

Berührungsloser Temperatur- und Verschleißsensor für magnetisch funktionalisierte Hartstoffschichten

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften
(Dr.-Ing.)

der Technischen Fakultät
der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

Claas Thede

Kiel

2016

1. Gutachter

Prof. Dr.-Ing. Eckhard Quandt

2. Gutachter

Prof. Dr. Rainer Adlung

Datum der mündlichen Prüfung

20. Dezember 2016

Erklärung

Hiermit erkläre ich an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach Inhalt und Form meine eigene Arbeit ist. Sie ist nach den Regeln Guter Wissenschaftlicher Praxis der Deutschen Forschungsgemeinschaft entstanden und wurde keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Kiel, den 23. November 2016

Claas Thede

Kurzfassung

Werkzeuge zur spanenden Bearbeitung werden vielfach mit einer Hartstoffbeschichtung versehen, die die Werkzeugoberfläche vor Verschleiß schützt. Die Kenntnis des Verschleißzustands der Beschichtung ist sowohl für die Optimierung des Prozesses als auch für den rechtzeitigen Austausch des verschlissenen Werkzeugs von großer Bedeutung. Daneben ist auch die Temperatur der Beschichtung im Betrieb ein wichtiger Faktor, der die Verschleißgeschwindigkeit maßgeblich mitbestimmt.

Die bisher vorhandene Messverfahren für den Verschleißgrad und die Temperatur von beschichteten Werkzeugen weisen Einschränkungen hinsichtlich ihrer Nutzung auf. So existieren beispielsweise zahlreiche Methoden, die lediglich *offline*, d. h. bei Unterbrechung des Bearbeitungsprozesses, angewandt werden können. Verfahren, die *online* im laufenden Prozess Messwerte erfassen können, erfordern hingegen oftmals besondere Randbedingungen wie beispielsweise speziell präparierte Werkzeuge oder Maschinen.

Ziel dieser Arbeit war die Entwicklung eines Messverfahrens, das eine berührungslose Erfassung des Verschleißzustands und der Temperatur einer magnetisch funktionalisierten Hartstoffschicht erlaubt. Die Basis dieses Verfahrens bildet die Methode der Frequenzmischung, die eine hohe Selektivität gegenüber anderen magnetischen Materialien in der Umgebung des Sensors bietet. Bei der Messung werden zwei magnetische Wechselfelder zur Anregung verwendet. Das Antwortsignal des Sensormaterials enthält aufgrund der Frequenzmischung zusätzliche Anteile bei bestimmten Frequenzen, die sogenannten Frequenzmischkomponenten, die für die Auswertung genutzt werden.

Als Indikator für den Verschleiß der Schutzschicht dient die Menge des in der Schicht vorhandenen magnetischen Materials. Das für diese Messung entwickelte Frequenzmischverfahren ist in der Lage, aus der Amplitude der Frequenzmischkomponenten einen Wert zu extrahieren, der in gewissen Grenzen vom Abstand zwischen dem Sensormaterial und den verwendeten Spulen unabhängig ist und der sich gleichzeitig als Maß für die magnetische Materialmenge eignet. Bei dem Verfahren zur Temperaturmessung wiederum werden nicht die Amplituden, sondern die Phasenwinkel der Frequenzmischkomponenten ausgewertet. Diese hängen von der Hysteresebreite des Sensormaterials ab, die wiederum eine starke Temperaturabhängigkeit aufweist.

Die Arbeit stellt die Ergebnisse aus der Entwicklung und den Referenzmessungen dieser und weiterer Messverfahren auf Basis der Frequenzmischung dar. Zusätzlich wird die Kombination der verschiedenen Verfahren mit den Ziel einer parallelen Erfassung der Messgrößen diskutiert.

Abstract

Machining tools are in many cases coated with a hard material in order to protect the tool surface from wear and the tool itself from premature failure. Knowledge about the coating's degree of wear is necessary for process optimization on the one hand and for timely replacement of the worn tool on the other hand. Also, the temperature of both the tool and the coating during the machining process is important since it greatly influences the rate of wear.

Current procedures for measuring the degree of wear and the temperature of coated tools are limited with respect to their application. There are for example numerous methods which can only be used *offline*, i.e. after stopping the machining process. Other methods have *online* capabilities for measurement while machining, but most of them have special requirements in terms of specifically modified tools or machinery.

The aim of this work was the development of a measurement technique for contactless readout of the degree of wear and the temperature of magnetically functionalized hard coatings. It is based on the frequency mixing technique, which provides high selectivity against other magnetic material present in the vicinity of the sensor. During measurement two alternating magnetic fields are used to excite the sensor material. Due to frequency mixing, the response of the material includes additional frequencies. They are called mixing components and are used for evaluation of the measured signal.

The amount of magnetic material in the protective coating is used as an indicator for the coating's degradation. The measurement technique designed for this task detects the amplitudes of the mixing components and uses them to compute a value which is –within certain limits– independent from the distance between the sensor material and the coil assembly used in the setup, and at the same time serves as a measure for the amount of magnetic material. On the other hand, the technique for temperature measurement does not utilize the amplitudes, but rather the phase angles of the mixing components. The phase depends on the width of the sensor material's magnetic hysteresis, which is in turn strongly influenced by temperature.

This study illustrates the results obtained during the development and basic measurements of these and other measurement techniques based on frequency mixing. Additionally, the combination of different techniques with the aim of parallel measurement of multiple variables is discussed.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	3
2.1	Verschleißschutzschichten mit integrierten Sensoren	3
2.1.1	Verschleißschutzschichten	5
2.1.2	Verschleißüberwachung	10
2.1.3	Temperaturüberwachung	21
2.2	Temperaturabhängige magnetische Eigenschaften	33
2.2.1	Magnetostriktion und Villari-Effekt	44
2.3	Frequenzmischverfahren	50
2.3.1	Grundlagen	50
2.3.2	Optische und elektrische Frequenzmisch-Messverfahren . . .	53
2.3.3	Reifensensor	54
2.3.4	Messverfahren zur Detektion magnetischer Partikel	56
3	Experimentelle Methoden	65
3.1	Dünnschichtabscheidung	65
3.1.1	Kathodenzerstäubung	65
3.1.2	Verwendete Materialien	68
3.2	Vibrationsmagnetometrie	71
3.2.1	Grundlagen	71
3.2.2	Aufbau eines VSM	72
3.2.3	Einrichtungen für Hochtemperatur-Messungen	77
3.2.4	Messungen und Effekte	79
3.3	Berührungslose Messmethoden	84
3.3.1	Frequenzmischung an magnetischen Materialien	84
3.3.2	Bestimmung der Menge des magnetischen Materials	87
3.3.3	Rekonstruktion der Magnetisierungskurve	92
3.3.4	Phasensensitives Verfahren	104

4	Ergebnisse	111
4.1	Menge des magnetischen Materials	111
4.1.1	Proben	111
4.1.2	Charakterisierung der Proben	111
4.1.3	Berührungslose Messungen	112
4.2	Rekonstruktion der Magnetisierungskurve	115
4.2.1	Numerische Simulation	115
4.2.2	Proben	117
4.2.3	Charakterisierung der Proben	117
4.2.4	Berührungslose Messungen	119
4.3	Temperaturabhängigkeit	124
4.3.1	Proben	124
4.3.2	Charakterisierung der Proben	125
4.3.3	Berührungslose Messungen	128
4.4	Abgrenzung der Effekte	132
4.4.1	Trennung von Materialmenge und Temperatur	132
4.4.2	Trennung von mechanischer Spannung und Temperatur	133
5	Abschließende Diskussion und Ausblick	137
5.1	Verschleißschutzschichten	137
5.2	Frequenzmischverfahren	138
5.3	Ausblick	143
	Liste der Abkürzungen und Symbole	145
	Literaturverzeichnis	149
	Eigene Veröffentlichungen	165

Abbildungsverzeichnis

2.1	Schnittbild durch eine CVD-Verschleißschutzschicht	4
2.2	CVD-Beschichtung von Hartmetall-Werkzeugen mit TiN	6
2.3	Verschleiß von CVD-TiN-beschichteten Hartmetall-Werkzeugen	7
2.4	Oxidation von Verschleißschutzschichten auf Ti-Basis	9
2.5	Optischer Verschleißnachweis	10
2.6	Verschleißnachweis mit Elektronenmikroskopie	11
2.7	Schema einer offline-Verschleißüberwachung	12
2.8	Sensoren zur Prozessüberwachung	14
2.9	Stromaufnahme eines Frässpindel motors	16
2.10	Überwachung eines Fräsprozesses anhand der Motorstromaufnahme	17
2.11	Elektrostatische Verschleißüberwachung	18
2.12	Messungen mit elektrostatischer Verschleißüberwachung	19
2.13	Temperaturabhängigkeit der Oxidation verschiedener Hartstoffe	21
2.14	Mikrohärte von Korund und verschiedenen Ti-Legierungen	22
2.15	Schema eines Schneidvorgangs mit Temperaturverteilung	23
2.16	Kalorimetrische Methode	25
2.17	Verteilung der bei der spanenden Bearbeitung erzeugten Wärme	26
2.18	Optische Temperaturbestimmung an Werkzeug, Werkstück und Span	27
2.19	Metallografische Temperaturbestimmung mittels Beschichtung	28
2.20	Metallografische Temperaturbestimmung anhand der Mikrostruktur	29
2.21	Werkzeug mit integriertem Thermokontakt	30
2.22	Werkzeuge mit integrierten Dünnschicht-Thermokontakten	31
2.23	Temperaturmessung mit eingebetteten Dünnschicht-Thermokontakten	32
2.24	Langevin-Funktion	33
2.25	Temperaturabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung	35
2.26	Magnetischer Temperatursensor: Curie-Temperatur	36
2.27	Magnetischer Temperatursensor: Permeabilität	37
2.28	Temperaturabhängige Sättigungspolarisation von FeCo	38
2.29	Temperaturbestimmung von magnetischen Nanopartikeln	40
2.30	Temperaturabhängigkeit der Koerzitivfeldstärke	41
2.31	Wärmegestützte magnetische Datenspeicherung	42
2.32	Dehnungsabhängigkeit der Permeabilität von FeCoBSi	45

2.33	Änderung der Permeabilität einer TbFe-Dünnschicht	46
2.34	Magnetostriktiver TMR-Sensor	48
2.35	Frequenzmischverfahren	51
2.36	Reifensensor: Aufbau	54
2.37	Reifensensor: Ergebnisse	55
2.38	Schema des Messgerätes zur Detektion magnetischer Partikel	57
2.39	Sensorkopf des Messgeräts zur Detektion magnetischer Partikel	58
2.40	Linearität des Messsignals bei der Detektion magnetischer Partikel	59
2.41	Spulenordnungen eines MPI-Scanners	61
2.42	MPI-Bilder einer Probe mit magnetischen Partikeln	63
3.1	Aufbau eines Magnetrons	67
3.2	Phasendiagramm für die binäre Legierung Ti-N	68
3.3	Phasendiagramm für die binäre Legierung Fe-Co	69
3.4	Vibrationsmagnetometer	73
3.5	VSM Raumtemperatur-Probenhalter	76
3.6	VSM Hochtemperatur-Probenhalter mit Klemmfunktion	78
3.7	Grundrauschen des LakeShore Model 7400 VSM	82
3.8	Schaltbild für berührungslose magnetische Messungen	85
3.9	Luftspalt und Flussdichte des Ferrit-Ringkerns	88
3.10	Ringkern-Spule für Frequenzmischmessungen	89
3.11	Aufbau zur Messung der Menge des magnetischen Materials	90
3.12	Schema der Rekonstruktion der Hysteresekurve	93
3.13	Schaltbild des Messsystems zur Rekonstruktion der Hysteresekurve	98
3.14	CAD-Darstellung der manuellen Zugprüfe	100
3.15	Fotografie der manuellen Zugprüfe	102
3.16	Fotografie der manuellen Zugprüfe (eingebaut)	103
3.17	Schema des phasensensitiven Messverfahrens	105
3.18	Schaltbild des phasensensitiven Messverfahrens	107
3.19	Laboraufbau für temperaturabhängige Frequenzmischmessungen	108
3.20	Linearisierung von Magnetisierungskurven für die Simulation	109
4.1	Magnetische Eigenschaften von verschiedenen FeCoBSi-Schichten	112
4.2	Berührungslose Messung: Frequenz- und Abstandsabhängigkeit	113
4.3	Quotient A in Abhängigkeit der Anzahl der magnetischen Schichten	114
4.4	Numerische Simulation einer superparamagnetischen Probe	116
4.5	Magnetische Eigenschaften der Vitroperm-Folie	118
4.6	Gemessene Signale im Rekonstruktionsverfahren	120
4.7	Zweite Ableitung für verschiedene Dehnungszustände	121

4.8	Rekonstruktion der Magnetisierungskurve	122
4.9	Aufbau der FeCo/TiN Viellagenschichten	125
4.10	Magnetisierungskurve einer FeCo/TiN Viellagenschicht	127
4.11	Phasenwinkel in Simulation und Messung	129
4.12	Schwankung der gemessenen Phase und der Temperatur	131

Tabellenverzeichnis

3.1	Effekt der Probenposition im VSM	75
3.2	Technische Daten des Ferrit-Ringkerns T140/106/25-3E25	87
3.3	Modulationsfrequenzen und Harmonische	90
3.4	Technische Daten der Kraftmessdose Inelta KMM62-100N-Z	101
3.5	Technische Daten des Lineartisches Owis MVT40B-D15-Z-SK-UM	101
4.1	Sputterparameter der FeCo/TiN Viellagenschichten	124
4.2	Nanohärte der FeCo/TiN Viellagenschichten	126

1 Einleitung

Verschleißschutzschichten haben seit Jahrzehnten ihren festen Platz im Maschinenbau wie auch in der Fertigungstechnik und der spanenden Bearbeitung [1]. Während es in manchen Bereichen ausreicht, den Werkzeugstahl durch eine thermische Behandlung wie beispielsweise Abschrecken oberflächlich zu härten, werden in vielen Fällen Hartstoffe aufgebracht, um die gewünschten Eigenschaften zu erhalten. Der bekannteste Hartstoff ist dabei sicherlich Diamant, der meist in Pulverform in eine Matrix eingebettet wird [2, 3]. Andere Hartstoffe lassen sich als Dünnschichten direkt auf dem Substratmaterial abscheiden. Je nach Anwendungsgebiet haben sich hier kubisches Bornitrid (c-BN), Titan- und Titanaluminiumnitride (TiN , $\text{Ti}_x\text{Al}_y\text{N}$), aber auch diverse Carbide wie beispielsweise Titancarbid (TiC), Vanadiumcarbid (VC), Hafniumcarbid (HfC) oder Wolframcarbid (WC) etabliert [4–6].

Im Betrieb, zum Beispiel in der spanenden Bearbeitung, sind diese Oberflächenvergütungen extremen Belastungen ausgesetzt. Experimente und Simulationen des Schneidvorgangs zeigen lokale Temperaturmaxima im Bereich von $800\text{ }^\circ\text{C}$ bis $900\text{ }^\circ\text{C}$ [7–10]. In Randbereichen, in denen die Oberfläche mit Luftsauerstoff in Berührung kommt, werden noch $500\text{ }^\circ\text{C}$ erreicht. Die Temperaturgradienten liegen dabei in der Größenordnung von mehreren hundert Kelvin pro Millimeter, so dass die Materialien im Betrieb bei wechselnden Lastzuständen durch thermische Ausdehnung zusätzlich stark beansprucht werden. In Verbindung mit den hohen Temperaturen erhöht dies die chemische Angreifbarkeit der Beschichtung und fördert somit ihren Verschleiß [11].

Die Präzision der Bearbeitung hängt unmittelbar von der Maßhaltigkeit des Werkzeugs ab. Daher besteht ein großes Interesse, diese durch Überwachung (engl. *wear monitoring*) sicherzustellen und Verschleiß oder Defekte des Werkzeugs rechtzeitig zu erkennen. Viele Methoden benötigen dabei spezielle Sensoren und Kontaktierungen, die in das Werkzeug integriert werden müssen und erfordern daher viel Aufwand im Betrieb [12]. Ziel dieser Arbeit ist es, ein Verfahren zum kontaktlosen Auslesen eines direkt in die Verschleißschutzschicht integrierten Sensormaterials zu erforschen.

2 Grundlagen

2.1 Verschleißschutzschichten mit integrierten Sensoren

Für Schneidwerkzeuge in der spanenden Bearbeitung wie zum Beispiel Wendeschneidplatten werden je nach Anwendung und zu bearbeitendem Material verschiedene Werkstoffe eingesetzt. Üblich sind hier insbesondere gehärtete Stähle, Hartmetalle und keramikbasierte Materialien.

Ein Beispiel für die erste dieser Materialklassen ist der sogenannte „Schnellarbeitsstahl“ *HSS* (von engl. *high speed steel*), eine Gruppe von Werkzeugstählen mit 0,5 % bis 2 % Kohlenstoffanteil und den Legierungselementen Wolfram, Molybdän, Vanadium, Kobalt oder Chrom sowie teilweise auch Mangan oder Titan [1]. Als Hartmetalle werden Materialien bezeichnet, die aus Carbiden in einer Metall-Matrix bestehen. Ein bekannter Vertreter dieser Klasse ist Kobalt-gebundenes, gesinteres Wolframcarbid (WC-Co); daneben finden andere Carbide der Übergangsmetalle wie Titan- oder Tantalcarbid (TiC bzw. TaC) und Mischungen mehrerer Carbide Verwendung [1]. Keramikbasierte Materialien werden meist durch Verpressen oder Sintern von pulverförmigen Ausgangsmaterialien hergestellt. Korund (Al_2O_3) wird hierbei vielfach verwendet, und zwar sowohl als alleiniges Material als auch im Verbund mit anderen Komponenten wie den Carbiden TiC und (Ta, Ti)C [1].

Daneben gibt es noch weitere Materialklassen für Schneidwerkzeuge wie zum Beispiel die sogenannten „superharten Materialien“, also kubisches Bornitrid (c-BN) und (synthetischen) Diamant, sowie die „Cermets“ (von engl. *ceramic* und *metal*). Letztere vereinen die metallische Matrix der Hartmetalle mit den physikalischen und mechanischen Eigenschaften der Keramiken, die wiederum als Pulver eingebracht werden. Sie bilden somit eine Schnittmenge der Hartmetalle und der keramikbasierten Materialien [1].

Die Entwicklung von harten Werkzeugmaterialien zielt auf die Erhöhung der Schnittleistung und damit der Produktivität des Zerspanungsprozesses ab. Eine Leistungssteigerung kann dabei durch eine größere Schnitttiefe und durch eine höhere Schnittgeschwindigkeit erreicht werden. Hierbei ist allerdings je nach verwendetem Werkzeug ein Kompromiss nötig, da z. B. HSS zwar tiefe Schnitte erlaubt, aber bei

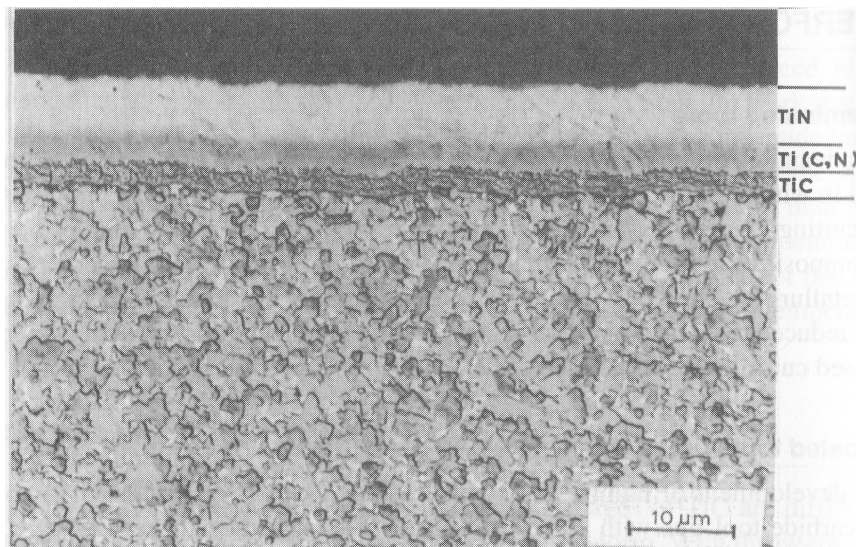


Abbildung 2.1: Schnittbild durch eine CVD-Verschleißschicht bestehend aus einer Titanitrid-, einer Titancarbonitrid- sowie einer Titancarbidsschicht auf einem Hartmetallsubstrat. Aus [1].

höheren Geschwindigkeiten schnell verschleißt. Hartmetalle wiederum können zwar für schnellere Schnitte eingesetzt werden, kommen aber nicht an die Bruchfestigkeit von Werkzeugstählen heran; ähnliches gilt in noch extremerem Maße für keramische Werkzeuge [13]. Um dennoch höhere Schnittgeschwindigkeiten, längere Standzeiten oder auch eine höhere Oberflächengüte des Werkstücks zu erreichen, werden Werkzeuge in vielen Fällen mit einer dünnen Verschleißschicht überzogen.

Die Beschichtung erfolgt üblicherweise in der chemischen Gasphasenabscheidung (engl. *chemical vapor deposition*, *CVD*) bei Temperaturen von über 1000 °C oder mittels physikalischer Gasphasenabscheidung (engl. *physical vapor deposition*, *PVD*) im Bereich von 200 °C bis 500 °C [6]. Die Varianten im Schichtaufbau reichen von Einzellagen tribologischer Materialien wie TiC [14] bis hin zu komplexen Schichtsystemen, die aus Legierungen, Kompositen, Mehrphasen-, Viellagen- oder Gradientenschichten verschiedenster Materialien bestehen und die neben Verschleiß- auch Korrosionsschutz bieten können [4]. Eine Kombination aus drei Schichten (Titanitrid, Titancarbonitrid sowie Titancarbid), die mittels CVD auf einem Hartmetallsubstrat abgeschieden worden sind, ist in Abbildung 2.1 gezeigt.

In der Kombination mit den jeweils unterschiedlichen Einsatzgebieten bzw. verschiedenen zu bearbeitenden Materialien ergibt sich somit ein äußerst vielfältiges Bild des Schneidprozesses bei der Zerspanung. Dementsprechend ist auch der Verschleiß des Werkzeugs kaum vorhersagbar; vielmehr beruhen bekannte Werte für die Lebensdauer eines Werkzeugs jeweils auf empirischem Wissen über den jewei-

ligen Prozess, die verwendeten Materialien und insbesondere auch die wesentlichen Prozessparameter wie Vorschub, Schnitttiefe, Kühlung etc.

In der Vergangenheit sind daher bereits verschiedene Verfahren zur Temperaturmessung und zur Überwachung von Werkzeugen der spanenden Bearbeitung und darauf aufgetragenen Verschleißschutzschichten entwickelt worden. Die folgenden Abschnitte geben einen Überblick über diese Verfahren.

2.1.1 Verschleißschutzschichten

CVD-Beschichtungen

Die Abscheidung von Titanitrid (TiN) auf einer metallischen Oberfläche durch eine chemische Reaktion von Stickstoff N₂ und Titan-tetrachlorid TiCl₄ in einer Wasserstoffatmosphäre



wurde bereits in der Mitte der 1920er Jahre von van Arkel und de Boer beschrieben [15]. Zunächst handelte es sich dabei um eine Fehlentwicklung: Stickstoffverunreinigungen im Wasserstoffgas verhinderten die eigentlich angestrebte Abscheidung von reinem, metallischem Titan auf einem dünnen, geheizten Wolframdraht. Durch absichtliche Zugabe von Stickstoff konnte infolgedessen allerdings auch gezielt TiN hergestellt werden, das als „sehr hart“ [15] klassifiziert wurde.

Ein Verfahren zur Beschichtung von Hartmetallsubstraten mit Titancarbid TiC auf Basis von TiCl₄ und Methan CH₄ wurde 1970 in einem Patent beschrieben [14]. Etwa zur gleichen Zeit kam auch die Verwendung von TiN als Verschleißschutzschicht auf, das ebenfalls im CVD-Verfahren auf Hartmetallsubstraten wie etwa WC-TaC-TiC in Co-Matrix abgeschieden wurde. Die Eigenschaften solcher Schutzschichten wurden unter anderem von Peterson [16], Schintlmeister und Pacher [17] sowie Bars [18] untersucht.

Ein Schema eines CVD-Reaktors ist in Abbildung 2.2 (a) dargestellt. Die Werkzeugeinsätze aus Hartmetall (*carbide inserts*) werden in dem Reaktor auf etwa 1000 °C aufgeheizt. Die gasförmigen Reaktanten Stickstoff N₂ und Wasserstoff H₂ werden durch flüssiges, temperiertes Titan-tetrachlorid TiCl₄ geleitet und dann dem Reaktor zugeführt. Als Reaktionsprodukt entsteht – neben der TiN-Beschichtung auf den im Reaktor befindlichen Substraten – Salzsäure HCl, die abgeführt wird [16].

Bei passend gewählten Prozessparametern lässt sich so eine dichte, feinkörnige TiN-Schicht erzeugen (Abbildung 2.2 b). Im Vergleich mit unbeschichteten Hartmetall-Einsätzen ist bei derart beschichteten Werkzeugen eine deutliche Verringerung

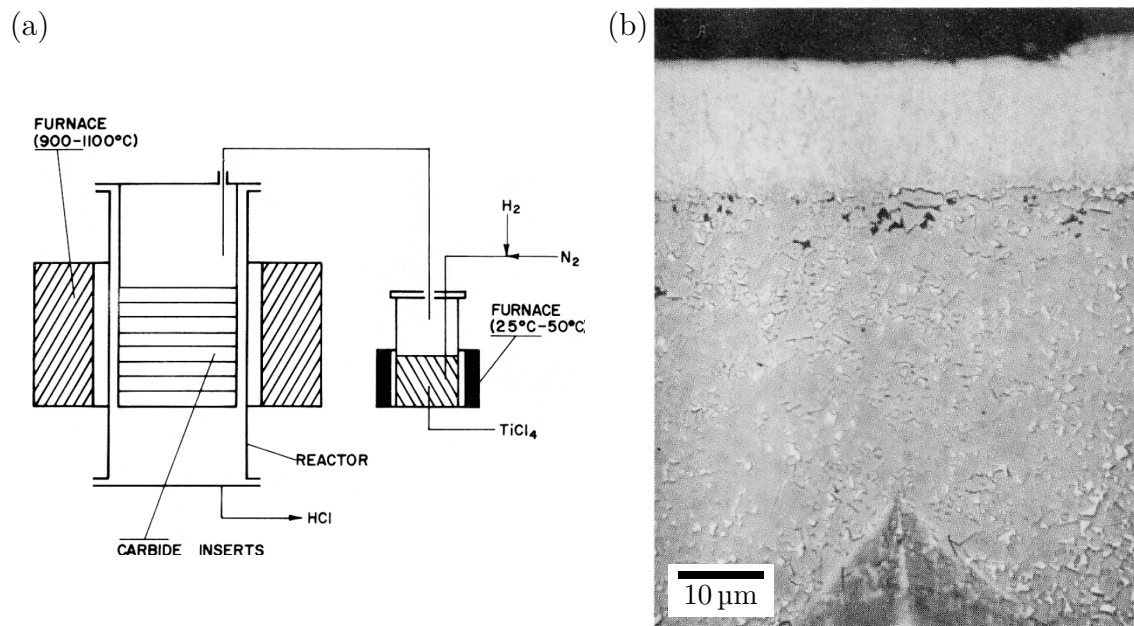


Abbildung 2.2: CVD-Beschichtung von Hartmetall-Werkzeugen mit TiN. (a) Schematische Darstellung des Reaktors mit Heizung und Zuführung der Reaktanten H₂, N₂ und TiCl₄. (b) Fotomikrograf einer etwa 16 µm dicken TiN-Schicht auf einem Hartmetallsubstrat. Adaptiert aus [16].

sowohl des Freiflächen- als auch des Kolkverschleißes feststellbar. Abbildung 2.3 (a) und (b) zeigt diesen Zusammenhang sowohl für TiN- als auch TiC-beschichtete Werkzeuge.

Dabei ist bemerkenswert, dass die Beschichtungen das Verschleißverhalten an der Freifläche (Abbildung 2.3 a) auch dann noch beeinflussen, wenn das Verschleißmaß die Dicke der Beschichtung von etwa $16 \mu\text{m} \approx 0,63 \cdot 10^{-3}$ in bereits weit überschritten hat, was anhand von optischen Untersuchungen der Werkzeuge darauf zurückgeführt wird, dass die Beschichtung gut am Substratmaterial anhaftet und auch nach örtlicher Erosion wieder auf selbiges übertragen werden kann [16].

Ähnliches gilt für den Kolkverschleiß (Abbildung 2.3 b), wobei hier die TiN-Beschichtung gegenüber derjenigen aus Titancarbid einen wesentlich langsameren Verschleiß aufweist, der jedoch rasch ansteigt, sobald die Kolkentiefe (*crater depth*) die Schichtdicke überschreitet [16].

PVD-Beschichtungen

Bei der Abscheidung von Hartstoffschichten wie TiN auf HSS-Bohrern und anderen Werkzeugen aus Stahl können die CVD-Verfahren aufgrund ihrer hohen Prozesstem-

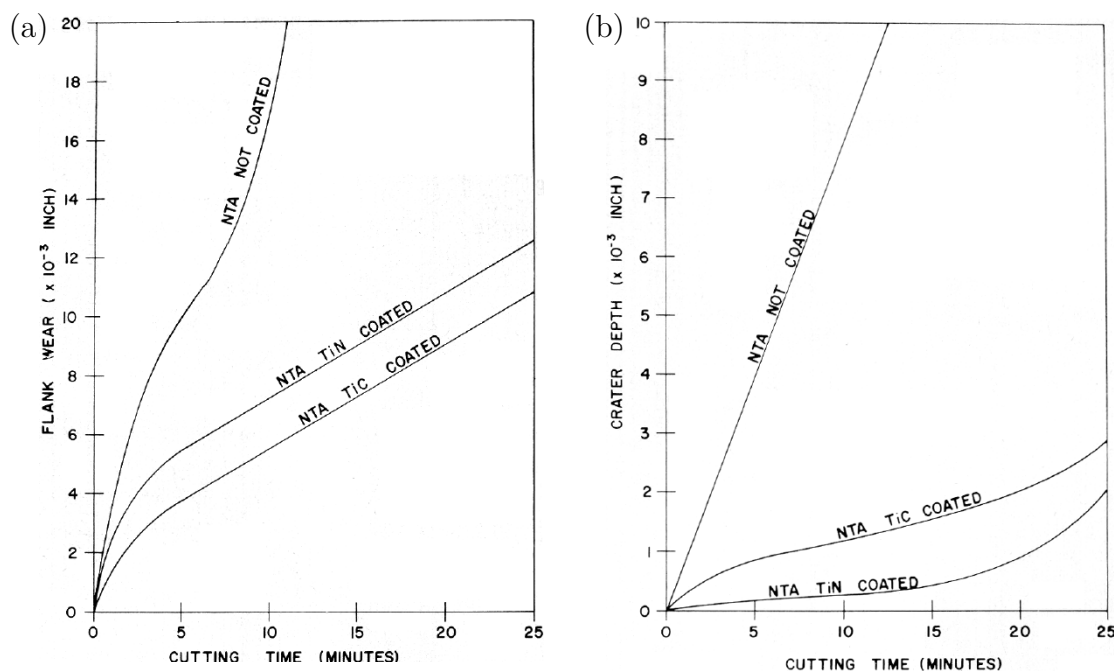


Abbildung 2.3: Verschleiß von CVD-TiN-beschichteten Hartmetall-Werkzeugen bei der Zerspaltung von Vergütungsstahl (1.6511, SAE 4340). (a) Freiflächenverschleiß (*flank wear*). (b) Kolkverschleiß (*crater wear*). Aus [16].

peraturen von etwa 1000°C nicht eingesetzt werden. Der Grund hierfür sind mögliche Änderungen im Gefüge der Werkzeugstähle, die sich negativ sowohl auf die Duktilität als auch auf die Härte auswirken können; zudem kann auch die Maßhaltigkeit der Schneide unter den hohen Temperaturen leiden. Daher wurde für Werkzeugstahl, insbesondere HSS, ein Beschichtungsverfahren auf Basis der physikalischen Gasphasenabscheidung (*PVD*) entwickelt [19, 20].

Dieses Verfahren kommt mit deutlich niedrigeren Temperaturen im Bereich von 500°C aus und ermöglicht es so, die mittels Tempern bei etwa 800°C bis 900°C erzeugte Härte des Werkzeugstahls zu erhalten. Bedingt durch die Duktilität des Substratmaterials werden hier meist nur geringe Schichtdicken von wenigen Mikrometern aufgebracht, da es sonst bei punktueller Belastung durch das Nachgeben des Substrats leicht zu einer Rissbildung in der Hartstoffschicht kommt. Dennoch werden für TiN-beschichtete HSS-Bohrer je nach Werkstück drei- bis über fünffach längere Standzeiten im Vergleich mit unbeschichteten Bohrern angegeben [20, 21].

Zusätzlich ergibt sich neben der Anwendung als Verschleißschutzschicht auf Werkzeugen durch die geringe Prozesstemperatur der PVD-Abscheidung auch die Möglichkeit, Objekte zu dekorativen Zwecken mit TiN zu beschichten. Dabei spielt die gold-ähnliche Farbe einer solchen Beschichtung eine besondere Rolle; diese kann

durch leichte Veränderung der Stöchiometrie sehr gut an das Erscheinungsbild von Beschichtungen aus galvanisch abgeschiedenem Gold angepasst werden. Zusätzlich bietet TiN im Gegensatz zu dem weichen Edelmetall eine gute Beständigkeit gegenüber mechanischen Einwirkungen [20].

Während als PVD-Verfahren zunächst Ionenplattieren (*ion plating*) sowie Lichtbogenabscheidung (*arc plasma deposition*) genutzt wurden, kam bald darauf auch das reaktive Magnetron-Kathodenzerstäuben (*reactive magnetron sputtering*) [22] zum Einsatz. Untersuchungen zu den unterschiedlichsten Parametern und Einflussgrößen bei der Sputterdeposition von TiN [23–26] zeigen die große technologische Relevanz dieses Prozesses, der insbesondere zur Beschichtung von HSS-Bohrern [22, 27, 28], aber auch für andere Werkzeuge und Werkzeugteile [29, 30] verwendet wurde.

Entwicklung ab 1990

Die weitere Entwicklung der Verschleißschutzschichten ist sehr vielfältig. So wurden aus den ersten binären Legierungen schnell ternäre und quarternäre Legierungen entwickelt, die den Verschleißschutz oder auch die Beständigkeit gegen Oxidation und andere äußere Einflüsse verbessern. Beispielhaft seien hier Legierungen mit Aluminiumanteil wie TiAlN oder auch CrAlN genannt [31].

Abbildung 2.4 zeigt die oxidationsbedingte Massenzunahme von Verschleißschutzschichten verschiedener Komplexität von TiN bis hin zu $\text{Ti}_{0,43}\text{Al}_{0,52}\text{Cr}_{0,03}\text{Y}_{0,02}\text{N}$ als Funktion der Temperatur. Durch die Integration von Al in die Schutzschicht kann im Bereich unterhalb von 900 °C bereits eine deutliche Reduzierung der Oxidation erreicht werden; die Zulegierung geringer Mengen Chrom (Cr) und Yttrium (Y) sorgt für eine zusätzliche Verbesserung der Beständigkeit der Schutzschicht gegenüber Temperaturen oberhalb von 900 °C [32].

Auch weitere Übergangsmetalle wie Zirkonium (Zr), Vanadium (V), Hafnium (Hf) oder Niob (Nb) werden als Legierungsbestandteile verwendet, etwa in Form von TiZrN, TiAlZrN und TiAlVN [33], dazu kommen verschiedenste Kombinationen von korrosions- und verschleißschützenden Nitriden, Carbiden, Oxiden und Boriden in Mehr- und Viellagenschichtsystemen [4, 34, 35].

Seit dem Ende der 1990er Jahre werden neben der Schutzschicht selbst auch das darunterliegende Substratmaterial sowie die Umgebungsbedingungen im jeweiligen Bearbeitungsprozess bei der Entwicklung hin zu immer verschleißfesteren und damit wirtschaftlicheren Werkzeugen betrachtet [6, 36].

Induktive oder Laser-basierte Verfahren erlauben beispielsweise ein oberflächliches Härten von Werkzeugstählen auch nach der Beschichtung mit einer Verschleißschutzschicht. Dies ist insbesondere bei der Verwendung von CVD-Prozessen relevant, da

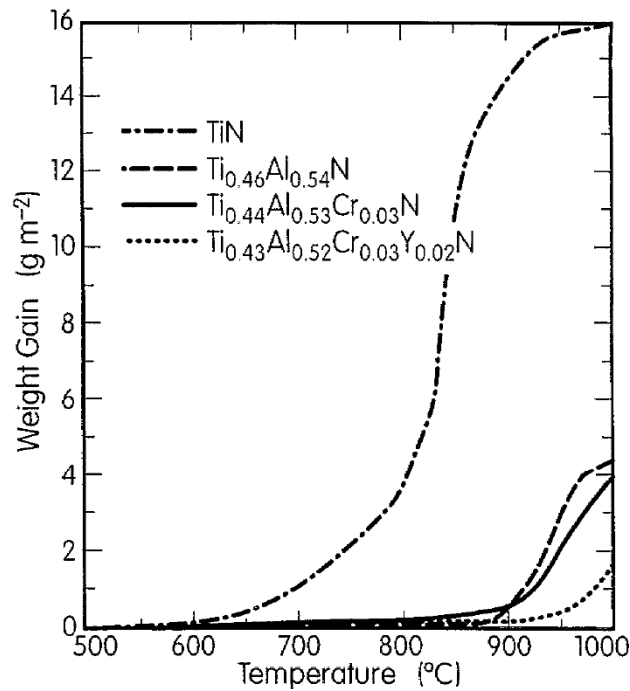


Abbildung 2.4: Massenzunahme durch Oxidation für verschiedene Verschleißschuttschichten auf Ti-Basis in Abhängigkeit von der Temperatur. Die Legierungselemente Al, Cr und Y verringern jeweils die Oxidation und erhöhen so die Beständigkeit der Schutzschicht gegen hohe Temperaturen. Adaptiert aus [32].

der Stahl durch die hohe Prozesstemperatur bei der Beschichtung zunächst an Härte verliert und somit nachträglich nochmals gehärtet werden muss [37, 38].

Durch die Verwendung von Werkzeugen mit hochtemperaturfesten Verschleiß- und Oxidationsschutzschichten sind zudem bei der spanenden Bearbeitung von hochfesten Werkstoffen hohe Schnittgeschwindigkeiten bei stark verringertem Einsatz von Kühl- und Schmiermitteln möglich, im Extremfall (sog. *trockene* Bearbeitung) kann sogar gänzlich auf Kühlung und Schmierung verzichtet werden [39].

2.1.2 Verschleißüberwachung

Zur Verschleißüberwachung gibt es zahlreiche Ansätze, für deren Evaluierung meist Modellsysteme und -prozesse genutzt werden. Dabei kann es sich um standardisierte Bauteile wie beispielsweise Wälzlager handeln, aber auch um ein Verfahren zur spanenden Bearbeitung wie Bohren, Fräsen oder Drehen [40, 41].

Das Spektrum der verwendeten Methoden reicht von Mikroskopie über akustische Emissionen und Vibrationen, Kraft- und Beschleunigungsaufnehmer (*Dynamo*- und *Accelerometer*) bis hin zu elektrischen und magnetischen Sensoren [42]. Zusätzlich lassen sich diese Verfahren in zwei Gruppen einteilen, je nachdem ob sie eine fortschreitende Überwachung im laufenden Betrieb ermöglichen oder eine Unterbrechung des Prozesses erfordern. Im Folgenden werden diese als *online*- bzw. *offline*-Verfahren bezeichnet.

Mikroskopische Verschleißmessung

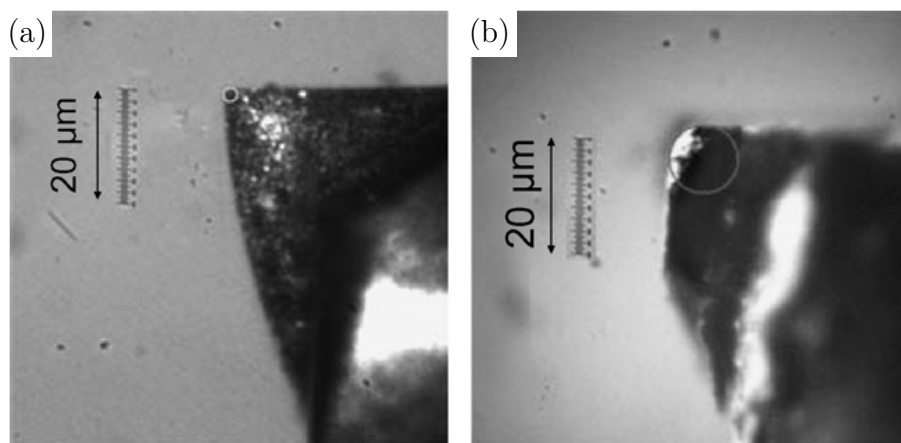


Abbildung 2.5: Nachweis von Verschleiß mit optischer Mikroskopie am Werkzeug einer Mikrofräse; die Markierungen zeigen jeweils den Radius r der Schneidkante. (a) Neuwertiges Werkzeug, $r = 1 \mu\text{m}$, (b) verschlissenes Werkzeug, $r = 6 \mu\text{m}$. Adaptiert aus [43].

Eine direkte Verschleißmessung ist beispielsweise mittels Fotografie, optischer Mikroskopie oder Elektronenmikroskopie möglich. Vorteilhaft ist dies vor allem in solchen Fällen, in denen aus der Vielzahl von möglichen Verschleißarten diejenigen identifiziert werden sollen, die für den untersuchten Prozess relevant sind; ebenso können auf diese Weise leicht extreme und für den Prozess fatale Verschleißerscheinungen des Werkzeugs wie z. B. Brüche der Schneidkante erkannt werden.

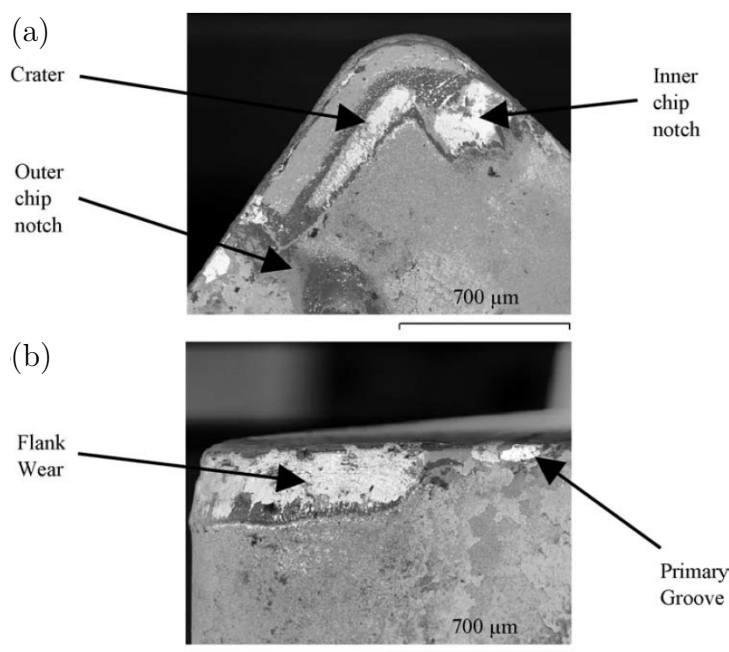


Abbildung 2.6: Nachweis von Verschleiß mit Rasterelektronenmikroskopie an einer Wendeschneidplatte. (a) Spanfläche mit Kolkverschleiß (*crater*) und Spankerben (*chip notch*), (b) Freifläche mit Flankenverschleiß (*flank wear*) und primärer Verschleißkerbe (*primary groove*). Aus [44].

Abbildung 2.5 zeigt zwei mikrofotografische Aufnahmen von Schneidkanten eines Fräasers in neuwertigem (a) sowie in stark abgenutztem Zustand (b). Eingezeichnet ist jeweils eine kreisförmige Markierung, die den ermittelten Radius r der Schneidkante angibt. Da es sich hier um ein Werkzeug für kleinste Fräsarbeiten handelt ($D = 500 \mu\text{m}$), geben die Autoren als Grenze für ein unzulässig abgenutztes Werkzeug einen Kantenradius von $r > 5 \mu\text{m}$ an. Radien von bis zu $2 \mu\text{m}$ werden als „gut“, solche im Bereich von $2 \mu\text{m}$ bis $5 \mu\text{m}$ als „durchschnittlich“ betrachtet [43].

Daneben werden auch elektronenmikroskopische Methoden, insbesondere die Rasterelektronenmikroskopie (engl. *scanning electron microscopy, SEM*) vielfach zur Begutachtung von Verschleißerscheinungen genutzt. In Abbildung 2.6 sind SEM-Aufnahmen der Span- (a) und der Freifläche (b) einer beschichteten Hartmetall-Wendeschneidplatte dargestellt, die in einem Drehprozess zur Zerspanung eines Chromstahls (100Cr6, 1.3505) bei reduzierter Kühl- und Schmiermittelzufuhr eingesetzt wurde. Bei der Beschichtung handelt es sich um einen dreilagigen Aufbau aus TiCN, Al_2O_3 und TiN (von innen nach außen) [44]. Die Spanfläche zeigt dabei deutlichen Kolkverschleiß (*crater [wear]*) in Abbildung 2.6 a) in einem Abstand von etwa $250 \mu\text{m}$ zur Schneidkante; daneben sind die innere und äußere Spankerbe

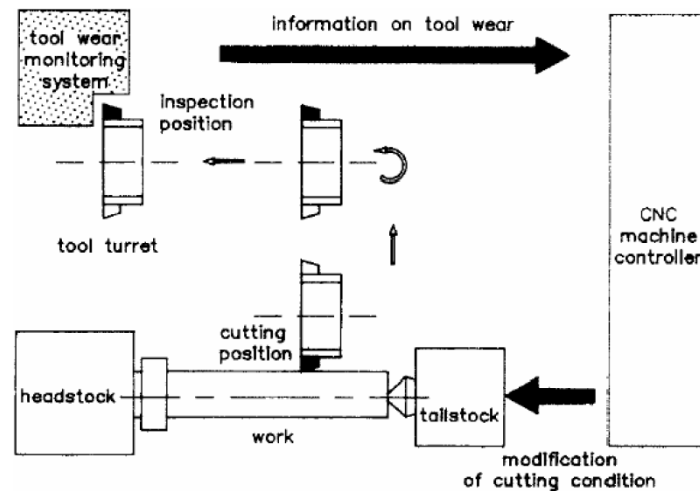


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung einer offline-Verschleißüberwachung am Beispiel eines CNC-gesteuerten Drehprozesses. Das Werkzeug wird zu einer speziellen Untersuchungsposition (*inspection position*) bewegt, wo es vom Überwachungssystem (*tool wear monitoring system*) überprüft wird. Die so gewonnene Information über den Zustand des Werkzeugs wird an den Maschinencontroller weitergeleitet, der nötigenfalls die Parameter der Bearbeitung anpasst. Aus [45].

(*inner* bzw. *outer chip notch*) erkennbar. Der Verschleiß auf der Freifläche (Abbildung 2.6 b) konzentriert sich auf die Fläche direkt unterhalb der Schneidkante (*flank wear [zone]*) sowie entlang der Kante bis hin zur primären Verschleißkerbe (*primary groove*), deren Position etwa der Schnitttiefe entspricht [44].

Der besondere Vorteil der mikroskopischen Verschleißbestimmung, nämlich die Vielfalt der erfassbaren Verschleiß- und Fehlerformen, ist gleichzeitig auch ein großer Nachteil dieser Verfahren: die Interpretation der Aufnahmen erfordert eine gewisse Erfahrung des auswertenden Anwenders und kann daher nur schwer automatisiert werden.

Eine Ausnahme hiervon ist die kameragestützte Auswertung der Reflektivität beispielsweise der Freifläche. Insbesondere gesinterte Hartmetall-Wendeschneidplatten weisen im Neuzustand eine matte Oberfläche auf, während verschlissene Bereiche einen metallischen Glanz zeigen. Bedingt durch die Schnittgeometrie und ihre im Gegensatz zur Spanfläche glatte Oberfläche ist dieser Effekt auf der Freifläche besonders erkennbar, so dass hier eine maschinelle Messung des Verschleißzustands möglich ist [45].

Gleichzeitig verdeutlicht dieses Messverfahren einen weiteren Sachverhalt in Bezug auf die mikroskopischen Verfahren zur Verschleißmessung. Da die Freifläche im Betrieb durch das Werkstück verdeckt ist, muss die Bearbeitung für die Messung

unterbrochen werden – es handelt sich hier also um eine *offline*-Methode. In einer computergesteuerten Bearbeitungsmaschine (*computer numerical control, CNC*) kann dieser Vorgang weitestgehend automatisiert werden, wie schematisch anhand eines CNC-Drehprozesses in Abbildung 2.7 gezeigt wird. Die Methode ist geeignet, um Bearbeitungsparameter wie etwa den Vorschub oder die Schnittgeschwindigkeit anzupassen [45]; diese Anpassung erfolgt jedoch anhand einer zeitlich punktuellen Messung. Im Anschluss an diese Messung muss die Bearbeitung mit den ermittelten Parametern für einen gewissen Zeitraum störungsfrei laufen, andernfalls führt der Zeitverlust durch die Verschleißmessung zu einer Verringerung der Produktivität. Zusätzlich kann diese Methode ein fatales Versagen des Werkzeuges im laufenden Betrieb nicht erkennen, so dass ein Restrisiko für eine Beschädigung des Werkstücks oder der Maschine verbleibt. Die mikroskopische Verschleißbestimmung wird daher vor allem als Referenz für andere Verfahren der Verschleißüberwachung genutzt, indem in Versuchsreihen periodisch die mittels *online*-Verschleißmessung gewonnenen Daten mit den Ergebnissen der mikroskopischen *offline*-Untersuchung verglichen werden [43, 44, 46–48].

Kraft, Vibration und akustische Emission

Die am häufigsten eingesetzten Verfahren im Bereich der Verschleiß- und Werkzeugüberwachung (engl. *tool condition monitoring*) basieren auf der Messung der auftretenden Kräfte, Vibrationen sowie akustischen Emissionen (*AE*) [41]. Dabei handelt es sich um *online*-Verfahren, da jeweils physikalische Größen erfasst werden, deren Ursache unmittelbar in dem Bearbeitungsprozess selbst liegt.

Die Auswahl der genutzten Sensoren erfolgt anhand der jeweiligen Gegebenheiten, z. B. je nach benötigter Bandbreite der Messung. Kraftsensoren (*Dynamometer*) können Informationen sowohl über statische als auch über dynamische Kräfte von 0 Hz bis etwa 100 Hz liefern, während Beschleunigungsmesser (*Accelerometer*) ausschließlich zur Erfassung von dynamischen Werte im Bereich von 10 Hz bis 10 kHz eingesetzt werden. Der Frequenzbereich der akustischen Emissionen reicht von einigen 100 Hz bis hin zu 10 MHz; dabei können bei niedrigen Frequenzen normale Mikrofone für Luftschall verwendet werden, während zur Messung der höheren Frequenzen Körperschallsensoren vorteilhaft sind [43, 46, 49, 50].

Einige mögliche Montagepositionen dieser Sensoren sind in Abbildung 2.8 exemplarisch anhand einer Dreiachs-Fräsmaschine dargestellt. Die Werkstückaufnahme (links im Bild) kann beispielsweise mit einem Dynamometer sowie mit Sensoren für Vibrationen (*Accelerometer*) und akustische Emissionen ausgestattet werden. Für die Frässpindel (Bildmitte) kommen sowohl Kraftaufnehmer für die Schnittkräfte (*cutting forces*) als auch zur Erfassung des Drehmoments (*torque*) infrage, sowie

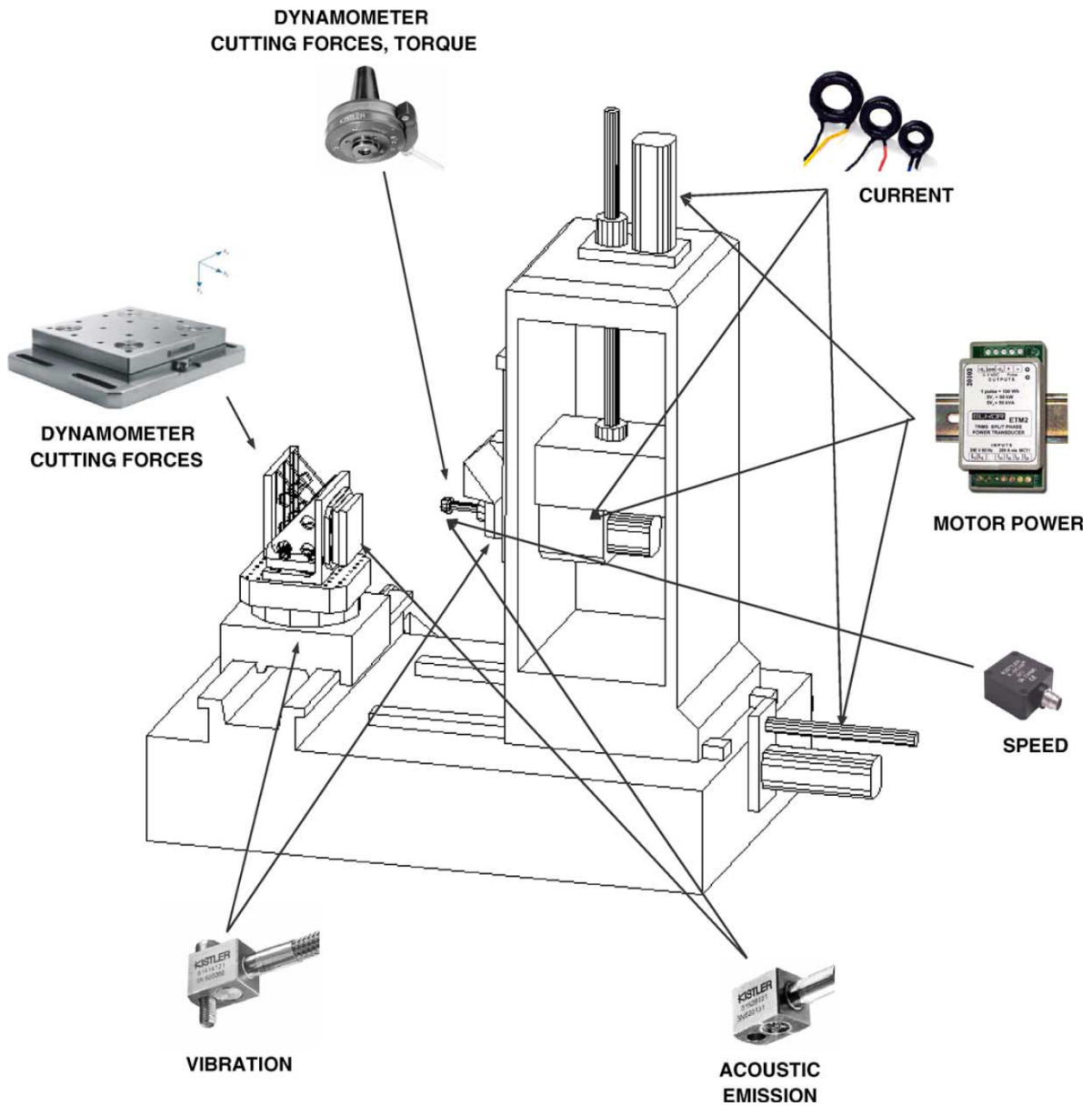


Abbildung 2.8: Verschiedene Sensoren zur Prozessüberwachung am Beispiel einer Fräse mit drei Achsen. Die Pfeile zeigen die möglichen Einbau- und Einsatzorte der jeweiligen Sensoren an. Aus [51].

wiederum AE-Sensoren und solche, die die Spindeldrehzahl (*speed*) erfassen. Die drei Achsantriebe der Fräse (rechts im Bild) schließlich können anhand ihrer Strom- bzw. Leistungsaufnahme überwacht werden [51].

Dynamometer werden in solchen Fällen meist drei- bis sechsachsig ausgeführt, wobei letztere neben den Kräften in drei Raumrichtungen auch die jeweiligen Momente messen können. Dies ermöglicht es, je nach Prozess am Werkstück oder am Werkzeug, die einzelnen räumlichen Komponenten der Schnittkräfte zu bestimmen. Beim Drehen beispielsweise wirken auf das Werkzeug, den Drehmeißel, drei Kräfte: die Tangentialkraft F_t , die Radialkraft F_r und die Vorschubkraft F_f (engl. *feed force*). F_t entsteht dabei durch den eigentlichen Schnitt, also das Auflaufen von Material auf die Schneide bzw. die Spanfläche. Die Schnitttiefe wird durch die sogenannte „Zustellung“ definiert, der wiederum F_r entgegenwirkt. Diese Kraft hat ihren Ursprung im Kontakt zwischen dem Werkstück und der seitlichen Schneidkante des Werkzeugs, der „Nebenschneide“. Die Hauptbewegungsrichtung des Werkzeugs beim Drehen ist allerdings der Vorschub, d. h. die Bewegung parallel zur Drehachse. Die dadurch verursachte Gegenkraft F_f entsteht durch den Andruck des Werkstücks an die Freifläche der Hauptschneide, wobei die an dieser Stelle (und an der Nebenschneide) auftretende Reibung wiederum einen zusätzlichen Anteil zu F_t leistet [1].

Es ist offensichtlich, dass ein Zusammenhang zwischen dem Verschleiß an Schneidkante, Span- und Freifläche und den Schnittkräften besteht, da sich die Reibung zwischen Werkzeug und Werkstück bzw. Span mit zunehmendem Verschleiß deutlich ändert. Dieser Zusammenhang ist jedoch nicht linear; vielmehr liegen hier sehr komplexe, im Extremfall unter anderem durch Inhomogenitäten im Werkstück bedingt sogar chaotische Zustände vor [42]. Zusätzlich sind je nach Bearbeitungsprozess neben den Schnittkräften eine Vielzahl anderer Parameter relevant.

Um anhand der gemessenen Größen den Verschleiß zu ermitteln, ist daher eine Abschätzung der Korrelation zwischen diesen Werten ebenso nötig, wie eine elaborierte Auswertung der Daten. Eingesetzt werden hierfür unter anderem Zeitreihen- und Frequenzanalyseverfahren [41] – auch in Form von Echtzeitsystemen [52]–, neuronale Netzwerke [53] und Fuzzy-Logik [54, 55] bis hin zu Kombinationen aus diesen Techniken [43, 56], die in den Bereich der künstlichen Intelligenz einzuordnen sind [57].

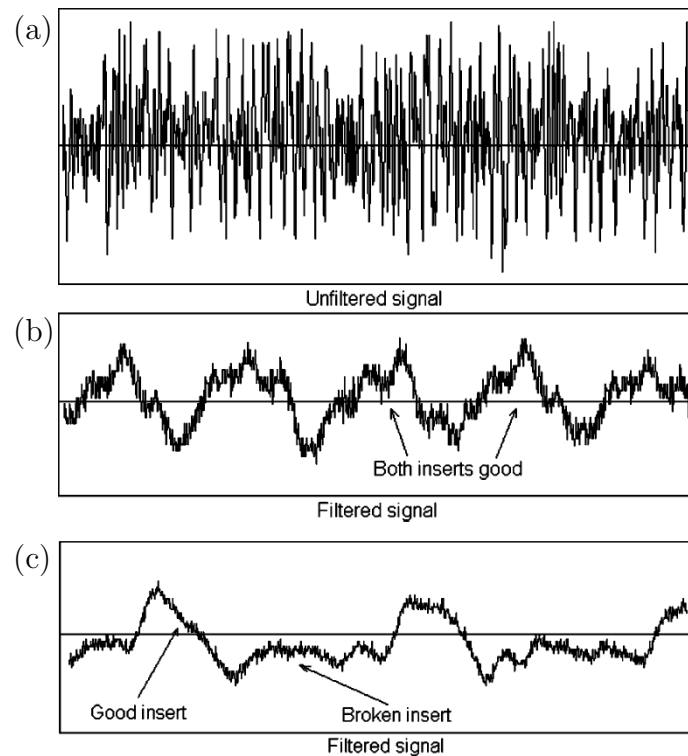


Abbildung 2.9: Überwachung eines Fräsprozesses durch Messung der Stromaufnahme des Spindelmotors für zwei Zustände des Fräskopfes. Gezeigt sind Zeitreihen des gemessenen Stroms, ungefiltert (a) und gefiltert (b) im Betrieb mit zwei normalen Schneiden sowie gefiltert (c) mit einer normalen und einer beschädigten Schneide. Adaptiert aus [59].

Überwachung mechanischer und elektrischer Prozessparameter

Neben der Verwendung von speziellen Sensoren ist in vielen Bearbeitungsprozessen auch eine Überwachung von mechanischen und elektrischen Parametern wie beispielsweise der Strom- bzw. Leistungsaufnahme, der Drehzahl oder der Position der verschiedenen Motoren möglich. Im engeren Sinne kommen hier zwar auch Sensoren für die jeweiligen Messgrößen zum Einsatz; da diese aber oft bereits in die Maschinensteuerung integriert sind, z. B. um die Ist-Größe einer Drehzahlregelung zu bestimmen oder als Bestandteil einer Überlastsicherung, werden diese Überwachungsverfahren auch als „sensorlos“ bezeichnet [58].

Abbildung 2.9 zeigt die gemessene Stromaufnahme des Spindelmotors einer Fräse im Verlauf der Zeit. Während das ungefilterte Signal (a) stark verrauscht erscheint, ist nach einer Filterung (b) ein sich wiederholendes Muster erkennbar. Dieses wird auf die Schneidvorgänge der einzelnen Einsätze zurückgeführt, wobei der Fräser hier

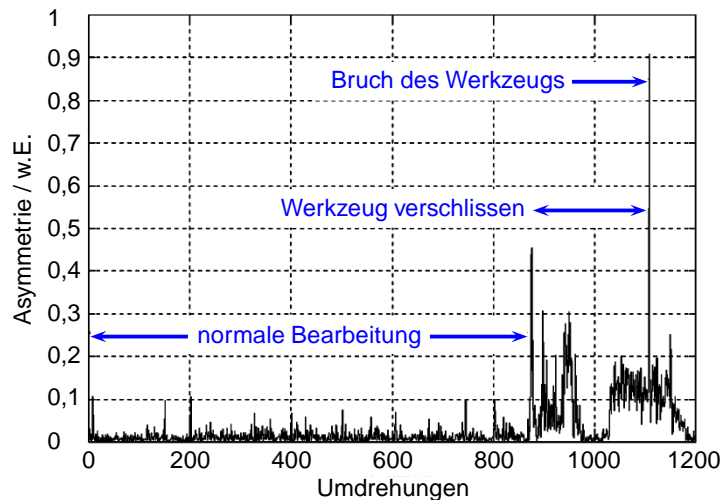


Abbildung 2.10: Überwachung eines Fräsprozesses durch Messung und Auswertung der Stromaufnahme des Spindelmotors. Dargestellt ist ein errechneter Wert für die Asymmetrie der Stromaufnahme während einer Umdrehung über die Anzahl der Spindelumdrehungen. Adaptiert aus [59].

mit zwei Hartmetall-Wendeschneidplatten ausgestattet ist. In den beiden oberen Teilbildern ist ein Zustand dargestellt, in dem beide Einsätze normal funktionieren. In Abbildung 2.9 (c) sieht es dagegen anders aus: hier ist eine Schneidkante gebrochen (*broken insert*), während die zweite noch normal arbeitet (*good insert*). Im gefilterten Signal ist dadurch ein deutlicher Unterschied zwischen beiden Einsätzen sichtbar, da die normale Schneidkante während des Kontakts mit dem Werkstück einen wesentlich höheren Signalhub generiert als die beschädigte Kante [59].

Bei konstanter Spindeldrehzahl können leicht Messpunkte verglichen werden, die miteinander in einem geometrischen Zusammenhang stehen, beispielsweise solche, die nach jeweils einer 180° Drehung der Spindel aufgenommen wurden. Aus diesen kann ein Wert errechnet werden, der die Asymmetrie der Stromaufnahme repräsentiert [59].

Der Verlauf dieses errechneten Wertes über 1200 Umdrehungen der Spindel ist in Abbildung 2.10 dargestellt. Niedrige Werte geben eine geringe Asymmetrie und damit eine gleichmäßige Aufteilung des Schneidvorgangs auf beide Einsätze an, hohe Werte dagegen weisen auf eine Beschädigung an einem der beiden Einsätze hin. Wie leicht ersichtlich ist, stieg die Asymmetrie verschleißbedingt nach etwa 875 Umdrehungen schlagartig an, sank danach aber zeitweilig wieder auf niedrigere Werte ab. Nach einer Phase mit wiederum erhöhter Asymmetrie ab etwa 1025 Umdrehungen kam es schließlich bei knapp über 1100 Umdrehungen zum Bruch eines der beiden

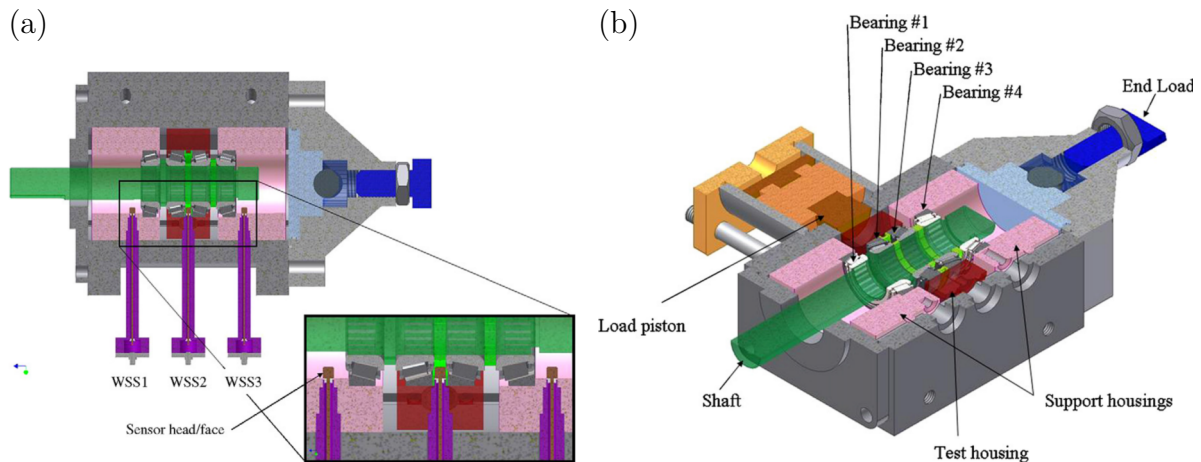


Abbildung 2.11: Elektrostatische Verschleißüberwachung mit sog. *wear site*-Sensoren (*WSS*) in einem Teststand. Vier Schrägrollenlager auf einer gemeinsamen Achse (grün) werden axial vorgespannt (blau); die mittleren beiden Lager werden zusätzlich radial belastet (orange, rot). (a) Schnittansicht und Detailvergrößerung zur Platzierung der Sensoren. (b) Schrägansicht mit Bezeichnungen der Bauteile und Komponenten. Aus [61].

Einsätze, was sich in einem scharfen Peak des errechneten Wertes äußerte. Anschließend wurde der Bearbeitungsprozess gestoppt, wodurch sich die Asymmetrie wieder bis auf Null verringert [59].

Auf diese Weise können Informationen über den Zustand einzelner Schneiden gewonnen werden. Diese kann, wie gezeigt, verwendet werden, um sowohl Verschleiß als auch katastrophale Ausfälle des Werkzeugs zu detektieren und so ein Kriterium für einen automatischen Abbruch des Bearbeitungsprozesses zu erhalten. Es ist aber auch möglich, den Prozess selbst an den Verschleißzustand des Werkzeugs anzupassen. So kann beispielsweise der Vorschub angepasst werden, so dass trotz verschlissener Schneiden weiterhin die gewünschte Oberflächengüte erzeugt wird [60].

Elektrostatische Verschleißüberwachung

Elektrostatische Verschleißsensoren nutzen aus, dass ein Stück Metall, das aus der Oberfläche eines Lagers abplatzt, meist eine statische elektrische Ladung erhält. Wenn als Schmier- bzw. Kühlmittel des Lagers ein nichtleitendes Medium verwendet wird – dies können Luft oder verschiedene Öle sein –, so kann die statische Ladung nicht oder nur sehr langsam von dem Metallstück abfließen [62]. Die Abplatzung und die darin enthaltene Ladung werden zusammen mit dem Medium

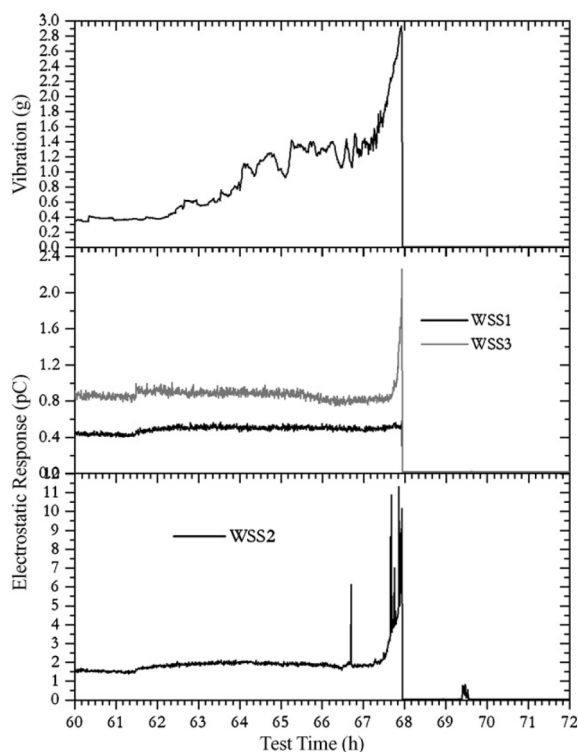


Abbildung 2.12: Zeitreihe der Messwerte der elektrostatischen Sensoren (WSS1–3) im Vergleich mit der mittels Beschleunigungssensor gemessenen Vibration. In dem Versuch wurden die Rollenlager radial mit 15 kN bis 20 kN belastet. Der Zeitpunkt des Versagens liegt bei 68 Stunden Versuchsdauer, etwa 30 min davor ist in den Sensoren ein Anstieg des jeweiligen Signals zu beobachten. Besonders ausgeprägt ist dies bei dem zwischen den belasteten Lagern angebrachten WSS2. Aus [61].

abtransportiert. Elektrostatische Sensoren können diesen Ladungstransport nachweisen, sofern sie passend in der Nähe des Lagers oder im Schmiermittelkreislauf platziert sind [61]. Abbildung 2.11 zeigt einen beispielhaften Testaufbau zur elektrostatischen Verschleißüberwachung an vier ölgeschmierten Schrägrollenlagern. Dabei werden die beiden mittig liegenden Lager durch einen hydraulisch betätigten Stempel (*load piston*) gezielt radial über die Verschleißgrenze hinweg belastet. Mehrere elektrostatische Sensoren, hier zur Verdeutlichung ihrer Nähe zur Verschleißstelle als *wear site sensor* (*WSS*) bezeichnet, sind im Bereich der Lager angebracht und erfassen die Ladung, die über das durchströmende Schmiermittel bzw. die darin enthaltenen Metallpartikel abtransportiert wird.

Weitere Sensoren im Aufbau dienen der Prozessüberwachung und als Referenz für die elektrostatischen Sensoren. Im Teststand selbst ist hierfür ein Beschleunigungssensor integriert, im Schmiermittelkreislauf befinden sich zwei Sensoren zur

Erfassung metallischer und ferromagnetischer Partikel sowie zur Bestimmung der Schmiermitteltemperatur und der Flußmenge. Mehrere Filter (Porengrößen 25 μm und 6 μm sowie magnetisch) extrahieren abgeplatzte Metallpartikel aus dem Kreislauf [61].

Vor dem schlagartigen Versagen der Lager registrieren die verschiedenen Messsysteme über einen Zeitraum von ca. 30 Minuten einen starken Anstieg der Partikelzahl bzw. der Vibrationen. Die elektrostatischen Sensoren detektieren im gleichen Zeitbereich ebenfalls einen Anstieg der transportierten Ladung, wie in Abbildung 2.12 ersichtlich ist. WSS1, der Sensor, der vor den Lagern im Kühlkreislauf liegt, zeigt dabei den geringsten Anstieg, gefolgt vom dritten Sensor im Kreislauf, WSS3. Das Antwortsignal vom mittleren Sensor (WSS2) ist entsprechend seiner Nähe zu den belasteten Lagern bereits im Grundzustand höher als das Signal der anderen beiden Sensoren, steigt jedoch mit zunehmendem Verschleiß an den Lagern nochmals deutlich an [61].

Da Lager wie auch andere Werkzeuge häufig aus magnetisierbarem Stahl gefertigt sind, eignen sich auch induktive Messmethoden zum Nachweis von abgeplatzten Partikeln. Hier kann ein ähnliches Konzept verwendet werden wie bei der elektrostatischen Verschleißüberwachung.

Eine auf der Messung von mechanischen Schwingungen basierende Methode dagegen weist den Verschleiß direkt nach, indem die Laufruhe des Lagers überwacht wird. Dabei kann es sich sowohl um nieder- wie auch um hochfrequente Schwingungen handeln. Letztere sind dabei eher der Akustik zuzuordnen, während die erstgenannten als Vibrationen zutage treten. Beide Varianten können verwendet werden, um den Zustand eines Lagers im Betrieb zu überwachen [50]. Ebenso ist auch eine akustische Überwachung von Werkzeugen der spanenden Bearbeitung möglich. Hier besteht allerdings die Schwierigkeit, dass die akustischen Emissionen des Werkzeugs von vielen Faktoren abhängen [49] und es keinen monotonen Zusammenhang zwischen Verschleiß und einer akustischen Messgröße gibt. Vielmehr müssen verschiedene Auswertungen in einer angepaßten Logik kombiniert werden, um eine Abschätzung des Verschleiß' zu ermöglichen [49, 63].

2.1.3 Temperaturüberwachung

Hartmetalle und insbesondere keramikbasierte Materialien besitzen typischerweise eine niedrige Wärmeleitfähigkeit, so dass sich die im Betrieb lokal hohe Temperaturen bis über 900 °C und Temperaturgradienten in der Größenordnung mehrerer hundert Kelvin pro Millimeter bilden. Auch bei metallischen Werkzeugen entstehen hohe Temperaturen, allerdings müssen hier aufgrund der im Vergleich mit Hartmetallen und Keramiken verringerten Warmfestigkeit deutlich niedrigere Grenzen eingehalten werden, um das Werkzeug nicht zu beschädigen (z. B. für HSS: $T \leq 550$ °C). Bedingt durch die größere Wärmeleitfähigkeit und den thermischen Kontakt mit dem Werkzeughalter kann ein Großteil der im Schneidprozess entstehenden Wärme aber schneller abgeleitet werden, so dass die Temperaturgradienten niedriger ausfallen.

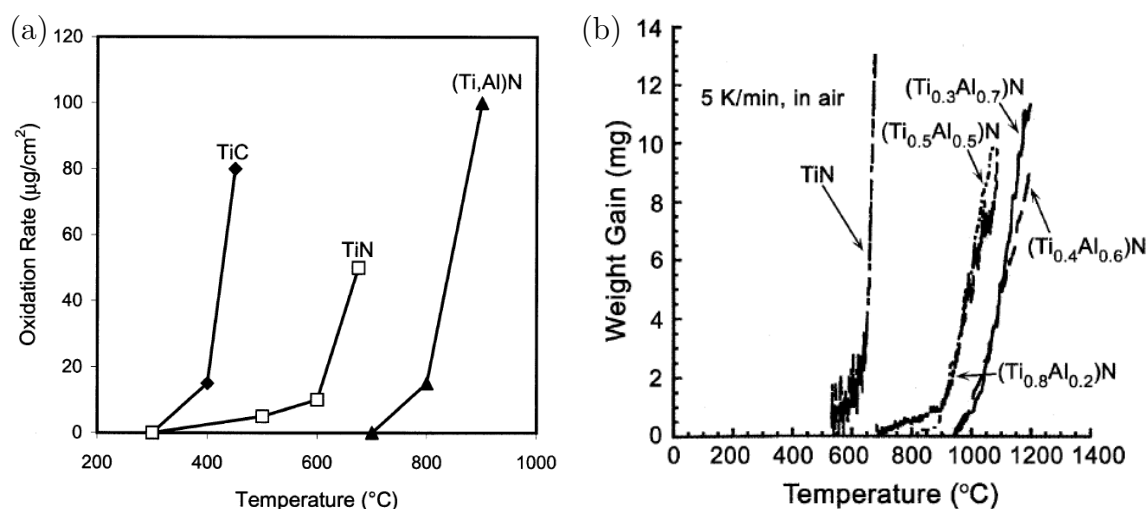


Abbildung 2.13: Temperaturabhängigkeit der Oxidation verschiedener Hartstoffe auf Ti-Basis. (a) Oxidationsrate von Titancarbid, Titanitrid und Titanaluminiumnitrid in Abhängigkeit von der Temperatur. (b) Oxidation (Gewichtszunahme) von Titanitrid und verschiedenen Titanaluminiumnitriden in Abhängigkeit von der Temperatur. Aus [11].

Ebenso wie für den Grundwerkstoff des Werkzeugs gibt es auch für Verschleißschutzschichten eine Beschränkung der Einsatztemperatur. Oberhalb dieser Temperatur kann z. B. die chemische Stabilität des jeweiligen Materials beeinträchtigt sein, so dass es beispielsweise zur Oxidation der Schutzschicht kommt. In Abbildung 2.13 ist dies exemplarisch für verschiedene Verschleißschutzschichten auf Titanbasis dargestellt [11]. Besonders die Titanaluminiumnitride weisen dabei eine gegenüber Titanitrid und -carbid deutlich höhere Beständigkeit gegenüber Oxidation

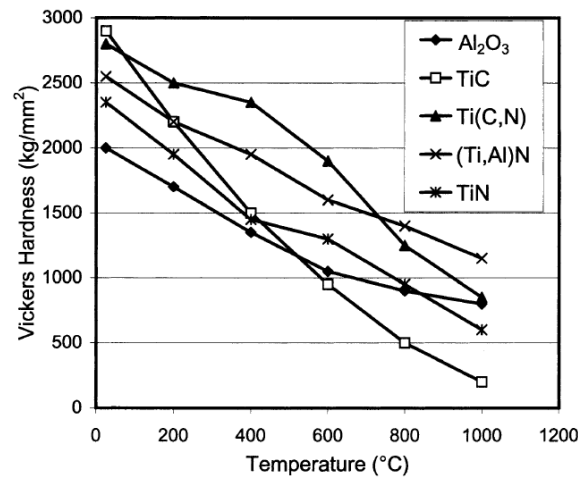


Abbildung 2.14: Mikrohärte von Korund, Titancarbid, Titancarbonitrid, Titanaluminiumnitrid und Titannitrid in Abhängigkeit von der Temperatur. Aus [65].

auf, da sich bei beginnender Oxidation eine dichte Schicht aus Aluminiumoxid auf der Oberfläche bildet, die eine weitere Oxidation des darunter liegenden Materials stark verlangsamt [11, 64].

Da zum Schutz vor Verschleiß meist Hartstoffe verwendet werden, kann auch der Verlust oder die Verringerung dieser Materialeigenschaft den Einsatz bei hohen Temperaturen negativ beeinflussen. Für Korund und verschiedene Hartstoffe auf Basis von Titan ist dieser Zusammenhang in Abbildung 2.14 gezeigt. Die Mikrohärte aller gezeigten Hartstoffe verringert sich deutlich beim Anstieg der Temperatur von Raumtemperatur (RT) auf 1000 °C. Titannitrid übertrifft dabei in einem weiten Temperaturbereich (RT bis ca. 800 °C) die Mikrohärte von Korund, kommt allerdings nicht an die noch höheren Werte von Titancarbonitrid und Titanaluminiumnitrid heran, was in Teilen auf eine Mischkristallhärtung durch die Einbindung von Al- bzw. C-Atomen in das TiN-Gitter zurückgeführt wird [11]. Titancarbid wiederum hat bei Raumtemperatur die höchste Mikrohärte, diese sinkt jedoch bei steigender Temperatur so stark ab, dass sie ab ca. 550 °C den niedrigsten Wert unter den dargestellten Materialien aufweist [65].

Um die Temperatur des Werkzeugs zu bestimmen, kommen verschiedene Methoden zum Einsatz [66, 67]. Einige Temperatursensoren können in direkten thermischen Kontakt mit dem Werkzeug gebracht werden, in anderen Fällen findet eine indirekt Messung, oft auf Basis der emittierten Schwarzkörperstrahlung, statt. Weitere Methoden beruhen beispielsweise auf einer metallografischen Untersuchung des Werkzeugs im Anschluss an den Schneidvorgang. Im Allgemeinen entsteht Wärme

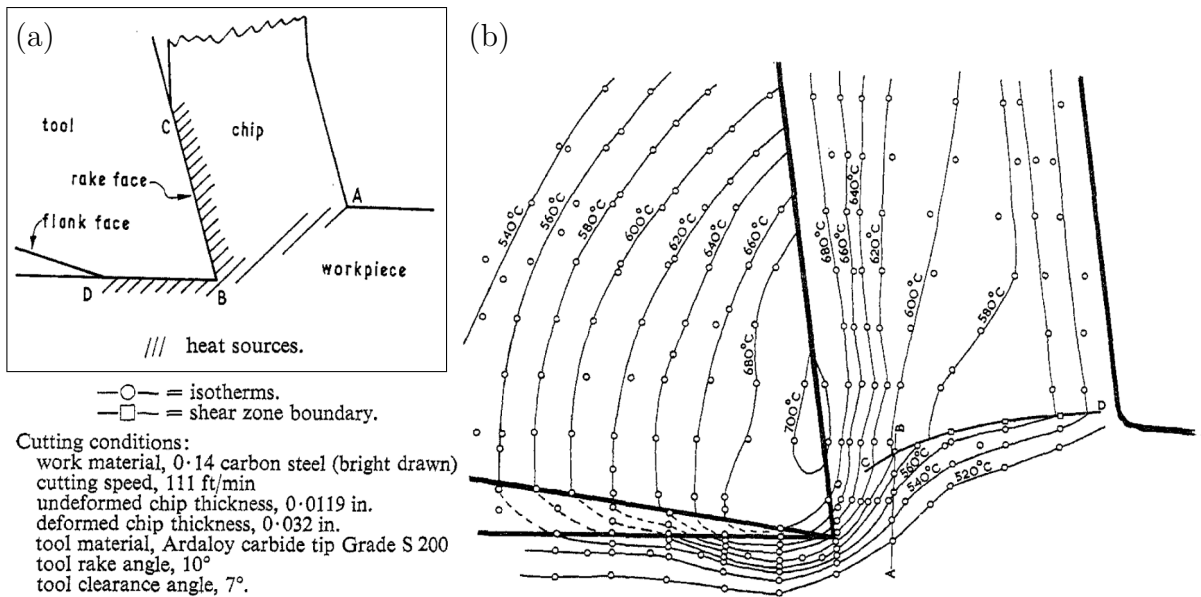


Abbildung 2.15: (a) Schematische Darstellung des Schneidvorgangs mit Werkzeug, Werkstück und Span sowie Span- und Freifläche (engl. *rake face* bzw. *flank face*). Die Schraffur kennzeichnet die Wärmequellen. (b) Temperaturverteilung im Werkzeug sowie im Bereich rund um die Scherzone zwischen Werkstück und Span, gemessen mittels Infrarotfotografie auf der Seitenfläche eines schmalen Drehmeißels; die Ansicht entspricht derjenigen in der schematischen Darstellung. Das Temperaturmaximum ($T > 700\text{ °C}$) liegt im Kontaktbereich zwischen Span und Werkzeug. Adaptiert aus [68].

im Schneidprozess in drei Bereichen, die anhand der schematischen Darstellung in Abbildung 2.15 (a) ersichtlich sind: erstens durch Reibung im Kontaktbereich von Werkstück und Werkzeug entlang der Freifläche, zweitens durch plastische Deformation des Werkstückmaterials innerhalb der Scherzone im Übergang zum Span sowie drittens durch die Reibung zwischen Span und Werkzeug im Kontaktbereich entlang der Spanfläche [68]. Insbesondere die letztgenannte Wärmequelle ist dabei für das Werkzeug von Bedeutung, da es bei üblichen Schnittgeschwindigkeiten zu einer Reibverschweißung zwischen Span und Werkzeugoberfläche kommt, wodurch die Haftung der Materialien aufeinander und infolgedessen auch die Reibung stark erhöht werden [1].

Kalorimetrie

Für eine grundlegende Betrachtung der Temperaturentwicklung bei der spanenden Bearbeitung ist der Einsatz kalorimetrischer Methoden möglich. Hierbei handelt es

sich um die historisch zuerst eingesetzte Methode zur Untersuchung der bei der spanenden Bearbeitung auftretenden Temperaturen und thermischen Effekte [69].

Oft wird ein Bohrer als beispielhaftes Werkzeug verwendet, da sich hier gut bestimmen lässt, zu welchen Anteilen die erzeugte Wärme über das Werkzeug, das Werkstück und die Späne abtransportiert wird [70]. Abbildung 2.16 zeigt solche kalorimetrischen Messaufbauten. Zur Bestimmung der gesamten erzeugten Wärme sind sowohl der Bohrer als auch das stabförmige Werkstück in ein Wasserbad eingetaucht, dessen Temperaturänderung während des Bohrens protokolliert wird (Abb. 2.16 a). Auch die beim Bohren erzeugten Späne bleiben bei im Wasserbad, so dass anhand der bekannten Füllmenge des Behälters und der spezifischen Wärmekapazität die Wärmesumme bestimmt werden kann, die Bohrer, Werkstück und Späne an das Wasserbad abgeben.

Um anschließend die Anteile der drei einzelnen Wärmequellen zu bestimmen, sind zwei Abwandlungen des Aufbaus notwendig. Die Wärme des Bohrers ist nur schlecht während des Bohrvorgangs bestimmbar¹, daher wird der Bohrer erst nach Abschluss des Prozesses in ein Wasserbad eingetaucht und die Temperaturänderung bis zum Erreichen des thermischen Gleichgewichts betrachtet (Abb. 2.16 b). Durch geeignete Wahl der Prozessparameter, beispielsweise einer geringen Dauer des Bohrvorgangs bei gleichzeitig hohem Vorschub und dadurch hoher Schnittleistung, kann der Wärmeverlust außerhalb des Kalorimeters minimiert werden [70].

In einer weiteren Version des Kalorimetraufbaus kommen Werkstück und Bohrer nicht mit dem Wasserbad in Berührung, während die Späne möglichst vollständig aufgefangen und in das Wasser geleitet werden (Abb. 2.16 c). Auf diese Weise kann die durch die Späne abgeführte Wärme bestimmt und mit der gesamten Wärme und derjenigen des Bohrers verglichen werden. Abbildung 2.17 zeigt die so ermittelte prozentuale Verteilung der Wärmeentwicklung auf Werkstück, Werkzeug und Späne. Dabei wird deutlich, dass insbesondere bei hohen Schnittgeschwindigkeiten der weitaus größte Teil der erzeugten Wärme ($> 80\%$) durch die Späne abtransportiert wird, während das Werkzeug über einen weiten Geschwindigkeitsbereich einen nahezu konstanten Anteil von knapp 10% der Wärme ableiten muss [70]. Der Anteil der Wärme, die vom Werkstück aufgenommen wird, liegt etwa auf gleichem Niveau, allerdings verteilt sich diese in der Praxis meist auf eine deutlich größere Masse. Beim Werkzeug dagegen ist nur eine kleine Region in der Nähe der Schneidkante von der Wärmeentwicklung betroffen, so dass sich hier wesentlich höhere Temperaturen entwickeln [12].

¹Eine bemerkenswerte Ausnahme bildet hier die historische Methode von Rumford [69].

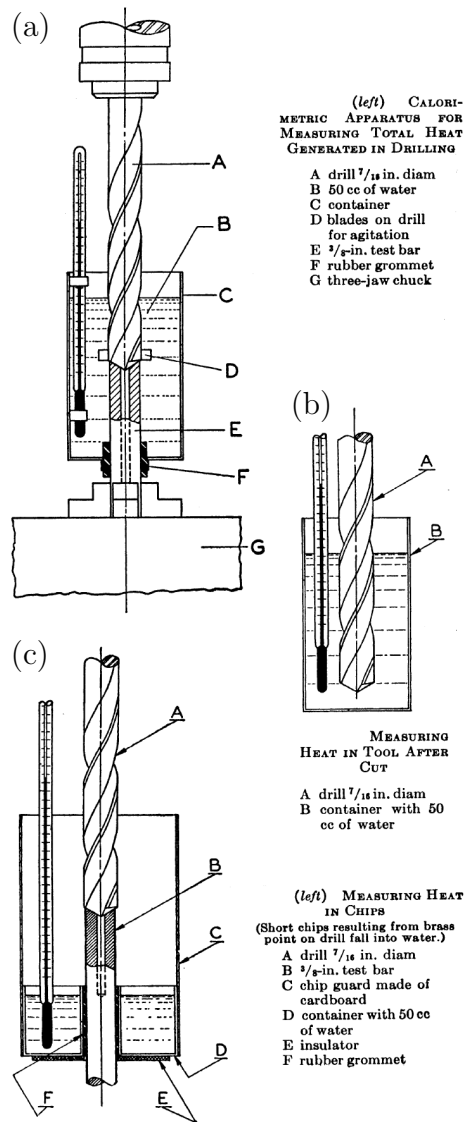


Abbildung 2.16: Kalorimetrische Methode zur Messung der beim Bohren erzeugten Wärme. Bestimmt wird die gesamte erzeugte Wärme (a) sowie mit gleichen Parametern des Bohrvorgangs die Wärme im Werkzeug (b) sowie die Wärme, die durch die Späne abgeführt wird (c). Während die Erwärmung des Wasserbads im erst- und letztgenannten Fall direkt während des Prozesses stattfindet, kann im mittleren Fall das Werkzeug erst nach dem Ende des Bohrens in das Wasserbad getaucht werden. Aus [70].

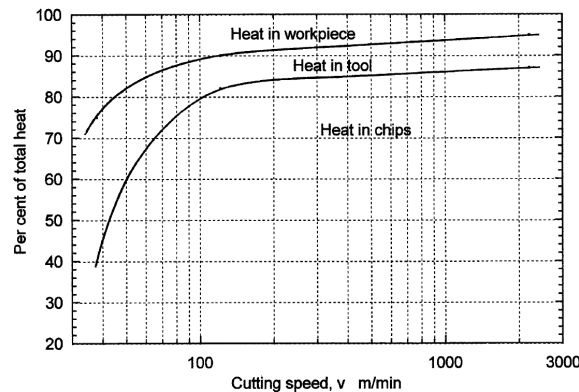


Abbildung 2.17: Prozentuale Verteilung der bei der spanenden Bearbeitung erzeugten Wärme auf Werkstück (*workpiece*), Werkzeug (*tool*) und Späne (*chips*) in Abhängigkeit von der Schnittgeschwindigkeit, ermittelt mittels Kalorimetrie am Beispiel eines Bohrers. Aus [70].

Optische Temperaturmessung

Zur berührungslosen Temperaturmessung lassen sich verschiedene optische Effekte nutzen [12]. Thermochrome Beschichtungen beispielsweise erlauben eine direkte Überwachung der Temperatur anhand der Färbung der jeweiligen Oberfläche des Werkzeugs [67]. Wesentlich häufiger wird jedoch die Schwarzkörperstrahlung ausgenutzt, deren Intensitätsmaximum nach dem Wienschen Verschiebungsgesetz temperaturabhängig ist. Dieses Verfahren ist, da es sich zumeist um Strahlung im infraroten Bereich handelt, auch als IR-Thermometrie bekannt; ein gängiges Messgerät für Wärmestrahlung ist dabei das Pyrometer [7, 71], wobei die Verwendung von Infrarotfotografie ebenfalls möglich ist [68]. Die optischen Methoden erlauben es nicht nur, die Temperatur des Werkzeugs zu bestimmen, sondern auch die des (bewegten) Werkstücks sowie der ablaufenden Späne.

In Abbildung 2.18 ist ein mit einem Pyrometer gemessenes Temperaturfeld dargestellt. Der Fokusbereich des Messgeräts beträgt 0,5 mm, die gemessenen Bereiche auf dem Werkzeug, dem Werkstück und dem ablaufenden Span sind durch die eingezeichneten Kreise markiert. Die in den Kreisen genannten Zahlen geben die gemessene Temperatur in °C an. Als Werkstückmaterial kam ein niedriglegierter Stahl (St 42.11) zum Einsatz, als Werkzeug ein Drehmeißel aus gesintertem Hartmetall („Widia“) [7].

Die Messungen zeigen, dass das Werkstück nicht nur an seinem äußeren Rand, in dem Bereich in dem die Wärmequellen des Zerspanungsprozesses liegen (vgl. Abb. 2.15 a), stark aufgeheizt wird, sondern dass durch Wärmeleitung auch tiefer liegende Bereiche bereits Temperaturen oberhalb von 200 °C aufweisen. Das Tem-

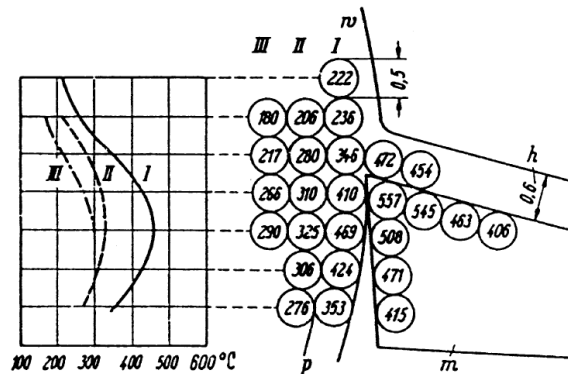


Abbildung 2.18: Optische Temperaturbestimmung an Werkzeug, Werkstück und Span mittels Pyrometer. Die Kreise zeigen die einzelnen Messbereiche, die einen Durchmesser von jeweils 0,5 mm haben, die Zahlen sind die entsprechenden Temperaturen in °C. Aus [7].

peraturmaximum liegt dabei nicht unmittelbar neben der Schneide, sondern ist der drehenden Bewegung des Werkstücks folgend verschoben, so dass es auf Höhe der Freifläche auftritt. Das Diagramm links verdeutlicht dieses nochmals für drei Radien I, II und III des Werkstücks, die jeweils einer Linie von Messpunkten des Pyrometers entsprechen [7].

Eine Einschränkung der optischen Temperaturmessung ist, dass sie nur die jeweilige Oberflächentemperatur erfassen kann. Zusätzlich ist eine direkte Sichtverbindung zwischen dem entfernten Sensor und der zu messenden Fläche nötig. Im Fall der spannenden Bearbeitung erschwert diese Einschränkung die Messung erheblich, da die eigentliche Schneidkante von den Spänen bzw. dem Werkstück verdeckt wird. Eine Messung ist also nur in einem Bereich der Werkzeugoberfläche abseits der Zone möglich, in der die höchsten Temperaturen auftreten (siehe auch Abb. 2.15 b). In fast allen optischen Methoden ist zudem eine Kalibrierung des Detektors notwendig, um die gemessene Strahlungsintensität einer Temperatur zuzuordnen und Querempfindlichkeiten aufgrund einer Variation der Emissivität der betrachteten Oberfläche auszuschließen [66].

Metallografische Temperaturmessung

Ebenfalls möglich ist eine metallografische Temperaturbestimmung. Hier werden Umwandlungen in verschiedenen Metallen und Legierungen, zum Teil auch im Material des Werkzeugs selbst, genutzt, die jeweils erst oberhalb einer bestimmten Temperatur stattfinden und bei Abkühlung nicht reversibel sind [12]. Dies kann beispielsweise das Aufschmelzen eines Indikatormaterials oder eine Gefügeänderung sein.

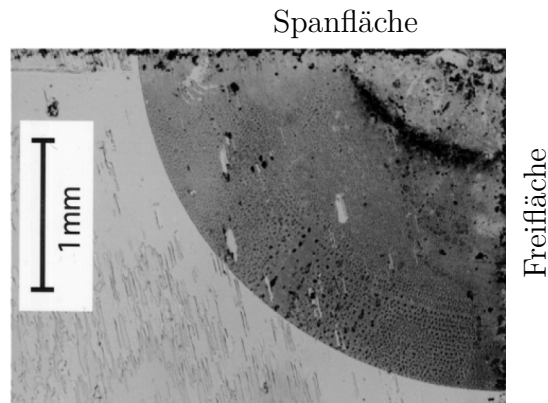


Abbildung 2.19: Metallografische Bestimmung der Maximaltemperaturen an einem Werkzeug. Fotomikrograf einer Bismut-Beschichtung auf einer Schnittfläche innerhalb des Werkzeugs. Die viertelkreisförmige Grenze zeigt die Isotherme, an der beim Einsatz des Werkzeugs die Schmelztemperatur ($272\text{ }^{\circ}\text{C}$) erreicht wurde. Aus [72].

Die Verfahren haben gemeinsam, dass die Temperaturbestimmung nicht im laufenden Betrieb, d. h. während des Schneidvorgangs erfolgt. Vielmehr findet erst im Anschluss an den eigentlichen Einsatz eine Auswertung statt, bei der die jeweils örtlich erreichte Maximaltemperatur ermittelt wird. Rückschlüsse auf den zeitlichen Verlauf des Temperaturanstiegs sind mit den metallografischen Verfahren daher nicht möglich. Zudem ist in vielen Fällen eine Zerstörung der Probe, also des Werkzeugs, unumgänglich. Die Temperaturverteilung im Inneren des Werkzeugmaterials beispielsweise ist nur zugänglich, wenn ein Querschnitt angefertigt und so eine für die metallografische Auswertung geeignete Oberfläche geschaffen wird [12].

Die erreichbare Genauigkeit hängt entscheidend vom jeweils gewählten Umwandlungsprozess ab. Die Schmelzpunkte verschiedener Materialien beispielsweise sind – bei ausreichender Reinheit des Indikatormaterials – als Literaturwerte mit hoher Genauigkeit bekannt. Die Auswahl beschränkt sich jedoch aus praktischen Gründen meist auf eine geringe Anzahl von Materialien, deren Schmelzpunkte zudem im relevanten Temperaturbereich liegen müssen [12].

Neben dem Aufbringen pulverförmiger Indikatoren können auch dünne PVD-Beschichtungen eingesetzt werden. So ist es zum Beispiel möglich, ein zunächst geteiltes Werkzeug nach dem Beschichten mit dem Indikatormaterial wieder zusammenzufügen. Nach dem Schneidprozess wird das Werkzeug erneut aufgespalten, so dass die Beschichtung freiliegt und untersucht werden kann. Ein partielles Aufschmelzen der Beschichtung führt zu einer oberflächlichen Veränderung unter anderem der Rauigkeit des Indikatormaterials. Die als Helligkeitskontrast in Abbildung 2.19 erkennbare Grenzlinie zwischen zeitweise geschmolzenen und nicht-

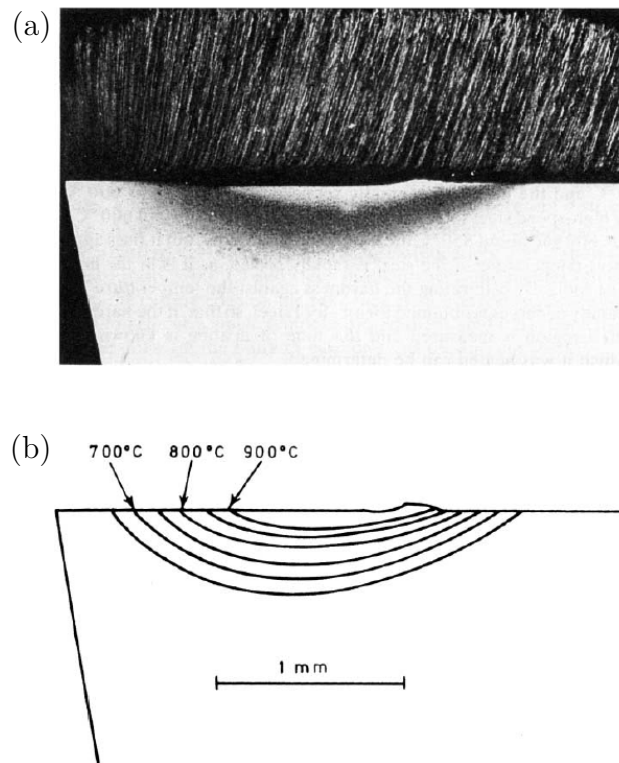


Abbildung 2.20: Metallografische Bestimmung der Maximaltemperaturen an einem Werkzeug. (a) Fotomikrograf vom Querschnitt eines Werkzeugs aus HSS (poliert und in Nital geätzt). Der durch den Helligkeitskontrast im Werkzeug erkennbare Bereich wurde im Prozess auf Temperaturen oberhalb von 650°C erwärmt. (b) Anhand der Mikrostruktur lassen sich Isothermen mit ca. 50 K Abstand ableiten. Aus [1].

geschmolzenem Indikator gibt die Isotherme an, die gerade dem jeweiligen Schmelzpunkt entspricht; im Falle des hier verwendeten Bismuts sind dies 272°C . Zusätzliche Proben mit gleicher Geometrie liefern durch Aufbringen anderer Indikatormaterialien weitere Isothermen, beispielsweise bei 450°C (Tellur), 631°C (Antimon) und 938°C (Germanium) [72].

Eine von Wright und Trent dargestellte Methode nutzt mikroskopische Veränderungen im Gefüge eines Schnellarbeitsstahls, beispielsweise durch Bildung von Carbidausscheidungen an Korngrenzen. Diese sind nach den Polieren der entsprechenden Oberfläche und Anätzen in 2% *Nital* (eine alkoholbasierte Verdünnung von Salpetersäure, von engl. *nitric acid* und *alcohol*) als dunkle Bereiche erkennbar. Durch einen Vergleich mit kontrolliert aufgeheizten Referenzproben konnten die Autoren den Kontrast zwischen Körnern und Korngrenzen (bzw. Ausscheidungen daran) auf eine Temperaturskala zurückführen, die eine Bestimmung der im Einsatz erreichten

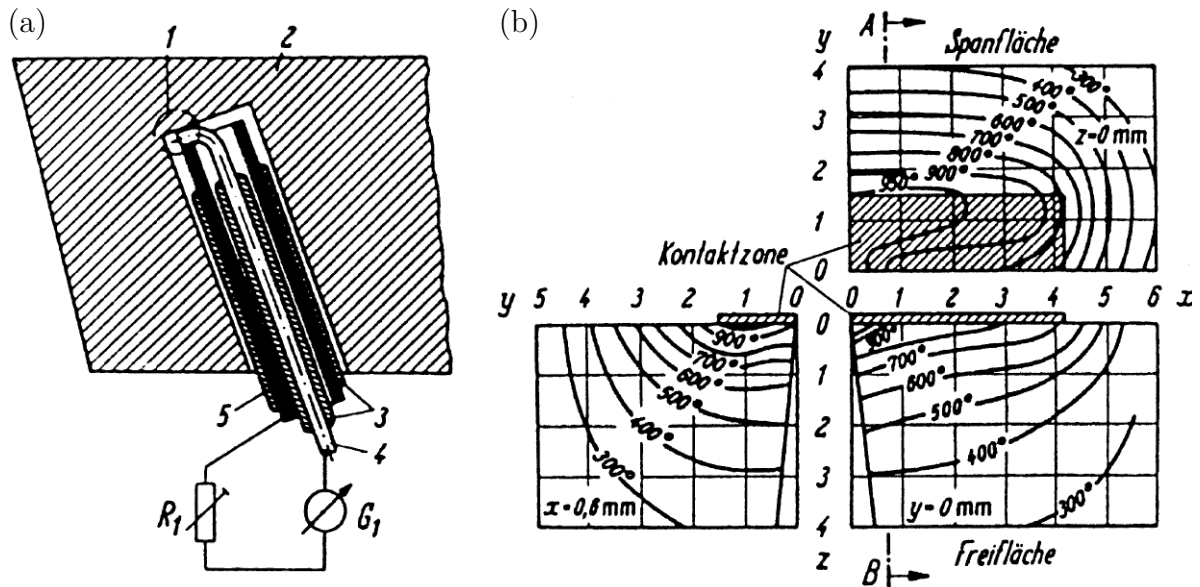


Abbildung 2.21: (a) Querschnitt durch ein Werkzeug mit integriertem Thermokontakt. (b) Temperaturprofile des Werkzeugs in drei Ebenen. Die Profile mit der Bezeichnung Span- bzw. Freifläche sind dabei Oberflächenprofile, während das dritte Profilbild einen Schnitt durch das Werkzeug parallel zur seiner yz -Ebene bei $x = 0,8$ mm zeigt. Aus [8].

maximalen Temperatur mit einer Genauigkeit von ± 25 °C im für HSS relevanten Bereich von 650 °C bis 900 °C erlaubt [9].

Um einen zusätzlichen Vergleichswert zu schaffen, wurde eine Korrelation zwischen der im Betrieb erreichten Temperatur und der Mikrohärtigkeit des Schnellarbeitsstahls hergestellt. Vorteilhaft ist, dass ein deutlicher Abfall der Härte im Bereich von ca. 600 °C bis 850 °C stattfindet, so dass in einem weiten Bereich eine parallele Nutzung beider metallografischen Methoden zur Temperaturbestimmung möglich ist [9].

Direkte Temperaturmessung

Zur direkten Temperaturmessung kann das Werkzeug auf seiner Unterseite mit einer Bohrung versehen werden, in die ein Thermokontakt eingebracht wird. Ein Schnittbild eines solchen Aufbaus mit schematischer Darstellung der Messung der Thermospannung ist in Abbildung 2.21 (a) gezeigt. Durch Verwendung von vielen gleichartigen Werkzeugen, die sich nur durch die Position und Tiefe der Bohrung unterscheiden, ist auf diese Weise die Messung von Temperaturprofilen möglich [8]. Abbildung 2.21 (b) zeigt exemplarisch ein solches Temperaturprofil, dargestellt in drei Ebenen. Die Position der Schnittebene (parallel zur yz -Ebene) ist in den bei-

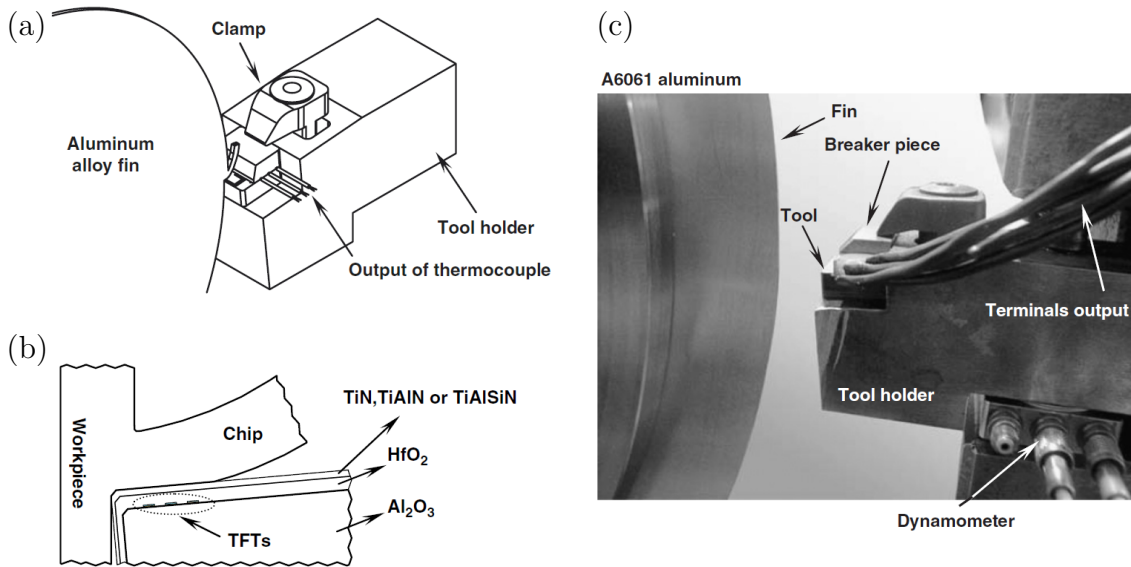


Abbildung 2.22: (a) Aufbau einer Werkzeugaufnahme in einer Drehbank für Werkzeuge mit integrierten Dünnschicht-Thermokontakten (*TFT*). (b) Schnittbild durch das Werkzeug im Zerspanungsprozess (schematisch, Schichtdicken nicht maßstabsgetreu). (c) Fotografie eines eingebauten und kontaktierten Werkzeugs. Aus [73].

den anderen Ebenen durch *A* bzw. *B* markiert; ebenso ist der Bereich, in dem das Werkzeug mit dem Werkstück oder dem ablaufenden Span in Berührung kommt, als *Kontaktzone* schraffiert eingezeichnet. Unmittelbar an der Schneidkante sowie in großen Teilen der Kontaktzone überschreitet die Temperatur $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, teilweise auch $950\text{ }^{\circ}\text{C}$. Erst außerhalb der Kontaktzone sinkt die Temperatur auf der Spanfläche auf unter $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ab. Auf der Freifläche sowie im Schnitt ist jedoch erkennbar, dass die hohen Temperaturen nur in einem oberflächennahen Volumen unterhalb der Spanfläche auftreten, wobei der Temperaturgradient mehrere 100 K/mm erreicht.

Oberflächliche Temperaturmessung

Um die Temperatur an der heißesten Stelle des Werkzeugs, d. h. auf der Spanfläche in direkter Nähe zur Schneidkante zu bestimmen, muss ein direkt messender Temperatursensor auf dieser Fläche platziert werden. Dabei sollte die Geometrie des Werkzeugs nicht oder nur in möglichst geringem Umfang geändert werden, weshalb sich Dünnschicht-Thermokontakte (engl. *thin film thermocouple*, *TFT*) anbieten [73]. Der Thermokontakt wird dabei in Dünnschichttechnik auf das Werkzeug aufgebracht, lithografisch strukturiert und anschließend von einer Verschleißschutzschicht überdeckt,

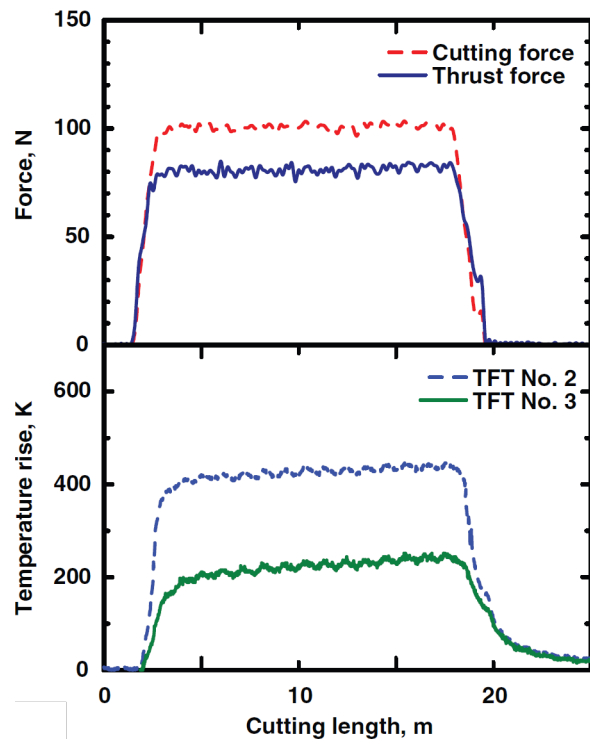


Abbildung 2.23: Messung des Temperaturanstiegs im Werkzeug durch zwei an unterschiedlichen Positionen eingebettete Dünnschicht-Thermokontakte (*TFT*) während des Zerspanens von Aluminium EN AW-6061 T6. Die obere Kurve zeigt den parallelen Anstieg von Schnitt- und Vorschubkraft während des Schneidvorgangs. Aus [73].

wie im Schnittbild in Abbildung 2.22 (b) ersichtlich ist. Die elektrischen Kontakte werden abseits der Schneidkante angebracht (Abbildung 2.22 a und c).

Das so präparierte Werkzeug erlaubt die direkten Temperaturbestimmung in unmittelbarer Nähe zur Schneidkante im laufenden Betrieb. Eine exemplarische Messkurve ist in Abbildung 2.23 gezeigt, wobei die Auftragung hier über die Schnittlänge (engl. *cutting length*) erfolgt. Die obere Hälfte des Graphen stellt die Schnitt- sowie die Vorschubkraft (engl. *cutting force* bzw. *thrust force*) dar, zu deren Messung der Aufbau ein Dynamometer enthält, siehe auch Abbildung 2.22 (c). Die untere Hälfte des Graphen zeigt den an zwei Dünnschicht-Thermokontakten ermittelten Temperaturanstieg während des Prozesses, wobei der Abstand zwischen dem eigentlichen Sensor und der Schneidkante für Kontakt „TFT No. 2“ 0,3 mm und für Kontakt „TFT No. 3“ 0,5 mm beträgt. Der erstgenannte liegt daher im Bereich der Kontaktfläche von Werkzeug und Span, was sich in einem deutlich höheren Temperaturniveau widerspiegelt [73].

2.2 Temperaturabhängige magnetische Eigenschaften

In diversen magnetischen Materialien bzw. in verschiedenen Formen des Magnetismus existieren temperaturabhängige magnetische Eigenschaften. Sie basieren größtenteils auf der Wechselwirkung zwischen der magnetischen Ordnung innerhalb des Materials und der thermisch bedingten Unordnung; daneben können auch Änderungen der Mikrostruktur wie beispielsweise Phasenübergänge Auswirkungen auf magnetische Eigenschaften haben.

Paramagnetismus

Den einfachsten Zusammenhang zwischen magnetischer Ordnung und thermischer Unordnung findet man beim Paramagnetismus. Die Magnetisierung M eines paramagnetischen Stoffes lässt sich mit Hilfe der *Langevin-Funktion* $L(a) = \coth a - a^{-1}$ (Abbildung 2.24) beschreiben [74]:

$$M = M_0 \left[\coth \left(\frac{m_d H}{kT} \right) - \left(\frac{kT}{m_d H} \right) \right] . \quad (2.2)$$

m_d ist dabei das magnetische Dipolmoment der Atome in dem betrachteten Volumen des Stoffes. H ist das (externe) Magnetfeld, k die Boltzmann-Konstante und T die Temperatur. M_0 steht für die maximale Magnetisierung oder *Sättigungsmagnetisierung*, die theoretisch bei $T = 0$ durch die vollständige Ausrichtung aller mikroskopischen magnetischen Momente erreicht werden kann.

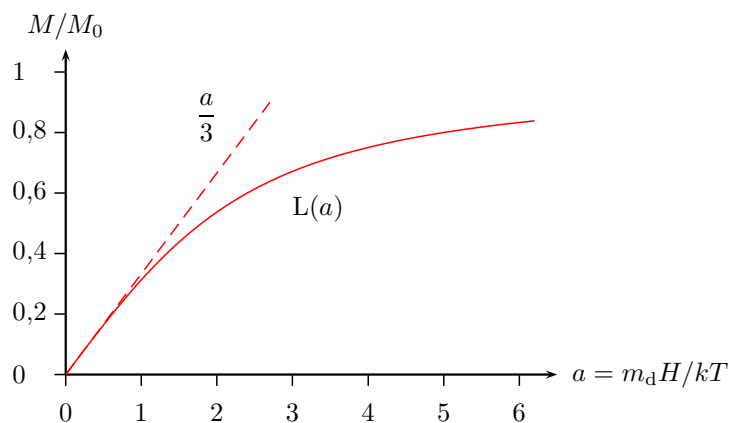


Abbildung 2.24: Die Langevin-Funktion $L(a)$ beschreibt die relative Magnetisierung M/M_0 eines Paramagneten in Abhängigkeit von $a = m_d H / kT$. Für kleine a kann die Funktion durch eine Gerade mit der Steigung $1/3$ approximiert werden.

Für $T > 0$ und bei endlicher Feldstärke H bleibt die Magnetisierung stets unterhalb der Sättigungsmagnetisierung. Die größte Zahl paramagnetischer Stoffe weist bei technisch relevanten Feldstärken gar eine so niedrige Magnetisierung auf, dass die Nichtlinearität der Langevin-Funktion in diesem Bereich vernachlässigt werden kann. Als Approximation ergibt sich dann mit

$$\left. \frac{dL(a)}{da} \right|_{a=0} = \frac{1}{3} \quad (2.3)$$

eine direkte Proportionalität zwischen M und H :

$$M = \frac{M_0 m_d}{3kT} H \quad (2.4)$$

Der Proportionalitätsfaktor ist die Suszeptibilität $\chi = \frac{M}{H}$, die im Bereich der Approximation neben den Materialparametern M_0 und m_d nur noch von der Temperatur abhängig ist:

$$\chi = \frac{M_0 m_d}{3kT} \quad (2.5)$$

In Tabellenwerken wird zur Charakterisierung von paramagnetischen Materialien meist dieser feldunabhängige Wert der Suszeptibilität bzw. der relativen Permeabilität $\mu_r = \chi + 1$ angegeben. Die Temperaturabhängigkeit wird dabei gegebenenfalls durch die zusätzliche Angabe eines Temperaturkoeffizienten berücksichtigt.

In beiden Fällen, also sowohl in der linearen als auch in der nichtlinearen Darstellung, ist die Temperaturabhängigkeit des Paramagnetismus offensichtlich. Generell bewirkt ein Anstieg der Temperatur dabei jeweils eine Verringerung der Magnetisierung und der Suszeptibilität bzw. der relativen Permeabilität.

Ferromagnetismus

Der Ferromagnetismus beruht in seinen Grundzügen auf dem Paramagnetismus und zeigt daher ein sehr ähnliches Bild. So wird beispielsweise die Sättigungsmagnetisierung M_s ebenfalls durch die Temperatur beeinflusst. Der höchste Wert M_0 liegt am absoluten Nullpunkt vor:

$$M_0 = M_s \Big|_{T=0\text{K}} \quad (2.6)$$

Der Verlauf der Sättigungsmagnetisierung mit steigender Temperatur lässt sich analytisch anhand der *Brillouin*-Funktion beschreiben [74] und ist für die ferromagnetischen Elemente Eisen (Fe), Kobalt (Co) und Nickel (Ni) jeweils ähnlich, bei Auftragung in Einheiten von M_0 und der *Curie*-Temperatur T_c sogar nahezu iden-

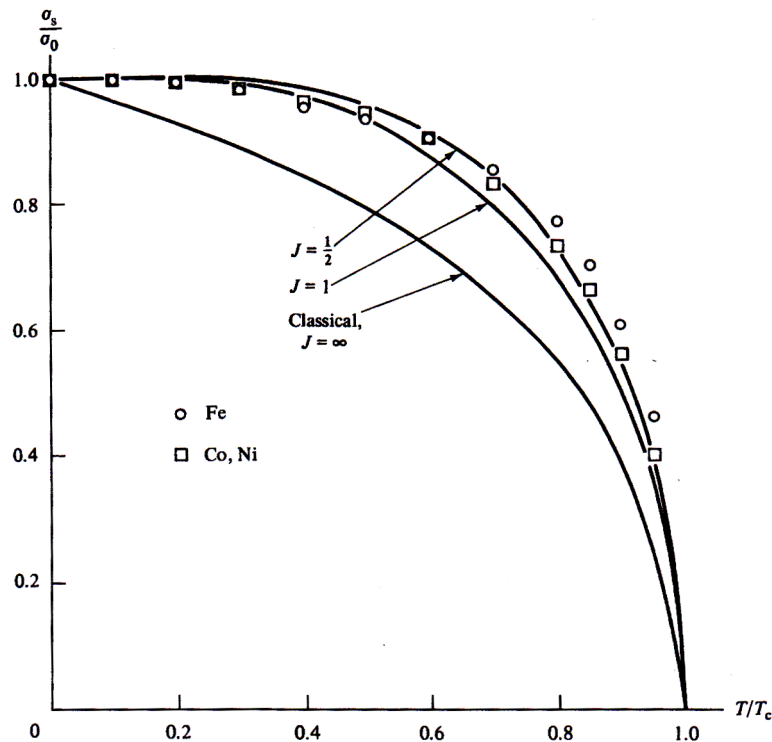


Abbildung 2.25: Relative Sättigungsmagnetisierung σ_s/σ_0 von Fe, Co und Ni von $T = 0$ bis T_c . Die durchgezogenen Linien geben den Verlauf der Brillouin-Funktion für verschiedene Werte des Parameters J an. Aus [74].

tisch. Abbildung 2.25 zeigt neben einigen Messwerten (Symbole) auch drei Kurven, die sich für verschiedene Parameter J der analytischen Beschreibung ergeben. Die Sättigungsmagnetisierung ist hier in ihrer massenbezogenen Form dargestellt und dementsprechend mit σ_s bzw. σ_0 bezeichnet.

Die Curie-Temperatur T_c markiert die Grenze, an der die thermische Energie ausreicht, um den Ferromagnetismus zu überwinden. Oberhalb T_c ist ein Ferromagnet daher nur noch paramagnetisch. Auch unterhalb von T_c , im ferromagnetischen Bereich, sind die meisten magnetischen Eigenschaften von ferromagnetischen Stoffen mit einer Temperaturabhängigkeit behaftet.

Die folgenden Abschnitte geben einen exemplarischen Überblick über temperaturabhängige magnetische Eigenschaften in ferromagnetischen Materialien sowie über deren Anwendung z. B. als Temperatursensor.

Curie-Temperatur

Die Curie-Temperatur T_c ist eine Materialkonstante. Durch Auswahl verschiedener Materialien kann daher ein magnetischer Flusskreis zusammengesetzt werden, des-

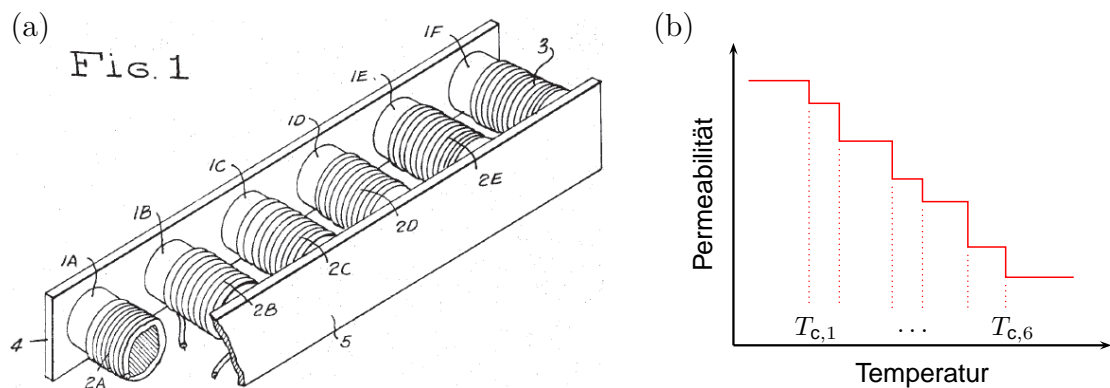


Abbildung 2.26: a) Magnetischer Temperatursensor, der die verschiedenen Curie-Temperaturen mehrerer Materialien ausnutzt. Aus [75]. b) Schema der Temperaturmessung nach diesem Prinzip.

sen Permeabilität μ sich jeweils ändert, wenn die Curie-Temperatur eines der Materialien über- oder unterschritten wird. Abbildung 2.26 (a) zeigt ein Beispiel für einen solchen Sensor, bei dem mehrere Zylinder mit unterschiedlichen Curie-Temperaturen jeweils mit Spulendraht umwickelt und durch weichmagnetische Platten an den Polflächen verbunden sind [75].

Die Funktionsweise gleicht einem Transformator: eine der Spulen wird als Primärspule verwendet, um im Flusskreis ein magnetisches Wechselfeld zu erzeugen. Die Spule kann dabei sowohl mit einem kontinuierlichen Wechselstrom als auch mit Strompulsen betrieben werden. Der so erzeugte magnetische Fluss wird durch die Polplatten zu den übrigen Zylindern geleitet und durchströmt diese, wodurch in den übrigen Spulen, die als Sekundärspulen fungieren, wiederum eine Spannung induziert wird. Die Flussdichte in den Zylindern hängt jeweils davon ab, ob er ferromagnetisch ($T < T_c$, $\mu_r \gg 1$) oder paramagnetisch ($T > T_c$, $\mu_r \approx 1$) ist; dementsprechend ist auch die Höhe der induzierten Spannung temperaturabhängig [75].

Der Arbeitsbereich eines solchen Sensors wird durch die Spannweite der gewählten Curie-Temperaturen bestimmt. Gleichzeitig ist damit auch seine Auflösung festgelegt, da die Messung generell in Stufen erfolgt (Abbildung 2.26 b). Werden beispielsweise sechs Materialien mit jeweils verschiedenen Curie-Temperaturen $T_{c,1}$ bis $T_{c,6}$ gewählt, so kann ein solcher Sensor sieben Temperaturstufen unterscheiden.

Permeabilität

Andere Effekte lassen sich dagegen für eine stufenlose Temperaturbestimmung ausnutzen. So ändert sich beispielsweise die Permeabilität von ferromagnetischen Werkstoffen in Abhängigkeit von ihrer Temperatur. Bedingt durch den Übergang vom

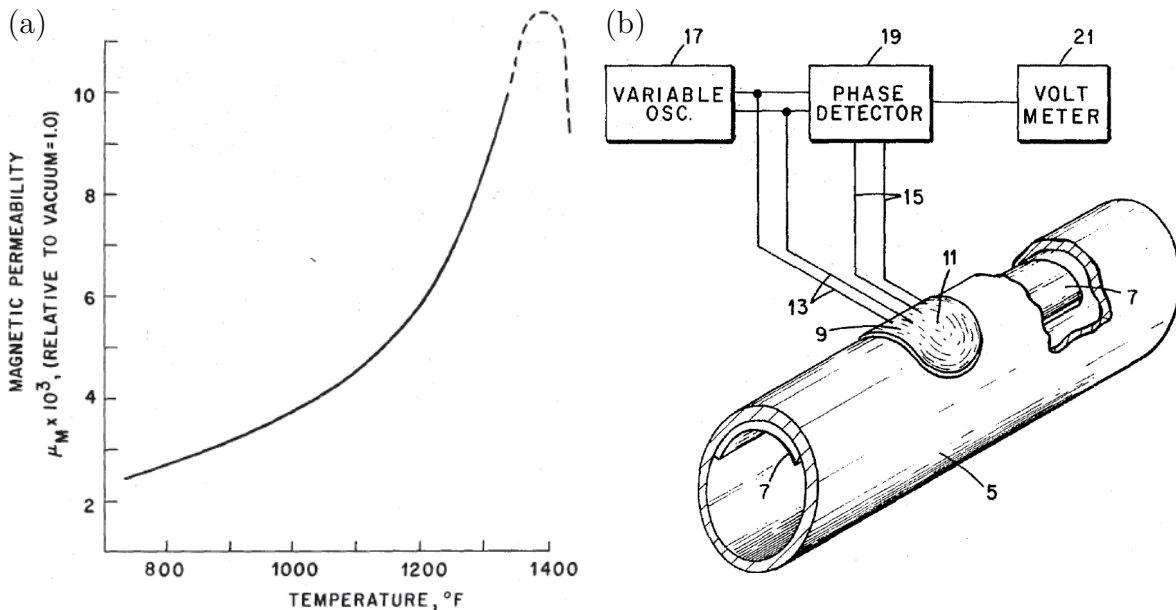


Abbildung 2.27: a) Temperaturabhängigkeit der Permeabilität von technisch reinem Eisen. Zur Temperaturmessung eignet sich besonders der monoton steigende Bereich unterhalb von etwa 720 °C (durchgezogene Linie). b) Schematischer Aufbau eines berührungslosen Temperatursensors auf Basis der Permeabilitätsänderung. Aus [76].

ferro- zum paramagnetischen Verhalten fällt die Permeabilität generell beim Erreichen bzw. Überschreiten der Curie-Temperatur stark ab. Unterhalb von T_c muss allerdings kein monotoner Verlauf vorliegen, wie dies für die Sättigungsmagnetisierung üblicherweise der Fall ist; vielmehr kann die Permeabilität eines ferromagnetischen Materials für bestimmte Temperaturen Extremwerte annehmen.

Abbildung 2.27 (a) zeigt den Verlauf der Permeabilität von Eisen in Abhängigkeit von der Temperatur als Beispiel für ein derartiges, nicht-monotones Verhalten mit – in diesem Fall – einem Maximum knapp unterhalb der Curie-Temperatur, die bei 770 °C (1418 °F) liegt.

Für eine Temperaturbestimmung wird eine eindeutige Zuordnung eines gemessenen Permeabilitätswertes zu einer Temperatur benötigt. Im Bereich rund um das Extremum ist diese Zuordnung nicht oder nur eingeschränkt möglich, weshalb sich beispielsweise die in einem Patent von Dial [76] beschriebene Methode auf den Temperaturbereich beschränkt, in dem eine monotone Abhängigkeit vorliegt. In Abbildung 2.27 (a) ist dies anhand der durchgezogenen Kurve markiert (etwa 400 °C bis 720 °C).

Die Temperaturmessung geschieht hierbei berührungslos mittels einer doppelten Spule (Abb. 2.27 b: Nr. 9 und 11), deren eine Hälfte von einem Oszillator mit Wech-

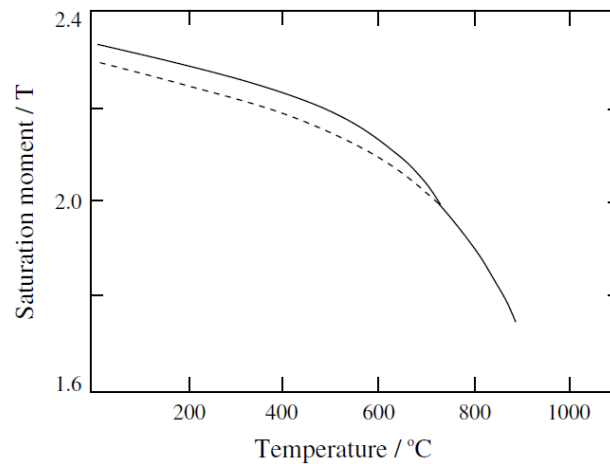


Abbildung 2.28: Temperaturabhängige Sättigungspolarisation von FeCo im Bereich von etwa 0 °C bis 900 °C (273 K bis 1173 K). Die gestrichelte Linie zeigt die Sättigung einer ungeordneten Kristallstruktur, die durchgezogene Linie diejenige einer geordneten Struktur. Nach [77], entnommen aus [78].

selspannung versorgt wird. Das Sensormaterial (Nr. 7) fungiert als Kernmaterial in einem Teilbereich des magnetischen Flusskreises der Spule und wird durch diese aufmagnetisiert. Die Rückkoppelung der Magnetisierung in die zweite Hälfte der Spule induziert dort eine Spannung, deren Phasenlage im Vergleich mit der anregenden Wechselfeldspannung ausgewertet und als Maß für die Temperatur verwendet wird [76].

Sättigungsmagnetisierung

Für magnetische Legierungen wie beispielsweise das in der vorliegenden Arbeit verwendete Eisenkobalt (FeCo) ergibt sich für die Temperaturabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung (Abbildung 2.28) ein ähnliches Bild wie für die einzelnen ferromagnetischen Elemente (vgl. Abb. 2.25). Während bei Raumtemperatur eine Sättigungspolarisation von ca. 2,4 T erreicht wird, nimmt diese mit steigender Temperatur ab. Bis 500 °C bleibt die Steigung betragsmäßig gering, nimmt bei noch höheren Temperaturen aber deutlich zu [77, 78].

Zusätzlich ist bei etwa 730 °C ein Phasenübergang zwischen zwei Kristallstrukturen mit unterschiedlich stark ausgeprägter Ordnung erkennbar. Oberhalb dieser Temperatur liegt im Regelfall die hier als „ungeordnet“ bezeichnete kubisch-raumzentrierte (*krz*, engl. *body-centered cubic*, *bcc*) Struktur vor. Unterhalb von 730 °C bildet sich im Kristallgitter meist die „geordnete“ $L2_0$ -Überstruktur (durchgezogene Linie in Abb. 2.28). Der Phasenübergang kann jedoch durch schnelles Abkühlen (engl. *quenching*) aus Temperaturen von mehr als 730 °C unterbunden werden, so dass auch unterhalb dieser Temperatur die *bcc*-Struktur erhalten bleibt

(gestrichelte Linie) [78]. Die Legierung weist in diesem Fall eine um mehrere Prozent niedrigere Sättigungspolarisation im Vergleich mit der L2₀-Überstruktur auf, so dass die beiden Strukturvarianten anhand dieser magnetischen Kenngröße unterschieden werden können [77, 79].

Superparamagnetische Partikel

Eine ähnliche Temperaturabhängigkeit von Magnetisierung M und Permeabilität μ bzw. Suszeptibilität χ findet sich bei superparamagnetischen Partikeln. Dabei handelt es sich um paramagnetische Partikel, deren Magnetisierungskurve auch bei geringen Feldstärken bereits eine deutliche Nichtlinearität aufweist. Ihr magnetisches Verhalten lässt sich anhand der Langevin-Funktion beschreiben (vgl. Gleichung 2.2):

$$M = \frac{nvM_0}{V} \left[\coth \left(\frac{vM_0\mu_0 H}{4\pi kT} \right) - \left(\frac{4\pi kT}{vM_0\mu_0 H} \right) \right], \quad (2.7)$$

wobei n die Anzahl der Partikel, v das Partikelvolumen, V das betrachtete Gesamtvolumen und μ_0 die Vakuumpermeabilität ist. Die beiden Ausdrücke $vM_0\mu_0 H/(4\pi)$ und kT können dabei als magnetische bzw. thermische Energie interpretiert werden. Während das Magnetfeld eine Ausrichtung und damit eine Ordnung der magnetischen Momente innerhalb der Partikel anstrebt, erzeugt die Temperatur eine statistisch-gleichmäßige und somit ungeordnete Verteilung der Momente [80]. In Abbildung 2.29 (a) ist die Temperaturabhängigkeit einer solchen superparamagnetischen Magnetisierungskurve für die Magnetisierung M und die Suszeptibilität χ für drei Temperaturen (20 °C, 40 °C und 60 °C) dargestellt.

Weaver et al. [80] beschreiben ein Messsystem, das diese Magnetisierungs- bzw. Suszeptibilitätsänderung zur Temperaturmessung ausnutzt und ein Verfahren verwendet, das der Bildgebung mit magnetischen Partikeln (*MPI*, siehe Abschnitt 2.3.4) ähnelt. Dabei wurden kommerziell erhältliche Eisenoxid (Fe_2O_3)-Partikel verwendet, die auch als magnetische Kontrastmittel in der Medizin zum Einsatz kommen [80].

Die Probe bestand in diesem Fall aus einem kleinen Behälter, in dem die Partikel in wässriger Lösung gehalten wurden. Zur Messung wurde die zuvor auf eine bestimmte Temperatur erwärmte Probe in die Nähe einer Spulenanordnung gebracht und einem sinusförmigen magnetischen Wechselfeld ausgesetzt. Das Antwortsignal der Probe, also das durch die Magnetisierung der Partikel erzeugte Streufeld, wurde mit Hilfe einer in der Spulenanordnung integrierten Aufnehmerspule erfasst [80].

Aufgrund der Nicht-Linearität der Magnetisierungskurve enthielt das Antwortsignal zusätzliche Komponenten, die im Frequenzspektrum als ungerade Vielfache der ursprünglichen Anregungsfrequenz f_0 auftraten. Für die Auswertung wurde ein Quotient aus zwei Vielfachen, $5f_0$ und $3f_0$, gebildet und anhand einer Kalibrierkurve

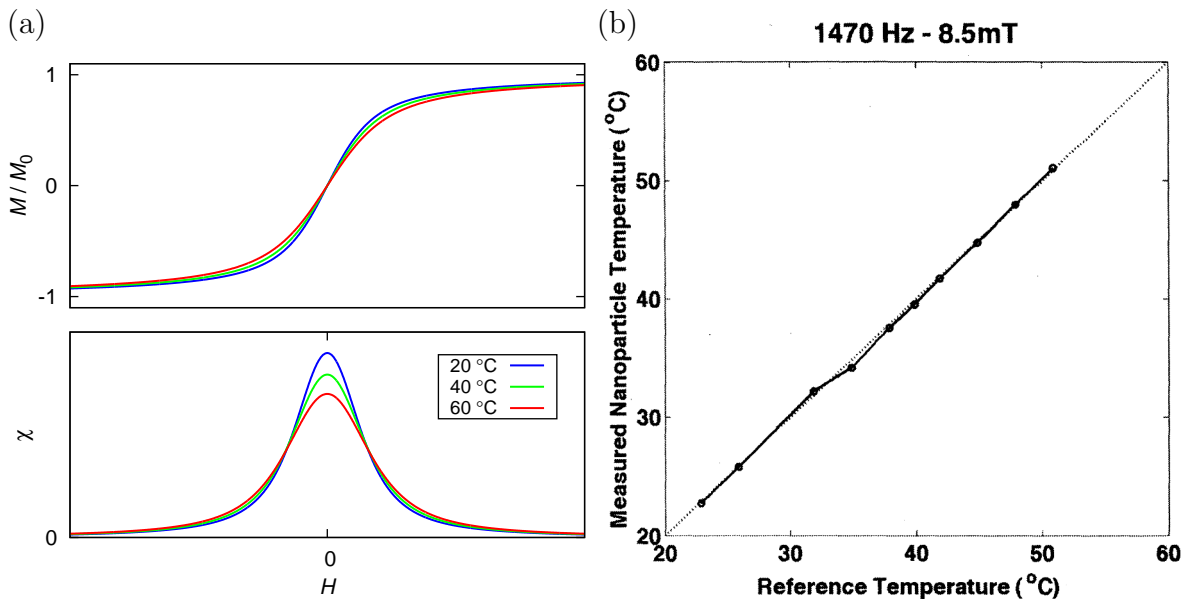


Abbildung 2.29: (a) Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung M (normiert auf M_0) sowie der Suszeptibilität χ von superparamagnetischen Partikeln im Bereich von 20 °C bis 60 °C. (b) Mit einem magnetischen Wechselfeld ($f_0 = 1470$ Hz, $\mu_0 H = 8,5$ mT) gemessene Temperatur von Eisenoxid (Fe_2O_3)-Nanopartikeln im Vergleich mit der konventionell bestimmten Temperatur der Probe (*Reference*). Aus [80].

mit der Temperatur verknüpft. Ein Vergleich der so gewonnenen Messwerte für die Proben­temperatur mit denjenigen eines als Referenz verwendeten Thermometers ist in Abbildung 2.29 (b) gezeigt. Die geringe Breite des betrachteten Temperaturbereichs von Raumtemperatur bis etwa 50 °C ergibt sich dabei aus der medizinischen Ausrichtung des Verfahrens [80].

Eine zweite, sehr ähnliche Variante des Verfahrens wurde von Rauwerdink et al. [81] vorgestellt. Der wesentliche Unterschied gegenüber dem zuvor beschriebenen Verfahren besteht darin, dass hier neben dem Wechselfeld auch ein Gleichfeld zur Anregung der Probe verwendet wurde. Dadurch traten zusätzliche Komponenten im Frequenzspektrum auf, insbesondere die geradzah­li­gen Vielfachen von f_0 , von denen hier $4f_0$ und $2f_0$ für die Auswertung verwendet wurden [81].

Koerzitivfeldstärke

Bei Ferromagneten ist die Koerzitivfeldstärke H_c (oft kurz als *Koerzitivität* bezeichnet) eine der bedeutendsten magnetischen Eigenschaften. Es handelt sich dabei um

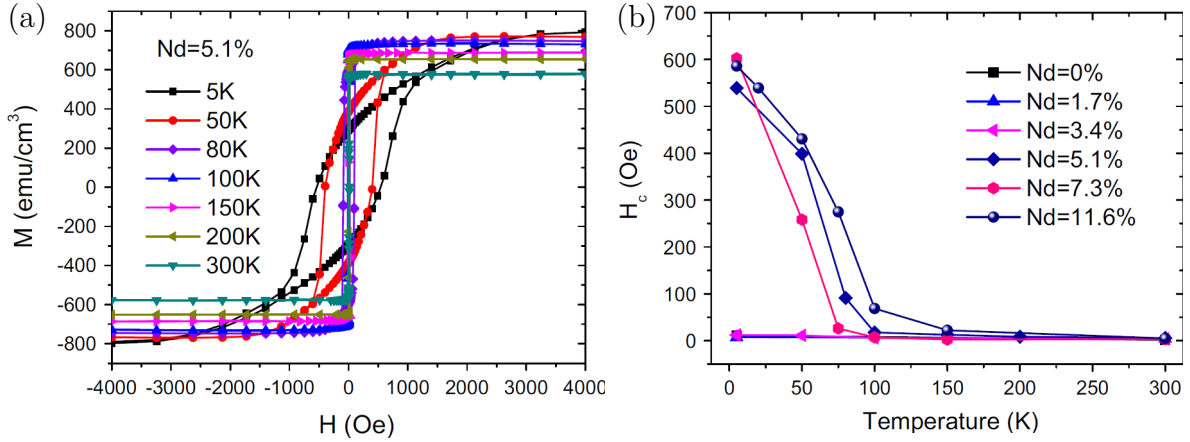


Abbildung 2.30: Temperaturabhängigkeit der Koerzitivfeldstärke von Nd-dotierten $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ -Dünnschichten. (a) Magnetisierungskurven für 5,1% Nd-Anteil bei verschiedenen Temperaturen. (b) Koerzitivfeld H_c im Bereich von 5 K bis 300 K für Nd-Anteile von 0% bis 11,6%. Adaptiert aus [83].

den Schnittpunkt der Magnetisierungskurve $M(H)$ mit der H -Achse, d. h. ein zuvor vollständig in positiver Richtung gesättigtes magnetisches Material hat bei einem externen Feld von $-H_c$ eine Gesamtmagnetisierung von 0. Um einen Ferromagneten umzumagnetisieren, muss eine Feldstärke $|H| > H_c$ in die entsprechende Richtung angelegt werden.

In der Literatur wird zum Teil auch der Schnittpunkt der $B(H)$ -Kurve als Koerzitivfeldstärke angegeben [82]. Für die meisten magnetischen Materialien weicht dieser Wert nur geringfügig von demjenigen der $M(H)$ -Kurve ab; in speziellen Fällen kann jedoch eine Unterscheidung zwischen den beiden Varianten notwendig sein. Im Rahmen dieser Arbeit wird, soweit nicht anders erwähnt, die Koerzitivfeldstärke verwendet und mit H_c bezeichnet, die sich aus der Magnetisierungskurve $M(H)$ ergibt.

Ebenso wie die bereits zuvor genannten magnetischen Eigenschaften weist auch die Koerzitivfeldstärke eines Ferromagneten eine Temperaturabhängigkeit auf. In Abbildung 2.30 (a) ist solch eine Temperaturabhängigkeit am Beispiel einer 30 nm dicken und mit 5,1% Neodym (Nd) dotierten Permalloy-Schicht dargestellt. Die Proben wurden mittels Magnetronspütern auf Siliziumsubstraten abgeschieden; als Target wurde ein Legierungstarget ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) mit oberflächlich aufgebrachtene Nd-Plättchen verwendet [83].

Die Probe zeigt dabei bei niedrigen Temperaturen von 5 K ein vergleichsweise hartmagnetisches Verhalten mit einer Koerzitivfeldstärke von etwa 43 kA/m (540 Oe).

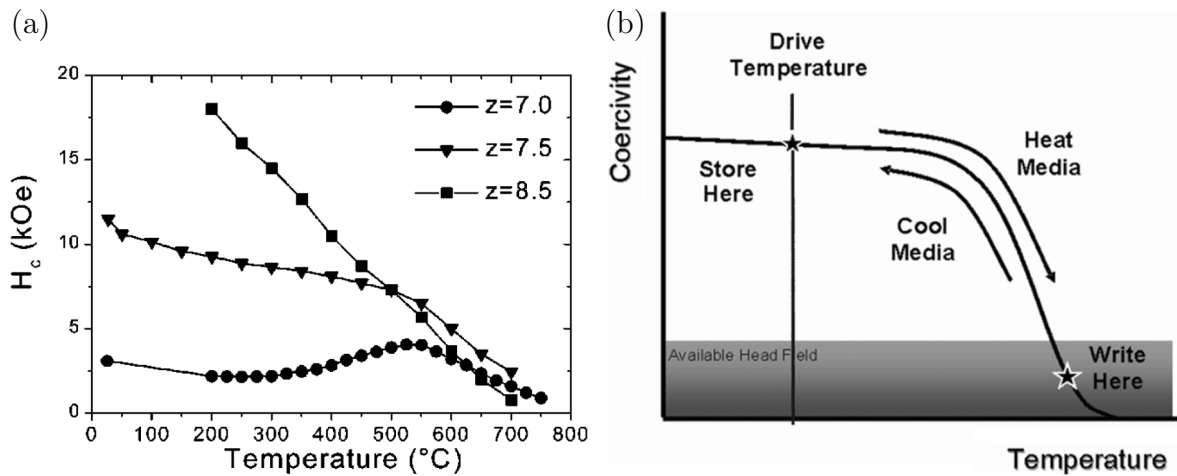


Abbildung 2.31: (a) Temperaturabhängigkeit der Koerzitivfeldstärke von $\text{Sm}(\text{Co}_{\text{bal}}\text{Fe}_{0.1}\text{Cu}_{0.088}\text{Zr}_{0.04})_z$ zwischen Raumtemperatur und 700 $^{\circ}\text{C}$ bzw. 750 $^{\circ}\text{C}$ für verschiedene Werte von z . Aus [85]. (b) Prinzip der wärmegestützten magnetischen Datenspeicherung (*Heat Assisted Magnetic Recording, HAMR*). Aus [86].

Mit steigender Temperatur nimmt H_c ab, und oberhalb von etwa 100 K kann das Verhalten mit $H_c \leq 1 \text{ kA/m}$ als weichmagnetisch bezeichnet werden [83].

Für diese und weitere Proben mit verschiedenen Nd-Anteilen ist die Veränderung der Koerzitivfeldstärke H_c im Temperaturbereich von 5 K bis 300 K in Abbildung 2.30 (b) gezeigt. Hier wird deutlich, dass die Proben mit niedrigem Nd-Anteil (0%, 1,7% und 3,4%) über den gesamten betrachteten Temperaturbereich weichmagnetisch sind, während diejenigen Proben mit höheren Nd-Anteilen (5,1%, 7,3% und 11,6%) bei niedrigen Temperaturen zunehmend hartmagnetisch werden [83].

Andere ferromagnetische Legierungen wie beispielsweise das vielfach als Permanentmagnet genutzte Samariumkobalt (SmCo) zeigen ein ähnliches Verhalten bezüglich der Temperaturabhängigkeit von H_c [84]. Es gibt jedoch auch magnetische Materialien, die in einem gewissen Temperaturbereich einen gegensätzlichen Verlauf, d. h. einen Anstieg der Koerzitivfeldstärke mit steigender Temperatur, zeigen. Ein derartiges Verhalten kann z. B. durch thermisch bedingte Änderungen in der Mikrostruktur des magnetischen Materials hervorgerufen werden [85].

Die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke H_c mit der Temperatur T von drei Legierungen auf SmCo -Basis ist in Abbildung 2.31 (a) dargestellt. Die verschiedenen Legierungen wurden jeweils im Lichtbogenschmelzverfahren hergestellt, bei 1185 $^{\circ}\text{C}$ homogenisiert und anschließend bei 850 $^{\circ}\text{C}$ für 12 h ausgelagert. Die Zusammensetzung der Proben war $\text{Sm}(\text{Co}_{\text{bal}}\text{Fe}_{0.1}\text{Cu}_{0.088}\text{Zr}_{0.04})_z$ mit $z = 7, 7,5$ und $8,5$. Die Koerzi-

tivfeldstärke wurde für verschiedene Temperaturen im Bereich von Raumtemperatur bis zu 750 °C gemessen.

Die Probe mit $z = 7$ zeigt dabei bei etwa 250 °C ein Minimum ($H_c \approx 160$ kA/m bzw. 2 kOe) und bei 525 °C ein Maximum der Koerzitivität ($H_c \approx 320$ kA/m bzw. 4 kOe). Dieses nicht-monotone Verhalten der Koerzitivfeldstärke wird von Tang et al. als „anormal“ bezeichnet [85].

Die Koerzitivität der Proben mit $z = 7,5$ und $8,5$ dagegen verläuft monoton fallend mit steigender Temperatur und damit „normal“. Insbesondere die Probe mit $z = 8,5$ ist hier aufgrund des steilen, nahezu linearen Verlaufs von $H_c(T)$ zwischen 200 °C und 700 °C beachtenswert. Während ihre Koerzitivfeldstärke für niedrige Temperaturen 1,4 MA/m (17,5 kOe) überschreitet, fällt sie bei höheren Temperaturen auf unter 80 kA/m (1 kOe) ab [85].

Ein derartiges Verhalten der Koerzitivfeldstärke bei erhöhten Temperaturen ist im Bereich der magnetischen Datenspeicherung von besonderer Bedeutung. Mit zunehmender Speicherdichte werden die Speicherzellen eines magnetischen Datenspeichers und damit auch die darin enthaltene Energie immer kleiner, was die thermische Stabilität der Information negativ beeinflusst (sog. *superparamagnetic limit*) [87]. Da zusätzlich die mit dem Schreibkopf erreichbare Feldstärke begrenzt ist, können im Normalfall keine hartmagnetischen Materialien, d. h. solche mit hoher Koerzitivfeldstärke, zur Datenspeicherung eingesetzt werden.

Eine Ausnahme bildet die sogenannte *wärmegestützte magnetische Datenspeicherung* (*Heat Assisted Magnetic Recording, HAMR*), deren Prinzip in Abb. 2.31 (b) gezeigt ist. Bei diesem Verfahren wird das magnetische Material beim Schreibprozess lokal erhitzt, so dass in der jeweiligen Speicherzelle die Koerzitivfeldstärke stark absinkt [86, 88]. Die Arbeitstemperatur liegt in der Nähe der Curie-Temperatur oder sogar darüber [89]. Der eigentliche Schreibvorgang, also die Magnetisierung im Bereich der Speicherzelle, findet statt, indem die Temperatur bei eingeschaltetem Schreibfeld wieder abgesenkt wird. Bei niedrigen Temperaturen (Raumtemperatur oder Lager- bzw. Betriebstemperatur des Speichers) ist die Koerzitivfeldstärke um ein Vielfaches höher als während des Schreibvorgangs, so dass die remanente Magnetisierung der Speicherzelle und damit die darin enthaltene Information langfristig gegen Degradation geschützt ist [86, 88].

Als Materialien kommen für die wärmegestützte magnetische Datenspeicherung neben Samariumkobaltlegierungen [84, 85] auch solche auf der Basis von Eisenplatin (FePt) in Betracht [90, 91], da diese neben anderen, günstigen magnetischen Eigenschaften vor allem eine geeignete Temperaturabhängigkeit der Koerzitivfeldstärke aufweisen.

2.2.1 Magnetostriktion und Villari-Effekt

Magnetostriktion

Als Magnetostriktion bezeichnet man die Formänderung eines magnetischen Materials beim Anlegen eines Magnetfelds. Erstmals beschrieben wurde dieser magnetomechanische Effekt Mitte des 19. Jahrhunderts von James Prescott Joule [92, 93], der nicht nur die Längenänderung eines Eisenstabs im Magnetfeld beobachtete, sondern auch durch Messungen belegte, dass das Volumen des Stabs dabei - im Rahmen seiner messtechnischen Möglichkeiten - unverändert blieb. Die volumeninvariante Dehnung eines Materials wird daher auch als *Joule Magnetostriktion* bezeichnet. Die Längenänderung entlang der Magnetisierungsrichtung wird hierbei durch eine der Poissonzahl entsprechende, entgegengesetzte Änderung in den Richtungen senkrecht dazu kompensiert. Daneben existiert auch ein magnetostriktiver Effekt, bei dem dies nicht der Fall ist und das Material sich isotrop dehnt oder schrumpft; hier spricht man folglich von Volumenmagnetostriktion. Üblicherweise treten bei magnetischen Materialien beide Effekte gleichzeitig auf, jedoch ist meist die Volumenmagnetostriktion mehrere Größenordnungen kleiner als die Joule Magnetostriktion, weshalb letztere deutlich mehr Anwendungsrelevanz besitzt [74].

Für die relative Längenänderung eines magnetostriktiven Materials wird der griechische Buchstabe λ verwendet:

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l} \quad (2.8)$$

Dabei wird eine Verlängerung des magnetostriktiven Materials in der Richtung parallel zum Magnetfeld als positive Magnetostriktion bezeichnet ($\lambda > 0$), eine Verkürzung parallel zum Magnetfeld dagegen als negative Magnetostriktion ($\lambda < 0$). Die Sättigungsmagnetostriktion, also die in Sättigung gemessene Dehnung, wird als λ_S bezeichnet. Typische Werte für λ_S liegen im Bereich weniger $\mu\text{m}/\text{m}$ bis zu einigen $10 \mu\text{m}/\text{m}$, wobei sogenannte *riesenmagnetostriktive Materialien* (engl. *giant magnetostrictive materials*) auch Werte von $1000 \mu\text{m}/\text{m}$ und mehr erreichen [94, 95].

Villari-Effekt

Der nach dem Physiker Emilio Villari [96] benannte Effekt beschreibt die inverse Joule Magnetostriktion. Allerdings handelt es sich dabei nicht um eine direkte Umkehr des Effekts, das heißt ein magnetostriktives Material wird nicht alleine durch eine von außen hervorgerufene Dehnung oder Stauchung aufmagnetisiert. Vielmehr beschreibt der Villari Effekt eine Änderung der Permeabilität μ oder der magnetischen Hysterese infolge einer mechanischen Spannung σ .

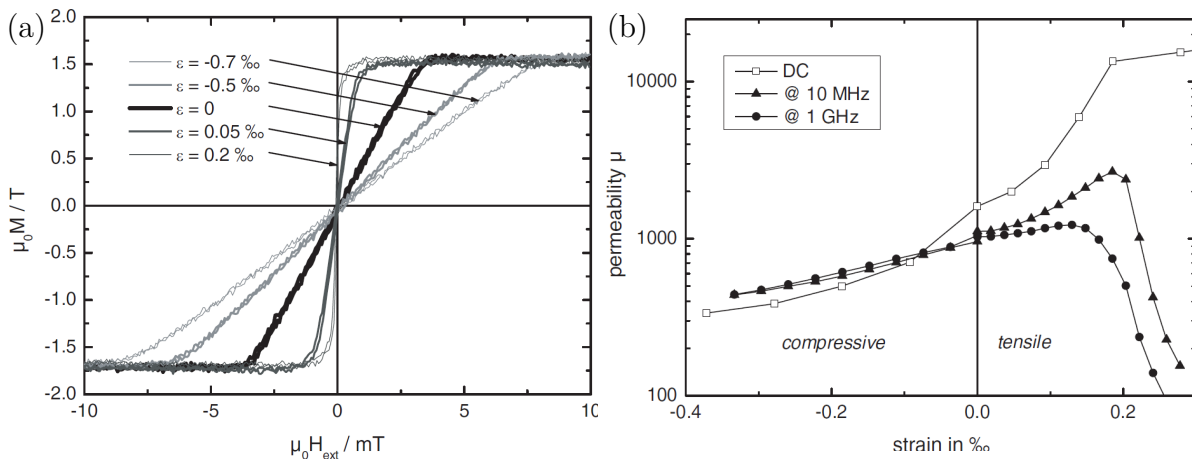


Abbildung 2.32: Dehnungsabhängigkeit der Permeabilität am Beispiel von FeCoBSi-Dünnschichtproben. (a) Magnetisierungskurve für verschiedene Dehnungszustände, (b) statische (*DC*) und Hochfrequenz-Permeabilität ($f = 10 \text{ MHz}$ und 1 GHz) in Abhängigkeit von der Dehnung. Aus [97].

Beispielhaft für ein derartiges magnetostriktives Verhalten sind in Abb. 2.32 (a) mehrere Magnetisierungskurven in verschiedenen mechanischen Belastungszuständen gezeigt. Das verwendete Material ist eine Legierung aus Eisen, Kobalt, Bor und Silizium ($[\text{Fe}_{90}\text{Co}_{10}]_{78}\text{Si}_{12}\text{B}_{10}$) [97], die im amorphen Zustand besonders weichmagnetisch ist. Sie kann den sogenannten metallischen Gläsern (engl. *Metglas*) zugerechnet werden, d. h. das Material ist trotz seiner amorphen Struktur leitfähig. Als Kurzbezeichnung wird für diese wie auch für andere Zusammensetzungen der genannten vier Elemente der Begriff „FeCoBSi“ verwendet.

Anstelle der mechanischen Spannung dient hier die Dehnung als Parameter. Unbelastet weist das Material eine mittlere Permeabilität auf, die sich jedoch unter positiver Dehnung ($\epsilon > 0$, Elongation) erhöht und unter negativer Dehnung ($\epsilon < 0$, Kompression) verringert. Unter der Voraussetzung, dass die magnetische Messrichtung parallel zur Achse der mechanischen Belastung liegt und die Dünnschicht im Ausgangszustand eine uniaxiale Anisotropie mit passender Ausrichtung aufweist, entspricht dieses Verhalten genau demjenigen, das für ein positiv magnetostriktives Material zu erwarten ist. Die Sättigungsmagnetisierung bleibt im Gegensatz zur Permeabilität konstant, so dass die Änderung der Magnetisierungskurve als „Scherung“ beschrieben werden kann [97].

Neben der statischen oder *DC*-Permeabilität lässt sich auch die Permeabilität bei höheren Frequenzen in Abhängigkeit der Dehnung bestimmen, wie in Abbildung 2.32 (b) dargestellt. Es handelt sich hierbei ebenfalls um Werte, die an einer

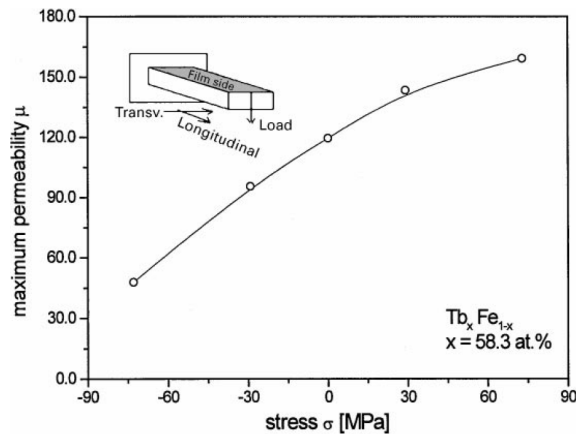


Abbildung 2.33: Änderung der maximalen Permeabilität einer TbFe-Dünnschicht in Abhängigkeit der mechanischen Spannung σ (Zugspannung: $\sigma > 0$, Druckspannung: $\sigma < 0$). Die Probe hat die Abmessungen 20 mm \times 10 mm bei einer Substratdicke von 200 μm (1 0 0–Si) und einer Filmdicke von 1 μm (nom.). Aus [98].

FeCoBSi-Dünnschichtprobe gemessen wurden. Die Hochfrequenz-Permeabilität, die für die Frequenzen 10 MHz und 1 GHz bestimmt wurde, verläuft dabei im Bereich von $-0,35 \text{ ‰}$ bis $0,1 \text{ ‰}$ annähernd linear und steigt mit abnehmender Kompression bzw. zunehmender Elongation an. Oberhalb von $0,1 \text{ ‰}$ weisen beide Kurven ein Maximum auf sowie einen darauf folgenden, steilen Abfall der Permeabilität.

In diesem Bereich wird die Probe, bedingt durch die Dehnung, entlang ihrer sogenannten *leichten Achse* (engl. *easy axis*) magnetisiert. Die Ummagnetisierung erfolgt dabei durch Domänenwandbewegungen, die jedoch nur mit einer endlichen Geschwindigkeit erfolgen können. Bei hohen Frequenzen kann die Magnetisierung den äußeren Feld nicht mehr folgen, so dass die Permeabilität gegen Null geht. Der Verlauf der statischen Permeabilität ist dagegen im dargestellten Bereich monoton steigend und erreicht bei hoher Elongation wesentlich höhere Werte verglichen mit den Hochfrequenz-Permeabilitäten. [97].

Ein derartiges, monotones Verhalten auch bei wechselndem Vorzeichen der mechanischen Last kann durch eine geeignete Ausrichtung der magnetischen Domänen im unbelasteten Zustand erreicht werden. Abbildung 2.33 zeigt ein weiteres Beispiel für ein solches Verhalten. Bei der Probe handelt es sich hier um eine Dünnschicht (nominelle Schichtdicke 1 μm) aus Terbium-Eisen (TbFe), die auf einem 20 mm \times 10 mm großen Biegebalken aus Silizium (1 0 0–Ausrichtung, 200 μm dick) abgeschieden wurde. Dargestellt ist die Permeabilität μ im Koerzitivfeld, hier als *maximum permeability* bezeichnet, in Abhängigkeit der mechanischen Spannung σ . Positive Werte

für σ stehen dabei für Zugspannung, negative Werte für Druckspannung. Die Permeabilität wurde mittels einer um den Bieger gewickelten Zylinderspule bestimmt, wobei die Spulenachse und damit die Messrichtung die Längsrichtung des Biegers war. Zugspannung wurde durch Anhängen einer Last von bis zu 50 g an das freie Ende des Biegers erzeugt, wie in der Abbildung gezeigt. Für die Messungen mit Druckspannung wurde der Bieger mit der TbFe-Schicht nach unten montiert. Aus verschiedenen Zusammensetzungen wurde von den Autoren hierfür eine Probe mit 58,3 % Tb und 41,7 % Fe-Anteil ausgewählt, da diese gerade die Voraussetzung einer für Zug- und Druckspannung passenden magnetischen Ausrichtung im lastfreien Zustand erfüllte [98].

Viele magnetostruktive Materialien zeigen ähnliche Effekte [99–101]. Zu beachten ist dabei, dass die maximale durch Magnetostruktion hervorgerufene Drehung einer magnetischen Domäne 90° beträgt. Wenn ein magnetostruktiver Sensor also sowohl auf Druck- als auch auf Zugspannungen reagieren soll, muss im unbelasteten Zustand eine Domänenausrichtung zwischen 0° und 90° vorliegen, beispielsweise 45° . Falls in einem Anwendungsfall unterschiedlich hohe Maximalwerte für Zug- und Druckspannung vorliegen, kann ein anderer Winkel vorteilhaft sein.

Beide Effekte, sowohl die Joule Magnetostruktion als auch der Villari Effekt, werden vielfach angewandt [94, 102–111]. Vorteilhaft ist dabei, dass Aktoren, die auf magnetostruktiven Materialien basieren, schnelle Bewegungen ausführen und dabei gleichzeitig hohe Kräfte übertragen können. Das antreibende magnetische Feld kann über Elektromagnete erzeugt werden, was eine einfache Steuerung ermöglicht und zudem die elektrischen Komponenten von den mechanisch bewegten Bauteilen entkoppelt. Für die Anwendung als Sensor ist die schnelle Reaktion des Materials beispielsweise auf eine Änderung des Spannungszustands ebenfalls relevant, da so eine Erfassung mit niedriger Zeitkonstante bzw. hohen Frequenzen möglich wird.

Genutzt werden kann diese Eigenschaft etwa in magnetostruktiven Beschleunigungssensoren. Dazu wird eine träge Testmasse beispielsweise an einem Ring aus magnetostruktivem Blech aufgehängt, der an zwei Stellen mit Spulen versehen ist und so eine Art Transformator bildet. Da sich die Permeabilität des Blechs in Abhängigkeit der mechanischen Spannung ändert, ergibt sich ein Zusammenhang zwischen den Übertragungseigenschaften des Transformators und der Beschleunigung, die auf die Testmasse wirkt [112].

Wird statt des Blechs eine magnetostruktive Dünnschicht verwendet, so können deren Spannungszustand und die dadurch beeinflusste Konfiguration der magnetischen Domänen mittels optischer Methoden beobachtet werden. Karl et al. [113] zeigen diese Möglichkeit anhand eines Drucksensors, der aus einer dünnen Siliziummembran besteht und mit einem magnetostruktiven Material beschichtet ist. Die

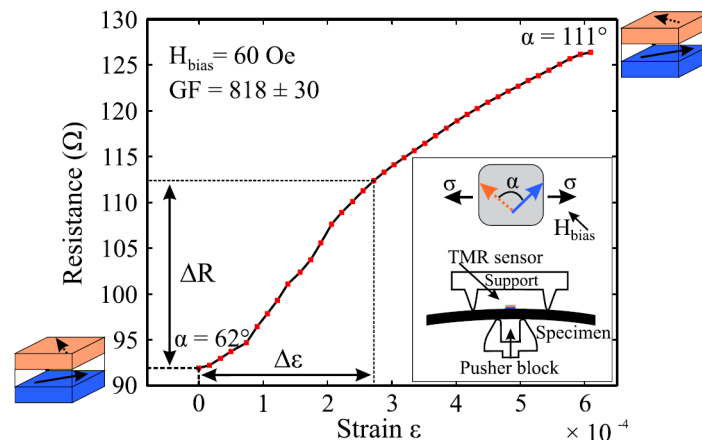


Abbildung 2.34: Widerstandsänderung eines Dehnungssensors auf Basis des Tunnelmagnetowiderstands (TMR). Der Sensor weist einen hohen Dehnungsfaktor (engl. *Gauge factor*, *GF*) von 818 auf. Adaptiert aus [117].

Domänenkonfiguration dieser Dünnschicht und ihre Abhängigkeit vom auf die Membran aufgebracht Druck lässt sich mit Hilfe des Magneto-optischen Kerr-Effekts (*MOKE*) sichtbar machen [113].

Ein weiteres Beispiel für magnetostruktive Dehnungssensoren sind sogenannte *TMR*- und *GMR*-Elemente. Die Abkürzungen stehen dabei für den *Tunnel*- bzw. *Riesenmagnetowiderstand* (engl. *tunneling* bzw. *giant magneto resistance*) und beschreiben die Abhängigkeit des elektrischen Widerstands von der Magnetisierung zweier magnetischer Schichten, durch die der Strom fließt. Die Schichten sind dabei durch eine leitfähige (*GMR*) oder isolierende (*TMR*) Barriere voneinander getrennt.

Generell ist der Widerstand eines solchen Sensorelements gering, wenn die Magnetisierung beider Schichten parallel zueinander ausgerichtet ist und hoch, wenn die Magnetisierungen antiparallel zueinander stehen. Die Verwendung von verschiedenen Materialien mit jeweils passender Magnetostruktion in den beiden magnetischen Schichten ermöglicht es, Sensoren mit hoher Empfindlichkeit gegenüber mechanischer Spannung herzustellen, die als Dehnungssensoren [114, 115] oder in Verbindung mit einer biegsamen Membran als Drucksensor [116] verwendet werden können.

Beispielhaft ist in Abbildung 2.34 die Widerstands-Dehnungs-Kurve eines magnetostruktiven TMR-Sensors gezeigt, der einen hohen sogenannten *Dehnungsfaktor* (engl. *Gauge factor*, *GF*) von 818 aufweist [117]. Abhängig von der jeweiligen Anwendung können mit einer darauf abgestimmten Sensorkonfiguration auch Dehnungsfaktoren von mehr als 1000 bis zu über 2000 erreicht werden [118, 119].

Ein weiteres Anwendungsfeld sind magnetostruktive Positionssensoren, wie sie im technischen Bereich häufig verwendet werden. Sie erfassen den Ort eines Perma-

nentmagneten entlang einer Achse aus magnetostruktivem Material anhand einer Laufzeitmessung eines magnetisch induzierten Pulses. Der Permanentmagnet muss dabei zwar in der Nähe der Achse geführt werden, hat aber sonst keine mechanische Verbindung zum Sensormaterial, so dass solche Positionssensoren quasi verschleißfrei arbeiten [120].

2.3 Frequenzmischverfahren

Das Frequenzmischverfahren ist ein Messverfahren, bei dem ein zu untersuchender Prüfling mit alternierenden Signalen angeregt wird, die mindestens zwei verschiedenen Frequenzen enthalten. Es ist besonders dann geeignet, wenn eine nichtlineare Transferfunktion vorliegt, wodurch sich eine charakteristische Modulation des Antwortsignals ergibt. Durch Filterung oder frequenzselektive Detektion dieses modulierten Antwortsignals kann beispielsweise eine Messung der Transferfunktion sowie ihrer Ableitungen realisiert oder das Trennvermögen gegenüber störenden Einflüssen (*Signal-Rausch-Verhältnis*, engl. *signal to noise ratio*, *SNR*) verbessert werden.

2.3.1 Grundlagen

Im einfachsten Fall regt ein Signal den Prüfling an, das durch Überlagerung von zwei unterschiedlichen Frequenzen f_1 und f_2 entsteht. Der höherfrequente Signalbestandteil f_1 wird dabei meist als Test- oder Sensorsignal genutzt und folglich als Sensorfrequenz f_{sens} bezeichnet, während der niederfrequente Signalbestandteil f_2 so gewählt wird, dass es den Prüfling periodisch in den nichtlinearen Bereich treibt. Dies bewirkt die Modulation des Antwortsignals, weshalb diese Frequenz im Folgenden auch f_{mod} genannt wird.

In Abbildung 2.35 ist das Prinzip des Frequenzmischverfahrens am Beispiel eines magnetischen Materials dargestellt. Als Prüfling dient eine ferromagnetische Probe, deren nichtlineare Magnetisierungskurve (a) als Transferfunktion betrachtet werden kann.

Das anregende Signal (b) ist ein zeitabhängiges Magnetfeld $H(t)$ und besteht aus zwei überlagerten sinusförmigen Schwingungen mit verschiedenen Frequenzen und Amplituden, wobei das niederfrequente Signal die höhere Amplitude aufweist:

$$\begin{aligned} H(t) &= \widehat{H}_1 \sin \omega_1 t + \widehat{H}_2 \sin \omega_2 t \\ &= \widehat{H}_{\text{sens}} \sin \omega_{\text{sens}} t + \widehat{H}_{\text{mod}} \sin \omega_{\text{mod}} t \quad , \end{aligned} \tag{2.9}$$

mit den Kreisfrequenzen $\omega_i = 2\pi f_i$ und den Amplituden \widehat{H}_i .

Die Amplitude des Modulationsanteils des anregenden Signals wird dabei ausreichend groß gewählt, um das Probenmaterial in Sättigung zu bringen: $\widehat{H}_{\text{mod}} > H_s$. Die resultierende Magnetisierung der Probe, $M(t)$, die wiederum als Antwortsignal genutzt wird, ist dementsprechend ein verzerrtes Abbild des anregenden Signals (c).

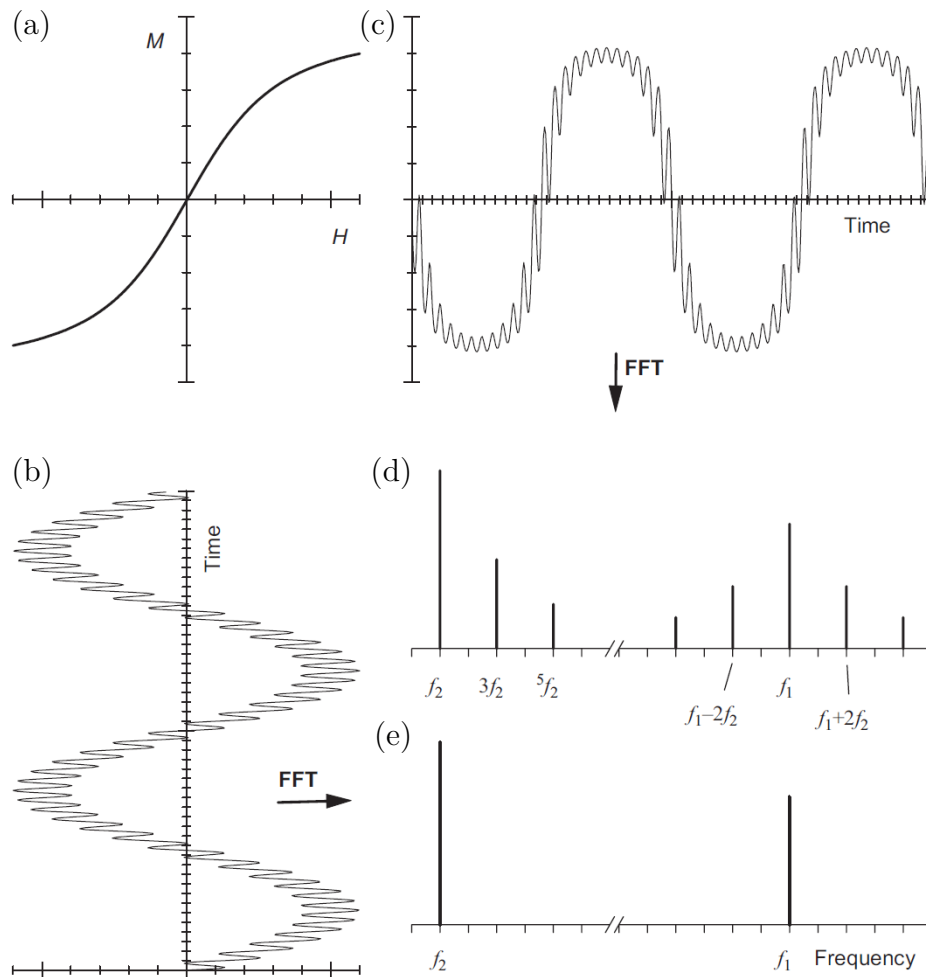


Abbildung 2.35: Schema des Frequenzmischverfahrens. Eine ferromagnetische Probe mit nichtlinearer Magnetisierungskurve (a) wird von einem alternierenden Magnetfeld mit zwei verschiedenen Frequenzen (b) angeregt. Das Antwortsignal der Probe, die Magnetisierung, ist durch die periodische Sättigung der Probe verzerrt (c). Im Fourierspektrum des Antwortsignals (d) sind dementsprechend zusätzliche Signale, die sog. *Frequenzmischkomponenten*, vorhanden, während das Spektrum des anregenden Signals (e) lediglich zwei Komponenten aufweist. Adaptiert aus [121].

Hierbei treten zwei Effekte auf, die sich mit Hilfe der Fourierspektren des Antwortsignals (Abb. 2.35 d) und des anregenden Signals (e) beschreiben lassen. Die beiden überlagerten Schwingungen des anregenden Signals werden entsprechend ihren verschiedenen Frequenzen in zwei Peaks dargestellt, deren Höhe der Amplitude der jeweiligen Schwingung entspricht. Daneben treten im Idealfall keine weiteren Peaks im Fourierspektrum auf.

Das Spektrum des Antwortsignals dagegen enthält eine Reihe deutlich sichtbarer, zusätzlicher Peaks. Im niedrigen Frequenzbereich sind dies die ungeradzahigen Vielfachen der Modulationsfrequenz, also $3f_{\text{mod}}$, $5f_{\text{mod}}$ usw. Sie sind das Resultat der Verzerrung des niederfrequenten Signalanteils. Dieser hat nicht mehr die harmonische Sinusform der anregenden Schwingung, sondern ähnelt eher einer Rechteckfunktion. Die Fouriertransformation einer solchen Funktion wiederum liefert eine Serie von ungeraden Vielfachen der Grundfrequenz mit jeweils abnehmender Amplitude:

$$f_{\text{Rechteck}}(t) = \sum_{k=1}^{\infty} \frac{\sin(2k-1)\omega t}{2k-1} . \quad (2.10)$$

Daneben treten weitere Peaks im hochfrequenten Bereich auf. Der Sensoranteil des anregenden Signals, $H_{\text{sens}} = \widehat{H}_{\text{sens}} \sin \omega_{\text{sens}} t$, wird zu den Zeiten, zu denen das Probenmaterial durch den Modulationsanteil gesättigt ist, stark unterdrückt. Ist das Modulationssignal $\widehat{H}_{\text{mod}} \sin \omega_{\text{mod}} t$ dagegen betragsmäßig klein, so fällt diese Unterdrückung weg und das Sensorsignal wird ungehindert in das Antwortsignal übertragen. Diese Bedingung tritt zweimal pro Periode des Modulationssignals ein, jeweils bei dessen Nulldurchgängen. Dadurch haben die zusätzlichen Frequenzen, die durch diesen Effekt generiert werden, den Abstand der doppelten Modulationsfrequenz, also $2f_{\text{mod}}$, sowie Vielfache davon, zur Sensorfrequenz f_{sens} .

Diese Komponenten bei $f_{\text{sens}} \pm 2nf_{\text{mod}}$, $n \in \mathbb{N}$ werden als *Frequenzmischkomponenten* bezeichnet. Ihr Auftreten hängt stark von der Nichtlinearität des Mixers, also des Probenmaterials, ab. Andere Quellen von Antwortsignalen, die sich in der Umgebung des Messsystems befinden, aber eine lineare Übertragungsfunktion aufweisen, erzeugen keine derartigen Signalkomponenten, so dass bei einer gezielten Auswertung dieser Frequenzen eine hohe Selektivität des Messverfahrens erreicht werden kann. Gleichzeitig bietet die Messung bei einzelnen, speziell ausgezeichneten Frequenzen analog zur sogenannten *Lock-In-Messtechnik* ein hohes Signal-Rausch-Verhältnis, da sich störende Einflüsse bei anderen Frequenzen leicht herausfiltern lassen und das Nutzsignal so von diesen Einflüssen getrennt werden kann.

2.3.2 Optische und elektrische Frequenzmisch-Messverfahren

Die ersten Arbeiten, die das Prinzip der Frequenzmischung beschreiben, stammen aus dem Bereich der Halbleiterphysik und Elektronik. So lässt sich beispielsweise auf der Oberfläche eines Halbleiters eine Frequenzmischung mit elektromagnetischer Strahlung im Bereich der Mikrowellen realisieren, die aufgrund des Wellencharakters der Strahlung bereits als optische Frequenzmischung bezeichnet wird [122].

Die nichtlineare Transferfunktion resultiert hier aus dem quadratischen Zusammenhang zwischen der eintreffenden elektrischen Feldstärke und der dadurch erzeugten Ladungsdichte. Von besonderer Bedeutung für das Messprinzip ist natürlich eine langfristig stabile Phasenbeziehung der beiden elektromagnetischen Wellen zueinander, d. h. die eingestrahlten elektromagnetischen Wellen müssen eine ausreichend große Kohärenzlänge aufweisen [122]. Möglich wird solch eine hohe Kohärenz durch den Einsatz von *Masern* (engl. *Microwave Amplification by Stimulated Emission of Radiation*). Sofern es sich um Frequenzen im optischen Bereich handelt, findet dementsprechend das optische Äquivalent des Masers, der Laser, Verwendung.

Im Bereich der nicht-linearen Optik wird vielfach eine besondere Variante der Frequenzmischung angewandt, die als *Vier-Wellen-Mischung* (engl. *four wave mixing*) bezeichnet wird. Die beiden Ausgangsfrequenzen f_1 und f_2 liegen beispielsweise beide im nahen Infrarot, so dass der relative Abstand zwischen ihnen klein ist; eine feste Zuordnung von Modulations- und Sensorfrequenz ist dadurch nicht möglich. Abhängig von der Nichtlinearität des jeweiligen Materials, das als optischer Mischer fungiert, wird lediglich eine Frequenzmischkomponente bei $f_1 - f_2$ mit vergleichsweise hoher Intensität generiert. Diese „Zwischenfrequenz“ mischt sich wiederum mit beiden Anregungsfrequenzen, so dass sich zwei Mischkomponenten ($2f_1 - f_2$ und $2f_2 - f_1$) ergeben, deren Frequenz deutlich oberhalb des Frequenzbereichs der Anregung, z. B. im Bereich des sichtbaren Lichts, liegen. Die Trennung des Messsignals von den Anregungssignalen anhand der Frequenzen ermöglicht wiederum eine Messung mit hoher Selektivität und hohem Signal-Rausch-Verhältnis [123–126].

Daneben können auch direkt elektrische Wechselfelder im Frequenzmischverfahren genutzt werden, zum Beispiel um schnell und störungsarm die elektrische Charakteristik von elektronischen Bauteilen zu ermitteln. Dies kann etwa die Strom-Spannungs-Kurve einer Halbleiterdiode oder eines ähnlichen Zweipols sein [127]. Zu den besonderen Eigenschaften der Frequenzmischung gehört die Möglichkeit, anhand der einzelnen Frequenzmischkomponenten gezielt die Ableitungen der Transferfunktion zu bestimmen (siehe auch Abschnitt 3.3.3), die andernfalls nur indirekt gemessen werden können [128].

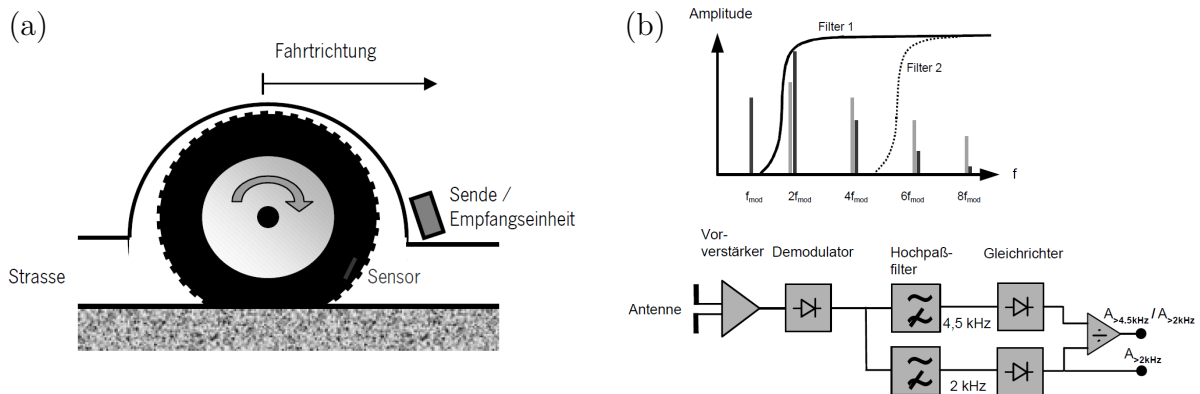


Abbildung 2.36: Messung mittels Frequenzmischverfahren am Beispiel des Reifensensors. (a) Schema des Aufbaus mit Reifen und integriertem Sensor. (b) Prinzip der Auswertung mittels zweier Filter, die verschiedene Komponenten des Frequenzmischsignals auswählen. Adaptiert aus [129].

2.3.3 Reifensensor

Generell kann die Überlagerung der beiden anregenden Signale an verschiedenen Stellen geschehen. So kann unmittelbar ein entsprechend zusammengesetztes kombiniertes Signal generiert werden, wie in Abbildung 2.35 (c) gezeigt. Alternativ können auch einzelne Signale für die Sensor- und die Modulationsfrequenz erzeugt werden, die dann durch entsprechende Wandler zur Probe übertragen werden. Diese Variante bietet den Vorteil, dass sie die Nutzung verschiedener Größen als Sensor- und Modulationssignal erlaubt, also beispielsweise eine Kombination aus elektrischer Modulation mit einem optischen Sensorsignal. Die Anwendbarkeit des Frequenzmischverfahrens hängt in solch einem Fall davon ab, dass das zu untersuchende Objekt eine Übertragungsfunktion besitzt, die die genutzten Größen in geeigneter Weise miteinander verknüpft.

Ein Beispiel für einen solchen Zusammenhang ist ein Sensorsystem zur Messung des Dehnungszustands in einem rollenden Autoreifen von Tewes et al. [129], das in Abbildung 2.36 dargestellt ist. Um den Reibungskoeffizienten eines abrollenden Reifens über dessen Verformung zu bestimmen, wurde ein dünner Draht aus Metglas im Reifenprofil befestigt. Da das Material äußerst weichmagnetisch ist, konnte eine entfernt montierte Magnetfeldspule verwendet werden, um den Sensor in Sättigung zu bringen (Abb. 2.36 a).

Als Sensorsignal wurde ein elektromagnetisches Feld mit einer Frequenz im Radarbereich verwendet, das von einer Sendeantenne ausgestrahlt, vom Draht reflektiert

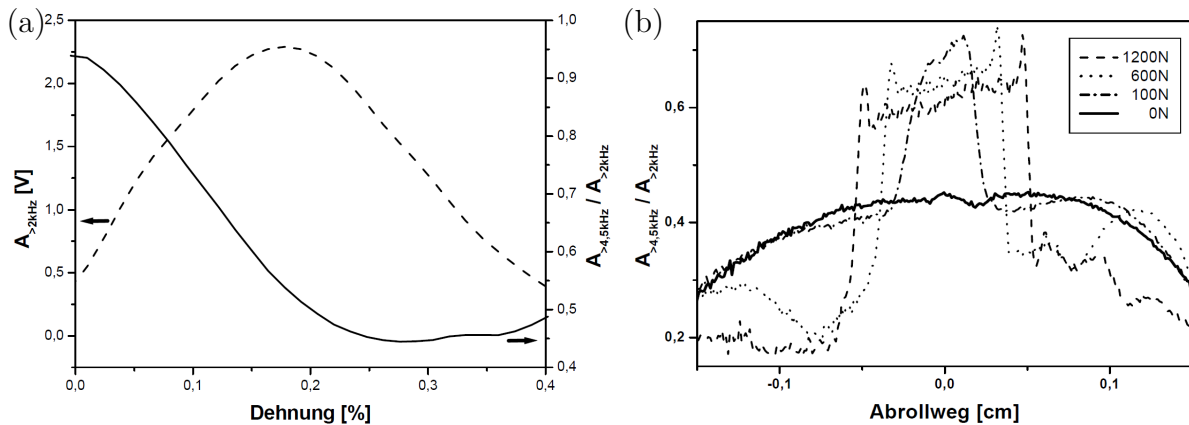


Abbildung 2.37: Messergebnisse des Reifensensors. (a) Ausgangssignal des Filters sowie Verhältnis der Signale beider Filter zueinander in Abhängigkeit der Dehnung des Sensor Drahts. (b) Messung des Dehnungszustands am rollenden Reifen in Abhängigkeit von der Andruckkraft. Adaptiert aus [129].

und von einer Empfangsantenne wieder aufgenommen wurde. Durch den Villari-Effekt ist der mechanische Spannungszustand des Drahts mit seiner Permeabilität verknüpft. Diese bewirkt wiederum über den Magnetoimpedanzeffekt eine Änderung der reflektierten Radarstrahlung. Dies wird deutlich, wenn man das Fourierspektrum für verschiedene Spannungszustände (Abb. 2.36 b oben) betrachtet.

Da die Amplitude des Antwortsignals und damit auch die Fourieramplituden insgesamt vom Abstand zwischen Sensor und Empfänger abhängt, wurde ein Quotient aus zwei Summensignalen als Messwert verwendet. Das erste Summensignal $A_{>4,5\text{ kHz}}$ bilden dabei die höheren Vielfachen der Modulationsfrequenz, $6f_{\text{mod}}$, $8f_{\text{mod}}$ usw., das als Referenz genutzte Summensignal $A_{>2\text{ kHz}}$ dagegen schließt auch die beiden ersten Vielfachen bei $2f_{\text{mod}}$ und $4f_{\text{mod}}$ mit ein. Durch Verwendung des Quotienten der beiden Summen, $\frac{A_{>4,5\text{ kHz}}}{A_{>2\text{ kHz}}}$, kann ein nahezu linearer Zusammenhang zur Dehnung des Drahtes im Bereich von etwa 0 % bis über 0,15 % hinaus erreicht werden (Abb. 2.37 a).

Mit dieser Messmethode wurden schließlich Dehnungen in der Oberfläche eines abrollenden Reifens gemessen. Dabei ist deutlich erkennbar, wie sich die Länge der Auflagefläche mit steigender Andruckkraft vergrößert. Innerhalb der Kontaktfläche dagegen sinkt die Dehnung mit steigender Kraft ab, was detaillierte Rückschlüsse auf die Verformung des Reifens in diesem Bereich zulässt (Abb. 2.37 b) [129, 130].

2.3.4 Messverfahren zur Detektion magnetischer Partikel

Biosensoren

Ein weiteres Gebiet, in dem die Frequenzmischung eingesetzt wird, ist die Erfassung und Quantifizierung von magnetischen Partikeln. Solche Partikel kommen unter anderem in der Medizintechnik zum Einsatz, beispielsweise als Kontrastmittel für die Magnetresonanztomografie oder zur lokalen Erwärmung von Gewebe bei einer hyperthermischen Therapie [131].

Im Bereich der Biosensorik werden zur Analyse und zum Nachweis bestimmter Stoffe in einer Lösung sogenannte *magnetische Perlen* (engl. *magnetic beads*) verwendet; dabei handelt es sich um Kunststoff-Kügelchen mit einem ferro- oder superparamagnetischen Kern und einer biochemisch funktionalisierten Oberfläche. Aufgrund der Funktionsweise, die derjenigen von Antikörpern und Antigenen ähnelt, wird hierfür auch der Begriff *Immunoassay* genutzt [132–134].

Von Krause et al. wurde ein auf dem Frequenzmischverfahren beruhendes Messgerät entwickelt, mit dem die Konzentration von magnetischen Immunoassays in einer Lösung bestimmt werden kann [121, 135–138]. Der prinzipielle Aufbau des Gerätes ist in Abbildung 2.38 dargestellt; er gliedert sich in zwei Teile: die zum Betrieb nötige Elektronik und den Messkopf (engl. *measurement head*), der die Spulen enthält und die zu messende Probe aufnimmt.

Kernstück der Messelektronik ist ein Mikrocontroller, der die übrigen Komponenten steuert und die Schnittstellen zur Ein- und Ausgabe von Parametern und Daten, etwa über ein integriertes Tastenfeld und ein Display, bereitstellt. Der Controller steuert insgesamt vier Digital-analog-Wandler (engl. *digital analog converter, DAC*; in Abb. 2.38 mit „DDS“ bezeichnet) an, die, synchronisiert durch einen gemeinsamen 50 MHz Takt, vier verschiedene Wechselspannungen generieren.

Bei diesen Wechselspannungen handelt es sich unter anderem um die Messfrequenz $f_1 = 49,38 \text{ kHz}$ (DDS 1) und um die Modulationsfrequenz $f_2 = 61 \text{ Hz}$ (DDS 3), die jeweils über Verstärkerbausteine (*Amp* für engl. *amplifier*) den zugehörigen Spulen im Messkopf zugeführt und dort in Magnetfelder gewandelt werden, die wiederum auf die Probe einwirken.

Das Antwortsignal der Probe wird mit einer Aufnehmerspule erfasst, vorverstärkt (*Preamp*) und anschließend mit einer phasenverschobenen Variante der Messfrequenz (f_1, φ_1) gemischt, die DDS 2 bereitstellt. Dadurch entstehen am Ausgang des Mischers (*Mixer*) Signale, deren Frequenz jeweils die Summe oder Differenz der eingehenden Frequenzen ist. Besonders zu beachten ist hierbei der Effekt auf die Frequenzmischkomponenten $f_1 \pm 2nf_2$, $n \in \mathbb{N}$, die durch Subtraktion von f_1 zu $2nf_2$, $n \in \mathbb{N}$ werden.

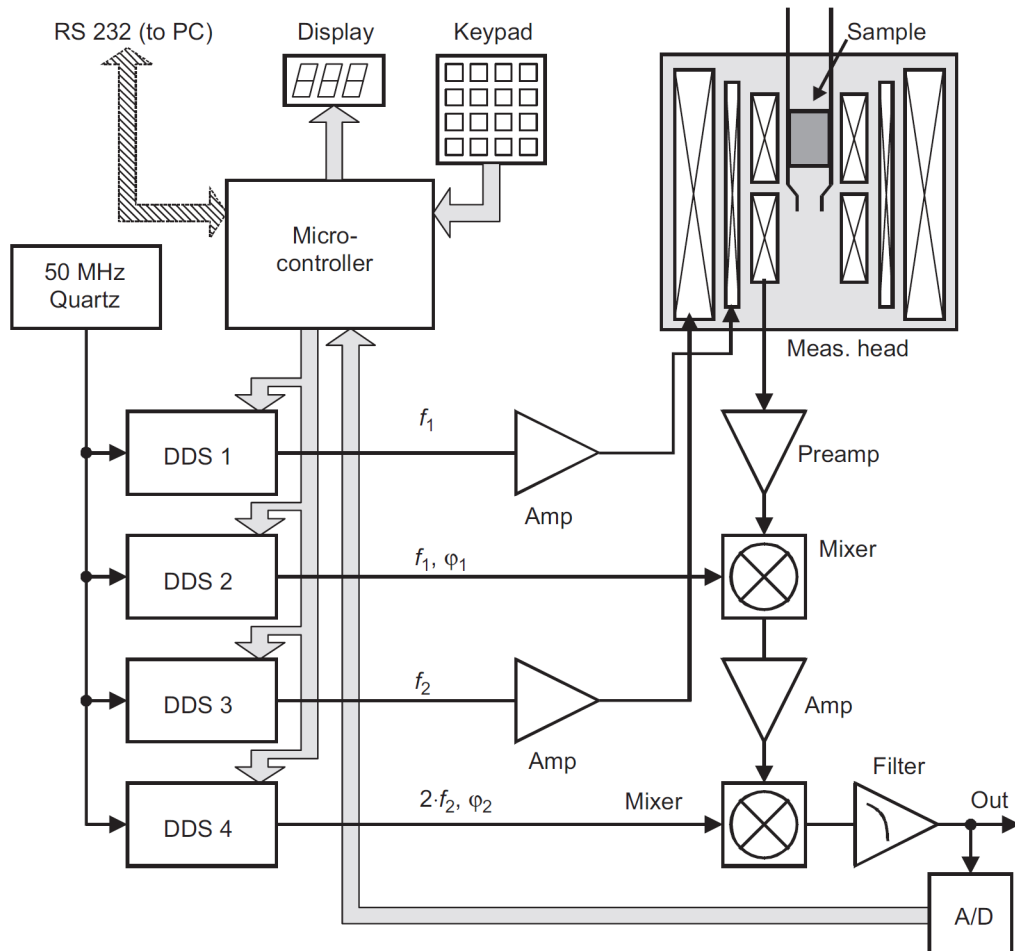


Abbildung 2.38: Schema des Messgerätes zur Detektion magnetischer Partikel in flüssigen Proben mittels Frequenzmischung. Ein Mikrocontroller steuert die Signalerzeugung (DDS 1-4, von engl. *direct digital synthesis*) und die Schnittstellen zum Benutzer (Display, Keypad). Das Messsignal wird verstärkt und mit f_1 sowie in einem zweiten Schritt mit $2f_2$ demoduliert (Mixer). Die Phasenverschiebungen φ_1 und φ_2 der beiden Demodulationsstufen können separat eingestellt werden. Nach einer Tiefpass-Filterung liegt das Ausgangssignal in Form einer Gleichspannung vor, die der Frequenzmischkomponente bei $f_1 + 2f_2$ entspricht. Aus [121].

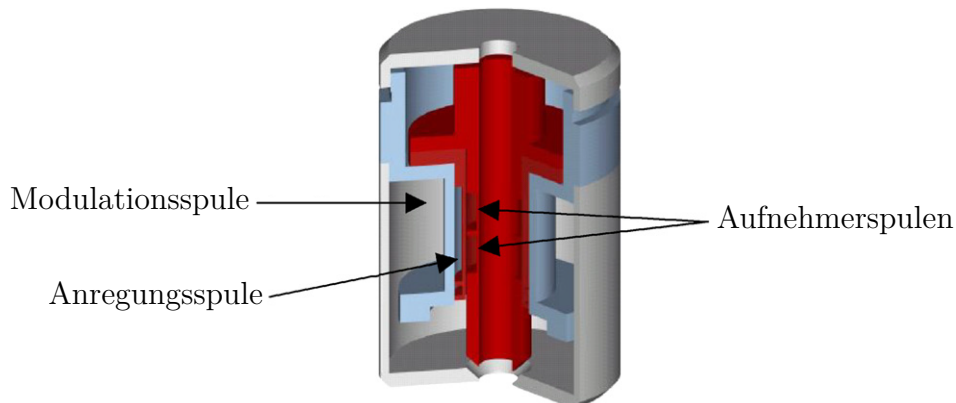


Abbildung 2.39: Aufschnitt eines Modells der Spuleneinheit des Messgerätes. Die Spulen sind jeweils zylindrisch und haben eine gemeinsame Achse. Die Modulationsspule nimmt den äußeren Freiraum zwischen ihrem Träger (hellblau) und dem Gehäuse (grau) ein. In ihrem Inneren befinden sich die Anregungs- und Aufnehmerspulen, deren Träger (rot) zweigeteilt ist, so dass sich die Position der Aufnehmerspulen entlang der Achse einstellen lässt. Adaptiert aus [138].

Der Phasenversatz φ_1 berücksichtigt die unterschiedlichen Laufzeiten der Signale zum Mischer. Er ist einer der Messparameter, die durch den Benutzer im Mikrocontroller eingestellt werden können und erlaubt so die Demodulation im optimalen Arbeitspunkt des Mixers.

Anschließend durchläuft das Signal einen weiteren Verstärker und wird erneut in einen Mischer eingespeist, der als Referenz mit der doppelten Modulationsfrequenz $2f_2$ versorgt wird (DDS 4). Auch hier kann durch den Mikrocontroller ein Phasenversatz φ_2 hinzugefügt werden, um die Demodulation zu optimieren. Dieser zweite Mischer transferiert eine Frequenzmischkomponente, $2f_2$, auf die Frequenz $f = 0$, während alle anderen Anteile des Signals Frequenzen $f > 0$ erhalten. Ein nachfolgender Verstärker mit integriertem Tiefpass filtert das Signal, so dass nur der Gleichspannungsanteil übrig bleibt, der aufgrund der zweifachen Demodulation der Frequenzmischkomponente $f_1 + 2f_2$ entspricht.

Abschließend wird das Signal digitalisiert (Analog-digital-Wandler, engl. *analog digital converter*, *ADC*; in Abb. 2.38 mit „A/D“ bezeichnet), durch den Mikrocontroller verarbeitet und im Display ausgegeben [121].

Der Aufbau des Messkopfes mit den verschiedenen Spulen und einer darin befindlichen Probe (*Sample*) ist in Abbildung 2.38 schematisch dargestellt. Abbildung 2.39 zeigt zusätzlich ein dreidimensionales Modell dieser Spulenanordnung, in der die einzelnen Spulen bezeichnet sind.

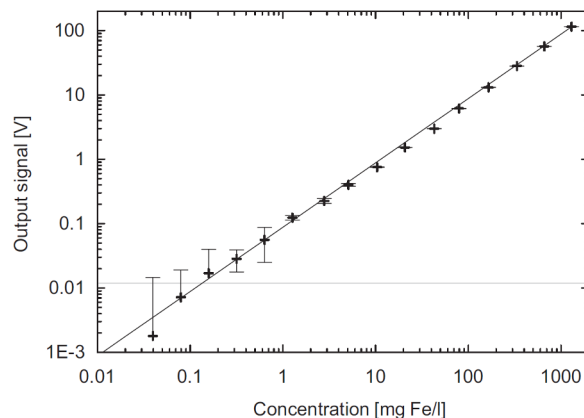


Abbildung 2.40: Ausgangsspannung der Auswertelektronik in Abhängigkeit von der Konzentration magnetischer Partikel in der Probe. Das Detektionslimit (Schnittpunkt der linearen Markierungen) liegt bei etwa 0,12 mg Fe/l, darüber ist das Signal über mehrere Größenordnungen hinweg linear. Aus [121].

Die außen liegende, zylinderförmige Modulationsspule nimmt das größte Volumen ein; sie erzeugt bei einer Frequenz von $f_2 = 61$ Hz eine Flussdichte von 4,5 mT im Probenvolumen. Innerhalb der Modulationsspule befindet sich die ebenfalls zylinderförmige Anregungsspule, die mit $f_1 = 49,38$ kHz betrieben wird und eine Flussdichte von 1,5 mT generiert. Beide Spulen sind jeweils auf Träger gewickelt, die mit einem Gewinde versehen sind und ineinander geschraubt werden.

Im Träger der Anregungsspule befindet sich wiederum ein Gewinde, in das ein weiterer Spulenträger eingedreht wird. Dieser bietet zwei hintereinander liegenden Zylinderspulen Platz: den Aufnehmerspulen. Die obere dieser beiden Spulen ist die eigentliche Aufnehmerspule, in deren Zentrum die Probe platziert wird. Die untere Spule ist mit der oberen in Serie geschaltet und entgegengesetzt gewickelt, so dass sich die direkt induzierten Spannungen bei f_1 gegenseitig aufheben [121].

In einem realen Aufbau können die beiden Spulen nicht exakt identisch hergestellt werden, so dass bei der theoretisch idealen, mittigen Ausrichtung innerhalb der Anregungsspule eine mehr oder weniger große induzierte Spannung U_{ind} verbleibt. Um diesen störenden Effekt auszugleichen, ist die Verschraubung zwischen den Trägern der Anregungs- und der Aufnehmerspulen als Feingewinde ausgeführt, so dass die Position der Aufnehmerspulen entlang der gemeinsamen Achse bis auf $U_{\text{ind}} = 0$ justiert werden kann.

Die Größe der Spulen, insbesondere die der Aufnehmerspulen und ihres Trägers, ist auf ein kommerzielles System zur Behandlung von Immunoassays, sogenannte „Abicap columns“, abgestimmt. Hierbei wird die zu analysierende Lösung durch ein

Kunststoffröhrchen geleitet, in dem sich ein Filter aus porösem Polyethylen (PE) befindet. Die magnetischen Partikel verfangen sich im Filter und können anschließend mit dem Messgerät erfasst werden, indem das Kunststoffröhrchen in den Messkopf eingesteckt wird. Dabei sorgt ein Anschlag innerhalb des Messkopfes dafür, dass der PE-Filter sich mittig in der oberen Aufnehmerspule befindet [121].

Das Ausgangssignal des Messgerätes wurde anhand einer exemplarischen Messreihe auf die Konzentration von magnetischen Partikeln kalibriert. Hierzu wurden seriell verdünnte Proben mit superparamagnetischen Eisenoxid-Partikeln hergestellt, gefiltert und vermessen. Die Konzentration von Eisen reichte dabei von 1300 mg Fe/l bis hinunter zu 0,04 mg Fe/l.

Das für die einzelnen Konzentrationen in diesem Bereich gemessene Signal am Ausgang des Lesegerätes ist in Abbildung 2.40 dargestellt. Dabei ist gut erkennbar, dass das Signal von hohen Konzentrationen kommend zunächst über mehrere Größenordnungen hinweg nahezu linear verläuft. Unterhalb von 1 mg Fe/l steigt zunächst die als Fehlerbalken markierte Standardabweichung an, wobei der Mittelwert aus mehreren Messungen zunächst noch der linearen Approximation der vorherigen Messwerte folgt.

Die beiden niedrigsten Konzentrationen (0,04 mg Fe/l und 0,08 mg Fe/l) weisen schließlich eine so hohe Abweichung auf, dass die untere Grenze der Linearität von den Autoren auf 0,12 mg Fe/l abgeschätzt wurde [121]. Damit ist das Messsignal über einen Bereich von mehr als vier Größenordnungen linear zur Konzentration magnetischer Partikel in der Probe.

Das gesamte Messgerät ist so konstruiert, dass es sowohl zusammen mit einem Messrechner als auch als eigenständiges, transportables Gerät verwendet werden kann. Ein sehr ähnlicher Aufbau, ebenfalls in Form eines tragbaren Handmessgeräts und auf Basis des Frequenzmischverfahrens, wurde von Nikitin et al. beschrieben [139–141].

Magnetic Particle Imaging (MPI)

Abschließend soll an dieser Stelle noch kurz ein weiteres Messverfahren aus dem Bereich der Medizintechnik betrachtet werden: die Bildgebung mittels magnetischer Partikel, kurz MPI (von engl. *magnetic particle imaging*) [142].

MPI ist kein Frequenzmischverfahren im engeren Sinne, da nur eine Frequenz f_1 zur Anregung der Partikel verwendet wird. Eine Modulation des Signals findet daher nicht statt und dementsprechend treten auch keine Frequenzmischkomponenten bei $f_1 \pm 2nf_2$ auf. Stattdessen werden die ungeradzahigen Vielfachen der Anregungsfrequenz, also die Frequenzen $(2n+1)f_2$, $n \in \mathbb{N}$, als Messsignal verwendet, die aufgrund

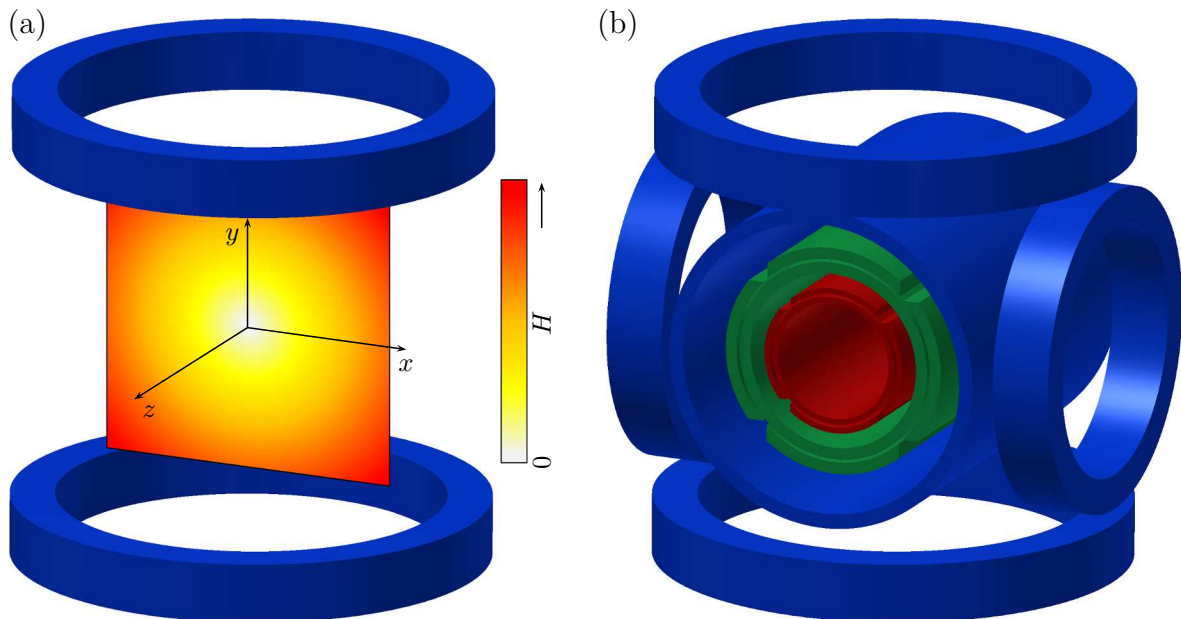


Abbildung 2.41: Spulenanordnungen eines MPI-Scanners. (a) Maxwell-Spulen (Auswahlspulen) zur Erzeugung eines Gradientenfeldes mit einem feldfreien Punkt. Die Feldstärke in der xy -Ebene ist schematisch dargestellt. (b) Spulensystem eines MPI-Scanners mit innenliegendem Probenraum. Die Auswahl- und Fokusspulen sind blau gefärbt, die Anregungsspulen grün und die Aufnehmerspulen rot. Die einzelnen Teilsysteme umfassen jeweils Spulen für alle drei Raumrichtungen.

der Sättigung der magnetischen Partikel und der daraus resultierenden Verzerrung des Antwortsignals entstehen (vgl. Gleichung 2.10).

Dennoch findet auch hier eine Beeinflussung des Antwortsignals durch ein überlagertes, zweites Feld statt. Es handelt sich dabei um ein Gradientenfeld, welches etwa durch Maxwell-Spulen erzeugt werden kann, wie sie in Abbildung 2.41 (a) dargestellt sind.

Die Stärke des Gradienten wird so gewählt, dass die Feldstärke fast im gesamten Volumen innerhalb der Spulen ausreicht, um die magnetischen Partikel zu sättigen. Lediglich im Zentrum des Feldes existiert ein feldfreier Punkt (engl. *field free point*, *FFP*), in dem das überlagerte Anregungsfeld die Magnetisierung beeinflussen kann. Durch das Gradientenfeld entsteht somit eine starke Einschränkung hinsichtlich des Ortes, an dem magnetische Partikel ein Antwortsignal erzeugen [142–144].

Beim MPI wird durch die sogenannten Fokusspulen der feldfreie Punkt kontinuierlich verschoben, so dass ein bestimmtes Volumen hinsichtlich vorhandener magnetischer Partikel abgetastet werden kann. Ein entsprechendes Messgerät wird dement-

sprechend auch als *MPI-Scanner* bezeichnet. Ein gängiges Verfahren hierfür ist es, die Fokusspulen für die drei Raumrichtungen mit Wechselspannungen mit leicht verschiedenen Frequenzen zu versorgen. Durch die Überlagerung der einzelnen Felder bewegt sich der FFP in der Form einer dreidimensionalen Lissajousfigur durch das gesamte Probenvolumen [143, 144].

Abbildung 2.41 (b) zeigt einen möglichen Aufbau des Spulensystems eines MPI-Scanners. Die Auswahl- und Fokusspulen (blau) erzeugen das Gradientenfeld (hier in y -Richtung) und verschieben den FFP in alle drei Raumrichtungen. Innerhalb der zylinderförmigen Fokusspule in z -Richtung befinden sich die drei Anregungsspulen (grün), die für das anregende Wechselfeld zuständig sind. Hier sind ebenfalls Spulen für alle drei Raumrichtungen vorhanden. Die Aufnehmerspulen (rot) sind analog dazu aufgebaut und befinden sich wiederum im Inneren der z -Anregungsspule. Das von den Aufnehmerspulen umschlossene Volumen ist das Probenvolumen [144].

Neben dem Messverfahren mittels FFP kann durch geeignete Wahl des Gradientenfeldes auch eine Abtastung des Probenvolumens mit einer feldfreien Linie (engl. *field free line*, *FFL*) erfolgen. Die räumliche Auflösung erscheint hierbei zwar zunächst geringer zu sein, dies kann jedoch durch die dynamische Verschiebung und Rotation der FFL mit Hilfe des Fokusfeldes kompensiert werden [145]. Eine von Zhang [146] beschriebene Variante des MPI-Verfahrens verwendet wiederum ein zusätzliches Gleichfeld, um den Arbeitspunkt des Anregungsfeldes f_2 so zu verschieben, dass die geraden Vielfachen ($2n f_2$) verstärkt im Antwortsignal der Probe auftreten [146–148].

Im Labor werden MPI-Scanner bereits zur Abbildung von physiologischen Vorgängen in Lebewesen wie beispielsweise Mäusen eingesetzt [149]. Daneben befassen sich viele Publikationen mit den Eigenschaften der verwendeten magnetischen Partikel [150–153] sowie mit den Mess- und Rekonstruktionsverfahren, die nötig sind, um aus den zeit- und frequenzabhängigen Messdaten orts aufgelöste Informationen, d. h. das eigentliche „Bild“, zu gewinnen [154, 155].

Ein beispielhaftes Messergebnis des MPI-Verfahrens ist in Abbildung 2.42 dargestellt. Es handelt sich dabei um neun einzelne Abbildungen eines sogenannten „Phantoms“, also einer Probe mit einer definierten Anordnung von Kavitäten, die eine Lösung mit magnetischen Partikeln enthalten.

Das gezeigte Phantom besteht aus einem nicht-magnetischen Kunststoff, der 12 Bohrungen mit 0,5 mm Durchmesser und 1 mm Tiefe enthält, die den Buchstaben „P“ bilden. Der Abstand der Bohrungen zueinander beträgt 1,25 mm oder weniger, die Buchstabenhöhe ist etwa 5 mm (Bohrungsmitte zu Bohrungsmitte). Zur Füllung wurde eine unverdünnte Lösung eines Magnetresonanz-Kontrastmittels („Resovist“, 500 mmol Fe/l) verwendet [143].

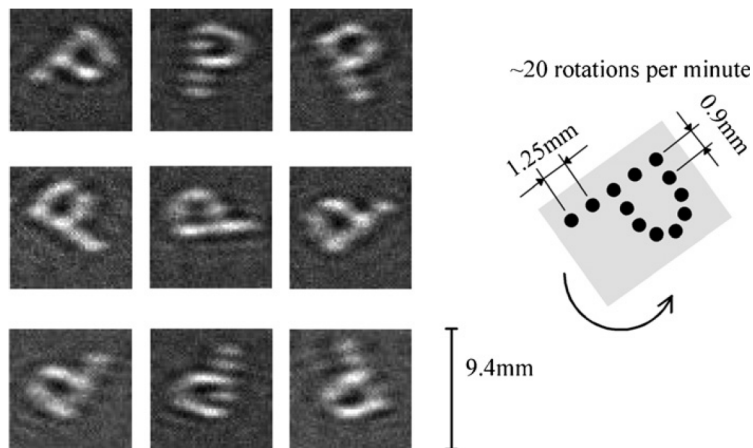


Abbildung 2.42: Magnetic Particle Imaging-Bilder einer Probe mit 12 runden Kavitäten (Durchmesser 0,5 mm, Tiefe 1 mm), die mit magnetischen Partikeln in einer Lösung gefüllt sind. Die Probe wurde während der Messung mit etwa 20 Umdrehungen pro Minute gedreht. Dargestellt sind Einzelbilder mit einer Aufnahmedauer von etwa 39 ms. Adaptiert aus [143].

Der FFP wurde zur Messung nur in zwei Raumrichtungen durch das Fokusfeld verschoben. Die verwendeten Frequenzen der beiden Komponenten des Fokusfeldes waren 25,25 kHz und 25,51 kHz (Verhältnis 98 : 99), so dass sich eine Lissajousfigur mit einer Periodendauer von etwa 3,88 ms ergab. Für eine Aufnahme wurden 10 vollständige Durchläufe der Lissajousfigur gemittelt; die Aufnahmedauer pro Bild beträgt damit etwa 39 ms, so dass bei kontinuierlicher Messung ein Video des Phantoms mit knapp 26 Bildern pro Sekunde entsteht [143].

Um die hohe Frequenz der Bilderfassung zu verdeutlichen, wurde die Probe während der Messung gedreht. Bei den Abbildungen handelt es sich um neun Einzelbilder, die zu verschiedenen Zeitpunkten aus dem Video extrahiert wurden. Anhand der verschiedenen Ausrichtungen des Phantoms ist erkennbar, dass die Auflösung in vertikaler und horizontaler Richtung voneinander abweicht. So können beispielsweise in horizontaler Richtung die Kavitäten mit 1,25 mm nicht klar voneinander getrennt werden, während dies in vertikaler Richtung möglich ist. Die Autoren führen diesen Effekt auf die unterschiedlichen Gradienten des Auswahlfeldes in horizontaler und vertikaler Richtung zurück [143].

3 Experimentelle Methoden

3.1 Dünnschichtabscheidung

Zur Herstellung dünner Schichten können verschiedenste Verfahren angewandt werden. Üblicherweise findet die Abscheidung im Vakuum statt, wodurch einerseits Verunreinigungen der Schichten verhindert werden. Andererseits wird dadurch bei den meisten Verfahren der Materialtransfer überhaupt erst möglich, da diese auf der Erzeugung von Plasmen beruhen oder für den Transportprozess an sich eine ausreichend hohe mittlere freie Weglänge benötigen.

Die am häufigsten verwendeten Verfahren zur Abscheidung dünner Schichten gliedern sich in zwei Bereiche: die physikalische und die chemische Gasphasenabscheidung (*PVD* und *CVD* für *physical* bzw. *chemical vapor deposition*). Zu den *PVD*-Methoden zählen insbesondere die Kathodenzerstäubung (engl. *sputtering*), das Elektronenstrahlverdampfen, die Molekularstrahlepitaxie (engl. *molecular beam epitaxy*, *MBE*) sowie die gepulste Laserablation (engl. *pulsed laser deposition*, *PLD*). Als bedeutende *CVD*-Methoden sind Plasmagasphasenabscheidung (engl. *plasma-enhanced chemical vapor deposition*, *PECVD*) und die Precursorabscheidung im Ionenfeinstrahl (engl. *focused ion beam*, *FIB*) zu nennen. Die reaktive Kathodenzerstäubung kombiniert chemische und physikalische Effekte bei der Abscheidung, wird aber meist der Kathodenzerstäubung zugeordnet und damit als *PVD*-Methode gezählt [156].

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Kathodenzerstäubung zur Herstellung von verschiedenen Proben verwendet. Dieses Verfahren und speziell eine Variante davon, die Magnetron-Kathodenzerstäubung, wird im Folgenden näher erläutert, gefolgt von einer kurzen Darstellung der eingesetzten Materialien.

3.1.1 Kathodenzerstäubung

Die am häufigsten genutzte Konfiguration bei der Abscheidung von Materialien mittels Kathodenzerstäubung ist die des Parallelplattenkondensators (engl. *parallel-plate capacitor*). Die beiden Elektroden werden dementsprechend als Kathode (negativ) und Anode (positiv geladen) bezeichnet. Die Ladung ist dabei relativ zueinander

zu betrachten, da meist die Anode, d. h. das zu beschichtende Substrat, ebenso wie die Wände der Vakuumkammer auf Erdpotential gehalten werden, während die Kathode durch ein Hochspannungsnetzteil ein negatives Potential im Bereich von 1 kV bis 2 kV gegenüber Erde erhält [156].

Aufgrund der Potentialdifferenz werden Elektronen aus der Kathode emittiert und in Richtung der Anode beschleunigt. Der Raum zwischen den beiden Elektroden wird zunächst evakuiert und anschließend bis zum Prozessdruck, der meist in der Größenordnung von 1 Pa bis 100 Pa (10^{-2} mbar bis 1 mbar) mit einem Gas oder Gasgemisch gefüllt. Bei diesem Sputtergas handelt es sich üblicherweise um das Edelgas Argon (Ar), dem im Fall der reaktiven Kathodenzerstäubung beispielsweise Sauerstoff (O_2) oder Stickstoff (N_2) beigemischt werden [156, 157].

Durch Stöße mit den energiereichen Elektronen werden die Atome des Sputtergases ionisiert, so dass sich ein Plasma zwischen den Elektroden bildet. Die Ionen, z. B. Ar^+ , werden durch das elektrische Feld in Richtung der Kathode beschleunigt und treffen auf diese auf. Die Kathode wird dementsprechend auch mit dem englischen Wort *Target* bezeichnet. Durch die beim Aufprall freiwerdende kinetische Energie lösen sich Atome aus der Oberfläche des Targets heraus, sie werden „gesputtert“ [156].

Aufgrund der kinetischen Energie, die die herausgelösten Atome bei diesem Prozess erhalten, bewegen sie sich von der Oberfläche des Targets weg und auf die Anode zu. Die Austrittswinkel weisen dabei statistisch etwa eine Kosinus-Verteilung auf, die allerdings von verschiedenen Parametern wie z. B. der Masse der einzelnen Atome beeinflusst wird. Dadurch kann beim Sputtern von Legierungstargets die Stöchiometrie der abgeschiedenen Schicht von derjenigen des Targets abweichen, obwohl das Target selbst beim Sputterprozess stöchiometrisch abgetragen wird [158].

Abbildung 3.1 zeigt eine schematische Darstellung einer planaren, runden Magnetronkathode in einer Mischung aus Aufsicht und Schnittansicht [156]. Basis der Kathode ist die Rückplatte aus Kupfer (*Cu backing plate*), die eine Wasserkühlung (*deionized water*) zur Ableitung der an der Kathode entstehenden thermischen Verlustleistung beinhaltet. In die Rückplatte eingelassen sind außerdem mehrere Stabmagnete (*bar magnets*). Ein Magnet ist zentral angeordnet, die übrigen bilden einen Ring in der Nähe des äußeren Umfangs der Rückplatte. Eine weichmagnetische Platte verbindet die rückwärtigen Pole der Magnete (*Fe field return plate*). Auf der Vorderseite der Kathode erzeugt diese Anordnung ein rotationssymmetrisches Magnetfeld, das durch die gestrichelt dargestellten Feldlinien angedeutet wird [156].

Das Targetmaterial wird fest mit der Cu-Rückplatte verbunden (*bonding layer*) und bildet dadurch die Oberfläche der Kathode (*target surface*), die dem Plasma und damit dem Sputterprozess ausgesetzt wird. Das Magnetfeld des Magnetrons hat da-

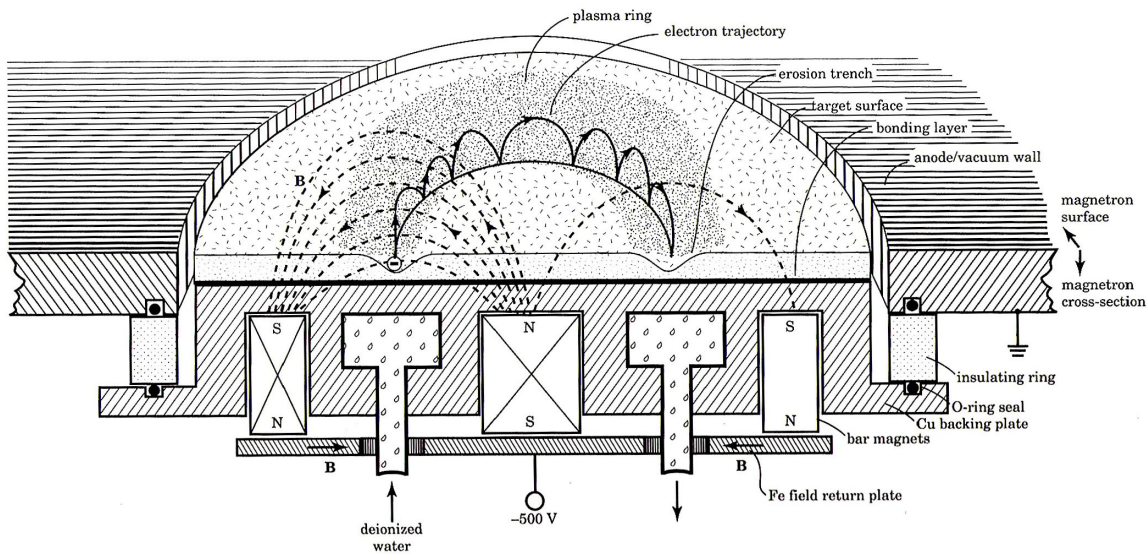


Abbildung 3.1: Aufbau eines Magnetrons. Die Basis der Kathode bildet eine Kupfer-Rückplatte (*Cu backing plate*), in die Stabmagnete (*bar magnets*) eingelassen sind. Auf der Rückplatte befindet sich das Target-Material, über dessen Oberfläche (*target surface*) durch die emittierten Elektronen ein ringförmiges Plasma (*plasma ring*) aufgebaut wird. Weitere Beschreibung siehe Text. Aus [156].

bei den Effekt, dass emittierten Elektronen sich aufgrund der Lorentzkraft nicht mehr geradlinig von der Kathode wegbewegen können, sondern auf eine gekrümmte Bahn gelenkt werden (durchgezogene Linie, *electron trajectory*). Der zurückgelegte Weg der Elektronen verlängert sich entsprechend, und somit steigt auch die Wahrscheinlichkeit einer Stoßionisation von Sputtergasatomen. Die Dichte des Plasmas wird hierdurch wesentlich vergrößert, so dass wiederum ein niedrigerer Gasdruck (bis hinunter zu 0,1 Pa bzw. 10^{-3} mbar) genutzt werden kann [156, 159].

Neben einer Gleichspannung (*DC Sputtern* bzw. *Magnetronspattern*) kann auch eine hochfrequente Wechselspannung (engl. *radio frequency, RF*) oder eine gepulste Gleichspannung (engl. *pulsed DC*) zur Erzeugung des Plasmas verwendet werden. Dies ist insbesondere bei nicht leitfähigen oder stark magnetischen Targetmaterialien von Vorteil (RF), sowie bei solchen Prozessen, bei denen eine Reaktion des Sputtergases mit dem Target stattfinden kann (pulsed DC, z. B. bei der Abscheidung von AlN mit N_2 als Sputtergas) [157].

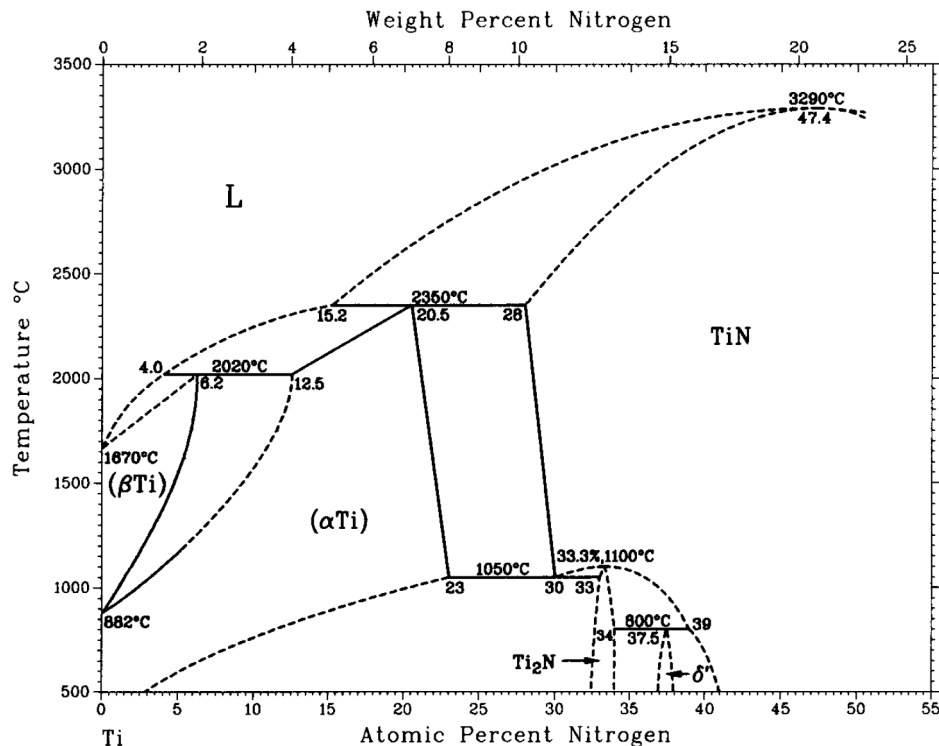


Abbildung 3.2: Phasendiagramm für die binäre Legierung Ti–N. Die Skalen geben den Anteil von Stickstoff in Atom- (unten) und Gewichtsprozenten (oben) an. Dargestellt ist der Bereich von 0 % (links, reines Titan) bis 55 At.-% (etwa 27 Gew.-%) Stickstoff. Der Bereich der Schmelze ist mit *L* gekennzeichnet. Aus [160].

3.1.2 Verwendete Materialien

Titannitrid

Abbildung 3.2 zeigt das Phasendiagramm der binären Legierung Ti–N für verschiedene Anteile von Stickstoff, angegeben in Form von Atomprozenten (At.-%, untere Skala) und Gewichtsprozenten (Gew.-%, obere Skala). Ausgehend von reinem Titan (0 At.-% N) sind die bei der jeweiligen Temperatur auftretenden Phasen bis zu einem Stickstoffanteil von etwa 51 At.-% dargestellt. Die Markierung *L* (für engl. *liquid*) kennzeichnet dabei den Bereich, in dem eine Schmelze vorliegt [160].

Neben verschiedenen, anderen Phasen mit Stickstoffanteilen zwischen 0 At.-% und 41 At.-% wie beispielsweise α Ti und β Ti (N ist hier in Form eines Mischkristalls, engl. *solid solution*, enthalten) oder auch Ti_2N existiert oberhalb von 41 At.-% Stickstoffanteil sowie temperaturabhängig auch im Bereich zwischen 28 At.-% und

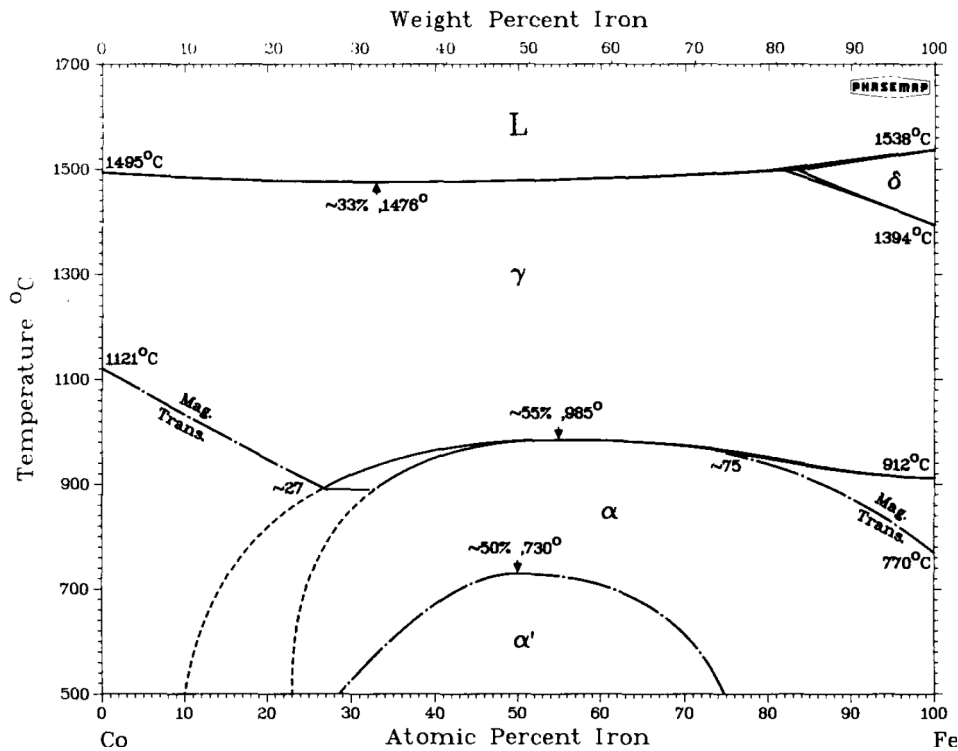


Abbildung 3.3: Phasendiagramm für die binäre Legierung Fe–Co. Die Skalen geben den Anteil von Eisen in Atom- (unten) und Gewichtsprozenten (oben) an. 0 % (links) entspricht demnach reinem Kobalt, 100 % (rechts) reinem Eisen. Der Bereich der Schmelze ist mit L gekennzeichnet. Aus [161].

41 At.-% Stickstoffanteil die Phase TiN. Diese kann demnach unterschiedliche Zusammensetzungen von Ti und N beinhalten, im Folgenden wird mit TiN aber speziell die Variante $\text{Ti}_{50}\text{N}_{50}$ bezeichnet, die sich durch einen hohen Schmelzpunkt von etwa 3250°C auszeichnet und unterhalb dieser Temperatur bevorzugt in einer kubisch-flächenzentrierten (*kfz*, engl. *face-centered cubic*, *fcc*) Struktur vorliegt, die derjenigen von Natriumchlorid NaCl entspricht [160].

Eisenkobalt

Das Phasendiagramm für die binäre Legierung Fe–Co ist in Abbildung 3.3 dargestellt, wobei die Auftragung hier anhand der Atom- (unten) bzw. Gewichtsprozent (oben) Eisen erfolgt. Der Bereich der Schmelze ist wiederum mit L markiert [161].

Eisenkobalt-Legierungen sind diejenigen Materialien, die die höchsten Werte der magnetischen Sättigungsflussdichte B_s aufweisen [161]. Das Maximum ($B_s = 2,4\text{ T}$) wird bei einer Zusammensetzung mit etwa 35 At.-% Co erreicht [162]. Technisch

findet allerdings meist die äquiatomare Legierung $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ Verwendung, die gegenüber $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ eine wesentlich größere Permeabilität aufweist, während der Unterschied der Sättigungsmagnetisierungen der beiden Legierungen nur gering ist [78]. Der Schmelzpunkt der äquiatomaren Legierung liegt bei ca. $1480\text{ }^\circ\text{C}$ [161, 163].

Beim Einsatz von Eisenkobalt als magnetische Material ist der in Abbildung 3.3 erkennbare Phasenübergang zwischen der α - und der γ -Phase von besonderer Bedeutung. Im Bereich von etwa 32 At.-% bis 75 At.-% stellt er gleichzeitig auch den Übergang im magnetischem Verhalten dar, da es sich bei der α -Phase um eine ferromagnetische bcc-Struktur, bei der γ -Phase jedoch um eine paramagnetische fcc-Struktur handelt. Der weitere Verlauf des Übergangs vom Ferro- zum Paramagnetismus ist im Phasendiagramm mit *Mag. Trans.* (engl. *magnetic transition*) markiert. Die höchste Curie-Temperatur T_c im Bereich des α - γ -Phasenübergangs liegt bei etwa $985\text{ }^\circ\text{C}$ (55 At.-% Fe) [161]. $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ erreicht ebenfalls knapp diesen Wert, wobei für diese Zusammensetzung teilweise auch $T_c = 950\text{ }^\circ\text{C}$ angegeben wird [163].

Im Phasendiagramm dargestellt ist auch der Bereich, in dem sich für Zusammensetzungen von knapp 30 At.-% bis 75 At.-% Fe-Anteil aus der bcc-Struktur die bereits in Abschnitt 2.2 unter *Sättigungsmagnetisierung* erwähnte L2_0 -Überstruktur bildet, die hier mit α' bezeichnet wird. Die Umwandlungstemperatur zwischen α - und α' -Phase von $730\text{ }^\circ\text{C}$ im Fall der Legierung mit etwa 50 At.-% Fe stellt gleichzeitig die maximale Temperatur dieses Phasenübergangs dar [161].

In dieser Arbeit wurde bei der Herstellung der Proben für Messungen bei hohen Temperaturen die äquiatomare Zusammensetzung ($\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$) verwendet; sie wird im Folgenden verkürzt als FeCo bezeichnet. Daneben kommen weitere eisenbasierte Legierungen als Probenmaterialien zum Einsatz, die jeweils im Abschnitt des entsprechenden Messverfahrens beschrieben werden.

3.2 Vibrationsmagnetometrie

Die Vibrationsmagnetometrie ist eine Methode zur Bestimmung der magnetischen Eigenschaften einer Probe. Charakteristisch für das im folgenden näher beschriebene Vibrationsmagnetometer (engl. *Vibrating Sample Magnetometer*, *VSM*) ist die Bewegung der Probe in Form einer periodischen, harmonischen Schwingung. Das Messprinzip wurde in den 1950er Jahren von S. Foner [164–166] beschrieben und hat sich seitdem zu einem Standardverfahren der magnetischen Charakterisierung entwickelt [167–174].

Andere Methoden mit ähnlichem Funktionsprinzip sind beispielsweise das *Vibrating Coil Magnetometer* (*VCM*), bei dem die Probe in Ruhe gehalten wird und stattdessen die Aufnehmerspule oszilliert [175, 176], sowie das *Alternating Gradient Magnetometer* (*AGM*), bei dem wiederum die Probe durch ein überlagertes Gradientenfeld magnetisch in Schwingung versetzt wird. Die Amplitude der Schwingung liefert dann Informationen über die magnetischen Eigenschaften der Probe, wobei durch Ausnutzung der mechanischen Resonanz beim AGM ein besonders hohes Signal-Rausch-Verhältnis erreicht werden kann [177–180].

3.2.1 Grundlagen

Das Messprinzip der Vibrationsmagnetometrie beruht auf dem Faradayschen Induktionsgesetz, das seinerseits Teil der Maxwell-Gleichungen ist. Ihm zufolge erzeugt ein sich änderndes magnetisches Feld (genauer: die Änderung der Flussdichte \vec{B}) in einer Leiterschleife ein elektrisches Feld \vec{E} :

$$\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} . \quad (3.1)$$

Im VSM wird dieser Effekt zur Bestimmung des magnetischen Moments m einer Probe genutzt. Die Flussdichte ändert sich dabei an zwei Stellen: zum Einen durch die namensgebende Vibration, also der Schwingung der Probe in der Vertikalen (z -Achse), zum Anderen durch die variable Magnetisierung der Probe in Abhängigkeit eines externen Feldes.

Zwischen den Polen eines Magneten sind eine oder mehrere Aufnehmerspulen (engl. *detection coils* oder *pick-up coils*) befestigt. Die oszillierende Relativbewegung der Probe $z(t) = \hat{A}_z \cos \omega t$ gegenüber den Aufnehmerspulen führt zur Induktion einer Wechselspannung U_{ind} , die proportional zum magnetischen Moment m der Probe ist:

$$U_{\text{ind}}(t) = -m G \hat{A}_z \omega \sin \omega t . \quad (3.2)$$

G ist dabei ein Geometriefaktor, der unter anderem von den Aufnehmerspulen abhängt. Der Aufbau des Messsystems und die Vibration der Probe zwischen den Polschuhen des Magneten sind in Abbildung 3.4 (a) schematisch dargestellt.

Die bekannte Frequenz $f = \frac{\omega}{2\pi}$ der induzierten Wechselspannung ermöglicht eine rauscharme Detektion in einem Lock-In Verfahren. Wenn nun die Amplitude \hat{A}_z sowie die Kreisfrequenz ω der mechanischen Schwingung konstant gehalten werden, dann besteht ein direkter, linearer Zusammenhang zwischen der induzierten Wechselspannung U_{ind} und dem magnetischen Moment m der Probe

$$\begin{aligned} U_{\text{ind}} &= m G \hat{A}_z \omega \\ &= K \cdot m \quad . \end{aligned} \tag{3.3}$$

Der Proportionalitätsfaktor K enthält neben \hat{A}_z und ω auch den Geometriefaktor G , der nicht ohne weiteres berechnet werden kann. K wird daher bei der Kalibrierung des Gerätes anhand einer Probe mit bekanntem magnetischem Moment m empirisch bestimmt und dementsprechend auch als *Kalibrierfaktor* bezeichnet.

3.2.2 Aufbau eines VSM

Im folgenden wird der Aufbau eines VSM beispielhaft anhand eines LakeShore Model 7400 beschrieben, das in Abbildung 3.4 (b) gezeigt ist. Die in Kapitel 4 dargestellten Messungen wurden zu großen Teilen an dem Vorgängermodell, Model 7300, durchgeführt; für die Beschreibung und Auswertung der Messungen relevante Unterschiede zwischen den Modellen werden daher hier ebenfalls aufgeführt und entsprechend kenntlich gemacht.

Elektromagnet

Die Basis eines VSM bildet üblicherweise ein Elektromagnet, der das zur Magnetisierung der Probe nötige externe Magnetfeld erzeugt. Bedingt durch die hohe Leistungsdichte kommt beim LakeShore VSM sowohl am Magnet als auch am zugehörigen Netzteil (bipolar, max. 50 V 100 A) eine Wasserkühlung zum Einsatz.

Die zylindrischen Polschuhe des Magneten haben einen Durchmesser von etwa 178 mm (7 Zoll) und Kappen in Form eines Kegelstumpfes, so dass der Durchmesser der Polflächen ca. 76 mm (3 Zoll) beträgt. Beide Polschuhe lassen sich jeweils axial um mehrere Zentimeter verstellen, sodass sowohl die Breite als auch die Position des Luftspalts (engl. *gap*) verändert werden kann.

Die Breite des Luftspalts beeinträchtigt allerdings die effektive Permeabilität des magnetischen Flusskreises des Elektromagneten, das heißt die maximal erreichbare

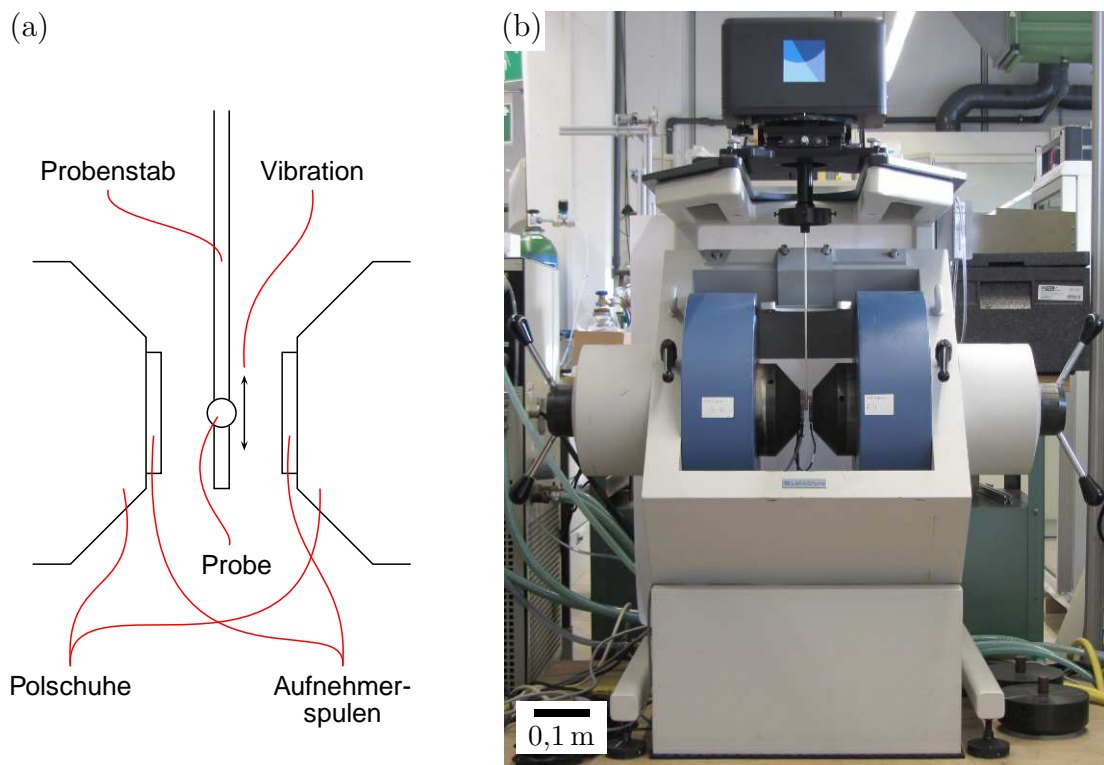


Abbildung 3.4: Vibrationsmagnetometer: (a) Schematische Darstellung des Messverfahrens. (b) Fotografie des Elektromagneten mit Kopfeinheit und Probenstab eines LakeShore Model 7400 VSM. Mittig sind die Polschuhe sowie der Probenstab erkennbar.

Flussdichte ist stark vom Abstand der Polschuhe abhängig. Bei Verwendung der großen Aufnehmerspulen (7300) bzw. einer Einstellung für große Proben (7400) beträgt die maximale Flussdichte im Spalt lediglich etwa 1,6 T, während bei geringer Spaltbreite Flussdichten von bis zu 2,3 T erreicht werden können.

VSM-Kopfeinheit und Controller

Basis der Vibration der Probe ist ein sinusförmiges elektrisches Spannungssignal mit der Frequenz f , das vom *Controller* generiert wird. Das Signal wird anschließend verstärkt und einem Wandler (engl. *transducer*) zugeführt, der daraus eine mechanische Schwingung erzeugt. Der Wandler ist dementsprechend im sogenannten *VSM-Kopf* oberhalb des Elektromagneten untergebracht, während Controller und Verstärker gemeinsam mit den weiteren Modulen zur Steuerung des Gerätes abseits des Magneten in einem Schaltschrank installiert sind.

Daneben enthält der VSM-Kopf noch einen Aufnehmer, der ein elektrisches Signal

liefert, dass möglichst nur von der Frequenz f und der Amplitude \hat{A}_z der Schwingung abhängt. Dieses wird als Rückkoppelung in einer Regelschleife verwendet und ermöglicht es dem Controller, f und \hat{A}_z konstant zu halten.

Der Controller übernimmt außerdem die Auswertung der in den Aufnehmerspulen induzierten Spannung. Zweckmäßigerweise geschieht dies durch Einbeziehung der Frequenz f und der Phase φ sowie der Amplitude \hat{A}_z der Oszillation, wobei – ausreichende Stabilität des Systems vorausgesetzt – anstelle des rückgekoppelten Signals aus dem VSM-Kopf auch das ursprüngliche, sinusförmige Spannungssignal als Referenz genutzt werden kann. Die Signalverarbeitung entspricht derjenigen in einem Lock-In Verstärker, d. h. die induzierte Wechselspannung U_{ind} (Gl. 3.2) wird in eine Gleichspannung gewandelt, die der Amplitude \hat{U}_{ind} entspricht. Das Vorzeichen der Gleichspannung wird dabei durch die Phasenlage der induzierten Spannung (0° oder 180° zur Referenz) bestimmt.

Aufnehmerspulen

Um die Inhomogenität der VSM-Aufnehmerspulen zu verringern, werden diese meist paarweise angeordnet, d. h. die gesamte Anordnung der Aufnehmerspulen besteht aus einer geraden Anzahl von einzelnen Spulenelementen [181].

An einer eindeutig definierten Position wird anhand einer Referenzprobe der Kalibrierfaktor K ermittelt, der dann bei allen nachfolgenden Messungen für die Umrechnung zwischen induzierter Spannung und magnetischem Moment verwendet wird. Üblich ist hierbei die Vermessung einer kugelförmigen und dadurch isotropen Probe, z. B. aus Nickel (Ni), die so innerhalb der Aufnehmerspulen platziert wird, dass sie um deren geometrische Mitte oszilliert.

Als Kriterium nutzt man dabei zweckmäßigerweise die induzierte Spannung bzw. das daraus ermittelte magnetische Moment der (magnetisierten) Probe, das in allen drei Raumrichtungen jeweils einen Extremwert annimmt, wenn sich die Probe im Zentrum der Spulen befindet. Dabei handelt es sich in x -Richtung um ein Minimum sowie in y - und z -Richtung um ein Maximum; insgesamt liegt hier also ein Sattelpunkt vor. Bei den auf die Kalibrierung folgenden Messungen wird die Position der jeweiligen Probe im VSM nach dem selben Verfahren justiert, so dass sie sich anschließend am gleichen Ort befindet wie zuvor die Referenzprobe.

Neben der Positionierung der Probe ist die Ortsabhängigkeit der induzierten Spannung allerdings noch an anderer Stelle von Bedeutung. In Tabelle 3.1 ist der Zusammenhang zwischen U_{ind} und Probenposition nochmals anhand der Abweichung vom geometrischen Zentrum dargestellt. Theoretisch ist die Kalibrierung des VSM nur für solche Proben gültig, die das selbe Volumen einnehmen wie die Referenzprobe. Betrachtet man dagegen eine beliebige, ausgedehnte Probe, so wird schnell klar,

Abweichung vom geom. Zentrum in	induzierte Spannung
x -Richtung	erhöht
y -Richtung	verringert
z -Richtung	verringert

Tabelle 3.1: Effekt der Probenposition auf die induzierte Spannung im VSM.

dass Volumenanteile, die sich weit außerhalb der Mitte und damit außerhalb des kugelförmigen „Referenzvolumens“ befinden, in den Aufnehmerspulen eine Spannung induzieren, die nicht ihrem magnetischen Moment entspricht [182].

In der Praxis können die so entstehenden Messfehler durch eine geeignete Dimensionierung und Anordnung der Aufnehmerspulen gering gehalten werden. Hinzu kommt, dass sich beispielsweise im Fall von Dünnschichtproben bei einer Ausrichtung parallel zur xy - oder xz -Ebene die Fehler zu einem gewissen Teil gegenseitig kompensieren. Wenn eine Probe allerdings in einer oder mehreren Dimensionen um ein Vielfaches größer als die Ni-Kugel ist oder wenn sie gar die Abmessungen der Aufnehmerspulenordnung erreicht oder überschreitet, so muss mit erhöhten Messfehlern bei der Bestimmung des magnetischen Moments gerechnet werden [182].

Rotation

Neben der im vorherigen Abschnitt beschriebenen Positionierung einer Probe kann auch ihre Ausrichtung relativ zum externen Magnetfeld bzw. zu den Aufnehmerspulen die Messung des magnetischen Moments beeinflussen, d. h. die Probe kann eine magnetische Anisotropie aufweisen. Die messtechnische Erfassung eines solchen Verhaltens wird stark vereinfacht, wenn die Probe während der Messung rotiert werden kann.

Beim VSM bietet sich prinzipbedingt die Richtung der Vibration als Rotationsachse an, da beide Bewegungen so unabhängig voneinander stattfinden können. Vibriert die Probe beispielsweise in z -Richtung, so findet die Rotation in der xy -Ebene statt.

Im Fall des LakeShore VSMs kann die Rotation der Probe zwar von Hand erfolgen, wesentlich komfortabler und präziser ist allerdings die Verwendung eines zu diesem Zweck im VSM-Kopf verbauten Schrittmotors, der vom Controller angesteuert wird. Der Motor dreht dabei den gesamten Kopf (7300) bzw. die Einheit aus Wandler und Referenzaufnehmer innerhalb des VSM-Kopfes (7400). Obwohl eine feinere Winkelauflösung technisch möglich ist, wird die Rotation im Betrieb nur auf 1° genau eingestellt. Ein mechanischer Anschlag knapp unterhalb der 0° -Position dient als Referenzposition für die Steuerung des Schrittmotors; ein weiterer Anschlag oberhalb

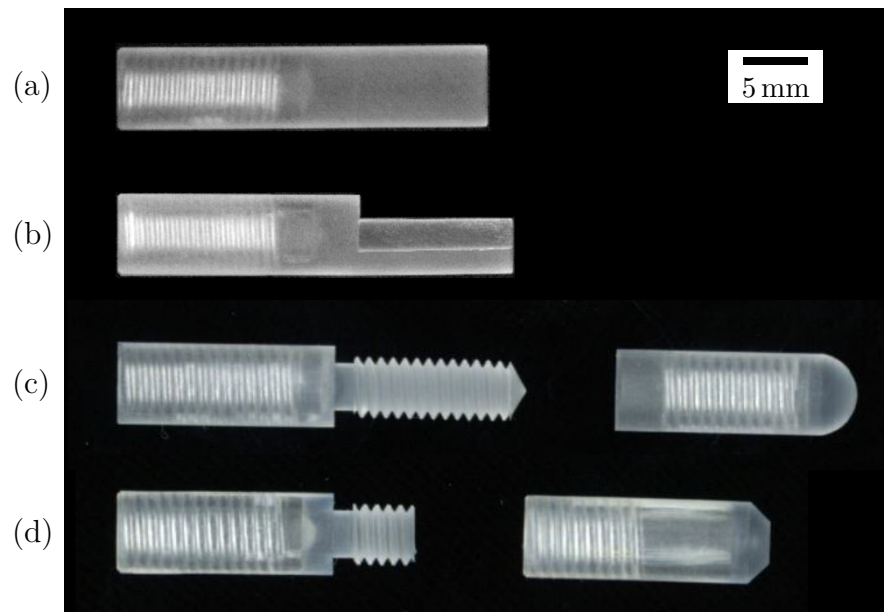


Abbildung 3.5: Fotografie der VSM Probenhalter für Raumtemperatur-Messungen. (a) *Bottom mount*, (b) *side mount*, (c) *bulk*, (d) *liquid*. Adaptiert aus [183].

von 360° verhindert ein übermäßiges Verdrehen der innerhalb des Kopfes geführten Kabel, die den Wandler bzw. den Referenzaufnehmer mit dem Controller verbinden.

Probenhalter

Die Verbindung von Probe und Wandler und damit auch die Übertragung der Schwingung auf die Probe erfolgt mit einem Probenstab, der aus einem leichten, aber gleichzeitig sehr steifen faserverstärkten Kunststoff gefertigt ist. Am unteren Ende des Stabs wird wiederum ein austauschbarer Probenhalter aus Polychlortrifluorethylen (*PCTFE*) aufgeschraubt.

Je nach Form der Probe und gewünschter Ausrichtung zum Feld des Elektromagneten können verschiedene Probenhalter zum Einsatz kommen. Die am häufigsten verwendeten Varianten sind dabei der *bottom* und der *side mount*-Halter für dünne Proben (Abbildung 3.5 a und b), die eine Messung in zwei *in plane*-Achsen (*bottom mount*) bzw. in einer *in plane* und einer *out of plane*-Achse (*side mount*) ermöglichen; die Befestigung der Probe erfolgt dabei mit einem unmagnetischen Klebstoff, z. B. einem handelsüblichen, wasserlöslichen Klebestift oder Kapton-Klebeband. Feste oder pulverförmige Probenmaterialien können im zweiteiligen *bulk*-Probenhalter (Abb. 3.5 c) fixiert werden, indem der becherförmige untere Teil mit der darin enthaltenen Probe auf das Gewinde des oberen Teils aufgeschraubt wird. Die Aufnahme flüssiger Proben erfolgt auf ähnliche Weise im *liquid*-Probenhalter (Abb. 3.5 d).

3.2.3 Einrichtungen für Hochtemperatur-Messungen

Ofen

Die Vibrationsmagnetometrie erlaubt zusätzlich die Messung bei verschiedenen Temperaturen, indem die Probe innerhalb des Geräts in einem thermisch regulierbaren Volumen, z. B. einem Ofen, platziert wird. Eine besondere Herausforderung ist dabei, die Ausdehnung des Ofens senkrecht zur Vibrationsrichtung so gering wie möglich zu halten, da mit zunehmendem Abstand zwischen Probe und Pick-Up Spulen das Signal-Rausch-Verhältnis verschlechtert wird und sich zusätzlich bei weiter voneinander entfernten Polschuhen das maximale externe Feld verringert. Ein entsprechender Aufbau muss folglich einen hohen Temperaturgradienten und, um diesen aufrechtzuerhalten, auch eine hohe thermische Isolation aufweisen, was üblicherweise mittels eines Isoliervakuums gelöst wird. Um die Vibration von Probenstab und Probe innerhalb des Ofens zu ermöglichen ist dieser röhrenförmig und nach oben hin offen.

Je nach Aufbau des Ofens kann das Probenvolumen evakuiert (nur 7300) oder mit einem Schutzgas geflutet werden (7300 und 7400), um eine Oxidation der Probe bei erhöhten Temperaturen zu verhindern. Bei evakuiertem Probenvolumen erfolgt der Temperaturengleich zwischen Heizelement und Probe nur durch Strahlung; nach einem Heizvorgang wird das thermische Gleichgewicht dementsprechend erst nach einer längeren Wartezeit erreicht. Der Betrieb unter Schutzgas bietet dagegen den Vorteil, dass die Temperaturverteilung innerhalb des Probenvolumens durch die Konvektion des Gases und seine Wärmeleitfähigkeit gleichmäßiger ist. In den Heizphasen und auch beim Abkühlen ist daher die Temperaturdifferenz zwischen Ofen und Probe geringer, und das thermische Gleichgewicht wird schneller erreicht.

Hochtemperatur-Probenhalter

Für Messungen bei erhöhten Temperaturen werden Probenhalter aus der Keramik Bornitrid (BN) verwendet, die in ihrer Form den Haltern für Raumtemperatur-Messungen ähneln. So gibt es ebenfalls *bottom* und *side mount*-Halter für dünne Proben und *bulk*-Halter für Feststoffe oder Pulver. Die keramischen Probenhalter werden über einem Probenstab aus Quarzglas mit dem Wandler verbunden, so dass die mechanische Schwingung auch bei hohen Temperaturen im Inneren des Ofens von bis zu 1000 °C ohne nennenswerte Dämpfung auf die Probe übertragen wird; gleichzeitig ist auch die Wärmeleitung entlang des Stabes minimal.

Die Befestigung insbesondere von dünnen Proben auf den entsprechenden Haltern erfolgt üblicherweise durch Klebstoff, wobei bis zu einer Maximaltemperatur von ca. 300 °C Klebeband aus Polyimidfolie (z. B. Kapton) verwendet werden kann. Für



Abbildung 3.6: Fotografie des Hochtemperatur-Probenhalters mit Klemmung der Probe mittels einer Schraube. Der gekerbte Einsatz verhindert eine Beschädigung der Probe durch die Drehbewegung beim Anziehen der Schraube und zentriert die Probe in der Aufnahme. Alle Teile bestehen aus Macor und sind für Messungen bis 800 °C geeignet.

darüber hinausgehende Temperaturen wird ein spezieller Zweikomponentenklebstoff Thermoguss 2000 genutzt, um die Probe am Probenhalter zu befestigen. Dieser bildet bei seiner Aushärtung eine hochtemperaturfeste, keramische Schicht.

Von Nachteil ist dabei, dass die Probe in manchen Fällen nach der Messung nicht zerstörungsfrei von dem keramischen Kleber gelöst werden kann. Um dieses Problem zu umgehen, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Hochtemperatur-Probenhalter entwickelt und in der Werkstatt der Technischen Fakultät angefertigt, der eine Probe mit den Abmessungen 5 mm × 5 mm × 0,5 mm mittels einer Schraube festklemmt.

Abbildung 3.6 zeigt eine Fotografie dieses Probenhalters. Neben dem Grundkörper mit eingedrehter Klemmschraube ist auch ein zum Probenhalter gehörender, eingekerbter Einsatz erkennbar. Er zentriert die Probe im Halter und verhindert gleichzeitig, dass sie durch die Drehbewegung der Schraube beschädigt wird. Die Größe des gesamten Probenhalters wurde so gewählt, dass die Position der geklemmten Probe bis auf wenige Zehntel Millimeter derjenigen entspricht, die sie bei Verwendung des BN *side mount*-Halters einnehmen würde.

Alle Teile des Probenhalters bestehen aus Macor, einer maschinell bearbeitbaren Glaskeramik. Die maximale Einsatztemperatur des Probenhalters beträgt dementsprechend 800 °C [184, 185]

3.2.4 Messungen und Effekte

Demagnetisierung

Für die Interpretation der gemessenen Daten ist zudem der Effekt der De- oder Entmagnetisierung von Bedeutung. Er wird durch einen zwischen 0 und 1 liegenden Faktor n_D beschrieben, der anhand der Geometrie der Probe berechnet werden kann. Generell haben Dünnschichtproben entweder sehr kleine Demagnetisierungsfaktoren, falls die zu messende Magnetisierungsrichtung in der Ebene der Schicht liegt (sog. *in plane*-Messung), oder sehr hohe Demagnetisierungsfaktoren bis hin zu $n_D = 1$, wenn die Probe senkrecht zur Schichtausrichtung vermessen wird (*out of plane*-Messung) [74, 186].

Die Entmagnetisierung liegt in der räumlichen Ausdehnung der Probe begründet. Die aufmagnetisierte Probe hat an ihren Außenseiten magnetische Pole, die einerseits das austretende Streufeld erzeugen, andererseits aber auch ein internes Feld, das *De-* oder *Entmagnetisierungsfeld* genannt wird, da es dem externen Feld entgegengerichtet ist. Dieses interne Feld verringert also die effektive Flussdichte innerhalb der Probe und senkt dadurch ihre Magnetisierung.

Bei dünnen Proben in *out of plane*-Messrichtung ist dieser Effekt maximal, da die Pole großflächig sind und einen geringen Abstand zueinander haben, das heißt das Entmagnetisierungsfeld kann hier für einen Volumenteil im Inneren der Probe das externe Feld vollständig verdrängen ($n_D = 1$). Mit steigender externer Flussdichte verringert sich das feldfreie Volumen nahezu linear, bis schließlich das gesamte Volumen magnetisiert ist. Dies ist der Fall, wenn die externe Flussdichte die Sättigungspolarisation J_s des Materials erreicht. Eine solche Messung kann daher benutzt werden, um die Sättigungspolarisation J_s bzw. die Sättigungsmagnetisierung M_s eines Materials zu bestimmen.

Messoptionen

Die Messung der Magnetisierungskurve kann auf verschiedene Weise erfolgen. Üblich ist die Betrachtung einer vollständigen Hystereseurve (engl. *full loop* oder *major loop*) eines Materials, d. h. die Messung erfolgt von der positiven Sättigung der Probe zu negativer Sättigung und zurück zu positiver Sättigung. Zusätzlich kann, wenn die Probe vor Beginn der Messung nicht magnetisiert ist, die sogenannte Neukurve (engl. *virgin curve*), also der Verlauf der Magnetisierung vom unmagnetisierten Zustand hin zu positiver Sättigung, bestimmt werden.

Neben diesen Messungen in Abhängigkeit des angelegten Magnetfeldes können auch der Winkel der Probe zum Feld oder die Temperatur variiert werden. Die eigentliche Messung teilt sich dabei in eine vorher festgelegte Anzahl von Feld-, Winkel-

oder Temperaturschritten auf. Im Fall von winkel- und temperaturabhängigen Messungen wird üblicherweise der Sollwert eingestellt und angefahren bzw. eingeregelt, bevor die Aufnahme des jeweiligen Messwerts beginnt. Nachdem die Einzelmessung abgeschlossen ist, erfolgt die Einstellung des nächsten Sollwertes usw.

Feldabhängige Messungen können ebenfalls auf diese Weise in Form von einzelnen Punktmessungen durchgeführt werden. Zusätzlich besteht die Möglichkeit, den Strom im Elektromagneten kontinuierlich zu verringern und so eine Feldrampe zu erzeugen. Die Werte der jeweiligen Messpunkte werden dann durch Mittelung über mehrere zeitlich äquidistante Einzelmesswerte bestimmt. Besonders bei hochpermeablen Materialien ist dieses Verfahren gegenüber dem punktuellen Einregeln einzelner Feldschritte vorteilhaft, da es sonst bedingt durch die Hysterese leicht zu Messfehlern kommen kann, wenn das Feld im Verlauf der Regelung überschwingt.

Üblicherweise werden die einzelnen Messwerte für Feld und induzierte Spannung bzw. magnetisches Moment mehrmals pro Sekunde aufgenommen. Anschließend wird über eine eingestellte Zeitspanne t_{avg} (von engl. *average*), z. B. 1 s bis 10 s, gemittelt und das so erhaltene Wertepaar als Messwert abgespeichert. Da die Messung des magnetischen Moments im Lock-In Verfahren erfolgt, spielt zusätzlich die Zeitkonstante t_c eine Rolle für die Rauschunterdrückung. Da die Zeitkonstante ebenfalls eine Mittelung darstellt und der Lock-In somit schnelle Änderungen des Messwertes ausfiltert, sollte stets $t_c \leq 0,1 \cdot t_{\text{avg}}$ erfüllt sein. Zusätzlich ist die tiefpassartige Wirkung der Mittelung auch für die Messwerte selbst zu beachten, insbesondere wenn Proben mit sehr hoher Permeabilität vermessen werden, bei denen der steile Verlauf der Magnetisierungskurve korrekt dargestellt werden soll.

Um die Auflösung im relevanten Bereich der Hystereseurve zu erhöhen ohne gleichzeitig die Anzahl der Messpunkte und damit die Messzeit um ein Mehrfaches zu steigern kann die Schrittweite der Messung für verschiedene Feldbereiche unterschiedlich eingestellt werden. So lassen sich beispielsweise Messungen realisieren, bei denen die Schrittweite im Verlauf der Hystereseurve von 10 mT in Sättigung bis auf 2 μ T Schrittweite im Bereich der maximalen Permeabilität abgesenkt und anschließend, zur Sättigung hin, wieder angehoben wird.

Temperaturabhängige Messung

Prinzipiell kann jede VSM-Messung, die bei Raumtemperatur durchgeführt werden kann, auch im Ofen und bei erhöhter Temperatur erfolgen. Analog zu feldabhängigen Messungen erfolgt die Variation der Temperatur dabei entweder in einzelnen Schritten, d. h. für jede Einzelmessung wird eine definierte Temperatur eingestellt und gehalten, oder kontinuierlich im Verlauf einer Rampe.

Die zweite Variante ist besonders geeignet, um die Curie-Temperatur T_c einer Probe zu bestimmen. Ein konstantes Feld magnetisiert die Probe und bringt sie in Sättigung. Das magnetische Moment m (bzw. das Sättigungsmoment m_s) wird in regelmäßigen Zeitabständen gemessen, während gleichzeitig die Temperatur erhöht wird. T_c kann dann mit guter Genauigkeit anhand des Abfalls $m_s \rightarrow 0$ ermittelt werden. Bedingt durch die thermische Zeitkonstante des Ofens muss hierfür allerdings die Rampengeschwindigkeit niedrig genug gewählt werden, so dass die Temperatur des Ofens, die der Messung zugrunde liegt, und diejenige der Probe ausreichend gut übereinstimmen. Üblich sind hier Werte zwischen 1 K/min und 10 K/min [183].

Die Messdauer eines einzelnen Datenpunkts liegt auch bei langer Mittelungszeit t_{avg} nur im Bereich einiger Sekunden, so dass die Temperaturänderung, die währenddessen aufgrund der Rampe stattgefunden hat, üblicherweise weniger als 1 K beträgt. Bei der Aufnahme einer vollständigen Hysteresekurve dagegen kommen einige Hundert, bei feiner Auflösung auch leicht über Tausend Messpunkte zusammen; die gesamte Messdauer liegt damit im Bereich einiger Minuten bis hin zu mehreren Stunden. Für solche Messungen wird daher zweckmäßigerweise keine Temperaturrampe verwendet, sondern es wird jeweils eine bestimmte Zieltemperatur angefahren und anschließend für die Dauer der Messung konstant gehalten.

Bei derartigen Messungen wird die Variation der Temperatur während der Messung durch die Stabilität der Temperaturregelung bestimmt. Beim LakeShore VSM wird das Heizelement des Ofens durch einen separaten Temperatur-Controller gesteuert, der mit dem *PID*-Regelverfahren (für *proportional*, *integral* und *differentiell*) arbeitet. Die Vorgabe der Solltemperatur erfolgt durch den VSM-Controller.

Dem üblichen Verhalten eines PID-Reglers entsprechend kann es beim Anfahren einer Temperatur zunächst zu einem „Überschwingen“ kommen, d. h. die Zieltemperatur wird kurzzeitig über- und gegebenenfalls anschließend auch unterschritten. Der Controller kann anhand mehrerer Kriterien das Abklingen dieser Schwingung feststellen, so dass die Messung erst gestartet wird, wenn die Zieltemperatur stabil gehalten wird. Auf diese Weise kann die Temperaturvariation im Verlauf einer Messung auf unter 0,1 K begrenzt werden.

Genauigkeit

Die Sensitivität eines VSM wird durch verschiedene Faktoren beeinflusst. Dazu gehören das Feldrauschen in der Umgebung des Geräts, das thermische Rauschen der Aufnehmerspulen und der zur Signalaufbereitung verwendeten Elektronik sowie der Abstand der Polschuhe bzw. der Aufnehmerspulen zur Probe [187].

Der statistische Fehler einer Messung kann anhand des Grundrauschens (engl. *noise floor*) des magnetischen Moments m abgeschätzt werden, das ohne eingebaute

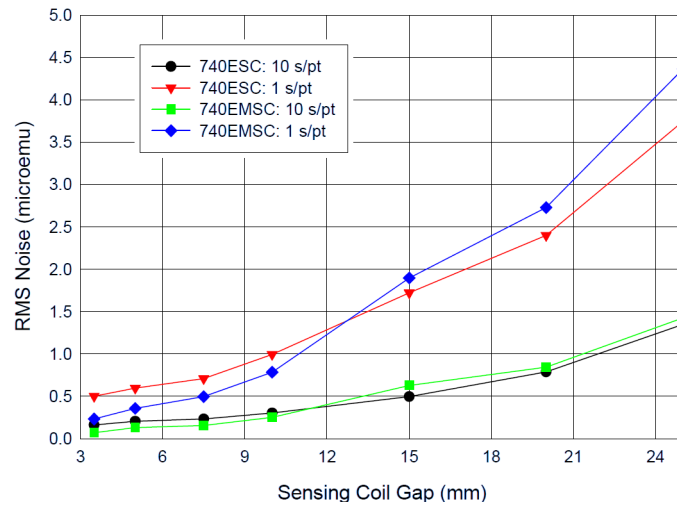


Abbildung 3.7: Grundrauschen des LakeShore Model 7400 VSM in Abhängigkeit vom Abstand der Aufnehmerspulen (*Sensing Coil Gap*). Die y -Achse ist im cgs-System aufgetragen, für die Umrechnung gilt: $1 \mu\text{emu} = 1 \text{ nA m}^2$. Die Kurve zeigen das Grundrauschen der Standard-Aufnehmerspulen („740EMSC“) bei zwei verschiedene Messzeiten pro Punkt (blau: 1 s, grün: 10 s). Die entsprechenden Werte bei Verwendung größerer Aufnehmerspulen („740ESC“) sind in rot (1 s) bzw. schwarz (10 s) aufgetragen. Adaptiert aus [187].

Probe ermittelt wird. Dieser Wert basiert auf der in den Aufnehmerspulen induzierten Spannung U_{ind} und der Messung selbiger im Controller; er enthält somit alle externen und internen Rauschanteile der Signalverarbeitung. Der Abstand der Aufnehmerspulen (Gap) wiederum beeinflusst den Kalibrierfaktor K , der entsprechend Gleichung 3.3 zur Berechnung von m verwendet wird.

Die Werksangabe für das m -Grundrauschen des LakeShore Model 7400 VSM ist $0,1 \text{ nA m}^2$ ($0,1 \mu\text{emu}$) [187]. Dieser Wert gilt für eine Messung über 10 min bei Verwendung eines sehr kleinen Gaps ($3,5 \text{ mm}$) und einer Mittelungszeit t_{avg} von 10 s pro Messpunkt (60 Messpunkte insgesamt). Sowohl eine Vergrößerung des Gaps als auch eine Verringerung der Messzeit pro Punkt haben ein Ansteigen des Grundrauschens zur Folge, wie in Abbildung 3.7 ersichtlich ist. Bei Verwendung des Ofens beispielsweise muss das Gap mindestens 25 mm betragen, so dass sich ein Grundrauschen von rund $1,5 \text{ nA m}^2$ (10 s pro Punkt) bzw. $4,4 \text{ nA m}^2$ (1 s pro Punkt) ergibt [187].

Beim Model 7300 VSM werden in Verbindung mit dem Ofen vergrößerte Aufnehmerspulen eingesetzt, die etwa den in Abbildung 3.7 mit „740ESC“ bezeichneten Spulen entsprechen und fest auf ein Gap von ca. 25 mm (*Ofen-Gap*) eingestellt sind. Die als „740EMSC“ bezeichneten Spulen sind wiederum die Standard-Aufnehmerspulen des Model 7400 VSM, bei dem zusätzlich der Abstand der Spulen

zueinander stufenlos eingestellt werden kann. In vielen Fällen ist diese Verstellmöglichkeit vorteilhaft, da sie eine Minimierung des Grundrauschens durch Anpassung des Gaps an die Probe ermöglicht. Das Ofen-Gap ist hier jedoch ein Spezialfall, da eine Einstellung von weniger als 25 mm Abstand nicht möglich ist und sich das Grundrauschen gegenüber den größeren ESC-Spulen somit um knapp 6 % erhöht (bei einer Messung mit 10 s pro Punkt) [187].

Bedingt durch zusätzliche, äußere Einflüsse wie z. B. Gebäudevibrationen werden diese Werte im praktischen Betrieb nur schwer erreicht. Hinzu kommt, dass meist nicht nur das Sättigungsmoment m_s bzw. die Sättigungsmagnetisierung M_s einer Probe bestimmt werden soll, sondern auch andere Werte, die sich aus dem Verlauf der Magnetisierungskurve ergeben wie beispielsweise die Remanenzmagnetisierung M_r oder die Koerzitivfeldstärke H_c . Um diese Werte mit ausreichender Präzision aus den Messdaten ableiten zu können, sollte das Sättigungsmoment der Probe eine oder zwei Größenordnungen oberhalb des Grundrauschens, d. h. über 10 nA m^2 liegen. Bei Raumtemperatur entspricht dieser Wert beispielsweise 46 ng Eisen in Sättigung ($m_s = 217 \text{ A m}^2/\text{kg}$ bei 293 K [188]).

3.3 Berührungslose Messmethoden

3.3.1 Frequenzmischung an magnetischen Materialien

Für berührungslose magnetische Messungen auf Basis des Frequenzmischverfahrens sind im Rahmen dieser Arbeit mehrere Messapparaturen entwickelt und aufgebaut worden. Dabei wurde jeweils den Anforderungen der verwendeten Probenmaterialien sowie der zu untersuchenden Effekte Rechnung getragen.

Der grundlegende Aufbau dieser Apparaturen ist in Abbildung 3.8 in Form eines Schaltbildes dargestellt. Links befinden sich die Signalgeneratoren für die Sensorfrequenz f_1 und die Modulationsfrequenz f_2 . Letztere wird über einen Verstärker auf die Modulationsspule übertragen. Die ebenfalls in unmittelbarer Nähe der Probe befindliche Sensorspule ist Teil eines LC-Schwingkreises, der über einen Koppelkondensator vom Generator des Sensorsignals bei seiner Resonanzfrequenz getrieben wird.

Das gleiche Signal wird außerdem über einen Phasenschieber zum Referenzeingang (engl. *local oscillator*, *LO*) eines Mischers geleitet. Der zweite Eingang des Mischers (engl. *input*, *IN*) ist über einen weiteren Koppelkondensator mit dem Schwingkreis verbunden. Beide Koppelkondensatoren sind variabel und werden so eingestellt, dass sie das Signal um 3 dB dämpfen, um eine zu enge Koppelung des Schwingkreises an die weiteren Bestandteile der Schaltung zu verhindern.

Der Phasenschieber ($\Delta\varphi$) dient dazu, die beiden Eingangssignale des Mischers so aufeinander abzustimmen, dass die maximale Sensitivität erreicht wird. In der Praxis, beispielsweise bei Verwendung eines Phasenkomparators als Mischer, ist dies bei 90° Phase zwischen Referenz (LO) und Signal (IN) der Fall.

Der Mischer demoduliert das hochfrequente Signal, erzeugt aber gleichzeitig auch Mischkomponenten mit Frequenzen im Bereich $2f_1$ und darüber. Eine nachgeschaltete Kombination aus Vorverstärker und Filter lässt nur die relevanten Anteile des Signals durch, die anschließend digitalisiert (Datenerfassung, engl. *data acquisition*, *DAQ*) und weiter verarbeitet werden.

Bei dieser Auswertung werden üblicherweise Signale bei verschiedenen Frequenzen getrennt voneinander betrachtet. Die notwendige Frequenz-Selektivität kann beispielsweise durch den Einsatz von Filtern (siehe Abschnitt 2.3.3), durch eine Fourier-Transformation (*FFT*, von engl. *fast Fourier transformation*) oder durch die Verwendung eines Lock-In Verstärkers erreicht werden.

Die Wechselwirkung zwischen der Messspule und dem Probenmaterial basiert auf der Koppelung des magnetischen Flusses durch beide Elemente. Die Stärke einer solchen Kopplung wird allgemein mit Hilfe der *Reluktanz* R_m beschrieben, die auch als magnetischer Widerstand bezeichnet wird [74].

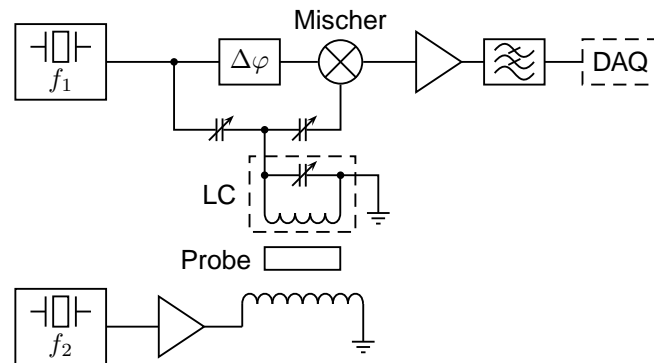


Abbildung 3.8: Schaltbild der Aufbauten für berührungslose magnetische Messungen im Frequenzmischverfahren. Der Oszillator f_1 erzeugt das hochfrequente, f_2 das niederfrequente Signal. Ein Mischer demoduliert das Antwortsignal der Probe, das anschließend Tiefpass-gefiltert, digital erfasst und ausgewertet wird (DAQ).

Die Reluktanz eines Flusskreises hängt von der Permeabilität μ der beteiligten Elemente und von der Geometrie des Flusskreises ab:

$$R_m = \frac{l}{\mu A_Q} = \frac{l}{\mu_0 \mu_r A_Q} \quad (3.4)$$

l ist dabei die Länge des Flusskreises und A_Q dessen Querschnittsfläche.

In einer „Parallelschaltung“ von zwei magnetischen Elementen mit den Reluktanzen $R_{m,1}$ und $R_{m,2}$ gilt ähnlich wie bei elektrischen Widerständen $(R_m)^{-1} = (R_{m,1} + R_{m,2})^{-1}$. Im Fall einer „Reihenschaltung“ dagegen, wie sie beispielsweise bei einem Ringkern mit Luftspalt oder auch bei der Kombination aus Messspule und (magnetischer) Probe vorliegt, addieren sich die magnetischen Widerstände gemäß $R_m = R_{m,1} + R_{m,2}$ [74].

Der LC-Schwingkreis der Messspule wird im Grundzustand, d. h. ohne Probe bzw. ohne magnetisches Material, bei seiner Resonanzfrequenz f_{res} getrieben. Die Spannung im Schwingkreis folgt dabei derjenigen des Signalgenerators mit einem geringen Phasenversatz, entsprechend der nötigen Energie, die vom Generator auf den Schwingkreis übertragen wird.

Bringt man nun ein ferromagnetisches Material in die Nähe der Sensorspule, so erhöht sich der magnetische Fluss durch die Spule, da sich die Reluktanz des Flusskreises verringert ($R_{m,\text{Probe}} < R_{m,\text{Luft}}$). Das Probenmaterial mit seiner hohen Permeabilität wirkt hier wie ein partieller Spulenkern. Zusammen mit dem magnetischen Fluss steigt auch die Induktivität L der Spule an, und folglich verringert sich

die Resonanzfrequenz des Schwingkreises, für die die folgende Beziehung gilt:

$$f_{\text{res}} = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \quad (3.5)$$

mit der Kapazität des Schwingkreis-Kondensators C .

Da der Kreis nun außerhalb seiner Resonanz getrieben wird, verschlechtert sich die Energieübertragung. Der Phasenversatz zwischen der Spannung im Schwingkreis und dem treibenden Signalgenerator steigt an, bis die Energiebilanz des Schwingkreises, also die Differenz aus dem Energieeintrag von Seiten des Signalgenerators und den thermischen und elektrischen Verlusten, wieder im Gleichgewicht ist. Diese Phasendifferenz wird vom Mischer in ein Ausgangssignal umgewandelt.

Das zusätzliche Modulationsfeld bringt das ferromagnetische Material periodisch in Sättigung. Damit ändert sich auch die Permeabilität bzw. die Reluktanz des ferromagnetischen Materials in Abhängigkeit von der Zeit: in Sättigung kann es durch das Sensorfeld nicht mehr zusätzlich magnetisiert werden. Die effektive relative Permeabilität in diesem Zustand ist also 1, die Reluktanz entspricht derjenigen von Luft. Die Induktivität der Sensorspule sinkt bis auf den Wert ab, der im Grundzustand ohne magnetisches Material vorlag.

Bei einer Modulation mit der Frequenz f_2 tritt dieser Zustand zweimal pro Periode $\tau_2 = (f_2)^{-1}$ auf, so dass die Grundfrequenz des Signals am Ausgang des Mixers gerade $2f_2$ ist. Dabei handelt es sich um die erste Frequenzmischkomponente, $f_1 + 2f_2$, die aufgrund der Demodulation mit f_1 im Mischer zu $2f_2$ gewandelt wurde (siehe auch Abschnitt 2.3.1). Neben dieser treten noch weitere Frequenzmischkomponenten in ihrer demodulierten Form, also bei den Frequenzen $2nf_2$, $n \in \mathbb{N}$, im Ausgangssignal des Mixers auf. Da der Mischer außerdem Komponenten erzeugt, deren Frequenz in der Größenordnung von $2f_1$ liegt, wird als Filter üblicherweise ein Tiefpass eingesetzt, dessen Grenzfrequenz zwischen der höchsten betrachteten Frequenzmischkomponente $2nf_2$ und f_1 liegt.

Die charakteristischen Frequenzen der Frequenzmischung können anschließend z. B. mittels Fourier-Transformation aus dem Ausgangssignal extrahiert oder durch Wahl einer entsprechenden Referenzfrequenz mit einem Lock-In Verstärker ausgewertet werden. Im Allgemeinen handelt es sich dabei um die bereits genannten, geraden Vielfachen der Modulationsfrequenz; im Fall spezieller Anregungsfelder können, wie im Folgenden in Abschnitt 3.3.3 erläutert wird, jedoch auch ungerade Vielfache auftreten.

3.3.2 Verfahren zur Bestimmung der Menge des magnetischen Materials

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Frequenzmisch-Messverfahren entwickelt, das geeignet ist, um die Menge des magnetischen Materials in einer flachen Probe, z. B. in einer auf einem Substrat aufgetragenen Schutzschicht, zu bestimmen. Das Verfahren ähnelt derjenigen Frequenzmisch-Messtechnik, die in Abschnitt 2.3.4 anhand der „Biosensoren“ beschrieben wurde, d. h. die Auswertung beruht auf den durch die Probe erzeugten Frequenzmischkomponenten.

Im Gegensatz zur Methode von Krause et al. [121] wird hier jedoch nicht nur die erste Komponente $f_1 + 2f_2$ verwendet, sondern zusätzlich auch die drei folgenden: $f_1 + 4f_2$, $f_1 + 6f_2$ und $f_1 + 8f_2$. Nach der Demodulation mit f_1 liegen diese vier Frequenzmischkomponenten bei den Frequenzen $2f_2$, $4f_2$, $6f_2$ und $8f_2$ vor; sie werden aufgrund ihrer Verteilung im Frequenzspektrum im Folgenden auch als erste bis vierte *Harmonische* (der Grundfrequenz $2f_2$) bezeichnet.

Aufbau

Um die Linearität der Messmethode zu prüfen wurden relativ dicke Proben verwendet. Zudem sollte auch die Messung von Oxidationsschutzschichten möglich sein, die keine extrem weichmagnetische Charakteristik aufweisen. Dementsprechend wurde das Spulensystem des Frequenzmischaufbaus so ausgelegt, dass es eine hohe Feldstärke im Probenvolumen erzeugen kann.

Für die Modulationsspule war die Verwendung eines ferromagnetischen Kernmaterials unerlässlich, um die erforderliche Flussdichte zu erreichen. Gleichzeitig sollte durch den Kern das Messverfahren möglichst wenig beeinflusst werden; daher wurde hierfür ein ringförmiger Ferritkern T140/106/25-3E25 der Fa. Ferroxcube ausgewählt, dessen technische Daten in Tabelle 3.2 aufgeführt sind [189, 190].

Technische Daten T140/106/25-3E25	
Außendurchmesser	140 mm
Innendurchmesser	106 mm
Höhe	25 mm
Querschnitt	rechteckig
max. rel. Permeabilität	5500

Tabelle 3.2: Technische Daten des Ferrit-Ringkerns Ferroxcube T140/106/25-3E25.

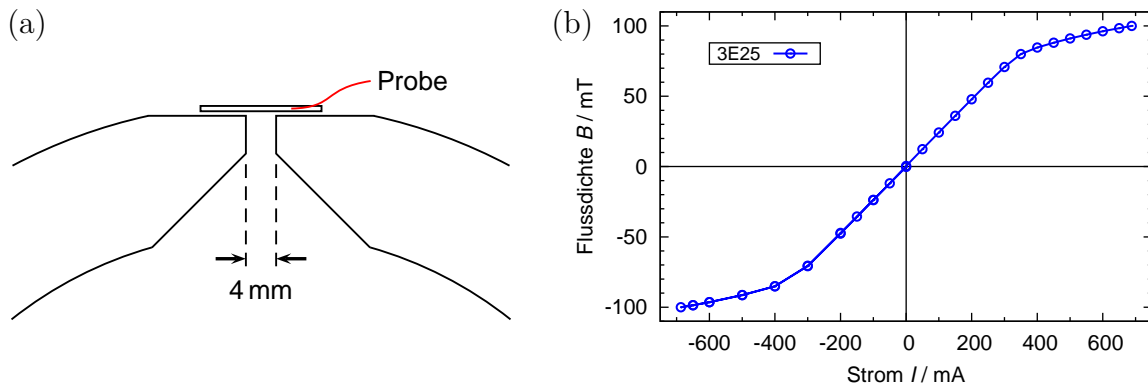


Abbildung 3.9: Ferrit-Ringkern Ferroxcube T140/106/25-3E25: a) 4 mm Luftspalt mit Flusskonzentrator und aufliegender Probe. b) Flussdichte B an der Probenposition oberhalb des Luftspalts in Abhängigkeit des Spulenstroms I (Messung ohne Probe).

Der Ringkern wurde in einer Breite von 4 mm geschlitzt, wobei die Enden wie in Abbildung 3.9 (a) erkennbar jeweils als Flusskonzentratoren ausgeführt sind. Mit einem Umfang von 333 mm (innen) bzw. 440 mm (außen) bot der Kern ausreichend Platz für einige hundert Wicklungen aus Kupferlackdraht ($D = 0,71$ mm), die auf mehrere Lagen verteilt sind.

In Abbildung 3.9 (b) ist die Flussdichte B an der Position der Probe direkt oberhalb des Luftspalts in Abhängigkeit der Stromstärke I dargestellt. Bis etwa 70 mT (300 mA) ist B proportional zu I , so dass in diesem Bereich keine Beeinflussung der Frequenzmischmessung durch den Ferritkern zu erwarten ist. Zu höheren Flussdichten hin knickt die Kurve leicht ab, steigt aber anschließend weiter linear an bis zum Bemessungswert der Spule, $B = 100$ mT ($I = 690$ mA). Die Hysterese ist vernachlässigbar gering und der Verlauf im Bereich negativer Flussdichten bzw. Ströme symmetrisch.

Die halb-toroidale Messspule besteht ebenfalls aus Kupferlackdraht und wurde größenmäßig so gewählt und hergestellt, dass sie innerhalb des Luftspalts Platz findet. Somit ist die laterale Ausdehnung der Proben, die mit dieser Spulenanordnung vermessen werden, lediglich durch deren Handhabbarkeit eingeschränkt, bzw. umgekehrt könnte mit einem derartigen Messkopf eine ausgedehnte Oberfläche untersucht werden. Der von beiden Spulen erfasste Bereich der Probenoberfläche ist durch die Abmessungen der Messspule bzw. des Luftspalts vorgegeben und beträgt etwa $4 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$. Abbildung 3.10 zeigt die Spulenanordnung, bestehend aus der Modulationsspule (Ringkern mit weißer Isolation) und der im Luftspalt eingebauten Messspule. Letztere wird teilweise durch die aufliegende Probe verdeckt, die mit der Bezeichnung „ $n = 5$ “ versehen ist.

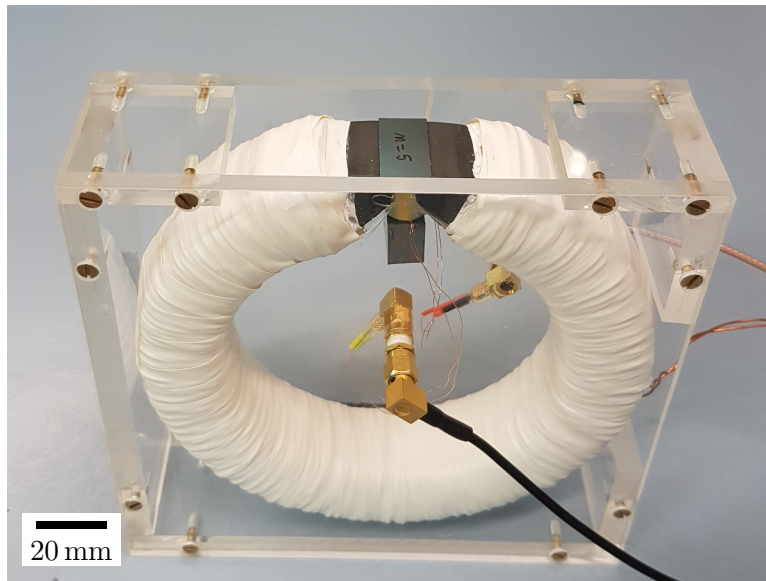


Abbildung 3.10: Fotografie des Spulensystems für berührungslose Messungen zur Bestimmung der Menge des magnetischen Materials. Der Ringkern ($D_{\text{au\ss}en} = 140 \text{ mm}$) hat einen 4 mm breiten Luftspalt, über dem die Probe (hier: „ $n = 5$ “) positioniert wird. Die halb-toroidale Messspule befindet sich im Luftspalt.

Der gesamte Aufbau ist schematisch in Abbildung 3.11 (a) dargestellt. Die Modulationsspule (L_2) wird bei einer Frequenz von 22 Hz betrieben, so dass die bei der Auswertung genutzten ersten vier Harmonischen nach der Demodulation bei den Frequenzen 44 Hz, 88 Hz, 132 Hz und 176 Hz auftreten. Generell wird die Modulationsfrequenz zweckmäßigerweise so gewählt, dass keine der Harmonischen nahe bei einer Frequenz liegt, die von großen Störungen betroffen ist.

Vielfach ist im Bereich niedriger Frequenzen das elektrische Leitungsnetz der wichtigste Störfaktor. Folglich gilt es, die Netzfrequenz $f_{\text{Netz}} = 50 \text{ Hz}$ sowie die ungeraden Vielfachen davon (150 Hz, 250 Hz, 350 Hz usw.) zu meiden. In geringerem Maße tritt auch bei den geraden Vielfachen von f_{Netz} , also bei 100 Hz, 200 Hz etc., ein erhöhtes Rauschen im Messsignal auf; sofern möglich sollten die Harmonischen daher auch von diesen Frequenzen einige Hertz Abstand im Frequenzspektrum haben. Neben der bereits genannten Frequenz $f_2 = 22 \text{ Hz}$ ist beispielsweise auch bei $f_2 = 54 \text{ Hz}$ oder 57 Hz eine relativ rauscharme Messung der ersten vier Harmonischen möglich (siehe Tabelle 3.3).

Der Signalgenerator der Messfrequenz f_1 ist in Abbildung 3.11 (a) am oberen Bildrand erkennbar. Er treibt den LC-Schwingkreis der Messspule (L_1) bei dessen

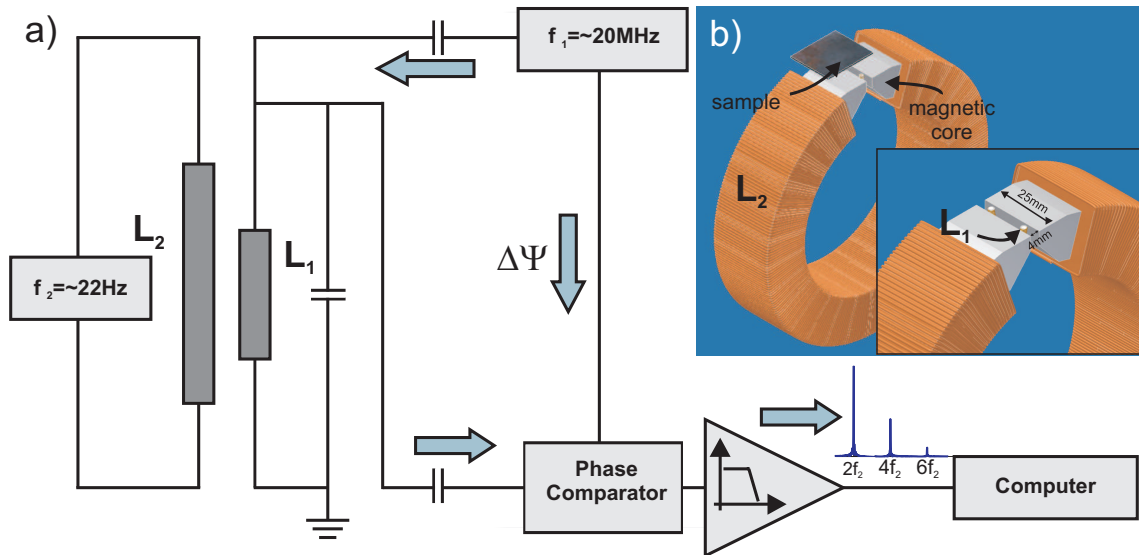


Abbildung 3.11: Aufbau zur Messung der Menge des magnetischen Materials im Frequenzmischverfahren. (a) Schema des Signalflusses mit den Generatoren (f_1 , f_2) und Spulen (L_1 , L_2). Als Mischer wird ein Phasenkomparator verwendet. (b) Ansicht der Spulenanordnung mit Ringkern-Modulationsspule L_2 , im Luftspalt platzierter Messspule L_1 und Probe. Aus [E1].

Modulationsfrequenz	Harmonische				
	f_2	$2f_2$	$4f_2$	$6f_2$	$8f_2$
22 Hz	44 Hz	88 Hz	132 Hz	176 Hz	
54 Hz	108 Hz	216 Hz	324 Hz	432 Hz	
57 Hz	114 Hz	228 Hz	342 Hz	456 Hz	

Tabelle 3.3: Verschiedene Modulationsfrequenzen und die jeweiligen ersten vier Harmonischen. Für rauscharme Messungen sollte der Abstand zu Störfrequenzen (z. B. Vielfache von 50 Hz) mehrere Hertz betragen.

Resonanzfrequenz von 20,45 MHz. Als Mischer kam bei den Messungen ein Phasenkomparator SYPD-1+ der Firma Mini-Circuits zum Einsatz, der sich für Eingangsfrequenzen im Bereich von 1 MHz bis 100 MHz eignet [191]. Bis auf die Messspule und den zugehörigen Signalgenerator waren bei diesem wie auch bei den in den folgenden Abschnitten vorgestellten Messsystemen alle Bauelemente, die bei der Sensorfrequenz f_1 betrieben wurden, zur Vermeidung externer Störungen in einer geerdeten Metallbox untergebracht.

Das demodulierte Signal wurde anschließend tiefpassgefiltert (1 kHz Tiefpass integriert in Spannungs-Vorverstärker Femto DLPVA-100-F-S) und mittels einer Datenerfassungskarte (National Instruments DAQPad 6015) mit einer Abtastrate von 10 kHz digitalisiert. Die weitere Verarbeitung wie beispielsweise die Fourieranalyse (FFT, Auflösung 1 Hz) und die Extraktion der Amplituden der einzelnen Harmonischen aus dem Spektrum fand in einem LabView-Messprogramm statt (dargestellt als „Computer“ in Abb. 3.11 a).

Abbildung 3.11 (b) zeigt ähnlich wie Abbildung 3.10 die Anordnung aus Modulations- und Messspule, hier jedoch in Form einer CAD-Grafik (von engl. *computer-aided design*, etwa „rechnerunterstützte Konstruktion“). In der eingefügten Detailansicht sind die Enden der Messspule L_1 als helle Punkte im Luftspalt erkennbar. Die Probe (*sample*) wird im Bereich des Luftspalts direkt auf die Enden des Ferritkerns (*magnetic core*) der Modulationsspule L_2 gelegt; sie kann allerdings zur Variation des Abstands zwischen Probe und Spulen auch auf unmagnetischen Distanzstücken platziert werden.

3.3.3 Verfahren zur Rekonstruktion der Magnetisierungskurve

Mit einer Erweiterung um ein zusätzliches, statisches Magnetfeld kann das Frequenzmischverfahren zur Rekonstruktion der Magnetisierungskurve verwendet werden.

Wie im folgenden Abschnitt erläutert wird, entsprechen die einzelnen Frequenzmischkomponenten bestimmten Ableitungen der Transferfunktion, wobei die niedrigste Ableitung, die auf diese Weise bestimmt werden kann, die zweite ist. Aus der Amplitude der Komponenten und ihrem Verlauf bei einer Variation des statischen *Offsetfeldes* kann somit durch Integration auf die Transferfunktion, d. h. hier auf die Magnetisierungskurve, zurückgerechnet werden (siehe auch Abschnitt 4.2.4). Im Anschluss an die mathematische Beschreibung des Messverfahrens wird der entsprechend den speziellen Anforderungen geänderte Aufbau beschrieben.

Mathematische Beschreibung

Bei der Überlagerung des Frequenzmischsignals, das aus den zwei Wechselfeldern H_1 und H_2 besteht, mit einem konstanten oder quasi-statischen Offsetfeld $H_{\text{Offset,DC}} = H_0$ verschiebt sich der Arbeitspunkt entlang der Magnetisierungskurve. Das Antwortsignal des Materials wird dadurch unsymmetrisch, was sich im Fourierspektrum durch das Auftreten der ungeraden Vielfachen der Modulationsfrequenz bemerkbar macht. Abbildung 3.12 zeigt schematisch das zur Anregung verwendete Frequenzmischsignal (a), die Magnetisierungskurve mit Arbeitspunkt (b), das Antwortsignal $M(t)$ (c) sowie die zugehörigen Fourierspektren (d) im Bereich oberhalb der Messfrequenz f_1 . Blau dargestellt sind dabei jeweils die Kurven im Fall ohne, rot dagegen diejenigen mit Offsetfeld.

Zweckmäßigerweise wird für dieses Messverfahren die Amplitude des Modulationsfelds so gewählt, dass auch ohne Offsetfeld in jeder Periode der nichtlineare Teil der Magnetisierungskurve erreicht wird, ohne jedoch vollständig in Sättigung zu gehen.

Wie in Abschnitt 2.3 beschrieben, erzeugt das Frequenzmischverfahren im Fall einer symmetrischen Anregung und ebensolcher Übertragungsfunktion nur gerade Vielfache der Modulationsfrequenz im Antwortsignal, wie beispielsweise $f_1 \pm 2nf_2$. Ein zusätzliches Offsetfeld H_0 stört diese Symmetrie und verschiebt das resultierende, aus den Felder H_0 , H_1 und H_2 überlagerte Magnetfeld am Ort der Probe in Richtung der positiven (oder negativen) magnetischen Sättigung. Folglich wird auch die Antwortfunktion $M(t)$ asymmetrisch, und im Fourierspektrum treten dementsprechend neben den geraden Vielfachen nun auch die ungeraden Vielfachen der Modulationsfrequenz auf.

Die Nichtlinearität einer Funktion kann mit Hilfe der Taylorentwicklung beschrieben werden. Auf diese Weise lässt sich ein formeller Zusammenhang herstellen zwi-

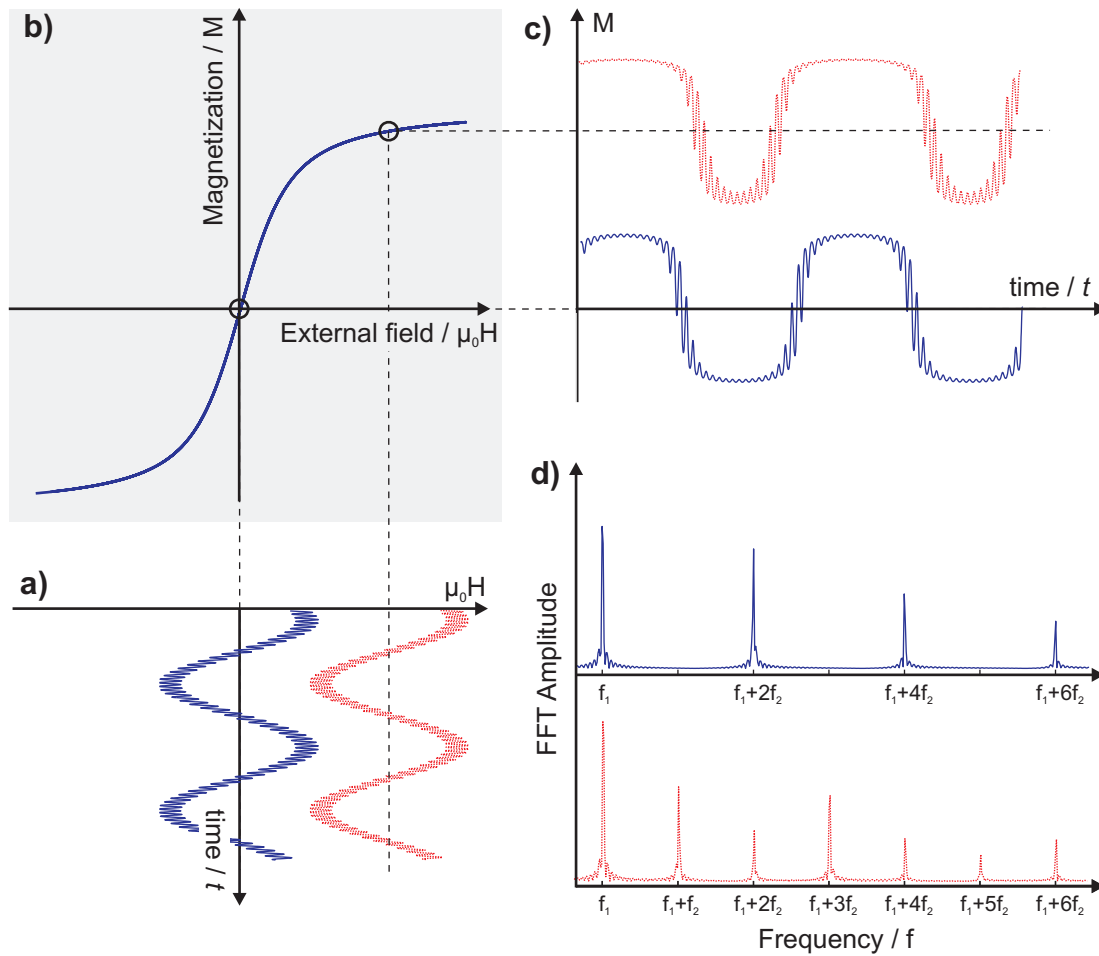


Abbildung 3.12: Schema zur Rekonstruktion der Hystereseurve. Das Frequenzmischsignal (a) wird durch ein Offsetfeld verschoben (rot). Entsprechend ändern sich der Arbeitspunkt entlang der Magnetisierungskurve (b), das Antwortsignal (c) und die Fouriertransformierte (d). Aus [E5].

schen der Magnetisierungskurve $M(H)$ und den im Fourierspektrum des Antwortsignals enthaltenen Frequenzmischkomponenten.

Die Taylorpolynome von $M(H)$ um H_0 herum lassen sich wie folgt angeben:

$$\begin{aligned}
 M(H) = M(H_0) &+ \left. \frac{dM}{dH} \right|_{H=H_0} (H - H_0) + \frac{1}{2} \left. \frac{d^2M}{dH^2} \right|_{H=H_0} (H - H_0)^2 \\
 &+ \frac{1}{6} \left. \frac{d^3M}{dH^3} \right|_{H=H_0} (H - H_0)^3 + \frac{1}{24} \left. \frac{d^4M}{dH^4} \right|_{H=H_0} (H - H_0)^4 \quad (3.6) \\
 &+ \frac{1}{120} \left. \frac{d^5M}{dH^5} \right|_{H=H_0} (H - H_0)^5 \dots
 \end{aligned}$$

Das Magnetfeld am Ort der Probe setzt sich aus drei Komponenten zusammen:

$$H = H_0 + \widehat{H}_1 \sin(2\pi f_1 t) + \widehat{H}_2 \sin(2\pi f_2 t) \quad (3.7)$$

Die Potenzglieder der Taylorreihe (Gl. 3.6) ergeben sich damit zu:

$$(H - H_0)^n = \left(\widehat{H}_1 \sin(2\pi f_1 t) + \widehat{H}_2 \sin(2\pi f_2 t) \right)^n \quad (3.8)$$

Um Informationen über die magnetischen Eigenschaften der Probe zu erhalten, werden die Frequenzmischkomponenten betrachtet, die im Antwortsignal $M(t)$ enthalten sind. Mittels spektraler Analyse von $M(t)$, beispielsweise durch Fouriertransformation (FFT), können die Amplituden \widehat{A} der jeweiligen Frequenzmischkomponenten $f_1 + n f_2$ extrahiert werden. Um die Phaseninformation zu erhalten, ist es dabei zweckmäßig, eine komplexe Darstellung zu wählen:

$$\widehat{A}_{\text{FFT}}\{f_1 + n f_2\} = \|\text{Re}\{f_1 + n f_2\} + i \text{Im}\{f_1 + n f_2\}\| \quad (3.9)$$

Real- und Imaginärteil der Fourierkomponenten sind dann:

$$\text{Re}\{f_1 + n f_2\} = \sum A_n \cos(2\pi(f_1 + n f_2) t) \quad (3.10)$$

$$\text{Im}\{f_1 + n f_2\} = \sum A_n \sin(2\pi(f_1 + n f_2) t) \quad (3.11)$$

Betrachtet man das quadratische Glied der Taylorreihe, $(H - H_0)^2$ in Gleichung 3.6, so stellt man fest, dass dieses verschiedenen Frequenzen umfasst:

$$\begin{aligned} (H - H_0)^2 &= \left(\widehat{H}_1 \sin(2\pi f_1 t) + \widehat{H}_2 \sin(2\pi f_2 t) \right)^2 \\ &= \left(\widehat{H}_1 \sin(2\pi f_1 t) \right)^2 + 2\widehat{H}_1 \widehat{H}_2 \sin(2\pi f_1 t) \sin(2\pi f_2 t) + \left(\widehat{H}_2 \sin(2\pi f_2 t) \right)^2 \end{aligned} \quad (3.12)$$

Mit $\sin \alpha \sin \beta = \frac{1}{2} [\cos(\alpha - \beta) - \cos(\alpha + \beta)]$ lässt sich wie folgt umschreiben:

$$\begin{aligned} (H - H_0)^2 &= \frac{1}{2} \widehat{H}_1^2 [1 - \cos(2\pi \cdot 2f_1 t)] \\ &\quad + \widehat{H}_1 \widehat{H}_2 [\cos(2\pi (f_1 - f_2) t) - \cos(2\pi (f_1 + f_2) t)] \\ &\quad + \frac{1}{2} \widehat{H}_2^2 [1 - \cos(2\pi \cdot 2f_2 t)] \end{aligned} \quad (3.13)$$

Dabei liegen sowohl der erste Term mit der Frequenz $2f_1$ als auch der dritte Term mit $2f_2$ weit außerhalb des Frequenzbereiches, der mit dem Frequenzmischverfahren erfasst wird. Der zweite Term mit $(f_1 - f_2)$ und $(f_1 + f_2)$ enthält dagegen gerade die

Frequenzmischkomponenten im unteren und oberen Seitenband von f_2 . Da es sich um symmetrische Seitenbänder handelt, kann die Betrachtung hier auf das obere Seitenband beschränkt werden:

$$(H - H_0)^2 = \dots - \widehat{H}_1 \widehat{H}_2 \cos(2\pi(f_1 + f_2)t) \dots \quad (3.14)$$

Durch Einfügen von Gleichung 3.14 in Gleichung 3.6 und unter Berücksichtigung lediglich der ersten drei Glieder der Taylorreihe ergeben sich der Real- und der Imaginärteil der Komponente $f_1 + f_2$ zu:

$$\begin{aligned} \operatorname{Re}\{f_1 + f_2\} &= -\frac{1}{2} \left. \frac{d^2 M}{dH^2} \right|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2 \cos(2\pi(f_1 + f_2)t) \\ \operatorname{Im}\{f_1 + f_2\} &= 0 \end{aligned} \quad (3.15)$$

Hieraus ergibt sich die FFT-Amplitude \widehat{A}_{FFT} für $f_1 + f_2$:

$$\widehat{A}_{\text{FFT}}\{f_1 + f_2\} = -\frac{1}{2} \left. \frac{d^2 M}{dH^2} \right|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2 \quad (3.16)$$

Im Folgenden wird die Amplitude der Frequenzmischkomponenten zur Vereinfachung mit $\operatorname{Re}\{f_1 + n f_2\}$ bzw. $\operatorname{Im}\{f_1 + n f_2\}$ bezeichnet. Durch Verschieben des Arbeitspunktes, d. h. durch Variation des Offsetfeldes H_0 , können Informationen über die Magnetisierungskurve bereits dann erhalten werden, wenn lediglich der Term $\operatorname{Re}\{f_1 + f_2\}$ berücksichtigt wird:

$$\left. \frac{d^2 M}{dH^2} \right|_{H=H_0} = -\frac{2}{\widehat{H}_1 \widehat{H}_2} \operatorname{Re}\{f_1 + f_2\} \quad (3.17)$$

Es ist offensichtlich, dass eine Transferfunktion wie $M(H)$, die nicht durch ein Polynom ausgedrückt werden kann, ebensowenig durch eine Taylorreihe mit begrenzter Anzahl von Gliedern dargestellt werden kann. Die Annäherung an die tatsächliche Kurve ist dabei umso besser, je kleiner das betrachtete Intervall $[H_0 - \Delta H, H_0 + \Delta H]$ und je größer die Anzahl der in die Berechnung eingehenden Reihenglieder gewählt wird. Im Rahmen der hier vorgestellten Arbeit werden die ersten sieben Glieder der Reihe in Gleichung 3.6 berücksichtigt. Die Intervallbreite ist konstant und unabhängig vom Wert des Offsetfeldes H_0 und ergibt sich näherungsweise aus der Amplitude des Modulationsfeldes \widehat{H}_2 . Analog zu den zuvor dargestellten Gleichungen können

damit die ersten sechs Frequenzmischkomponenten folgendermaßen dargestellt werden:

$$\begin{aligned}
 \operatorname{Re}\{f_1 + f_2\} &= -\frac{1}{2} \frac{d^2 M}{dH^2} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2 - \frac{1}{16} \frac{d^4 M}{dH^4} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2 (\widehat{H}_1^2 + \widehat{H}_2^2) \\
 &\quad - \frac{1}{384} \frac{d^6 M}{dH^6} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2 (\widehat{H}_1^4 + 3\widehat{H}_1^2 \widehat{H}_2^2 + \widehat{H}_2^4) \\
 \operatorname{Im}\{f_1 + 2f_2\} &= -\frac{1}{8} \frac{d^3 M}{dH^3} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2^2 - \frac{1}{192} \frac{d^5 M}{dH^5} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2^2 (3\widehat{H}_1^2 + 2\widehat{H}_2^2) \\
 &\quad - \frac{1}{3072} \frac{d^7 M}{dH^7} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2^2 (2\widehat{H}_1^4 + 4\widehat{H}_1^2 \widehat{H}_2^2 + \widehat{H}_2^4) \\
 \operatorname{Re}\{f_1 + 3f_2\} &= \frac{1}{48} \frac{d^4 M}{dH^4} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2^3 + \frac{1}{768} \frac{d^6 M}{dH^6} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2^3 (\widehat{H}_1^2 + \widehat{H}_2^2) \\
 \operatorname{Im}\{f_1 + 4f_2\} &= \frac{1}{384} \frac{d^5 M}{dH^5} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2^4 + \frac{1}{15360} \frac{d^7 M}{dH^7} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2^4 (5\widehat{H}_1^2 + 2\widehat{H}_2^2) \\
 \operatorname{Re}\{f_1 + 5f_2\} &= -\frac{1}{3840} \frac{d^6 M}{dH^6} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2^5 \\
 \operatorname{Im}\{f_1 + 6f_2\} &= -\frac{1}{46080} \frac{d^7 M}{dH^7} \Big|_{H=H_0} \widehat{H}_1 \widehat{H}_2^6
 \end{aligned} \tag{3.18}$$

Aufgrund der sinusförmigen Felder H_1 und H_2 enthalten die ungeraden Frequenzmischkomponenten nur einen reellen Anteil sowie geradzahlige Ableitungen von M , während geradzahlige Frequenzmischkomponenten nur einen Imaginärteil und ungeradzahlige Ableitungen von M beinhalten. Durch Auflösung dieser Gleichungen können die zweite und dritte Ableitung von M unabhängig voneinander aus den gemessenen Frequenzmischkomponenten erhalten werden:

$$\begin{aligned}
 \frac{d^2 M}{dH^2} \Big|_{H=H_0} &= -\frac{2}{\widehat{H}_1 \widehat{H}_2} \operatorname{Re}\{f_1 + f_2\} - 3 \frac{2}{\widehat{H}_1 \widehat{H}_2} \frac{\widehat{H}_1^2 + \widehat{H}_2^2}{\widehat{H}_2^2} \operatorname{Re}\{f_1 + 3f_2\} \\
 &\quad - 5 \frac{2}{\widehat{H}_1 \widehat{H}_2} \frac{\widehat{H}_1^4 + \widehat{H}_2^4}{\widehat{H}_2^4} \operatorname{Re}\{f_1 + 5f_2\}
 \end{aligned} \tag{3.19}$$

$$\begin{aligned}
 \frac{d^3 M}{dH^3} \Big|_{H=H_0} &= -\frac{8}{\widehat{H}_1 \widehat{H}_2^2} \operatorname{Im}\{f_1 + 2f_2\} - 2 \frac{8}{\widehat{H}_1 \widehat{H}_2^2} \frac{3\widehat{H}_1^2 + 2\widehat{H}_2^2}{\widehat{H}_2^2} \operatorname{Im}\{f_1 + 4f_2\} \\
 &\quad - 3 \frac{8}{\widehat{H}_1 \widehat{H}_2^2} \frac{4\widehat{H}_1^2 + 3\widehat{H}_2^2}{\widehat{H}_2^2} \operatorname{Im}\{f_1 + 6f_2\}
 \end{aligned} \tag{3.20}$$

Mit $\widehat{H}_1 \ll \widehat{H}_2$ können die Gleichungen 3.19 und 3.20 vereinfacht werden:

$$\left. \frac{d^2 M}{dH^2} \right|_{H=H_0} = -\frac{2}{\widehat{H}_1 \widehat{H}_2} [\operatorname{Re}\{f_1 + f_2\} + 3 \operatorname{Re}\{f_1 + 3f_2\} + 5 \operatorname{Re}\{f_1 + 5f_2\}] \quad (3.21)$$

$$\left. \frac{d^3 M}{dH^3} \right|_{H=H_0} = -\frac{8}{\widehat{H}_1 \widehat{H}_2^2} [\operatorname{Im}\{f_1 + 2f_2\} + 4 \operatorname{Im}\{f_1 + 4f_2\} + 9 \operatorname{Im}\{f_1 + 6f_2\}] \quad (3.22)$$

Man erhält somit zwei eigenständige Gleichungen, die die Magnetisierungskurve als Funktion der Frequenzmischkomponenten darstellen. Dabei ist zu beachten, dass das Verfahren prinzipbedingt die Hysterese eines ferromagnetischen Materials außer Acht lässt. Bei vorhandener magnetischer Hysterese kommt es zu einem verfälschenden Effekt, da die Wechselfelder nur die sogenannte permanente Permeabilität μ_{rec} (engl. *recoil permeability*) erfassen und nicht die höhere Permeabilität der Hauptschleife (engl. *major loop*). Die Ableitung der Magnetisierungskurve erscheint dadurch geringer, so dass sich bei der notwendigen Integration der Messwerte ein fehlerhafter Wert für $\mu(H)$ sowie $M(H)$ ergibt.

Die Gleichungen 3.21 und 3.22 basieren auf den geraden bzw. ungeraden Frequenzmischkomponenten sowie auf den Amplituden der Wechselfelder, \widehat{H}_1 und \widehat{H}_2 . Eine Verringerung der Amplituden erhöht zwar die Auflösung des Messverfahrens, gleichzeitig verringert sich aber auch die Amplitude des Antwortsignals (Gleichung 3.18). Um ein ausreichend hohes Signal-Rausch-Verhältnis zu erhalten, müssen \widehat{H}_1 und \widehat{H}_2 ausreichend groß gewählt werden.

Um den bei der Rekonstruktion der Magnetisierungskurve durch Fehlerfortpflanzung eingebrachten Rauschanteil zu reduzieren, ist es sinnvoll, Gleichung 3.21 gegenüber Gleichung 3.22 zu bevorzugen, da hier ein Integrationsschritt weniger nötig ist, um $M(H)$ zu erhalten.

Aufbau

Um die Magnetisierungskurve nach dem oben beschriebenen Verfahren zu bestimmen, wurde ein Frequenzmisch-Messsystem entwickelt. Ein Schema dieses Aufbaus ist in Abbildung 3.13 dargestellt. Die Wechselfelder werden dabei durch jeweils zwei kurze Zylinderspulen erzeugt, die ähnlich einer Helmholtz-Anordnung positioniert sind. Die Symmetrieachsen dieser beiden Spulensysteme sind dabei identisch.

Die zugehörigen Wechselspannungen mit den Frequenzen f_1 und f_2 wurden von den internen Oszillatoren eines Lock-In-Verstärkers (Zurich Instruments HF2LI)

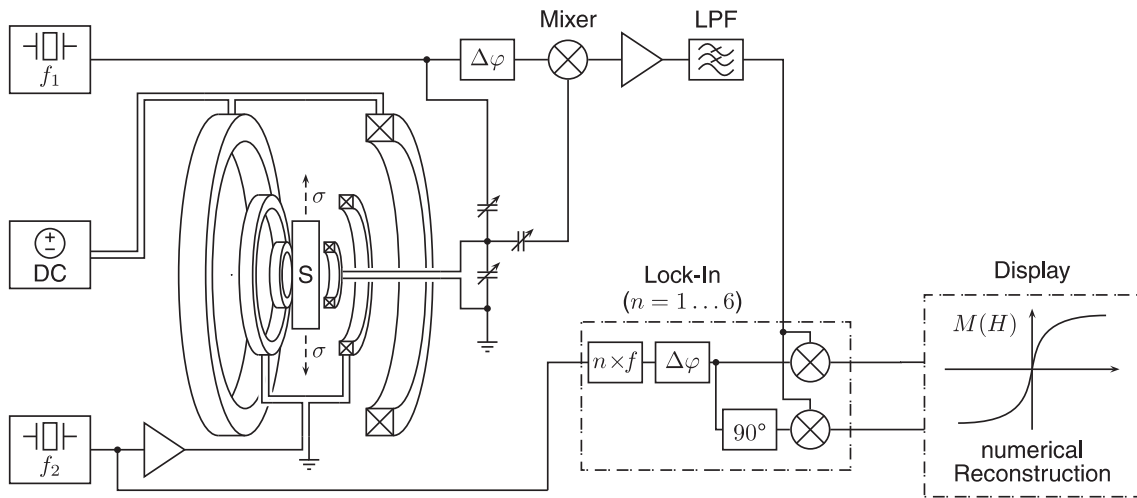


Abbildung 3.13: Schaltbild des Messsystems zur Rekonstruktion der Hysteresekurve. Die verschiedenen Spulen erzeugen ein Offsetfeld (DC) sowie die Wechselfelder des Frequenzmischverfahrens (f_1 , f_2). Die Probe (S) befindet sich im Zentrum der Spulenanordnung und kann senkrecht zur Feldrichtung gespannt werden (σ). Ein Lock-In Verstärker wertet bis zu sechs verschiedene Frequenzmischkomponenten aus, die anschließend zur Rekonstruktion von $M(H)$ verwendet werden. Aus [E5].

generiert. Für das niederfrequente Modulationsfeld H_2 wurde zusätzlich ein rauscharmer Audioverstärker (Accuphase E350) zwischengeschaltet. Die Spulenanordnung ist damit in der Lage, bei der Modulationsfrequenz $f_2 = 62$ Hz eine Flussdichte von $\mu_0 H_{2,\text{rms}} = 5$ mT in ihrem Zentrum zu erzeugen.

Während in anderen Arbeiten zum Frequenzmischverfahren [121] die Amplitude des Modulationsfelds eher hoch gewählt wurde, um eine Sättigung des Probenmaterials sicherzustellen, wird in diesem Fall \widehat{H}_2 so niedrig wie möglich gewählt. Wie aus Gleichung 3.21 ersichtlich ist, resultiert ein großes Modulationsfeld H_2 in einer Mittelung über ein großes Feldintervall, wodurch die rekonstruierte Magnetisierungskurve übermäßig geglättet wird. Gleichzeitig muss jedoch eine Mindestamplitude für H_2 beibehalten werden, da andernfalls das Antwortsignal so stark reduziert würde, dass kein verlässliches Signal-Rausch-Verhältnis mehr gegeben wäre.

Das hochfrequente Wechselfeld H_1 ($f_1 = 12,2$ MHz) wurde über eine kapazitive Ankopplung vom Spannungsausgang des Lock-In Verstärkers getrieben. Die Messspule setzt sich zusammen aus zwei kurzen Zylinderspulen mit jeweils 8 Windungen, etwa 16 mm Durchmesser und 12 mm Abstand zueinander. Das Offsetfeld H_0 („DC“) wurde von einem System zylindrischer, kernfreier Spulen erzeugt, deren Achse mit derjenigen der Modulations- und Messspulen übereinstimmt. Die maximal erreichbare Flussdichte im Spulenzentrum beträgt 220 mT.

Die Probe („S“) wurde im Zentrum der gesamten Spulenanordnung, d. h. zwischen den beiden Teilen der Messspule, in einem speziell für diesen Zweck entwickelten Zugsystem eingespannt; die mechanische Spannung (σ) wurde dabei senkrecht zur Achse der Spulen angelegt. Der Bereich, in dem die Feldlinien insbesondere der Messspule durch das magnetische Material der Probe geleitet werden, definiert hierbei den sensitiven Bereich oder Messbereich des gesamten Systems. Die kleinen Abmessungen der Messspulen erlauben dadurch lokal begrenzte Messungen, beispielsweise um lediglich den gleichmäßig gedehnten Bereich der Probe zwischen deren Einspannpunkten zu erfassen.

Der hochfrequente Teil des Aufbaus entspricht im Wesentlichen demjenigen, der bereits zuvor in Abschnitt 3.3.1 beschrieben worden ist. Das Frequenzmischsignal wird mittels eines LC-Schwingkreises erfasst, der resonant auf die anregende Frequenz f_1 abgestimmt ist, zur Demodulation des hochfrequenten Signals kommt hier jedoch ein Spannungsmultiplizierer AD835 von Analog Devices („Mixer“ in Abbildung 3.13) zum Einsatz. Anschließend wurde das Signal mit einem Femto Spannungsvorverstärker DLPVA-100 um zwei Größenordnungen (40 dB) verstärkt und durch einen Tiefpass mit der Grenzfrequenz $f_G = 1$ kHz gefiltert. Das resultierende Signal enthielt die Frequenzmischkomponenten $f_1 + nf_2$ bei den Frequenzen nf_2 , da höherfrequente Ergebnisse des Mischvorgangs durch den Tiefpass beschränkt wurden.

Die weitere Verarbeitung erfolgte mit einem Lock-In Verstärker HF2LI von Zurich Instruments. Dieser arbeitet mittels digitaler Signalverarbeitung und erlaubt über parallele Demodulation die gleichzeitige Bestimmung der Amplituden und Phasen von bis zu sechs verschiedenen Frequenzmischkomponenten. Die Referenzphase jedes Demodulators kann dabei individuell angepasst werden, so dass über einen Versatz von $\Delta\varphi = 90^\circ$ Real- und Imaginärteile der jeweiligen Frequenzmischkomponenten analysiert werden können. Das Auslesen der Messwerte aus dem Lock-In Verstärker geschah mittels einer angepassten LabView-Software auf einem Computer, die Rekonstruktion der Magnetisierungskurve erfolgte im Anschluss an die Messung in Matlab¹.

Abbildung 3.14 zeigt eine computergenerierte Darstellung des Zugsystems, das zur uniaxialen Verspannung der Probe verwendet wurde. Im Folgenden wird dieser Teil des Messaufbaus auch als *manuelle Zugprüfung* bezeichnet.

Zentraler Bestandteil der Zugprüfung ist eine Kraftmessdose KMM62-100N-Z der Firma Inelta Sensordysteme GmbH, die Zugkräfte von bis zu 100 N messen kann (technische Daten siehe Tabelle 3.4) [192]. Die Sensitivität beträgt 1 mV/V, so dass sich bei 5 V Betriebsspannung eine Ausgangsspannung von 50 μ V/N ergibt.

¹LabView- und Matlab-Programme von Dr. Iulian Teliban.

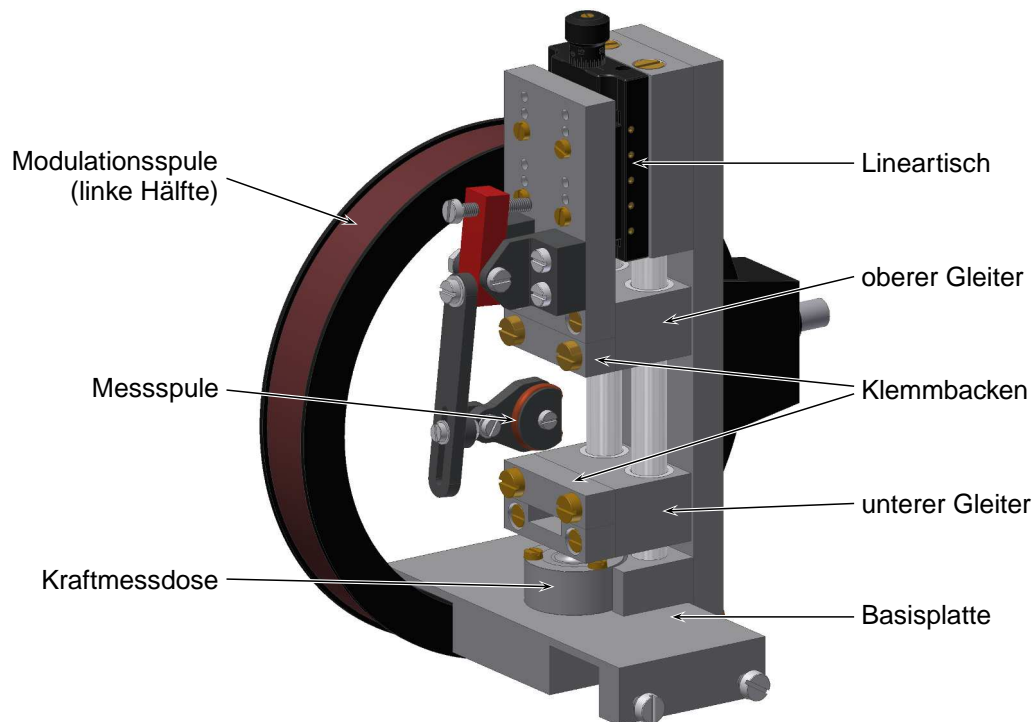


Abbildung 3.14: CAD-Darstellungen der manuellen Zugprüfe für berührungslose Dehnungsmessungen. Die flache Probe wird zwischen den Klemmbacken eingespannt, die auf Gleitern gelagert sind. Die Kraftmessdose ist mit dem unteren Gleiter, der Lineartisch mit dem oberen Gleiter verbunden. Die Messspule ist hier in einer toroidalen Form dargestellt; sie wird mit einem verstellbaren Halter vor der Probenoberfläche platziert. Die rechte Hälfte der Modulationsspule ist aus Gründen der Übersichtlichkeit ausgeblendet.

Die Spannungsversorgung erfolgte bei den hier vorgestellten Versuchen mit einem Sourcemeter (Keithley 2400), das Auslesen mit einem Digital-Multimeter (Keithley 2000).

Oberhalb der Kraftmessdose befinden sich zwei Gleiter, die durch PTFE-Buchsen nahezu reibungsfrei auf zwei polierten Aluminiumstangen geführt werden. Der untere Gleiter ist über eine Schraube mit der Kraftmessdose verbunden. Zur Mitte hin besitzen beide Gleiter eine Klemmvorrichtung, die das Einspannen einer flachen Probe ermöglicht. Der obere Gleiter ist wiederum über eine Adapterplatte mit einem Lineartisch MVT40B-D15-Z-SK-UM der Firma Owis verbunden und kann über dessen Feingewindespindel um bis zu 6 mm bewegt werden (± 3 mm von der Mittelstellung des Tisches aus). Um die Position des Gleiters über dieses Maß hinaus an die Länge der Probe anpassen zu können, ist die Adapterplatte mit drei verschiede-

Technische Daten KMM62-100N-Z	
maximale Kraft	100 N
Vorzugsrichtung	Zug
Sensitivität	1 mV/V
Betriebsspannung	5 V

Tabelle 3.4: Technische Daten der Kraftmessdose Inelta KMM62-100N-Z.

nen Befestigungspunkten (relative Positionen: 0 mm, +5 mm und +10 mm) versehen. Auf diese Weise können Proben von etwa 30 mm bis maximal 55 mm Länge gespannt werden; die Probenbreite sollte dabei nicht mehr als 20 mm betragen.

Die Bewegung des Lineartisches erfolgt von Hand über eine Rändelschraube, die direkt mit der Spindel verbunden ist und eine Skalenteilung von 5 μm aufweist. Pro Umdrehung verschiebt sich der Tisch um 0,25 mm, so dass für ein vollständiges Verfahren des Tisches 24 Umdrehungen nötig sind. Der Tisch besteht zum größten Teil aus Aluminium und wird mit einer relativen Permeabilität $\mu_r < 1,01$ vom Hersteller als „unmagnetisch“ bezeichnet. Tabelle 3.5 fasst die wichtigsten technischen Daten des Lineartisches zusammen [193].

Die in Abbildung 3.14 dargestellte Messspule hat eine toroidale Form mit einem Winkel von etwa 270° zwischen den Enden der Spule. Es handelt sich dabei um eine Weiterentwicklung der zweiteiligen, zylinderförmigen Messspule, die im Schaltbild (Abb. 3.13) angedeutet ist. In Verbindung mit dem entsprechenden Spulenhalter kann die toroidale Messspule frei vor der Probenoberfläche positioniert werden, so dass gezielt bestimmte Bereiche der Probe für die Messung ausgewählt werden können.

Die manuelle Zugprüfung ist in den Abbildungen 3.15 und 3.16 nochmals anhand zweier Fotografien gezeigt. Bis auf die Kraftmessdose und den Lineartisch wurden sämtliche Teile in der Werkstatt der Technischen Fakultät angefertigt; als Materialien kamen dabei Aluminium und Kunststoff (Gleitlager aus PTFE) zum Einsatz.

Technische Daten MVT40B-D15-Z-SK-UM	
Stellweg	6 mm
Spindelsteigung	0,25 mm
max. Last in Verstellrichtung	60 N
rel. Permeabilität μ_r	< 1,01

Tabelle 3.5: Technische Daten des Lineartisches Owis MVT40B-D15-Z-SK-UM.



Abbildung 3.15: Fotografie der manuellen Zugprüfung mit (von unten nach oben) Basisplatte, Kraftmessdose, Gleitern mit Klemmbacken und Lineartisch. Die Verbindung vom oberen Gleiter zum Lineartisch erfolgt über eine Adapterplatte, die in drei Positionen befestigt werden kann.

Der Zusammenbau erfolgte mit Messing- und Kunststoffschrauben, so dass in der Umgebung der Probe kaum ferromagnetisches Material vorhanden ist.

Der Aufbau des mechanischen Messsystems mit der Kraftmessdose, den Gleitern, der Adapterplatte und dem Lineartisch ist in Abbildung 3.15 erkennbar. Die Basisplatte unter der Kraftmessdose verbindet die Zugprüfung so mit den Modulationsspulen, dass sich die eingespannte Probe mittig zwischen den Spulen befindet. Die Zugprüfung ist dabei, unter anderem aufgrund der Lastgrenzen der Kraftmessdose ($F_{\max} = 100 \text{ N}$) und des Lineartisches ($F_{\max} = 60 \text{ N}$), auf dünne Proben ausgelegt. Die Achse der Kraftmessdose ist dementsprechend so zur Klemmfläche des unteren Gleiters ausgerichtet, dass die auf die Probe wirkende Zugkraft – gerade Einspannung vorausgesetzt – nahezu kollinear übertragen wird. Bei der Befestigung des Lineartisches fällt die Ebene der Klemmfläche des oberen Gleiters mit der Oberfläche des Tisches zusammen. Das dadurch entstehende Moment ist gering und wird durch die Führung des Lineartisches aufgefangen.

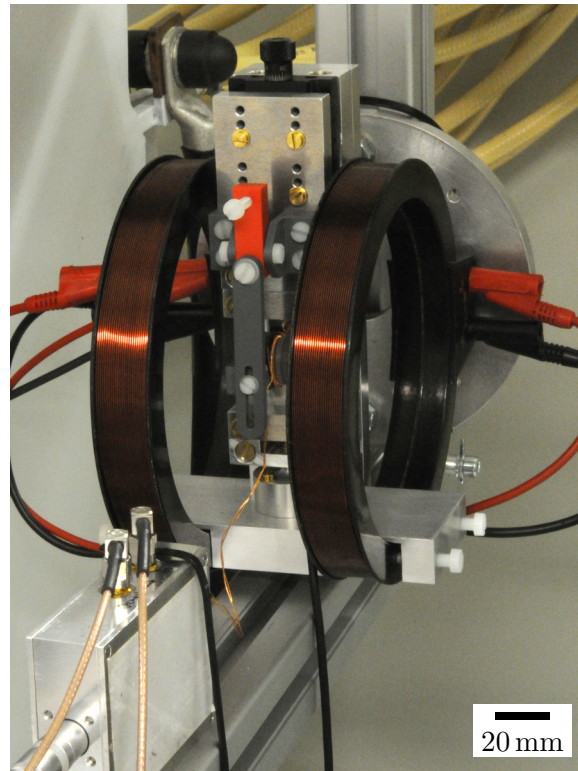


Abbildung 3.16: Fotografie der manuellen Zugprüfung für berührungslose Dehnungsmessungen, eingebaut in den kernfreien Magneten, mit montierten Modulationsspulen (dunkelrot), Probe und darüber liegender Messspule sowie Messelektronik (Aluminiumbox, im Vordergrund links).

Abbildung 3.16 zeigt die Zugprüfung im eingebauten Zustand mit beidseitig montierten und angeschlossenen Modulationsspulen. Die zwischen den Klemmbanken eingespannte Probe wird teilweise von der darüberliegenden Messspule und dem Spulenhalter verdeckt. Die Aluminiumbox im Vordergrund links enthält die hochfrequente Messelektronik sowie die Spannungsversorgung des Mischers AD835.

3.3.4 Phasensensitives Verfahren

Die Erweiterung der Frequenzmischtechnik auf Materialien mit magnetischer Hysterese wird durch ein phasensensitives Messverfahren erreicht. Zur Motivation dieses Verfahrens wird hier zunächst ein modellhaftes Material betrachtet.

Die Magnetisierungskurve dieses Modellmaterials wird durch einen linearisierten Verlauf approximiert, wie er in Abbildung 3.17 (a) in rot gezeigt ist. Beide Regionen magnetischer Sättigung weisen dabei eine Steigung von Null, bzw. eine Suszeptibilität $\chi = 0$ auf. Dazwischen ($|H| \leq H_k$ mit dem Anisotropiefeld H_k) ist die Steigung ungleich Null; die Suszeptibilität ergibt sich zu $\chi = M_s/H_k$.

Wird ein solches Material einem oszillierenden externen Feld $H(t)$ mit einer Amplitude $\widehat{H} > H_k$ (Abb. 3.17 b) ausgesetzt, so geht es periodisch in Sättigung. Daraus ergibt sich ein zeitabhängiger Verlauf der Magnetisierung $M(t)$ und der Suszeptibilität $\chi(t)$, wie in Abbildung 3.17 (c) bzw. (d) dargestellt.

Viele ferromagnetische Materialien weisen jedoch eine nicht zu vernachlässigende Hysterese auf, d. h. ihre Magnetisierung verläuft unterschiedlich, je nachdem, ob das Material zuvor in positiver oder in negativer Richtung magnetisiert war. Solch eine Hysterese kann in das Modell integriert werden, indem die Magnetisierungskurve in zwei Teile aufgespalten wird, die jeweils bei ansteigendem und abfallendem Feld durchlaufen werden und einen Feldoffset von $\pm H_c$ aufweisen. Die entsprechende Kurve ist in Abbildung 3.17 (a) in blau gezeigt.

Offensichtlich muss in diesem Fall die Amplitude des externen Feldes entsprechend größer sein, um das Material zu sättigen, nämlich $\widehat{H} > H_k + H_c$. Ist dies der Fall (Abb. 3.17 b), so ergibt sich wiederum ein zeitabhängiger Verlauf von $M(t)$ und $\chi(t)$, der allerdings gegenüber dem Verlauf bei hysterese freiem Material zeitverschoben ist. Der Zeitversatz $\Delta t = t_2 - t_1$ (Abb. 3.17 b–e) kann in Form einer Phasenverschiebung $\Delta\varphi$ zwischen dem Antwort- und dem Referenzsignal gemessen werden.

Dabei muss beachtet werden, dass im Fall der Suszeptibilität aufgrund der Signalform eine Grundschwingung mit der doppelten Frequenz des externen Feldes als Referenzsignal genutzt wird, wie in Abbildung 3.17 (e) dargestellt. Folglich existieren bei gegebenem Zeitversatz Δt je nach Auswertung verschiedene Phasenverschiebungen, wie beispielsweise $\Delta\varphi_M$ im dem Fall, dass die Magnetisierungsantwort (mit Referenz $f_{H(t)}$) ausgewertet wird, oder $\Delta\varphi_\chi$ bei Betrachtung der Suszeptibilität und Referenz $2f_{H(t)}$. Nachfolgend wird für alle angegebenen Phasenverschiebungen $\Delta\varphi$ die Suszeptibilität und somit die doppelte Grundfrequenz als Referenz verwendet.

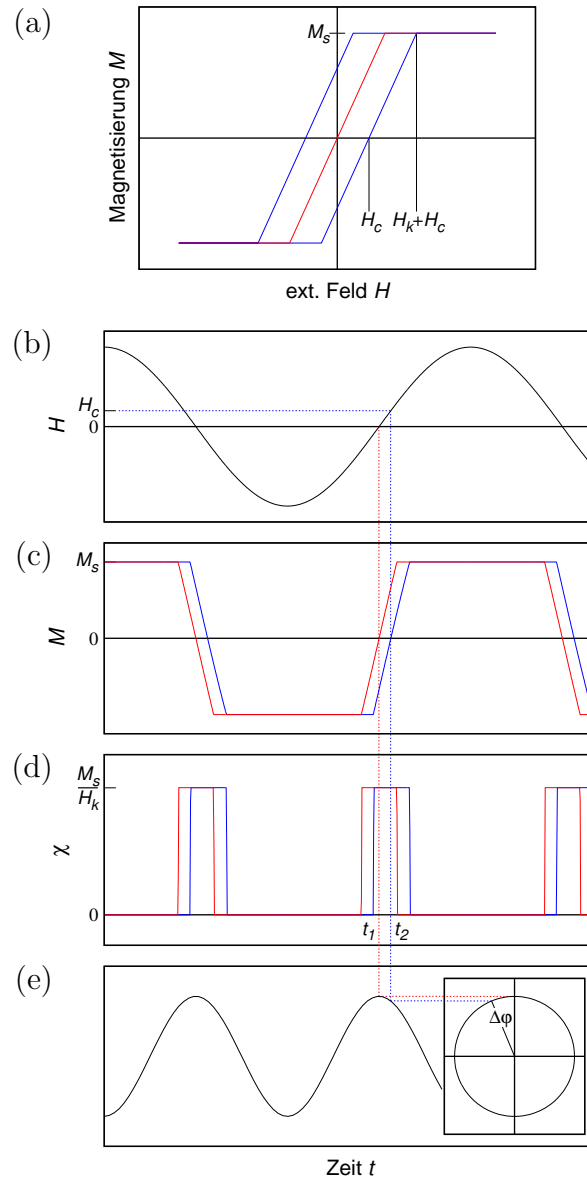


Abbildung 3.17: Schematische Darstellung des phasensensitiven Messverfahrens anhand der linearisierten Magnetisierungskurve eines Modellmaterials (a). Ein externes Feld (b) bringt das Material periodisch in Sättigung und erzeugt so eine zeitabhängige Magnetisierung (c) und Suszeptibilität (d). Mit Hysterese (blau) ergibt sich ein Zeitversatz $t_2 - t_1$ und entsprechend eine Phasenverschiebung $\Delta\varphi$ (e). Aus [E7].

Aufbau

Der Messaufbau zur phasensensitiven Messung der Frequenzmischkomponenten wurde vor allem im Hinblick auf die in Abschnitt 4.3 beschriebenen Temperaturmessungen entwickelt und entsprechend ausgelegt. In Abbildung 3.18 ist das gesamte Messsystem schematisch als Schaltbild dargestellt, Abbildung 3.19 zeigt eine Fotografie des Aufbaus.

Die beiden Komponenten H_1 und H_2 des anregenden Feldes werden von separaten Spulen erzeugt. Das niederfrequente Feld H_2 wird von einer Anordnung von zwei kurzen, zylindrischen Luftspulen generiert, die wiederum von einem Frequenzgenerator ($f_2 = 54$ Hz) in Verbindung mit einem rauscharmen Audioverstärker (Accuphase E350) gespeist werden und so in der Lage sind, im Spulenzentrum eine Flussdichte von bis zu 15 mT zu erzeugen. Die Feldverteilung in der Nähe des Spulenzentrums ist dabei im Bereich der typischen Probenabmessungen ausreichend homogen.

Die Probe (*Sample*) liegt auf einem resistiven Heizelement aus Pt-beschichtetem Silizium mit den Abmessungen $10\text{ mm} \times 80\text{ mm}$, das eine Erhöhung der Temperatur im gesamten Volumen der Probe auf über 500 °C erlaubt und sich mittig zwischen den Modulationsspulen befindet. Das Heizelement wird mit Gleichstrom betrieben, um einen Einfluss auf die zur Messung verwendeten Wechselfelder auszuschließen. Ein Thermokontakt (T/U , Typ K, Ni-CrNi) liegt unterhalb der Probenposition am Heizelement an und ermöglicht so die direkte Messung der Temperatur.

Die Messspule wird von oben bis auf wenige Millimeter Abstand oder weniger an die Probenposition herangeführt und überträgt das hochfrequente Feld H_1 zur Probe. Sie hat eine halb-toroidale Form und ist etwa 25 mm breit. Parallel zur Messspule ist ein Trimmkondensator geschaltet, der zusammen mit der Spule einen LC-Schwingkreis mit einstellbarer Resonanzfrequenz $f_{\text{res}} = f_1$ bildet. Der Antrieb des Schwingkreises erfolgt über einen Hochfrequenzgenerator ($f_1 = 22,95$ MHz, IFR 2025) und einen Koppelkondensator. Daneben ist der Schwingkreis über einen weiteren Koppelkondensator mit dem Eingang eines Phasenkomparators (MiniCircuits SYPD-1+, Frequenzbereich DC bis 100 MHz) verbunden. Als Referenz des Komparators dient wiederum das Signal des Hochfrequenzgenerators. Ein abstimmbarer Phasenschieber sorgt dafür, dass bei Einrichtung des Messaufbaus, d. h. ohne Probe, eine Phasenlage von 90° vorliegt und der Komparator dadurch im Bereich seiner höchsten Sensitivität betrieben wird.

Am Eingang des Phasenkomparators (① in Abb. 3.18) treten die Frequenzmischkomponenten (*FMK*) als Seitenbänder der Messfrequenz f_1 auf:

$$f_{\text{FMK}} = f_1 \pm 2nf_2, \quad n \in \mathbb{N} \quad (3.23)$$

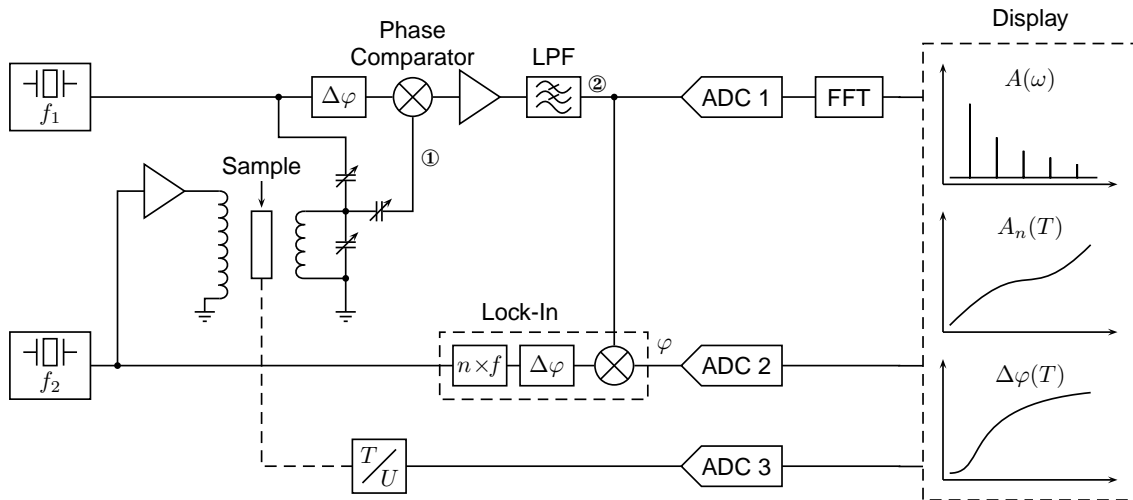


Abbildung 3.18: Schematischer Aufbau für die phasensensitive Messung von Frequenzmischkomponenten. Zentraler Bestandteil ist die Auswertung der Phase bei den Vielfachen der Modulationsfrequenz ($n \times f_2$) im Lock-In Verfahren. Die Phase wird anschließend zusammen mit dem Fourierspektrum und der Temperatur der Probe digitalisiert (*ADC*) und weiterverarbeitet. Aus [E7].

Der Phasenkomparator wirkt hier wie ein Mischer und demoduliert das Signal entsprechend seiner Referenzfrequenz f_1 . An den Komparator schließt sich ein Spannungsvorverstärker DLPVA-100 der Firma Femto mit integriertem Tiefpassfilter (engl. *low pass filter*, *LPF*) an. An dessen Ausgang (②) liegen die Frequenzmischkomponenten dadurch bei wesentlich niedrigeren Frequenzen vor:

$$f_{\text{FMK}} = 2nf_2, \quad n \in \mathbb{N} \quad (3.24)$$

Das verstärkte und gefilterte Signal wird simultan auf zwei Wegen ausgewertet. Es handelt sich dabei zum einen um eine Fourier-Transformation zur Analyse des Frequenzspektrums, zum anderen um eine zweite Demodulation zur Messung der Phase. Ein digitaler Lock-In Verstärker (Zurich Instruments HF2LI) erlaubt es dabei, als Referenz für die Demodulation die Vielfachen der Modulationsfrequenz $f_{\text{ref}} = 2nf_2$, $n \in \mathbb{N}$ zu verwenden und so direkt die Phasendifferenz zwischen Mess- und Referenzsignal zu bestimmen.

Für die Fourier-Analyse wird das Frequenzmischsignal gemeinsam mit denjenigen Signalen digitalisiert, die die über den Lock-In Verstärker ermittelte Phasendifferenz sowie die Temperatur der Probe repräsentieren. Hierbei kommt eine multifunktionale Datenerfassungskarte von National Instruments (NI-DAQpad 6015; ADC 1, 2 bzw. 3 in Abbildung 3.18) zum Einsatz. Die Fourier-Transformation (FFT) sowie die weitere

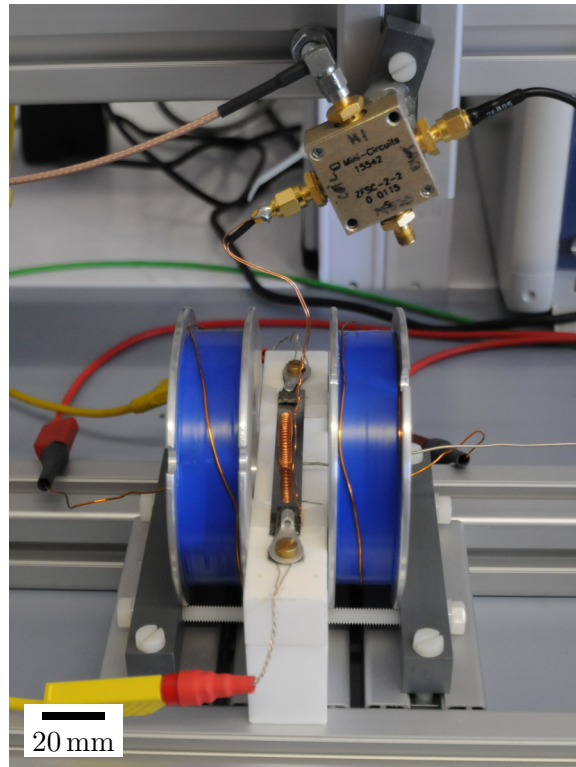


Abbildung 3.19: Fotografie des Aufbaus für berührungslose magnetische Messungen an Dünnschichtproben bei verschiedenen Temperaturen. Die blauen Spulen erzeugen das Modulationsfeld H_2 . Mittig dazwischen befindet sich das Pt-Heizelement, darüber die Messspule (H_1) und die damit verbundene Elektronikbox, die den Schwingkreis-Kondensator sowie den Phasenkomparator enthält.

Auswertung der erfassten Signale erfolgt in einem angepassten Messprogramm in LabView. Die Regelung der Temperatur mittels PID-Verfahren sowie die Vorgabe der Heiz- bzw. Abkühlraten des Heizelements erfolgen ebenfalls in diesem Programm.

Abbildung 3.19 zeigt eine Fotografie des sogenannten *Temperaturmessstands*. Zentrales Element des Aufbaus sind die beiden Modulationsspulen, die ähnlich wie Helmholtzspulen zueinander angeordnet sind. Sie sind anhand ihrer blauen Isolation gut erkennbar und enthalten jeweils rund 130 m Kupferlackdraht mit 0,71 mm Durchmesser ($A_Q = 0,4 \text{ mm}$), der auf speziell angefertigte Aluminium-Grundkörper gewickelt wurde. Für die Frequenzmischmessungen wurden die Spulen in Reihe geschaltet; die Verbindung mit dem Audioverstärker erfolgte über die hinter den Spulen sichtbaren roten Kabel.

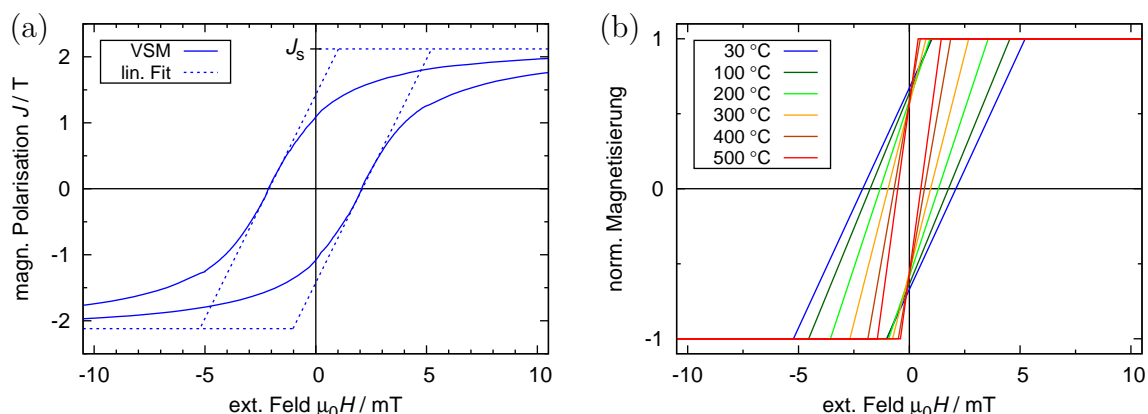


Abbildung 3.20: Linearisierung von Magnetisierungskurven für die Simulation des phasensensitiven Verfahrens. (a) VSM-Messung ($T = 30^\circ\text{C}$) und linearer Fit der Steigung im Koerzitivfeld H_c und der Sättigung J_s . (b) Linearisierte Magnetisierungskurven bei $T = 30^\circ\text{C}$, 100°C , 200°C , 300°C , 400°C und 500°C .

Die Modulationsspulen werden von einem 25 mm breiten Block auf Abstand gehalten, der zweigeteilt ist: der untere Teil besteht aus Kunststoff (PTFE), der obere aus hochtemperaturfester Keramik (Macor). Dieser Block bildet die Basis für das Platin-Heizelement mit seiner Kontaktierung (gelbe Kabel). Der drahtförmige Thermokontakt ragt von rechts in eine Aussparung im Keramikblock hinein und drückt federnd auf die Unterseite des Heizers.

Auf der Oberseite des Heizelements wird die jeweilige Probe so platziert, dass sie sich im Zentrum der Modulationsspulen befindet. Über der Probenposition ist die kupferfarbene Messspule erkennbar, die wiederum mit der Elektronikbox verbunden ist. Beide sind höhenverstellbar befestigt, so dass einerseits der Abstand zwischen Messspule und Probe eingestellt werden kann und andererseits ein einfacher Probenwechsel möglich ist.

Simulation des phasensensitiven Verfahrens

Zur Überprüfung des phasensensitiven Messverfahrens wurde in LabView eine Simulationsroutine entwickelt, die weitestgehend die gleichen Algorithmen zur Signalverarbeitung verwendet wie das in vorigen Abschnitt beschriebene Messsystem.

Als Basis für die Simulation dienen linearisierte Magnetisierungskurven mit Hysterese in der Form, wie sie bereits am Beginn dieses Abschnitts auf Seite 104 erläutert und in Abbildung 3.17 (a) gezeigt wurden. Abbildung 3.20 (a) stellt die temperaturabhängigen VSM-Messungen, die als Grundlage verwendet wurden, am Beispiel der

Magnetisierungskurve bei einer Temperatur von 30 °C dar. Ebenfalls eingezeichnet ist die linearisierte Form der Magnetisierungskurve, die durch stückweises Anfitzen von Geraden an die Messkurve entstanden ist. Von hohen Feldstärken absteigend bleibt die linearisierte Kurve dabei zunächst konstant bei der Sättigungspolarisation J_s . Der Übergang zu $\chi \neq 0$ wird durch den Kreuzungspunkt mit einer Gerade markiert, die durch das negative Koerzitivfeld $-H_c$ verläuft und die dort vorhandene Steigung der Messkurve hat. Die negative Sättigung sowie die Gerade durch $+H_c$ verlaufen symmetrisch dazu.

Die linearisierten Magnetisierungskurven, die sich so für verschiedene Temperaturen zwischen 30 °C und 500 °C ergeben, sind in Abbildung 3.20 (b) gezeigt. Mit zunehmender Temperatur sinkt H_c und somit auch die Hysteresebreite, während die Steigung außerhalb der Sättigung zunimmt. Die Sättigungsmagnetisierung wurde bei der Linearisierung als Grenzwert der gemessenen Magnetisierungskurve ermittelt, so dass hier eine normierte Magnetisierung mit $M_s = 1$ verwendet werden kann, ohne dass die relative Suszeptibilität beeinflusst wird.

Die Zeitschritte der Simulation entsprechen dem Interval der Datenerfassung (DAQ) im Messaufbau $t_{\text{sim}} = t_{\text{DAQ}} = \frac{1}{f_{\text{DAQ}}}$. Die Modellierung des Modulationsfelds H_2 erfolgt dementsprechend als Serie von einzelnen Punkten $H_{2,i}$, deren Werte eine Kosinusfunktion mit der Frequenz f_2 repräsentieren.

Anhand der modellhaften Magnetisierungskurve ergibt sich so eine Serie von Werten für die Magnetisierung M_i und, nach numerischer Differentiation, auch für die Suszeptibilität χ_j . Letztere entspricht im Aufbau zur phasensensitiven Messung dem demodulierten, niederfrequenten Signal am Ausgang des Phasenkomparators; es wird daher für die Weiterverarbeitung mittels Fourier-Transformation (FFT) verwendet.

Die FFT-Funktion liefert dabei nicht nur das Fourierspektrum, sondern zu jeder Frequenz auch eine Phaseninformation und ermöglicht es so, die Phase bei der Frequenz $2f_2$ auszuwerten. Da die Referenz für die Berechnung dieser Phasenwerte allerdings in der zeitdiskreten Darstellung innerhalb der Simulationsroutine begründet liegt, ist es zweckmäßig, für die Auswertung einen Referenzwert zu wählen und nur die Phasendifferenz zu diesem Referenzwert zu betrachten.

4 Ergebnisse

4.1 Menge des magnetischen Materials

4.1.1 Proben

Proben mit verschiedenen Dicken wurden von Dr. Iulian Teliban mittels Magnetronspütern an einer CS 730S der Firma Von Ardenne hergestellt. Als Substrate wurden gesägte Stücke eines Siliziumwafers mit 525 μm Dicke verwendet, der einseitig 1 μm dick thermisch oxidiert und poliert wurde. Für die Charakterisierung am VSM betrug die Abmessung der Proben 5 mm \times 5 mm, für die berührungslosen magnetischen Messungen 13 mm \times 26 mm.

Als magnetisches Material wurde FeCoBSi bei $4 \cdot 10^{-3}$ mbar mittels Hochfrequenzkathodenzerstäubung in einer oder in mehreren Lagen abgeschieden, dabei wurde ein Target mit der Zusammensetzung $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ verwendet. Bei Proben mit mehreren Lagen wurde reaktiv abgeschiedenes SiO_2 als Trennschicht zur Entkopplung der magnetischen Schichten verwendet, zusätzlich wurde an jeder FeCoBSi/ SiO_2 -Grenzschicht eine dünne Chromschicht als Haftvermittler aufgebracht, wie in Abbildung 4.1 (a) im eingefügten Schema des Schichtaufbaus ersichtlich ist. Auf diese Weise wurden Proben mit $n = 1, 2, 3, 5, 9$ und 20 FeCoBSi-Schichten hergestellt, wobei jede Einzelschicht eine Dicke von 110 nm aufweist. Zusätzlich wurde eine Probe mit einer nur 55 nm dicken Lage FeCoBSi angefertigt, die der Reihe folgend als $n = 0,5$ bezeichnet wird.

4.1.2 Charakterisierung der Proben

Die Proben wurden mittels Vibrationsmagnetometrie charakterisiert; exemplarisch ist in Abbildung 4.1 (a) das magnetische Moment der Probe $n = 1$ in $\mu\text{A m}^2$ in Abhängigkeit der externen magnetischen Flussdichte dargestellt. Mit einer Koerzitivfeldstärke kleiner 1 mT und Sättigung ab etwa 6 mT zeigt die Probe ein sehr weichmagnetisches Verhalten, das magnetische Moment in Sättigung beträgt $3,7 \mu\text{A m}^2$.

Normalisiert auf diesen Wert ist in Abbildung 4.1 (b) das Sättigungsmoment der weiteren Proben in blau (gefüllte Symbole) dargestellt, daneben ist in grün (offene Symbole) die externe magnetische Flussdichte, bei der jeweils die Sättigung erreicht

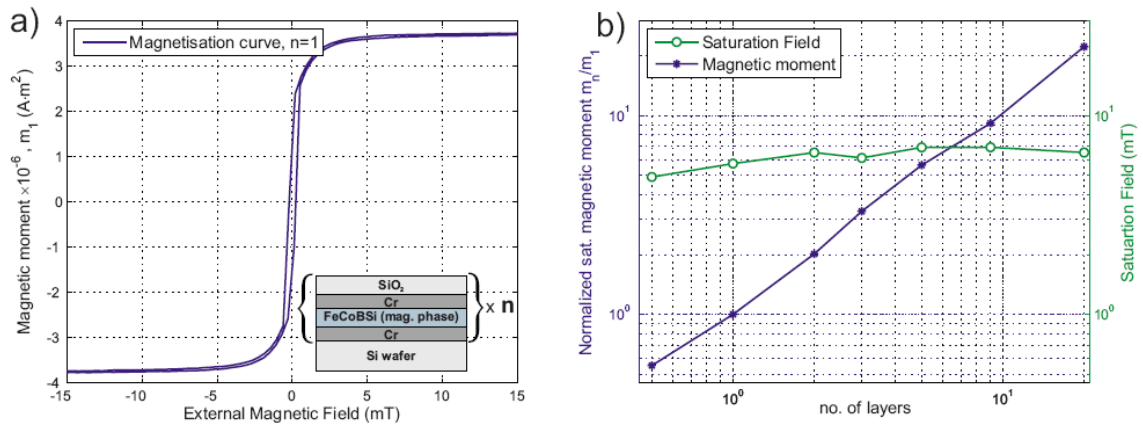


Abbildung 4.1: (a) Magnetisierungskurve der FeCoBSi-Probe mit einer Schicht sowie Schema des Schichtaufbaus. (b) Magnetisches Moment in Sättigung und Sättigungsflussdichte in Abhängigkeit der Menge magnetischen Materials. Aus [E1].

wird, angegeben. Während die Flussdichte nur leicht mit der Dicke der Proben bzw. der Menge des magnetischen Materials variiert und als konstant approximiert werden kann, steigt das magnetische Moment in Sättigung linear mit der Anzahl der FeCoBSi-Schichten an.

4.1.3 Berührungslose Messungen

Die größeren Proben mit 13 mm \times 26 mm Größe wurden in Zusammenarbeit mit Dr. Iulian Teliban in dem Frequenzmischaufbau vermessen, der in Abschnitt 3.3.2 beschrieben ist. Da die Proben wie zuvor gezeigt sehr weichmagnetisch sind, werden diese schon bei Verwendung geringer Feldstärken für das Modulationsfeld periodisch gesättigt, so dass im Antwortsignal die typischen Frequenzmischkomponenten enthalten sind. Diese werden mittels Fourieranalyse (FFT) extrahiert. Als Beispiel für die verschiedenen hergestellten Proben ist in Abbildung 4.2 (a) das Fourierspektrum der Probe $n = 9$ dargestellt. Die Frequenzmischkomponenten bei $2f_2$, $4f_2$, $6f_2$ und $8f_2$ liegen um ein Vielfaches über dem Rauschlevel und sind daher mit einem hohen Signal-Rausch-Verhältnis (SNR) messbar.

Auch ist zu erkennen, dass sich das Signal-Rausch-Verhältnis zu höheren Frequenzmischkomponenten hin verringert. Für eine vergleichende Auswertung dieser Signale muss also eine ausreichend hohe Zahl von Komponenten gewählt werden, um statistische Einflüsse zu verringern, aber gleichzeitig dürfen nicht zu hohe Komponenten verwendet werden, da diese wiederum nur geringe Amplituden und damit ein niedriges Signal-Rausch-Verhältnis aufweisen.

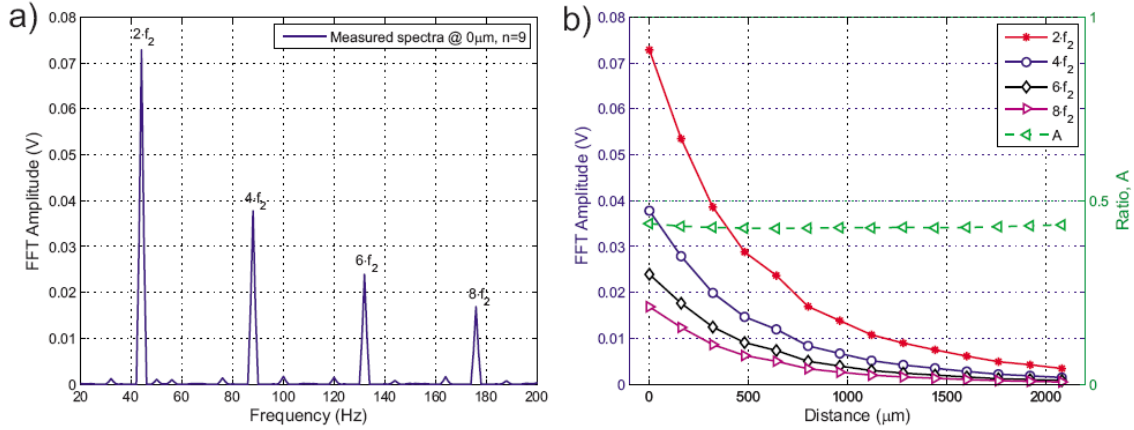


Abbildung 4.2: Berührungslose Messungen an ein- und mehrschichtigen FeCoBSi-Proben nach dem Frequenzmischverfahren. (a) Fourierpektrum des Signals der Probe $n = 9$ mit den ersten vier geraden Vielfachen der Anregungsfrequenz f_2 . (b) Abfall der Fourieramplituden mit zunehmender Distanz zwischen Probe und Messspule, sowie Verhältnis A , errechnet aus den Fourieramplituden. Aus [E1].

Für die hier gezeigten Untersuchungen wurden aus den aufgenommenen Fourierpekturen die Amplituden A_i der bereits genannten vier Frequenzen, also der ersten vier geraden Vielfachen der Anregungsfrequenz f_2 , extrahiert: $A_i = A_{\text{FFT}}(2i f_2)$.

Legt man die Probe unmittelbar auf die Spulenanordnung auf, so ergibt sich die höchstmögliche magnetische Kopplung zwischen Probe, Mess- und Anregungsspule; die Amplituden A_i sind maximiert. Bei einer Vergrößerung des Abstandes verringert sich die Kopplung und entsprechend sinken auch die Amplituden A_i mit steigendem Abstand ab. Für große Abstände streben die Werte asymptotisch gegen das Rauschlevel. Diese Abhängigkeit ist in Abbildung 4.2 (b), ebenfalls am Beispiel der Probe $n = 9$, auf der linken Skala dargestellt.

Um diese starke Abstandsabhängigkeit der Amplituden der Frequenzmischkomponenten zu umgehen, wurde aus den gemessenen Werten ein empirisch ermittelter Quotient A berechnet:

$$A = \frac{A_1}{\left(\sum_{i=1}^4 A_i\right)^{0,95}} \quad (4.1)$$

Der Exponent ist dabei so gewählt, dass für die hier gezeigte Probe $n = 9$ die Korrelation zwischen dem Quotienten und dem Abstand zwischen Probe und Spulenanordnung minimiert wird, wie in Abbildung 4.2 (b) aus der rechten Skala ersichtlich ist.

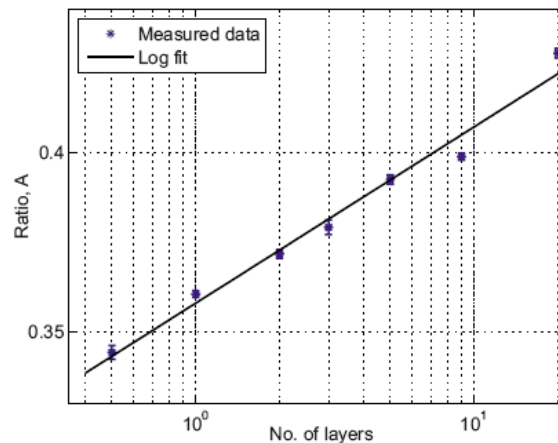


Abbildung 4.3: Quotient A , berechnet aus den Fourieramplituden der ersten vier geraden Vielfachen der Anregungsfrequenz in Abhängigkeit der Anzahl der FeCoBSi-Schichten, mit logarithmischem Fit. Aus [E1].

Es wurde experimentell gezeigt, dass der so ermittelte Quotient A auch für die übrigen Proben angewendet werden kann. Dabei ergeben sich jeweils verschiedene Werte des Quotienten in Abhängigkeit von der Dicke der Probe bzw., da die lateralen Abmessungen der Proben identisch sind, der Menge des magnetischen Materials. Abbildung 4.3 stellt diesen Zusammenhang dar. Zu beachten ist, dass A logarithmisch aufgetragen ist, so dass der ebenfalls logarithmische Fit der Datenpunkte hier als Gerade erscheint. Die Grafik zeigt eine monotone Abhängigkeit zwischen A und der Menge des magnetischen Materials in der jeweiligen Probe, so dass sich eine Verwendung von A als distanzunabhängige Messgröße der Materialmenge anbietet.

4.2 Rekonstruktion der Magnetisierungskurve

4.2.1 Numerische Simulation

Das Frequenzmischverfahren zur Rekonstruktion der Magnetisierungskurve wurde numerisch simuliert, um das in Abschnitt 4.2 beschriebene Funktionsprinzip zu verifizieren. Als Modell für die Magnetisierungskurve bot sich dabei eine Funktion an, die analytisch darstellbar ist. Dies ist beispielsweise bei der Langevin-Funktion der Fall, die als gute Approximation für die Magnetisierungskurve von superparamagnetischen Materialien gilt [80].

Die Magnetisierungskurve wird dementsprechend wie folgt beschrieben:

$$M(H) = M_s \cdot L(H) \quad (4.2)$$

mit der Langevin-Funktion $L(H)$

$$L(H) = \coth\left(\frac{m_0\mu_0 H}{kT}\right) - \frac{kT}{m_0\mu_0 H} \quad (4.3)$$

Der Verlauf des externen Feldes wird dargestellt durch

$$H = H_0 + \widehat{H}_1 \sin(2\pi f_1 t_j) + \widehat{H}_2 \sin(2\pi f_2 t_j) \quad , \quad (4.4)$$

wobei $t_j = j \cdot \Delta t$ das diskrete Zeitintervall der Simulation ist. Die Schrittweite Δt wurde so gewählt, dass sie dem kleinsten gemeinsamen Vielfachen (KGV) der Mess- und der Modulationsfrequenz entsprach, so dass ganzzahlige Vielfache von beiden Frequenzen abgebildet werden konnten:

$$\Delta t = \frac{1 \text{ s}}{\text{KGV}\left\{\frac{f_1}{\text{Hz}}, \frac{f_2}{\text{Hz}}\right\}} \quad (4.5)$$

Mit $f_1 = 20 \text{ kHz}$ und $f_2 = 57 \text{ Hz}$ ergab sich somit eine Schrittweite von $\Delta t = 0,8772 \mu\text{s}$.

Das Offsetfeld $\mu_0 H_0$ wurde in 200 Schritten von -10 mT bis $+10 \text{ mT}$ variiert. Der maximale Wert des Offsetfelds war dabei ausreichend hoch, um eine vollständige Sättigung zu erreichen. Die Amplituden der Frequenzmischkomponenten wurden

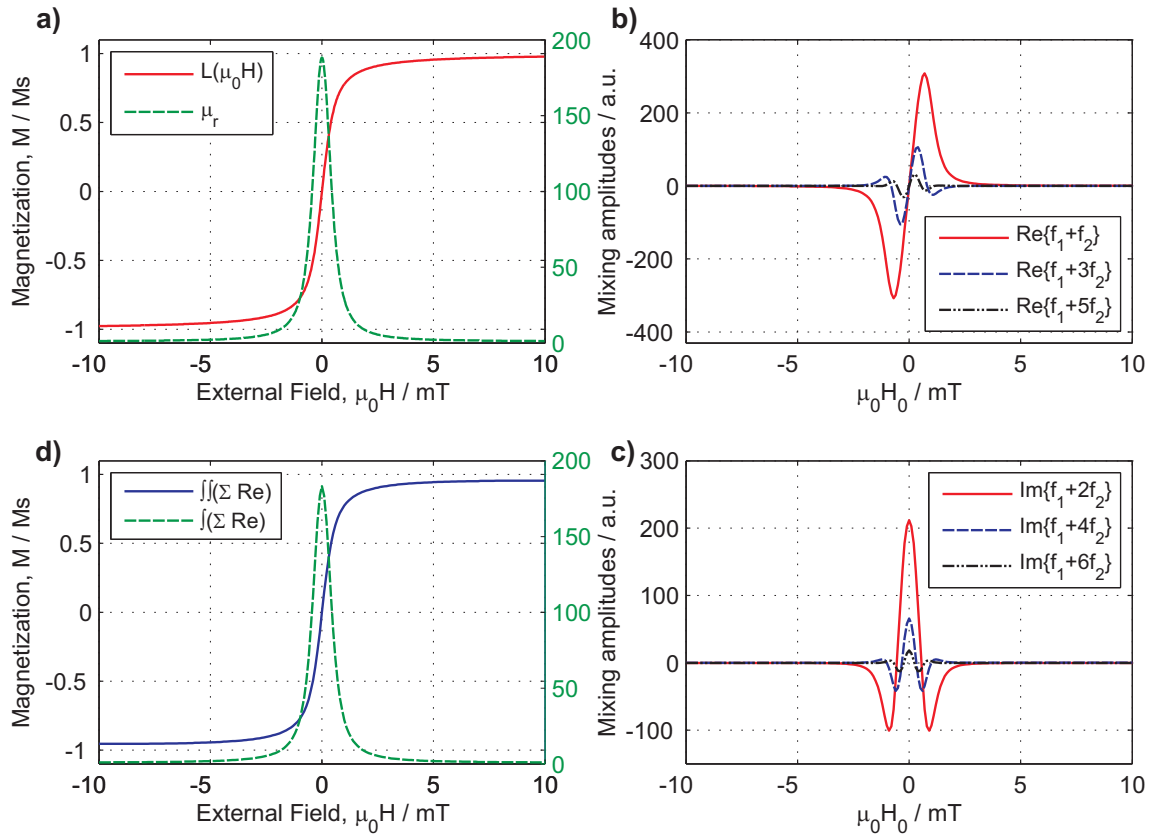


Abbildung 4.4: Numerische Simulation einer superparamagnetischen Probe, a) Magnetisierungskurve in Form der Langevin-Funktion mit entsprechender Ableitung, b) und c) Real- bzw. Imaginärteile der Frequenzmischamplituden, d) rekonstruierte Magnetisierungskurve. Aus [E5].

für jeden Schritt der H_0 -Feldrampe numerisch berechnet. Die dazu verwendeten Gleichungen sind:

$$\frac{\text{Re}\{f_1 + n f_2\}}{M_s} = \frac{2}{N} \sum_{j=1}^N [L(H) \cdot \cos(2\pi(f_1 + n f_2)t_j)] , \quad n = 1, 3, 5 \dots \quad (4.6)$$

$$\frac{\text{Im}\{f_1 + n f_2\}}{M_s} = \frac{2}{N} \sum_{j=1}^N [L(H) \cdot \sin(2\pi(f_1 + n f_2)t_j)] , \quad n = 2, 4, 6 \dots \quad (4.7)$$

Diese Näherung ergibt eine genaue Wiedergabe experimentell bestimmter Amplituden von Frequenzmischkomponenten im Spektrum superparamagnetischer Partikel [121].

Abbildung 4.4 zeigt die betrachtete Langevin-Funktion (a) sowie die dazugehörigen Real- und Imaginärteile (b bzw. c) der Frequenzmischkomponenten, die sich

aus den Gleichungen 4.6 und 4.7 ergeben. Die Amplituden der Imaginärteile der ungeraden Terme sowie die Realteile der geraden Terme sind vernachlässigbar klein und werden daher nicht dargestellt. Ausgehend von den berechneten Amplituden der Frequenzmischkomponenten kann beispielsweise die relative Permeabilität μ_r durch numerische Integration (vgl. Gleichung 3.21) über die gesamte Laufweite des Offsetfelds H_0 bestimmt werden. Das Ergebnis dieser Rekonstruktion ist in Abbildung 4.4 (d, grün / rechte Skala) dargestellt. Ein weiterer Integrationschritt liefert wiederum die Magnetisierungskurve, die annähernd die Form der ursprünglichen Langevin-Funktion erreicht (d, blau / linke Skala). Die begrenzte Anzahl von Taylor-Reihengliedern, die bei der Rekonstruktion berücksichtigt werden, führt dabei zu einer Abweichung von etwa 5% im Fall von μ_r ; der relative Fehler der Sättigungsmagnetisierung M_s beträgt lediglich 2%.

4.2.2 Proben

Als Probenmaterial für die berührungslosen Messungen zur Rekonstruktion der Magnetisierungskurve wurde eine nanokristalline, weichmagnetische Legierung ausgewählt, die unter dem Namen Vitroperm 800 bei Vacuumschmelze erhältlich ist [194, 195]. Das Material ist Eisen-basiert und enthält außerdem Kupfer, Niob, Silizium und Bor ($\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{15,5}\text{B}_7$); im Folgenden wird es vereinfacht als „Vitroperm“ bezeichnet.

Die Herstellung der Proben erfolgte durch Ausschneiden von Streifen mit beispielsweise 8 mm Breite aus einer Vitroperm-Folie (18 μm Dicke). Vitroperm ist positiv magnetostruktiv, wobei die Magnetostruktionskonstante mit $\lambda \approx 0,2$ ppm vergleichsweise niedrig ausfällt [196]. Eine an den Folienstreifen angelegte mechanische Spannung erzeugt dementsprechend senkrecht zur Spannungsrichtung eine magnetisch härtere Achse oder stabilisiert eine bereits entsprechend ausgerichtete harte Achse. In den magnetischen Messungen wurde die Messrichtung daher senkrecht zur Richtung der mechanischen Spannung gewählt.

4.2.3 Charakterisierung der Proben

Als Referenz für die Messungen im Frequenzmischverfahren wurden zunächst die magnetischen Eigenschaften einer Vitroperm-Probe im VSM (LakeShore 7300) bestimmt. Um dabei mechanische Spannung zu erzeugen, wurde ein von Dr.-Ing. Christoph Bechtold entwickelter, miniaturisierter Spannblock [197] als Probenhalter verwendet, der etwa 10 mm breit und 15 mm hoch ist und über eine Schraube eine uniaxiale Verspannung der Probe erlaubt. Da durch die Vibration des Probenhalters und die dabei auftretenden Beschleunigungen sowie den Abstand der Polschuhe

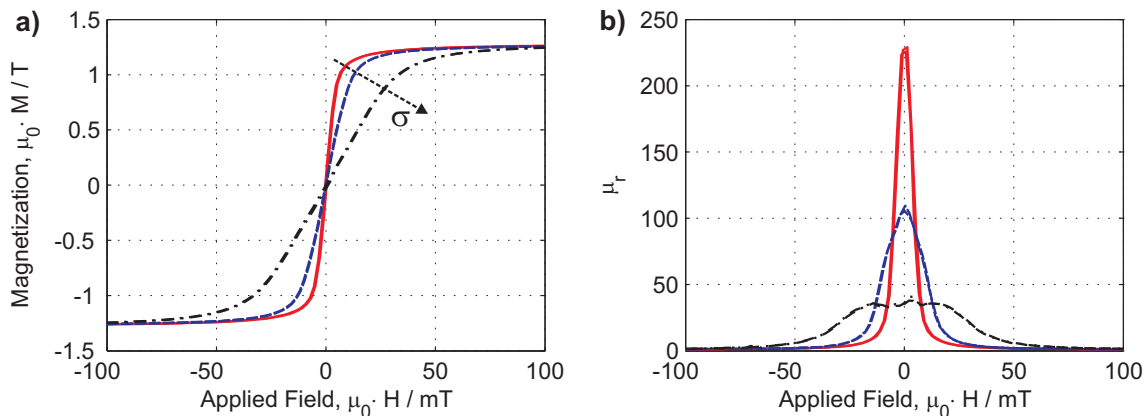


Abbildung 4.5: Magnetische Eigenschaften der Vitroperm-Folie in verschiedenen Spannungszuständen, gemessen im VSM ($\vec{H} \perp \vec{\sigma}$). a) Magnetisierungskurve $M(H)$. Der Pfeil gibt die zunehmende mechanische Spannung σ an. b) Relative Permeabilität μ_r (differentiell berechnet). Aus [E5].

sowohl der Platz als auch das Gewicht des Probenhalters beschränkt sind, war die Integration einer quantitativen Spannungs- und Dehnungsmessung nicht möglich.

Abbildung 4.5 zeigt die gemessenen Magnetisierungskurven $M(H)$ (a) sowie die daraus mittels numerischer Differenziation erhaltenen relativen Permeabilitäten $\mu_r(H)$ (b), jeweils für drei verschiedene Spannungszustände. Der Pfeil σ zeigt dabei die Zunahme der mechanischen Spannung an. Die Steigung der Magnetisierungskurve verringert sich deutlich mit steigendem σ , während die Sättigungsmagnetisierung nahezu unverändert bleibt. Dieses Verhalten wird auch als *Scherung* der Magnetisierungskurve bezeichnet, da die Verringerung der maximalen relativen Permeabilität $\mu_{r,\max}$ mit einer Verbreiterung der näherungsweise glockenförmigen $\mu_r(H)$ -Kurve einhergeht; die Sättigung wird also unter Einfluss von mechanischer Spannung erst bei höheren angelegten Feldstärken erreicht. Ein solcher monotoner Zusammenhang der Scherung der Magnetisierungskurve unter Einfluss mechanischer Spannung bzw. Dehnung wurde bereits anhand von *MOKE*-Messungen (*Magnetooptischer Kerr-Effekt*) gezeigt [E3]. Ebenso wie im Fall des VSM ist es aber auch hier schwierig, eine exakte Messung des Spannungs- und Dehnungszustands der Probe zu realisieren; zusätzlich sind die Messungen mittels MOKE aufgrund der optischen Messmethode auf die Magnetisierung an der Oberfläche der Probe beschränkt.

Die VSM-Messungen wie auch die nachfolgend beschriebenen berührungslosen Messungen fanden in Zusammenarbeit mit Dr. Iulian Teliban und Dr.-Ing. Stefan Chemnitz statt.

4.2.4 Berührungslose Messungen

Der Folienstreifen aus Vitroperm hat verschiedene Eigenschaften, die für das hier gezeigte Rekonstruktionsverfahren vorteilhaft sind: zum einen ist er ferromagnetisch, hat also eine deutlich nichtlineare Magnetisierungskurve, was den Einsatz der Frequenzmischtechnik überhaupt erst möglich macht. Zum anderen ist das Material sehr weichmagnetisch, d. h. es zeigt nur eine sehr geringe magnetische Hysterese und ist leicht zu sättigen, was sich in einem niedrigen Wert des Anisotropiefeldes H_k widerspiegelt.

Die durch die Probe in der Messspule des Systems induzierte Spannung $U(t)$ ist proportional zur Änderung der magnetischen Flussdichte B , wobei hier aufgrund der starren Geometrie des Aufbaus nur die Zeitableitung betrachtet wird. B wiederum ergibt sich aus dem magnetischen Moment m der Probe, das für das Streufeld verantwortlich ist:

$$\begin{aligned} U(t) &\sim \dot{B} \\ &\sim \dot{m} \\ &\sim v \cdot \frac{dM(t)}{dt} \end{aligned} \quad (4.8)$$

v ist dabei das für die Messung effektive Volumen der Probe.

Da das Modell auf dem Frequenzspektrum von $M(t)$ basiert, der Sensor aber gemäß Gleichung 4.8 das Spektrum von $dM(t)/dt$ misst, ist hier eine nähere Betrachtung der Zeitableitung der Fourierreihe erforderlich:

$$\frac{d}{dt}M(t) = \frac{d}{dt} \sum_{n=-\infty}^{\infty} (A_n e^{i2\pi n f t}) = i2\pi f \sum_{n=-\infty}^{\infty} (n \cdot A_n e^{i2\pi n f t}) \quad (4.9)$$

Das gemessene Spektrum wird durch die induktive Erfassung des Signals nicht beeinflusst. Allerdings ist zu beachten, dass die Zeitableitung einen Faktor $i2\pi f$ in jede Komponente der Fourierreihe einbringt. Dies hat zwei Konsequenzen in Bezug auf die Messung: einerseits findet eine Verstärkung um den Faktor $2\pi f$ statt, die folglich linear mit der Frequenz f skaliert, andererseits gehen durch i die Realteile der Amplituden in Imaginärteile über und umgekehrt.

Um diesen beiden Punkten Rechnung zu tragen, werden die gemessenen Spektren durch den Verstärkungsfaktor $2\pi f$ geteilt und die Real- und Imaginärteile getauscht,

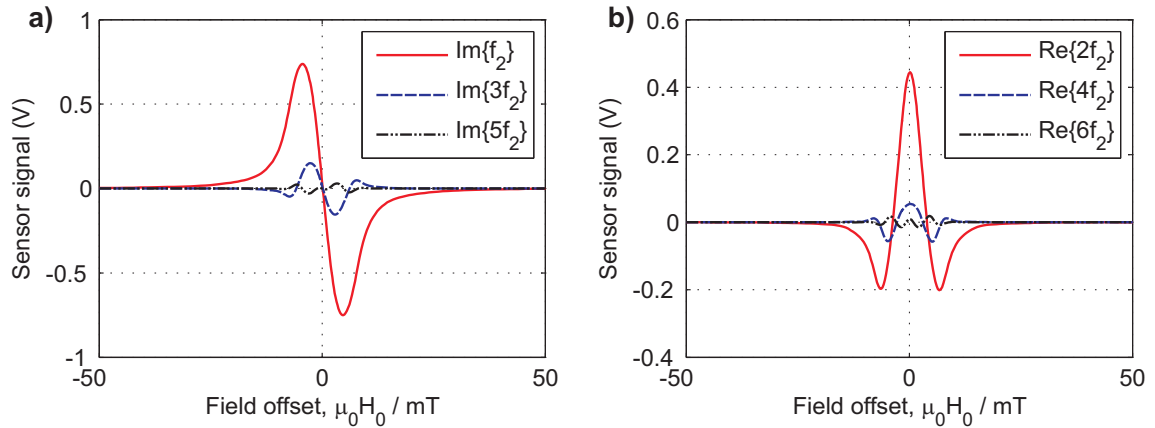


Abbildung 4.6: Mittels Frequenzmischverfahren gemessene Signale bei $\epsilon \approx 0,01\%$ Dehnung. Zu beachten ist, dass durch das induktive Messverfahren die Imaginär- (a) und Realteile (b) der Amplituden gegenüber der Beschreibung in Abschnitt 3.3.3 vertauscht sind. Aus [E5].

so dass sich schließlich das Spektrum von $M(t)$ ergibt. Die Rekonstruktionsgleichungen sind dann:

$$\left. \frac{d^2 M}{dH^2} \right|_{H=H_0} = \frac{1}{\pi v f_2 H_1 H_2} [\text{Im}\{f_2\} + 3 \text{Im}\{3f_2\} + 5 \text{Im}\{5f_2\}] \quad (4.10)$$

$$\left. \frac{d^3 M}{dH^3} \right|_{H=H_0} = -\frac{4}{\pi v f_2 H_1 (H_2)^2} [\text{Re}\{2f_2\} + 4 \text{Re}\{4f_2\} + 9 \text{Re}\{6f_2\}] \quad (4.11)$$

Die Komponenten sind hier gegenüber Gleichung 3.21 bzw. 3.22 abweichend dargestellt: $\text{Im}\{f_1 + f_2\} = \text{Im}\{f_2\}$, $\text{Re}\{f_1 + 2f_2\} = \text{Re}\{2f_2\}$ usw. Dies entspricht der bei der Messung stattfindenden Demodulation mit der Frequenz f_1 . Im Folgenden wird nur Gleichung 4.10 zur Rekonstruktion der Magnetisierungskurve betrachtet, da sie lediglich zwei Integrationsschritte erfordert, um $M(H)$ zu erhalten.

In Abbildung 4.6 sind die gemessenen Amplituden der ersten sechs Frequenzmischkomponenten in Abhängigkeit des Offsetfelds $\mu_0 H_0$ gezeigt. Die Messungen fanden unter einer minimalen Dehnung in Zugrichtung ($\epsilon \approx 0,01\%$) statt, um eine Verfälschung der Messung durch Vibration der Probe im externen Magnetfeld zu vermeiden.

Die Amplituden der Imaginärteile der ungeraden Terme (Abb. 4.6 a) sowie die der Realteile der geradzahigen Terme (b) sind insbesondere um den Nullpunkt herum deutlich von Null verschieden; diese Aufteilung zwischen Real- und Imaginärteilen sowie gerad- und ungeradzahigen Termen entspricht dabei derjenigen in den Gleichungen 4.10 und 4.11. Die Form der Kurven steht in guter Übereinstimmung mit

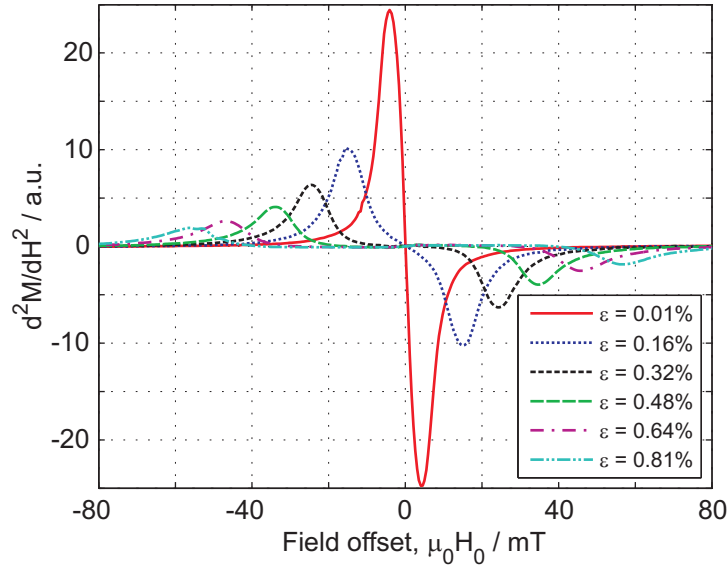


Abbildung 4.7: Zweite Ableitung von $M(H)$ für verschiedene Dehnungszustände, berechnet aus den ersten drei ungeraden Frequenzmischkomponenten nach Gleichung 4.10. Aus [E5].

den Ergebnissen der numerischen Simulation, vgl. Abbildung 4.4 (b) und (c).

Aus den Messwerten der Imaginärteile der ungeraden Terme lässt sich die zweite Ableitung d^2M/dH^2 der Magnetisierungskurve gemäß Gleichung 4.10 berechnen. Abbildung 4.7 stellt die entsprechenden Ergebnisse für verschiedene Dehnungszustände dar. Die angegebenen Werte für ϵ basieren dabei auf dem experimentell bestimmten Elastizitätsmodul der Vitroperm-Folie ($E = 82,5$ GPa) und der während der Messung mit der in den Aufbau integrierten Kraftmessdose ermittelten mechanischen Spannung.

Besonders auffällig ist, dass die Signalstärke und damit auch die daraus errechnete zweite Ableitung der Magnetisierungskurve mit zunehmender Dehnung stark abfallen. Dies wiederum entspricht dem bereits in den VSM-Messungen (Abb. 4.5) gezeigten Verhalten der Probe, da eine Verringerung der Werte für dM/dt gleichzeitig auch mit einer Verringerung von dM/dH einhergeht und umgekehrt.

Die gemessenen Signale werden anschließend numerisch über das Offsetfeld H_0 integriert, um zunächst die Suszeptibilität $\chi = dM/dH$ der Probe zu erhalten; in einem zweiten Integrationsschritt findet dann die Rekonstruktion der eigentlichen Magnetisierungskurve $M(H)$ statt. Dabei wird, da es sich zunächst um ein unbe-

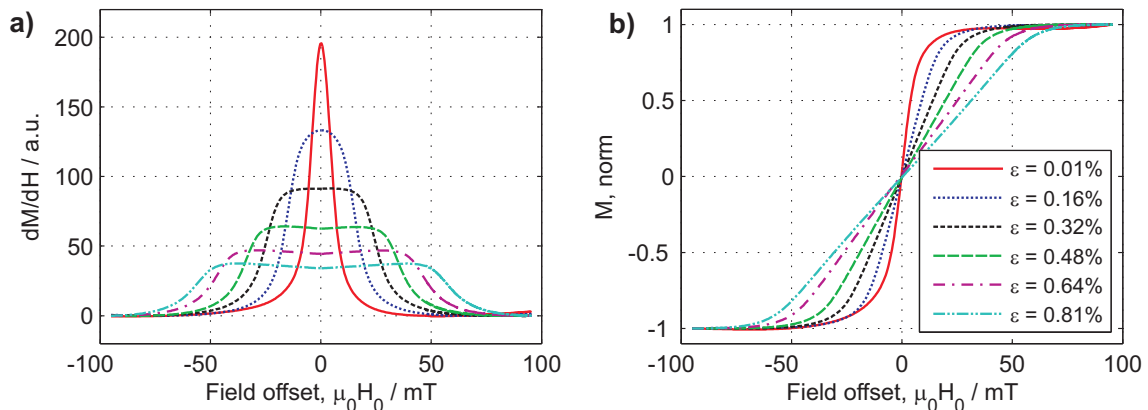


Abbildung 4.8: Rekonstruktion der Magnetisierungskurve der Vitroperm-Folie für verschiedene Dehnungszustände. (a) Suszeptibilität $dM/dH = \int (d^2M/dH^2) dH$, (b) Magnetisierungskurve $M = \iint (d^2M/dH^2) dH$. Aus [E5].

stimmtes Integral handelt, jeweils eine Konstante C' bzw. C'' hinzu addiert:

$$\chi = \frac{d}{dH} M(H) = \int_{H_0} \frac{d^2 M}{dH^2} dH + C' \quad (4.12)$$

$$M(H) = \int_{H_0} \left(\int_{H_0} \frac{d^2 M}{dH^2} dH + C' \right) + C'' \quad (4.13)$$

Die Integration beginnt jeweils beim kleinsten Wert des Offsetfelds, $H_{0,\min}$, und somit in der negativen Sättigung der Probe. Für die erste Integration, die die Suszeptibilität liefert, ist in diesem Punkt $\chi = 0$ anzunehmen, so dass $C' = 0$ gilt. Anders sieht es dagegen im Fall der Magnetisierung $M(H)$ aus, die in negativer Sättigung von Null verschieden erwartet wird. Unter der Annahme, dass negative und positive Sättigungsmagnetisierung betragsmäßig gleich sind ($M_s^- = -M_s^+$), ergibt sich der Wert für C'' :

$$C'' = -\frac{1}{2} [M(H_{0,\max}) - M(H_{0,\min})] \quad (4.14)$$

In Abbildung 4.8 sind die Ergebnisse der Integration für unterschiedliche Dehnungszustände der Probe gezeigt. Da in dem verwendeten Aufbau prinzipbedingt nicht alle Verstärkungen bzw. Abschwächungen des Signals in den verschiedenen elektronischen Komponenten und Geräten ermittelt werden können und zusätzlich das genaue Volumen der Probe, das zur Messung beiträgt, unbekannt bleibt, kann die Rekonstruktion nur in willkürlichen Einheiten erfolgen. Die Methode liefert daher qualitative Informationen über die Form der Suszeptibilität (Abbildung 4.8 a) und der Magnetisierungskurve (b), die aus diesem Grund hier normiert auf $M_s = 1$ darge-

stellt ist. Nichtsdestoweniger kann anhand der rekonstruierten Magnetisierungskurve die Scherung der Magnetisierungskurve unter dem Einfluss der Dehnung gut sichtbar gemacht werden, was sich auch im Vergleich mit den mittels VSM erhaltenen Magnetisierungskurven (Abbildung 4.5 a) zeigt.

Sind das Material der Probe und der Einfluss ihrer Geometrie auf die Messung bekannt, kann zudem durch Wahl geeigneter Verstärkungsfaktoren bei der Rekonstruktion auch eine quantitative Auswertung erfolgen. So weisen beispielsweise die in Abbildung 4.8 (a) dargestellten Suszeptibilitäten in ihrem Maximum dehnungsabhängig Werte im Bereich von 30 bis 200 auf, was wiederum in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen der VSM-Messung (Abb. 4.5 b) steht.

Folglich erscheint eine Kombination beider Verfahren sinnvoll: die Rekonstruktion der Magnetisierungskurve auf Basis des Frequenzmischverfahrens bietet zwar verschiedene Vorteile wie beispielsweise eine leichte Integrierbarkeit sekundärer Mess-techniken wie in diesem Fall der mechanischen Spannung bzw. Dehnung. Um auch eine quantitative Aussage über die gemessenen magnetischen Eigenschaften zu erhalten, ist allerdings der Vergleich mit konventionell gemessenen Referenzwerten erforderlich, wie sie von der Vibrationsmagnetometrie oder vergleichbaren Techniken geliefert werden können.

4.3 Temperaturabhängigkeit

4.3.1 Proben

Für die berührungslosen magnetischen Messungen in Abhängigkeit von der Temperatur wurden Viellagenschichten aus Titannitrid (TiN) und Eisenkobalt (FeCo) verwendet, die somit Hartstoff- bzw. Verschleißschutzeigenschaften haben und gleichzeitig ein ferromagnetisches Verhalten aufweisen. Die Herstellung der Proben fand im Rahmen des gemeinsamen Teilprojekts „Nanostrukturierte magnetische Dünnschicht-Komposite für Anwendungen in der Hochtemperatur-Sensorik“ des Schwerpunktprogramms 1299 „HAUT“ der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) am Institut für Angewandte Materialien des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) statt und wurde von Dr.-Ing. Christian Klever durchgeführt.

Die Viellagenschichten wurden mittels Magnetronspütern auf Siliziumsubstrate mit den Abmessungen $5\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ abgeschieden, die per Laser aus einem $375\text{ }\mu\text{m}$ dicken Wafer mit einseitiger, $1\text{ }\mu\text{m}$ dicker SiO_2 -Schicht geschnitten wurden. Bei der für die Beschichtung genutzten Anlage handelt es sich um eine modifizierte Z550 der Firma Leybold mit vier Positionen (je 2 Plätze für DC- und RF-Sputtern) für runde Targets mit bis zu 150 mm Durchmesser. Zur Herstellung der Viellagenschichten wurden zwei gegenüberliegende Targetpositionen mit entsprechenden Legierungstargets (FeCo und TiN, jeweils 99,9 % Reinheit) bestückt [198].

Vor Beginn des Abscheideprozesses wurden die Substrate zur Entfernung von Adsorbaten 20 min lang im Rezipienten der Sputteranlage in einem RF-Plasma bei -320 V Biasspannung und $5 \cdot 10^{-3}\text{ mbar}$ Druck sputtergeätzt; dieser Prozessschritt fand, wie auch die anschließende Beschichtung, in einer reinen Argon-Atmosphäre statt. Während der Schichtabscheidung wurden das FeCo- und das TiN-Target gleichzeitig betrieben. Die entsprechenden Prozessparameter sind in Tabelle 4.1 zusammengefasst.

	Parameter bei der Abscheidung von	
	FeCo	TiN
Betriebsart	RF	DC
Leistung	250 W	700 W
reflektierte Leistung	$< 10\text{ W}$	—
Druck	$2 \cdot 10^{-3}\text{ mbar}$	

Tabelle 4.1: Sputterparameter der FeCo/TiN Viellagenschichten.

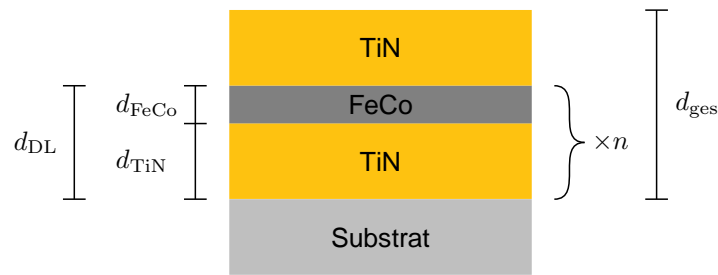


Abbildung 4.9: Schematischer Aufbau der FeCo/TiN Viellagenschichten. Die Gesamtdicke d_{ges} der Schicht setzt sich zusammen aus n Doppellagen mit der Dicke $d_{DL} = d_{FeCo} + d_{TiN}$ und einer Deckschicht aus TiN.

Der Substratteller, auf dem die Substrate in einem vertikalen Abstand von 50 mm von den Oberflächen der Targets platziert waren, wurde nach dem Freisputtern der Targets in Rotation versetzt, so dass die Substrate abwechselnd unter den beiden Targets beschichtet wurden. Die Rotation wurde dabei von einer *speicherprogrammierbaren Steuerung (SPS)*, die auch als „Viellagensteuerung“ bezeichnet wird, unter jedem Target für eine Zeit t gestoppt, wobei für t Werte von 2 s, 1 s und 0 s (d. h. kontinuierliche Rotation) verwendet wurden.

Da die Verweildauer der Substrate unter den beiden Targets jeweils identisch war, lässt sich das Verhältnis d_r der Einzelschichtdicken d_{TiN} und d_{FeCo} zueinander aus dem Verhältnis der Sputterraten R bestimmen. Die Raten wurden im Vorfeld der Beschichtungen mittels Profilometrie zu $R_{TiN} = 0,93$ nm/s und $R_{FeCo} = 0,33$ nm/s bestimmt, so dass sich $d_r = \frac{d_{TiN}}{d_{FeCo}} = 2,81 \approx 3$ ergibt [198].

Die Rotation des Substrattellers und damit auch die Beschichtung wurde mit Erreichen einer nominellen Gesamtschichtdicke d_{ges} von 1000 nm (bzw. 500 nm für eine zweite Serie mit Vergleichsproben) gestoppt. Die Anzahl der Doppellagen für die drei Proben ($t = 2$ s, 1 s und 0 s) beträgt $n = 178$, 204 und 390. Die erste Schicht, die direkt auf die Substratoberfläche abgeschieden wurde, war dabei jeweils eine TiN-Schicht. Um eine Oxidation der obersten FeCo-Schicht an Luft zu verhindern, wurde die Beschichtung zusätzlich mit einer TiN-Deckschicht abgeschlossen, so dass die resultierende Viellagenschicht n Einzellagen aus FeCo und $n + 1$ aus TiN enthält. Der Aufbau solch einer Schicht ist schematisch in Abbildung 4.9 dargestellt.

4.3.2 Charakterisierung der Proben

Zusammensetzung, Schichtaufbau und mechanische Eigenschaften der FeCo/TiN Viellagenschichten wurden von Dr.-Ing. Christian Klever bestimmt und beschrieben [198].

Die Doppellagendicke d_{DL} wurde mit Hilfe der Röntgenreflektometrie (engl. *X-ray reflectometry*, *XRR*) vermessen. Bei den Proben mit $n = 178$ ist $d_{\text{DL}} = 5,5$ nm, bei $n = 204$ und 390 ergeben sich für d_{DL} Werte von $4,3$ nm bzw. $2,6$ nm. Die Einzelschichtdicke von FeCo, d_{FeCo} , liegt bei den letztgenannten Proben damit unter 1 nm [E2].

Proben mit $n = 390$ wurden aus diesem Grund mittels Augerelektronenspektroskopie (*AES*) und Transmissionselektronenmikroskopie (*TEM*) im Hinblick auf ihren schichtartigen Aufbau untersucht. Neben den Proben mit Viellagenschichten wie abgeschieden kamen dabei auch Proben zum Einsatz, die nach der Schichtdeposition 60 min bei 600 °C im Vakuum gegläht wurden. Mit beiden genannten Methoden ließen sich sowohl bei den thermisch behandelten wie auch bei den wie abgeschiedenen Proben einzelne, klar voneinander getrennte Schichten erkennen, deren Abfolge die XRR bestimmte Doppellagendicke $d_{\text{DL}} = 2,6$ nm widerspiegelt [E2].

Die Eignung der verschiedenen Viellagenschichten als Verschleißschicht wurde schließlich durch eine Härteprüfung in einem Nanoindenter ermittelt, wobei jeweils über 16 Einzelmessungen gemittelt wurde. Als Referenz dienten dabei die Härten von magnetrongesputterten Einlagenschichten aus TiN und FeCo mit einer nominellen Dicke von jeweils 1000 nm. Diese weisen eine Härte von $(24,1 \pm 3,6)$ GPa bzw. $(8,1 \pm 0,7)$ GPa auf, so dass sich für die Viellagenschichten gemäß der relativen Anteile von TiN und FeCo ein rechnerischer Vergleichswert von $(19,9 \pm 2,7)$ GPa ergibt. Die an den ungeglühten Proben gemessenen Werte der Nanohärte weichen nur wenig hiervon ab, wie anhand der Auflistung in Tabelle 4.2 ersichtlich ist. Zusätzlich lässt sich die Nanohärte der verschiedenen Viellagenschichten durch die bereits genannte thermische Nachbehandlung signifikant steigern. Exemplarisch dafür ist zusätzlich auch die Nanohärte einer geglähten Probe mit $n = 390$ angegeben, die mit $(29,2 \pm 4,6)$ GPa um 58% über der Härte der entsprechenden ungeglühten Probe liegt [E2].

Doppellagenzahl der Proben	Nanohärte
$(t = 2 \text{ s}) \quad n = 178$	$21,6 \pm 2,3 \text{ GPa}$
$(t = 1 \text{ s}) \quad n = 204$	$18,7 \pm 1,3 \text{ GPa}$
$(t = 0 \text{ s}) \quad n = 390$	$18,5 \pm 1,9 \text{ GPa}$
$(t = 0 \text{ s}) \quad n = 390, \text{ gegläht}$	$29,2 \pm 4,6 \text{ GPa}$

Tabelle 4.2: Nanohärte der FeCo/TiN Viellagenschichten. Die angegebene Härte ist gemittelt aus 16 Einzelmessungen des Nanoindenters, die angegebene Unsicherheit entspricht der Standardabweichung der Messungen. Aus [E2].

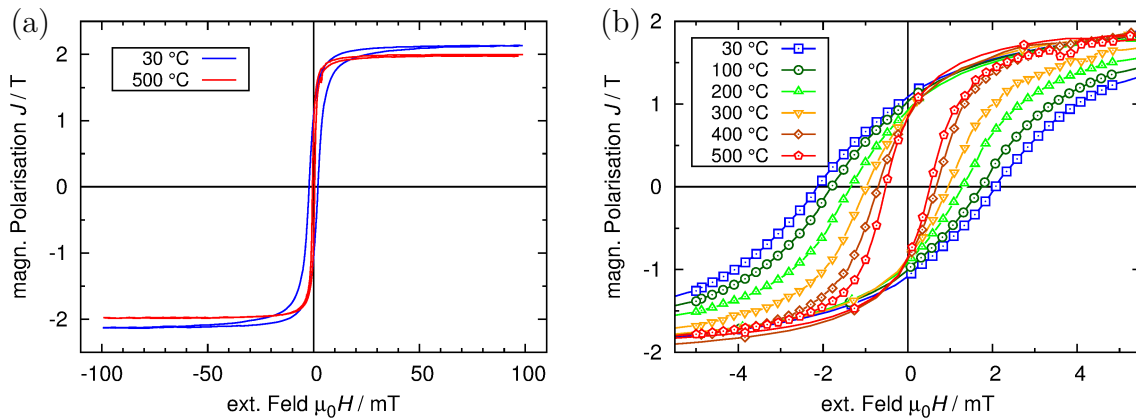


Abbildung 4.10: Magnetisierungskurve einer FeCo/TiN Viellagenschicht mit 1000 nm Gesamtdicke und 178 Doppellagen bei verschiedenen Temperaturen. (a) Gesamter Messbereich ($\mu_0 H_{\max} = 100$ mT) für $T = 30$ °C und 500 °C, (b) Detail für $T = 30$ °C, 100 °C, 200 °C, 300 °C, 400 °C und 500 °C.

Zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung der FeCo/TiN Viellagenschichten wurden VSM-Messungen bei Raumtemperatur (hier: 30 °C) und bei erhöhten Temperaturen an einem LakeShore 7300 durchgeführt. Die Probe wurde dazu in den in Abschnitt 3.2.3 beschriebenen, hochtemperaturfesten Probenhalter geklemmt und nach Einbringen in das VSM so ausgerichtet, dass die Messung *in plane* stattfand. Die Feldschrittweite im zentralen Bereich der Hystereseschleife war auf ca. 40 A/m (0,05 mT) pro Punkt eingestellt, so dass der Kurvenverlauf detailgenau vermessen wurde.

Eine exemplarische Messreihe ist in Abbildung 4.10 anhand der Probe mit 1000 nm Gesamtdicke und 178 Doppellagen ($t = 2$ s) gezeigt. Die Probe zeigt ein deutliches weichmagnetisches Verhalten, das sich mit steigender Temperatur verstärkt. Bei Raumtemperatur beträgt das Koerzitivfeld etwa 1750 A/m (2,2 mT), die Sättigung ist erst oberhalb von 8 kA/m (10 mT) erreicht. Mit steigender Temperatur verkleinert sich das Koerzitivfeld zunehmend und beträgt bei 500 °C nur noch 640 A/m (0,8 mT). Gleichzeitig sinkt auch die Feldstärke, bei der Sättigung eintritt, auf etwa 4 kA/m (5 mT).

Eine Verringerung der Sättigungspolarisation J_s mit steigender Temperatur ist zwar zu beobachten, allerdings ist diese entsprechend der hohen Curie-Temperatur von FeCo nur gering: J_s beträgt bei 30 °C etwa 2,1 T und bei 500 °C noch 1,9 T.

Auch die maximale Suszeptibilität, die im Bereich der Koerzitivfeldstärke auftritt, ändert sich in Abhängigkeit der Temperatur. Da die Sättigungsfeldstärke im

untersuchten Temperaturbereich stärker abfällt als die Sättigungspolarisation, steigt die Suszeptibilität an. Sie beträgt bei Raumtemperatur 900 und steigt auf 4000 bei 500 °C.

4.3.3 Berührungslose Messungen

Die FeCo/TiN Viellagenschichten wurden für berührungslose magnetische Messungen in dem phasensensitiven, heizbaren Frequenzmischaufbau verwendet, der in Abschnitt 3.3.4 beschrieben wurde. Die mit den Modulationsspulen erreichbare Feldstärke von etwa 12 kA/m (15 mT) reicht aufgrund der weichmagnetischen Eigenschaften der Viellagenschichten auch bei Raumtemperatur aus, um die Proben magnetisch zu sättigen. Das Antwortsignal der Probe enthält daher wiederum die charakteristischen Frequenzmischkomponenten.

Um die Phaseninformation aus dem Signal zu extrahieren, wird in diesen Messungen ein digitaler Lock-In Verstärker verwendet. Das Antwortsignal der Probe wird analog den zuvor in Abschnitt 4.1 vorgestellten berührungslosen Messungen digitalisiert und fouriertransformiert. Zusätzlich wird hier jedoch auch ein analoger Ausgang des Lock-In Verstärkers, dessen Pegel mit der vom Verstärker gemessenen Phase verknüpft ist, sowie die über ein Thermoelement gemessene Temperatur des Heizelements erfasst. Alle relevanten Werte liegen so im Messprogramm vor und werden dort verarbeitet.

Wie aus der theoretischen Beschreibung der phasensensitiven Messmethode in Abschnitt 3.3.4 ersichtlich ist, hat die Amplitude des Modulationsfelds, \widehat{H}_2 , wesentlichen Einfluss auf die in diesem Verfahren gemessene Phase. Bei den im Folgenden dargestellten Messungen ist daher auch immer die jeweilige Modulationsamplitude mit angegeben.

Die Messung des Phasenwinkels basiert auf einer Bestimmung des Laufzeitunterschieds ($t_2 - t_1$ in Abbildung 3.17) zwischen der anregenden Schwingung und dem demodulierten Antwortsignal der Probe. Die Laufzeit des Signals durch die dazwischenliegenden Komponenten ist jedoch unbekannt, daher kann in diesem Messverfahren prinzipbedingt nur eine Veränderung der Phase relativ zu einem gewählten Nullwert, also eine Phasendifferenz, erfasst werden. Dies unterscheidet die Messung von der zum Vergleich verwendeten Simulation, bei der keine unbekanntes Laufzeiten vorhanden sind und somit absolute Phasenwinkel bestimmt werden können.

Für die phasensensitiven Messungen an FeCo/TiN Viellagenschichten wurde die Phase bei Raumtemperatur als Referenzwert gewählt. Alle weiteren gemessenen Phasenwinkel werden als Phasendifferenz zu dieser Referenz dargestellt. Für drei verschiedene Modulationsamplituden $\mu_0 \widehat{H}_2$ von 4,6 mT, 7,6 mT und 10,6 mT wurden jeweils Temperaturrampen von Raumtemperatur bis zu 500 °C mit 3 K/s gefahren

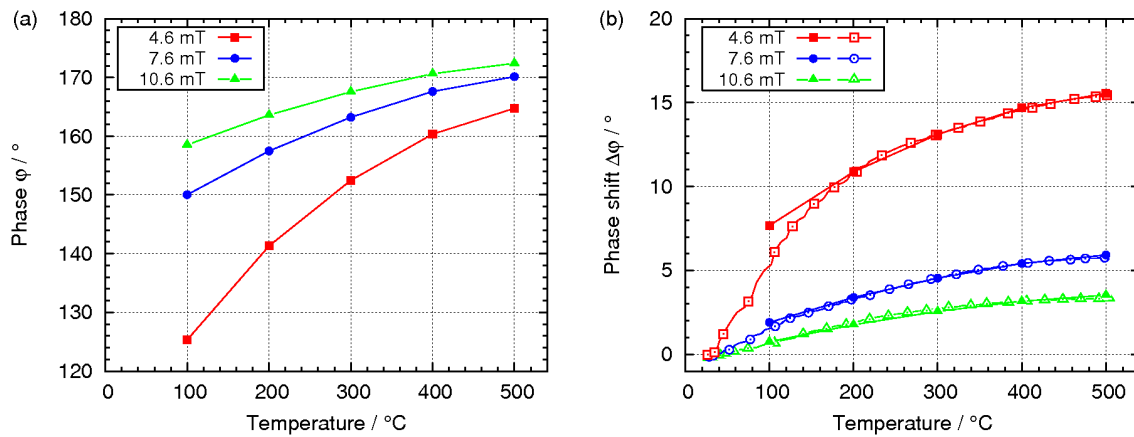


Abbildung 4.11: Phasenwinkel aus der Simulation des phasensensitiven Messverfahrens (a) und im Vergleich zwischen Simulation und Messung (b). Geschlossene Symbole kennzeichnen simulierte Phasenwinkel, offene Symbole solche aus der Frequenzmischmessung. Gezeigt ist jeweils der Verlauf für drei verschiedene Amplituden des Modulationsfelds ($\mu_0 \hat{H}_2 = 4,6 \text{ mT}$, $7,6 \text{ mT}$ und $10,6 \text{ mT}$). Aus [E7].

und gleichzeitig die Phase aufgenommen. In Abbildung 4.11 (b) sind die entsprechenden Messwerte mit offenen Symbolen dargestellt.

Die höchste Phasendifferenz wird bei Verwendung der niedrigsten Modulationsamplitude von $4,6 \text{ mT}$ gemessen, die niedrigste Phasendifferenz bei der höchsten Amplitude ($10,6 \text{ mT}$). Dieses Verhalten entspricht der im Modell der phasensensitiven Messung beschriebenen inversen Abhängigkeit zwischen Modulationsamplitude und Phase.

Mit sinkender Amplitude verschlechtert sich das Signal-Rausch-Verhältnis zunehmend bis hin zum vollständigen Ausfall der Frequenzmischkomponenten bei nicht mehr ausreichender Modulation des Signals. Die Wahl einer geeigneten Modulationsamplitude erfordert daher einen Kompromiss, um einerseits ein ausreichendes Signal-Rausch-Verhältnis zu gewährleisten und andererseits eine hohe Phasendifferenz zu erhalten.

Zum Vergleich mit dem Messwerten wurden die Ergebnisse der Simulation der phasensensitiven Messung genutzt. Hierzu wurden zunächst per VSM Magnetisierungskurven der FeCo/TiN Viellagenschichten bestimmt, die jeweils gerade die Hystereseschleife bis zu den in der Messung verwendeten Modulationsamplituden von $4,6 \text{ mT}$, $7,6 \text{ mT}$ und $10,6 \text{ mT}$ angeben. Diese Magnetisierungskurven wurden linearisiert und als Basisdaten in die Simulation eingebracht, so dass die wesentlichen Kennwerte der dort berechneten Magnetisierungsverläufe denen der realen Proben entsprechen.

Die simulierten Phasenwinkel sind in Abbildung 4.11 (a) gezeigt. Es ist deutlich erkennbar, dass auch hier bei niedrigen Modulationsamplituden die höchste Variation der Phase vorkommt. Allerdings haben die simulierten Phasen, da es sich um absolute Winkel handelt, keine gemeinsame Referenz, so dass sich die Anordnung der Phasen im Diagramm entsprechend verschoben darstellt. Dabei fällt auf, dass die Phasen für hohe Temperaturen einem ähnlichen Grenzwert zuzustreben scheinen. Da sich die Breite der Hysterese der FeCo/TiN Viellagenschichten mit steigender Temperatur immer weiter verringert, entspräche dieser Grenzwert einer Magnetisierungskurve ohne Hysterese. Betrachtet man die simulierten Phasen ausgehend von diesem Punkt, so ist deren Verlauf für die verschiedenen Modulationsamplituden sofort ersichtlich: für große Amplituden spielt die zu niedrigen Temperaturen hin ansteigende Hysteresebreite nur eine geringe Rolle, so dass die Phasenverschiebung entsprechend niedrig ausfällt. Im Falle kleiner Amplituden dagegen wird der Effekt einer verbreiterten Hysterese deutlich größer.

Zum direkten Vergleich der simulierten und der gemessenen Phasenwinkel müssen folglich geeignete Referenzwerte für die simulierten Phasen gewählt werden. Zusätzlich ist ein empirisch ermittelter Faktor von 4,8 erforderlich, da die Simulation um diesen Betrag höhere Phasendifferenzen liefert als die Messungen. Der Faktor ist für alle betrachteten Modulationsamplituden gleich und wird somit zur Kalibrierung des Messverfahrens genutzt. Da für niedrige Temperaturen das Signal-Rausch-Verhältnis zunimmt, werden die Referenzwerte so gewählt, dass die Phasendifferenzen bei der maximalen Temperatur übereinstimmen. Wie in Abbildung 4.11 (b) ersichtlich ist, stimmt der Verlauf der Phasen weitgehend zwischen Simulation und Experiment überein. Lediglich im Fall der niedrigsten Modulationsamplitude gibt es bei niedrigen Temperaturen erkennbare Abweichungen. Der Grund hierfür ist das schlechte Signal-Rausch-Verhältnis sowie die geringere Übereinstimmung der stark abgerundeten Form der realen Magnetisierungskurve mit der linearisierten Kurvenform der Simulation.

Zur Bewertung der Messgenauigkeit wurde die zeitliche Variation der gemessenen Phase bei den verschiedenen Modulationsamplituden sowie in Abhängigkeit der Temperatur erfasst. Aus den Messwerten, die in Abbildung 4.12 (a) dargestellt sind, ist ersichtlich, dass sich zwei Effekte negativ auf die Erfassung der Phase auswirken können. Zum einen ist bei niedrigen Temperaturen und niedriger Modulationsamplitude das Signal-Rausch-Verhältnis ungünstig niedrig, so dass bei diesen Parametern hohe Variationen der Phase auftreten. Zum anderen treten auch bei hohen Temperaturen und hohen Modulationsamplituden starke Schwankungen der gemessenen Phase auf. Dies lässt sich wiederum durch eine Betrachtung des der Messung zugrunde liegenden Modells begründen: in der Kombination aus hoher Modulationsamplitude und niedriger Hysteresebreite wird der für die Signalerzeugung relevante

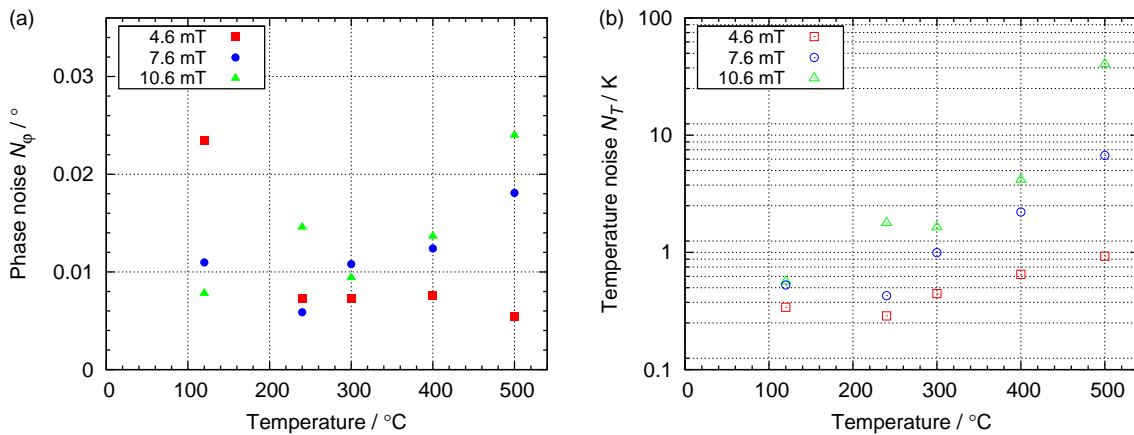


Abbildung 4.12: (a) Schwankung der gemessenen Phase in Abhängigkeit der Temperatur und der Modulationsamplitude. (b) Berechnung der entsprechenden Temperaturschwankung anhand der Phasenschwankung und der Steigung der temperaturabhängigen Phasendifferenz. Aus [E7].

Bereich der Magnetisierungskurve in sehr kurzer Zeit durchlaufen. Da die Phasemessung allerdings auf einer Zeitdifferenz beruht, lässt sich diese hier nicht so präzise ermitteln, wie dies bei niedrigerer Amplitude oder größerer Hysteresebreite der Fall ist.

Das Bild ändert sich allerdings noch etwas, wenn man zusätzlich zur reinen Schwankung des gemessenen Phasenwertes noch die Steigung der Phase gegenüber der Temperatur (aus den Kurven in Abbildung 4.11 b) am jeweiligen Punkt mit betrachtet. Multipliziert man beide Werte miteinander, so erhält man eine Abschätzung für die Schwankung der gemessenen Temperatur, wie sie in Abbildung 4.12 (b) zu sehen ist. Hier wird deutlich, dass die hohen Phasenschwankungen teilweise, nämlich im Fall der niedrigen Temperaturen und Modulationsamplituden, durch die dort sehr hohe Steigung wieder ausgeglichen werden können. Während für die Amplituden 7,6 mT und 10,6 mT mit steigenden Temperaturen die Schwankungen stark zunehmen, bleiben sie bei 4,6 mT für alle gemessenen Temperaturen unter 1 K.

4.4 Abgrenzung der Effekte

Die beschriebenen Messverfahren basieren jeweils auf der Methode der Frequenzmischung. Die Antwortsignale werden jedoch unterschiedlich ausgewertet, so dass die Verfahren letztendlich verschiedene magnetische Effekte ausnutzen. Eine entsprechende, mehrfache bzw. parallele Verarbeitung der Signale kann daher die Trennung der zunächst gemeinsam aufgenommenen Messwerte voneinander ermöglichen. Die Querempfindlichkeiten, die dabei zu beachten sind, werden in den folgenden zwei Abschnitten im Hinblick auf zwei konkrete Messszenarien diskutiert.

4.4.1 Trennung von Materialmenge und Temperatur

Zunächst sollen an dieser Stelle die beiden in den Abschnitten 3.3.2 bzw. 4.1 sowie 3.3.4 bzw. 4.3 behandelten Messverfahren betrachtet werden, d. h. die Trennung zwischen der Bestimmung der Menge des magnetischen Materials und der Temperaturmessung.

Die Menge des magnetischen Sensormaterials geht – zusammen mit seiner Magnetisierung M – in das magnetische Moment m des Sensors ein und wirkt sich infolgedessen unmittelbar auf die gemessenen Signalamplituden der Frequenzmischkomponenten aus. Dieser Effekt wird bereits in verschiedenen Messverfahren angewandt; dazu gehören beispielsweise die in Abschnitt 2.3.4 beschriebenen Messverfahren zur Erfassung und Quantifizierung magnetischer Partikel [121, 142].

Wie in Abschnitt 4.1.3 anhand der Messergebnisse des Verfahrens zur Bestimmung der Menge des magnetischen Materials gezeigt wurde, können die Signalamplituden durch Betrachtung einer geeigneten errechneten Größe, die beispielsweise auf den ersten vier geraden Vielfachen der Modulationsfrequenz beruht, in einen im Bereich einiger Millimeter abstandsunabhängigen Wert umgewandelt werden. Die Größe dieses Quotienten A spiegelt dabei weiterhin die magnetische Materialmenge innerhalb des Sensormaterials wieder und kann somit als Messwert hierfür verwendet werden.

Im Gegensatz dazu nutzt die in Abschnitt 3.3.4 vorgestellte Methode zur Bestimmung der Temperatur der magnetischen Schicht die Phasenlage des Antwortsignals. Die Frequenzmischkomponenten werden nur in den Bereichen der Magnetisierungskurve generiert, in denen die Suszeptibilität $\chi \neq 0$ ist. Im Fall einer realen $M(H)$ Kurve und bei Betrachtung der Komponente $f_1 + 2f_2$ wird die gemessene Phase im wesentlichen durch die maximale Suszeptibilität bestimmt, die meist im Bereich der Koerzitivfeldstärke H_c vorliegt. Die Phase der Frequenzmischkomponente spiegelt somit in etwa die Hysteresebreite der Magnetisierungskurve wieder. Die Temperaturabhängigkeit der Phase ergibt sich folglich aus der thermisch bedingten Änderung

der Koerzitivfeldstärke bzw. der Feldstärke, bei der die maximale Suszeptibilität vorliegt.

Das magnetische Moment in Sättigung und damit auch die Amplitude des Antwortsignals haben dagegen nur minimale Auswirkung auf die Phase der Frequenzmischkomponenten. Die beiden Messverfahren zur Bestimmung der Menge des magnetischen Materials und dessen Temperatur können daher als unabhängig voneinander betrachtet werden.

4.4.2 Trennung von mechanischer Spannung und Temperatur

Die in Abschnitt 4.3.2 gezeigte temperaturabhängige Magnetisierungskurve einer FeCo/TiN Viellagenschicht (Abbildung 4.10) macht deutlich, dass eine Änderung der Temperatur neben der Koerzitivfeldstärke H_c auch die Steigung der Magnetisierungskurve, also die Suszeptibilität χ bzw. die relative Permeabilität μ_r , beeinflussen kann.

Eine derartige Scherung der Magnetisierungskurve kann jedoch auch durch die Einwirkung einer äußeren Kraft auf die Probe hervorgerufen werden, da sich der mechanische Spannungszustand über den Villari-Effekt ebenfalls auf die Permeabilität auswirkt. Diese Wechselwirkung wird in vielen Messtechniken zur Spannungs- oder Dehnungsmessung an magnetischen Materialien angewandt. Drei solche Messtechniken, die jeweils auf dem Frequenzmischverfahren beruhen, sollen hier näher betrachtet werden: der Reifensensor (Abschnitt 2.3.3), das Rekonstruktionsverfahren (Abschnitt 3.3.3 bzw. 4.2) und die sogenannte *Minima-Methode* [197].

Reifensensor

Im Fall des Reifensensors sorgt die durch den Villari-Effekt bedingte Änderung der Permeabilität des drahtförmigen Sensormaterials für eine Änderung der Amplituden der verschiedenen Frequenzmischkomponenten. Eine Steigerung der Permeabilität bewirkt dabei im Fourierspektrum ein verstärktes Auftreten höherer Frequenzen, d. h. die Amplituden der Harmonischen klingen mit steigender Frequenz weniger stark ab. Zwei Hochpassfilter werden für die Summation der Frequenzmischkomponenten verwendet, wobei die Grenzfrequenzen der Filter gerade so gewählt werden, dass ein Vergleich der hohen Harmonischen ($f \geq 6f_{\text{mod}}$) mit der als Referenzwert gebildeten Summe aller Harmonischen ($f \geq 2f_{\text{mod}}$) möglich ist. Durch die Division dieser beiden Summensignale ergibt sich ein in einem weiten Bereich abstandsunabhängiger Wert, der als Maß für die auf das Sensormaterial wirkende mechanische Spannung dient [129].

Rekonstruktionsverfahren

Das in dieser Arbeit vorgestellte Verfahren zur Rekonstruktion der Magnetisierungskurve gehört ebenfalls zu den Messtechniken, für die die inverse Magnetostraktion relevant ist. Wie in Abschnitt 4.2.4 beschrieben liefert die Rekonstruktion aus verschiedenen Gründen keine quantitativen Informationen über die Magnetisierungskurve, ist aber in der Lage, deren Form abzubilden. Dementsprechend kann das Rekonstruktionsverfahren beispielsweise eine Scherung der Magnetisierungskurve eines Materials (Abbildung 4.8 b) und damit auch den Villari-Effekt gut darstellen [E5, E6].

Minima-Methode

Eine weiteres Messverfahren, das auf Basis der Frequenzmischung den Spannungszustand einer magnetostriktiven Probe bestimmen kann, wurde in der Dissertation von Dr.-Ing. Christoph Bechtold beschrieben [197]. Es eignet sich besonders für Materialien, die eine Magnetisierungskurve aufweisen, die abschnittsweise in guter Näherung linear verläuft; ein Beispiel hierfür findet sich auf Seite 45 in Abbildung 2.32 (a).

Wird eine solche Magnetisierungskurve durch das Modulationsfeld durchlaufen, so treten die Bereiche hoher Suszeptibilität im zeitlichen Verlauf in der Form eines Rechtecksignals auf, wobei die Amplitude des Rechtecks und besonders auch sein Tastverhältnis bedingt durch den Villari-Effekt in Abhängigkeit von der mechanischen Spannung variieren. Das Signal weist als Grundfrequenz das Doppelte der Modulationsfrequenz auf ($2f_2$); zusätzlich treten im Fourierspektrum, da es sich um eine asymmetrische Rechteckfunktion handelt, nicht nur die ungeraden, sondern auch die geraden Vielfachen dieser Grundfrequenz auf. Wie leicht erkennbar ist, handelt es sich dabei um die Frequenzmischkomponenten $2f_2$, $4f_2$, $6f_2$ usw. [E3].

Bei bestimmten Tastverhältnissen, z. B. $1 : 1$, $1 : 2$, $1 : 3$ oder $2 : 3$, verschwinden einzelne oder mehrere dieser Harmonischen im Frequenzspektrum. Diese charakteristischen Minima lassen sich auch anhand des Frequenzmischsignals beobachten, wobei das Tastverhältnis sich hier aus der Anisotropiefeldstärke H_k des Materials und der Modulationsamplitude \widehat{H}_2 ergibt. Dementsprechend kann, wenn sich aufgrund der inversen Magnetostraktion H_k ändert, durch eine Anpassung von \widehat{H}_2 das vorherige Tastverhältnis wiederhergestellt werden. Wird auf diese Weise durch Beibehaltung des Tastverhältnisses eines der Minima „verfolgt“, so erhält man anhand von der Modulationsamplitude \widehat{H}_2 Informationen über den Spannungszustand des Materials. Das Messverfahren wird daher auch als Minima-Methode bezeichnet [197, E3, E12].

Kombinationen mit dem phasensensitiven Verfahren

Alle drei genannten Verfahren betrachten die Spannung des jeweiligen Sensormaterials anhand der Scherung der Magnetisierungskurve. Bei Verwendung eines Materials, das zusätzlich eine Abhängigkeit des Anisotropiefeldes H_k mit anderen Größen wie beispielsweise der Temperatur aufweist, liegt somit eine Querempfindlichkeit vor. Um diese zu umgehen und eine Trennung zwischen der Messung der mechanischen Spannung und der Temperatur mittels Frequenzmischung zu ermöglichen, bietet sich das in den Abschnitten 3.3.4 und 4.3 beschriebene phasensensitive Messverfahren an.

Phasensensitives Verfahren und Reifensensor

Der Reifensensor verwendet Hochpassfilter, um die Frequenzmischkomponenten auszuwerten. Da diese keine Phasenabhängigkeit aufweisen, ist hier keine gegenseitige Beeinflussung der für die jeweilige Messung genutzten Effekte zu erwarten und eine Kombination der beiden Methoden scheint möglich. Problematisch ist hierbei allerdings die Anforderung des Reifensensors an das Sensormaterial: aufgrund des teilweise großen Abstands zur Modulationsspule muss auch bei sehr niedrigen Feldstärken noch zuverlässig die magnetische Sättigung erreicht werden; die Anisotropiefeldstärke und dementsprechend auch die Hysteresebreite des verwendeten Materials sind daher äußerst gering. Bei einer parallelen Messung von z. B. der Temperatur mit Hilfe des Phasenverfahrens böte ein solches Material somit nur eine schlechte Auflösung und geringe Genauigkeit. Zusätzlich würde bei einem Aufbau ähnlich dem des Reifensensors die Auswertung der Phase durch die wiederholte Änderung des Abstands zwischen Sensor und Modulationsspule erschwert, da die effektive, am Sensor vorliegende Modulationsamplitude in die Berechnung des Phasenwinkels mit eingeht.

Phasensensitives Verfahren und Rekonstruktionsverfahren

Im Messverfahren zur Rekonstruktion der Magnetisierungskurve werden die Frequenzmischkomponenten komplex ausgewertet und als Real- und Imaginärteile weiter verarbeitet. Die Phase geht hier folglich unmittelbar in die Messung ein, so dass bei der Nutzung von Probenmaterialien mit temperaturabhängiger Hysteresebreite eine ausgeprägte Querempfindlichkeit zu erwarten ist, die zusätzlich zu der ohnehin vorhandenen Beeinflussung des Messsignals durch die Scherung der Magnetisierungskurve auftritt. Die im phasensensitiven Verfahren gemessene Temperatur müsste hier folglich zur Korrektur der in die Rekonstruktion eingehenden komplexen Amplituden der Frequenzmischkomponenten verwendet werden. Darüberhinaus

kann bei derartigen Materialien der Effekt der permanenten Permeabilität μ_{rec} nicht mehr vernachlässigt werden, so dass sich ein zusätzlicher Fehler der rekonstruierten Magnetisierungskurve ergibt. Unter diesen Gesichtspunkten erscheint eine Kombination aus Rekonstruktionsverfahren und phasensensitiver Messung zwar nicht ausgeschlossen, aber aufgrund der vielfältigen Wechselwirkungen zwischen beiden Messtechniken nur schwer realisierbar zu sein.

Phasensensitives Verfahren und Minima-Methode

Auch bei der Minima-Methode wurden quasi-hysteresefreie Materialien für die Dehnungsmessung eingesetzt; eine Beeinflussung der gemessenen Amplituden der Frequenzmischkomponenten durch μ_{rec} ist daher bei Verwendung von hysteresebefahrenen Probenmaterialien nicht ausgeschlossen. Vorteilhaft ist hier allerdings, dass die Messung der Dehnung anhand der Modulationsamplitude $\widehat{H}_{2,\text{min}}$ erfolgt, bei der eines der charakteristischen Minima auftritt. Diese Minima sind sehr scharf, d. h. schon eine geringe Abweichung ΔH von $\widehat{H}_{2,\text{min}}$ erzeugt einen deutlichen Anstieg der Amplitude des Frequenzmischsignals. Die Steilheit dieses Anstiegs und die Amplituden abseits des jeweiligen Minimums haben dabei für die Messung nur eine untergeordnete Bedeutung, so dass nur geringe Wechselwirkungen zwischen einer temperaturbedingten Änderung der Hysteresebreite und der Dehnungsmessung mittels Minima-Methode zu erwarten sind.

Umgekehrt erfordert die Kombination dieser beiden Verfahren jedoch eine Anpassung auf Seiten des phasensensitiven Verfahrens, da bei einer Minimierung der Frequenzmischkomponenten kein ausreichender Signalpegel für eine präzise Messung der Phase zur Verfügung steht. Die Minima-Methode und das phasensensitive Messverfahren können daher nicht gleichzeitig auf der gleichen Frequenz beziehungsweise mit der gleichen Harmonischen arbeiten. Die Verwendung unterschiedlicher Frequenzmischkomponenten ist jedoch möglich, sofern keine Minima in beiden Frequenzen parallel auftreten, wie es beispielsweise bei $4f_2$ und $8f_2$ der Fall sein kann [E3].

Desweiteren wird die erste Harmonische, $2f_2$, im Minima-Messverfahren nicht genutzt. Es handelt sich hierbei um die Grundfrequenz, d. h. die Amplitude dieser Frequenzmischkomponente wird nicht minimiert, solange noch eine Modulation stattfindet. Sofern diese Beschränkungen bei der Auswahl der jeweiligen Arbeitsfrequenzen beachtet werden, erscheint eine Kombination von Minima-Methode und phasensensitivem Verfahren und damit eine Trennung der temperatur- und spannungsinduzierten Änderungen im Frequenzmischsignal machbar.

5 Abschließende Diskussion und Ausblick

5.1 Verschleißschutzschichten

Im Bereich der spanenden Bearbeitung sind Verschleißschutzschichten auf der Basis von Hartstoffen aus vielen Prozessen nicht mehr wegzudenken. Entsprechend weit gefächert und vielfältig ist die Palette der unterschiedlichen Materialien, die von verschiedensten Carbiden, Nitriden und Oxiden über Keramiken bis hin zu superharten Beschichtungen wie künstlichen Diamanten reicht [1].

Beschichtungen aus Titannitrid (TiN) sind bei der Zerspaltung vieler gängiger Werkstoffe anwendbar. Sie können mittels chemischer oder physikalischer Gasphasenabscheidung (CVD bzw. PVD) direkt auf der Oberfläche des Werkzeugs abgeschieden werden, wobei aufgrund der höheren Prozesstemperaturen die CVD-Abscheidung vornehmlich bei Hartmetallsubstraten eingesetzt wird. Die PVD-Abscheidung wiederum kann auch bei niedrigerer Prozesstemperatur erfolgen, so dass hiermit beispielsweise auch Werkzeuge aus Schnellarbeitsstahl (HSS) beschichtet werden können [11].

Neben der Anforderung an hohe mechanischen Stabilität der Schutzschichten ist auch die thermische Belastung enorm. Die drei Größen Verschleiß, Reibung und Temperatur bilden dabei eine Art Teufelskreis, der im Laufe des Bearbeitungsprozesses zu einer stetig sinkenden Qualität des Werkstücks führt und somit auch die Produktivität verringert. Eine kontinuierliche Überwachung nicht nur des Verschleißzustands eines Werkzeugs, sondern auch seiner Temperatur, ist daher Gegenstand zahlreicher Forschungsarbeiten [40–42, 66, 67].

In beiden Teilbereichen der Werkzeugüberwachung lässt sich zwischen online- und offline-Verfahren unterscheiden. Bei letzteren muss die Bearbeitung für die Verschleiß- bzw. Temperaturmessung unterbrochen werden, so dass die Produktivität bei Verwendung eines solchen Überwachungsverfahrens generell verringert wird. Im Fall der offline-Verschleißüberwachung ist zusätzlich der zeitlich punktuelle Charakter der Messung von Nachteil, da kritische Fehler am Werkzeug unter Umständen erst zu spät, d. h. nach einer Beschädigung des Werkstücks, erkannt werden. Eine

automatisierte Verschleißmessung mit hoher Frequenz kann die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten eines spontanen, katastrophalen Fehlers zwar verringern, jedoch bleibt immer ein Restrisiko bestehen [45].

Bei online-Verfahren dagegen findet die Auswertung im laufenden Prozess statt, so dass eine kontinuierliche Überwachung möglich ist. Der Verschleißzustand des Werkzeugs kann etwa anhand der auftretenden Kräfte, Beschleunigungen, Vibrationen oder anderer Messgrößen abgeschätzt werden. Teilweise sind Aufnehmer für geeignete Messwerte wie beispielsweise die Spindeldrehzahl oder die Ströme der Antriebsmotoren auch ohne eine vorhandene Verschleißüberwachung schon in ein Bearbeitungssystem integriert, da die entsprechenden Größen als Ist-Werte in Regelprozesse innerhalb der Prozesssteuerung eingehen [58].

Die Verwendung derartiger Messwerte für eine Verschleißmessung ist jedoch nicht trivial. Die Messgrößen stehen nur in einem indirekten Zusammenhang mit dem Verschleißzustand des Werkzeugs, so dass zahlreiche Querempfindlichkeiten auftreten können. Um diese auszuschließen, ist daher bei den meisten online-Verfahren zur Verschleißmessung eine aufwändige Auswertung und Nachbearbeitung der erfassten Daten notwendig [53].

Eine Messung der Werkzeugtemperatur kann ebenfalls online erfolgen. Vielfach werden dabei Thermokontakte eingesetzt, optische Verfahren wie Pyrometrie oder Infrarotfotografie sind aber ebenso geeignet [66]. Die Messverfahren erfordern in den meisten Fällen eine tiefgreifende Anpassung des Bearbeitungsprozesses, beispielsweise indem Werkzeuge verwendet werden, die speziell geformt oder mit Thermokontakten präpariert sind. Ein produktiver Prozess ist mit dieser Methode der Werkzeugüberwachung daher kaum realisierbar. Dementsprechend beschränkt sich die online-Temperaturmessung am Werkzeug üblicherweise auf einzelne Versuche oder kleine Versuchsreihen an realen Bearbeitungssystemen; alternativ finden derartige Untersuchungen von vornherein an speziell ausgerüsteten Versuchsaufbauten statt [73].

5.2 Frequenzmischverfahren

Bei der Frequenzmischung handelt es sich um ein Messverfahren, das in vielen Bereichen wie beispielsweise bei der Charakterisierung von Halbleitern und elektronischen Bauteilen [122, 127] eingesetzt wird. Auch optische Eigenschaften von Nanopartikeln oder Graphen können mittels Frequenzmischung untersucht werden [124, 126].

Um das Frequenzmischverfahren anwenden zu können, muss das zu vermessende Objekt gegenüber zwei anregenden Wechselfeldern mit den Frequenzen f_1 und f_2 das Verhalten eines Mischers aufweisen, d. h. seine Transferfunktion muss nichtline-

ar sein. Aufgrund dieser Nichtlinearität entstehen im Antwortsignal die sogenannten Frequenzmischkomponenten, die bei charakteristischen Frequenzen wie etwa $f_1 + 2f_2$ auftreten. Die Auswertung dieser Frequenzmischkomponenten ermöglicht beispielsweise eine quantitative Erfassung von magnetischen Partikeln in einer Lösung, bei der das Messsignal über mehrere Größenordnungen hinweg linear mit der Konzentration der Partikel verknüpft ist. Basis hierfür ist das hohe Signal-Rausch-Verhältnis des Messverfahrens, das sich ähnlich wie bei der Lock-In Technik aus der schmalbandigen Detektion bei spezifischen Frequenzen ergibt [121].

Im Bereich magnetischer Materialien ist die Transferfunktion die Magnetisierungskurve $M(H)$, die Bedingung der Nichtlinearität ist dementsprechend bei ferro- und superparamagnetischen Materialien erfüllt. Da $M(H)$ im Allgemeinen punktsymmetrisch ist, kommt es zu einer Verdoppelung der Modulationsfrequenz f_2 im Antwortsignal. Dies führt zu einer besonderen Selektivität der Messmethode: Materialien, die sich zwar im Messbereich des Frequenzmischsensors befinden, aber – mindestens bis zur maximalen Feldstärke des verwendeten Modulationsfelds – eine lineare Magnetisierungskurve haben, generieren keine Frequenzmischkomponenten [140].

Die Verwendung weichmagnetischer Materialien erlaubt wiederum kleine Modulationsamplituden, und damit die Abtrennung nicht nur von dia- und paramagnetischen Anteilen in der Umgebung, sondern auch von harten Ferromagneten. Dies ist insbesondere dann von Vorteil, wenn ein auf dem Frequenzmischverfahren basierender, magnetischer Sensor in der Nähe von weiteren magnetischen Bauteilen beispielsweise aus Stahl betrieben werden soll, oder wenn ein weichmagnetisches Sensormaterial als Beschichtung auf einem magnetischen Substrat vorliegt.

In Kombination mit magnetostriktiven Materialien lassen sich unter Ausnutzung des Villari-Effekts verschiedene Frequenzmisch-Messverfahren realisieren, die eine Messung der mechanischen Spannung erlauben. Der in Abschnitt 2.3.3 beschriebene Reifensensor [129] und die sogenannte Minima-Methode [E3] sind Beispiele für solche Verfahren. Daneben wurden in Abschnitt 3.3 drei weitere Messmethoden dargestellt, die jeweils auf dem Frequenzmischverfahren beruhen und magnetische Sensormaterialien berührungslos auslesen können.

Bestimmung der Menge des magnetischen Materials

Bei der ersten dieser drei Methoden ist es das Ziel, die Menge des magnetischen Materials in einer dünnen, schichtartigen Probe zu bestimmen. Ein besonderes Augenmerk liegt dabei auf der Unabhängigkeit des Messsignals von der Distanz zwischen der Probe und dem verwendeten Spulensystem, da sowohl die Distanz als auch die Materialmenge sich auf die Amplituden der für die Messung genutzten Frequenzmischkomponenten auswirken [E1].

Mit zunehmendem Abstand zwischen Probe und Spulen sinken die Amplituden exponentiell ab, ihre Relation zueinander bleibt dabei jedoch bestehen. Gleichzeitig bewirkt ein Anstieg der Materialmenge, hier dargestellt durch eine höhere Anzahl magnetischer Schichten auf der Probenoberfläche, vornehmlich eine Steigerung der Amplitude der ersten Harmonischen, $2f_2$, während die höheren Harmonischen $4f_2$, $6f_2$ und $8f_2$ weniger stark wachsen. Um beide Kriterien zu vereinen, wurde ein Quotient gebildet, der nahezu linear mit der Menge des magnetischen Materials steigt und gleichzeitig im Bereich einiger Millimeter abstandsunabhängig ist [E1].

Rekonstruktion der Magnetisierungskurve

Das Messverfahren zur Rekonstruktion der Magnetisierungskurve, oder genauer: zur Rekonstruktion der Form der Magnetisierungskurve, nutzt gezielt den Zusammenhang aus, der zwischen den verschiedenen gerad- und ungeradzahigen Frequenzmischkomponenten und den Ableitungen der Transferfunktion besteht [128]. Dabei wird ein zusätzliches Offsetfeld eingesetzt, um den Arbeitspunkt des Frequenzmischsignals entlang der Magnetisierungskurve zu verschieben, so dass die Steigung der Kurve Stück für Stück erfasst werden kann [E5].

Anhand der Frequenzmischkomponenten lassen sich unterschiedlich hohe Ableitungen der Magnetisierungskurve ermitteln; das beste Resultat liefert jedoch die niedrigst mögliche Ableitung, bei der es sich um d^2M/dH^2 handelt. Die Rekonstruktion erfolgt demnach in zwei Integrationsschritten, wobei der erste Schritt abhängig von der Wahl der Integrationskonstante die Suszeptibilität oder Permeabilität liefert und der zweite erst die gesuchte Magnetisierung.

Bei der Messung treten mehrere unbekannte Faktoren auf, die die Amplitude des Messsignals beeinflussen; so kann beispielsweise das effektive Probenvolumen, also der Teil der Probe, der von der Messspule erfasst wird, nicht genau bestimmt werden. Die Rekonstruktion bleibt aus diesem Grund qualitativ, d. h. aus den gemessenen Werten lässt sich die Form bzw. der Verlauf der Magnetisierungskurve errechnen, jedoch nicht der absolute Wert der Magnetisierung in einem bestimmten Punkt der Kurve.

Trotz dieser Einschränkung kann das Messverfahren für eine Abbildung der Scheerung der Magnetisierungskurve aufgrund des Villari-Effekts genutzt werden. Hinzu kommt, dass das Frequenzmischverfahren selbst ohne bewegte Teile auskommt; durch die Integration von zusätzlicher Messtechnik beispielsweise in der Art einer Zugprüfung lässt sich so eine präzise, quantitative Bestimmung der mechanischen Spannung der Probe realisieren. Im Vergleich dazu beschränkt sich die Vibrationsmagnetometrie in Bezug auf die mechanische Spannung der Probe aufgrund der nötigen Vibration und des kleinen Probenvolumens üblicherweise auf qualitative Aussagen.

Das Rekonstruktionsverfahren bietet sich daher als Ergänzung zur VSM-Messung an, da bei der Kombination beider Techniken eine quantitative Bestimmung sowohl der Magnetisierung als auch der mechanischen Spannung möglich wird [E5].

Phasensensitives Verfahren

Die dritte Methode schließlich nutzt die Phase der Frequenzmischkomponenten als Messwert; sie wird dementsprechend auch als phasensensitives Messverfahren bezeichnet. Im Gegensatz zu den vorher beschriebenen Verfahren werden hier gezielt Proben mit magnetischer Hysterese verwendet, wobei die Koerzitivfeldstärke H_c und damit auch die Breite der Hysterese temperaturabhängig sind [E7].

Die gemessene Phase ergibt sich aus dem Verhältnis der Koerzitivfeldstärke H_c zur Amplitude des Modulationsfelds \widehat{H}_2 . Betrachtet man die erste Harmonische ($2f_2$), so wird deutlich, dass es hier zu einem Konflikt kommt: die Phase kann umso genauer gemessen werden, je kleiner \widehat{H}_2 ist. Wird das magnetische Material der Probe allerdings nicht mehr gesättigt, so findet keine Modulation mehr statt und die Amplituden der Frequenzmischkomponenten sinken bis auf das Rauschlevel ab. Folglich existiert ein optimaler Wert für \widehat{H}_2 , der ausreichend hoch ist, um die Probe zu sättigen, und gleichzeitig so niedrig wie möglich, um die Präzision der Phasenmessung zu verbessern.

Die in Abschnitt 4.3.3 gezeigten Messergebnisse legen nahe, dass diese optimale Amplitude vergleichsweise niedrig ist. Bei niedrigen Temperaturen und damit einhergehend großer Hysteresebreite ergibt sich bei einer Modulationsamplitude von $\mu_0\widehat{H}_2 = 4,6 \text{ mT}$ zunächst ein erhöhter Wert für das Rauschen und damit den Messfehler der Phase. Dies relativiert sich jedoch bei der Betrachtung des zu erwartenden Fehlers der Temperaturmessung, da die Auflösung, d. h. der Quotient aus Phasen- und Temperaturdifferenz ($\Delta\varphi/\Delta T$) in diesem Fall besonders hoch ist. Für $\mu_0\widehat{H}_2 = 4,6 \text{ mT}$ ergibt sich schließlich für alle Messwerte im Bereich von $120 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $500 \text{ }^\circ\text{C}$ eine berechnete Schwankung der Temperatur unterhalb von 1 K [E7].

Abgrenzung der Effekte

Um eine parallele Messung der Materialmenge und der Temperatur sowie gegebenenfalls der mechanischen Spannung einer Probe zu ermöglichen, müssen die jeweiligen Messverfahren in ausreichendem Maße unabhängig voneinander sein. In Abschnitt 4.4 sind die Zusammenhänge zwischen den einzelnen Messverfahren dargestellt worden, wobei in Bezug auf die Messung der mechanischen Spannung drei verschiedene Verfahren betrachtet wurden.

Zunächst lässt sich sagen, dass eine Kombination des phasensensitiven Verfahrens mit demjenigen zur Rekonstruktion der Magnetisierungskurve nur schwer realisierbar erscheint. Besonders nachteilig ist hierbei, dass beide Messverfahren die Phase der Frequenzmischkomponenten auswerten; zusätzlich tritt aufgrund der für das Phasenverfahren benötigten Hysterese des Probenmaterials der Effekt der permanenten Permeabilität μ_{rec} auf, der die gemessenen Amplituden der Frequenzmischkomponenten verfälscht.

Im Fall des Reifensensors werden lediglich die Amplituden der Frequenzmischkomponenten ins Verhältnis gesetzt; bei einer parallelen Messung und Auswertung der Phase ist daher keine direkte Beeinflussung der beiden Messverfahren untereinander zu erwarten. Der grundlegende Aufbau des Messsystems für den Reifensensor stellt jedoch einige Anforderungen an das verwendete Sensormaterial, die nur schwer mit denen des Phasenverfahrens in Übereinstimmung zu bringen sind.

Bei der Verbindung des phasensensitiven Verfahrens mit der Methode zur Bestimmung der Menge des magnetischen Materials sind die Bedingungen dagegen wesentlich vorteilhafter. Die Messung der magnetischen Materialmenge erfolgt anhand des magnetischen Moments der Probe sowie durch Bildung eines Quotienten aus den Amplituden der Frequenzmischkomponenten. Wie anhand von Abbildung 4.1 (a) erkennbar ist, ist das Vorhandensein einer (geringen) Hysterese kein Problem bei dieser Auswertung und eine Anpassung an Proben mit größerer oder – wie im Fall des Phasenverfahrens – temperaturabhängiger Hysterese scheint machbar.

Zuletzt wurde noch die Kombination aus phasensensitivem Verfahren und Minima-Methode betrachtet. Dieses Messverfahren zur Bestimmung der mechanischen Spannung einer magnetostriktiven Probe weist einige Eigenschaften auf, die in Verbindung mit einer zweiten, parallelen Auswertung mittels Frequenzmischung für Komplikationen sorgen, nämlich die gezielte Minimierung der Amplitude einer oder mehrerer Frequenzmischkomponenten. Wie in Abschnitt 4.4.2 beschrieben lassen sich diese Konflikte jedoch durch eine geeignete Wahl der jeweils genutzten Frequenzmischkomponenten weitestgehend vermeiden, so dass auch hier die Möglichkeit einer Verbindung der beiden Messverfahren gegeben ist.

Realisiert wurde diese Kombination der beiden Messverfahren bisher nicht, da die im Phasenverfahren als Proben genutzten Verschleißschutzschichten auf einem im Vergleich zur Schicht sehr dicken Substrat abgeschieden wurden. Sie eignen sich daher nicht für eine Dehnungsmessung in der Art, wie sie bei den Referenzmessungen zum Minima-Verfahren an freistehenden Dünnschichtproben (z. B. aus Eisenpaladium FePd, [197]) durchgeführt worden sind.

5.3 Ausblick

Im Rahmen des Teilprojekts „Nanostrukturierte magnetische Dünnschicht-Komposite für Anwendungen in der Hochtemperatur-Sensorik“ wurde von Dr.-Ing. Kathrin Krüger ein Messverfahren entwickelt, das auf der Auswertung des Imaginärteils der Hochfrequenzpermeabilität (GHz-Bereich) basiert [199]. Mit diesem Verfahren konnte der mechanische Spannungszustand von magnetisch funktionalisierten Verschleißschutzschichten gemessen werden; gleichzeitig zeigte sich jedoch auch eine Querempfindlichkeit bezüglich einer Änderung der Temperatur der Probe. Diese Doppeldeutigkeit des Messwertes könnte in Zukunft anhand einer zusätzlichen, parallelen Messung im Frequenzmischverfahren aufgelöst werden, da aufgrund der verschiedenen Frequenzbereiche der Methoden keine gegenseitige Beeinflussung zu erwarten ist.

Daneben werden die Frequenzmisch-Messverfahren, insbesondere das phasensensitive Verfahren, im Rahmen eines Transferprojekts der Deutschen Forschungsgemeinschaft DFG weiterentwickelt. Das Ziel ist hierbei die Temperaturmessung an einer Verschleißschutzschicht unter realen Einsatzbedingungen. Als Substrate werden aus diesem Grund Hartmetall-Wendeschneidplatten verwendet, so dass auch Testschnitte mit den magnetisch funktionalisierten Schutzschichten in einer industriellen Drehmaschine stattfinden können.

Liste der Abkürzungen und Symbole

Abkürzungen und Indizes

ADC	Analog-digital-Wandler, engl. <i>analog digital converter</i>
bcc	Kubisch-raumzentriert (Kristallstruktur), engl. <i>body-centered cubic</i>
CAD	Rechnerunterstützte Konstruktion, engl. <i>computer-aided design</i>
CNC	Numerische Steuerung, engl. <i>computer numerical control</i>
CVD	Chemische Gasphasenabscheidung, engl. <i>chemical vapor deposition</i>
DAC	Digital-analog-Wandler, engl. <i>digital analog converter</i>
DAQ	Datenerfassung, engl. <i>data acquisition</i>
DC	Gleichstrom, engl. <i>direct current</i>
fcc	Kubisch-flächenzentriert (Kristallstruktur), engl. <i>face-centered cubic</i>
FFT	(Schnelle) Fouriertransformation, engl. <i>fast Fourier transformation</i>
HSS	Schnellarbeitsstahl, engl. <i>high speed steel</i>
mod	Modulation
MPI	Bildgebung mittels magn. Partikel, engl. <i>magnetic particle imaging</i>
PID	Proportional, integral, differentiell (Regelverfahren)
PVD	Physikalische Gasphasenabscheidung, engl. <i>physical vapor deposition</i>
RF	Hochfrequenz, engl. <i>radio frequency</i>
rms	Effektivwert, engl. <i>root mean square</i>
sens	Sensor, Mess... (siehe f_{sens})
SNR	Signal-Rausch-Verhältnis, engl. <i>signal to noise ratio</i>
VSM	Vibrationsmagnetometer, engl. <i>vibrating sample magnetometer</i>

Lateinische Buchstaben

A	Quotient (Menge des magn. Materials)	1
A_i	Amplitude der i -ten Frequenzmischkomponente (Fourierspektrum)	
A_Q	Querschnittsfläche	m^2
B	Flussdichte	T
B_s	Sättigungsflussdichte	T
C	Kapazität	F
C'	Integrationskonstante	
d	Dicke, Schichtdicke	m
D	Durchmesser	m
e	Eulersche Zahl	1
E	elektrische Feldstärke	V/m
f	Frequenz	Hz
f_1, f_{sens}	Messfrequenz	Hz
f_2, f_{mod}	Modulationsfrequenz	Hz
F	Kraft	N
H	magnetische Feldstärke	A/m
H_c	Koerzitivfeldstärke	A/m
H_k	Anisotropiefeldstärke	A/m
i	imaginäre Zahl, $i = \sqrt{-1}$	
i, j	Laufindizes	1
I	Strom	A
J	magnetische Polarisation	T
J_s	Sättigungspolarisation	T
k	Boltzmann-Konstante	J/K
K	Kalibrierfaktor (VSM)	V/(Am ²)
l	Länge	m
L	Induktivität	H
L	Langevin-Funktion	1
m	magnetisches Moment	A m ²
m_d	magnetisches Dipolmoment	V s m
M	Magnetisierung	A/m
M_r	Remanenzmagnetisierung	A/m
M_s	Sättigungsmagnetisierung	A/m
N	Anzahl der Schritte (Simulation)	1

Lateinische Buchstaben (Fortsetzung)

r	Radius	m
R	Depositionsrate	m/s
R_m	Reluktanz	A/(Vs)
t	Zeit	s
T	Temperatur	°C
T_c	Curie-Temperatur	°C
U	elektrische Spannung	V
v	Volumen	m ³

Griechische Buchstaben

ϵ	Dehnung	%
λ	Dehnung (Magnetostriktion)	%
μ	Permeabilität	Vs/(Am)
μ_0	Vakuumpermeabilität	Vs/(Am)
μ_r	relative Permeabilität	1
σ	mechanische Spannung	N/m ²
σ_0, σ_s	massebezogene Sättigungsmagnetisierung bei $T = 0$ bzw. $T \neq 0$	A m ² /kg
Φ	magnetischer Fluss	V s
τ	Periodendauer	s
χ	Suszeptibilität	1

mathematische Akzente und Sonderzeichen

\widehat{X}	Amplitude
\dot{X}	Zeitableitung

Literaturverzeichnis

- [1] E. M. Trent und P. K. Wright. *Metal Cutting*. 4. Aufl., Butterworth-Heinemann, 2000.
- [2] J. Konstanty. *Powder Metallurgy Diamond Tools*. 1. Aufl., Elsevier B.V., 2005.
- [3] L. J. de Oliveira, G. S. Bobrovitchii und M. Filgueira. Processing and characterization of impregnated diamond cutting tools using a ferrous metal matrix. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 25:4 (2007), S. 328–335.
- [4] C. Subramanian und K. Strafford. Review of multicomponent and multilayer coatings for tribological applications. *Wear*, 165:1 (1993), S. 85–95.
- [5] H. E. Rebenne und D. G. Bhat. Review of CVD TiN coatings for wear-resistant applications: deposition processes, properties and performance. *Surface and Coatings Technology*, 63:1-2 (1994), S. 1–13.
- [6] F. Klocke und T. Krieg. Coated Tools for Metal Cutting - Features and Applications. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 48:2 (1999), S. 515–525.
- [7] G. Kraemer. *Beitrag zur Erkenntnis der beim Drehen auftretenden Temperaturen und deren Messung mit einem Gesamtstrahlungsempfänger*. Dissertation. TH Hannover, 1936.
- [8] K. J. Küsters. Das Temperaturfeld am Drehmeißel. In: *Fortschrittliche Fertigung und moderne Werkzeugmaschinen*. Essen: Girardet, 1954, S. 67.
- [9] P. K. Wright und E. M. Trent. Metallographic methods of determining temperature gradients in cutting tools. *J Iron and Steel Institute*, 211 (1973), S. 364–388.
- [10] E. Smart und E. M. Trent. Temperature Distribution in Tools used for Cutting Iron, Titanium and Nickel. *International Journal of Production Research*, 13:11 (1975), S. 265–290.
- [11] S. PalDey. Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti, Al) N: a review. *Materials Science and Engineering: A*, 342 (2003), S. 58–79.

- [12] R. Komanduri und Z. Hou. A review of the experimental techniques for the measurement of heat and temperatures generated in some manufacturing processes and tribology. *Tribology International*, 34:10 (2001), S. 653–682.
- [13] D. Quinto. Technology perspective on CVD and PVD coated metal-cutting tools. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 14:1-3 (1996), S. 7–20.
- [14] C. S. Ekemar. *Verfahren zum Überziehen gesinterter Hartmetallkörper und Hartmetallkörper, die gemäß dem Verfahren überzogen worden sind*. Patent DE2007427. 1970.
- [15] A. E. van Arkel und J. H. de Boer. Darstellung von reinem Titanium-, Zirkonium-, Hafnium- und Thoriummetall. *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie*, 148:1 (1925), S. 345–350.
- [16] J. R. Peterson. Partial pressure of TiCl_4 in CVD of TiN. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 11:4 (1974), S. 715.
- [17] W. Schintlmeister und O. Pacher. Preparation and properties of hard-material layers for metal machining and jewelry. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 12:4 (1975), S. 743.
- [18] J.-P. Bars, E. Etchessahar und J. Debuigne. Étude cinétique, diffusionnelle et morphologique de la nitruration du titane par l’azote à haute température: Propriétés mécaniques et structurales des solutions solides $\text{Ti}\alpha$ -azote. *Journal of the Less Common Metals*, 52:1 (1977), S. 51–76.
- [19] R. Bunshah, A. Shabaik, R. Nimmagadda und J. Covy. Machining studies on coated high speed steel tools. *Thin Solid Films*, 45:3 (1977), S. 453–462.
- [20] R. Buhl, H. Pulker und E. Moll. TiN coatings on steel. *Thin Solid Films*, 80:1-3 (1981), S. 265–270.
- [21] R. Nimmagadda, H. Doerr und R. Bunshah. Improvement in tool life of coated high speed steel drills using the activated reactive evaporation process. *Thin Solid Films*, 84:3 (1981), S. 303–306.
- [22] W. Münz, D. Hoffmann und K. Hartig. A high rate sputtering process for the formation of hard friction-reducing TiN coatings on tools. *Thin Solid Films*, 96:1 (1982), S. 79–86.
- [23] J.-E. Sundgren, B.-O. Johansson und S.-E. Karlsson. Mechanisms of reactive sputtering of titanium nitride and titanium carbide I: Influence of process parameters on film composition. *Thin Solid Films*, 105:4 (1983), S. 353–366.

-
- [24] J.-E. Sundgren, B.-O. Johansson, S.-E. Karlsson und H. Hentzell. Mechanisms of reactive sputtering of titanium nitride and titanium carbide II: Morphology and structure. *Thin Solid Films*, 105:4 (1983), S. 367–384.
- [25] J.-E. Sundgren, B.-O. Johansson, H. Hentzell und S.-E. Karlsson. Mechanisms of reactive sputtering of titanium nitride and titanium carbide III: Influence of substrate bias on composition and structure. *Thin Solid Films*, 105:4 (1983), S. 385–393.
- [26] J.-E. Sundgren. Structure and properties of TiN coatings. *Thin Solid Films*, 128:1-2 (1985), S. 21–44.
- [27] W. D. Sproul und R. Rothstein. High rate reactively sputtered TiN coatings on high speed steel drills. *Thin Solid Films*, 126:3-4 (1985), S. 257–263.
- [28] P. Hedenqvist, M. Olsson, P. Wallen, A. Kassman, S. Hogmark und S. Jacobson. How TiN coatings improve the performance of high speed steel cutting tools. *Surface and Coatings Technology*, 41 (1990), S. 243–256.
- [29] A. Schulz, H.-R. Stock, P. Mayr, J. Staeves und D. Schmoeckel. Deposition and investigation of TiN PVD coatings on cast steel forming tools. *Surface and Coatings Technology*, 94-95 (1997), S. 446–450.
- [30] M. Sarwar, X.-Y. Zhang und D. Gillibrand. Performance of titanium nitride-coated carbide-tipped circular saws when cutting stainless steel and mild steel. *Surface and Coatings Technology*, 94-95 (1997), S. 617–621.
- [31] O. Knotek, M. Atzor, A. Barimani und F. Jungblut. Development of low temperature ternary coatings for high wear resistance. *Surface and Coatings Technology*, 42:1 (1990), S. 21–28.
- [32] L. Donohue, I. Smith, W.-D. Münz, I. Petrov und J. Greene. Microstructure and oxidation-resistance of $Ti_{1-x-y-z}Al_xCr_yY_zN$ layers grown by combined steered-arc/unbalanced-magnetron-sputter deposition. *Surface and Coatings Technology*, 94-95 (1997), S. 226–231.
- [33] O. Knotek, M. Böhmer, T. Leyendecker und F. Jungblut. The structure and composition of TiZrN, TiAlZrN and TiAlVN coatings. *Materials Science and Engineering: A*, 105-106 (1988), S. 481–488.
- [34] M. Nordin, M. Larsson und S. Hogmark. Mechanical and tribological properties of multilayered PVD TiN/CrN, TiN/MoN, TiN/NbN and TiN/TaN coatings on cemented carbide. *Surface and Coatings Technology*, 106:2-3 (1998), S. 234–241.

- [35] T. Selinder, M. Sjöstrand, M. Nordin, M. Larsson, Å. Östlund und S. Hogmark. Performance of PVD TiN/TaN and TiN/NbN superlattice coated cemented carbide tools in stainless steel machining. *Surface and Coatings Technology*, 105:1-2 (1998), S. 51–55.
- [36] J. Meneve, K. Vercammen, E. Dekempeneer und J. Smeets. Thin tribological coatings: magic or design? *Surface and Coatings Technology*, 94-95 (1997), S. 476–482.
- [37] O. Kessler, T. Herding, F. Hoffmann und P. Mayr. Microstructure and wear resistance of CVD TiN-coated and induction surface hardened steels. *Surface and Coatings Technology*, 182:2-3 (2004), S. 184–191.
- [38] M. Heidkamp, O. Kessler, F. Hoffmann und P. Mayr. Laser beam surface hardening of CVD TiN-coated steels. *Surface and Coatings Technology*, 188-189 (2004), S. 294–298.
- [39] D. Dudzinski, A. Devillez, A. Moufki, D. Larrouquère, V. Zerrouki und J. Vigneau. A review of developments towards dry and high speed machining of Inconel 718 alloy. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 44:4 (2004), S. 439–456.
- [40] A. G. Rehorn, J. Jiang und P. E. Orban. State-of-the-art methods and results in tool condition monitoring: a review. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 26:7-8 (2004), S. 693–710.
- [41] R. Teti, K. Jemielniak, G. O'Donnell und D. Dornfeld. Advanced monitoring of machining operations. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 59:2 (2010), S. 717–739.
- [42] D. E. Dimla. Sensor signals for tool-wear monitoring in metal cutting operations—a review of methods. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 40:8 (2000), S. 1073–1098.
- [43] M. Malekian, S. S. Park und M. B. Jun. Tool wear monitoring of micro-milling operations. *Journal of Materials Processing Technology*, 209:10 (2009), S. 4903–4914.
- [44] A. Attanasio, M. Gelfi, C. Giardini und C. Remino. Minimal quantity lubrication in turning: Effect on tool wear. *Wear*, 260:3 (2006), S. 333–338.
- [45] J. Jeon und S. Kim. Optical flank wear monitoring of cutting tools by image processing. *Wear*, 127:2 (1988), S. 207–217.
- [46] J. Sun, R. Wood, L. Wang, I. Care und H. Powrie. Wear monitoring of bearing steel using electrostatic and acoustic emission techniques. *Wear*, 259:7-12 (2005), S. 1482–1489.

-
- [47] K. Sørby und K. Tønnessen. High-pressure cooling of face-grooving operations in Ti6Al4V. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 220:10 (2006), S. 1621–1627.
- [48] F. Klocke, H. Sangermann, A. Krämer und D. Lung. Influence of a high-pressure lubricoolant supply on thermo-mechanical tool load and tool wear behaviour in the turning of aerospace materials. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 225:1 (2011), S. 52–61.
- [49] X. Li. A brief review: acoustic emission method for tool wear monitoring during turning. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 42:2 (2002), S. 157–165.
- [50] C. S. Ai, Y. J. Sun, G. W. He, X. B. Ze, W. Li und K. Mao. The milling tool wear monitoring using the acoustic spectrum. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* (2011).
- [51] M. Milfelner, F. Cus und J. Balic. An overview of data acquisition system for cutting force measuring and optimization in milling. *Journal of Materials Processing Technology*, 164-165 (2005), S. 1281–1288.
- [52] R.-T. René de Jesús, H.-R. Gilberto, T.-V. Iván und J.-C. Juan Carlos. FPGA based on-line tool breakage detection system for CNC milling machines. *Mechatronics*, 14:4 (2004), S. 439–454.
- [53] B. Sick. on-Line and Indirect Tool Wear Monitoring in Turning With Artificial Neural Networks: a Review of More Than a Decade of Research. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 16:4 (2002), S. 487–546.
- [54] X. Li, S. Dong und P. Venuvinod. Hybrid Learning for Tool Wear Monitoring. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 16:5 (2000), S. 303–307.
- [55] S. Achiche, M. Balazinski, L. Baron und K. Jemielniak. Tool wear monitoring using genetically-generated fuzzy knowledge bases. *Engineering Applications of Artificial Intelligence*, 15:3-4 (2002), S. 303–314.
- [56] R. Kuo und P. Cohen. Multi-sensor integration for on-line tool wear estimation through radial basis function networks and fuzzy neural network. *Neural Networks*, 12:2 (1999), S. 355–370.
- [57] M. Balazinski, E. Czogala, K. Jemielniak und J. Leski. Tool condition monitoring using artificial intelligence methods. *Engineering Applications of Artificial Intelligence*, 15:1 (2002), S. 73–80.

- [58] L. A. Franco-Gasca, G. Herrera-Ruiz, R. Peniche-Vera, R. D. J. Romero-Troncoso und W. Leal-Tafolla. Sensorless tool failure monitoring system for drilling machines. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46:3-4 (2006), S. 381–386.
- [59] R.-T. René de Jesús, H.-R. Gilberto, T.-V. Iván und J.-C. Juan Carlos. Driver current analysis for sensorless tool breakage monitoring of CNC milling machines. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 43:15 (2003), S. 1529–1534.
- [60] I. Marinescu und D. A. Axinte. An automated monitoring solution for avoiding an increased number of surface anomalies during milling of aerospace alloys. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 51:4 (2011), S. 349–357.
- [61] T. Harvey, R. Wood und H. Powrie. Electrostatic wear monitoring of rolling element bearings. *Wear*, 263:7-12 (2007), S. 1492–1501.
- [62] S. Morris, R. Wood, T. Harvey und H. Powrie. Electrostatic charge monitoring of unlubricated sliding wear of a bearing steel. *Wear*, 255:1-6 (2003), S. 430–443.
- [63] C. Scheffer und P. Heyns. Wear Monitoring in Turning Operations Using Vibration and Strain Measurements. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 15:6 (2001), S. 1185–1202.
- [64] K. Aleksandrov, M. C. Galetz, G. Schmidt, F. Depentori, M. Schütze, I. Teliban und E. Quandt. Protective high temperature coatings with intrinsic depletion sensor. *Surface and Coatings Technology*, 245 (2014), S. 117–124.
- [65] P. Jindal, A. Santhanam, U. Schleinkofer und A. Shuster. Performance of PVD TiN, TiCN, and TiAlN coated cemented carbide tools in turning. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 17:1-3 (1999), S. 163–170.
- [66] N. Abukhshim, P. Mativenga und M. Sheikh. Heat generation and temperature prediction in metal cutting: A review and implications for high speed machining. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46:7-8 (2006), S. 782–800.
- [67] M. Davies, T. Ueda, R. M'Saoubi, B. Mullany und A. Cooke. On The Measurement of Temperature in Material Removal Processes. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 56:2 (2007), S. 581–604.
- [68] G. Boothroyd. Photographic technique for the determination of metal cutting temperatures. *British Journal of Applied Physics*, 12:5 (1961), S. 238–242.

-
- [69] B. Count of Rumford. An Inquiry concerning the Source of the Heat Which is Excited by Friction. By Benjamin Count of Rumford, F. R. S. M. R. I. A. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 88 (1798), S. 80–102.
- [70] A. Schmidt und J. Roubik. Distribution of heat generated in drilling. *Transactions of the American Society of Mechanical Engineers*, 71 (1949), S. 242–252.
- [71] F. Schwerd. Über die Bestimmung des Temperaturfeldes beim Spanablauf. *Zeitschrift VDI*, 77 (1933), S. 211.
- [72] T. Kato und H. Fujii. PVD Film Method for Measuring the Temperature Distribution in Cutting Tools. *Journal of Engineering for Industry*, 118:1 (1996), S. 117.
- [73] A. Basti, T. Obikawa und J. Shinozuka. Tools with built-in thin film thermocouple sensors for monitoring cutting temperature. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 47:5 (2007), S. 793–798.
- [74] B. D. Cullity und C. D. Graham. *Introduction to Magnetic Materials*. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2008.
- [75] C. A. Vansant. *Magnetic Temperature Sensor*. Patent US 3,413,540. 1966.
- [76] R. E. Dial, J. J. Keyes, Jr. und J. W. Krewson, Jr. *Magnetic Temperature Sensor*. Patent US 3,848,466. 1974.
- [77] D. W. Clegg und R. A. Buckley. The Disorder – Order Transformation in Iron-Cobalt-Based Alloys. *Metal Science*, 7:1 (1973), S. 48–54.
- [78] T. Sourmail. Near equiatomic FeCo alloys: Constitution, mechanical and magnetic properties. *Progress in Materials Science*, 50:7 (2005), S. 816–880.
- [79] C. W. Chen. Metallurgy and Magnetic Properties of an Fe-Co-V Alloy. *Journal of Applied Physics*, 32:3 (1961), S348.
- [80] J. B. Weaver, A. M. Rauwerdink und E. W. Hansen. Magnetic nanoparticle temperature estimation. *Medical Physics*, 36:5 (2009), S. 1822.
- [81] A. M. Rauwerdink, E. W. Hansen und J. B. Weaver. Nanoparticle temperature estimation in combined ac and dc magnetic fields. *Physics in medicine and biology*, 54:19 (2009), S. L51–5.
- [82] C. Kittel. *Einführung in die Festkörperphysik*. 13. Aufl., Berlin, Boston: Oldenbourg Wissenschaftsverlag, 2002.

- [83] C. Luo, Y. Fu, D. Zhang, S. Yuan, Y. Zhai, S. Dong und H. Zhai. Temperature dependent coercivity and magnetization of light rare-earth Nd doped permalloy thin films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 374 (2015), S. 711–715.
- [84] J. P. Liu, R. Skomski, Y. Liu und D. J. Sellmyer. Temperature dependence of magnetic hysteresis of RCo_x:Co nanocomposites (R=Pr and Sm). *Journal of Applied Physics*, 87:9 (2000), S. 6740.
- [85] W. Tang, Y. Zhang und G. Hadjipanayis. The relationship between the composition and the abnormal temperature dependence of coercivity in Sm(Co,Fe,Cu,Zr)_z. *IEEE Transactions on Magnetics*, 38:5 (2002), S. 2940–2942.
- [86] R. Rottmayer, S. Batra, D. Buechel, W. Challener, J. Hohlfeld, Y. Kubota, L. Li, B. Lu, C. Mihalcea, K. Mountfield, K. Pelhos, C. Peng, T. Rausch, M. Seigler, D. Weller und X.-M. Yang. Heat-Assisted Magnetic Recording. *IEEE Transactions on Magnetics*, 42:10 (2006), S. 2417–2421.
- [87] R. O’Handley. *Modern Magnetic Materials*. 1. Aufl., John Wiley & Sons, Inc., 2000.
- [88] M. H. Kryder, E. C. Gage, T. W. McDaniel, W. A. Challener, R. E. Rottmayer, Ganping Ju, Yiao-Tee Hsia und M. F. Erden. Heat Assisted Magnetic Recording. *Proceedings of the IEEE*, 96:11 (2008), S. 1810–1835.
- [89] A. Chernyshov, D. Treves, T. Le, C. Pappas, H. Yuan, A. Ajan und R. Acharya. Measurement of Magnetic Properties Relevant to Heat-Assisted-Magnetic-Recording. *IEEE Transactions on Magnetics*, 49:7 (2013), S. 3572–3575.
- [90] J. U. Thiele, S. Maat und E. E. Fullerton. FeRh/FePt exchange spring films for thermally assisted magnetic recording media. *Applied Physics Letters*, 82:17 (2003), S. 2859–2861.
- [91] J. U. Thiele, S. Maat, J. L. Robertson und E. E. Fullerton. Magnetic and structural properties of FePt-FeRh exchange spring films for thermally assisted magnetic recording media. *IEEE Transactions on Magnetics*, 40:4 II (2004), S. 2537–2542.
- [92] J. P. Joule. On a New Class of Magnetic Forces. *The Annals of Electricity, Magnetism, and Chemistry*, 8 (1842), S. 219–224.
- [93] J. P. Joule. On the effects of magnetism upon the dimensions of iron and steel bars. *The London, Edinburgh and Dublin philosophical magazine and journal of science*, 30:76-87 (1847), S. 225–241.

-
- [94] F. Claeysen, N. Lhermet, R. Le Letty und P. Bouchilloux. Actuators, transducers and motors based on giant magnetostrictive materials. *Journal of Alloys and Compounds*, 258:1-2 (1997), S. 61–73.
- [95] G. Engdahl. *Handbook of Giant Magnetostrictive Materials*. Academic Press, 2000.
- [96] E. Villari. Ueber die Aenderungen des magnetischen Moments, welche der Zug und das Hindurchleiten eines galvanischen Stroms in einem Stabe von Stahl oder Eisen hervorbringen. *Annalen der Physik und Chemie*, 202:9 (1865), S. 87–122.
- [97] S. Glasmachers, M. Frommberger, J. McCord und E. Quandt. Influence of strain on the high-frequency magnetic properties of FeCoBSi thin films. *Physica Status Solidi C: Conferences*, 1:12 (2004), S. 3319–3324.
- [98] M. Pasquale, a. Infortuna, L. Martino, C. Sasso, C. Beatrice und S. H. Lim. Magnetic properties of TbFe thin films under applied stress. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 215 (2000), S. 769–771.
- [99] A. Bienkowski. Magnetoelastic Villari effect in Mn-Zn ferrites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 215:1 (2000), S. 231–233.
- [100] A. Ludwig, M. Tewes, S. Glasmachers, M. Löhndorf und E. Quandt. High-frequency magnetoelastic materials for remote-interrogated stress sensors. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 242-245 (2002), S. 1126–1131.
- [101] J. McCord, R. Schäfer, M. Frommberger, S. Glasmachers und E. Quandt. Stress-induced remagnetization in magnetostrictive films. *Journal of Applied Physics*, 95:11 II (2004), S. 6861–6863.
- [102] E. Quandt, B. Gerlach und K. Seemann. Preparation and applications of magnetostrictive thin films. *Journal of Applied Physics*, 76:10 (1994), S. 7000–7002.
- [103] E. Quandt. Giant magnetostrictive thin film materials and applications. *Journal of Alloys and Compounds*, 258:1-2 (1997), S. 126–132.
- [104] E. Quandt, A. Ludwig und K. Seemann. Giant magnetostrictive multilayers for thin film actuators. *Proceedings of International Solid State Sensors and Actuators Conference (Transducers '97)*, 2 (1997), S. 1089–1092.
- [105] E. Quandt und A. Ludwig. Giant magnetostrictive multilayers (invited). *Journal of Applied Physics*, 85:8 (1999), S. 6232.

- [106] A. Ludwig und E. Quandt. Giant magnetostrictive thin films for applications in microelectromechanical systems (invited). *Journal of Applied Physics*, 87:9 (2000), S. 4691.
- [107] E. Quandt und A. Ludwig. Magnetostrictive actuation in microsystems. *Sensors and Actuators, A: Physical*, 81:1 (2000), S. 275–280.
- [108] T. Ueno, J. Qiu und J. Tani. Magnetic Force Control Based on the Inverse Magnetostrictive Effect. *IEEE Transactions on Magnetics*, 40:3 (2004), S. 1601–1605.
- [109] X. Zhao und D. G. Lord. Application of the Villari effect to electric power harvesting. *Journal of Applied Physics*, 99:8 (2006), S. 243–246.
- [110] F. Braghin, S. Cinquemani und F. Resta. A model of magnetostrictive actuators for active vibration control. *Sensors and Actuators A: Physical*, 165:2 (2010), S. 342–350.
- [111] O. Geoffroy, D. O’Brien, O. Cugat und J. Delamare. Practical and theoretical investigations of a rotating coilless actuator using the inverse magnetostrictive effect. *IEEE Transactions on Magnetics*, 46:2 (2010), S. 606–609.
- [112] P. Choudhary und T. Meydan. *A novel accelerometer design using the inverse magnetostrictive effect*. 1997.
- [113] W. Karl, A. Powell, R. Watts, M. Gibbs und C. Whitehouse. A micromachined magnetostrictive pressure sensor using magneto-optical interrogation. *Sensors and Actuators A: Physical*, 81:1-3 (2000), S. 137–141.
- [114] M. Löhndorf, T. Duenas, M. Tewes, E. Quandt, M. Rührig und J. Wecker. Highly sensitive strain sensors based on magnetic tunneling junctions. *Applied Physics Letters*, 81:2 (2002), S. 313–315.
- [115] S. Dokupil, M. T. Bootsmann, S. Stein, M. Löhndorf und E. Quandt. Positive/negative magnetostrictive GMR trilayer systems as strain gauges. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 290-291 PA (2005), S. 795–799.
- [116] D. Meyners, T. von Hofe, M. Vieth, M. Rührig, S. Schmitt und E. Quandt. Pressure sensor based on magnetic tunnel junctions. *Journal of Applied Physics*, 105:7 (2009), S. 07C914.
- [117] A. Tavassolizadeh, T. Meier, K. Rott, G. Reiss, E. Quandt, H. Hölscher und D. Meyners. Self-sensing atomic force microscopy cantilevers based on tunnel magnetoresistance sensors. *Applied Physics Letters*, 102:15 (2013), S. 153104.

-
- [118] A. Tavassolizadeh, P. Hayes, K. Rott, G. Reiss, E. Quandt und D. Meyners. Highly strain-sensitive magnetostrictive tunnel magnetoresistance junctions. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 384 (2015), S. 308–313.
- [119] A. Tavassolizadeh. *Miniaturized Tunnel Magnetoresistance Sensors for Novel Applications of Atomic Force Microscopy*. Dissertation. Christian-Albrechts-Universität zu Kiel, 2015.
- [120] F. Seco, J. M. Martín, A. R. Jiménez und L. Calderón. A high accuracy magnetostrictive linear position sensor. *Sensors and Actuators, A: Physical*, 123-124 (2005), S. 216–223.
- [121] H.-J. Krause, N. Wolters, Y. Zhang, A. Offenhäusser, P. Miethe, M. H. F. Meyer, M. Hartmann und M. Keusgen. Magnetic particle detection by frequency mixing for immunoassay applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 311:1 (2007), S. 436–444.
- [122] R. H. Pantell und L. Solymar. Optical Frequency Mixing in Semiconductors. *International Journal of Electronics*, 18:1 (1965), S. 23–31.
- [123] E. Yablonovitch, C. Flytzanis und N. Bloembergen. Anisotropic Interference of Three-Wave and Double Two-Wave Frequency Mixing in GaAs. *Physical Review Letters*, 29:13 (1972), S. 865–868.
- [124] M. Danckwerts und L. Novotny. Optical Frequency Mixing at Coupled Gold Nanoparticles. *Physical Review Letters*, 98:2 (2007), S. 1–4.
- [125] J. Renger, R. Quidant, N. van Hulst und L. Novotny. Surface-Enhanced Non-linear Four-Wave Mixing. *Physical Review Letters*, 104:4 (2010), S. 046803.
- [126] S. Mikhailov. Theory of the nonlinear optical frequency mixing effect in graphene. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, 44:6 (2012), S. 924–927.
- [127] H. W. Korb und N. Holonyak, Jr. Measurement System for Derivative Studies. *Review of Scientific Instruments*, 43:1 (1972), S. 90.
- [128] T. L. Paoli und J. F. Svacek. Derivative measurement by frequency mixing. *Review of Scientific Instruments*, 47:9 (1976), S. 1016.
- [129] M. Tewes, M. Löhndorf, A. Ludwig und E. Quandt. Berührungslose Magnetoelastische Sensoren (Remotely Interrogated Magnetoelastic Sensors). *Technisches Messen*, 68:6/2001 (2001), S. 292–297.
- [130] M. Tewes, M. Löhndorf, A. Ludwig und E. Quandt. *Berührungslose magnetoelastische Sensoren*. Patent WO2002086435. 2006.

- [131] D. Huber. Synthesis, Properties, and Applications of Iron Nanoparticles. *Small*, 1:5 (2005), S. 482–501.
- [132] D. R. Baselt, G. U. Lee, M. Natesan, S. W. Metzger, P. E. Sheehan und R. J. Colton. A biosensor based on magnetoresistance technology. *Biosensors and Bioelectronics*, 13:7-8 (1998), S. 731–739.
- [133] J. Rife, M. Miller, P. Sheehan, C. Tamanaha, M. Tondra und L. Whitman. Design and performance of GMR sensors for the detection of magnetic microbeads in biosensors. *Sensors and Actuators A: Physical*, 107:3 (2003), S. 209–218.
- [134] H. B. Hong, H.-J. Krause, I. H. Nam, C. J. Choi und S. W. Shin. Magnetic immunoassay based on frequency mixing magnetic detection and magnetic particles of different magnetic properties. *Anal. Methods*, 6 (2014), S. 8055–8058.
- [135] H.-J. Krause, P. Miethe, D. Plaksin, N. Wolters und Y. Zhang. *Verfahren und Vorrichtung zum selektiven Nachweis magnetischer Partikel*. Patent DE000010309132A1. 2004.
- [136] M. H. Meyer, M. Hartmann, H.-J. Krause, G. Blankenstein, B. Mueller-Chorus, J. Oster, P. Miethe und M. Keusgen. CRP determination based on a novel magnetic biosensor. *Biosensors and Bioelectronics*, 22:6 (2007), S. 973–979.
- [137] M. H. F. Meyer, M. Stehr, S. Bhujju, H.-J. Krause, M. Hartmann, P. Miethe, M. Singh und M. Keusgen. Magnetic biosensor for the detection of *Yersinia pestis*. *Journal of microbiological methods*, 68:2 (2007), S. 218–24.
- [138] M. H. F. Meyer, H.-J. Krause, M. Hartmann, P. Miethe, J. Oster und M. Keusgen. *Francisella tularensis* detection using magnetic labels and a magnetic biosensor based on frequency mixing. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 311:1 (2007), S. 259–263.
- [139] P. I. Nikitin, P. M. Vetoshko und T. I. Ksenevich. Magnetic Immunoassays. *Sensor Letters*, 5:1 (2007), S. 296–299.
- [140] P. I. Nikitin, P. M. Vetoshko und T. I. Ksenevich. New type of biosensor based on magnetic nanoparticle detection. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 311:1 (2007), S. 445–449.
- [141] M. P. Nikitin, P. M. Vetoshko, N. A. Brusentsov und P. I. Nikitin. Highly sensitive room-temperature method of non-invasive in vivo detection of magnetic nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 321:10 (2009), S. 1658–1661.

-
- [142] B. Gleich und J. Weizenecker. Tomographic imaging using the nonlinear response of magnetic particles. *Nature*, 435:7046 (2005), S. 1214–7.
- [143] B. Gleich, J. Weizenecker und J. Borgert. Experimental results on fast 2D-encoded magnetic particle imaging. *Physics in Medicine and Biology*, 53:6 (2008), N81–N84.
- [144] T. Knopp und T. M. Buzug. *Magnetic Particle Imaging*. Springer Berlin Heidelberg, 2012.
- [145] J. Weizenecker, B. Gleich und J. Borgert. Magnetic particle imaging using a field free line. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 41:10 (2008), S. 105009.
- [146] Y. Zhang, H. Murata, Y. Hatsukade und S. Tanaka. Superparamagnetic nanoparticle detection using second harmonic of magnetization response. *Review of Scientific Instruments*, 84:9 (2013), S. 3–7.
- [147] S. Tanaka, H. Murata, T. Oishi, T. Suzuki und Y. Zhang. 2D magnetic nanoparticle imaging using magnetization response second harmonic. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 383 (2015), S. 170–174.
- [148] S. Tanaka, H. Murata, T. Oishi, Y. Hatsukade, Y. Zhang, H. E. Horng, S. H. Liao und H. C. Yang. Imaging of Magnetic Nanoparticles Using a Second Harmonic of Magnetization With DC Bias Field. *IEEE Transactions on Magnetics*, 51:2 (2015), S. 6502504.
- [149] J. Weizenecker, B. Gleich, J. Rahmer, H. Dahnke und J. Borgert. Three-dimensional real-time in vivo magnetic particle imaging. *Physics in Medicine and Biology*, 54:5 (2009), S. L1–L10.
- [150] J. B. Weaver, A. M. Rauwerdink, C. R. Sullivan und I. Baker. Frequency distribution of the nanoparticle magnetization in the presence of a static as well as a harmonic magnetic field. *Medical Physics*, 35:5 (2008), S. 1988.
- [151] S. Biederer, T. Knopp, T. F. Sattel, K. Lütke-Buzug, B. Gleich, J. Weizenecker, J. Borgert und T. M. Buzug. Magnetization response spectroscopy of superparamagnetic nanoparticles for magnetic particle imaging. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 42:20 (2009), S. 205007.
- [152] R. M. Ferguson, K. R. Minard und K. M. Krishnan. Optimization of nanoparticle core size for magnetic particle imaging. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 321:10 (2009), S. 1548–1551.
- [153] I. Schmale, J. Rahmer, B. Gleich und J. Borgert. Point spread function analysis of magnetic particles. In: *Magnetic Particle Imaging*. Hrsg. von T. M. Buzug und J. Borgert. 1. Aufl., Springer Berlin Heidelberg, 2012, S. 287–292.

- [154] P. W. Goodwill, G. C. Scott, P. P. Stang und S. M. Conolly. Narrowband magnetic particle imaging. *IEEE transactions on medical imaging*, 28:8 (2009), S. 1231–7.
- [155] T. M. Buzug und J. Borgert, Hrsg. *Magnetic Particle Imaging*. Bd. 140. Springer Proceedings in Physics. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2012.
- [156] D. L. Smith. *Thin-film deposition*. 1. Aufl., McGraw-Hill, 1995.
- [157] M. Ohring. *Materials Science of Thin Films*. 2. Aufl., London: Academic Press, 2001.
- [158] K. Seshan, Hrsg. *Handbook of Thin-Film Deposition Processes and Techniques*. 2. Aufl., Norwich, NY: Noyes Publications / William Andrew Publishing, 2001.
- [159] J. L. Vossen und W. Kern, Hrsg. *Thin Film Processes II*. 2. Aufl., Academic Press, 2012.
- [160] H. A. Wriedt und J. L. Murray. The N-Ti (Nitrogen-Titanium) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, 8:4 (1987), S. 378–388.
- [161] T. Nishizawa und K. Ishida. The Co-Fe (Cobalt-Iron) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, 5:3 (1984), S. 250–259.
- [162] F. Pfeifer und C. Radloff. Soft magnetic Ni-Fe and Co-Fe alloys - some physical and metallurgical aspects. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 19:1-3 (1980), S. 190–207.
- [163] G. Couderchon und J. Tiers. Some aspects of magnetic properties of Ni-Fe and Co-Fe alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 26:1-3 (1982), S. 196–214.
- [164] S. Foner. Vibrating Sample Magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 27:7 (1956), S. 548.
- [165] S. Foner. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 30:7 (1959), S. 548–557.
- [166] S. Foner. *Magnetic test apparatus*. Patent US 2,946,948. 1960.
- [167] S. Foner und E. J. McNiff. Very low frequency integrating vibrating sample magnetometer (VLFVSM) with high differential sensitivity in high dc fields. *Review of Scientific Instruments*, 39:2 (1968), S. 171–179.
- [168] S. Foner. Further improvements in vibrating sample magnetometer sensitivity. *Review of Scientific Instruments*, 46:10 (1975), S. 1425–1426.

-
- [169] S. Foner. Review of magnetometry. *IEEE Transactions on Magnetics*, 17:6 (1981), S. 3358–3363.
- [170] S. Foner. The vibrating sample magnetometer: Experiences of a volunteer (invited). *Journal of Applied Physics*, 79:8 (1996), S. 4740.
- [171] D. Dufeu und P. Lethuillier. High sensitivity 2 T vibrating sample magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 70:7 (1999), S. 3035–3039.
- [172] R. V. Krishnan und A. Banerjee. Harmonic detection of multipole moments and absolute calibration in a simple, low-cost vibrating sample magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 70:1 (1999), S. 85–91.
- [173] V. I. Nizhankovskii und L. B. Lugansky. Vibrating sample magnetometer with a step motor. *Measurement Science and Technology*, 18:5 (2007), S. 1533–1537.
- [174] S. Legl, C. Pfeleiderer und K. Krämer. Vibrating coil magnetometer for milli-Kelvin temperatures. *Review of Scientific Instruments*, 81:4 (2010), S. 043911.
- [175] D. O. Smith. Development of a vibrating-coil magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 27:5 (1956), S. 261–268.
- [176] K. Dwight, N. Menyuk und D. Smith. Further development of the vibrating-coil magnetometer. *Journal of Applied Physics*, 29:3 (1958), S. 491–492.
- [177] H. Zijlstra. A Vibrating Reed Magnetometer for Microscopic Particles. *Review of Scientific Instruments*, 41:8 (1970), S. 1241.
- [178] R. Reeves. An alternating force magnetometer. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, 5:6 (1972), S. 547–552.
- [179] W. Roos, K. A. Hempel, C. Voigt, H. Dederichs und R. Schippan. High sensitivity vibrating reed magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 51:5 (1980), S. 612.
- [180] P. J. Flanders. An alternating-gradient magnetometer (invited). *Journal of Applied Physics*, 63:8 (1988), S. 3940–3945.
- [181] A. Zieba und S. Foner. Detection coil, sensitivity function, and sample geometry effects for vibrating sample magnetometers. *Review of Scientific Instruments*, 53:9 (1982), S. 1344.
- [182] J. Lindemuth, J. Krause und B. C. Dodrill. Finite sample size effects on the calibration of vibrating sample magnetometer. *IEEE Transactions on Magnetics*, 37:4 (2001), S. 2752–2754.

- [183] Lake Shore Cryotronics Inc. *7400 Series VSM System Hardware Reference Manual*. 2013.
- [184] D. Mog. Machinable glass-ceramic: a new material for vacuum equipment. *Vacuum*, 26:1 (1976), S. 25–29.
- [185] Corning Inc. *Macor Product Information Sheet*. 2016.
- [186] J. Stöhr und H. C. Siegmann. *Magnetism*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2006.
- [187] B. C. Dodrill. *The Performance of the Model 7400 VSM: Sensitivity*. Techn. Ber. Westerville, Ohio: LakeShore Cryotronics, Inc., 2010.
- [188] J. Crangle und G. M. Goodman. The Magnetization of Pure Iron and Nickel. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 321:1547 (1971), S. 477–491.
- [189] Ferroxcube. *Datasheet T140/106/25 Ferrite toroids*. 2008.
- [190] Ferroxcube. *Datasheet 3E25 Material specification*. 2008.
- [191] Mini-Circuits. *Datasheet Phase Detector SYPD-1+*. 2015.
- [192] inelta Sensorsysteme GmbH. *Datenblatt Serie KMM62*. 2007.
- [193] Owis. *Datenblatt MVT 40B-Z-UM*. 2013.
- [194] Vacuumschmelze. *Vitroperm Chemische Zusammensetzung*. 2014.
- [195] Vacuumschmelze. *Vitroperm Informationsblatt*. 2014.
- [196] S. Flohrer und G. Herzer. Magnetization loss of nanocrystalline soft magnets. *Journal of Physics: Conference Series*, 144 (2009), S. 012075.
- [197] C. Bechtold. *Entwicklung von Fe(70) Pd(30)-Dünnschichtsensoren zur Bestimmung von Dehnung mittels des inversen magnetischen Formgedächtniseffektes*. Dissertation. Christian-Albrechts-Universität zu Kiel, 2010.
- [198] C. Klever. *Viellagenschichtsystemen aus Tantal- oder Titanitriden mit Eisenkobaltlagen*. Dissertation. Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2012.
- [199] K. Krüger. *Funktionelle PVD-Viellagenschichten aus den Systemen Fe-Co-Hf-N, Ti-N und Ti-Al-N für die Hochfrequenz-Sensorik*. Dissertation. Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2015.

Eigene Veröffentlichungen

Publikationen

- [E1] Iulian Teliban, Claas Thede, Steffen Chemnitz, Christoph Bechtold, W. J. Quadackers, Michael Schütze und Eckhard Quandt. Magnetic moment investigation by frequency mixing techniques. *The Review of scientific instruments*, 80:11 (2009), S. 115106.
- [E2] Christian Klever, Michael Stüber, Harald Leiste, Eberhard Nold, Klaus Seemann, Sven Ulrich, Hayo Brunken, Alfred Ludwig, Claas Thede, und Eckhard Quandt. Multifunctional FeCo/TiN Multilayer Thin Films with Combined Magnetic and Protective Properties. *Advanced Engineering Materials*, 11 (2009). S. 969–975.
- [E3] Christoph Bechtold, Iulian Teliban, Claas Thede, Steffen Chemnitz und Eckhard Quandt. Non-contact strain measurements based on inverse magnetostriction. *Sensors and Actuators A: Physical*, 158:2 (2010). S. 224–230.
- [E4] Krasimir Aleksandrov, Michael Schütze, Iulian Teliban, Claas Thede und Eckhard Quandt. Depletion sensor for protective high temperature coatings. *Materials and Corrosion*, 62:7 (2011). S. 706–712
- [E5] Iulian Teliban, Steffen Chemnitz, Claas Thede, Christoph Bechtold, Babak Mozooni, Hans-Joachim Krause und Eckhard Quandt. M(H) shape reconstruction using magnetic spectroscopy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 324:6 (2011). S. 895–902.
- [E6] Iulian Teliban, Steffen Chemnitz, Claas Thede, Christoph Bechtold, Babak Mozooni, Eckhard Quandt und Hans-Joachim Krause. Reconstruction of magnetization curve using magnetic spectroscopy. In: *Magnetic Particle Imaging*, Vol. 140 der *Springer Proceedings in Physics*. Hrsg. von T. M. Buzug und J. Borgert. 1. Aufl., Springer Berlin Heidelberg, 2012, S. 275–279.

- [E7] Claas Thede, Steffen Chemnitz, Iulian Teliban, Christoph Bechtold, Christian Klever, Michael Stüber und Eckhard Quandt. Non-contact temperature determination of embedded magnetic phases of hard coatings by exploitation of the magnetic hysteresis. *Sensors and Actuators A: Physical*, 178 (2012). S. 104–109.
- [E8] Kathrin Krüger, Claas Thede, Klaus Seemann, Harald Leiste, Michael Stüber und Eckhard Quandt. Thermal Stability of the Ferromagnetic In-Plane Uniaxial Anisotropy of Fe-Co-Hf-N/Ti-N Multilayer Films for High-Frequency Sensor Applications. *IEEE Transactions on Magnetics*, 49:7 (2013). S. 3870–3873.
- [E9] Tim Reimer, Fabian Lofink, Thomas Lisek, Claas Thede, Steffen Chemnitz, Bernhard Wagner. Temperature-stable NdFeB micromagnets with high-energy density compatible with CMOS back end of line technology. *MRS Advances* 1:3 (2016). S. 209–213.
- [E10] Klaus Seemann, Harald Leiste, Michael Stüber, Kathrin Krüger, Hayo Brunken, Alfred Ludwig, Claas Thede, Eckhard Quandt. Combining Sensor and Protective Functionalities in Ferromagnetic Nanocomposite Thin Films for Applications in Harsh Environments. *Advanced Engineering Materials* 18:5 (2016). S. 739–745.
- [E11] Philipp Wagener, Jurij Jakobi, Christoph Rehbock, Venkata Sai Kiran Chakravadhanula, Claas Thede, Ulf Wiedwald, Mathias Bartsch, Lorenz Kienle und Stephan Barcikowski. Solvent-surface interactions control the phase structure in laser-generated iron-gold core-shell nanoparticles. *Scientific Reports* 6 (2016), S. 23352.

Patente

- [E12] Eckhard Quandt, Christoph Bechtold, Steffen Chemnitz, Claas Thede und Iulian Teliban. Verfahren zur Bestimmung mechanischer Eigenschaften magnetostriktiver Materialien, EP2526434B1 (erteilt), *Europäisches Patentblatt* 2015/2

Tagungs- und Seminarbeiträge

- Claas Thede, Steffen Chemnitz und Eckhard Quandt: Non-contact temperature sensor based on inverse magnetostriction, DPG-Frühjahrstagung 2009, Dresden (Vortrag)
- Claas Thede, Steffen Chemnitz und Eckhard Quandt: Non-contact temperature sensor based on inverse magnetostriction, Intermag 2009, Sacramento (Vortrag)
- Claas Thede, Hayo Brunken, Christian Klever, Eckhard Quandt, Alfred Ludwig, Michael Stüber und Klaus Seemann: Nanostrukturierte magnetische Dünnschicht-Komposite für Anwendungen in der Hochtemperatur-Sensorik, 4. Arbeitsgruppenmeeting des SPP1299 „HAUT“, 2009, Frankfurt a.M. (Vortrag)
- Claas Thede, Iulian Teliban, Christoph Bechtold, Steffen Chemnitz und Eckhard Quandt: Berührungslose Bestimmung von magnetischen Eigenschaften funktionalisierter Beschichtungen, Edgar-Lüscher-Seminar 2010, Klosters (Poster, Kurzvortrag)
- Claas Thede, Steffen Chemnitz, Iulian Teliban, Christoph Bechtold und Eckhard Quandt: Investigation of soft-magnetic properties of thin FeCo films for contact-less temperature and strain sensor applications, DPG-Frühjahrstagung 2010, Regensburg (Vortrag)
- Claas Thede, Iulian Teliban, Christoph Bechtold, Steffen Chemnitz und Eckhard Quandt: Magnetische Charakterisierung durch Erweiterung des Frequenzmischverfahrens, Edgar-Lüscher-Seminar 2012, Klosters (Poster, Kurzvortrag)
- Claas Thede, Iulian Teliban, Steffen Chemnitz, Christoph Bechtold, Christian Klever, Michael Stüber, and Eckhard Quandt: Phase-sensitive frequency mixing for sensing magnetic hysteresis, Intermag 2012, Vancouver (Vortrag)
- Claas Thede, Kathrin Krüger, Michael Stüber, Eckhard Quandt: Thermische Stabilität der uniaxialen Anisotropie in funktionalisierten Viellagenschichten, Edgar-Lüscher-Seminar 2013, Klosters (Poster)
- Claas Thede, Hanna Lewitz, Dennis Küter, Jan Abshagen, Eckhard Quandt: Piezoelectric thin-film hydrophones for investigation of the turbulent boundary layer, Edgar-Lüscher-Seminar 2015, Klosters (Poster, Kurzvortrag)

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich herzlich bei all jenen Personen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Prof. Dr.-Ing. Eckhard Quandt hat mich im September 2007 in seinen Lehrstuhl aufgenommen. In den folgenden Jahren hatte ich durch ihn die Möglichkeit, an zahlreichen spannenden Themen und Projekten mitzuarbeiten. Für die während dieser Zeit erfahrene Betreuung, für die wohlwollende Kritik und die Korrekturen zu dieser Arbeit und nicht zuletzt auch für die andauernde Unterstützung: vielen Dank!

Ebenso bedanke ich mich bei Prof. Dr. Rainer Adelung für die Übernahme des Zweitgutachtens sowie bei Prof. Dr. Hermann Kohlstedt und Prof. Dr.-Ing. Jeffrey McCord für ihre Mitwirkung in der Prüfungskommission.

Mein besonderer Dank gilt Dr. Dirk Meyners und Dr.-Ing. Steffen Chemnitz für ihre stetige Diskussionsbereitschaft und ihre Beratung sowohl in fachlichen Themen wie auch darüber hinaus. Ebenso danke ich Dr. Iulian Teliban und Dr.-Ing. Christoph Bechtold für die gute Zusammenarbeit während der gemeinsamen Zeit.

Weiterhin möchte ich mich bei den zahlreichen Mitarbeitern der Technischen Fakultät bedanken, die mich während der gesamten Zeit mit Rat und Tat unterstützt haben. Allen voran sind dies die Mitglieder des Lehrstuhls Anorganische Funktionsmaterialien: Gislinde, Thomas, André, Christiane, Antonio, Volker, Christine, Ali, Boris, Erdem, Patrick, Christoph, Till, Nicole, Julia, Anne, Lars, Rahel, Justin und Maike sowie von den zahlreichen Ehemaligen ganz besonders Uli, Enno, Klaas und Kristina. Daneben seien an dieser Stelle Jörg, Fabian, Sören und Leo genannt, sowie stellvertretend für die jederzeit hilfsbereite Werkstatt Matthias und Berndt.

Mit den Kollegen des gemeinsamen Teilprojekts im Schwerpunktprogramm 1299 war stets eine sehr gute und konstruktive Zusammenarbeit möglich, die im Transferprojekt ihre Fortsetzung findet. Mein herzlicher Dank hierfür geht an meine Ko-Doktoranden Christian Klever, Hayo Brunken, Kathrin Krüger und Stefan Beirle sowie an Michael Stüber, Klaus Seemann, Alfred Ludwig, Harald Leiste und Stefan Zils. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft DFG danke ich für die finanzielle Förderung im Rahmen beider Projekte.

Zuletzt noch ein herzlicher Dank an meine Freunde, an meine Familie und an Hanna. Ohne Eure Unterstützung wäre all dies nicht möglich gewesen.