

Berührungslos und zerstörungsfrei – Keramiken charakterisieren mit Terahertz-Wellen

J. Jonuscheit

Innovative Terahertz-Messsysteme eignen sich hervorragend, um Keramik-Bauteile zu prüfen, um Keramiken zu charakterisieren oder um Schichtdicken zu bestimmen. Die Methode nutzt dazu die Eigenschaften von Terahertz-Wellen aus; sie arbeitet berührungslos, zerstörungsfrei und äußerst zuverlässig. Im elektromagnetischen Spektrum liegen Terahertz-Wellen genau zwischen den Mikrowellen und dem infraroten Licht.

Keramische Werkstoffe verfügen über eine Reihe spezifischer Eigenschaften, die sie grundsätzlich von anderen Werkstoffen wie beispielsweise Metallen unterscheiden, und damit für vielfältige Anwendungen interessant machen. Traditionell werden technische Keramiken als Isolatoren genutzt. Im Maschinen- und Anlagenbau gewährleisten keramische Bauteile oder funktionale keramische Beschichtungen den Verschleiß- und Korrosionsschutz. In der Elektronik dienen technische Keramiken als Trägerplatten für integrierte Schaltungen. Auch in Spanwerkzeugen und medizinischen Prothesen kommen sie zum Einsatz.

Doch Keramiken haben ein Problem – sie sind spröde: Anders als metallische Werkstoffe sind sie nicht in der Lage, kleinere konstruktive Fehler durch elastische und plastische Verformung auszugleichen. Dementsprechend gering ist die Fehlertoleranz bei der Herstellung von Hochleistungskeramiken. Genaue und sichere Prüfverfahren sind also gefragt, die Poren, Einschlüsse, Dichte-Inhomogenitäten oder Risse zuverlässig entdecken.

Anforderung an die Messtechnik

Die Prüfung keramischer Werkstoffe stellt hohe Anforderungen an das jeweilige Prüfverfahren. Etablierte Verfahren der Werkstoffprüfung wie die optische, akustische, magnetische, elektrische oder elektromagnetische Prüfung können, gewisse Anpassungen vorausgesetzt, auch zur Prüfung von Hochleistungskeramiken herangezogen werden. Bei der Auswahl der Verfahren kommt es neben der Zuverlässigkeit auch auf Schnelligkeit und eine problemlose Integration in den Produktionsprozess an. Die Terahertz-Messtechnik erfüllt all diese Anforderungen aus der Industrie an ein zerstörungsfreies Prüfverfahren für keramische Werkstoffe. Zurzeit ist die Methode zwar noch nicht weitverbreitet, doch ihre Vorteile überzeugen.

Was sind Terahertz-Wellen?

Mit Frequenzen zwischen 0,1 und 10 Terahertz (THz) liegen Terahertz-Wellen zwischen den Mikrowellen und der Infrarotstrahlung. Die zugehörigen Wellenlängen reichen von 30 µm bis 3 mm. Dabei vereinigen Terahertz-Wellen die Vorteile der angrenzenden spektralen Bereiche: hohe Eindringtiefe und geringe Streuung bei gleichzeitig guter räumlicher Auflösung. Aufgrund der vergleichsweise niedrigen Energie lösen Terahertz-Wellen, anders als UV-Licht oder Röntgenstrahlung, keine Änderungen in chemischen oder biologischen Strukturen aus. Sie sind also für den Menschen unbedenklich. Strahlenschutzmaßnahmen sind daher nicht notwendig. Terahertz-Wellen durchdringen im Gegensatz zu sichtbarem und infrarotem Licht viele dielektrische Materialien. Dadurch ist es möglich, im Inneren eines Körpers Strukturen sichtbar zu machen. Dabei gilt: Elektrisch leitende Materialien reflektieren Terahertz-Wellen. Massive Metalle lassen sich daher mit Hilfe der Terahertz-Messtechnik nicht analysieren. Doch zur Detektion

metallischer Einschlüsse in nicht-leitenden Materialien wie z. B. Keramiken oder Kunststoffen eignet sich das Verfahren ganz hervorragend.

Prinzip der Terahertz-Messtechnik

Je nach Probenkörper und Messaufgabe wird in der Terahertz-Messtechnik in Transmission oder in Reflexion gemessen. Bei der Transmissionsanordnung werden vor allem Hohlräume oder Fremdkörper im Material detektiert, und zwar ganz einfach anhand der veränderten Absorption oder Streuung. Alternativ lassen sich Dickenvariationen auch aus der Zeitverzögerung des Terahertz-Signals gegenüber der Laufzeit durch eine Referenzprobe ableiten.

Dagegen schließt man in der Reflexionsanordnung aus den zeitlichen Abständen der reflektierten Signale auf die Schichtdicke bzw. auf den Ort der Reflexion. Das ist möglich, da ein Teil der Terahertz-Welle an jeder Grenzfläche reflektiert wird. Auf diese Weise lassen sich Hohlräume oder Fremdkörper durch zusätzlich auftretende Pulse im Reflexionssignal nachweisen.

Dreidimensionale Probeninformationen erhält man mittels Terahertz-Tomographie. Bei diesem Verfahren wird die in Reflexion erfolgte Bildgebung mit der gleichzeitig ermittelten Laufzeitinformation kombiniert.

Joachim Jonuscheit
Fraunhofer-Institut für
Physikalische Messtechnik IPM
Materialcharakterisierung und -prüfung
67663 Kaiserslautern

E-Mail:
joachim.jonuscheit@ipm.fraunhofer.de

Keywords: Terahertz, Schichtdicke,
Defekterkennung, zerstörungsfrei,
berührungslos

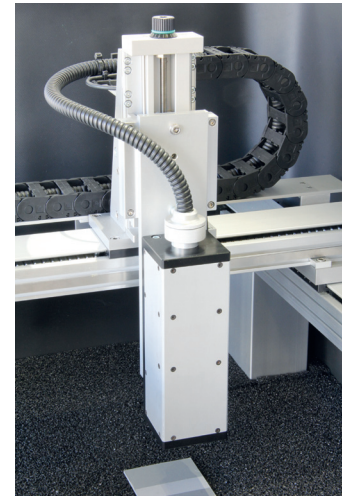


Bild 1 Ein Terahertz-Zeitbereichsspektroskopie-System besteht aus zwei Teilen: einem 19"-Rack als Basiseinheit mit Laser, Elektronik und Rechner (l.) und einem XY-Scanner, auf dem ein fasergekoppeltes Terahertz-Modul für Reflexionsmessungen montiert ist (r.)

Das laterale Auflösungsvermögen wird hierbei physikalisch nur durch die Wellenlänge begrenzt (hier rund 300 μm). Hinzu kommt der apparative Anteil, der durch die Abbildung des Probenvolumens auf den Detektor bestimmt ist. In der Praxis lassen sich Fehlstellen oder Fremdkörper in der Größenordnung von einem Millimeter problemlos erkennen. Analysiert man die Laufzeit der Signale, kann man auf die Orte der Reflexion zurückschließen. Das ist dann z. B. die Dicke einer Schicht oder der Ort einer Fehlstelle bzw. eines Fremdkörpers.

Zeitbereichsspektroskopie und FMCW-Radar

Von den zahlreichen in der Literatur vorgestellten Terahertz-Techniken sind die Zeitbereichsspektroskopie (TDS, time domain spectroscopy, Bild 1) und das FMCW-Radar (frequency modulated continuous wave, Bild 2) die zurzeit am weitesten entwickelten Techniken.

Während die TDS-Technik durch den Einsatz von Kurzpuls laser auf einem optischen Ansatz basiert, greift das FMCW-Radar auf etablierte elektronische Ansätze der Milli- und Mikrometer-Technik zurück. Entsprechend weisen beide Verfahren unterschiedliche Eigenschaften auf.

Durch die Verwendung von Kurzpuls lasern werden extrem kurze Terahertz-Pulse (kürzer als 1 ps) mit einem sehr breiten Spektrum (von 0,1 bis über 4 THz) erzeugt. Dadurch eignet sich diese Technik vor allem für spektroskopische Untersuchungen (es wird ein weiter Spektralbereich mit einer einzigen Messung untersucht) und für Schichtdickenmessung (durch die kurzen Pulse können dünne Schichten sehr genau bestimmt werden). Die Messzeit für einen einzelnen Punkt beträgt dabei zwischen 100 ms und 1 s – je nach Probenbeschaffenheit.

Das FMCW-Radar basiert auf einem spannungskontrollierten Mikrowellen-Oszillator (VCO voltage controlled oscillator), dessen Ausgangsstrahlung mittels Frequenzvervielfachern in die verschiedenen Frequenzbänder transferiert wird. Somit stehen Frequenzbereiche um 100 GHz, 150 GHz, 300 GHz und 850 GHz zur Verfügung.

Durch das schnelle elektronische Abstimmen des VCO sind hier mehr als 1000 Messungen pro Sekunde möglich. Somit ist dieses Verfahren vor allem für die Bildgebung prädestiniert. Aufgrund der gegenüber dem TDS-Verfahren geringeren Bandbreite kann jedoch nur eine reduzierte Tiefenaufklärung erreicht werden.

Schichtdicken-Messungen

Eine Laufzeitanalyse der Terahertz-Pulse erlaubt die Dickenbestimmung keramischer Bauteile sowie Keramikbeschichtungen auf Metall oder anderen Trägermaterialien. Dabei gilt: je dicker und optisch dichter die durchstrahlende Schicht, desto größer die Zeitverzögerung im Vergleich zur Referenzmessung oder zur Messung an einer dünneren Probenstelle. Auf diese Weise können Schichten ab einer Dicke von etwa 10 μm auf nahezu beliebigem Trägermaterial erfasst werden.

Im Falle des TDS-Verfahrens können mithilfe der hochgenauen Laufzeitanalyse Schichten mit einer Genauigkeit von etwa 1 μm untersucht werden. Beispielhaft werden in Bild 3 die Ergebnisse an einer mit Aluminiumoxid beschichteten Metallplatte der Größe 30 mm \times 30 mm und in Bild 4 an einer Turbinenschaufel mit Wärmedämmschicht vorgestellt.

An verschiedenen Positionen wurde die aufgebrauchte Schicht mittels Wirbelstromverfahren berührend gemessen. Der Testkörper wurde mittels TDS-Technik flächig untersucht, sodass die Information zur zweidimensionalen Dickenverteilung vor-

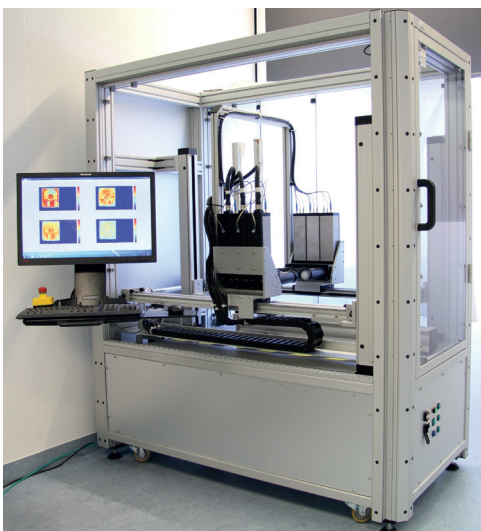


Bild 2 Ein bildgebendes FMCW-Radarsystem (frequency modulated continuous wave) zur berührungsfreien und zerstörungsfreien Inspektion von Bauteilen. Es basiert auf etablierter elektronischer Milli- und Mikrometer-Technologie

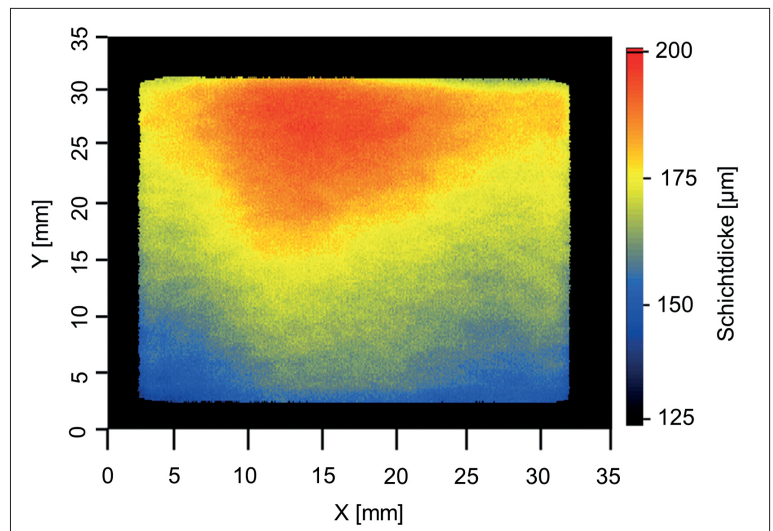
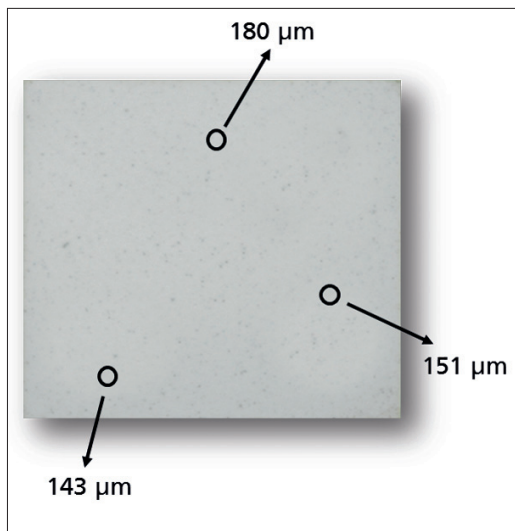


Bild 3 Testkörper mit Aluminiumoxid-Beschichtung auf Metall: Dickenmessung mit dem berührenden Wirbelstrom-Verfahren an ausgewählten Punkten (l.); flächige Darstellung der Dickenverteilung mittels berührungsloser Terahertz-Messtechnik (r.)

liegt. Diese zeigt deutlich eine inhomogene Beschichtung. Es ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung zwischen den Terahertz- und den mit Wirbelstrom ermittelten Dickenwerten.

Hochdruckturbinenschaufeln sind Oberflächentemperaturen von bis zu 1250 °C ausgesetzt und müssen daher mit einer keramischen Wärmedämmschicht geschützt werden. Dies geschieht im EBPVD-Verfahren (Electron Beam Physical Vapour De-

position, Elektronenstrahlverdampfen), bei dem Yttriumoxid-teilstabilisiertes Zirkonoxid verdampft wird, welches sich anschließend bevorzugt auf den Turbinenschaufelblättern als Hochleistungs-Wärmedämmschicht niederschlägt. Die Schichtdicke der Wärmedämmschicht ist ausschlaggebend für die Effizienz der Schicht. Alle bisherigen Versuche, Schichtdicken an keramischen Wärmedämmschichten auf Turbinenschaufeln zerstörungsfrei zu ermitteln, sind ge-

scheitert. Das heißt, eine exakte Messung ist bis jetzt nur zerstörend in der Metallografie möglich, indem Bauteile oder Proben zerschnitten und mikroskopisch ausgewertet werden. Die Terahertz-Messtechnik bietet hier Möglichkeiten, Schichtdicken an EBPVD-Wärmedämmschichten sehr genau zu messen (Bild 4).

Das Thermische Spritzen ist eines der etablierten Verfahren zur Beschichtung metallischer Werkstoffe mit Keramik zum Zwecke

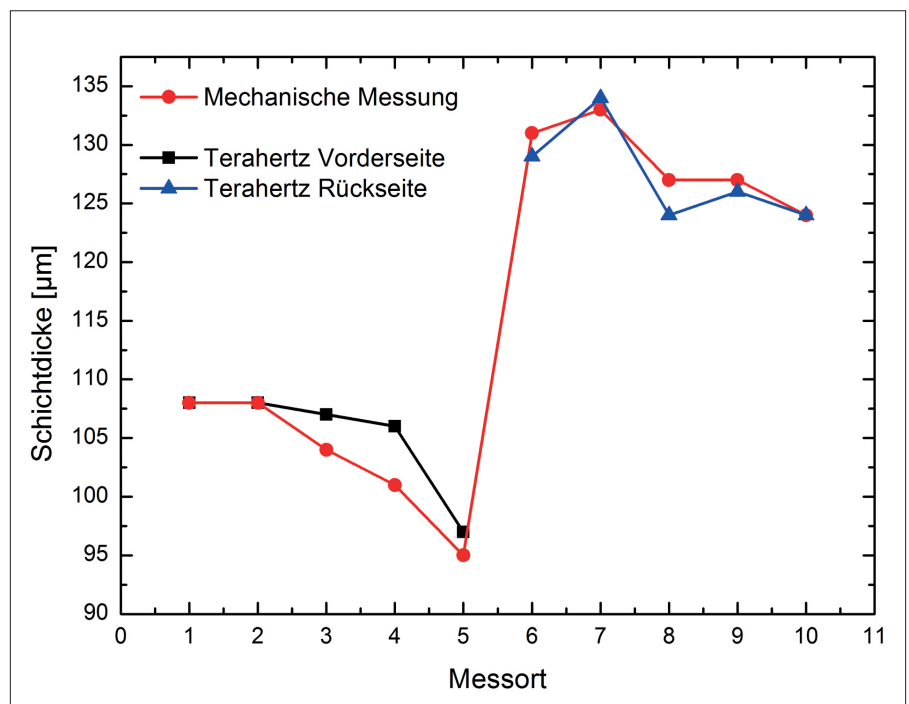
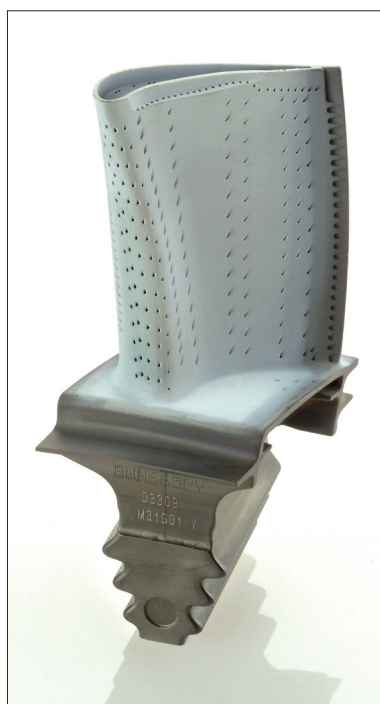


Bild 4 Dickenmessung der Keramiksicht entlang des Umfangs einer Turbinenschaufel in einer ausgewählten Höhe; zur mechanischen Messung wurde die Turbinenschaufel zersägt und unter dem Mikroskop vermessen (Bild links: MTU Aero Engines GmbH)

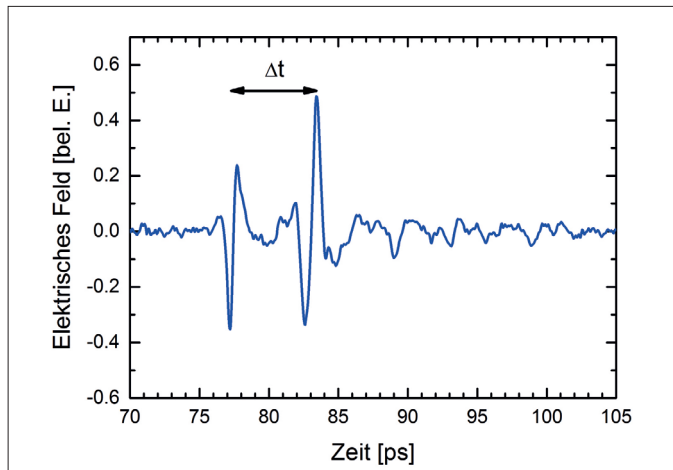


Bild 5 Testkörper mit Keramikschicht auf Metall, welche mit dem thermischen Spritzverfahren aufgebracht wurde: Foto der Probe (l.) und (r.) beispielhafte Messung an der grauen Keramikschicht (oben im Bild)

des Verschleiß- und Korrosionsschutzes, des Schutzes vor Heißgaskorrosion, der thermischen Isolation oder der Anpassung von Reib- und Gleiteigenschaften. Beim thermischen Spritzen werden feine Partikel des Beschichtungswerkstoffs in einen heißen Gasstrom injiziert, der mit Hilfe elektrischer Energie oder durch Brenngase erzeugt wird. Die Partikel werden mit hoher Geschwindigkeit auf den zu beschichtenden Grundwerkstoff geschleudert und dabei an- bzw. aufgeschmolzen. Es entsteht eine festhaftende, dichte und homogene Beschichtung. Die am weitesten verbreiteten thermischen Spritzverfahren sind Flammgespritzen, Lichtbogenspritzen, Plasmaspritzen, Hochgeschwindigkeits-Flammgespritzen (HVOF) und Vakuum-Plasmaspritzen. Die online-Kontrolle des Beschichtungsprozesses wird dadurch erschwert, dass sich das zu beschichtende Bauteil unter der Wärmeeinwirkung

ausdehnt. Somit können keine Lasertriangulationssensoren eingesetzt werden, berührende Sensoren scheiden aufgrund der hohen Oberflächentemperatur und der Prozessführung aus. Im Falle der berührungslos arbeitenden Terahertz-Technik erfolgt die Schichtdickenbestimmung aus der zeitlichen Differenz der beiden Reflexe von der Oberfläche der Keramikschicht und des Übergangs Keramikschicht-Trägermaterial. Dehnt sich nun das Trägermaterial aus, so verschieben sich beide Reflexe gleichermaßen und die Zeitdifferenz bleibt konstant. Beispielhaft wird in Bild 5 das Ergebnis an einer beschichteten Metallplatte vorgestellt.

Volumeninspektion

Die Bildgebung erfolgt hier durch das Abtastern einer Probe unter Verwendung eines Terahertz-Punktsensors. Bei Transmissi-

onmessungen erhält man dabei in erster Linie zweidimensionale Informationen zur Probengeometrie. Betrachtet man zusätzlich noch die Laufzeit, so gewinnt man auch Informationen zur Gesamtdicke oder -dichte. Bei Reflexionsmessungen erhält man zusätzlich noch die Tiefeninformation. Das Ergebnis ist eine dreidimensionale Darstellung der Probe.

Der in Bild 6 gezeigte Mikroreaktor aus Aluminiumoxid besteht aus einer Reaktionszone in Reaktormitte, zwei Kühllebenen ober- und unterhalb der Reaktionsebene sowie aus zwei Trenn- und Deckplatten. Die Plattendicke der Reaktions- und Kühllebenen beträgt 900 µm, die der restlichen Platten 700 µm. Die Reaktions- und Kühlplatten besitzen zur besseren Führung der Strömung rautenförmige Strukturen. Die Gesamtgröße des Reaktors beträgt 100 mm × 100 mm × 5,5 mm. Mithilfe der Terahertz-Messtechnik lässt sich die interne Struktur des Reaktors sichtbar machen.

Die Transparenz verschiedener Werkstoffe hängt entscheidend von deren Mikrostrukturen ab, da allgemein die Streuverluste elektromagnetischer Wellen vom Verhältnis der Wellenlänge und der Größe der Streuzentren abhängen. Dies ist vor allem im Falle von Keramiken wichtig, da diese mit unterschiedlicher Porosität hergestellt werden können.

Je nach Porengröße zeigt dieselbe Keramik eine unterschiedliche Transparenz: je größer die Poren, desto größer die Dämpfung. Diesen Effekt kann man sich messtechnisch zu Nutze machen, um Schwankungen in der Porengröße bzw. Porositätsschwankungen

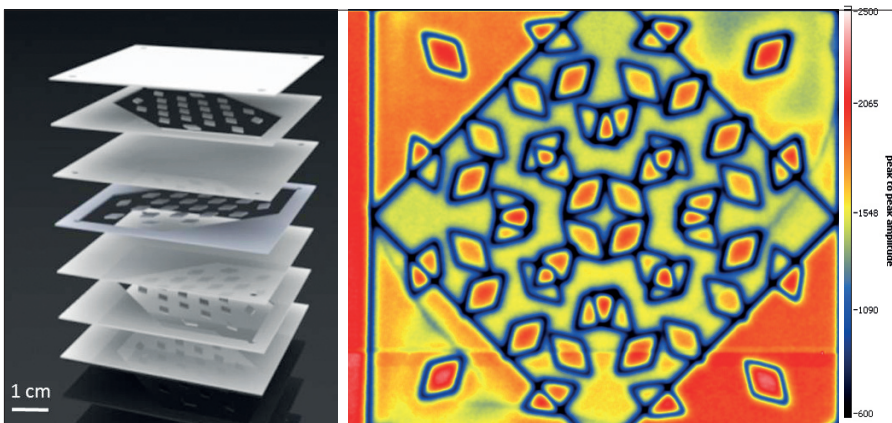


Bild 6 Schematischer Aufbau des keramischen Mikroreaktors (l.) und das zugehörige Terahertz-Transmissionsbild (r.) (Bild links: IANUS GmbH)

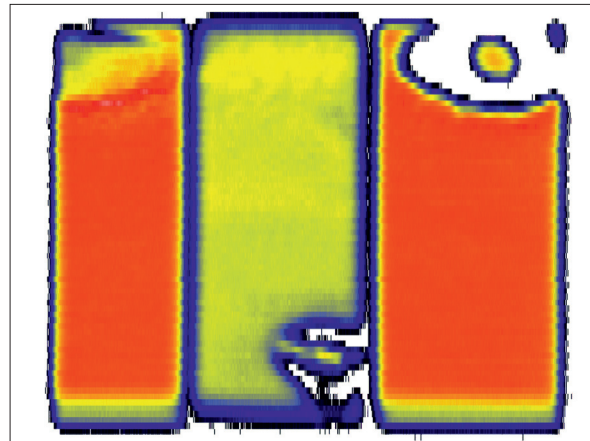


Bild 7 Foto eines Bauteils aus Siliziumnitrid (l.) und zugehöriges Terahertz-Transmissionsbild (r.). Es zeigt zuverlässig Bereiche erhöhter Porosität (weiße Stellen) – auch wenn diese von außen nicht erkennbar sind (Mitte unten)

zu erkennen. Bild 7 verdeutlicht dies am Beispiel eines Bauteils aus Siliziumnitrid. Während des Herstellungsprozesses können Bereiche erhöhter Porosität auftreten, die sich negativ auf die Haltbarkeit auswirken.

Im vorliegenden Bauteil wurde ein solcher Bereich erhöhter Porosität von außen erkannt (rechts oben markiert). Im Terahertz-Transmissionsbild ist dieser sehr deutlich zu erkennen. Darüber hinaus wurde jedoch noch ein weiterer Bereich erkannt (Mitte unten), der von außen jedoch nicht erkenn-

bar ist. Hier liegt der besondere Vorteil der Terahertz-Messtechnik: Unsichtbares sichtbar machen.

Fazit: Terahertz macht Unsichtbares sichtbar

Die Terahertz-Messtechnik kann erfolgreich zur berührungslosen und zerstörungsfreien Charakterisierung von keramischen Werkstücken eingesetzt werden – entweder zur Dickenmessung einer keramischen Beschichtung oder zur Vermessung des Bauteils selbst. Die Messung ist auch an

komplex geformten Teilen möglich: auf gekrümmten Oberflächen, in Taschen und auf Kanten. Nicht zuletzt kann man die Terahertz-Messtechnik auch zur Volumeninspektion einsetzen. Je nach Zugänglichkeit der Probe oder Fragestellung lassen sich Prüfungen in Reflexion und/oder Transmission durchführen.

Auf diese Weise ist man in der Lage, in keramischen Werkstücken Dickenunterschiede, Einschlüsse, Inhomogenitäten und andere Defekte zuverlässig, berührungslos und zerstörungsfrei zu erkennen.