit AM oftmals von einer „disruptiven Technologie“, einer „neuen industriellen Revolution“ und „scheinbar unendlichen Einsatzmöglichkeiten“ gesprochen wird. Dabei sind die Erwartungen oftmals überzogen und eine Revolution der Produktionstechnik erscheint unrealistisch. Allerdings deutet sich an, dass AM bei weiterer Steigerung des Reifegrades einen wesentlichen Bestandteil in den Prozessketten der Zukunft einnehmen wird. Insbesondere im Bereich der Verarbeitung metallischer Werkstoffe haben sowohl industrielle Anwendungen als auch Forschungsaktivitäten einen starken Zuwachs erfahren. Neben neuen Möglichkeiten werden Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler durch diese noch jungen und komplexen Technologien gleichzeitig vor neue Herausforderungen

gestellt. An der RWTH Aachen stellen sie sich diesen Aufgaben künftig gemeinsam im neu errichteten Forschungszentrum Center for Digital Photonic Production, kurz CDPP.

### Additive Fertigung metallischer Bauteile

AM bezeichnet die Herstellung dreidimensionaler Objekte aus digitalen 3D-Modellen über einen mehrfachen schichtweisen Materialauftrag aus formlosem Rohstoff, weshalb häufig der Begriff „drucken“ verwendet wird. Somit unterscheiden sich die Verfahren der additiven Fertigung grundlegend von subtraktiven Verfahren wie Drehen, Fräsen und Bohren. Obwohl zahlreiche unterschiedliche AM-Verfahren existieren, beruhen diese im Wesentlichen auf einem einheitlichen Prinzip. Zunächst wird die Geometrie des herzustellenden Bauteils in einem CAD-Programm definiert und entsprechend der im Prozess auftragbaren Schichtdicke in zweidimensionale Schnitte zerlegt. Auf Basis dieser Daten erfolgt der schichtweise Aufbau durch lokales Aufschmelzen des Einsatzmaterials, üblicherweise Metallpulver oder -draht, unter Zuhilfenahme einer Wärmequelle mit hoher Energie.

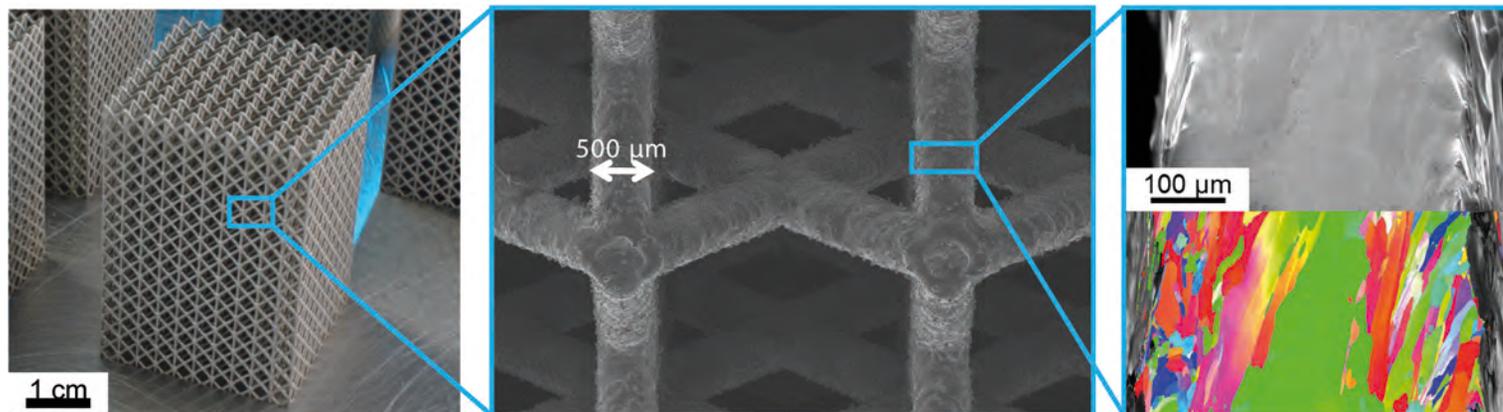


Bild 1: Mittels selektivem Laserstrahlschmelzen werden Probekörper hergestellt, welche durch die komplexe Geometrie sowohl lastoptimiertes Verformungsverhalten als auch stark reduzierte Bauteildichte verbinden. Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigen die filigranen Streben der Probe (Mitte) und die darin entstandene Mikrostruktur (rechts).

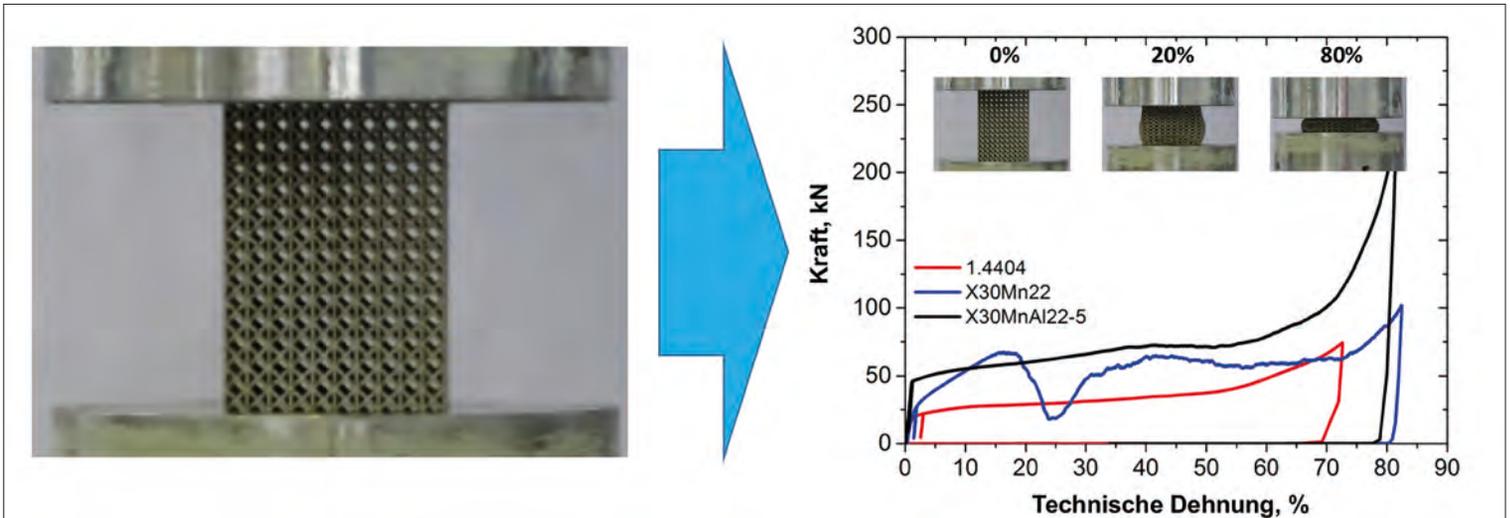


Bild 2: Probekörper aus Bild 1 im Druckversuch (links) und die daraus resultierenden Kraft-Dehnungskurven für unterschiedliche Stähle (rechts). Die Verwendung neuartiger Fe-Mn-Al-C-Stähle (X30Mn22 und X30MnAl22-5) ermöglicht eine deutlich gesteigerte Energieabsorption im Vergleich zu Proben aus 1.4404/X2CrNiMo17-12-2.

Neben Laserstrahlquellen sind Elektronenstrahlen und Lichtbögen Wärmequellen. Da nicht nur das aufzutragende Material, sondern auch die darunterliegende Schicht partiell erneut erschmolzen wird, erfolgt eine Anbindung durch das Verschweißen benachbarter Schichten.

### Neue Möglichkeiten durch Metall-3D-Druck

Sowohl die Anlagentechnik als auch die Prozessführung bei der additiven Fertigung erlauben es, neue Freiheitsgrade auszunutzen, welche bei der Erzeugung und Bearbeitung metallischer Bauteile erhebliche Vorteile mit sich bringen. Nachfolgend sind einige Vorteile gegenüber konventionellen Fertigungsverfahren aufgelistet:

- Geometrische Freiheit/Fertigung geometrisch komplexer Strukturen
- Gestaltungsfreiheit/Individualisierung/schnelle Anpassung des Produktdesigns
- Funktionsintegration
- Verarbeitbarkeit zusätzlicher/neuer Werkstoffe
- Verkürzte Dauer von Produktentwicklung und Markteinführung (time-to-market)
- Verkürzung der physikalischen Prozesskette
- (Fast) werkzeugfrei
- Dezentrale, flexible Produktion/neue Lieferketten/reduzierte Lagerhaltung
- Hoher Automatisierungsgrad möglich

Für Anwendungsbereiche wie den metallischen Leichtbau ist die geometrische Freiheit beim Bauteildesign von großem Vorteil. So können durch die Fertigung von geometrisch komplexen Strukturen die Bauteildichte und der Montageaufwand drastisch reduziert werden. Dies wird beispielhaft in Bild 1 verdeutlicht. Die lastoptimierte Auslegung durch Realisierung filigraner, 500 µm dünner Streben ermöglicht eine Reduzierung der Bauteildichte auf 13 Prozent im Vergleich zum Vollmaterial. Darüber hinaus erlaubt die geometrische Designfreiheit die direkte Herstellung von Bauteilen, die konventionell aus Bauteilgruppen zusammengefügt werden müssen. Neben der lastgerechten Auslegung durch Designoptimierung lässt sich das lokale Bauteilverhalten ebenfalls durch Gradierung der Mikrostruktur und/oder der chemischen Zusammensetzung anpassen. Die Kornstruktur, Seigerungsstruktur<sup>1</sup>, Textur<sup>2</sup> und Eigenspannungen können durch Variation der Prozessparameter, zum Beispiel Leistung der gewählten Strahlung, Scangeschwindigkeit und Belichtungsstrategie, in großen Bereichen modifiziert werden. Außerdem erlauben es Verfahren wie das Laserauftragschweißen, unterschiedliche Pulver- oder Drahtwerkstoffe in das erzeugte Schmelzbad einzubringen. Durch Variation der jeweiligen Drahtzufuhr-/Pulverförderraten werden extreme chemische Gradienten erzeugt, was die gezielte Beeinflussung der lokalen Phasenzusammensetzung und somit der Eigenschaften erlaubt.

### Neue Herausforderungen

Durch die AM-Prozessführung ergeben sich zahlreiche wissenschaftliche und technologische Herausforderungen. Sowohl für das grundlegende Verständnis als auch für die Vorhersagbarkeit der Eigenschaften additiv gefertigter Metalle ist die Mikrostrukturentwicklung von großer Bedeutung. Die Ausbildung der Mikrostruktur ist jedoch von zahlreichen Effekten wie der Laserstrahl-Materie-Wechselwirkung, Belichtungsstrategie, lokalen Abkühlbedingungen und Dynamik der Schmelze abhängig. Hinzu kommt, dass das bereits erstarrte Material während des Auftrags weiterer Schichten mehrere unterschiedliche und schwer zu steuernde Wärmebehandlungszyklen durchläuft. Aufgrund der Komplexität dieser Effekte wird der computergestützten Abbildung der additiven Fertigungsprozesse auf unterschiedlichen Längen- und Zeitskalen zukünftig eine tragende Rolle bei der Produktentwicklung zukommen. Für den erfolgreichen und flächendeckenden Einsatz additiv gefertigter metallischer Bauteile sind aus werkstofftechnischer und materialwissenschaftlicher Sicht weitere AM-spezifische Aspekte von hoher Relevanz. Hierzu zählen unter anderem die geringe Oberflächenqualität, Materialdefekte wie Poren, Anbindefehler, Eigenspannungen und angepasste Nachbehandlungsstrategien.

<sup>1</sup>Seigerung ist eine veraltete Bezeichnung für die Entmischungen einer Schmelze bei der Metallherstellung.

<sup>2</sup>Die kristallografische Textur beschreibt die Gesamtheit der Orientierungen der einzelnen Körner.

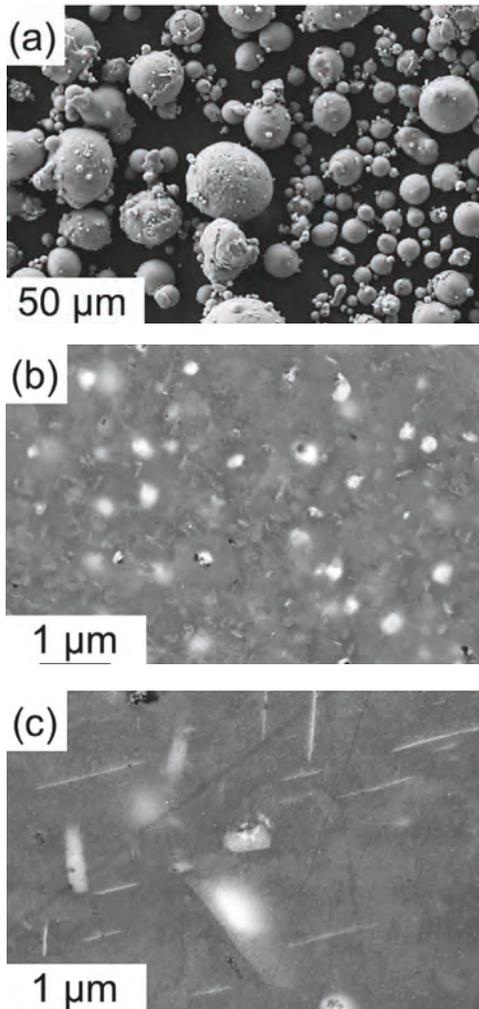


Bild 3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der neuen Aluminiumlegierung: a) Pulverpartikel, b) unerwünschte und c) erwünschte Ausscheidungen.

### Werkstoffe als Schlüssel

Im Bereich der Anlagentechnik und des geometrischen Designs additiv gefertigter Bauteile wurden in den vergangenen Jahren große Fortschritte erzielt. Um jedoch das volle Potenzial ausnutzen zu können, bedarf es der Entwicklung AM-gerechter Werkstoffe. Bisher werden im Wesentlichen Werkstoffe verwendet, die bereits für die jeweilige Anwendung etabliert sind und für andere Produktionsprozesse optimiert wurden. Im Gegensatz dazu sollten neue Werkstoffe für AM ihre Eigenschaften durch die spezifische Mikrostruktur entwickeln, welche wiederum von den oben genannten Prozessbedingungen abhängt. Beispiele hierfür sind Legierungen, die nur unter den Bedingungen der Rascherstarrung gefertigt werden können oder die die optimale Phasenzusammensetzung durch die zyklische Wärmebehandlung während des Prozesses ausbilden.

RWTH-Wissenschaftlerinnen und -Wissenschaftler arbeiten bereits an der Entwicklung



innovativer AM-gerechter Werkstoffe für die Anwendungen der Zukunft. So ist es den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Instituts für Eisenhüttenkunde sowie des Lehrstuhls für Digitale Additive Produktion gelungen, neuartige Stähle für energieabsorbierende Strukturen zu entwerfen. Bild 2 verdeutlicht dies: Im Vergleich zu Proben aus einem etablierten austenitischen<sup>3</sup> Stahl (1.4404/X2CrNiMo17-12-2, rote Kurve) weisen die Strukturen aus neuen Fe-Mn-Al-C-Legierungen (X30Mn22, blaue Kurve und X30MnAl22-5,

schwarze Kurve) eine deutlich gesteigerte Energieabsorption im Druckversuch auf und sind somit ideal für crash-relevante Bauteile geeignet. Die Fe-Mn-Al-C-Stähle erhalten ihre Vorteile durch die Bedingungen während des AM-Prozesses. Hierbei werden einerseits makroskopische Seigerungen vermieden und andererseits direkt mehrere gewünschte Phasen ausgebildet, was die verbesserten mechanischen Eigenschaften begünstigt. Ein weiteres Beispiel stellen innovative Aluminiumlegierungen dar. Das Gießerei-Institut

<sup>3</sup>Austenit ist eine spezielle Eisenmodifikation und wird oftmals für rostfreien Stahl verwendet.



Bild 4: Analyse additiv gefertigter Probekörper nach der mechanischen Prüfung.

Foto: Peter Winandy

### **Hervorragende Forschungsumgebung**

Um AM als eine Schlüsseltechnologie der Produktion der Zukunft weiterzuentwickeln und die oben angesprochenen Herausforderungen zu adressieren, stehen an der RWTH bereits hervorragende Möglichkeiten zur Verfügung. Diese werden 2019 durch die Eröffnung eines neuen Forschungszentrums für digitale photonische Produktion, Center for Digital Photonic Production (CDPP), erweitert. Mit dem rund 60 Millionen Euro teuren CDPP entstehen auf einer Fläche von rund 6.400 Quadratmetern moderne Forschungslabore. Der Forschungsbau wird im Cluster Photonik angesiedelt und dient der interdisziplinären und ganzheitlichen Erforschung von digitalen photonischen Fertigungsketten. Hier wird es möglich sein, die gesamte Prozesskette der additiven Fertigung vom Rohstoff über die Pulverproduktion mit eigener Pulver-Verdüngungsanlage bis hin zum Endbauteil abzubilden. Das übergeordnete Ziel der Forschung ist die Nutzbarmachung der einzigartigen physikalischen Eigenschaften des Photons für die Produktion der Zukunft. Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler aus den Disziplinen Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, Physik, Medizin, Elektrotechnik, Maschinenbau und Wirtschaftswissenschaften werden daran forschen, Licht als Werkzeug zu nutzen, auch für den Metall-3D-Druck.

entwickelt Aluminiumwerkstoffe für AM, deren Herstellung gießtechnisch kaum möglich und auf anderen Prozessrouten zeitaufwendig ist. Die Werkstoffeigenschaften dieser Legierungen zeichnen sich durch hohe Festigkeit in Kombination mit guter Verformbarkeit, geringer Dichte und guter Alterungsbeständigkeit aus. Diese hochfesten Aluminium-Knetlegierungen eignen sich besonders für Leichtbauanwendungen. Das Ausscheidungsverhalten der neuen Legierungen ist zwar komplex, allerdings erlauben die AM-Technologien durch Wahl geeigneter Prozessparameter, vielfältige, unter Umständen sogar neuartige,

Eigenschaftsprofile einzustellen. Nach Herstellung eines gezielt legierten Pulverwerkstoffs konnte zusammen mit dem Lehrstuhl für Digitale Additive Produktion eine einfache Art der Fertigung erarbeitet werden, die diese Legierung hinsichtlich ihrer Mikrostruktur verbesserte. Mithilfe einer beheizbaren Bauplatte konnte die Abkühlgeschwindigkeit dahingehend optimiert werden, dass unerwünschte Ausscheidungen weitestgehend unterdrückt und die gewünschten festigkeitssteigernden Ausscheidungen vermehrt wurden, was gleichzeitig einen Anstieg der Härte bewirkte, siehe Bild 3.

---

### **Autoren**

Dr.-Ing. Christian Haase ist Leiter der Forschungsgruppe „Integrative Werkstoffsimulation“ am Institut für Eisenhüttenkunde.  
Dr.-Ing. Iris Raffeis ist Leiterin der Gruppe „Pulverwerkstoffe für die additive Fertigung“ am Gießerei-Institut.

---

# Umformtechnik für die Elektromobilität

## Effiziente Motoren brauchen effiziente Bleche und Spulen

Electric vehicles have an increasing impact on the development of future mobility. One key element for the success of future electric vehicles is highly efficient electric drives, which reduce losses when converting electric to mechanical energy and which allow more efficient car design. Conversion losses are, on the one hand, determined by the magnetic and mechanical properties of electrical sheets. These can be improved by optimized chemical composition combined with tailored rolling and heat treatment sequences, resulting in lower iron losses and higher strength to better carry the mechanical loads in the fast-rotating drives. The second component is the copper coils of the electric engine. Using common coils with circular wire cross section, the coil assembly space is not optimally filled with conductive material. Conical shaped coils offer the potential for a better exploitation of the coil assembly space. The result is a higher power density of the electric engine. However, manufacturing the conical shaped coil geometry is complicated and requires new forming methods for efficient mass production.

Die Elektromobilität gewinnt zunehmend an Bedeutung. Daher steht die Hauptkomponente – der Elektromotor – vor neuen Herausforderungen: Lassen sich die Effizienz im Einsatz und die Kosten bei der Herstellung optimieren? Um den Wirkungsgrad und somit die Effizienz zu verbessern, werden verschiedene Teile des Motors analysiert. Dabei sind zwei Komponenten von besonderem Interesse: Der weichmagnetische Kern des Stators<sup>1</sup> und Rotors<sup>2</sup> aus Elektroblech sowie die eingesetzten Kupferspulen. Die paketierte Elektrobleche sind wichtige Bauteile in Elektromotoren, die den magnetischen Fluss mitbestimmen. Für geringe Verluste leistungsstarker Antriebsmotoren sind ausgezeichnete magnetische Eigenschaften, wie eine hohe Permeabilität<sup>3</sup> und niedrige Eisenverluste in den eingesetzten Elektroblechen, erforderlich. Zudem wachsen aufgrund der zunehmenden Drehzahlen, mit denen Antriebsmotoren betrieben werden, auch die Anforderungen an die mechanischen Eigenschaften der Elektrobleche. Neben dem Material spielt auch die Position des Elektromotors im Fahrzeug eine entscheidende Rolle. Der

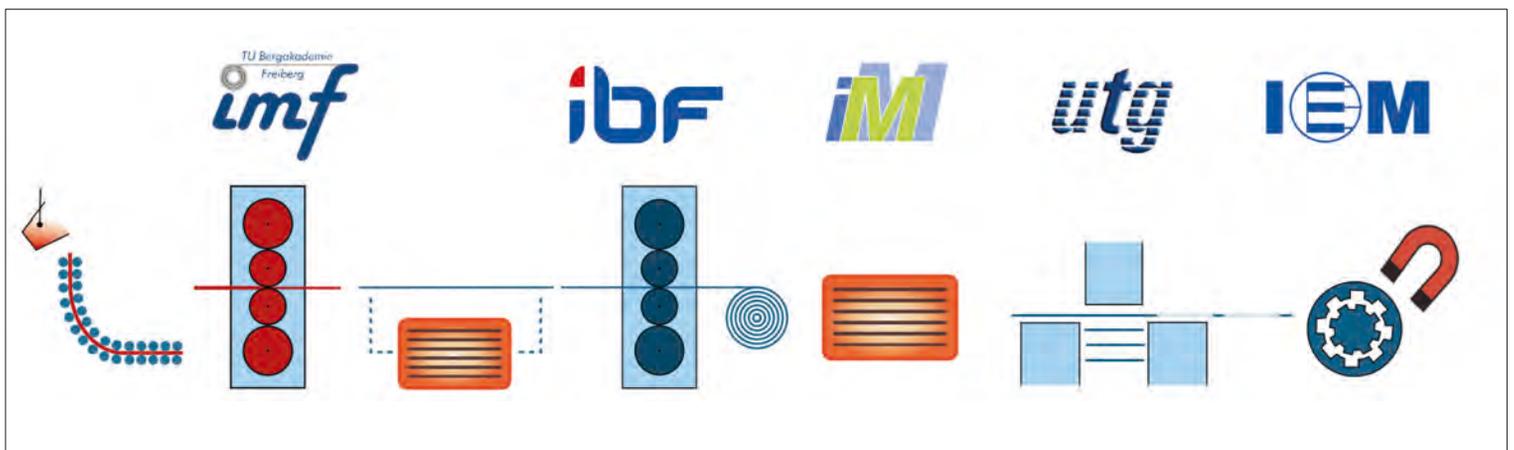


Bild 1: Prozesskette der Elektroblechherstellung in der Forschergruppe „Verlustarme Elektrobleche für energieeffiziente Antriebe“ (FOR1897). Beteiligt sind Arbeitsgruppen des Instituts für Metallformung (IMF) der TU Bergakademie Freiberg, der RWTH-Institute für Bildsamer Formgebung (IBF), Metallkunde und Metallphysik (IMM) und Elektrische Maschinen (IEM) sowie des Lehrstuhls für Umformtechnik und Gießereiwesen (utg) der TU München.

elektrische Radnabenmotor, der direkt in der Felge des Fahrzeugs verbaut wird, ist für die Auslegung zukünftiger Elektrofahrzeuge ein interessantes Antriebskonzept. Allerdings wird das maximal zur Verfügung stehende Drehmoment des Radnabenmotors durch die Felgengröße limitiert. Formspulen mit konischer Kontur haben das Potenzial, den zur Verfügung stehenden Bauraum optimal auszunutzen. Zur Herstellung dieser konisch geformten Spulenkantur müssen neue Fertigungsverfahren für eine effiziente Massenproduktion entwickelt werden.

### Effiziente Elektrobleche durch Kaltwalzen und Wärmebehandlung

Das Elektroblech ist ein weichmagnetisches Material, das üblicherweise in rotierenden Maschinen und Transformatoren verwendet wird, da es einfach magnetisiert und entmagnetisiert werden kann. Das in rotierenden Maschinen verwendete Elektroblech, das

auch als nicht kornorientiertes Elektroblech bezeichnet wird, weist in der Regel einen Siliziumgehalt von 2 bis 3,5 Gew.-% und eine Dicke von etwa 0,5 mm auf. Heute werden für die Bleche höhere Siliziumgehalte und geringere Blechdicken angestrebt.

Die Herstellungsroutine beinhaltet das Warmwalzen, das Kaltwalzen und die Wärmebehandlung, siehe Bild 1. Danach wird das Elektroblech auf eine bestimmte Form geschnitten und pakettiert, um anschließend einen Teil des Stators und des Rotors im Elektromotor zu bilden. Die magnetischen Eigenschaften des Elektroblechs werden stark von der Mikrostruktur des Materials beeinflusst. Um dies zu verstehen, muss der atomare Aufbau von Metallen betrachtet werden: Ein Metall besteht aus einer gewissen Anzahl von Kristallen, die unterschiedlich zueinander orientiert sind. Wenn ein magnetisches Feld durch dieses Metall fließt, werden einige Kristalle leichter und andere aufgrund

ihrer Orientierung schwieriger magnetisiert, siehe Bild 2. Die Verteilung dieser Orientierungen beziehungsweise ihre Textur<sup>4</sup> kann durch die Prozessschritte des Kaltwalzens (Verformung und Rotation von Kristallen) und der Wärmebehandlung (Rekristallisation, Keimbildung und Kristallwachstum) verändert werden. Daher bemüht man sich, die gesamte Prozesskette zu kontrollieren, um die „gute“ Textur des Elektroblechs zu erhalten. Eine von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) geförderte interdisziplinäre Forschergruppe FOR1897 „Verlustarme Elektrobleche für energieeffiziente Antriebe“ konzentriert sich auf die gesamte Prozesskette und betrachtet die Wechselwirkungen zwischen den Schritten. Im Rahmen eines Teilprojektes erhält das Institut für Bildsame Formgebung warmgewalzte Bleche vom Institut für Metallformung in Freiberg und untersucht daraufhin den Einfluss verschiedener Kaltwalzstrategien auf die Textur. Um die industrielle Prozessket-

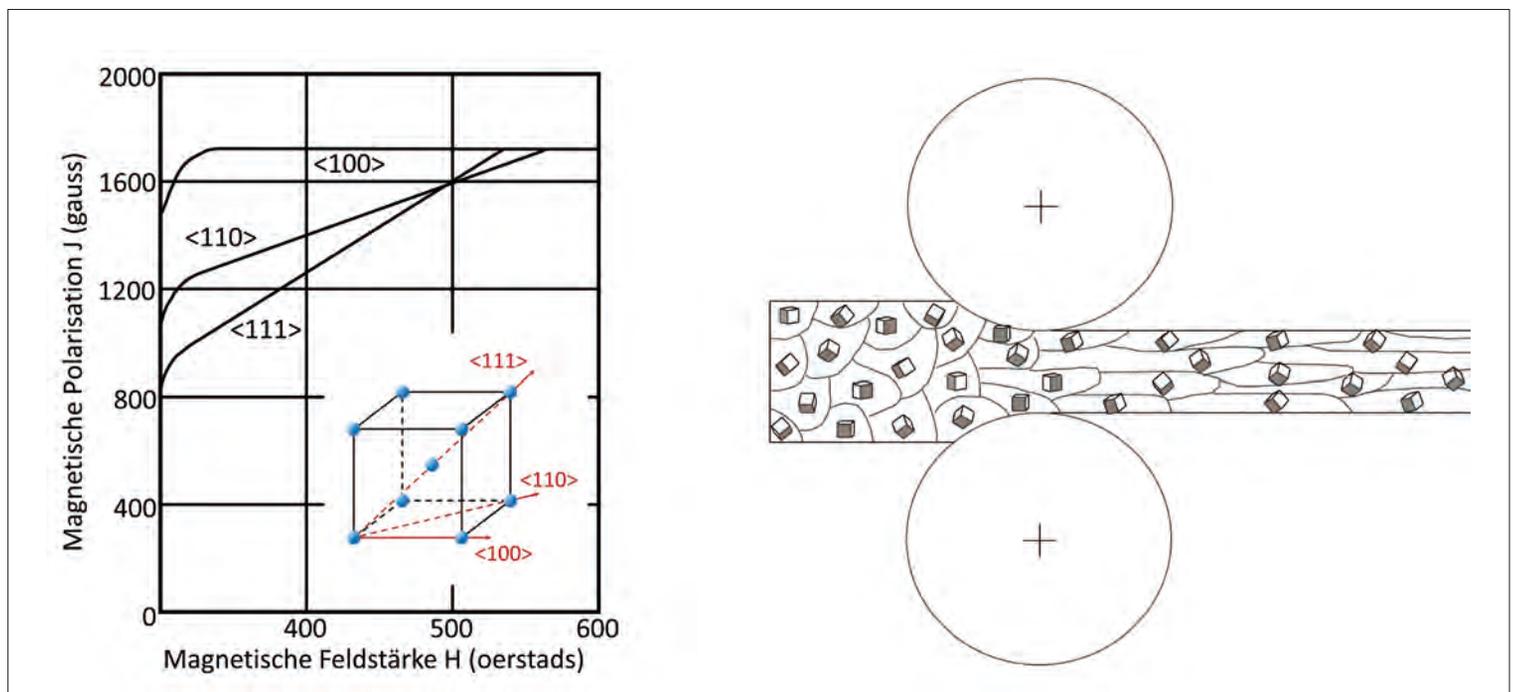


Bild 2: Magnetisierungskurven entlang verschiedener Richtungen eines Alpha-Eisen-Einkristalls (links); schematische Darstellung einer Orientierungsänderung beim Kaltwalzen (rechts).

<sup>1</sup>Ortsfester Teil einer elektrischen Maschine

<sup>2</sup>Beweglicher/rotierender Teil einer elektrischen Maschine

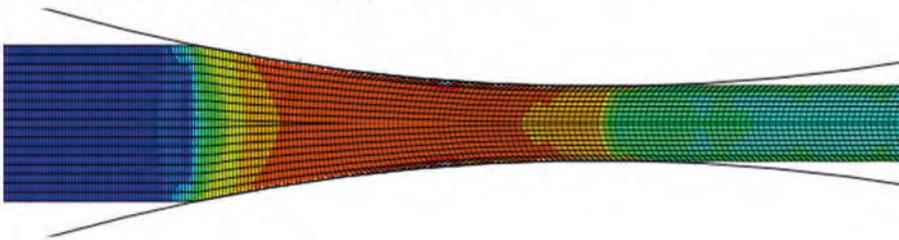
<sup>3</sup>Durchlässigkeit von Materie für magnetische Felder (vom Lateinischen „permeare“)

<sup>4</sup>Die Präsenz und die Gesamtheit der Orientierungen der Kristallite eines vielkristallinen Festkörpers in der Kristallografie

## Kaltwalzprozess



## Simulation des Kaltwalzprozesses



## Simulation der Texturentwicklung

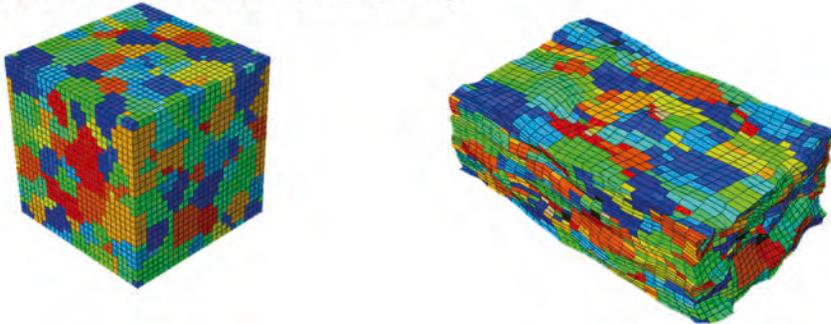


Bild 3: Prozesssimulation des Kaltwalzens und mikroskopische Simulation der Verformungsmikrostruktur in einem „Representative Volume Element“ (RVE).

te vollständig abzubilden, werden die Bleche anschließend in Zusammenarbeit mit dem Institut für Metallkunde und Metallphysik der RWTH wärmebehandelt. Der finale Fertigungsschritt, das Scherschneiden, findet am Lehrstuhl für Umformtechnik und Gießereiwesen (utg) der TU München statt. Um die Eigenschaften des Blechs abschließend zu bewerten, nimmt das RWTH-Institut für Elektrische Maschinen (IEM) eine Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften vor. Bei dem am Institut für Bildsamer Formgebung (IBF) durchgeführten Kaltwalzen hängt die sich einstellende Textur vor allem davon ab, in wie vielen Schritten die Dicke reduziert wird und bei welcher Temperatur das passiert. Normalerweise wird symmetrisch gewalzt, das heißt die obere und untere Walze drehen sich gleich schnell. Untersuchungen haben allerdings gezeigt, dass dies

zu einer ungünstigen Textur führen kann. Deshalb wird am IBF als Lösungsansatz auch das asymmetrische Walzen geprüft, bei dem eine Walze schneller dreht als die andere. Dies führt zu einer sogenannten Scherung im Werkstück, die eine Rotation der Kristalle bewirkt, sodass sich eine andere Textur einstellt. Dabei ist es völlig unmöglich, jeden Kristall im großen Walzblock einzeln zu simulieren. Also verwendet man ein Multiskalenmodell, bestehend aus einer makroskopischen und einer mikroskopischen Betrachtungsweise, siehe Bild 3. Ziel ist, die Texturentwicklung während des Kaltwalzens im Detail zu verstehen und die kaltgewalzte Textur vorherzusagen. Das makroskopische Modell betrachtet den gesamten Walzprozess und dient dazu, die Temperaturverteilung und die Verteilung der Spannungen und Dehnungen aller Materialpunkte unter der Annahme zu ermitteln, dass der Werkstoff völlig homogen ist. Anschließend werden diese Dehnungen extrahiert und ihr zeitlicher Verlauf als Randbedingung auf ein Mikromodell angewendet, welches das Verhalten der einzelnen Kristalle untersucht.

Die aktuellen Simulationsergebnisse zeigen, dass sich die Textur durch asymmetrisches Walzen sehr stark ändert. Asymmetrisches Walzen könnte ermöglichen, eine Textur für positive magnetische Eigenschaften einzustellen. Die experimentellen Walzversuche laufen zurzeit am Institut für Bildsamer Formgebung. Der Einfluss der sich einstellenden Textur auf die magnetischen Eigenschaften wird in zukünftigen Arbeitsschritten geprüft.

## Erhöhung des Nutzfaktors durch Formspulen

Durch die direkte Kopplung des Radnabenmotors mit der Felge des Fahrzeugs und dem damit verbundenen Wegfall des klassischen Antriebstrangs können mechanische Verluste und Gewicht reduziert werden. Darüber hinaus bietet der Radnabenmotor die Vorteile einer unterschiedlichen Drehzahl- und Drehrichtungsregelung der Räder und einer besseren Manövrierbarkeit. Durch den Wegfall des zentralen Motorraums entsteht zudem die Möglichkeit, neue Raumkonzepte der Fahrzeugplattform zu realisieren. Um das maximal zur Verfügung stehende Drehmoment des Radnabenmotors zu erhöhen, können die Felgen vergrößert oder der Anteil des elektrisch leitfähigen Kupfers in den Nuten des Stators erhöht werden. Da eine Vergrößerung der Felgen nur begrenzt möglich ist und die Fahrdynamik



Bild 4: Umformtechnische Herstellung von Formspulen am Institut für Bildsame Formgebung (IBF)  
Foto: Peter Winandy



Prüffeld  
Materialdaten

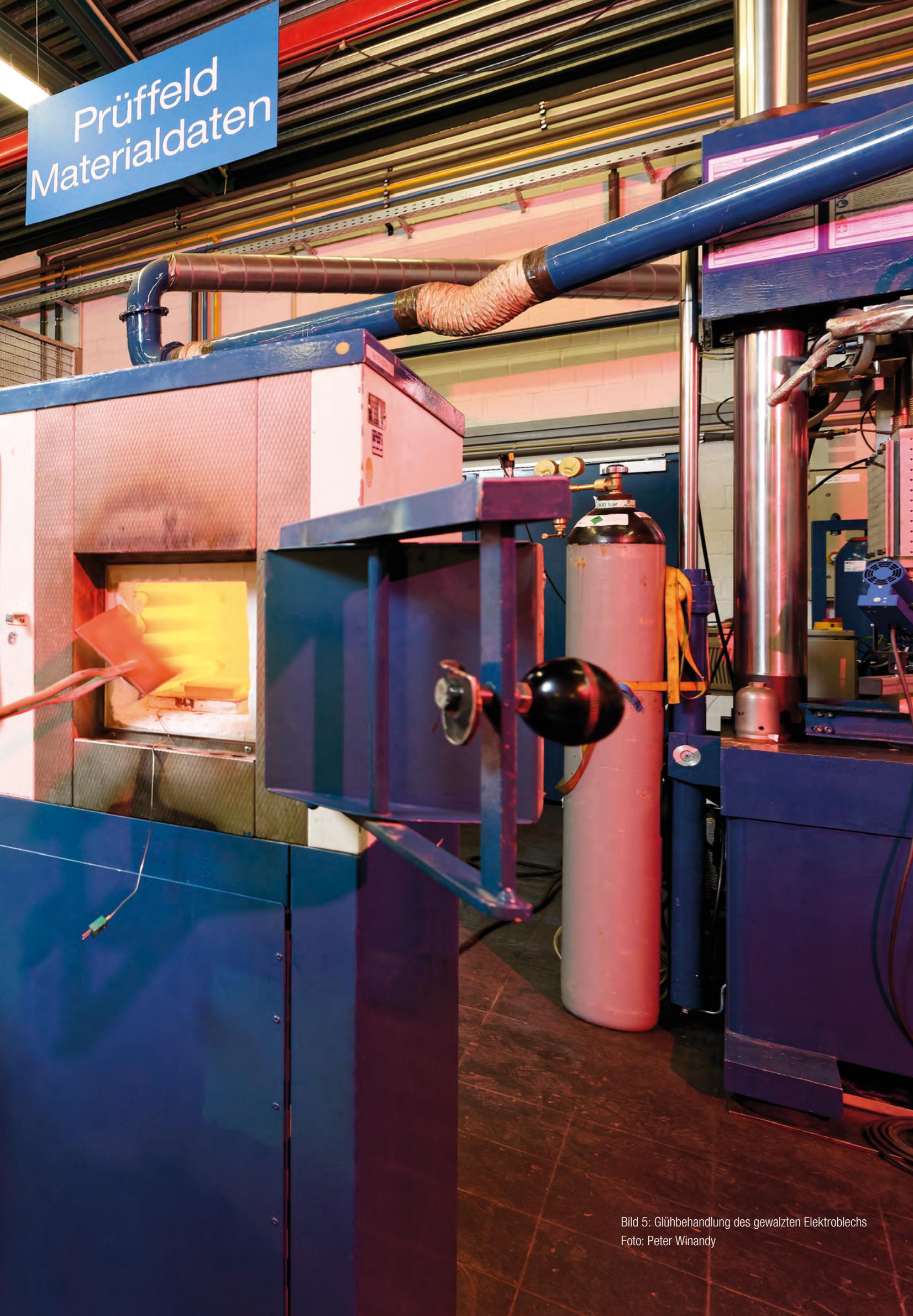


Bild 5: Glühbehandlung des gewalzten Elektroblechs  
Foto: Peter Winandy

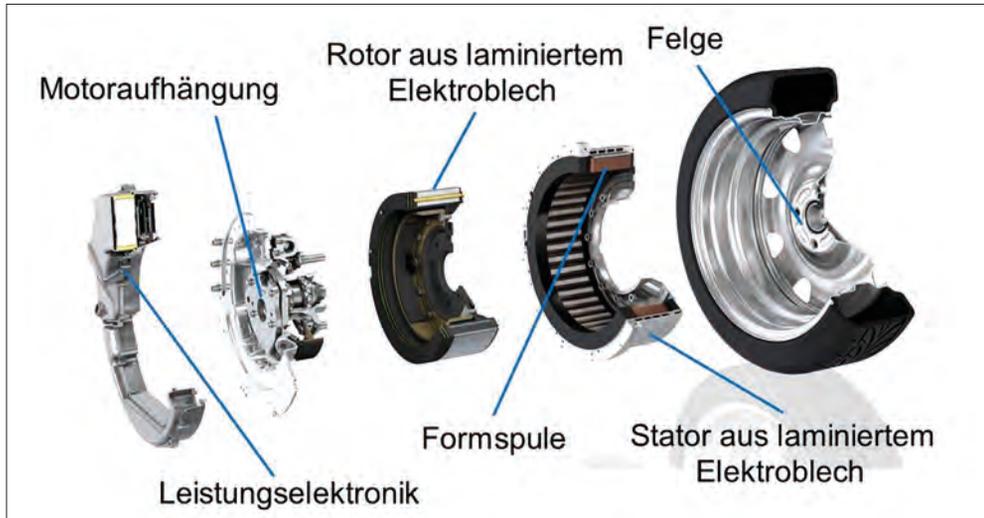


Bild 6: Explosionsdarstellung eines Radnabenmotors der Schaeffler AG

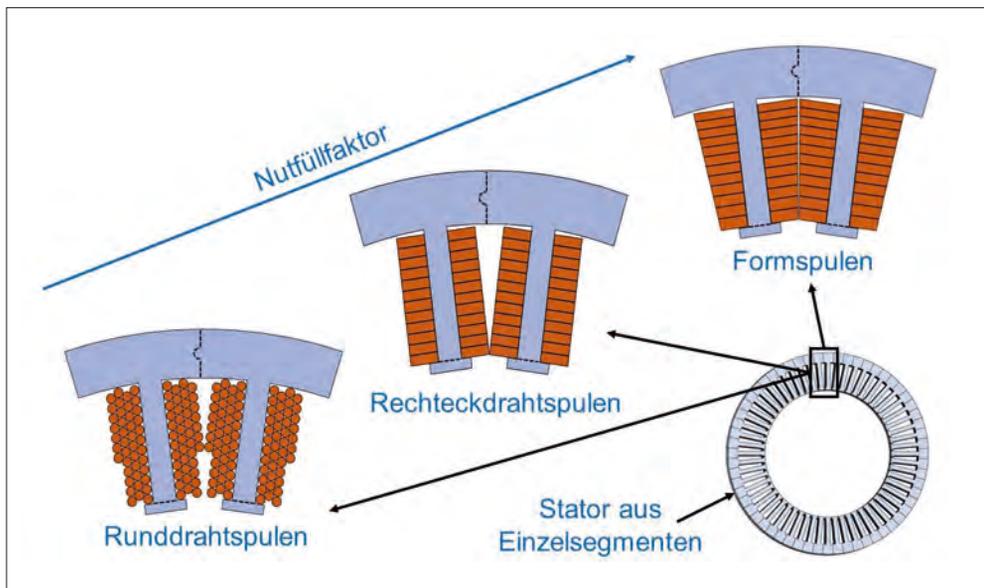


Bild 7: Ausnutzung des Spulenbauraums in den Nuten des Stators durch unterschiedliche Drahtquerschnitte der Spulen.

deutlich beeinflusst, ist eine Maximierung des elektrisch leitfähigen Kupfers in der Statornut<sup>5</sup> wünschenswert. Das Verhältnis der Querschnittsfläche des elektrisch leitfähigen Materials zu der Querschnittsfläche der Statornut wird als Nutfüllfaktor bezeichnet. Bei herkömmlichen Spulen aus Runddraht wird die optimale Ausnutzung des Spulenbauraums durch die dichteste Kreispackung im Raum begrenzt. Auch Spulen mit rechteckigem Drahtquerschnitt und konstantem Breite-zu-Höhe-Verhältnis des Drahtes können wegen des kreisförmigen Umfangs des Stators die Statornut nicht optimal ausfüllen. Dies wäre erst mit neuartigen Formspulen möglich, deren Breite-zu-Höhe-Verhältnis des Drahtes sich aufgrund ihrer konischen Kontur entlang der Spulenhöhe ändern müsste. Die Herausforderung an den Herstellungsprozess solcher Formspulen ist, ein veränderliches Breite-zu-Höhe-Verhältnis des Drahtes bei konstant bleibender Drahtquerschnittsfläche einzustellen. Eine solche Fläche ist notwendig, um einen über die Länge der Spule gleichbleibenden elektrischen Widerstand zu gewährleisten und damit die Gefahr von lokalen Hotspots während des Betriebs zu reduzieren.

In einem vom Bundesministerium für Bildung und Forschung geförderten Projekt, initiiert vom Institut für Elektrische Maschinen, werden in Zusammenarbeit des Instituts für Bildsame Formgebung und der Firma Breuckmann GmbH zwei Konzepte zur umformtechnischen Herstellung von Formspulen entwickelt: Zum einen ein mehrstufiger Gesenkschmiedeprozess<sup>6</sup>, bei dem sich die Form des Gesenks<sup>7</sup> ausgehend von der Geometrie

<sup>5</sup>Zur Verfügung stehender Bauraum zwischen zwei Statoreinzelzahnsegmenten

<sup>6</sup>Fertigungsverfahren: Pressen eines Werkstücks/Bauteils in einem offenen oder geschlossenen Gesenk

<sup>7</sup>Hohlform zum Pressen von Werkstücken

# WE WANT YOU! STARTEN SIE IHRE KARRIERE BEI SAURER.

eines vorgebogenen Spulenrohlings schrittweise an die Endgeometrie der Formspulen anpasst. Zum anderen entsteht ein Schmiedeprozess mit einer 3D-gedruckten Gegenspule aus Maraging-Stahl als zusätzliches Werkzeug. Vor der Umformung wird ein vorgebogener Spulenrohling in die Gegenspule eingedreht, sodass die Windungen des Spulenrohlings während der Umformung durch die Gegenspule voneinander getrennt sind und nicht gegeneinander verrutschen können. Nach der Umformung muss die Formspule durch Herausdrehen aus der Gegenspule entnommen werden. Mit beiden Prozessen entstehen Prototypen von Formspulen, die anschließend in einen Demonstratormotor eingebaut und mit einem Referenzmotor mit Runddrahtspulen und gleichem Magnetkreis verglichen werden.

Zukünftige Elektrofahrzeuge müssen hohen Effizienzansprüchen genügen. Die Umformtechnik ist dabei ein wichtiger Partner für die Elektrotechnik. Durch eine geeignete Auslegung der Prozesskette von Elektroblechen können die magnetischen Eigenschaften verbessert und somit die Eisenverluste verringert werden. Auch die Optimierung der Spulengeometrie spielt für die Effizienzsteigerung eine entscheidende Rolle. Durch die Berücksichtigung beider Motorkomponenten, Elektroblech und Spule, kann je nach Anwendungsfall die Reichweite von Elektrofahrzeugen erhöht oder der benötigte Bauraum der Batterien reduziert werden.



Wir suchen Berufseinsteiger als:

- **Entwicklungsingenieur (m/w)**  
Mechanik/Elektrik/Software
- **Textiltechnologe (m/w)**  
Anwendung/Grundlagen
- **Informatiker (m/w)**

Und für die Bereiche:

- **Product Management**
- **Sales**
- **Einkauf**



saurer.com

## Autoren

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Gerhard Hirt ist Inhaber des Lehrstuhls und Leiter des Instituts für Bildsame Formgebung.

Stephan Hojda, M. Sc., Daniel Petrell, M. Sc., und Xuefei Wei sind wissenschaftliche Mitarbeiter am Institut für Bildsame Formgebung.

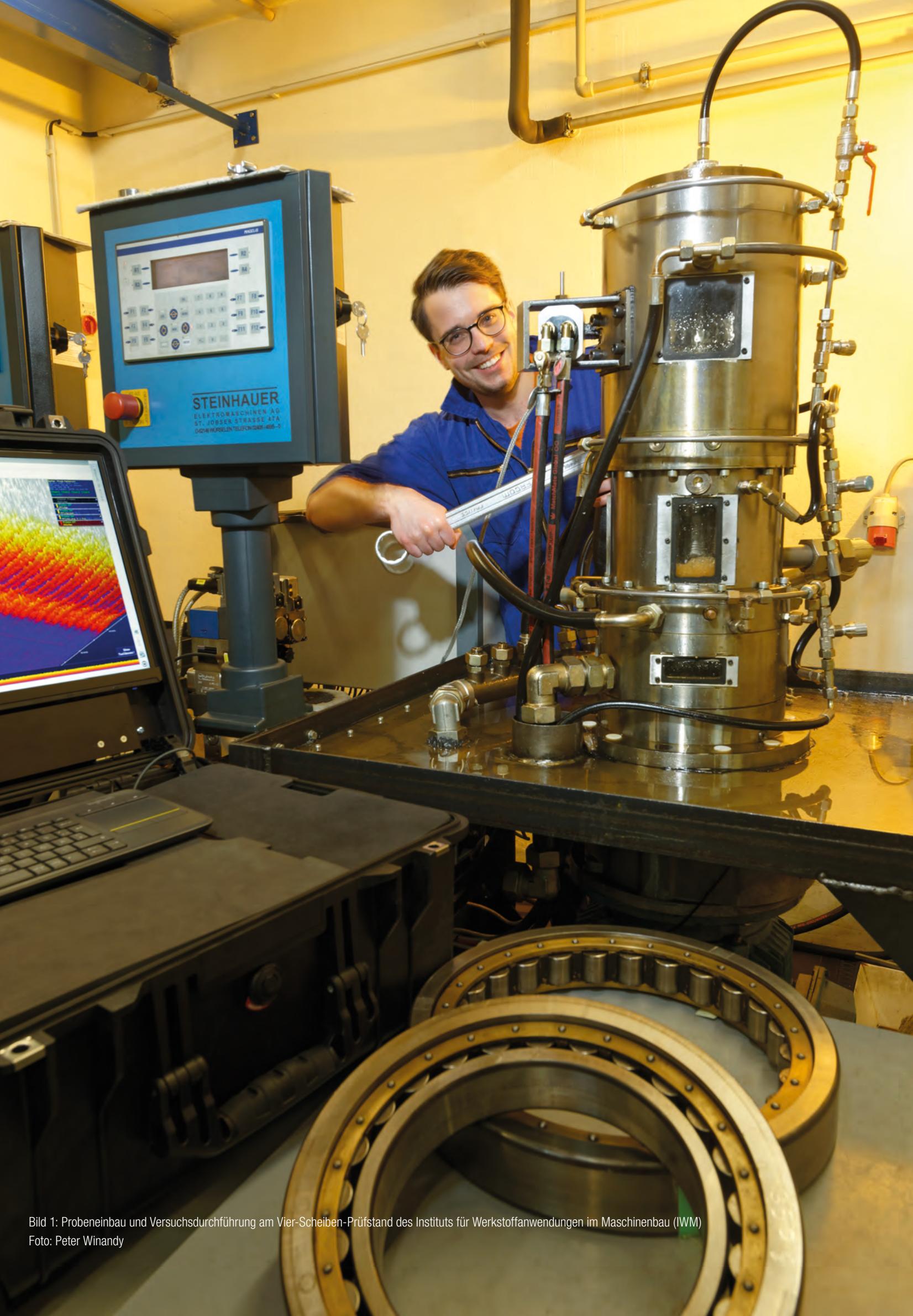


Bild 1: Probeneinbau und Versuchsdurchführung am Vier-Scheiben-Prüfstand des Instituts für Werkstoffanwendungen im Maschinenbau (IWM)  
Foto: Peter Winandy

# Frühhausfälle von Wälzlagern

## Herausforderungen in der Antriebstechnik

Rolling bearings are indispensable machine elements that are mounted in different mechanical devices, machines and systems. In order to hold rotating components such as shafts or axles reliably and to endure mechanical loads simultaneously, bearing components have been widely investigated to ensure maximum performance and durability. Recently, mechanical engineers have developed a growing interest in these machine elements due to premature failure affected or triggered by different influencing factors. Although this damage phenomenon has been observed in different applications, such as in rail systems or automotive devices, and, from an economic point of view, is of particular interest in wind power plants, this failure has gained more attention in the drive-line technology industry.

Wälzlager, ob Kugel- oder Rollenlager, sind aus dem antriebstechnischen Alltag nicht wegzudenken und gehören zu den Maschinenelementen, die stark beansprucht werden. Das Spektrum der Einsatzgebiete reicht von der Automobilindustrie über Haushaltsgeräte bis hin zu Windkraftanlagen in Größenordnungen von wenigen Millimetern bis zu mehreren Metern.

Der technologische Fortschritt der Fertigungs- und Berechnungsmöglichkeiten sowie die Entwicklung neuer Bauformen von Wälzlagern ermöglichten in den letzten 50 Jahren eine deutliche Verbesserung der Leistungsfähigkeit beziehungsweise Lebensdauer von Wälzlagern. Allerdings ändern sich auch Einsatzbereiche und -bedingungen, sodass die Anwendung stets neue Aufgaben an Forschung und Entwicklung stellt. So ergeben

sich aufgrund der größer werdenden Dynamik im modernen Anlagenbau immer höhere Anforderungen an Tragfähigkeit und Zuverlässigkeit der Lager.

Insbesondere in der Windkraft verursachen Ausfälle mechanischer Antriebsstränge aufgrund langer Stillstände hohe Reparaturkosten und Einbußen. Bei den meisten Anlagenkonzepten dient das Getriebe zur Anpassung der Rotordrehzahl an die Generator Drehzahl. Die Betriebsdauer dieser Windgetriebe ist jedoch oft kürzer als die geplanten 20 Jahre. Nach Erhebungen des US-amerikanischen National Renewable Energy Laboratory (NREL) sind 73 Prozent dieser Getriebeausfälle auf Lagerschäden zurückzuführen.

### Ausfälle aufgrund des WEA/WEC-Phänomens

Frühzeitige Lagerschäden treten häufig in Form von Axialrissen oder pockenartigen Ausbrüchen auf der Lauffläche der Lagerringe auf. Unterhalb der Laufbahnoberfläche kennzeichnen sich die Lagerausfälle durch Bereiche mit einem weiß anätzenden Erscheinungsbild und werden daher als „White Etching Areas“, kurz WEA, bezeichnet. Risse, die zur Schädigung des Lagers führen, verlaufen entlang dieser WEA und werden folglich „White Etching Cracks“, kurz WEC, genannt. Typische WEC-Schadensbilder von Großwälzlagern aus Windenergiegetrieben mit ausgedehntem Netzwerk von „White Etching Areas/Cracks“ sind in Bild 2 dargestellt. Obwohl in der Literatur vielfältige Erklärungsversuche für dieses Phänomen gegeben und kontrovers diskutiert werden, sind die Gründe für das Auftreten der WEA/WEC noch unklar. Insofern können die durch WEA/WEC hervorgerufenen Wälzlagerschäden

nicht mithilfe der Standardlagerlebensdauer-Berechnungsverfahren (siehe DIN ISO 281) prognostiziert beziehungsweise bei der Auslegung von Wälzlagern berücksichtigt werden. Typischerweise treten die durch WEA/WEC bedingten Wälzlagerfrühhausfälle im Bereich von 5 bis 20 Prozent der erwarteten Lebensdauer und häufig in sehr kurzen Abständen hintereinander auf.

### Hypothesen zur Entstehung

Wirkungsvolle und nachhaltige Maßnahmen zur Vermeidung der Lagerfrühhausfälle erfordern das tiefgreifende Verständnis der chemisch-physikalischen Mechanismen, die zur Schädigung führen. Bisher existiert jedoch keine allgemein akzeptierte Schadenshypothese, welche die Bildung von WEA/WEC erklärt. Die Hauptursachen für die Entstehung von WEA/WEC werden in der werkstofftechnischen Fachwelt kontrovers diskutiert, so wird der Mechanismus bei der Bildung von WEA/WEC derzeit durch zwei grundlegende Hypothesen beschrieben: Entweder eilt die Rissbildung der Entstehung von gefügeveränderten Bereichen voraus oder die Rissinitiation findet nach der Bildung der weiß anätzbaren Bereiche statt. Sämtlichen recherchierten Hypothesen ist gemein, dass Kontaktparameter, verstärkende Faktoren sowie Werkstoff- und Schmierstoffeigenschaften die Entstehung der Gefügeveränderungen beziehungsweise der Rissbildung beeinflussen. Hierzu zählen unter anderem Schlupf, Pressung, Temperatur, Wasserstoffeintrag, elektrischer Strom und Schmierstoffzusammensetzung.

Aufgrund der Vielzahl an Erklärungsansätzen sowie der verstärkenden Faktoren, die zu den oben genannten Wälzlagerfrühhausfällen

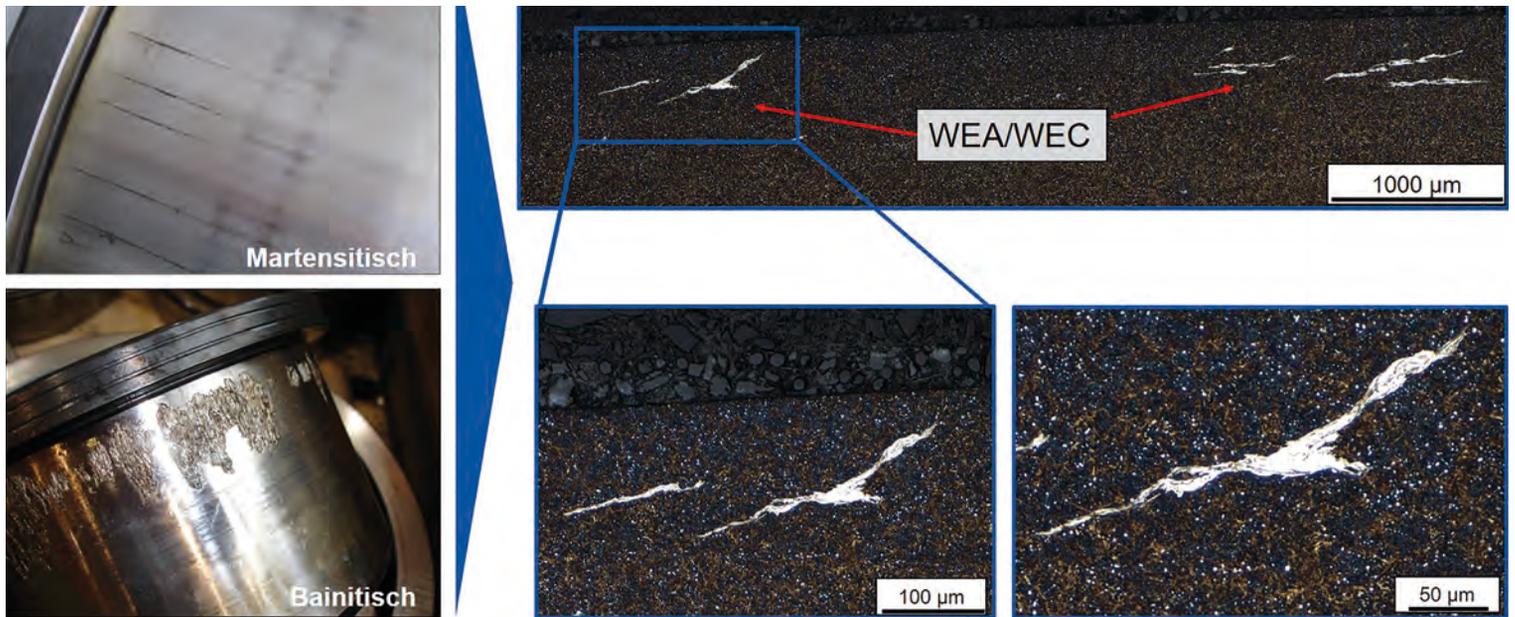


Bild 2: (links) Verschieden wärmebehandelte (Martensitisch beziehungsweise Bainitisch) Wälzlager, die aufgrund von Axialrissen oder Ausbrüchen ausgefallen sind. Die makroskopischen Schäden (rechts) sind jeweils auf WEA/WEC unterhalb der Laufbahnoberfläche zurückzuführen.

führen, liegt der Schlüssel zur Vermeidung des Schadens nicht nur in der Untersuchung der Schadensentstehungsmechanismen, sondern auch darin, die kritischen Parameter der verstärkenden Faktoren, die zu einem beschleunigten Ausfall führen, festzustellen.

### Aktuelle Forschungsarbeiten

An der RWTH läuft dazu eine von der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AiF) geförderte Forschungsreihe, die am Institut für Maschinenelemente und Systementwicklung (MSE), am Institut für Werkstoffanwendungen im Maschinenbau (IWM) und am Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie (GFE) durchgeführt wird. Ziel ist, ein tiefergehendes Verständnis der verstärkenden Faktoren und der Entstehungsmechanismen zu entwickeln. Dazu werden experimentelle Untersuchungen an sogenannten Bauteil- und Modellprüfständen vorgenommen, welche praxisnahe Betriebsbedingungen eines Wälzkontaktes abbilden können. Durch umfassende metallografische und mikroanalytische Untersuchungen sind Rückschlüsse auf die Vorgänge im Werkstoff unter Berücksichtigung der vorliegenden Bedingungen möglich. Die Untersuchungen auf Bauteilebene werden hierbei an einem Axiallager-Prüfstand (FE8) und an einem dynamischen Radiallager-Prüfstand durchgeführt. Der FE8-Prüfstand ermöglicht den Betrieb von industriellen Axialzylinderrollenlagern bei unterschiedlichen Betriebsbedingungen. Um Wälzlager, die auch in Windkraftanlagen eingesetzt werden, praxisnah zu untersuchen, werden am dynamischen Radiallager-

Prüfstand Zylinderrollenlager geprüft. Darüber hinaus ermöglichen die verwendeten Zwei- und Vier-Scheiben-Prüfstände als Modellprüfstände preisgünstige Analogieversuche, in denen sich die Bedingungen im Wälzkontakt vereinfacht nachbilden lassen.

Im ersten Schritt konnte so der WEA/WEC-Schaden unter praxisnahen Betriebsbedingungen an Bauteil- und Modellprüfständen reproduzierbar erzeugt werden. Die Umsetzung der Betriebsbedingungen an den Modellprüfständen auf Ebene des relativ einfachen Kontakts von Ring- und Wälzkörper ermöglichte sodann die gezielte Untersuchung einzelner aus der Literatur bekannter verstärkender Faktoren. Als Ergebnis konnten Grenzwerte der verstärkenden Faktoren Pressung, Schlupf, elektrischer Strom und atomarer Wasserstoff identifiziert werden.

### Einfluss von diffusiblem Wasserstoff

Der Fokus der Untersuchungen am Vier-Scheiben-Prüfstand liegt unter anderem auf dem Einfluss des diffusiblen Wasserstoffs auf die WEA/WEC-Bildung. Der Untersuchung dieses Einflussparameters liegt die Erkenntnis zugrunde, dass aus dem Schmierstoff freigesetzter Wasserstoff beim Betrieb von Wälzlager in den Wälzlagerstahl eindringen kann. Dazu werden die Versuchskörper vor Versuchsbeginn künstlich mit Wasserstoff beladen und anschließend einer Wälzbeanspruchung ausgesetzt.

Für das künstliche Einbringen von Wasserstoff in einen metallischen Probenkörper können unterschiedliche Methoden herangezogen werden. Eine Möglichkeit besteht in

einer elektrolytischen Beladung durch die potentiostatische Methode. Die Probe wird hierbei in eine elektrochemische Zelle eingeführt, welche eine 0,05 mol  $H_2SO_4$ -Lösung als Elektrolyt verwendet. Die gewählte elektrische Spannung wird konstant gehalten, wodurch sich der Strom beziehungsweise die elektrische Stromdichte an das System anpasst und für den Wasserstoffeintrag sorgt. Nach der Beladung wird der Probenkörper in flüssigem Stickstoff zum Prüfstand transportiert und zügig dort eingebaut. Um den Einfluss des Wasserstoffs hinsichtlich möglicher Schwellenwerte zu überprüfen, wurden die Versuche mit unterschiedlichen Wasserstoffgehalten in den Proben durchgeführt. Auf Basis der bisherigen Wasserstoffversuche am Vier-Scheiben-Prüfstand konnte beispielsweise festgehalten werden, dass auch geringe Wasserstoffgehalte von 1 bis 2 ppm einen Ausfall des Prüflings durch WEA/WEC provozieren. Daraus kann für die Praxis abgeleitet werden, dass bei der Auslegung des Wälzlagerbetriebs eine Freisetzung von Wasserstoff möglichst verhindert werden sollte.

### Einfluss der mechanischen Belastungen

Die Untersuchungen am Axiallager-Prüfstand und am Zwei-Scheiben-Prüfstand liegen schwerpunktmäßig auf der Bewertung einer mechanischen Belastung, die zu einem WEA/WEC-Schaden führen kann. Tests an Axialzylinderrollenlagern zeigen, dass die Erhöhung der Pressung sowie Mischreibungszustände das Auftreten von Wälzlagerausfällen infolge von WEA/WEC begünstigen. In Hinblick auf die Anwendung ist bekannt, dass instabile

Betriebszustände zu Wälzlagerlasten oberhalb der empfohlenen Grenzen auftreten können. Weiterhin sind Mischreibungszustände infolge geringer Drehzahlen nicht zu vermeiden. Bei der Übertragung von Kontaktbedingungen aus Axialzylinderrollenlagern auf den Zwei-Scheiben-Prüfstand konnte außerdem nachgewiesen werden, dass sich auch dort ein äquivalentes Schadensbild darstellt. Am Zwei-Scheiben-Prüfstand kann somit eine zeit- und kosteneffiziente Bewertung von Einflussgrößen sowie die Erprobung von Gegenmaßnahmen erfolgen. Beispielsweise zeigen Untersuchungen, dass das Auftreten von Schlupf sowohl im Bereich der Mischreibung als auch der Vollschmierung die Bildung von WEA/WEC fördern kann.

Das Auftreten von Schlupfzuständen an Radialzylinderrollenlagern praxisrelevanter Baugröße wurde mithilfe von Studien am dynamischen Radiallager-Prüfstand nachgewiesen. Hierbei wurden Betriebspunkte identifiziert, die zur Bildung von WEA/WEC führen könnten.

#### Klärung der Schadensmechanismen

Bei der Beschreibung des Bildungsmechanismus von WEA und WEC ist noch unklar, ob es zuerst zu einer Rissbildung kommt und anschließend die weiß anätzenden Bereiche entstehen oder umgekehrt. Durch die gezielte Erzeugung von WEC-Vorstufen soll der zeitliche Ablauf der Werkstoffveränderung, die zu WEA beziehungsweise WEC führt, mittels

Elektronenmikroskopie geklärt werden. Zurzeit werden dazu Versuche zu definierten Laufzeiten manuell unterbrochen, mit dem Ziel, eine mögliche Schadensentwicklung bis zu den makroskopischen Schäden der Wälzkörper zu dokumentieren. Die erzeugten WEA/WEC-Schäden werden unter Verwendung der Elektronenrückstreubeugung (EBSD) in Kombination mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) untersucht, um WEA/WEC-Vorstufen zu charakterisieren. Die elektronenmikroskopischen Methoden ermöglichen lokal eine Charakterisierung des Werkstoffes. So lassen sich mögliche Auflösungsprozesse von Werkstoffbestandteilen kenntlich machen. Im Rahmen der Vorstufenuntersuchungen konnten auch Hinweise gefunden werden, dass bei der Bildung der WEA eine lokale Auflösung der Karbide – hochfeste Verbindung von Metall und Kohlenstoff – im Stahl stattfindet. Dazu wurden mittels EDX die Chrom- und Kohlenstoffverteilungen des in Bild 3 eingezeichneten WEA/WEC-Bereichs ermittelt. Die Ergebnisse zeigen die gleichmäßige Verteilung des Kohlenstoffs innerhalb der WEA. Im Gegensatz dazu sind zum untersuchten Zeitpunkt die Chrombestandteile der Karbide noch im Diffusionsvorgang.

Die Ergebnisse legen nahe, dass die Auflösung der Karbide einem sowohl thermisch als auch mechanisch induzierten Diffusionsprozess unterliegt. Demnach erfolgt die Kohlenstoffdiffusion temperaturgesteuert,

während die Verteilung des Chroms in die WEA mechanisch angeregt wird. Weiter lassen sich die allmähliche Auflösung der kugelförmigen Karbide und die Diffusionsvorgänge von Chrom und Kohlenstoff auf eine lokale plastische Verformung des Werkstoffes zurückführen, die eine Instabilität der Karbide verursacht.

#### Fazit

Wälzlager haben vielfältige Anwendungen in der Antriebstechnik. Im Windenergiesektor, der oft durch exponierte Standorte mit schlechter Zugänglichkeit charakterisiert ist, wurden Wälzlagerfrühaustritte festgestellt, die intensive Forschung und Entwicklung im Wälzlagerbereich notwendig machen. Diese Schäden infolge von WEA/WEC führen aufgrund von Fertigungskosten und Herausforderungen bei der Montage zu einem mit der Größe des Getriebes überproportional steigenden Aufwand. Aus diesem Grund besteht ein übergeordnetes Interesse an der Vermeidung des WEA/WEC-Schadensmodus. Durch umfangreiche experimentelle Untersuchungen konnte ein Team der RWTH bereits eine Vielzahl von Einflussfaktoren und Wechselwirkungen bei der WEA/WEC-Bildung identifizieren. Die im Rahmen der hier dargestellten Forschungsreihe erzielten Ergebnisse zeigen aber auch, dass weitere systematische Untersuchungen notwendig sind, um den Entstehungsmechanismus vollumfänglich zu klären.

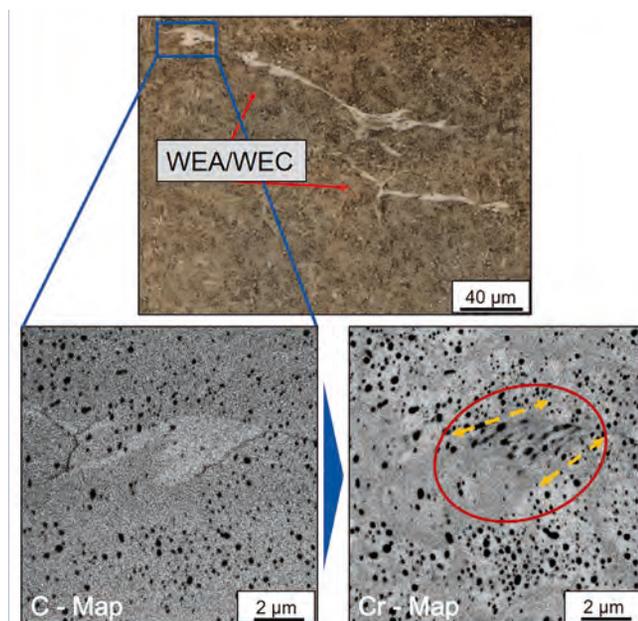


Bild 3: Mikrostrukturuntersuchungen (EBSD) der WEA/WEC (oben). Anhand der Verteilung von Kohlenstoff (unten links: helle Felder in C-Map) und Chrom (unten rechts: helle Felder in Cr-Map) ist ersichtlich, dass sich die Risse zwischen kohlenstoff- und chromhaltigen Regionen bilden.

#### Autoren

Dr.-Ing. Thomas Janitzky ist Leiter der Abteilung Wälzfestigkeit, Florian Steinweg, M.Sc., ist wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstoffanwendungen im Maschinenbau.

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Christoph Broeckmann ist Inhaber des Lehrstuhls für Werkstoffanwendungen im Maschinenbau.

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Georg Jacobs ist Inhaber des Lehrstuhls für Maschinenelemente und Systementwicklung.

Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Joachim Mayer ist Leiter des Gemeinschaftslabors für Elektronenmikroskopie.



Bild 1: Tieftemperatur-Labor am 2. Physikalischen Institut. Mit den experimentellen Aufbauten lassen sich physikalische Eigenschaften von 2D-Materialien bei Temperaturen von 10 mK bis 50 K und Magnetfeldern bis zu 14 Tesla untersuchen.

Foto: Peter Winandy

Max Lemme, Christoph Stampfer

# Graphen und 2D-Materialien

## Ein neues Center erforscht vielseitig einsetzbare Materialien

The Aachen Graphene & 2D Materials Center explores the unique properties of graphene, two-dimensional (2D) materials and 2D-heterostructures for different applications in the fields of electronics, sensors and photonics. The center brings together the complementary expertise and facilities of Aachen's world leading research groups in the area of material science, analytics, device design, engineering and fabrication, and hence covers the entire value chain needed to bridge the gap from basic science to applications. 2D-mate-

rials have the potential to revolutionize electronics, optoelectronics, and sensor technology for current topics such as high-bandwidth communication (5G), the Internet of Things (IoT), intelligent sensor networks for cities and regions (Smart Cities), autonomous driving, or personalized health care. The center is looking ahead to many more fruitful years, not least because in October 2013, the European Union launched the 'Graphene Flagship', a large research initiative that will last ten years and will be supported with up

to €1 billion in funding. In addition, substantial basic research is still required in the field, and is funded in the Center through the German Research Foundation (DFG), the European Research Council (ERC), and the EU Future Emerging Technologies (FET) program. Applied and application driven research is carried out in the center via funding from the Federal Ministry of Education and Research (BMBF) and the Federal Ministry for Economic Affairs and Energy (BMWi).



Bild 2: Kassetten mit Silizium-Wafern für die Herstellung von 2D-materialbasierten elektronischen Bauelementen im Reinraum der AMO GmbH  
Foto: Peter Winandy

Graphen, eine einzelne Atomlage eines Graphit-Kristalls, ist ein sogenanntes zwei-dimensionales (2D)-Material, da es aus einer einzigen Schicht von hexagonal angeordneten Kohlenstoffatomen besteht, siehe Bild 3a. Die Isolierung von Graphen im Jahr 2004, die 2010 zum Nobelpreis führte, war eine Überraschung, da man über viele Jahrzehnte davon ausgegangen ist, dass 2D-Materialien nicht existieren können. Graphen, das nach wie vor die Aufmerksamkeit von vielen Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftlern auf sich zieht, ist aber nicht mehr das einzige atomar dünne Material von technologischer Bedeutung. Seit 2010 wurden viele andere 2D-Materialien isoliert oder synthetisiert und ihre außergewöhnlichen und grundverschiedenen Eigenschaften eröffnen interessante Anwendungen mit weitreichenden Auswirkungen auf die Gebiete der Festkörperphysik,

der Materialwissenschaft, der Elektrotechnik und des Maschinenbaus. Im 2017 gegründeten „Aachen Graphene & 2D Materials Center“ arbeiten Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler der RWTH Aachen und der AMO GmbH daran, die Grundlagen der elektronischen und mechanischen Eigenschaften von Graphen und anderer 2D-Materialien auszuloten und diese für verschiedene Anwendungen im Bereich der Elektronik, Sensorik und Photonik gewinnbringend und gesellschaftsrelevant zu nutzen. Das Zentrum bündelt hierfür die komplementären Kompetenzen und Ausstattungen der Aachener Forschungsgruppen in den Bereichen Materialwissenschaft, Analytik, Gerätedesign und Fertigung und deckt damit die gesamte Wertschöpfungskette ab, um die Lücke von der Grundlagenforschung bis zur Anwendung zu schließen. Auf diese Weise

wird auch den Nachwuchswissenschaftlerinnen und -wissenschaftlern ein internationales und interdisziplinäres Forschungsumfeld geboten, welches sie bestens für den weiteren Karriereweg in Wissenschaft oder Wirtschaft vorbereitet.

#### **Von Halbmatalen zu Halbleitern**

Graphen ist eines der attraktivsten zweidimensionalen Materialien aufgrund seiner einzigartigen elektrischen, mechanischen und optischen Eigenschaften. Es leitet elektrischen Strom besser als Silizium, Wärme besser als Kupfer und ist nahezu durchsichtig, da es eine Dicke von nur einem Atom hat. Dabei ist es chemisch ziemlich unangreifbar, undurchdringbar für fast alle Elemente, es hat ein nicht mehr überbietbares Verhältnis von Oberfläche zu Volumen und basiert auf dem gut zugänglichen Element Kohlenstoff.

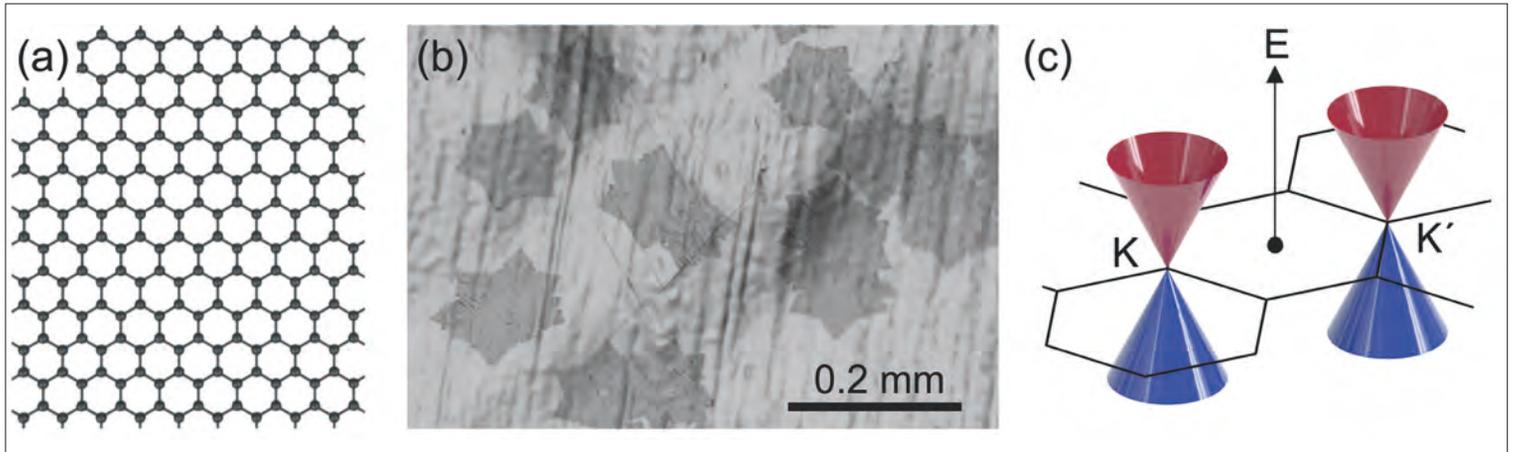


Bild 3: (a) Schematische Illustration der zweidimensionalen Kristallstruktur von Graphen. (b) Optisches Mikroskopie-Bild von Graphenkristallen auf einer Kupferfolie. Hier wurde ausgehend von Methan aus der chemischen Gasphase Graphen abgeschieden. Die sechsfache Rotationssymmetrie der Kristalle hängt wiederum mit dem hexagonalen Kristall zusammen. (c) Die elektronische Bandstruktur von Graphen mit dem charakteristischen linearen Valenz- und Leitungsband, welche sich an den K und K'-Punkten berühren.

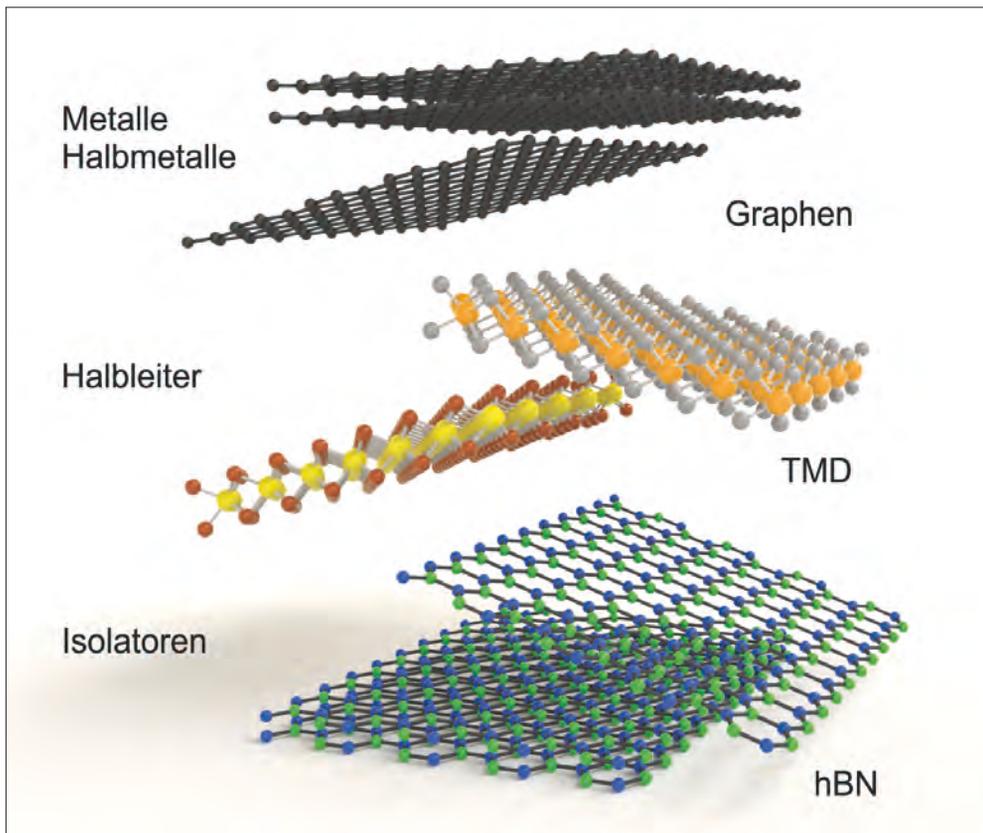


Bild 4: Illustration von verschiedenen 2D-Materialien mit unterschiedlichen elektronischen Eigenschaften. TMD ist die Abkürzung für „Transition Metal Dichalcogenid“ (auf Deutsch Übergangsmetall-Dichalkogenid); hBN steht für hexagonales Bornitrid.

Mit der Entdeckung, dass man Graphen aus der chemischen Gasphase unter Nutzung von Methan kontrollierbar auf Metalloberflächen aufwachsen kann, siehe Bild 3b, rücken industriell skalierbare, graphenbasierte Technologien in den Fokus. Dies stößt die Tür weit auf, um die außergewöhnlichen Eigenschaften von Graphen für vielfältige Anwendungen nutzbar zu machen.

So erlaubt beispielsweise die sehr hohe Beweglichkeit der Elektronen in Graphen, welche etwa um den Faktor 100 größer ist als in Silizium, dass prinzipiell sehr viel schnellere Transistoren aus Graphen hergestellt und in Schaltkreise für die Hochfrequenzelektronik integriert werden können. Auch wird vorhergesagt, dass man in Graphen magnetische Informationen (Spins) besonders gut transportieren oder dass man aus Graphen hochwertige Magnetfeldsensoren (Hall Sensoren) und Ultraschalldetektoren herstellen kann.

Außerdem ist Graphen ein Modellsystem für relativistische Elektronen, das heißt, die Elektronen verhalten sich formal wie Lichtteilchen (Photonen) im Vakuum.

Die quantenmechanische Beschreibung der elektronischen Bandstruktur kann für Graphen in der Tat vereinfacht werden, indem man quasi-relativistische Teilchen in der Nähe von zwei ausgezeichneten Punkten im Impulsraum – oder genauer in der Brillouin-Zone – einführt. Diese zwei Punkte, die man auch mit K und K' bezeichnet, sind charakteristisch für hexagonale Kristalle. Die Tatsache, dass man an diesen beiden Punkten, sprich Valleys, eine Kopie der linearen Bandstruktur findet, führt dazu, dass eine zweifache Valley-Entartung (K oder K') vorliegt. Dies ist in Bild 3c

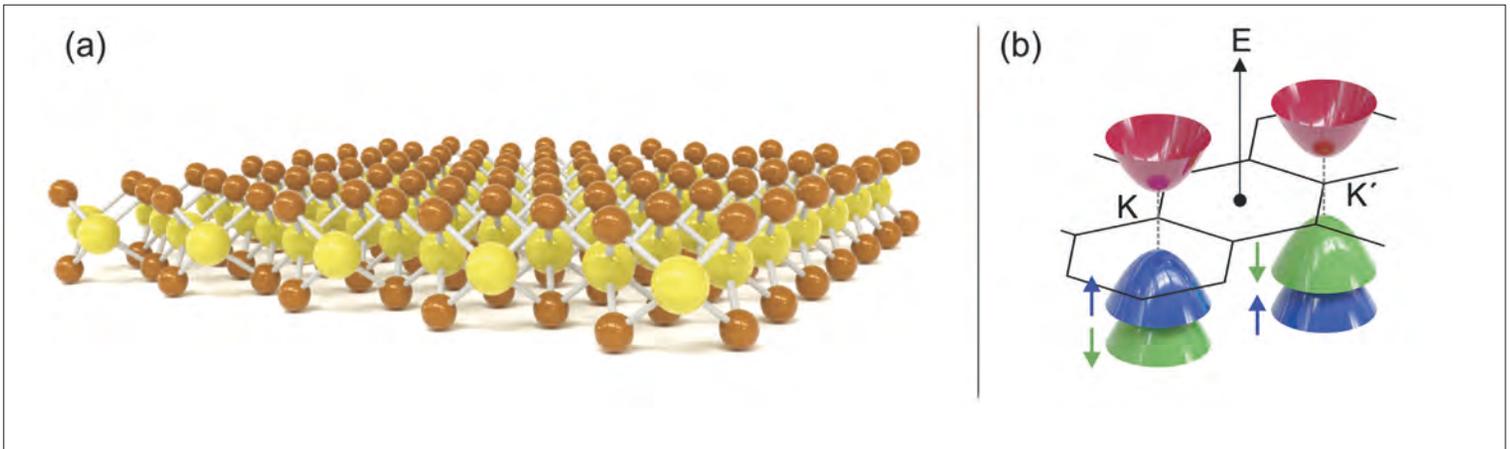


Bild 5: (a) Schematische Illustration einer Monolage eines Übergangsmetall-Dichalkogenid-Kristalls (die gelben Kugeln repräsentieren die Übergangsmetall-Atome). Die Dicke eines derartigen Kristalls ist etwa 0,6 bis 0,8 nm. (b) Die elektronische Bandstruktur von Übergangsmetall-Dichalkogeniden. Die direkte Bandlücke macht diese Materialklasse zu einem Halbleiter mit nicht trivialer Spin-Valley-Textur (siehe blaue und grüne Pfeile) und damit interessant für Anwendungen auf dem Gebiet der Valleytronik.

dargestellt. An den K und K'-Punkten berühren sich die Valenz- und Leitungsbänder (siehe rote und blaue Kegel). Die Energie (E) der Kristallelektronen steigt linear mit dem Impuls (gemessen von den K-Punkten) an, eine Beziehung, die an masselose Teilchen erinnert, die sich mit Lichtgeschwindigkeit bewegen, unabhängig von ihrer Energie oder ihrem Impuls.

Die Quasiteilchen in Graphen bewegen sich daher wie Elektronen, die ihre Masse verloren haben, nur dass die Lichtgeschwindigkeit durch die Fermi-Geschwindigkeit von Graphen ersetzt wird und diese etwa dreihundert Mal kleiner ist.

Graphen ist jedoch nicht für jede Anwendung das beste 2D-Material, seine fehlende Bandlücke beispielsweise macht dieses Halbmetall für Logikschaltkreise nutzlos. Glücklicherweise umfasst eine große Anzahl anderer Schichtmaterialien das gesamte Spektrum der elektronischen Eigenschaften, siehe Bild 4. Unter ihnen ist hexagonales Bornitrid, kurz hBN, ein Isolator mit einer Bandlücke größer als 5 Elektronvolt (eV), und die Familie der Übergangsmetall-Dichalkogenide umfasst einige Tausend zweidimensionale Halbleiter mit Bandlücken von 0,5 eV bis 3 eV. Ihre Kristallstruktur, dargestellt in Bild 5a, besteht aus einer Schicht eines Übergangsmetalls M, wie Molybdän oder Wolfram, das zwischen zwei Schichten eines Chalkogens X wie Schwefel, Selen oder Tellur eingelagert ist. Eine 2D-Schicht, die aus diesen drei Atomschichten besteht, ist etwa 0,6 bis 0,8 nm<sup>1</sup> dick und weist – ähnlich wie Graphen – eine hexagonale Kristallstruktur auf. Die meisten

Übergangsmetall-Dichalkogenide haben eine direkte Bandlücke, und die Spin-Bahn-Kopplung hebt dank der schweren Übergangsmetallatome die Entartung der Valenzbänder auf und führt zu zwei spinpolarisierten Bändern, siehe Bild 5b. Diese einzigartige Spin- und Valley-Textur macht Übergangsmetall-Dichalkogenide äußerst interessant für Anwendungen auf dem Gebiet der halbleiterbasierten Nanoelektronik, der Spintronik und auch auf dem noch eher jungen Gebiet der Valleytronik. Der Begriff Valleytronik wurde 2012 eingeführt und beschreibt eine Technologie, die der Elektronik ähnelt, aber die Kontrolle über den Valley-Freiheitsgrad bei bestimmten Halbleitern oder Halbmetallen nutzt. Einfach ausgedrückt: Die Elektronik verwendet Elektronen (die Träger der elektrischen Ladung), um Daten zu speichern und zu bewegen. Die Spintronik ist ähnlich, nutzt aber den Spin von Elektronen. Die Valleytronik zielt darauf ab, den Valley-Freiheitsgrad der Elektronen zu nutzen, um Daten zu speichern.

### Van-der-Waals-Heterostrukturen

Eine Vielzahl von neuen Möglichkeiten ergibt sich zudem, wenn mehrere 2D-Materialien mit unterschiedlichen Eigenschaften in einem vertikalen Stapel kombiniert werden. Zusammengehalten von van-der-Waals-Kräften (die gleichen Kräfte, die auch in geschichteten Materialien wie Graphit wirken) ermöglichen solche Heterostrukturen eine weitaus größere Anzahl von Kombinationen zur Herstellung von Schichtsystemen als jede traditionelle Methode. Da zudem die Familie der 2D-Materialien zunehmend wächst (Schätzungen

<sup>1</sup>Ein Nanometer (nm) entspricht 10<sup>-9</sup> m. Ein Atomabstand beträgt etwa 0,1 bis 0,3 nm.



Bild 6: Im Reinraum der AMO GmbH, UV-Licht muss hier vermieden werden.  
Foto: Peter Winandy



gehen von mehr als 2000 verschiedenen Materialien aus), steigt auch die Komplexität der Heterostrukturen, die sich mit atomarer Präzision erzeugen lassen.

Beim Stapeln verschiedener zweidimensionaler Kristalle kann es zum Beispiel in erster Näherung zu einer Ladungsverteilung zwischen den benachbarten und weiter entfernten Kristallen im Stapel kommen. Nachbarkristalle bewirken aber auch strukturelle Veränderungen ineinander. Solche Heterostrukturen haben bereits zur Beobachtung zahlreicher spannender physikalischer Phänomene geführt. So ermöglicht zum Beispiel die Wechselwirkung zwischen ausgerichtetem Graphen und hBN die Erzeugung periodischer Übergitter sowie die Beobachtung topologischer (nichtlokaler) Ströme. Auch wurden vor Kurzem supraleitende Eigenschaften in zweilagigem Graphen gezeigt, wenn die beiden Schichten um  $1,1^\circ$  zueinan-

der verdreht sind. Zudem können optische aktive Heterostrukturen durch den Einsatz von halbleitenden Monoschichten erzeugt werden.

Der erweiterte Funktionalitätsumfang solcher Heterostrukturen eröffnet eine Vielzahl von Anwendungsmöglichkeiten. Beispielsweise werden Graphentransistoren mit höchsten Schaltgeschwindigkeiten durch Verkapselung von Graphen mit hBN erreicht. Auch photovoltaik- und lichtemittierende Bauelemente wurden durch die Kombination von optisch aktiven zweidimensionalen Halbleiterschichten und Graphen als transparente Elektroden demonstriert.

#### Anwendungen

Innerhalb der letzten zehn Jahre beschäftigen sich zunehmend auch anwendungsorientierte Forschergruppen und Unternehmen mit Graphen und 2D-Materialien, da sie aufgrund

ihrer herausragenden optischen, elektrischen und mechanischen Eigenschaften für viele mikro- und nanoelektronische Anwendungen Vorteile versprechen. Insbesondere im Bereich der Sensorik sind viele Anwendungsszenarien denkbar: Zweidimensionale Materialien sind ideal für hochsensitive Gas-, Chemie- und Biosensoren, empfindlichste Magnetfeld- und Drucksensoren oder Mikrofone. In der Optoelektronik werden breitbandige, extrem schnelle Fotodetektoren und Modulatoren aus Graphen für höchste Datenübertragungsraten oder Kameras mit hoher Sensitivität bis in den Infrarotbereich untersucht. Ein weiteres Merkmal von 2D-Materialien ist ihre mechanische Flexibilität. So lassen sich die Anwendungsszenarien erweitern auf flexible leistungsfähige Elektronik, Optoelektronik und Sensorik für nahezu jedes denkbare Trägersubstrat: von Kunststoffen über Textilien bis zur menschlichen Haut.

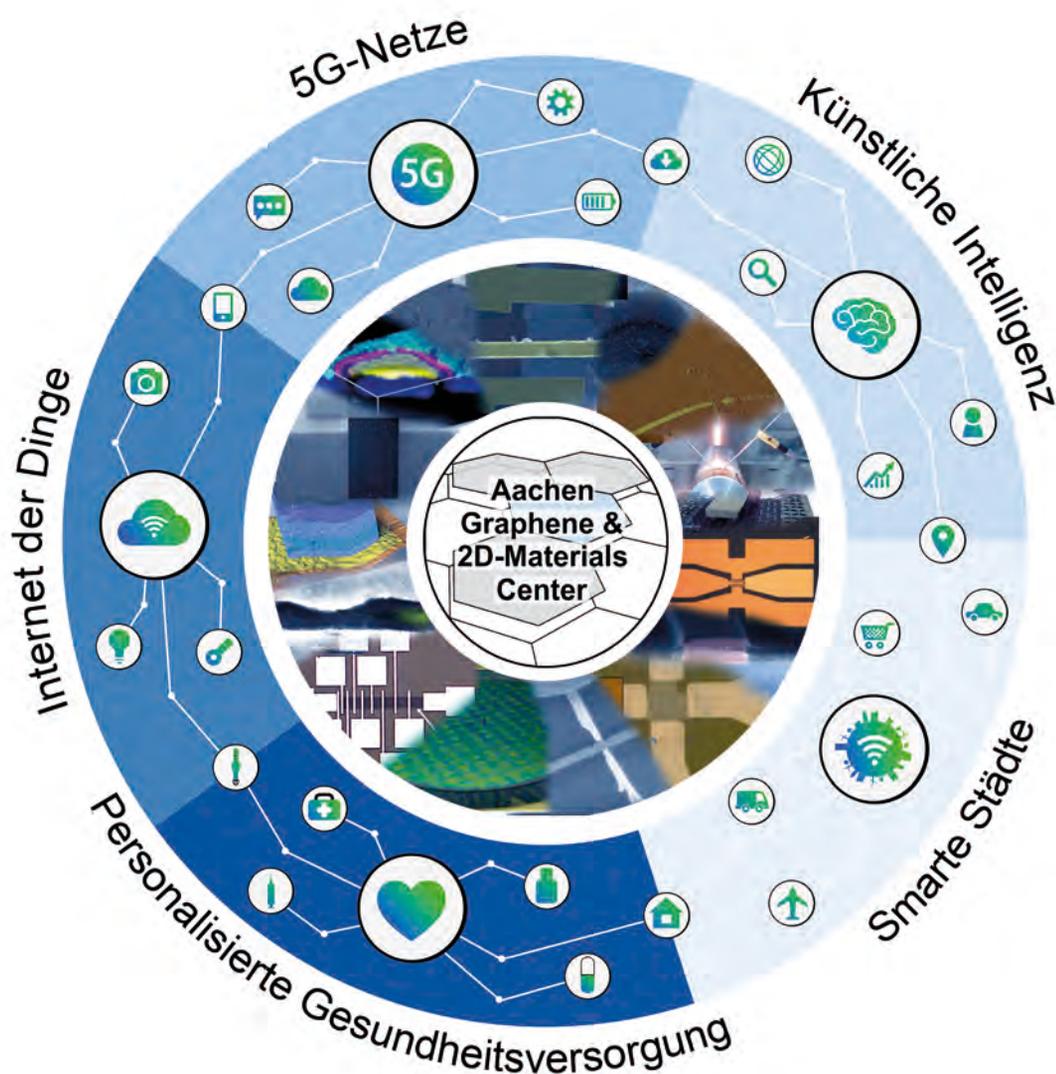


Bild 7: Das „Aachen Graphene & 2D Materials Center“ bündelt die komplementären Kompetenzen in den Bereichen der Physik, Materialwissenschaft und Elektrotechnik, um die Lücke von der Grundlagenforschung zu verschiedenen Anwendungen zu schließen und so die digitale Hardware der Zukunft zu ermöglichen.

Quelle: AMO GmbH



Bild 8: 2D-Bauelemente werden im Reinraum der AMO GmbH elektrisch charakterisiert.  
Foto: Peter Winandy

Daraus ergibt sich auch die Relevanz des Forschungsthemas für die Gesellschaft. Zweidimensionale Materialien ermöglichen eine breite umfassende Anwendung von Elektronik, Optoelektronik und Sensorik für aktuelle Themen wie breitbandige Kommunikation mit höchsten Datenraten (5G), das Internet der Dinge (IoT), intelligente Sensornetzwerke für Städte und Regionen (Smart Cities), autonomes Fahren oder die personalisierte Gesundheitsversorgung. In Bild 7 ist eine Übersicht der anwendungsrelevanten Tätigkeiten im Rahmen des „Aachen Graphene & 2D Materials Center“ dargestellt.

Zusammenfassend kann man festhalten, dass die Forschungsfelder Graphen und 2D-Materialien extrem vielseitig und umfangreich sind und einen breiten Bereich von Technologiereifegraden abdecken. Folglich bestehen immer noch viele Herausforderungen in Forschung und Entwicklung. Dies wird auch noch für einige Jahre so bleiben, denn im Oktober 2013 hat die Europäische Union

das über eine Laufzeit von insgesamt zehn Jahren mit bis zu einer Milliarde Euro dotierte „Graphene Flagship“ zur weiteren Erforschung der Grundlagen und Anwendungen von Graphen auf den Weg geschickt. Parallel liefen und laufen Förderprogramme von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG), dem European Research Council (ERC), Horizon 2020 der Europäischen Union, dem Bundesministerium für Bildung und Forschung und dem Bundesministerium für Wirtschaft und Energie. Das „Aachen Graphene & 2D Materials Center“ ist an vielen dieser Programme beteiligt, deckt die Wertschöpfungskette von der Grundlagenforschung bis zum Technologietransfer ab, ermöglicht die Gründung von Start-up-Unternehmen und leistet als breit aufgestellter, interdisziplinärer Verbund einen wesentlichen Beitrag zur Nutzung des großen Potenzials dieser neuen Materialklasse.

 [www.graphene.ac](http://www.graphene.ac)

---

## Autoren

Univ.-Prof. Dr. Christoph Stampfer ist Inhaber des Lehrstuhls für Experimentalphysik (Festkörperphysik) und Sprecher des „Aachen Graphene & 2D Materials Center“.

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Max Lemme ist Inhaber des Lehrstuhls für Elektronische Bauelemente und Direktor der AMO GmbH.

---

# Generativ mit Hochdruck

Aus der Kombination zweier Werkstofftechnologien entstehen neue Möglichkeiten

Newspapers are full of reports about how 3D printing is going to revolutionize industrial production. A 3D-printed car may become reality in the future. However, it is not that simple. The whole group of Additive Manufacturing (AM) processes, including 3D printing, is just beginning to become industrially relevant. Additively manufactured components already look very impressive, but what they still suffer from is reliability and durability problems. The Institute for Materials Applications in Mechanical Engineering at RWTH Aachen University is therefore examining ways of making metal AM components more robust. Using Laser Powder Bed Fusion (LPBF), the influence of the new production method on the processed materials is investigated. LPBF consists of a laser beam melting metal powder layer by layer and thus building up entire components

with very complex geometries. When LPBF is cleverly combined with certain post-treatment methods, the material properties can be considerably improved. For example, LPBF-manufactured components can be hot isostatically pressed (HIP) and heat-treated (HT) to improve their fatigue strength. LPBF and HIP can also be combined in a new way to produce wear resistant or corrosion resistant composite components that require virtually no finishing work. The cooperation between established production methods such as HIP or HT and new additive manufacturing production processes promise very exciting opportunities to establish new materials or to further develop known materials to achieve top performance.

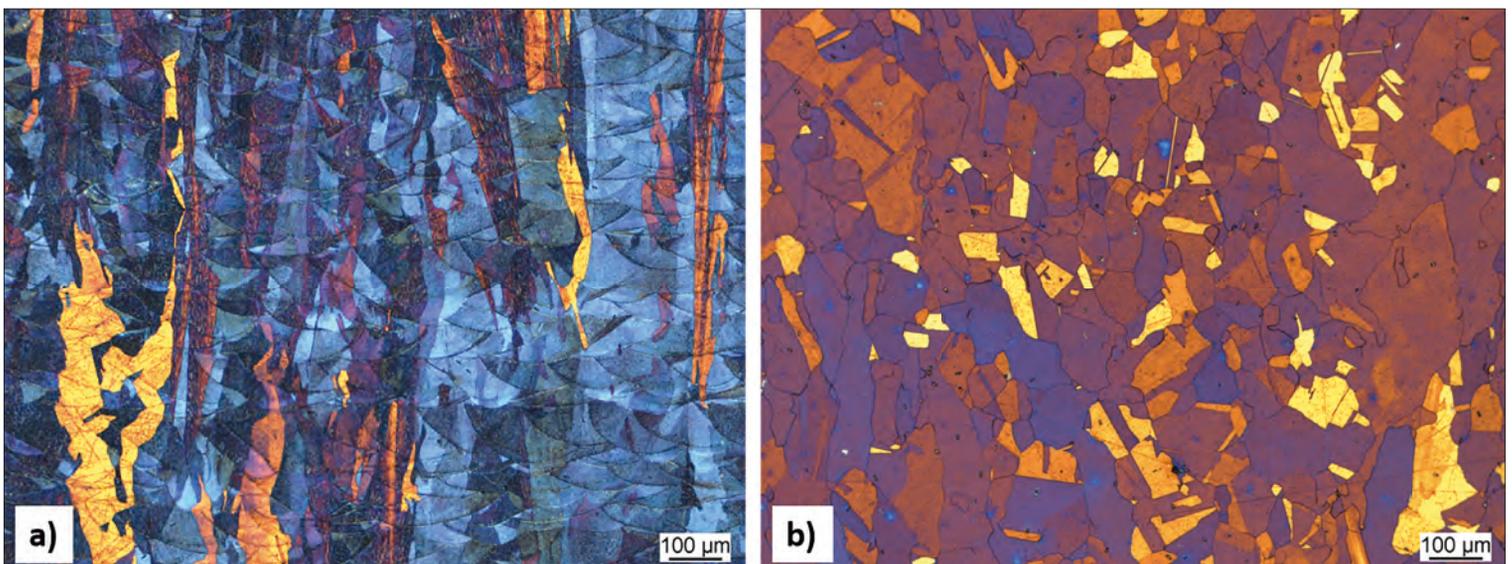


Bild 1: Metallografisch geätzter Querschliff eines mit additivem Laserschmelzen (LPBF) verarbeiteten austenitischen Stahls: a) vor dem heißisostatischen Pressen mit der typischen LPBF-Struktur und langen Körnern und b) nach dem heißisostatischen Pressen mit einem gleichmäßigen Gefüge.



Bild 2: Blick in den Bauraum: Mit einem Laserstrahl werden komplexe Bauteile aus Metallpulver additiv aufgebaut.  
Foto: Peter Winandy

Die generative Fertigung, auch additive Fertigung genannt, ist heute unter dem Oberbegriff 3D-Druck allseits präsent. In Tageszeitungen gibt es Überschriften wie „3D-Auto: Das Auto aus dem Drucker“, „3D-Metall-druck: Eine Revolution in der Fabrik“ oder „3D-Druck: Endlich reif für die Serienproduktion?“. Der 3D-Druck, so scheint es, eröffnet als Treiber für eine vierte industrielle Revolution ungeahnte und grenzenlose Möglichkeiten: Maßgeschneiderte Maschinenelemente per Mausklick im Internet bestellen, die Anforderungen über eine Eingabemaske definieren, drucken in einer 3D-Fertigungshalle, wo den Anforderungen entsprechend ein Werkstoff und ein dazugehöriger Parametersatz generiert werden. Nach Druck und automatisierter Nachbehandlung ist das Bauteil am nächsten Tag im Briefkasten des Bestellers; ohne dass die Hand eines Mechanikers die-

ses Bauteil jemals berührt hat. Könnte das die Zukunft sein? Unbestritten ist, dass der metallische 3D-Druck mittlerweile reif für die Serienproduktion ist. Es ist aber eher unwahrscheinlich, dass in naher Zukunft gedruckte Autos auf unseren Straßen fahren. Denn eine Schwachstelle metallischer, additiv gefertigter Bauteile ist bislang ihre Zuverlässigkeit. Darum werden insbesondere mechanisch hochbelastete Bauteile noch nicht in Serie gedruckt. Der Grund dafür liegt in einer noch unvollständigen Beherrschbarkeit des Prozesses und einer nicht grundlegend ausgereiften Qualitätskontrolle der gedruckten Teile. Geringste Abweichungen im Pulver oder im Prozess können zu Fehlstellen im Werkstoffgefüge führen, die das Bauteil im Betrieb vorzeitig versagen lassen. Sehr feine Poren, die in additiv gefertigten Bauteilen vorhanden sind,

mindern für viele Anwendungen die Festigkeit der Bauteile. Diese Probleme sind nicht neu, auch beim Gießen metallischer Schmelzen kommt es oftmals zur Bildung von Poren und Lunkern<sup>1</sup> im Bauteil. Um gegossene Werkstücke dennoch als Strukturbauteile zu verwenden, besteht die Möglichkeit des heißisostatischen Nachverdichtens. Dies geschieht unter hohem Druck bei gleichzeitig hoher Temperatur, beispielsweise für den Einsatz im Automobil oder in der Luftfahrt. Sicherheitsrelevante Gussbauteile werden oft heißisostatisch nachverdichtet. Am Institut für Werkstoffanwendungen im Maschinenbau (IWM) wird untersucht, wie heißisostatisches Nachverdichten in Kombination mit additiver Fertigung zu besseren Werkstoffeigenschaften führt. Gleichzeitig eröffnet die Kombination auch neue Möglichkeiten zur Herstellung von Funktionsbauteilen.

<sup>1</sup>Größere Hohlräume

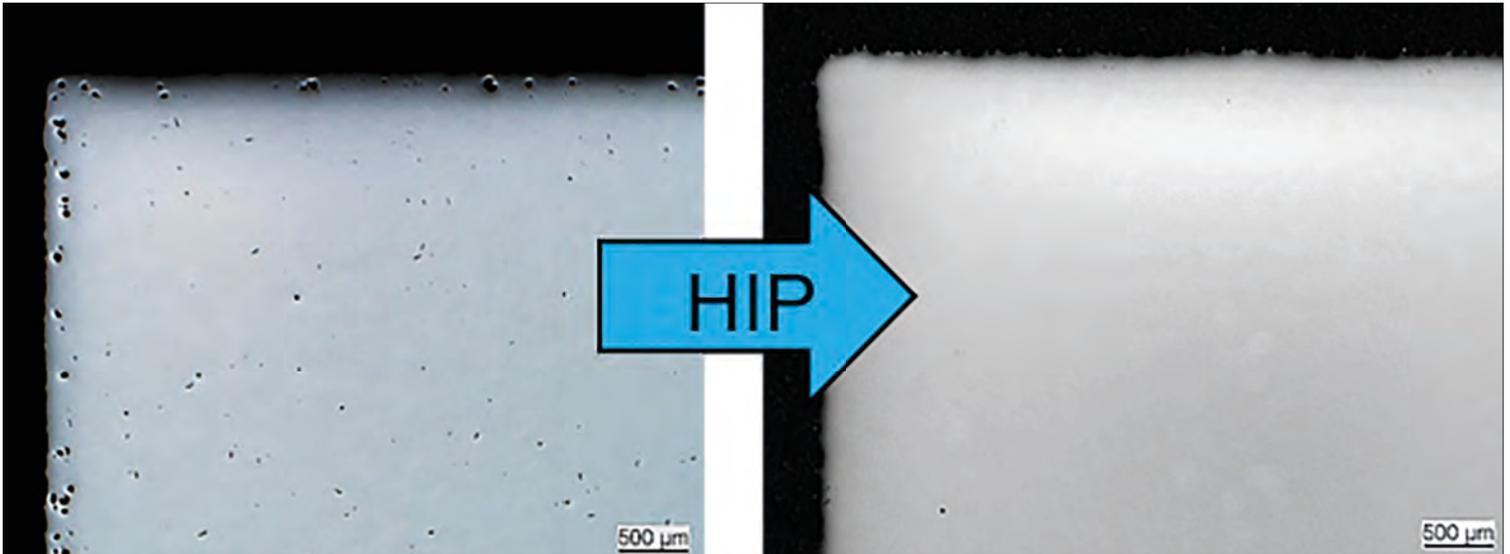


Bild 3: Additiv gefertigter Werkstoff vor (links) und nach dem heißisostatischen Pressen (rechts)

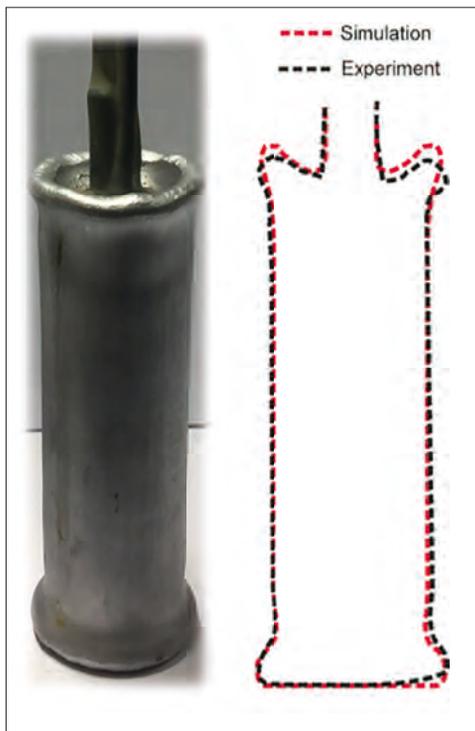


Bild 4: Vorhersage der Geometrie einer heißisostatisch gepressten Kapsel mittels numerischer Computersimulation

### Laserbasiertes Pulverbettssmelzen

Eine der meistverbreiteten Technologien der additiven Fertigung ist das pulverbettbasierte Laserschmelzen (engl. Laser Powder Bed Fusion), kurz LPBF. Beim LPBF-Prozess werden Partikel aus einem Pulverbett lokal mittels Laserstrahl verschmolzen. Das Bauteil wird Lage für Lage aufgebaut, bis es vollständig gefertigt ist. Der Materialverbund entsteht dabei durch Aufschmelzen des Pulvers. Einblick in den Bauraum einer LPBF-Anlage während des Bauprozesses gibt Bild 2. Die Intensität des Lasers und der damit einhergehende Wärmefluss reichen aus, um darunterliegende, vorher erstarrte Materialschichten wieder anzuschmelzen und zu verbinden. Im LPBF-Verfahren gibt es eine Reihe variabler Parameter, wie Laserleistung, Pulverschichtdicke und Scangeschwindigkeit. Durch Abstimmen aller Parameter lassen sich hohe Dichten in Bauteilen erreichen. Bislang ist es aber nicht möglich, durch LPBF vollständig dichte Bauteile zu fertigen. Die Restporosität, ein qualitätsrelevanter Parameter, kann unterschiedliche Ursachen haben: Gelöste Gase, Bindefehler zwischen den Pulverteilen oder ungünstige Pulverpackungen treten auf, thermische Spannungen können zu Rissen führen. Aber nicht nur die Porosität eines Bauteils bestimmt die mechanischen Eigenschaften, sondern auch das Werkstoffgefüge, charakterisiert durch Versetzungsdichte, Korngröße, Kornform und nichtmetallische Einschlüsse. Ein klassisches LPBF-Gefüge

sieht aus wie eine Aneinanderreihung beliebig vieler Schweißnähte, und im Grunde ist es ja auch genau das. Hieraus resultieren richtungsabhängige Eigenschaften, die für die meisten Anwendungen nicht erwünscht sind. Bild 1 zeigt das typische LPBF-Gefüge eines Stahls vor und nach einer Nachbehandlung durch heißisostatisches Pressen (HIP). Es ist erkennbar, dass das Gefüge durch diese Nachbehandlung homogenisiert werden kann.

### Heißisostatisches Pressen

Beim heißisostatischen Pressen werden Werkstoffe gleichzeitig Drücken bis 2000 bar sowie Temperaturen bis nahe der jeweiligen Schmelztemperatur ausgesetzt. Durch den hohen Druck bei gleichzeitig hoher Temperatur kommt es zu plastischer Verformung und sogenanntem Diffusionskriechen<sup>2</sup> im Bauteil. Aufgrund von Druck, Temperatur und Diffusion werden nahezu alle Poren geschlossen. Das so erzielte Werkstoffgefüge ist porenfrei und isotrop<sup>3</sup>.

### Nachverdichten mit HIP

Um Bauteile und Halbzeuge heißisostatisch nachverdichten zu können, muss die Porosität des Bauteils geschlossen sein. Das bedeutet, dass die Poren im Bauteil weder miteinander noch mit der Oberfläche verbunden sind. Ansonsten würde der aufgebrachte Gasdruck auch in den Poren herrschen, und die Poren könnten nicht geschlossen werden.

<sup>2</sup>Diffusion: Bewegung der Moleküle und Teilchen basierend auf Konzentrationsunterschieden

<sup>3</sup>Überall gleichmäßige Verteilung und richtungsunabhängig

Nur innere Poren lassen sich verdichten. Bild 3 zeigt einen additiv gefertigten Werkstoff vor und nach dem HIP-Prozess. Nach dem HIP-Prozess sind unter dem Mikroskop keine Poren mehr erkennbar.

### Pulver-HIP

Beim klassischen Pulver-HIP-Prozess ist Metallpulver der Ausgangswerkstoff. Um dieses Pulver in einer HIP-Anlage verdichten zu können, wird es in Kapseln gefüllt. Diese bestehen meist aus einfachem Stahl, werden aus Blechen und Rohren geschweißt und mit einem Füllrohr versehen. Da sich in der Kapsel zwischen den einzelnen Pulverpartikeln nach dem Befüllen Luft befindet, werden die Kapseln anschließend evakuiert<sup>4</sup>. Eingeschlossene Luft kann im HIP-Prozess nicht entweichen und würde somit der Verdichtung entgegenstehen. Nach der Evakuierung wird die Kapsel gasdicht verschlossen, in die HIP-Anlage eingebracht und Temperatur und Druck ausgesetzt. Anschließend kann die Kapsel entfernt und auf ihre Endgeometrie bearbeitet werden.

Vorteilhaft wäre, wenn die Bauteile nach dem HIP-Prozess gar nicht mehr mechanisch bearbeitet werden müssten. Für die Herstellung solcher endkonturnaher Near-Net-Shape (NNS)-Bauteile ist die Kapselherstellung allerdings ausgesprochen aufwendig und für komplexe Geometrien oftmals gar nicht möglich. Hinzu kommt noch der Schrumpf und eine mögliche Verformung durch den HIP-Prozess. Dadurch kann sogar bei aufwendiger Kapselherstellung die nach dem Prozess gewonnene Geometrie weit von der Zielgeometrie abweichen. Mithilfe numerischer Simulationsmodelle ist es aber möglich, die Endgeometrie nach HIP vorauszusagen, siehe Bild 4, und zugleich durch eine iterative Optimierung die Kapselgeometrie vor HIP so auszulegen, dass nach der Schwindung die gewünschte Bauteilgeometrie vorliegt.

### Kombination beider Verfahren

Bei Betrachtung der jeweiligen Vor- und Nachteile der Verfahren wird deutlich, dass die Vorteile des einen Verfahrens Nachteile des anderen Verfahrens aufwiegen können. Aus dem anisotropen<sup>5</sup> Gefüge mit Poren, Rissen und Anbindungsfehlern nach dem LPBF-Prozess lässt sich mit HIP ein isotro-

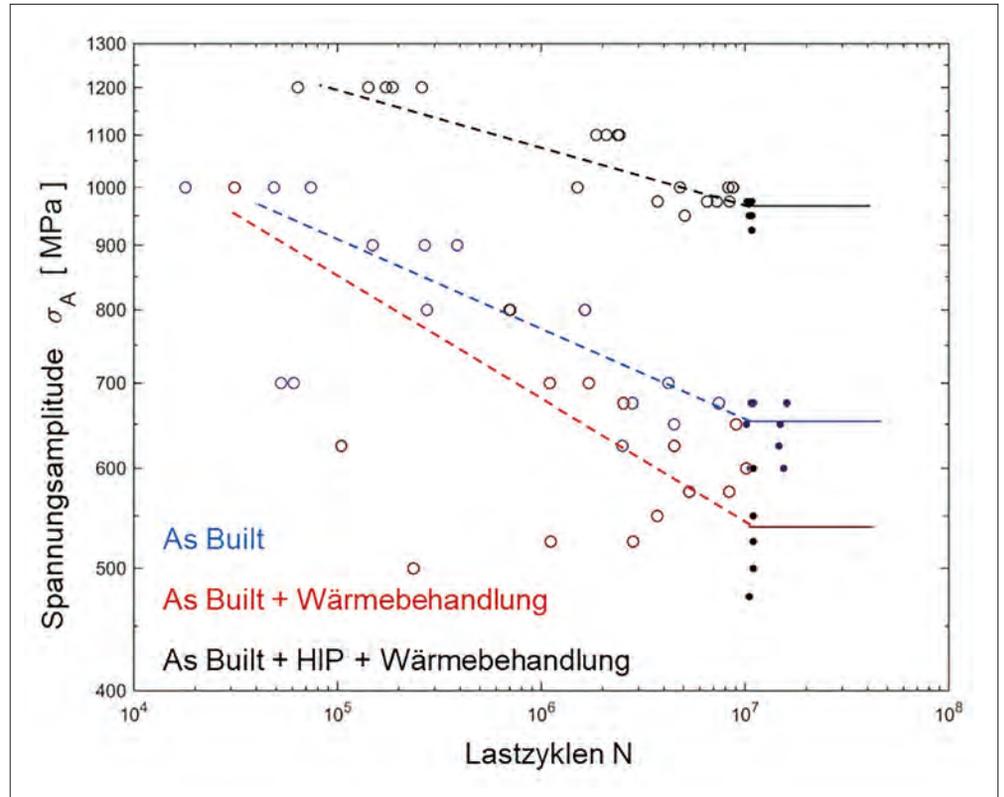


Bild 5: Wöhler-Diagramm mit den experimentell ermittelten Dauerfestigkeiten für einen Warmarbeitsstahl mit unterschiedlichen Nachbehandlungen

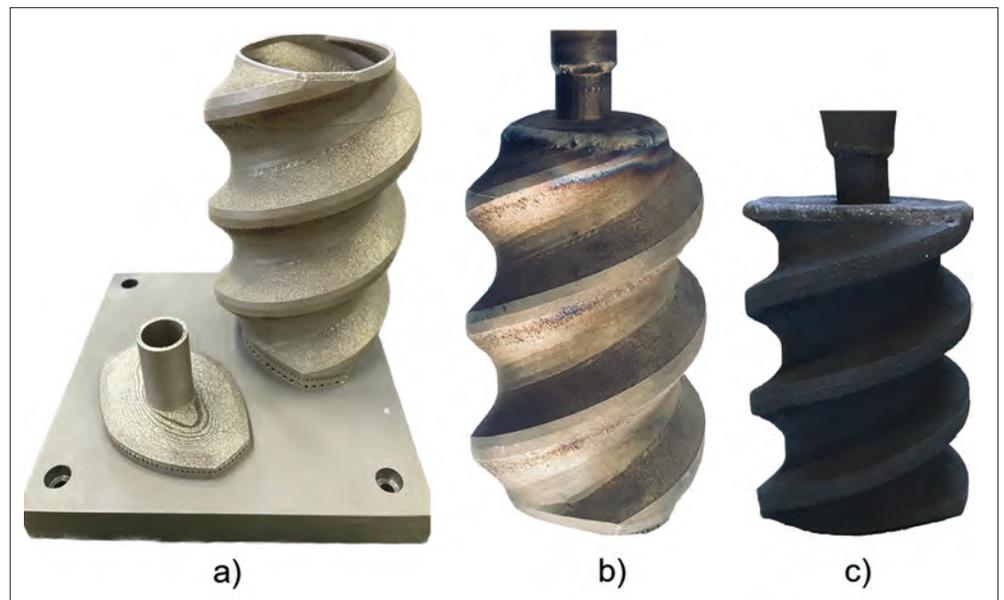


Bild 6: Kapsel für ein komplexes Bauteil a) nach der additiven Laserschmelzfertigung, b) mit Pulver befüllt und mit angeschweißtem Füllrohr, c) nach dem heißisostatischen Pressen

pes und dichtes Gefüge erzielen. Andererseits kann die aufwendige und geometrisch eingeschränkte Kapselherstellung für den Pulver-HIP-Prozess durch LPBF flexibler und komplexer werden.

### Bessere mechanische Eigenschaften

Durch heißisostatisches Nachverdichten von additiv gefertigten Komponenten wird die Schwingfestigkeit<sup>6</sup> verbessert, allerdings häufig auf Kosten der statischen Eigenschaften.

<sup>4</sup>Luft wird abgepumpt, bis ein Vakuum entsteht.

<sup>5</sup>Richtungsabhängig beziehungsweise ungleichmäßig verteilte Materialstruktur

<sup>6</sup>Das Versagenverhalten von Werkstoffen bei zyklischer Beanspruchung

ten. Aufgrund von Kornvergrößerung<sup>7</sup> bei der Wärmebehandlung während des HIP nehmen Härte und Zugfestigkeit ab. Forschungsziel ist es daher, den HIP-Prozess auf den Gefügestand nach dem LPBF-Prozess anzupassen. Dieses unterscheidet sich stark von dem Gefüge eines klassischen Gussbauteils. Daher bedarf es neuer HIP-Strategien. Eine weitere Frage ist, für welche Werkstoffe eine HIP-Behandlung sinnvoll ist. Manche Werkstoffe sind schadenstoleranter als andere. Entsteht ein Riss bei zyklischer Belastung an einem Anbindungsfehler, dann hängt es vom jeweiligen Werkstoff ab, wie schnell sich dieser Riss im Gefüge ausbreitet. Bei zähen und duktilen Stählen nutzt eine HIP-Nachbehandlung oftmals viel weniger als bei hochfesten und sehr harten Werkzeugstählen. Exemplarisch ist in Bild 5 die Dauerfestigkeit eines LPBF-gefertigten Warmarbeitsstahls (1.2344; X40CrMoV5-1; AISI H-13) gezeigt. Die betrachteten Zustände sind dabei „As Built“<sup>8</sup>, „As Built + Wärmebehandlung“ und „As Built + HIP + Wärmebehandlung“. Dass die Dauerfestigkeit des Werkstoffs im wärmebehandelten, vergüteten Zustand geringer als im LPBF-Zustand ist, liegt an der durch die Wärmebehandlung gesteigerten Härte und dem damit einhergehenden geringeren Risswiderstand.

### Herstellung von Kapseln und Funktionskomponenten

Ein Ansatz, beide Verfahren zu vereinen, liegt in der additiven Kapselherstellung. Diese ersetzt nicht nur das aufwendige Schweißen von Kapseln, sondern ermöglicht auch die Herstellung von NNS-Bauteilen. Mittels der Finite-Elemente-Methode (FEM) wird mit einem am IWM entwickelten Simulationsmodell die Kapselgeometrie, bei welcher nach HIP die gewünschte Endgeometrie vorliegt, numerisch berechnet. Bild 6 zeigt hierzu ein Beispiel. Auf diese Weise muss die HIP-Kapsel nach dem Verdichtungsprozess nicht mehr bearbeitet oder entfernt werden. Eine Kapsel, die aus einem Funktionsmaterial hergestellt wird, kann folglich als Funktionsbeschichtung auf dem Bauteil bleiben. Die Beschichtung wird also im Vorfeld mittels 3D-Druck hergestellt, und im Anschluss wird das Pulver eingefüllt und in der HIP-Anlage verdichtet. Durch Diffusionsvorgänge während des HIP-Prozesses verbinden sich Bauteil und Beschichtung stoffschlüssig<sup>9</sup>. Am IWM wurden bereits Bauteile mit korrosions- sowie verschleißfesten Funktionsschichten realisiert.



### Ausblick

Die additive Fertigung birgt ein großes Potenzial, dessen Erschließung gerade erst begonnen hat. Dabei kann sie einerseits von den bereits bestehenden pulvermetallurgischen Herstellungsverfahren wie dem HIP-Prozess profitieren, beispielsweise durch Optimierung der mechanischen Eigenschaften. Andererseits kann auch das HIP-Verfahren durch

eine flexible und schnelle Kapselherstellung für den Pulver-HIP-Prozess, siehe Bild 7, und durch die Möglichkeit zur Herstellung von NNS-Funktionsbauteilen einen Nutzen aus der additiven Fertigung ziehen. Auf diese Weise eröffnen sich neue Wege, das Potenzial maßgeschneiderter Maschinenelemente und Bauteile weiter auszuschöpfen.

<sup>7</sup>Wachsen der Kristallite im metallischen Gefüge

<sup>8</sup>„Wie hergestellt“ bezeichnet das Bauteil nach der LPBF-Herstellung, aber vor der Nachbehandlung.

<sup>9</sup>Die Verbindung hält durch atomare oder molekulare Kräfte zusammen.



Bild 7: Am Computer werden Bauteile und Proben entworfen und für die additive Fertigung aufbereitet. Filigrane oder komplexe Strukturen werden aus der Software als Bauteil-  
daten digital an die Anlage gesendet und dort gefertigt.

Foto: Peter Winandy

---

## Autoren

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Christoph Broeckmann ist Leiter des Instituts für Werkstoffanwendungen im Maschinenbau.

Dr.-Ing. Anke Kaletsch ist Leiterin der Abteilung Pulvertechnologie am Institut für Werkstoffanwendungen im Maschinenbau.

Johannes Kunz, M. Sc., und Dipl.-Ing. Sebastian Riehm sind wissenschaftliche Mitarbeiter am Institut für Werkstoffanwendungen im Maschinenbau.

---

# Einer neuartigen chemischen Bindung auf der Spur

## Metavalente Materialien und ihre einzigartigen Eigenschaften

How are atoms held together? This question stood at the very beginning of the natural sciences and has played (and still plays) a central role in solid state physics, chemistry and materials science. Exactly eight decades after Linus Pauling published his famous book: “The Nature of the Chemical Bond” in 1939 we look at this fundamental question again in a different light. In the meantime, the quantum mechanical methods and experimental techniques available to study chemical bonding have improved tremendously, which allows us to study chemical bonding using new experimental methods.

We have discovered a class of materials (which we call incipient metals) with a unique set of physical properties (including large refractive indices and very anharmonic behavior), which can be explained by a new bonding mechanism – metavalent bonding (MVB). Our theoretical results show that

a special degree of electron localization is characteristic for MVB. It places MVB in between metallic, covalent and ionic bonding. At the same time, we find experimentally that the bonds break differently in MVB materials compared to non-MVB materials. Bond breaking can be studied using atom probe tomography, a rather new technique, which allows to remove single atoms from a material. The combination of a unique degree of electron localization, an unconventional bond breaking mechanism and a characteristic set of physical properties justifies the definition of a new type of chemical bond. This combination of theoretical and experimental findings also opens the path towards systematic materials design.

Wie sind Atome miteinander verbunden? Dieser Frage gingen Wissenschaftler wie Linus Pauling schon 1939 nach, als die Naturwissenschaften noch in ihren Kinderschuhen steckten. Aktuell wird diese Frage in einem neuen Licht betrachtet. Obwohl man bereits zu Zeiten von Linus Pauling – auch dank der Entwicklung der Quantenmechanik und der Röntgenbeugung – erkannte, dass es Elektronen sind, die mittels chemischer Bindungen die Atome zusammenhalten, blieb die Interpretation der chemischen Bindung lange und zum Teil bis heute umstritten. Dies zeigt sich beispielsweise an einem Zitat von Charles Cousin – einem der Pioniere auf dem Gebiet des Bindungsverständnisses – aus dem Jahr 1952: „Eine chemische Bindung ist nichts Reales [...] sie ist ein Produkt unserer eigenen Vorstellungskraft“<sup>[1]</sup>. Die kontroverse Natur der chemischen Bindung lässt sich dadurch erklären, dass es lange Zeit kaum experimen-

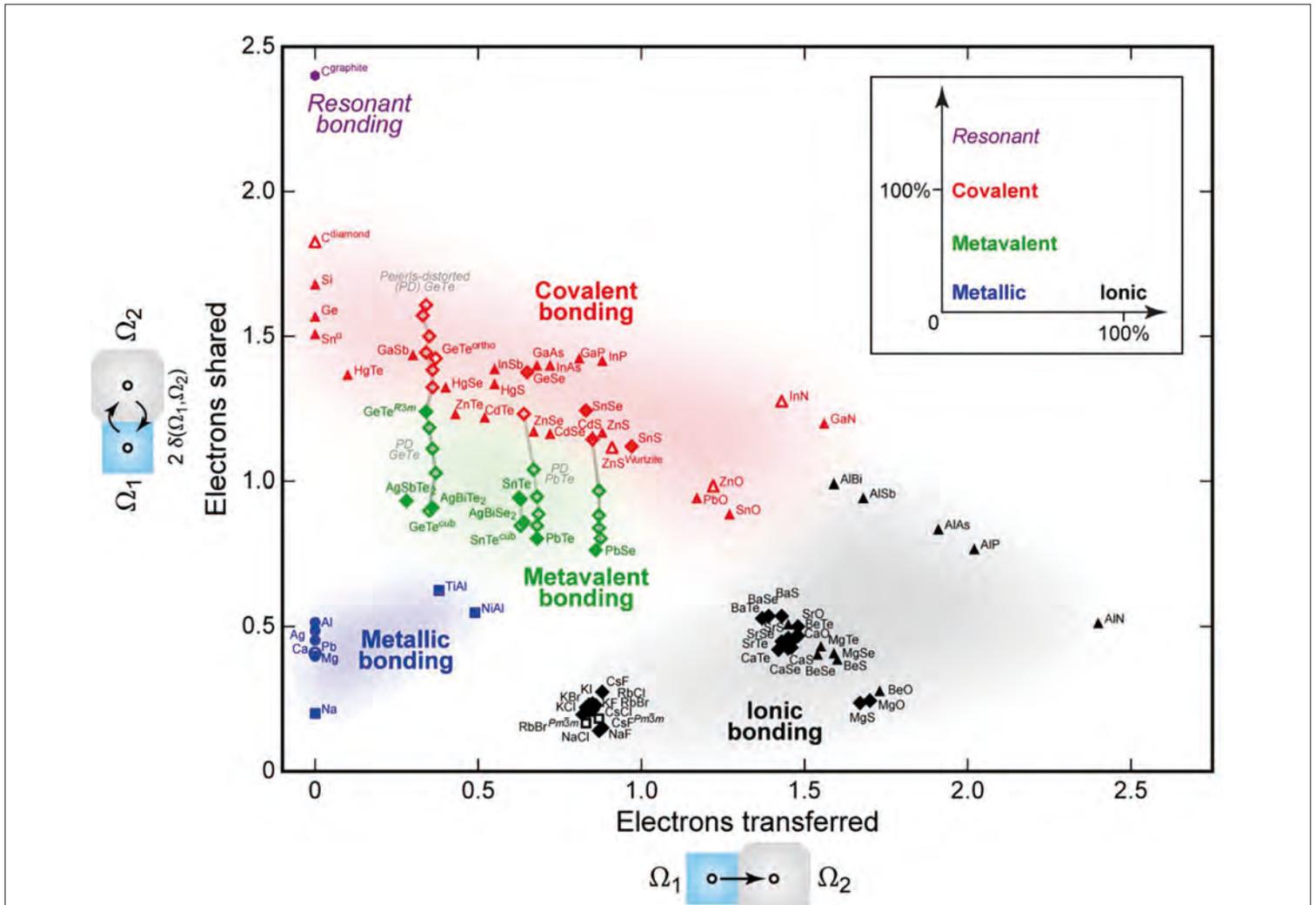


Bild 1: Die quantenmechanische Karte zeigt, dass sich der Grad der Elektronenlokalisierung in metavalente Materialien (grün) deutlich von dem in kovalenten (rot), ionischen (schwarz) und metallischen Verbindungen (blau) unterscheidet<sup>[2]</sup>. Man erkennt die Einordnung der metavalenten Bindung zwischen den konventionellen Bindungstypen.

te Methoden gab, um chemische Bindungen akkurat zu studieren oder direkt zu „sehen“. Eines der fundamentalen Konzepte der Naturwissenschaften beruht demnach teilweise auf „chemischer Intuition“ und Interpretation, ist aber in der Lage, die Anordnung der Atome und viele physikalische Eigenschaften zu erklären, wie etwa die Löslichkeit von Salzen in Wasser. Im Zusammenhang zwischen chemischer Bindung und den physikalischen Eigenschaften liegt das Forschungsinteresse am Lehrstuhl für Experimentalphysik IA. Ziel ist es, einen systematischen Zusammenhang zwischen der chemischen Bindung und den physikalischen Eigenschaften herzustellen, welcher dann das gezielte Design von Materialeigenschaften ermöglicht. Der Fokus liegt dabei vor allem auf den optischen und elektronischen Eigenschaften von Festkörpern, speziell von Chalkogeniden. Phasenwechselmaterialien (englisch phase change materials,

kurz PCMs) zeichnen sich durch schnelle, reversible Übergänge zwischen einer kristallinen und einer amorphen Phase aus. Dieser Wechsel geht einher mit einem starken Kontrast im elektrischen Widerstand und in den optischen Eigenschaften. Anwendung finden solche einzigartigen Eigenschaften vor allem in Datenspeichermedien.

PCMs werden aktuell auch als potenzielle Kandidaten für neuromorphe Computersysteme – neurologisch inspirierte Systeme, deren Schaltkreise künstliche Synapsen beinhalten – gehandelt. Eine Motivation für die Entwicklung solcher Systeme ist der niedrige Energieverbrauch von etwa 20 Watt des Gehirns im Vergleich zu Computersystemen. Eine Reduzierung des Energieverbrauchs bei einem zu erwartenden starken Anstieg der genutzten Computer und Smartphones verspricht unter anderem einen positiven Einfluss auf die Umwelt.

Im Zuge der Arbeit an PCMs wurde eine Klasse von Materialien entdeckt, welche ein einzigartiges Portfolio von Eigenschaften aufweist, die sich durch keinen bereits etablierten Bindungsmechanismus erklären lassen. Bislang bekannte chemische Bindungen sind die kovalente, ionische und die metallische Bindung sowie die schwächere Wasserstoffbrückenbindung und die Van-der-Waals-Wechselwirkung. Die ungewöhnlichen Eigenschaften von kristallinen Phasenwechselmaterialien und verwandter Chalkogenide liefern offensichtlich ein erstes Indiz für die Existenz einer weiteren Bindung – kurz MVB für metavalent bonding genannt – da diese zwischen der metallischen und der kovalenten Bindung zu liegen scheint.

Es stellt sich daher die Frage, ob man neben den Eigenschaften der Materialien ein weiteres Merkmal für die Besonderheit der metavalenten Bindung identifizieren kann. Die

verschiedenen Bindungsmechanismen unterscheiden sich im Wesentlichen in der Stärke der Wechselwirkung und im Grad der Elektronenlokalisierung, das heißt über wie viele Atome die Elektronen verteilt sind. Der Grad der Elektronenlokalisierung ist in kovalenten Materialien hoch und in Metallen niedrig. Dank moderner quantenmechanischer Methoden ist es gelungen zu zeigen, dass in metavalenten Materialien der Grad der Elektronenlokalisierung genau zwischen ionischen, metallischen und kovalenten Verbindungen liegt. Dies kann durch eine zweidimensionale

Karte gezeigt werden, welche die Anzahl der geteilten und transferierten Elektronen zwischen zwei benachbarten Atomen enthält, siehe Bild 1<sup>[2]</sup>.

Die bisherigen Ergebnisse sind rein quantenmechanischer, also theoretischer Natur. Damit stellt sich die Frage, ob die These der Existenz einer weiteren fundamentalen Bindung experimentell überprüft werden kann. Wie bereits erwähnt, war es lange Zeit nicht möglich oder sehr schwierig, chemische Bindungen experimentell zu charakterisieren. Acht Jahrzehnte nach Linus Paulings

Veröffentlichung „The Nature of the Chemical Bond“<sup>[3]</sup> haben sich die experimentellen Methoden enorm weiterentwickelt, so dass heute neue Möglichkeiten bestehen, chemische Bindungen zu studieren. Eine davon ist die Atomsonde, deren Funktionsprinzip in Bild 2 dargestellt ist.

Man fertigt dünne Spitzen mit einem Radius von 20-50 nm an, die an eine lokale Elektrode herangeführt werden. Zwischen Elektrode und Spitze wird dann ein elektrisches Feld angelegt, welches bei ausreichender Stärke dazu führt, dass einzelne Atome aus dem

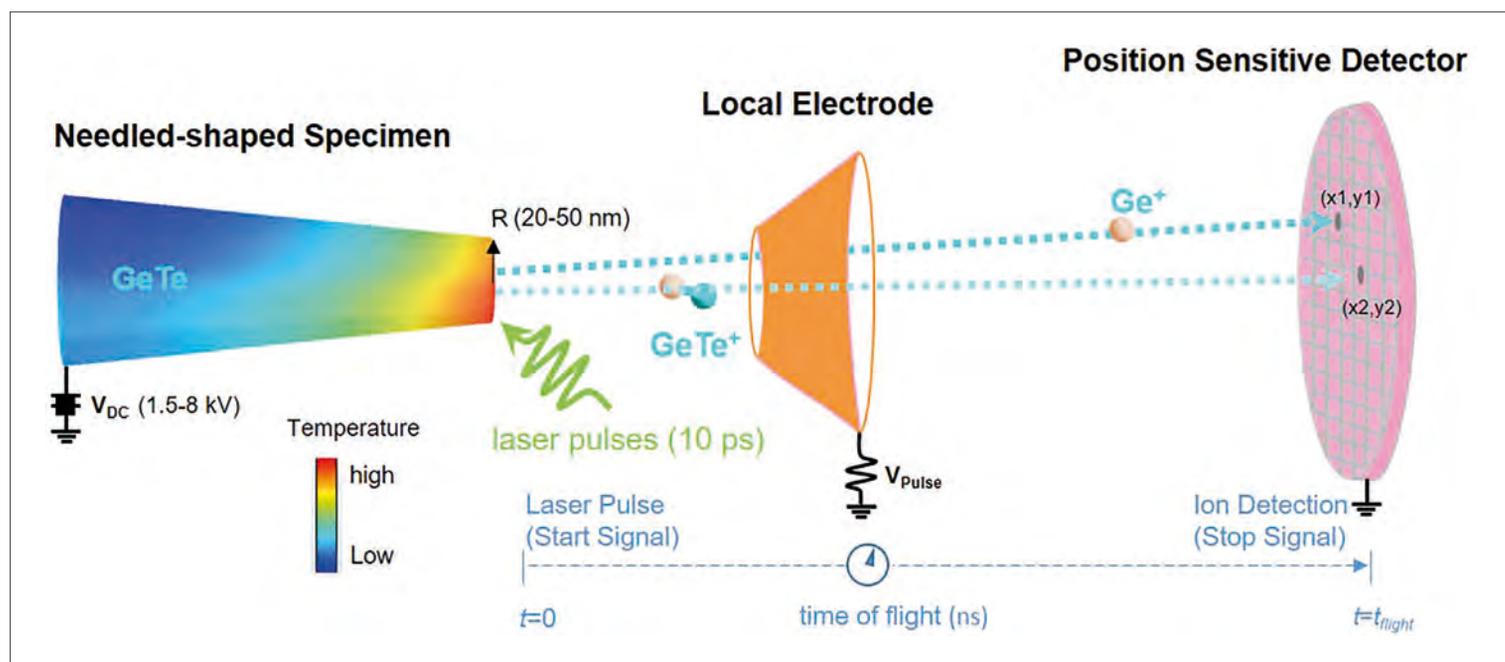


Bild 2: Das Funktionsprinzip der Atomsonde<sup>[4]</sup>: Atome treten aus einer nadelförmigen Probe aus, werden ionisiert und durch ein elektrisches Feld in Richtung Detektor beschleunigt. In Kombination mit einem Massenspektrometer lassen sich die Position und chemische Identität der Ionen bestimmen.

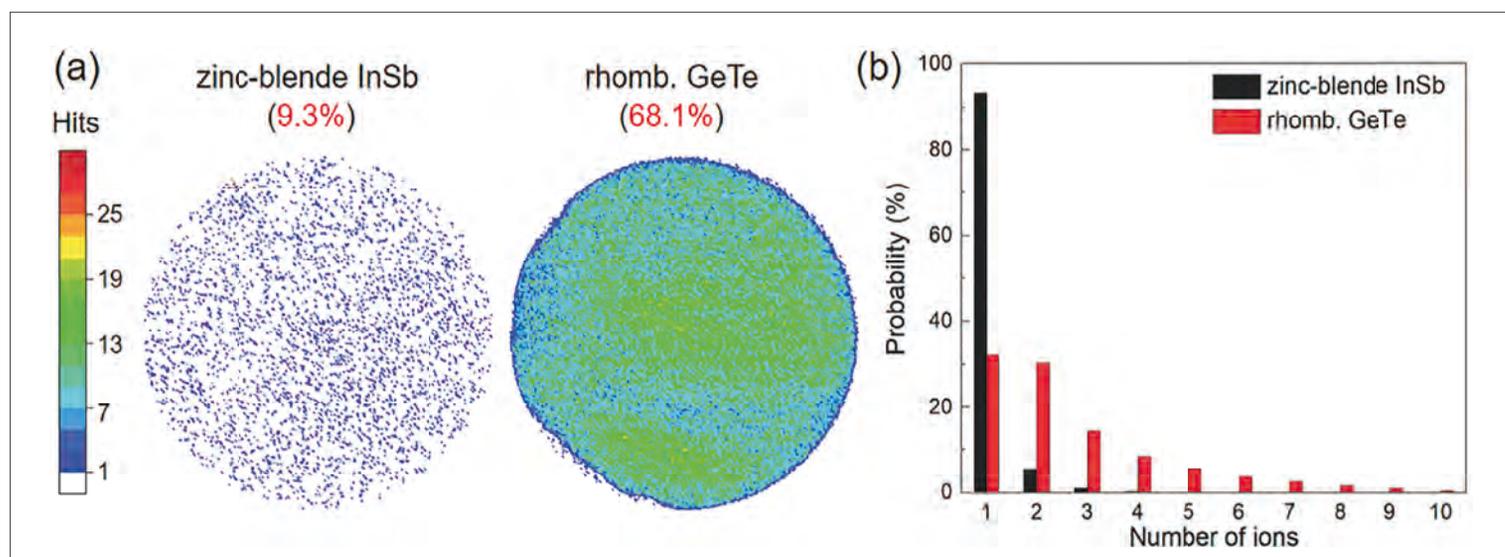


Bild 3: Unterschied in der „Wahrscheinlichkeit für Mehrfachereignisse“ zwischen metavalentem Germaniumtellurid (GeTe) und kovalentem Indiumantimonid (InSb)<sup>[4]</sup>: (a) Zeigt die Verteilung der Mehrfachereignisse auf dem Detektor für metavalentes GeTe und kovalentes InSb; (b) zeigt die Wahrscheinlichkeit für Einfach- und Mehrfachereignisse in Abhängigkeit der Anzahl der detektierten Ionen für metavalentes GeTe und kovalent gebundenes InSb.

Material entfernt werden können. Um die Atome kontrolliert aus dem Material auszulösen, verwendet man kurze Laser- oder Spannungspulse. Die ausgelösten Atome werden anschließend ionisiert, im elektrischen Feld zur lokalen Elektrode hin beschleunigt und positionssensitiv detektiert. In Kombination mit einem Massenspektrometer kann man neben der Position auch die chemische Identität der detektierten Ionen bestimmen. Um Atome aus der Spitze zu entfernen, müssen offensichtlich Bindungen gebrochen werden. Die Untersuchungen zeigen, dass dies für Materialien mit verschiedenen Bindungsmechanismen unterschiedlich geschieht. Nur bei Materialien, die die metavalente Bindung nutzen, können mit hoher Wahrscheinlichkeit bei einem Laser- oder Spannungspuls

mehrere Ionen gleichzeitig detektiert werden (Wahrscheinlichkeit für Mehrfachereignisse)<sup>[4]</sup>. Für alle anderen Bindungsmechanismen liegt diese Wahrscheinlichkeit deutlich niedriger, typischerweise um etwa zehn Prozent und stets unter 40 Prozent. Diese Ergebnisse sind in Bild 3 für kristallines Germaniumtellurid (GeTe, metavalent) und Indiumantimonid (InSb, kovalent) dargestellt. Die Materialien, welche einen speziellen Grad der Elektronenlokalisierung aufweisen, zeigen auch ein einzigartiges Bindungsbrechungsverhalten. Der Verdacht einer neuen chemischen Bindung kann also experimentell durch die Atomsonde bestätigt werden. Soll man aber aufgrund eines Unterschiedes in der Elektronenlokalisierung und im Bindungsbrechungsverhalten bereits von einem

neuen Bindungsmechanismus sprechen oder ist die metavalente Bindung nur eine Kombination aus bereits bekannten Bindungsmechanismen? Dies ist aktuell eine kontroverse und interessante Frage mit Bezug auf die chemische Bindung in Festkörpern, die mit weitreichenden Folgen für die Festkörperchemie, -physik und die Materialwissenschaften verbunden ist. Wir sehen in der metavalenten Bindung eine neue chemische Bindung, da sich metavalente Materialien in Bezug auf ihre physikalischen Eigenschaften klar von metallischen, kovalenten oder ionischen Verbindungen unterscheiden. Einige Beispiele sind in Bild 4 dargestellt, welches optische und elastische Eigenschaften zeigt<sup>[2]</sup>. Interessant ist auch die Tatsache, dass all diese Materialien, die ein spezielles Bindungsbrechungs-

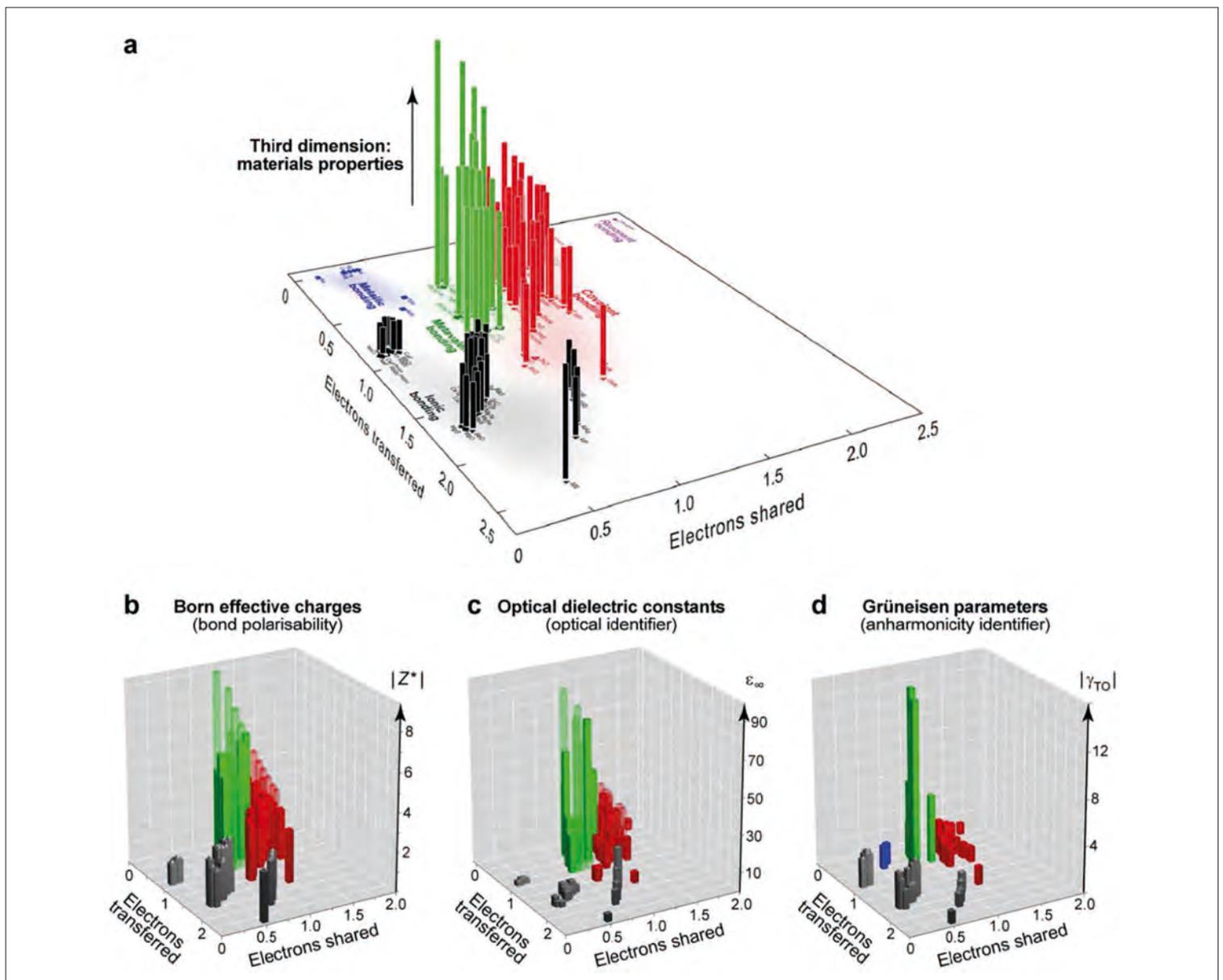


Bild 4: Beispiele optischer und elastischer Eigenschaften, welche chemische Bindungsinformation enthalten und worin sich metavalente Materialien (in grün) deutlich von kovalenten (rot), metallischen (blau) und ionischen (schwarz) Verbindungen unterscheiden<sup>[2]</sup>: (a) Die in Bild 1 gezeigte quantenmechanische Karte erweitert um eine dritte Achse – die Materialeigenschaften; (b) die Bindungspolarisierbarkeit; (c) die optische dielektrische Konstante und (d) der Grüneisenparameter, ein Maß für die Anharmonizität der chemischen Bindung.

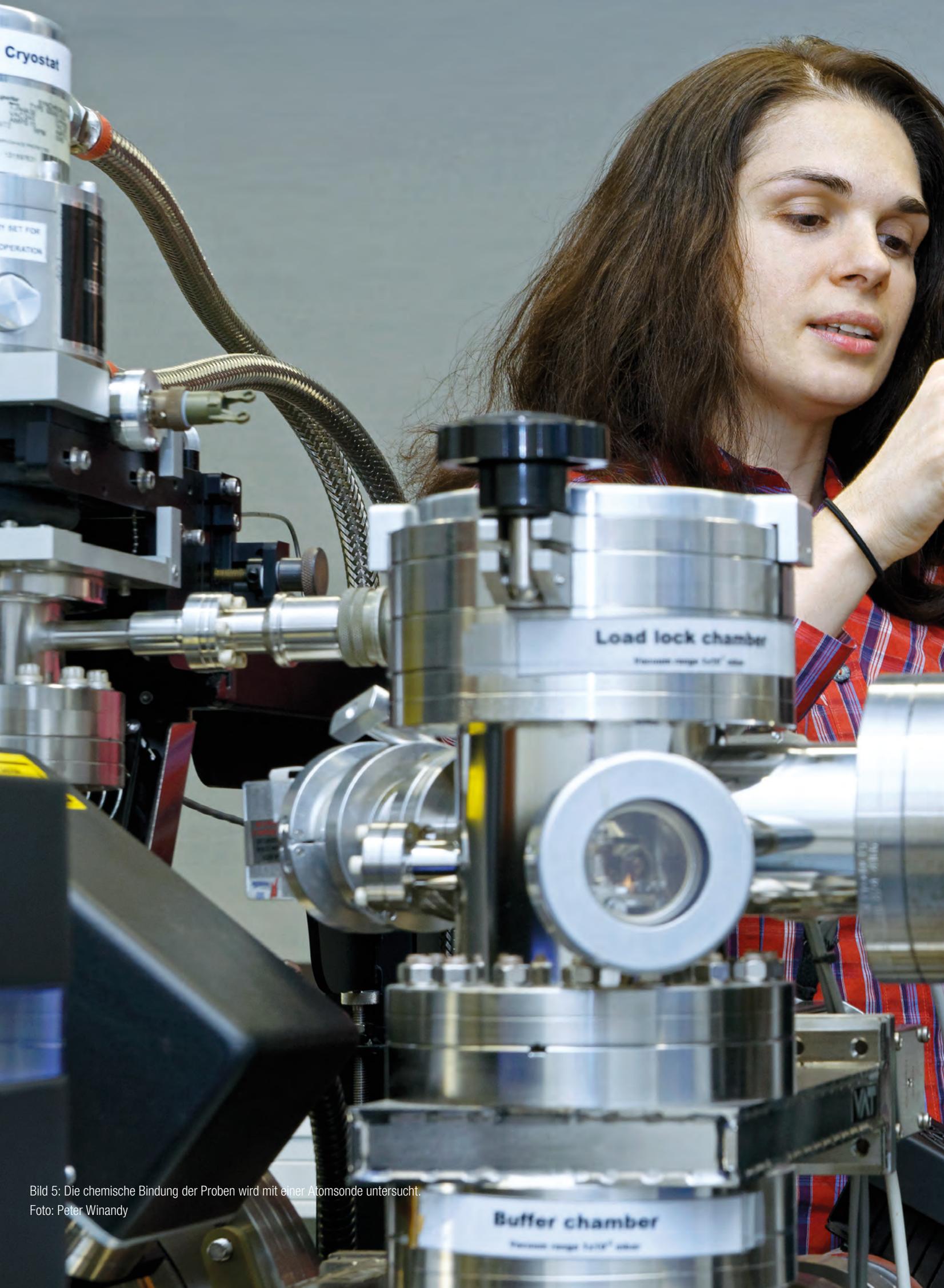
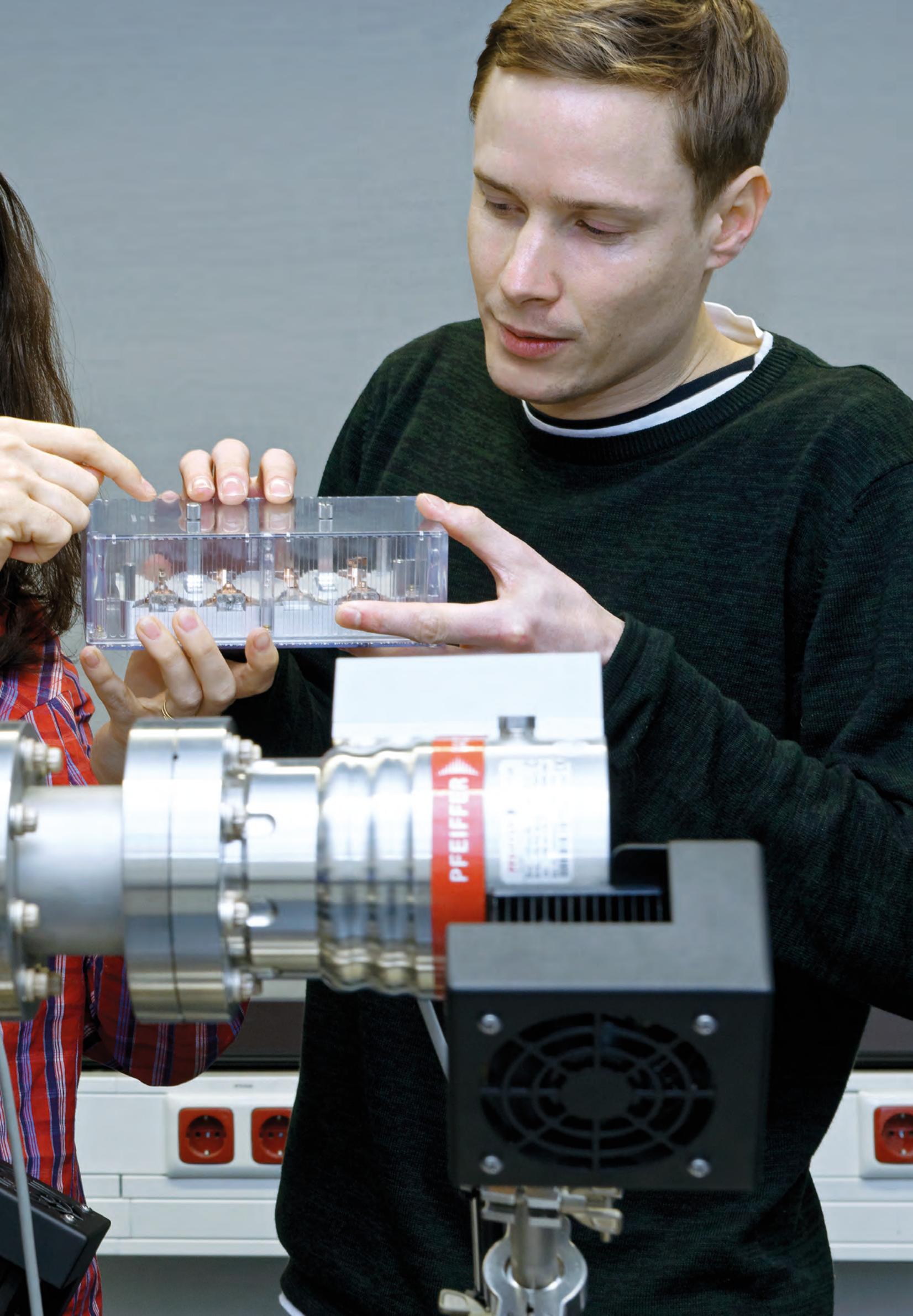


Bild 5: Die chemische Bindung der Proben wird mit einer Atomsonde untersucht.  
Foto: Peter Winandy



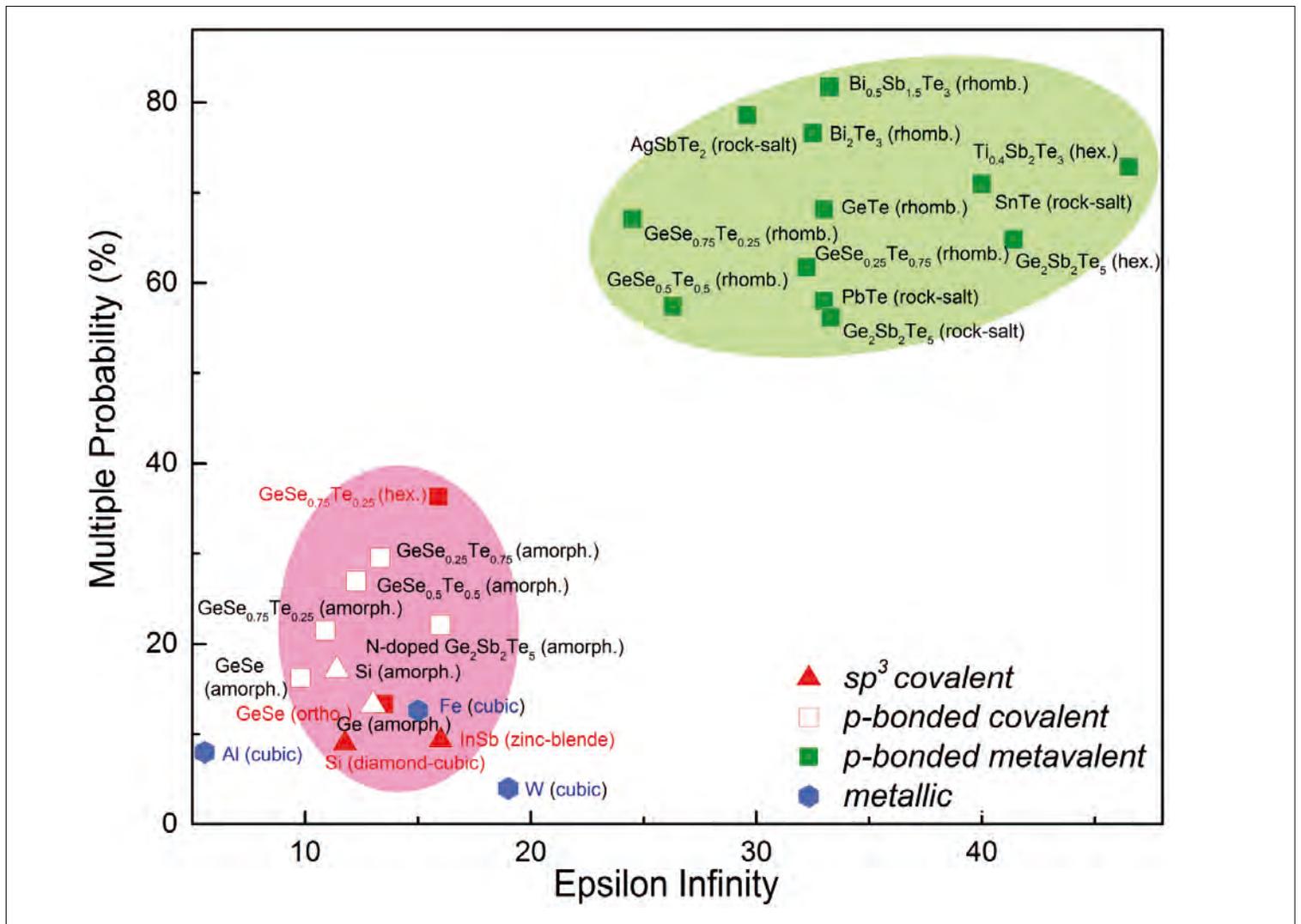


Bild 6: MVB-Materialien (grün) zeigen eine hohe „Wahrscheinlichkeit von Mehrfachereignissen“ und eine hohe dielektrische Konstante und können eindeutig von Nicht-MVB-Materialien abgegrenzt werden<sup>[4]</sup>.

verhalten in der Atomsonde zeigen, auch eine hohe dielektrische Konstante aufweisen, siehe Bild 6. Quantenmechanik, Atomsonde und optische Eigenschaften deuten folglich ohne Ausnahme auf eine neue chemische Bindung hin.

Warum ist dies relevant für Phasenwechselmaterialien? Zunächst besteht hier nach wie vor Forschungsbedarf, um den atomaren Mechanismus der schnellen, reversiblen Phasenwechsel besser zu verstehen und die bereits existierenden Speichermedien zu verbessern. Einige kristalline PCMs zeigen MVB, während amorphe PCMs das nicht tun, siehe Bild 6. Es besteht bereits seit 2008 der Verdacht einer speziellen chemischen Bindung in der kristallinen Phase von PCMs<sup>[5]</sup>. Historisch wurde der Begriff der Resonanzbindung geprägt, welcher sich an den Arbeiten von Luovsky und White aus dem Jahr 1973 orientierte, da diese versucht haben,

Unterschiede in amorphen und kristallinen Halbleitern mit diesem Bindungskonzept zu erklären<sup>[6]</sup>. Deren Konzept ist angelehnt an die Resonanzbindung in Molekülen, welche benutzt wird, um eine gewisse Elektronendelokalisierung – das heißt eine Verteilung der Elektronen über mehrere Atome – zu beschreiben. Ein Beispiel ist das Benzolmolekül, wo sechs Elektronen über den Ring delokalisiert – also über mehrere Atome verteilt sind. Warum bleiben wir nicht einfach bei diesem Resonanzbindungskonzept? Beim Vergleich der optischen und elastischen Eigenschaften von klassisch resonant gebundenen Materialien wie Benzol und Graphit mit denen von MVB-Materialien, siehe Bild 7, finden sich deutliche Unterschiede<sup>[7]</sup>. Somit müssen resonant gebundene und MVB-Materialien voneinander unterschieden werden. Die Ergebnisse zeigen deutlich, dass das Vorhandensein der metavalenten Bindung

mit einzigartigen physikalischen Eigenschaften verknüpft ist, welche sich von resonant gebundenen Materialien unterscheiden. Somit ist eine Definition der metavalenten Bindung als eine neue chemische Bindung angemessen und notwendig. Im Umkehrschluss muss es möglich sein, MVB zu nutzen, um gezielt physikalische Eigenschaften einzustellen, wodurch Materialdesign möglich wird. Darauf konzentrieren sich die Forschungsprojekte am Lehrstuhl für Experimentalphysik IA. Die kontroverse Debatte über die chemische Bindung wird also auch im Jahr 2019 weitergehen, und MVB verspricht viele weitere, interessante Forschungsarbeiten mit hoher Relevanz für die Festkörperchemie, -physik und die Materialwissenschaften. Und vielleicht müssen bald auch die Lehrbücher für Naturwissenschaftler um eine neue chemische Bindung – die metavalente Bindung – erweitert werden.

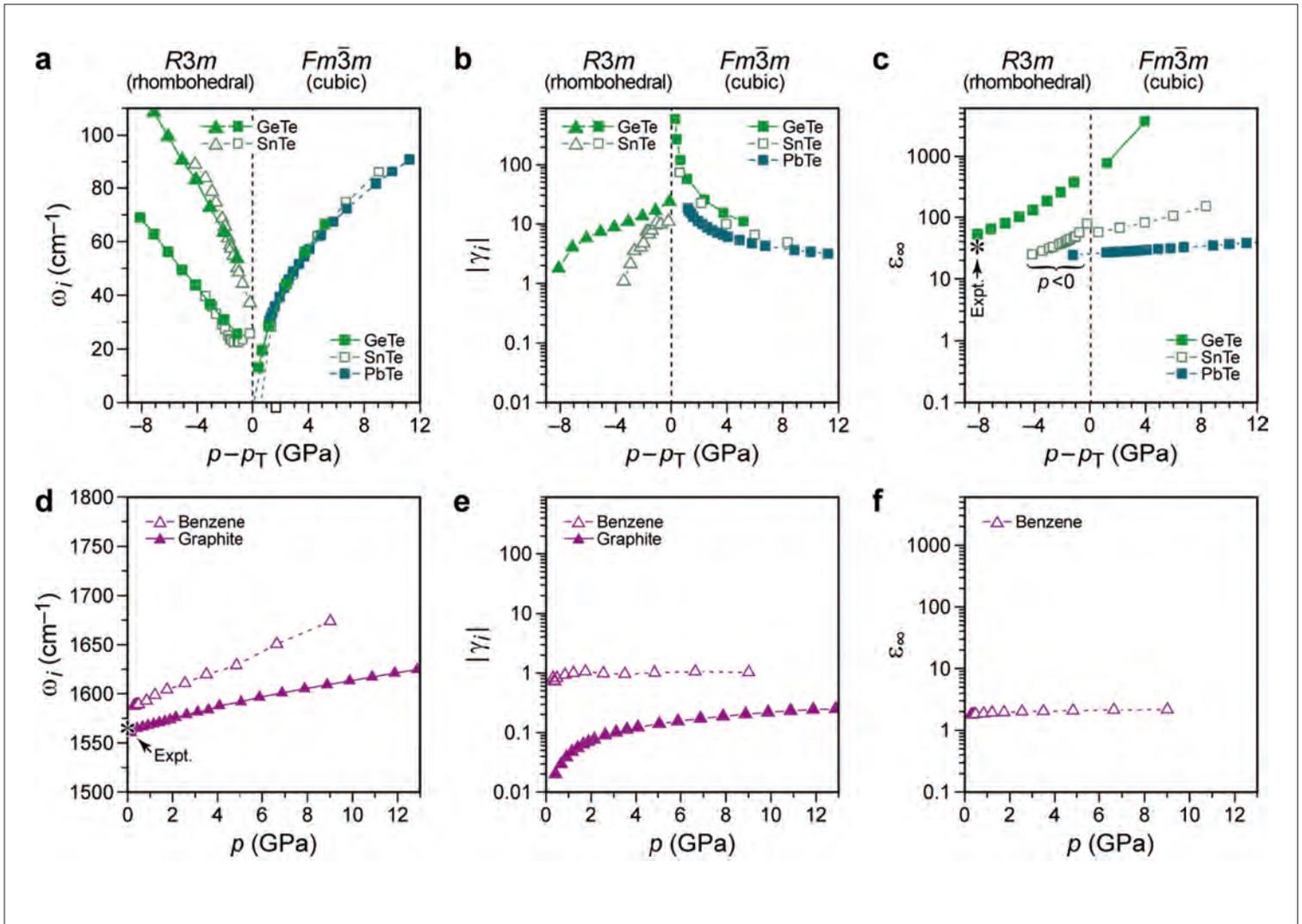


Bild 7: Optische und elastische Eigenschaften von MVB-Materialien (a-c) im Vergleich zu resonant gebundenen Materialien (d-f)<sup>[7]</sup>. Man erkennt, dass die optischen Phononenfrequenzen (a und d) für MVB-Materialien deutlich niedriger und stärker druckabhängig sind im Vergleich zu resonant gebundenen Materialien; Grüneisenparameter (b und e) und optische, dielektrische Konstanten (c und f) sind stärker druckabhängig und wesentlich höher für MVB-Materialien im Vergleich zu resonant gebundenen Materialien.

#### Literatur

- [1] Ball, P., Beyond the bond, Nature, 2011, 469, 26.  
 [2] Raty, J.-Y., Schumacher, M., Golub, P., Deringer, V. L., Gatti, C., Wuttig, M., A Quantum-Mechanical Map for Bonding and Properties in Solids, Adv. Mater. 2019, 31, 1806280.  
 [3] Pauling, L., The Nature Of The Chemical Bond, Cornell University Press, 1939.  
 [4] Zhu, M., Cojocaru-Mirédin, O., Mio, A. M., Keutgen, J., Küpers, M., Yu, Y., Cho, J.-Y., Dronskowski, R., Wuttig, M., Unique Bond Breaking in Crystalline Phase Change Materials and the Quest for Metavalent Bonding, Adv. Mater. 2018, 30, 1706735.  
 [5] Shportko, K., Kremers, S., Woda, M., Lencer, D., Robertson, J., Wuttig, M., Resonant bonding in crystalline phase-change materials, Nat. Mater. 2008, 7, 653.  
 [6] Lucovsky, G., White, R. M., Effects of

- Resonance Bonding on the Properties of Crystalline and Amorphous Semiconductors, Phys. Rev. B, 1973, 8, 660.  
 [7] Wuttig, M., Deringer, V. L., Gonze, X., Bichara, C., Raty, J.-Y., Incipient Metals: Functional Materials with a Unique Bonding Mechanism, Adv. Mater. 2018, 30, 1803777.

#### Autoren

Stefan Maier, Ph.D. ist wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Experimentalphysik IA.  
 Dr. rer. nat. Oana Cojocaru-Mirédin, Ph.D. ist Gruppenleiterin am Lehrstuhl für Experimentalphysik IA.  
 Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Matthias Wuttig ist Inhaber des Lehrstuhls für Experimentalphysik IA.

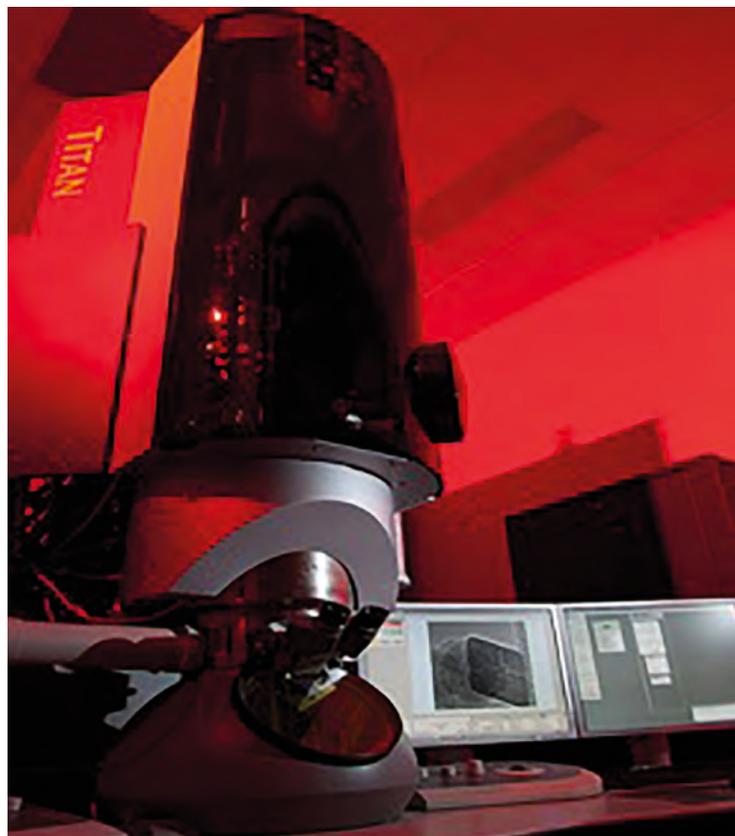


Bild 1: Das Ernst Ruska-Centrum für Mikroskopie und Spektroskopie mit Elektronen (links) ist eine gemeinsame Einrichtung von Forschungszentrum Jülich und RWTH Aachen; eines der hochauflösenden aberrationskorrigierten TEM<sup>1</sup>-Geräte (rechts).

Foto: Forschungszentrum Jülich

Juri Barthel, Hongchu Du, Rafal Dunin-Borkowski, Martha Lipinska, Joachim Mayer

# Den Aufbau der Materie entschlüsseln

## Das Ernst Ruska-Centrum für Mikroskopie und Spektroskopie mit Elektronen

One of the greatest challenges of the 21<sup>st</sup> century is to develop new materials in an integrated and cooperative fashion, in which design, synthesis, characterization, modelling of structure and behavior and applications work together in a concerted manner. The use of the most advanced electron microscopes leads to synergies between scientists working on a wide range of topics and materials systems. Based on this background, Forschungszentrum Jülich and

RWTH Aachen University have jointly founded the Ernst Ruska-Centre for Microscopy and Spectroscopy with Electrons (ER-C). The ER-C is already an internationally leading centre in ultra-high-resolution transmission electron microscopy, and has also been operated as a national user centre since its establishment in 2004. In the present article we will highlight the background of and existing applications at the Ernst Ruska-Centre.

<sup>1</sup>Transmissionselektronenmikroskop: Probe wird mit einem hochenergetischen Elektronenstrahl durchstrahlt und wie im Lichtmikroskop, aber mit 10.000fach besserer Auflösung, untersucht.



Bild 2: PICO ist das zweite Transmissionselektronenmikroskop weltweit mit einem Korrektor für die sphärische Aberration.

Foto: Forschungszentrum Jülich

Die Lösungen der globalen Herausforderungen, aber auch der industrielle Fortschritt in Deutschland hängen eng mit der Verfügbarkeit geeigneter Werkstoffe und Werkstofftechnologien zusammen. Materialien sind in vielen Fällen der Technologietreiber und die stetig steigende Breite an Anforderungen in der Anwendung stellt eine zunehmende Herausforderung an die Entwicklung neuer Materialien dar. Aus nationaler Sicht kann die Technologieführerschaft in vielen Bereichen aber nur noch gesichert werden, wenn Materialentwicklungen schneller abgeschlossen werden und die Nachhaltigkeit durch eine integrale Betrachtung des Lebenszyklus ge-

währleistet ist. Dies kann nur gelingen, wenn die Werkstoffentwicklung von Anfang an von Modellierungs- und Charakterisierungsaktivitäten begleitet wird, die den gesamten Lebenszyklus umfassen.

Eine der größten Herausforderungen des 21. Jahrhunderts ist, Materialforschung und -entwicklung in einer integrativen und kooperativen Weise voranzutreiben, in welcher modellgestütztes Materialdesign, Synthese, Charakterisierung, Modellierung von Struktur und Verhalten wie auch Anwendungen in abgestimmter Weise zusammenarbeiten. Die Nutzbarmachung elektronenmikroskopischer Charakterisierungsverfahren höchster Ent-

wicklungsstufe wird daher bei einer großen Breite von Themen und Materialsystemen zu vielschichtigen Synergieeffekten führen. Vor diesem Hintergrund gründeten die RWTH Aachen und das Forschungszentrum Jülich im Jahre 2004 das Ernst Ruska-Centrum für Mikroskopie und Spektroskopie mit Elektronen, kurz ER-C. Diese Nutzereinrichtung auf international höchstem Niveau wurde nach dem Nobelpreisträger Ernst Ruska benannt. Unter der Leitung der Professoren Rafal Dunin-Borkowski und Joachim Mayer entwickelt das ER-C wissenschaftlich-technische Infrastruktur und Methoden für die Materialforschung. Es ermöglicht Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftlern aus Universitäten, Forschungseinrichtungen und Industrie den Zugang zu den leistungsfähigsten Elektronenmikroskopen. Die Hälfte der verfügbaren Messzeit wird nach wissenschaftlichen Kriterien an externe Nutzer vergeben, gemäß einer Vereinbarung mit der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG). Diese benennt auch das Gremium, das die Anträge begutachtet. Nanomaterialien nutzen neue physikalische Effekte aus, die sich nicht aus den Volumeneigenschaften in der makroskopischen Welt ableiten lassen. Die zunehmende Bedeutung von Oberflächen, von inneren Grenzflächen

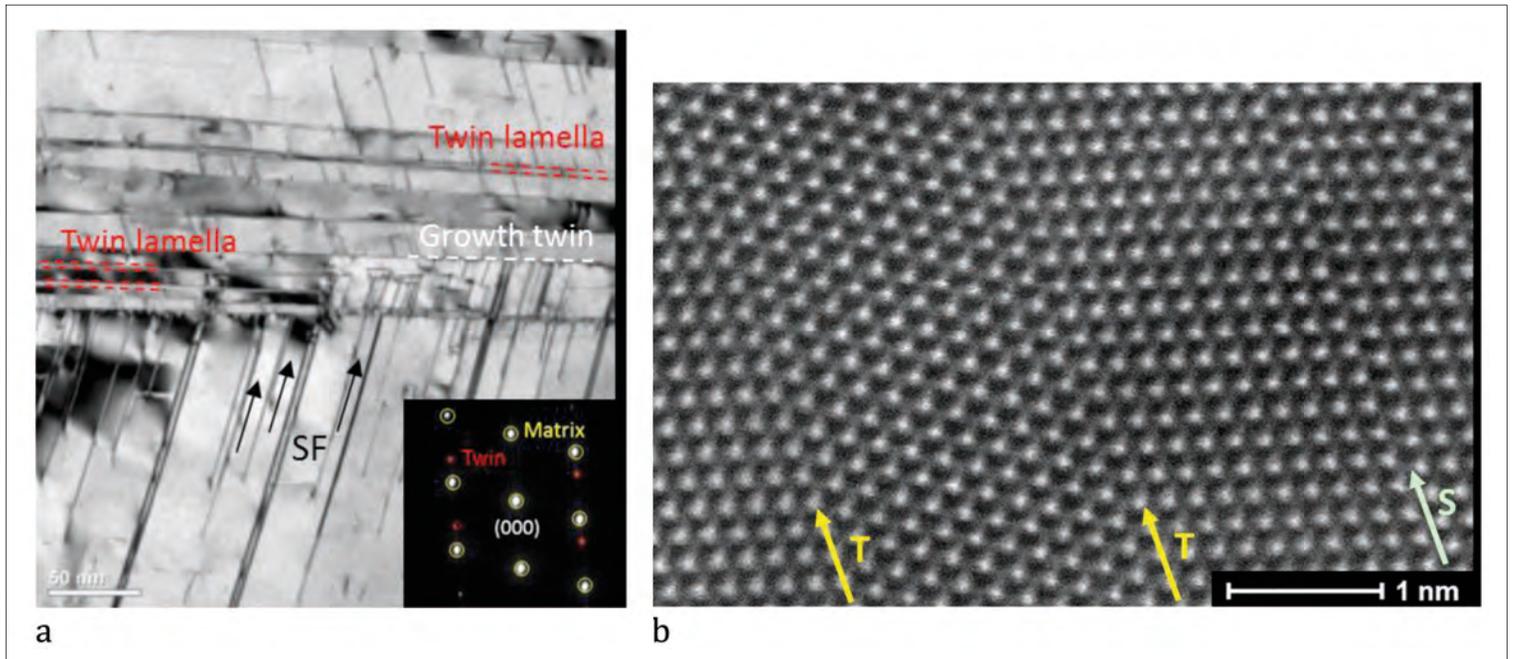


Bild 3: (a) Verformungsbedingte Zwillingsgrenzen in einer Fe-14Cr-16Mn-0.3C-0.3N-Legierung. Durch die Zwillingsgrenzen entstehen Hindernisse für die weitere plastische Verformung, welche das Verfestigungsverhalten der Legierung prägen. (b) Hochauflösendes STEM-Bild der atomaren Struktur der Defekte. Erkennbar sind Zwillinge (Twins, T) und Stapelfehler (Stacking Faults, S).

und auch von physikalischen Quanteneffekten erschließen neue Eigenschaftsdimensionen mit entsprechend hoher Anwendungsrelevanz. Das wissenschaftliche, technologische und auch ökonomische Potenzial dieser Entwicklungen wurde frühzeitig erkannt und in unterschiedlichen Bereichen mit hoher Priorität gefördert. Allen Bereichen ist gemeinsam, dass weitere Verbesserungen ein tiefgreifendes Verständnis auf der Ebene der atomaren und molekularen Bausteine erfordern, welches häufig nur ansatzweise existiert. Gerade die Charakterisierung kann hier Impulse liefern und Auskunft über universelle strukturelle Eigenschaften und Wirkmechanismen geben.

Die Charakterisierung solcher Materialien kann nicht im Ensemble vorgenommen werden, sondern erfordert strukturelle Information über einzelne nanoskalige Bereiche. Um ein besseres Verständnis zu erhalten, kann diese Information dann auch als Ausgangspunkt für theoretische Simulationen benutzt werden, wobei sowohl ortsaufgelöste strukturelle Daten als auch Informationen über die elektronische Struktur benötigt werden.

Mit der Installation von PICO in 2011 und seiner weiteren Verbesserung in den letzten Jahren sind alle Weichen dafür gestellt, dass das ER-C weiter seine internationale Spitzenstellung einnehmen kann. PICO ist eines von derzeit weltweit drei Transmissionselektronenmikroskopen, die neben der sphärischen Aberration noch einen weiteren unvermeidlichen Linsenfehler – die chromatische Aberration – korrigieren können und so ein Auflösungsvermögen von rund 50 Pikometern erreichen. Damit lassen sich Atomabstände und Atomverschiebungen messen. Im Nutzerbetrieb bietet das ER-C neben elektronenoptischen Spitzengeräten auch Einrichtungen zur Probenpräparation und zur Voruntersuchung elektronenmikroskopischer Präparate. Außerdem unterstützen die Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler des ER-Cs die Nutzerinnen und Nutzer aus Wissenschaft und Industrie mit ihrem methodischen Know-how etwa bei der Analyse von Messdaten.

Das Anwendungsspektrum am ER-C reicht von der Untersuchung neuer hochfester Stähle über eine breite Palette von Struktur-

werkstoffen und funktionalen Materialien bis hin zu Anwendungen im Bereich der weichen Materie und der Lebenswissenschaften. So beteiligen sich die Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter am Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie (GFE) der RWTH an der Entwicklung von neuen hochfesten Stählen und nutzen dafür auch die hochauflösenden Instrumente am ER-C. Die Stähle erhalten ihre besonderen Eigenschaften durch einen hohen Mangan-Gehalt und zeichnen sich durch eine außergewöhnliche Kombination von Festigkeit und Verformbarkeit aus. Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen sollen zum Verständnis des Zusammenhangs zwischen chemischer Zusammensetzung, Gefüge, thermodynamischen Eigenschaften und der Defektbildung und Verfestigung während der Verformung beitragen<sup>[1-3]</sup>. Die im Rahmen des Sonderforschungsbereichs SFB 761 „Stahl ab-initio“ durchgeführten Untersuchungen beruhen auf einer Kombination von hochauflösenden TEM- und STEM<sup>2</sup>-Untersuchungen und verknüpfen diese mit den mechanischen Eigenschaften und mit theoretischen Vorhersagen zum Legierungsver-

<sup>2</sup>Engl. Scanning Transmission Electron Microscopy, dt. Rastertransmissionselektronenmikroskopie

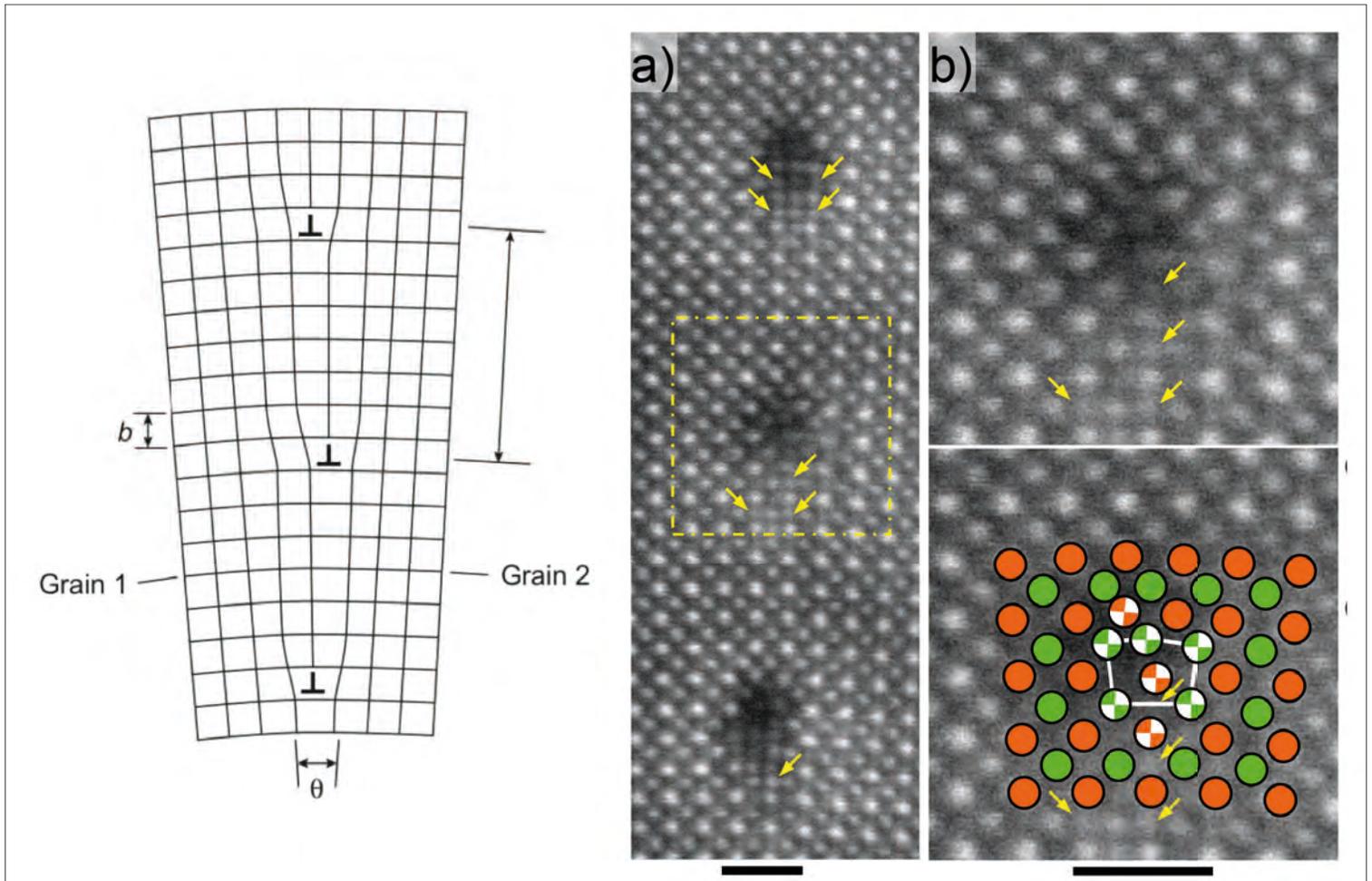


Bild 4: Schematische Darstellung der Anordnung der Versetzungskerne in einer Kleinwinkelkorngrenze (links) und STEM-Abbildung einer entsprechenden Modellprobe (rechts). Die Abbildung zeigt zusätzliche Intensitätsmaxima an der Unterseite des Versetzungskerns (a), welche auf die Bildung von Strukturelementen der kubisch-flächenzentrierten TiO-Phase an der Unterseite des Versetzungskerns hindeuten (b).

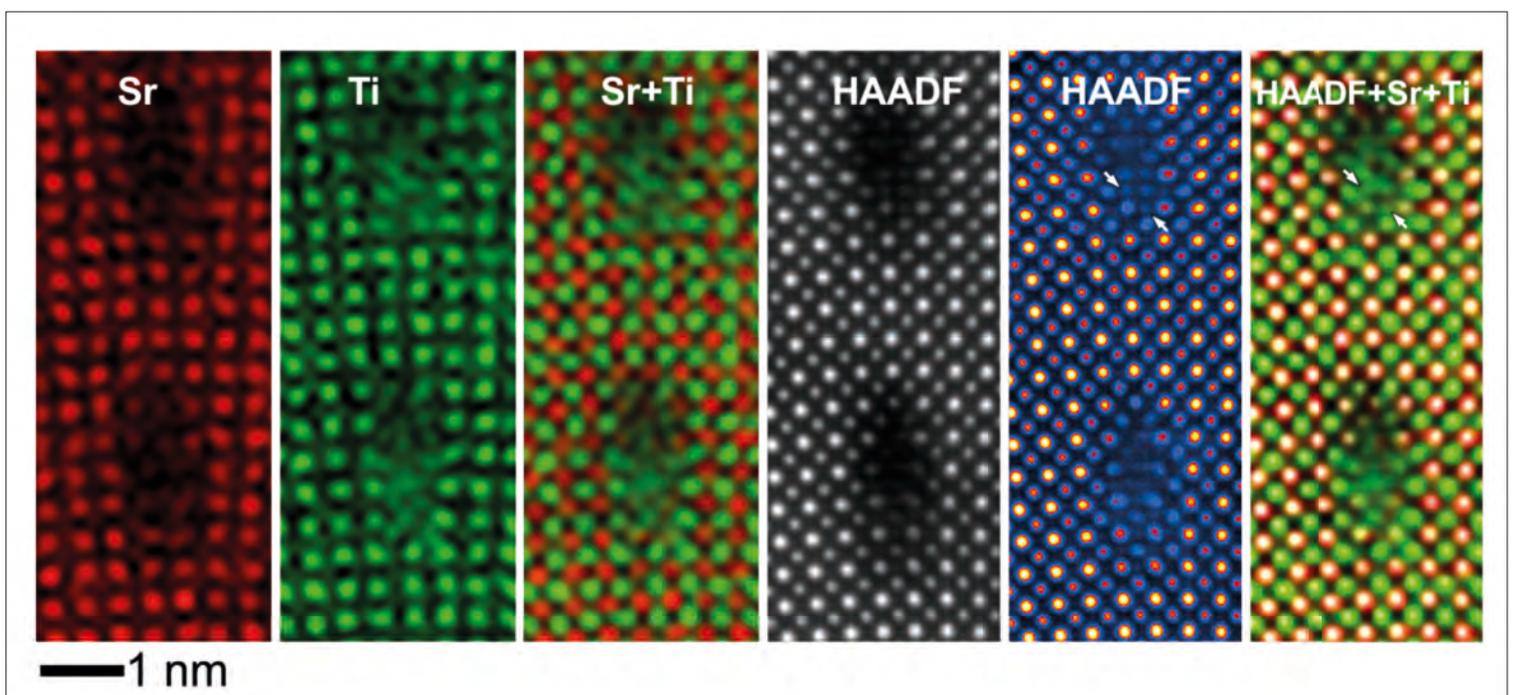
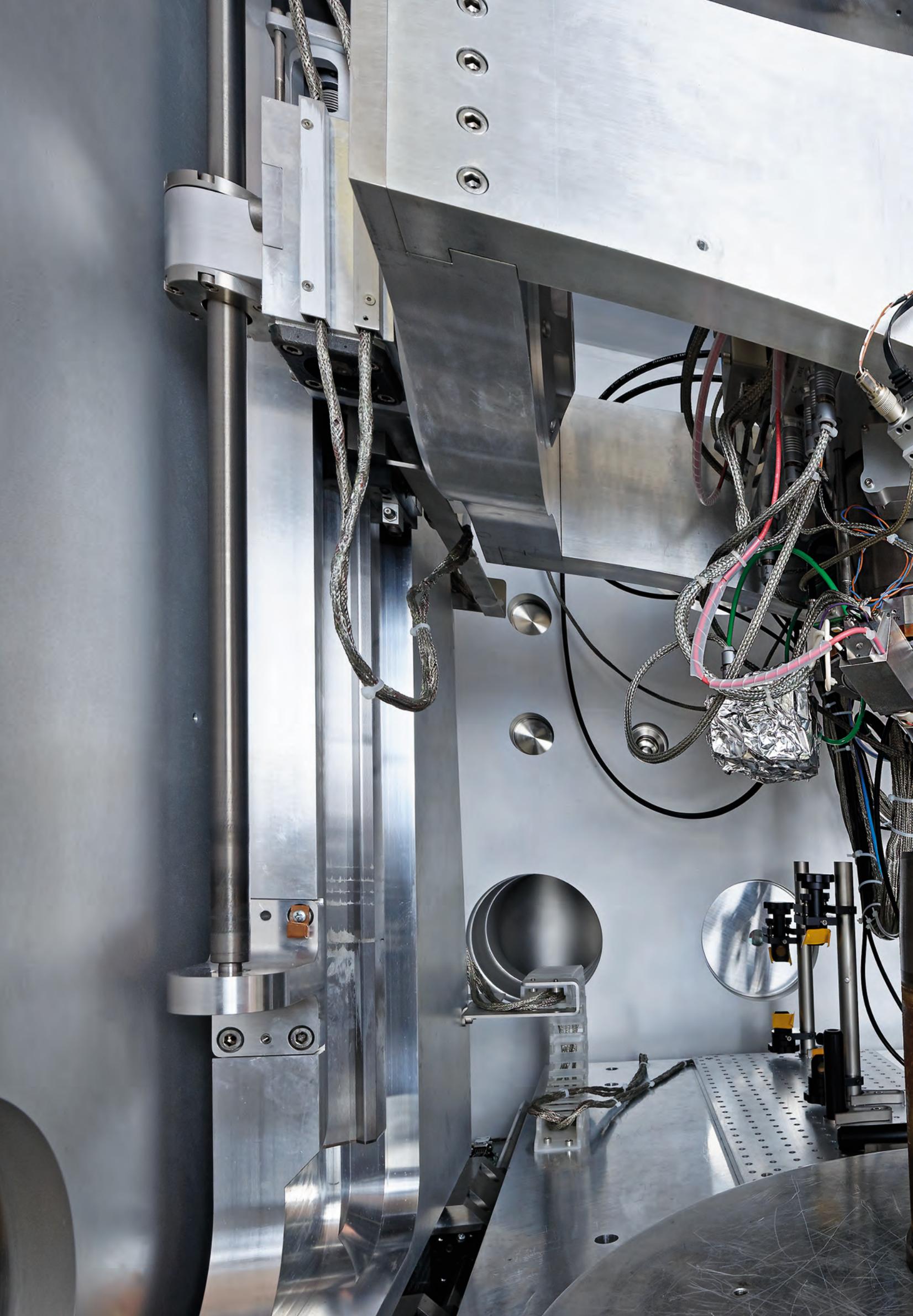


Bild 5: Analytische Untersuchung der Versetzungskerne im STEM. Mit energiedispersiver Röntgenanalyse (EDX) erhaltene Elementverteilungsbilder für Sr und Ti sowie kombinierte Bilder für beide Elemente und eine Überlagerung des HAADF (engl. high angle annular dark field, dt. Hochwinkel-Dunkelfeld)-Bilder mit den Elementverteilungsbildern. Ein Titan-Überschuss und eine Änderung der Koordination an der Unterseite des Versetzungskerns sind deutlich erkennbar.



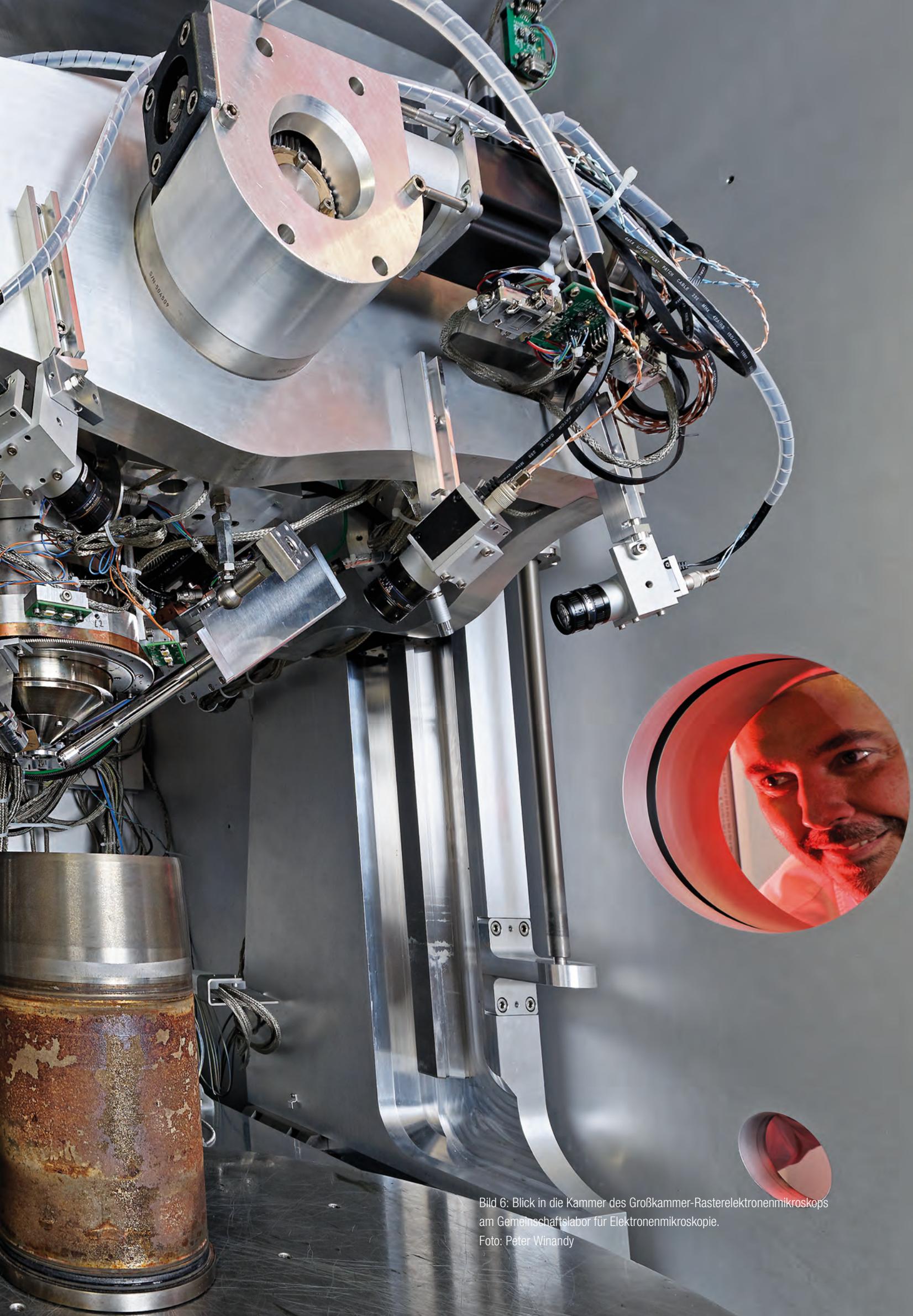


Bild 6: Blick in die Kammer des Großkammer-Rasterelektronenmikroskops am Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie.  
Foto: Peter Winandy

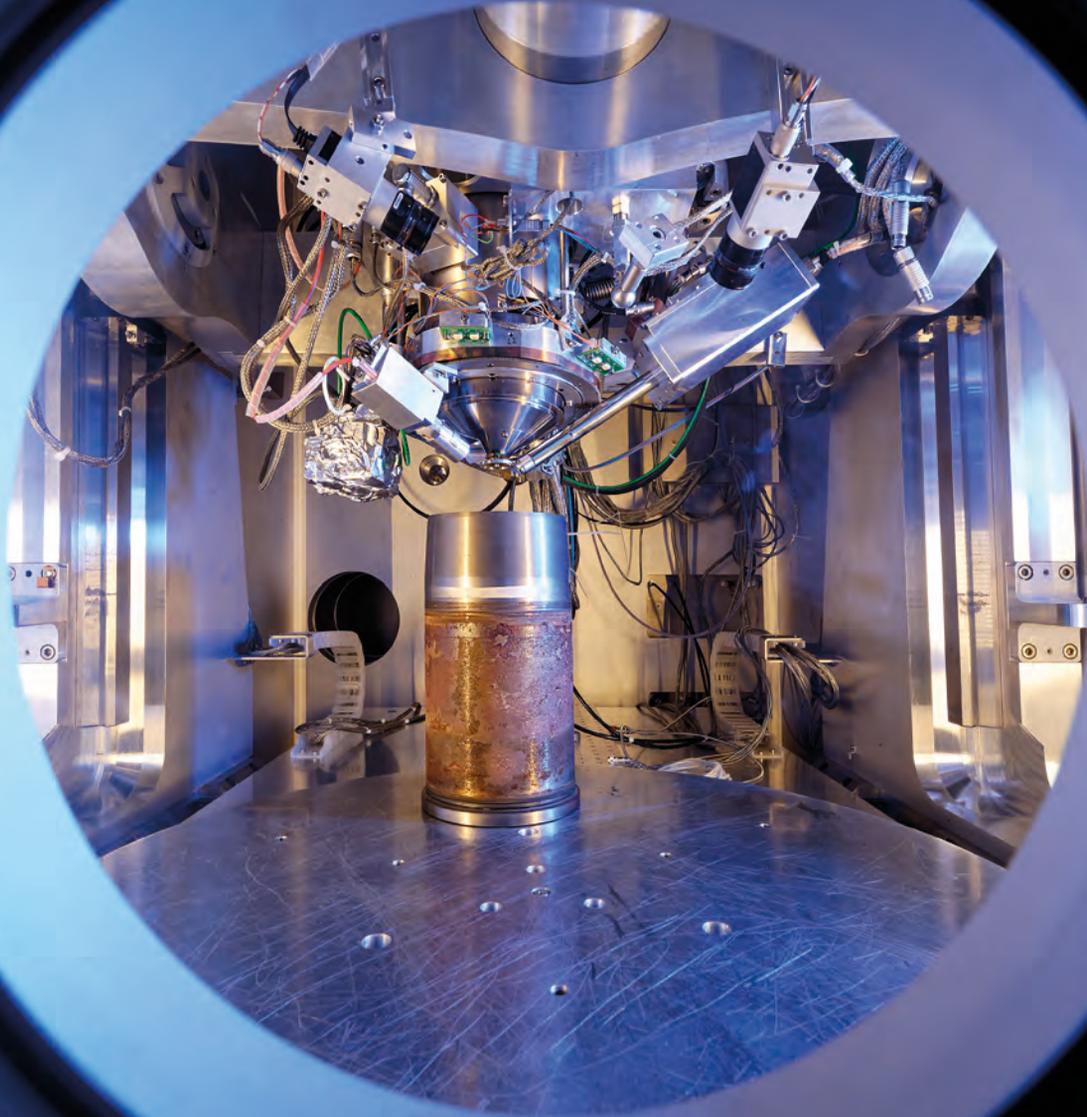


Bild 7: Das Großkammer-Rasterelektronenmikroskop erlaubt die Untersuchung großer Objekte aus verschiedenen technologischen Anwendungen ohne dass diese zerteilt oder präpariert werden müssen.

Foto: Peter Wiandy

halten. Bild 3 zeigt die verformungsbedingten Gefügeveränderungen in einer Fe-14Cr-16Mn-0.3C-0.3N-Legierung, wobei es zur Ausbildung einer hohen Zwilling- und Stapelfehlerdichte kam, welche das herausragende Verfestigungsverhalten verursachen.

Ein zweites Beispiel für gemeinsame hochauflösende Arbeiten am ER-C sind die Untersuchungen an funktionalen Oxiden im Rahmen des Sonderforschungsbereichs SFB 917 „Nanoswitches“, der sich mit dem resistiven Schalten in diesen Oxiden und möglichen Anwendungen in nichtflüchtigen Speichermedien beschäftigt<sup>[4-7]</sup>. Eine besondere Rolle spielen dabei ausgedehnte Defekte, und als Modellsysteme hierfür wurden Versetzungskerne in Strontiumtitanat-Bikristallen untersucht<sup>[4]</sup>. Bild 4 zeigt die regelmäßige Anordnung von Stufenversetzungen an einer Kleinwinkelkorngrenze in  $\text{SrTiO}_3$  und die atomare Struktur der Versetzungskerne. Die Untersuchungen wurden mithilfe der hochauflösenden STEM-Abbildung durchgeführt

und zeigen, dass an der unteren Seite der Stufenversetzungen zusätzliche atomare Säulen entstehen, welche auf die Bildung von Strukturelementen der kubisch-flächenzentrierten TiO-Phase im Verzerrungsfeld des Versetzungskerns hindeuten. Durch den reduzierten Oxidationszustand der Ti-Ionen in dieser Phase werden die Versetzungskerne elektrisch aktiv, was ihre besonderen funktionalen Eigenschaften erklärt. Diese Hypothese konnte durch hochauflösende analytische Untersuchungen mittels Röntgenfluoreszenz<sup>3</sup>-Analysen im STEM verifiziert werden. Dabei wird der Elektronenstrahl so fein fokussiert, dass eine Analyse einzelner atomarer Säulen möglich ist. Bild 5 verdeutlicht, dass im Verzerrungsfeld der Versetzungen eine Ti-reiche Phase an der Unterseite des Versetzungskerns entsteht und bestätigt damit die Aussagen aus den strukturellen Modellen.

Diese Untersuchungen stellen sehr relevante Beispiele für das auf der atomaren Ebene

erzielbare Verständnis der funktionalen Eigenschaften für technologische wichtige Materialien dar. Die Ergebnisse liefern gleichzeitig wichtige Erkenntnisse für einen quantitativen Vergleich mit theoretischen Vorhersagen aus Simulationsrechnungen und als Eingangsparameter für die Modellierung der Eigenschaften sowie des Langzeitverhaltens technologischer Werkstoffe.

An der RWTH Aachen betreibt das Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie (GFE) ebenfalls eine Palette von elektronenmikroskopischen Geräten, welche durch ihre besonderen Merkmale eine hervorragende Ergänzung zu den Geräten am Ernst Ruska-Centrum darstellen. So ist das Großkammer-Rasterelektronenmikroskop am GFE eines der wenigen Geräte weltweit, mit dem Objekte mit einem Durchmesser von bis zu 70 cm und einem Gewicht von bis zu 300 kg elektronenmikroskopisch untersucht werden können, siehe Bild 6 und Bild 7. Auch das Transmissionselektronenmikroskop Zeiss LI-

<sup>3</sup>Der Elektronenstrahl erzeugt in der Probe charakteristische Röntgenstrahlen, mit deren Hilfe die chemische Zusammensetzung des Materials bestimmt werden kann.



Bild 8: Das Transmissionselektronenmikroskop Zeiss LIBRA am Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie erlaubt aufgrund seiner besonderen Ausstattung selbst die Untersuchung von Probenmaterial in einer flüssigen Umgebung.

Foto: Peter Wiandy

BRA besitzt mit seinem Energiefilter und der Flüssigzelle für die Untersuchung von Objekten in flüssiger Umgebung eine auf nationaler Ebene einzigartige Ausstattung, siehe Bild 8.

## Autoren

Dr. Juri Barthel, Dr. Hongchu Du und Dr. Martha Lipinska sind wissenschaftliche Mitarbeiter am ER-C.

Univ.-Prof. Dr. Rafal Dunin-Borkowski ist Direktor des Ernst Ruska-Centrums (ER-C 1) und Inhaber des Lehrstuhls für Experimentalphysik IV E.

Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Joachim Mayer ist Leiter des Gemeinschaftslabors für Elektronenmikroskopie und Direktor des Ernst Ruska-Centrums (ER-C 2).

## Literatur

- [1] Raabe, D., Roters, F., Neugebauer, J., Gutierrez-Urrutia, I., Hickel, T., Bleck, W., Schneider, J. M., Wittig, J. E., Mayer, J., Ab initio-guided design of twinning-induced plasticity steels, *MRS BULLETIN* 41 (2016) 320-325.
- [2] Mosecker, L., Pierce, D.T., Schwedt, A., Beigmohamadi, M., Mayer, J., Bleck, W., Wittig, J.E., Temperature effect on deformation mechanisms and mechanical properties of a high manganese C plus N alloyed austenitic stainless steel. *Materials science and Engineering A – Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing*, 642 (2015) 71-83.
- [3] Saeed-Akbari, A., Mishra, A. K., Mayer, J., Bleck, W., Characterization and Prediction of Flow Behavior in High-Manganese Twinning Induced Plasticity Steels: Part II. Jerky Flow and Instantaneous Strain Rate. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41A (2012), 1705-1723.

- [4] Hongchu, D., Chun-Lin, J., Houben, L., Metlenko, V., De Souza, R. A., Waser, R., Mayer, J., Atomic structure and chemistry of dislocation cores at low-angle tilt grain boundary in SrTiO<sub>3</sub> bicrystals. *Acta Materialia* 89 (2015) 344-351.
- [5] Du, H., Jia, C.-L., Koehl, A., Barthel, J., Dittmann, R., Waser, R., Mayer, J., Nanosized Conducting Filaments Formed by Atomic-Scale Defects in Redox-Based Resistive Switching Memories. *Chemistry of Materials*, 29, 3164–3173 (2017).
- [6] Du, H., Jia, C.-L., Mayer, J., Local Crystallographic Shear Structures in a [201] Extended Mixed Dislocations of SrTiO<sub>3</sub> Unraveled by Atomic-Scale Imaging Using Transmission Electron Microscopy and Spectroscopy. *Faraday Discussions*, (2018) DOI: 10.1039/c8fd00102b.
- [7] Du, H., Jia, C.-L., Mayer, J., Surface Atomic Structure and Growth Mechanism of Monodisperse {1 0 0}-Faceted Strontium Titanate Zirconate Nanocubes. *Chemistry of Materials*, 28, 650–656 (2016).

# Hochfeste Stähle im Bauwesen

## Moderne Werkstoffe ermöglichen wirtschaftlicheres Bauen

When assessing load-bearing structures in the design of buildings and bridges, the choice of construction method and suitable material is an important question. For example, a distinction must be made between concrete, steel and timber structures. There are also different types of concrete, steel and wood with various strength properties. Modern, high-strength materials offer a potential for structural optimization. This means that the components can be made leaner. Apart from an optical upgrading, this results in economic advantages. Due to limited experience with these materials, the current normative specifications contain certain restrictions; as a result, the full potential of these materials cannot be realized. However, scientific methods based on experimental investigations do not allow to solve this problem comprehensively. For this reason, a new method was developed which combines experimental investigations with damage mechanics simulations based on Finite Element Analysis (FEA). This approach makes it possible to precisely evaluate the redistribution effects on the material level in the ultimate limit state and to derive suitable, mechanically justified design rules.

Im Bauwesen stellt sich bei der Bemessung von tragenden Strukturen die Wahl der optimalen Bauweise und des entsprechenden Werkstoffs. Bei den Bauweisen ist zum Beispiel zwischen Massiv-, Stahl- oder Holzbau zu unterscheiden. Im Stahlbau stehen niederfeste Stähle mit einer Streckgrenze ab 235 N/mm<sup>2</sup> (S235) und hochfeste Stähle mit einer Streckgrenze bis 960 N/mm<sup>2</sup> (S960) zur Auswahl. Für den Kranbau stehen auch höchstfeste Stähle mit Streckgrenzen bis 1300 N/mm<sup>2</sup> (S1300) zur Verfügung, siehe Bild 2. Die zulässige Beanspruchbarkeit moderner höherfester Stähle ist in Abhängigkeit von der Belastung und weiteren Randbedingungen um bis zu 4- beziehungsweise 5,5-mal höher als bei niederfesten Stählen. Hierdurch können die Querschnittsabmessungen der einzelnen Bauteile reduziert werden, was trotz der erhöhten Materialkosten zu einer wirtschaftlicheren Ausführung des Bauwerks führt. Die eigentliche Dimensionierung der Bauteile erfolgt auf Basis vereinfachter Bemessungsformeln mit Bezug zu den Querschnittswerten und den Materialeigenschaften. Diese Bemessungsformeln wurden an zahlreichen Versuchen mit niederfesten Stählen kalibriert und in den Bereich höherer Festigkeiten extrapoliert. Aufgrund der bisher verhältnismäßig geringen Erfahrungen mit den modernen Stählen bestehen hierbei jedoch gewisse Vorbehalte, welche sich in zusätzlichen Restriktionen in der Normgebung bei deren Verwendung widerspiegeln. Kürzlich durchgeführte Untersuchungen zeigen jedoch, dass diese Einschränkungen zumindest bereichsweise nicht gerechtfertigt sind.

Aktuelle Forschungsvorhaben am Institut für Stahlbau und am Institut für Eisenhüttenkunde befassen sich mit dieser Thematik, um all-

gemeine Verfahren zur Bewertung der tatsächlichen Leistungspotenziale moderner HSLA-Stähle (High-Strength Low-Alloy) zu etablieren. Ziel ist, eine optimierte Ausnutzung unter Berücksichtigung des geforderten Sicherheitsniveaus zu ermöglichen. Hierfür werden als Referenzdetails zugbeanspruchte Bleche mit mittig angeordneter Querschnittschwächung in Form von kreisrunden Löchern (CHT) und orthogonal zur Längsachse verlaufende Schlitze mit eingeschwungenen Rissenden (CNT) verwendet, siehe Bild 3. Diese Geometrien stellen in der Praxis im Bereich von Bauteilanschlüssen sowohl typische als auch kritische Gegebenheiten dar. Da die bisherige Herangehensweise auf Basis experimenteller Untersuchungen eine individuelle Analyse der verschiedenen Einflussfaktoren aus Werkstoffeigenschaften und Bauteilgeometrie nicht zulässt, wird auf numerische Methoden zurückgegriffen. Für die numerischen Berechnungen wurde das elastisch-plastische Werkstoffverhalten von zugbeanspruchten Bauteilen aus Stahl in Finite-Elemente-Analysen (FEA) simuliert. Mit diesem Ansatz kann das generelle Traglastverhalten mittig gelochter Probekörper (CHT-Geometrie) bereits sehr gut wiedergegeben werden. Da übliche Materialmodelle eine potenzielle Werkstoffschädigung jedoch nicht berücksichtigen, wird die Entfestigung auf Werkstoffebene mit Rissinitiierung und anschließendem Rissfortschritt nicht abgebildet. Insbesondere bei Bauteilen mit einsetzender Rissentwicklung vor dem Erreichen der maximalen Traglast, wie es zum Beispiel im Falle eines vorhandenen Anfangsrisses (CNT-Geometrie) üblicherweise der Fall ist, überschätzten Simulationen das tatsächliche Traglastverhalten. Um dem entgegenzuwirken, wird das Materialmodell an ein auf der

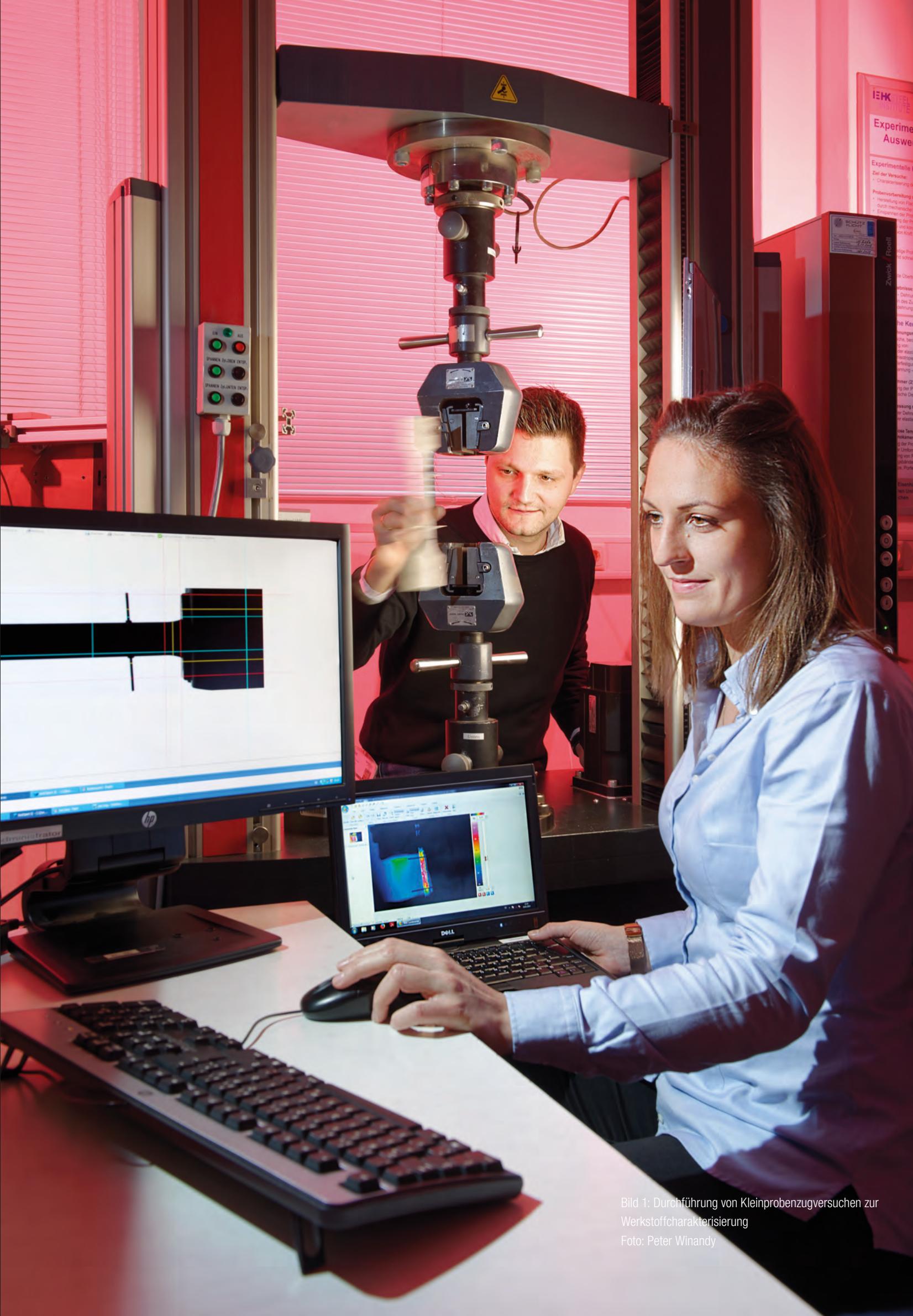


Bild 1: Durchführung von Kleinprobenzugversuchen zur  
Werkstoffcharakterisierung  
Foto: Peter Winandy

Schädigungsmechanik basierendes Versagenskriterium gekoppelt, welches in Abhängigkeit vom lokalen Spannungszustand ( $\eta$  und  $\bar{\theta}$ ) eine zulässige plastische Dehnbarkeit ( $\bar{\epsilon}_f$ ) des Werkstoffs definiert, siehe Bild 4.

Während der numerischen Berechnung kann somit vom Schädigungsmodell zu jedem Zeitpunkt und an jeder Stelle im Bauteil die Beanspruchbarkeit geprüft werden. Wird die zulässige Verformbarkeit des Materials überschritten, reduziert sich automatisch die Festigkeit bis dieser Bereich schließlich nicht mehr zum Lastabtrag beiträgt und das entsprechende Finite-Element aus dem Modell entfernt wird. Die Simulationen zeigen somit ab dem Zeitpunkt der Rissentwicklung eine erheblich verbesserte Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen.

Ausgehend von der Validierung des schädigungsmechanischen Modellierungskonzeptes lassen sich zusätzliche Berechnungen mit synthetischen Werkstoffen und beliebigen Bauteilgeometrien durchführen. Über eine gezielte Variation der unterschiedlichen Parameter ist es somit möglich, besonders kritische Kombinationen zu analysieren, welche experimentell in dieser Form in der Regel nicht verfügbar sind. Dabei zeigt sich, dass gelochte Bauteile (CHT) zum Erreichen der normativ geforderten Nettoquerschnittstragfähigkeit ( $N_{u,RK}$ ) unabhängig von den Festigkeitseigenschaften nur sehr geringe Anforderungen an die Duktilität des verwendeten Stahls stellen. Die aktuell in den normativen Regelungen auf die Zugfestigkeit des Stahls ( $f_u$ ) und die Nettoquerschnittsfläche des Bauteils ( $A_{net}$ ) geforderte Reduzierung der zulässigen Nettoquerschnittstragfähigkeit auf 90 Prozent ist somit infrage zu stellen.

Für Bauteile mit mittig angeordnetem Anfangsriß (CNT) zeigen sich bei Stählen mit einem ausgeprägten Verfestigungsverhalten signifikante Anforderungen an die Werkstoffduktilität. Dieser Sachverhalt lässt sich auch über die deutlich konzentriertere Dehnungsbeanspruchbarkeit dieser Probekörper gegenüber den gelochten Geometrien erklären, siehe Bild 5. Die Regelung der Nettoquerschnittstragfähigkeit ist daher in diesem Fall für einige Kombinationen durchaus gerechtfertigt. Da Stähle mit zunehmender Festigkeit üblicherweise ein abnehmendes Verfestigungsverhalten aufweisen, sind sie entgegen der bisher verbreiteten Einschätzung weniger kritisch zu bewerten.

Die vorgenannte Methodik kann prinzipiell auf jegliche Geometrie angewendet werden.

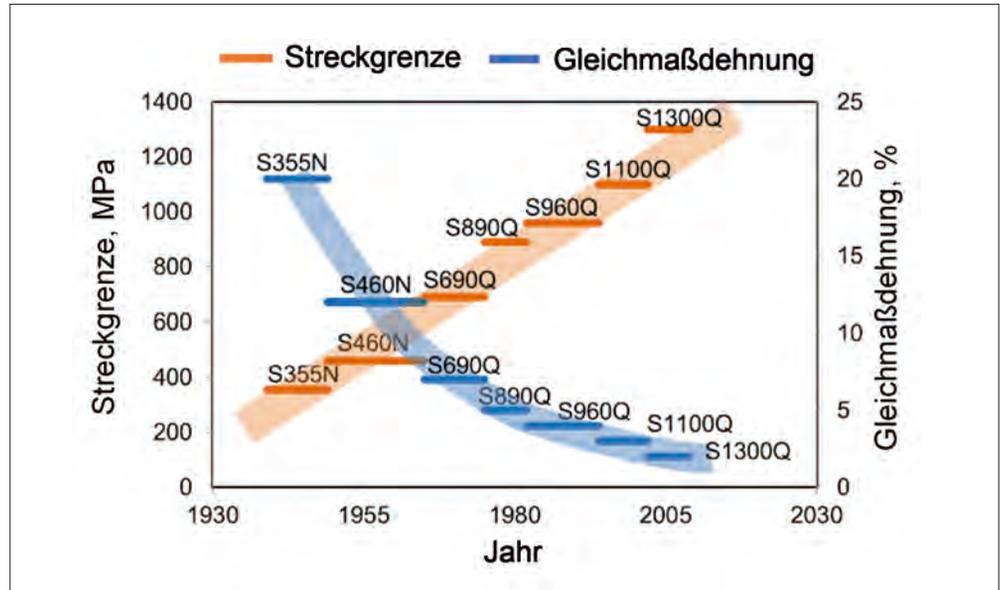


Bild 2: Entwicklung von Baustählen mit den zugehörigen mechanischen Eigenschaften

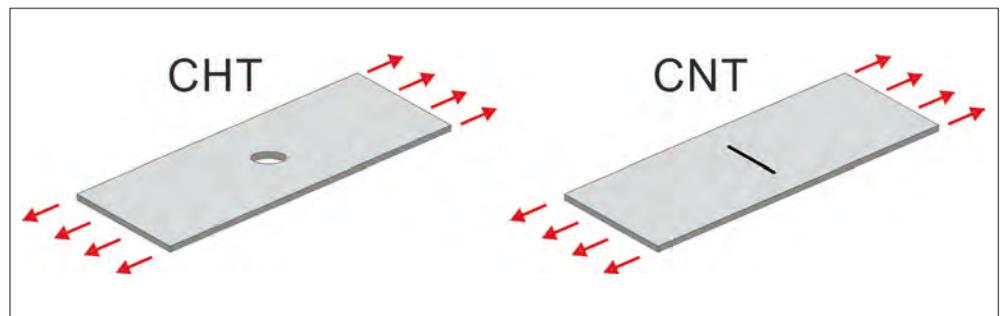


Bild 3: Referenzdetails der Großzugprobenversuche

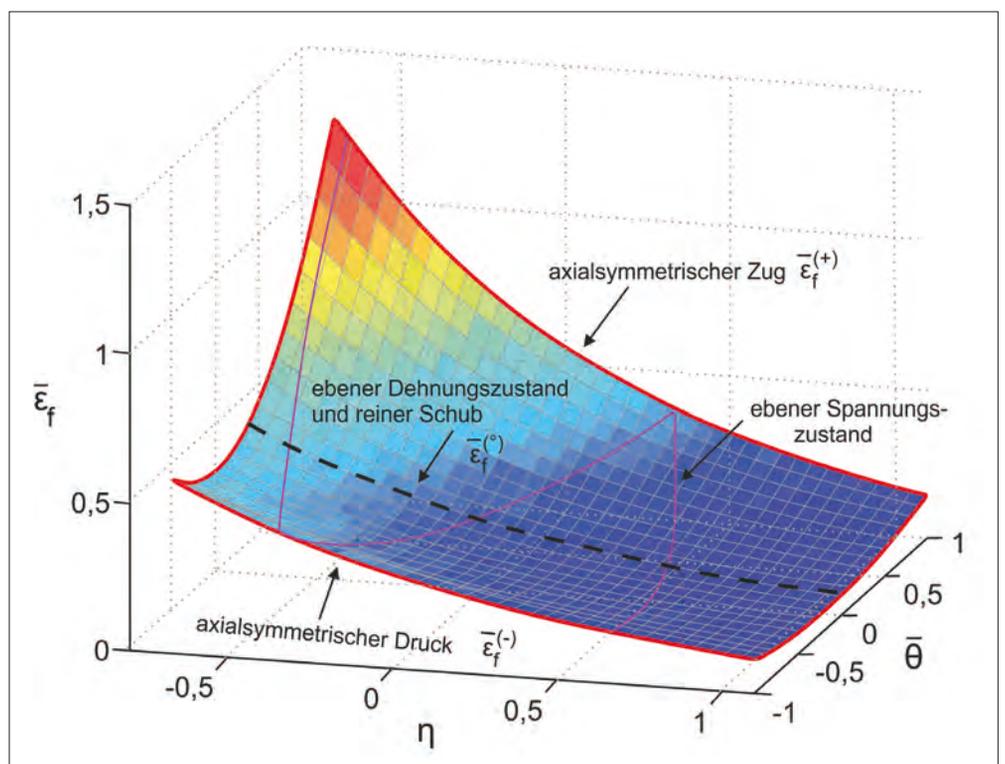


Bild 4: Dehnungsbasiertes Versagenskriterium auf Werkstoffebene

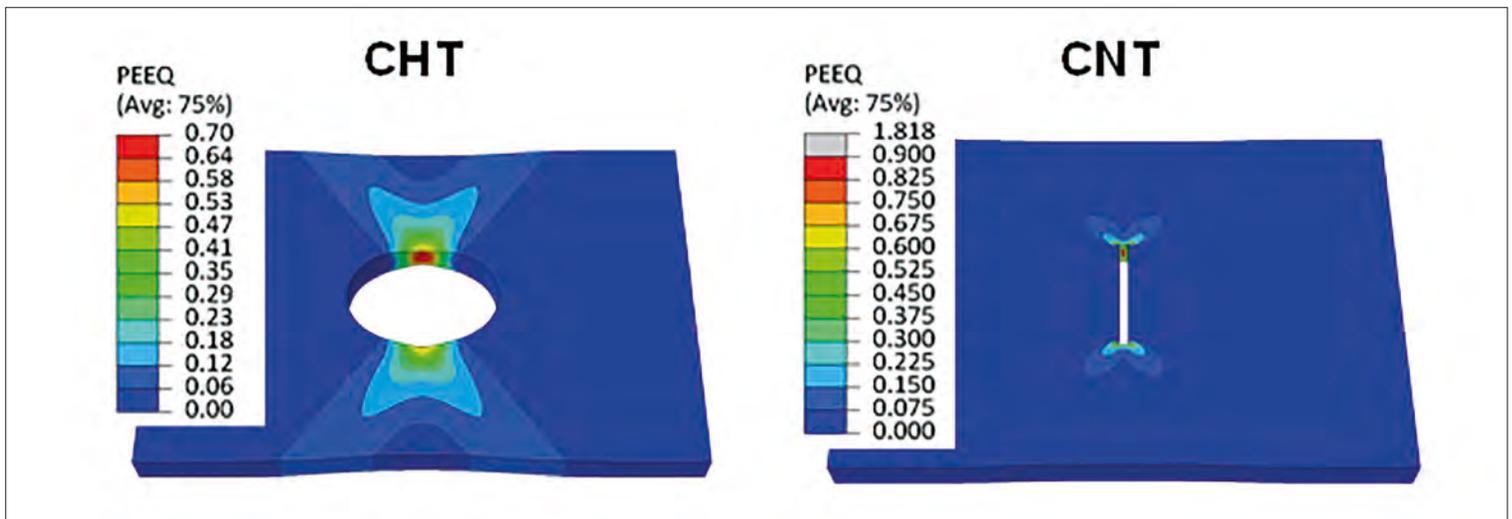


Bild 5: Plastische Dehnungsverteilung im Bereich der Unstetigkeit für mittig gelochte (CHT) und mittig gekerbte (CNT) Probekörper

Somit lassen sich beispielsweise beliebige Querschnittsschwächungen oder auch Hohlprofile und Anschlussdetails untersuchen und bewerten, siehe Bild 6. Dabei zeigt sich, dass das für die normativen Regelungen verwendete Referenzdetail der mittig gekerbten Zugprobe (CNT) nicht den maßgebenden Fall zur Bewertung der Bauteiltragfähigkeit darstellt. Bei einer lokalen Lasteinleitung im Bereich der Querschnittsschwächung kommt es zu einer Konzentration der örtlichen Beanspruchung, wodurch die zulässige Dehnbarkeit des Werkstoffs früher erreicht wird und die Werkstoffschädigung vorzeitig einsetzt. Verteilt man hingegen die Nettoquerschnittsfläche auf mehrere Bereiche, nimmt die Bauteiltragfähigkeit erheblich zu. Dieser positive Effekt tritt ausgeprägter auf, je höherfest der Stahl ist und widerspricht somit abermals den aktuellen Restriktionen gegenüber diesen Stählen.

Die gesammelten Erkenntnisse sollen nun in die Bemessungsregeln des Stahlhochbaus einfließen, sodass die Hindernisse für den Einsatz hoch- und höchstfester Stähle abgebaut werden. Darüber hinaus ist eine Übertragung des schädigungsmechanischen Modellierungskonzeptes auf verwandte Anwendungsgebiete im Stahlbau vorgesehen.

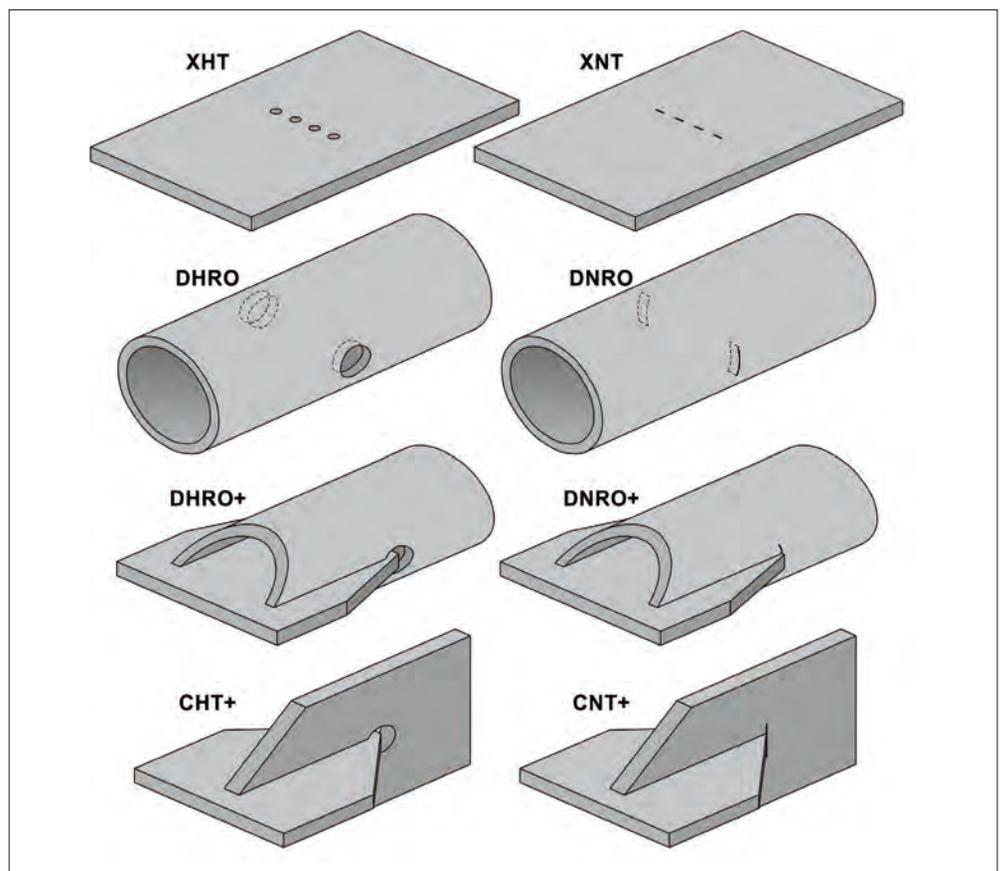


Bild 6: Beispiele für abweichende Querschnittsschwächungen und Anschlussdetails

### Autoren

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Markus Feldmann ist Inhaber des Lehrstuhls für Stahl- und Leichtmetallbau.

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Sebastian Münstermann betreut das Lehr- und Forschungsgebiet für Werkstoff- und Bauteilintegrität.

Dipl.-Ing. Simon Schaffrath ist wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Stahl- und Leichtmetallbau.

Dr.-Ing. Victoria Brinnel war wissenschaftliche Mitarbeiterin am Lehr- und Forschungsgebiet für Werkstoff- und Bauteilintegrität.

# Die nächste Ausgabe 2/2019

## Medizinische Forschung

- Seltene Erkrankungen
- Computergestützte Chirurgie
- Bildgebende Verfahren für die Klinik
- Telemedizin
- Von der Fibrose zum Krebs
- Neurobiologie von Aggression und Impulsivität

## Impressum

Herausgegeben im Auftrag des Rektors  
der RWTH Aachen  
Dezernat 3.0 - Presse und Kommunikation  
Templergraben 55  
52056 Aachen  
Telefon +49 241 80 - 93687  
pressestelle@rwth-aachen.de  
**www.rwth-aachen.de**

Verantwortlich:  
Renate Kinny

Redaktion:  
Angelika Hamacher  
Nives Sunara

Titelbild:  
Im Zentrum für Magnetische Resonanz  
MARC am Institut für Technische und  
Makromolekulare Chemie ITMC blicken  
die Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter mit  
großen Magneten auf molekulare Prozesse  
und Materialien.

Foto:  
Peter Winandy, Aachen

Anzeigen:  
print'n'press, Aachen  
jh@p-n-p.de

Anzeigenberatung:  
Liz Rüster – Telefon +49 6132 43 44 38  
liz.ruester@web.de

Gestaltung:  
Kerstin Lünenschloß, Aachen

Druck:  
ImageDruck, Aachen

Gedruckt auf chlorfrei gebleichtem Papier

Das Wissenschaftsmagazin  
RWTH THEMEN erscheint einmal  
pro Semester.

Nachdruck einzelner Artikel, auch auszugs-  
weise, nur mit Genehmigung der Redaktion.  
Für den Inhalt der Beiträge sind die Autoren  
verantwortlich.

ISSN-Nummer 0179-079X

„Ich bin nicht nur ein kleines Rädchen in einer großen Maschinerie, sondern kann meine eigenen Ideen umsetzen und mich persönlich entwickeln.“

Guy Rolland, Entwickler

# SPIELRAUMGEBER

LANCOM ■ mehr als nur Arbeitgeber



WIR HABEN IHR INTERESSE GEWECKT? Schicken Sie uns Ihre Bewerbung online:

LANCOM Systems GmbH | [www.lancom-systems.de/karriere](http://www.lancom-systems.de/karriere)

**LANCOM**  
Systems

# Theoretisch

ist die Energiewende  
eine Jahrhundert-  
aufgabe.

# Praktisch

ist sie unser  
täglicher Job.



Gemeinsam bringen wir die Dinge voran: Wir von der EnBW entwickeln intelligente Energieprodukte, machen unsere Städte nachhaltiger und setzen uns für den Ausbau erneuerbarer Energien ein. Und dafür benötigen wir tatkräftige Unterstützung.

Deshalb suchen wir echte Macherinnen und Macher, die mit viel Engagement, Einfallsreichtum und Know-how mutig die Herausforderungen unserer Zeit anpacken und mit uns zusammen die Energiezukunft gestalten.

Im Gegenzug bieten wir abwechslungsreiche Aufgaben und vielfältige Entwicklungsmöglichkeiten.

Machen Sie jetzt mit: [www.enbw.com/jobmarkt](http://www.enbw.com/jobmarkt)



**Wir machen das schon.**

**— EnBW**