



Elektro-thermische Charakterisierung von Multilayer-Varistoren

Diplomarbeit am Institut für Struktur- und Funktionskeramik,
Montanuniversität Leoben

Christian Koczvara

2015

Eidesstattliche Erklärung:

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit von mir selbständig und nur unter Verwendung der angeführten Literatur erstellt wurde.

Affidavit:

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

Datum

Unterschrift

Danksagung

An dieser Stelle bedanke ich mich bei allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Instituts für Struktur- und Funktionskeramik für die Hilfsbereitschaft und Freundlichkeit.

Besonders möchte ich mich bei Prof. Dr. Peter Supancic bedanken, der diese Diplomarbeit möglich gemacht und auch die Betreuung dieser übernommen hat. Weiters bedanke ich mich bei Prof. Dr. Robert Danzer, der mir die Möglichkeit gab die vorliegende Arbeit zu verfassen.

Ebenso gilt mein großer Dank DI Nadine Raidl und Dr. Michael Hofstätter für die fachliche und persönliche Unterstützung.

Der Firma EPCOS/Deutschlandsberg danke ich für die Bereitstellung der Proben.

Außerdem bedanke ich mich bei meiner Familie, die mir durch ihre Unterstützung dieses Studium erst ermöglicht hat.

Der österreichischen Bundesregierung (insbesondere dem Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie und dem Bundesministerium für Wirtschaft, Familie und Jugend) vertreten durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft mbH (FFG), und den Ländern Steiermark und Tirol, vertreten durch die Steirische Wirtschaftsförderungsgesellschaft mbH (SFG) sowie die Standortagentur Tirol wird für die Förderung im Rahmen des COMET Förderprogramms herzlich gedankt.

Abstract

Varistors are electro ceramic components whose electrical resistance strongly depends on the applied voltage. Until a so-called breakdown voltage is reached, the varistor has a high resistance. Above this breakdown voltage the resistance decreases strongly nonlinear. This effect is based on potential barriers located at the grain boundaries. It is reversible and occurs very fast. Therefore these components are used as electrical surge protection elements. Here the varistor is connected parallel to the protected device. Because of the ongoing miniaturisation only a few grain boundaries dominate the properties of the whole device. This is why some effects, like the variation of the pressure dependence of the current-voltage-characteristic, are macroscopically measurable, which are averaged in devices dominated by high amount of grain boundaries.

The main focus of this work is the analysis of the pressure dependency of individual grain boundaries in multilayer-varistors using lock-in thermography. Due to the piezoelectric properties of ZnO, which the varistor-ceramic is based on, it is expected that the pressure dependency is controlled by the orientation of the grains. For the experimental implementation of static and dynamic compression tests a new testing device was developed. It is required that miniature specimens can be mechanically tested while thermographic recordings are made.

The thermographic investigations on statically compressed components show significant change of heated sections. The external mechanical load can increase or decrease the electric conductivity. This causes a local change in the heat generation, which was detected with thermal imaging cameras. The variance of this effect may be caused by a distinct anisotropy of the local behavior on microstructural level.

In the mechanically modulated investigations the expected periodic temperature change could not be detected because of the low amplitude.

Kurzfassung

Varistoren sind elektrokeramische Bauteile deren elektrischer Widerstand stark von der angelegten Spannung abhängt. Der Varistor hat bis zum Erreichen einer bestimmten Schaltspannung einen hohen Widerstand. Ab dieser Schaltspannung nimmt der Widerstand stark nichtlinear ab. Dieser sogenannte Varistoreffekt beruht auf Potentialbarrieren an den Korngrenzen der Varistorkeramik (Zinkoxid). Die spannungsinduzierte Reduktion des Widerstands ist reversibel und passiert sehr schnell. Daher werden diese Bauteile als elektrische Überspannungsschutzelemente eingesetzt. Dabei wird der Varistor parallel zum eigentlichen, zu schützenden Verbraucher geschaltet. Aufgrund der fortschreitenden Miniaturisierung wird das Verhalten einzelner Korngrenze immer dominierender für die Eigenschaften des gesamten Bauteils. Dadurch werden Effekte makroskopisch messbar, die sonst bei Bauteilen mit einer Vielzahl von Korngrenzen durch Mittelung nicht sichtbar sind. Ein Beispiel hierfür ist die große Variation der Druckabhängigkeit der Strom-Spannungs-Kennlinie von Bauteil zu Bauteil.

Das Hauptaugenmerk dieser Arbeit liegt darauf, das druckabhängige Verhalten einzelner Korngrenzen von Mehrschichtvaristoren mit Hilfe der Lock-in Thermographie zu analysieren. Aufgrund des piezoelektrischen Verhaltens von ZnO wird erwartet, dass die Auswirkung des Druckes auf die Leitfähigkeit der Korngrenze, und somit die Temperaturentwicklung eben dort, abhängig von der Kornorientierung ist.

Für die experimentelle Umsetzung wurde eine eigene Prüfvorrichtung entworfen und gefertigt die statische und dynamische Druckversuche ermöglicht und gleichzeitig für thermographische Aufnahmen von Miniaturproben geeignet ist. Dadurch ist es möglich thermographische Analysen strommoduliert und druckmoduliert durchzuführen.

Die thermographischen Untersuchungen bei mechanisch statisch belasteten Bauteilen zeigen eine deutliche Änderung der Intensität des durch den Stromfluss erwärmten Bereichs mit zunehmender mechanischer Spannung. Es kann sowohl eine Erhöhung als auch eine Verringerung der Intensität festgestellt werden, was als Zunahme beziehungsweise Abnahme der elektrischen Leitfähigkeit interpretiert werden kann. Die große Variation dieses Effekts deutet auf eine ausgeprägte Anisotropie des lokalen Verhaltens auf Gefügeniveau hin.

Bei den mechanisch modulierten Versuchen konnte der periodische zu erwartende Temperaturwechsel aufgrund der geringen Amplitude nicht nachgewiesen werden.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung	iv
Abstract.....	v
Kurzfassung	vi
Symbolverzeichnis	ix
1 Einleitung	1
2 Grundlagen	3
2.1 Werkstoffeigenschaften ZnO.....	3
2.2 Eigenschaften der Korngrenze.....	5
2.3 Strom-Spannungs-Verhalten von Varistoren.....	8
2.4 Degradation	12
2.5 Bauformen	13
2.6 Herstellung	15
2.6.1 Energievaristor.....	15
2.6.2 Vielschichtvaristor.....	16
3 Elektrothermisch-mechanische Analyse.....	19
3.1 Besonderheiten von Vielschichtvaristoren	19
3.2 Zielsetzung	21
3.3 Versuchsaufbau	21
3.3.1 Unbelastete Charakterisierung.....	21
3.3.2 Druckabhängige thermographische Untersuchungen.....	23
3.3.3 Finite Elemente Analyse der Prüfvorrichtung.....	26
3.4 Proben.....	28
3.5 Probenpräparation.....	29
3.6 Versuchsdurchführung.....	35
3.6.1 Mechanisch unbelastete Strom-Spannungs-Kennlinie	35
3.6.2 Druckabhängige Strom-Spannungs-Kennlinie	37

3.6.3	Grundlagen der Infrarotthermographie.....	39
3.6.4	Grundlagen der Lock-in Technik	41
3.6.5	Grundlagen der Fouriertransformation (FT).....	42
3.6.6	Thermographische Analyse	44
3.6.7	Datenerfassung und Auswertung Thermographie	52
3.6.8	Bildausrichtung.....	55
4	Ergebnisse.....	59
4.1	Vorversuche.....	59
4.2	Hauptversuche	61
4.2.1	Versuche bei statischer mechanischer Last	62
4.2.2	Versuche mit dynamischer mechanischer Last	64
5	Zusammenfassung und Ausblick.....	68
6	Anhang	71
6.1	Programm 1	71
6.2	Programm 2	71
6.3	Programm 3	71
7	Literaturangaben.....	73

Symbolverzeichnis

Bedeutung	Symbol	Einheit
Elektrische Polarisierung	P	[C m ⁻²]
Mechanische Spannung	σ	[N m ⁻²]
Varistorexponent	α	[-]
Elektrische Spannung	U	[V]
Elektrische Stromstärke	I	[A]
Elektrischer Widerstand	R	[Ω]
Kraft	F	[N]
Elektrische Feldstärke	E	[V m ⁻¹]
Winkelgeschwindigkeit	ω	[s ⁻¹]
Federkonstante	C	[N m ⁻¹]
Frequenz	f	[Hz]
Wärmeleitfähigkeit	λ_w	[W (m K) ⁻¹]
Wärmeflussdichte	q	[W m ⁻²]
Stefan-Boltzmann-Konstante	σ_{SB}	[W m ⁻² K ⁻⁴]
Emissionskoeffizient	ε	[-]
Temperatur	T	[K]
Elektrische Leistung	P_{el}	[W]
elektrische Stromdichte	j	[A m ⁻²]
Wellenlänge	λ	[m]
Piezoelektrische Konstante	d	[pC N ⁻¹]

1 Einleitung

Der vermehrte Einsatz elektrischer Halbleiterbauelemente, welche sehr empfindlich gegenüber Überspannung sind, führt zur Notwendigkeit immer leistungsfähigerer Schutzelemente für diese Bauelemente. Bereits ein Spannungsimpuls, hervorgerufen durch eine elektrostatische Entladung (ESD: electrostatic discharge), kann die empfindlichen Teile schädigen, was je nach Anwendungsgebiet weitreichende Folgen haben kann. Zum Schutz werden Varistoren eingesetzt, welche ausgesprochen kurze Ansprechzeiten haben. [1]

Unter Varistoren (variable resistor) versteht man halbleitende keramische Bauelemente mit einer hoch nichtlinearen elektrischen Charakteristik. Der elektrische Widerstand solcher Bauteile ist bis zu einer Schaltspannung annähernd konstant hoch und nimmt bei Überschreiten dieser stark nichtlinear, im Idealfall sprunghaft, ab. Durch die sehr kurze Schaltzeit und die Reversibilität eignen sich Varistoren hervorragend als Sicherheitsbauteile um empfindliche Elemente vor Überspannung zu schützen. Dazu werden diese parallel zum zu schützenden Stromkreis eingebaut. [2]

Die ersten keramischen Varistoren entwickelte Bell System in den frühen 1930er Jahren. Diese wurden aus partiell gesinterten SiC Partikeln gefertigt und sollten die davor eingesetzten Selen-Gleichrichter ersetzen, welche zum Schutz der Telefonsysteme zum Einsatz kamen. [2]

1968 wurde von einer Forschungsgruppe bei Matsushita Electric in Japan der ZnO Varistor entwickelt, welcher bereits im Folgejahr kommerziell vertrieben wurde. Der große Vorteil gegenüber Varistoren aus SiC ist der deutlich stärkere Anstieg der Leitfähigkeit im Schaltbereich. [3]

ZnO ist heute der Standardausgangsstoff für Varistorbauelemente. Zusätzlich werden typischerweise bis circa zehn Gewichtsprozent an Dotierstoffen beigemischt, wobei die Menge der einzelnen Komponenten zwischen ppm und Prozent liegen kann. [4]

Die Grundlage für den Varistoreffekt liefern Potenzialbarrieren, sogenannte Doppelschottky Barrieren (DSB), die an den Korngrenzen entstehen. Diese führen bei ZnO Varistoren zu einer üblichen Schaltspannung im Bereich von 3 V pro Korngrenze. Daraus ergibt sich eine Abhängigkeit der Schaltspannung von der Anzahl der Korngrenzen

zwischen den Elektroden. Die Eigenschaften des Varistors sind stark von den einzelnen Dotierungstoffen abhängig. Allerdings ist noch nicht gänzlich geklärt wie genau die einzelnen Komponenten das Eigenschaftsprofil verändern. Einige Dotierstoffe dienen zur Einstellung der Korngröße, wobei nicht ausgeschlossen werden kann, dass diese zusätzlich die Potenzialbarriere der Korngrenze beeinflussen. [2, 3]

In dieser Arbeit sollen an ausgewählten Miniaturproben (i.e. Niederspannungsvaristoren mit wenigen Korngrenzen in Serie) ein Zusammenhang zwischen der Strom-Spannungskennlinie der Probe und den lokalen Eigenschaften auf Kornniveau hergestellt werden. Aus vorangegangenen Arbeiten ist bekannt [5 bis 7], dass das individuelle Bauteilverhalten bei diesen speziell hergestellten Proben auffällig stark streut. Dies liegt darin begründet, dass oft nur ein Strompfad das Bauteilverhalten dominiert, sodass Details des jeweiligen stromdurchflossenen Gefüges entscheidend sind. Dadurch wird das Verhalten einzelner Korngrenze immer ausschlaggebend für die Eigenschaften des gesamten Bauteils. Es werden Effekte makroskopisch messbar, die sonst bei Bauteilen mit einer Vielzahl von Korngrenzen gemittelt werden. Ein Beispiel hierfür ist die große Variation der Druckabhängigkeit der Strom-Spannungskennlinie von Bauteil zu Bauteil.

Es wird erwartet, dass sich bei mechanischer Belastung auch die Erwärmung des Bauteils, welche durch Anlegen einer elektrischen Spannung hervorgerufen wird, geringfügig verändert. Dies lässt sich aus der Druckabhängigkeit der Strom-Spannungskennlinien ableiten. Physikalisch dürfte der piezoelektrische Effekt der ZnO-Kristalle für die unterschiedlich erscheinenden „piezotronischen Effekte“ verantwortlich sein. [6, 7].

Um die Änderung der Bauteilerwärmung festzustellen wurde eine Prüfvorrichtung für die thermographische Analyse unter mechanischer Last solcher Miniaturproben entworfen. Diese soll neben der Möglichkeit zur Prüfung statisch belasteter Bauteile auch dynamische Lastfälle umsetzen können. Zusätzlich war es notwendig die vorhandene Auswertesoftware für diese Prüfmethode anzupassen. Durch das Freilegen und Analysieren der stromdominierenden Gefügebereiche soll die Druckabhängigkeit der Bauteile bestätigt und gleichzeitig die Funktion der entwickelten Messmethode überprüft werden.

2 Grundlagen

2.1 Werkstoffeigenschaften ZnO

ZnO kann in den drei Kristallstrukturen Wurtzit, Zinkblende und Steinsalzstruktur vorkommen. Die Wurtzitstruktur ist bei Normalbedingungen die thermodynamisch stabile Phase. Die Zinkblendestruktur wird erreicht, wenn ZnO auf kubischem Substrat aufgewachsen wird. Die Steinsalzstruktur entsteht nur bei erhöhtem Druck. In **Abbildung 1** sind die genannten Kristallstrukturen dargestellt. [8]

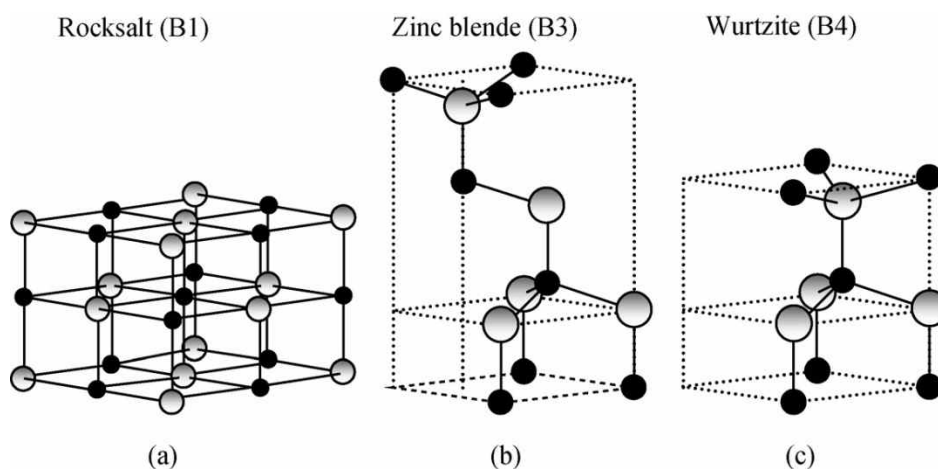


Abbildung 1: Die unterschiedlichen Strukturen die von ZnO eingenommen werden können. a) Steinsalzstruktur, b) Zinkblendestruktur, c) Wurtzitstruktur [8]

Die nachfolgend beschriebenen Eigenschaften beziehen sich alle auf die Wurtzitstruktur.

ZnO zeigt eine ausgeprägte Anisotropie der thermischen Ausdehnungskoeffizienten sowie der elastischen Konstanten. Bedingt durch das fehlende Symmetriezentrum weist die Wurtzitstruktur piezoelektrische Eigenschaften auf. In einem piezoelektrischen Kristall kommt es bei einer angelegten mechanischen Spannung σ , wie in Formel 1 in Voigt Notation beschrieben, zur elektrischen Polarisation P :

$$P_i = d_{ijk} \sigma_j. \quad (1)$$

Grundsätzlich hat der piezoelektrische Tensor 18 unabhängige Komponenten. Diese Zahl wird aufgrund von Kristallsymmetrien auf drei unabhängige Komponenten (d_{31} , d_{33} , d_{15}) reduziert. In **Tabelle 1** sind einige Eigenschaften von ZnO aufgelistet. [8, 9]

Tabelle 1: Kennwerte von ZnO. Wenn nicht anders angegeben beziehen sich die Werte auf Raumtemperatur [7, 8, 10]

Kennwert	Einheit	
Stabile Phase bei 300K	Wurtzit	[-]
Dichte	5606	[kg/m ³]
Schmelzpunkt	1975	[°C]
Wärmeleitfähigkeit	1,2	[W/(mK)]
Thermischer Ausdehnungskoeffizient α_a	$6,5 \cdot 10^{-6}$	[1/K]
Thermischer Ausdehnungskoeffizient α_c	$3,0 \cdot 10^{-6}$	[1/K]
Brechungsindex	~2	[-]
Relative statische Dielektrizitätskonstante	8,656	[-]
Gitterparameter bei 300K		
a	0,32495	[nm]
c	0,52069	[nm]
Elastische Konstanten		
C_{11}	209,7	[GPa]
C_{12}	121,1	[GPa]
C_{13}	105,1	[GPa]
C_{33}	210,9	[GPa]
C_{44}	42,47	[GPa]
C_{66}	44,29	[GPa]
Piezoelektrische Konstanten		
d_{31}	-5,43	[pC/N]
d_{33}	11,67	[pC/N]
d_{15}	-11,34	[pC/N]

Bei ZnO handelt es sich um einen Halbleiter mit einer direkten Bandlücke von 3,2 eV. In undotiertem ZnO treten Zink Zwischengitteratome und Sauerstoffleerstellen auf. Diese intrinsischen Defekte führen zu einem Verhalten wie in einem n-dotierten Halbleiter. Die Herstellung eines n-dotierten Halbleiters ist bei ZnO deutlich einfacher als die eines p-dotierten. Schwierigkeiten bei der Umsetzung bipolarer Dotierungen (n- und p-Typ) sind bei Halbleitern mit großer Bandlücke oft anzutreffen. [10]

Wie bereits beschrieben hat das Gefüge eine wichtige Bedeutung für das Verhalten eines Varistors. Grundsätzlich besteht ein Varistor aus ZnO Körnern, die von einer Schicht einer nichtleitenden Zweitphase umgeben sind. Die zugegebenen Dotierstoffe sind für eine ausreichende Leitfähigkeit der ZnO Körner, sowie die Bildung der Zweitphase verantwortlich. Weitere Gefügebestandteile sind Spinelle, Poren, Pyrochlorphasen sowie Zwillingskorngrenzen, deren Auftreten von Art und Menge der Dotierstoffe abhängig ist. Durch die Zugabe von Keimbildnern kann die Korngröße eingestellt werden. Die Keime wachsen solange bis sie zusammenstoßen. Daher führt eine größere Anzahl an Keimen zu kleineren Körnern. Anschließendes Kornwachstum kann mit der Ostwaldreifung beschrieben werden. In **Abbildung 2** ist das Gefüge eines mit Bi_2O_3 dotierten ZnO Varistors dargestellt. [11]

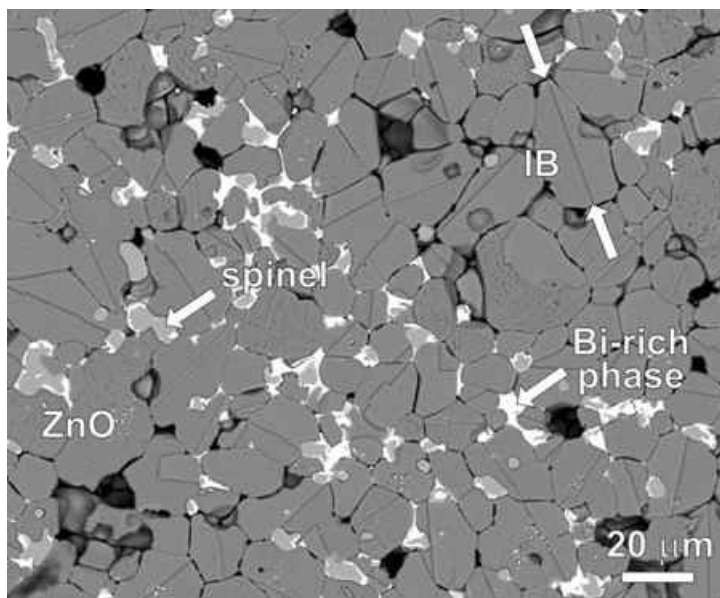


Abbildung 2: Gefügebestandteile eines mit Bi_2O_3 dotierten ZnO Varistors [11]

2.2 Eigenschaften der Korngrenze

Für den Varistoreffekt, die stark nichtlineare Abnahme des elektrischen Widerstands mit der angelegten elektrischen Spannung bei Überschreiten einer Schaltspannung, sind elektrisch wirksame Korngrenzen verantwortlich. Eine Korngrenze zeigt dieses Verhalten wenn ein Überschuss an Majoritätsladungsträgern dort gefangen wird. Da Ladungsträgerneutralität gegeben sein muss, führt der Überschuss von Ladungsträgern an der Korngrenze zwangsläufig zu dahinter liegenden Verarmungszonen an beiden Seiten der Korngrenze. Dadurch entsteht eine Potenzialbarriere, die Doppel-Schottky-Barriere genannt wird. Das Modell bleibt auch bei asymmetrischen Korngrenzen gültig, allerdings

muss die ungleiche Ladungsträgerdichte in den angrenzenden Körnern berücksichtigt werden. [12]

Durch eine Erhöhung der angelegten Spannung wird die Höhe der Barriere reduziert. Sie kollabiert wenn alle Grenzflächenzustände gefüllt sind. Aus diesem Grund besteht ein wesentlicher Zusammenhang zwischen Durchbruch-Spannung und der Elektronenstruktur an der Korngrenze. Nach dem Zusammenbruch der Barriere ist der Widerstand der einzelnen Körner ausschlaggebend für das Bauteilverhalten. [12]

Es können allerdings nicht alle Phänomene mit diesem Modell beschrieben werden. Beispielsweise lassen sich die großen beobachteten Nichtlinearitäten nicht mit dem oben genannten Modell erklären. Dazu sind zusätzliche Mechanismen notwendig. Ein Beispiel hierfür ist die Erzeugung von Minoritätsladungsträgern bedingt durch Stoßionisation. Die so erzeugten positiven Löcher driften zur negativ geladenen Korngrenze und schirmen dort die lokalisierten Korngrenzladungen ab. Es kann auch zur Rekombination der freien Ladungsträger mit den Löchern kommen. Durch positive Rückkopplungen wird die Potenzialbarriere verringert und der transportierte Strom steigt exponentiell. In **Abbildung 3** sind die Auswirkungen der Berücksichtigung der Locherzeugung auf die Strom-Spannungs-Kurve dargestellt. [12] Für die Erzeugung der Löcher sind Elektronen mit genügend Energie notwendig. Diese werden als heiße Elektronen bezeichnet. Allerdings erfahren diese Elektronen auch einen Energieverlust durch Streueffekte die beispielsweise durch Fremdatome oder Phononen verursacht werden können. Den größten Anteil am Energieverlust bewegter Elektronen bewirken inelastische Streuungen an longitudinalen optischen Phononen. Diese treten vermehrt bei Elektronen niedriger Energie auf und nehmen mit zunehmender Energie ab. Streuungen an longitudinalen akustischen Phononen verhalten sich umgekehrt. Diese Effekte nehmen bei steigender Energie zu. Es treten auch elastische Streueffekte auf. Dadurch wird die Energie der Elektronen nicht direkt verringert sondern lediglich der zurückzulegende Weg verlängert. Demzufolge wird allerdings die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten inelastischer Effekte erhöht. Es ist also ein ausreichend starkes elektrisches Feld notwendig um die benötigte kinetische Energie des Elektrons zu erreichen. Aufgrund der geringeren Beweglichkeit ist die Wahrscheinlichkeit für heiße Löcher deutlich geringer. Außerdem starten Elektronen, im Vergleich zu den Löchern, im Bereich höherer elektrischer Felder, wodurch der starke Verlust bei niedrigen Energien ausgeglichen werden kann. [13]

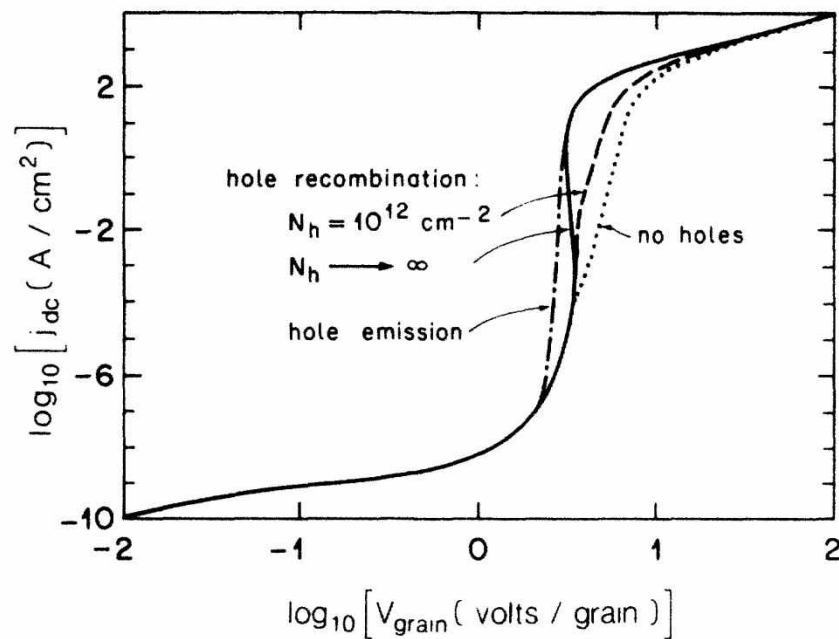


Abbildung 3: Auswirkungen der Berücksichtigung der Effekte Locherzeugung und Elektron-Loch-Rekombination auf das Doppel-Schottky-Modell [13]

Fremdatome spielen beim Verhalten der Korngrenze eine wichtige Rolle. Diese können beispielsweise an der Korngrenze adsorbiert werden oder eine Zweitphase bilden. Außerdem ist es möglich, dass diese Fremdatome von den Korngrenzen aus ins Innere des Korns diffundieren. Dadurch entsteht eine komplexe Interface-Struktur. ZnO zeigt ohne Zugabe von Dotierstoffen, wie zum Beispiel Bi und Pr, keinen Varistoreffekt. Man geht davon aus, dass die Metallionen gemeinsam mit dem Sauerstoff komplexe Defekte bilden die es möglich machen, Überschusselektronen einzufangen. [12] Das Überangebot der Elektronen an der Grenzfläche ist durch den Unterschied in der Fermienergie der Korngrenze begründbar. Um das Fermi-niveau dort auf den Wert des restlichen Korns anzugleichen, bewegen sich die Elektronen zur Korngrenze hin. Durch die Ansammlung der Elektronen an der Korngrenze ergibt sich dort ein negativ geladener Bereich. An beiden Seiten der Korngrenze bilden sich positiv geladene Bereiche aus. Dadurch entsteht eine Potenzialbarriere wie sie in **Abbildung 4** dargestellt ist. Die Höhe der gebildeten Barriere wird auch durch die Leitfähigkeit der Körner bestimmt. So kollabiert sie bei zu hoher Leitfähigkeit, beziehungsweise existiert sie nicht bei zu geringer Leitfähigkeit. Durch diese konkurrierenden Mechanismen, und der Tatsache, dass die Leitfähigkeit der Körner mit Dotierstoffen eingestellt wird, ergibt sich ein optimaler Anteil an Dotierstoffen. [2]

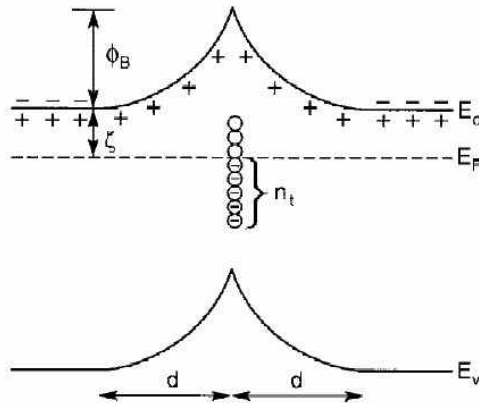


Abbildung 4: Entstehung der Potenzialbarriere aufgrund der Verbiegung der Bandkanten [2]

2.3 Strom-Spannungs-Verhalten von Varistoren

Das oben erklärte Verhalten der einzelnen Korngrenzen bestimmt maßgeblich das Bauteilverhalten. In **Abbildung 5** ist eine typische Strom-Spannungs-Kennlinie (I-U-Kennlinie) eines Varistors in einem doppelt-logarithmischen Diagramm dargestellt. Eine solche Kennlinie lässt sich in

- a) Sperrbereich
- b) Schaltbereich und
- c) Hochstrombereich

unterteilen. Im Schaltbereich ist das starke nichtlineare Verhalten erkennbar. Wie in Formel 2 beschrieben steigt der Strom I in diesem Bereich proportional zur angelegten Spannung U mit dem Varistorexponent α in der Potenz [14]:

$$I \propto U^\alpha. \quad (2)$$

Der Varistorexponent α kann Werte bis circa 100 annehmen. Je höher dieser Werte ist, desto geringer ist der Spannungsunterschied zwischen Sperr- und Hochstrombereich. [14] Nimmt α den Wert 1 an handelt es sich um einen ohmschen Widerstand und der Strom steigt linear mit der Spannung an. [3]

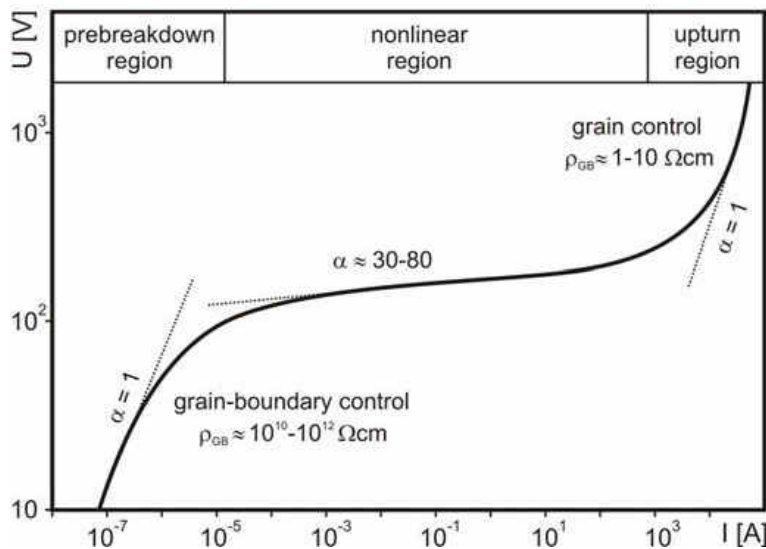


Abbildung 5: Schematische Darstellung einer Strom-Spannungs-Kennlinie in doppellogarithmischer Darstellung [11]

Zu a)

Der Varistor wird so ausgelegt, dass im regulären Betrieb, also wenn keine Überspannung auftritt, die Schaltspannung nicht erreicht wird. Dieser Bereich hat über weite Strecken einen Varistorexponenten um 1 und verhält sich somit annähernd ohmsch und weist einen hohen Widerstand auf. Da der Widerstand auch im Sperrbereich nicht unendlich groß ist fließt ein Reststrom, der sogenannte Leckstrom, durch den Varistor. Da der Varistorwiderstand im Regelfall sehr hoch ist, kann der Leckstrom meist vernachlässigt werden. [1] Dieser unerwünschte Stromfluss wird hauptsächlich von Zweitphasen und leitfähigen Korngrenzen verursacht. [11]

Im Sperrbereich sind vor allem die vorhandenen Korngrenzen ausschlaggebend für den Bauteilwiderstand. Hier ist eine hohe Temperaturabhängigkeit des Widerstands gegeben. [3, 12] **Abbildung 6** zeigt ein einfaches Ersatzschaltbild eines Varistors.

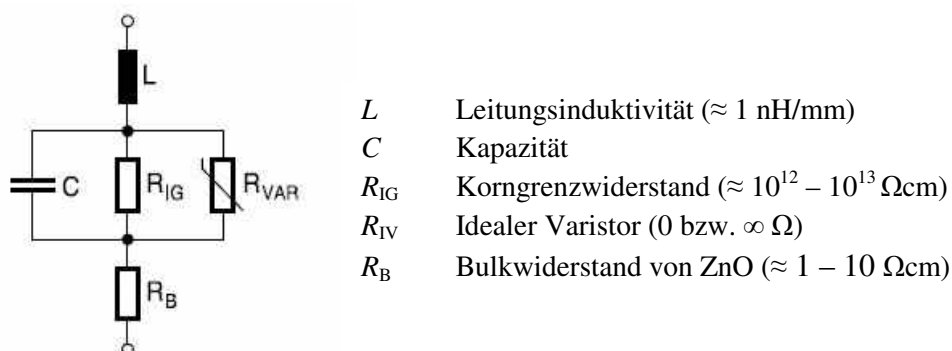


Abbildung 6: Einfaches Ersatzschaltbild eines Metalloxid-Varistors [1]

Zu b)

Im Schaltbereich kann der Varistorexponent sehr hohe Werte annehmen. Bei einem idealen Varistor wäre dieser Anstieg sprunghaft, das bedeutet α wäre unendlich groß. Der Varistorexponent realer Bauteile hängt vom verwendeten Werkstoff sowie den Dotierungselementen ab. Bei ZnO Varistoren liegt α typischerweise im Bereich von 30-80. Bei SiC Varistoren wird ein Wert von 10 nicht überschritten. [3] Dieser Effekt ist nicht nur auf Keramiken beschränkt. Siliziumbikristalle beispielsweise erreichen Varistorexponenten von über 20. Halbleiterdioden basieren auf eben diesem Verhalten. Der Schaltbereich ist grundsätzlich deutlich temperaturunempfindlicher als der Sperrbereich. [2]

Im doppel-logarithmischen Diagramm erscheint dieser Bereich gemäß dem Potenzgesetz annähernd gerade. Daraus ergibt sich Formel 3 für die Berechnung des Varistorexponenten [1]:

$$\alpha = \frac{\log(I_2) - \log(I_1)}{\log(V_2) - \log(V_1)} = \frac{\log \frac{I_2}{I_1}}{\log \frac{V_2}{V_1}}. \quad (3)$$

Zu c)

Der Hochstrombereich zeigt, wie auch der Sperrbereich, annähernd ohmsches Verhalten. Allerdings sind hier die elektrische Leitfähigkeit sowie der fließende Strom um viele Größenordnungen höher. [3] In diesem Bereich ist der Widerstand des Bulkmaterials ausschlaggebend für das Bauteilverhalten. [15] Im Ersatzschaltbild aus Abbildung 6 wird für den Widerstand des idealen Varistors R_{VAR} der Wert 0 angenommen. Somit besteht das Ersatzschaltbild eines Varistors im Hochstrombereich nur aus der Leitungsinduktivität L und dem Widerstand des Bulkmaterials R_B . [1]

Das Schaltverhalten des Varistors erlaubt es nun, durch eine Parallelschaltung des Varistors, wie in **Abbildung 7a** dargestellt, den eigentlichen elektrischen Verbraucher vor Spannungsspitzen im Signal zu schützen. **Abbildung 7b** zeigt ein mögliches Signal mit Spannungsspitzen welche zum Schalten des Varistors führen. [2]

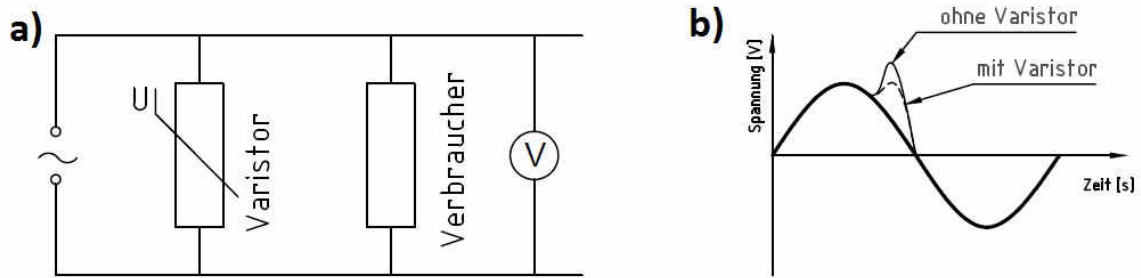


Abbildung 7: a) Der Varistor wird parallel zum eigentlichen Verbraucher geschaltet. Er soll diesen vor Spannungsspitzen schützen. b) Spannung am Verbraucher bei einer Spannungsspitze mit und ohne Varistor

Die Messung der I-U-Kennlinie erfolgt im Regelfall mit Hilfe einer Gleichspannungsquelle. Allerdings kann dies bei sehr hohen Strömen zur Erwärmung im Bauteil sowie thermischen Schäden am Varistor führen. Da besonders der Leckstrombereich eine gewisse Temperaturabhängigkeit zeigt, geben die so ermittelten Werte wegen der Selbsterwärmung nicht das Verhalten bei Raumtemperatur wieder. Um dies zu verhindern erfolgt die Messung mittels Spannungsimpulsen. Dies führt allerdings, wie in **Abbildung 8** ersichtlich, zu Abweichungen in der I-U-Kennlinie. Diese Abweichungen befinden sich in einer Größenordnung von 10-20%. Der Grund dafür ist das verzögerte elektrische Antwortverhalten von ZnO. [3]

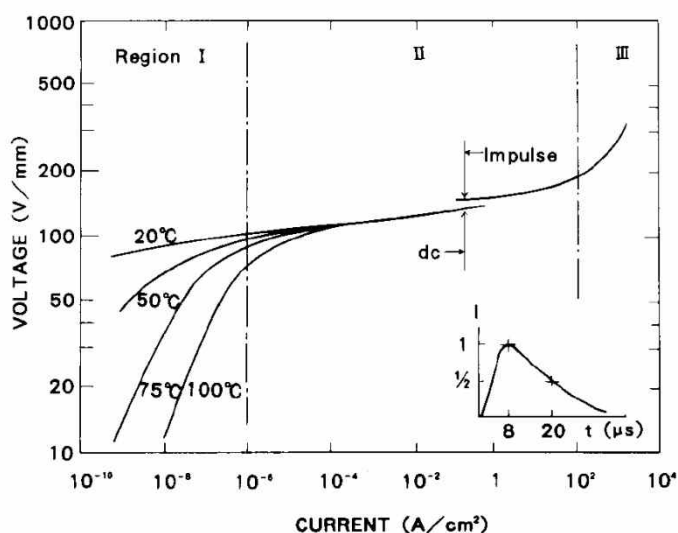


Abbildung 8: Am Übergang zwischen kontinuierlicher und pulsierter Messung ist eine Sprungstelle in der Strom-Spannung-Kennlinie erkennbar [3]

2.4 Degradation

Der komplette Schaltvorgang ist reversibel und weist so gut wie keine Hysterese auf. Es gibt aber eine Reihe von Degradationsphänomenen und Schädigungsmechanismen. Eine der Hauptaufgaben künftiger Entwicklungen ist die Verbesserung der Langzeitstabilität der Bauteile. Eine Degradation kann durch eine dauerhafte Belastung mit Gleich- und Wechselfspannung oder eine Serie von Impulsen hervorgerufen werden. Dies wird auch als Alterung bezeichnet. Die Auswirkungen der Degradation machen sich in den meisten Fällen durch eine Erhöhung des Leckstroms bemerkbar. [2] Die Langzeitstabilität unter Gleichspannungsbelastung ist deutlich aufwändiger zu realisieren als die unter Wechselfspannung. Daher werden auch je nach Anwendung unterschiedliche Materialien verwendet sowie die thermische Behandlung der Varistorkeramik dahingehend angepasst. Auch das Umgebungsmedium kann großen Einfluss auf das Langzeitverhalten der Bauteile haben. Eine reduzierende Atmosphäre wirkt sich, im Vergleich zu einer sauerstoffhaltigen, negativ auf die Stabilität aus. Ein erheblicher Teil der Degradationseffekte ist reversibel und kann durch eine geeignete Wärmebehandlung rückgängig gemacht werden. Hierzu werden ZnO Varistoren ohne angelegte Spannung auf 200-300°C erwärmt. [4]

Im Allgemeinen wird davon ausgegangen, dass diese Alterung auf eine Reduktion der Höhe der Doppel-Schottky Barrieren an den einzelnen Korngrenzen zurückzuführen ist. Die beiden Phänomene interstitielle Ionenmigration und Sauerstoffdesorption liefern eine gute Erklärung für das Alterungsverhalten. [15]

Das Alterungsverhalten tritt nicht an allen Korngrenzen gleichermaßen auf. So gibt es einzelne Korngrenzen die sich im Laufe des Alterungsprozesses regenerieren und der Leckstrom wieder abnimmt. Bei solchen Korngrenzen spricht man von nicht-monotoner Alterung. In **Abbildung 9** werden I-U-Kennlinien von monoton und nicht-monoton alternden Korngrenzen dargestellt. [15]

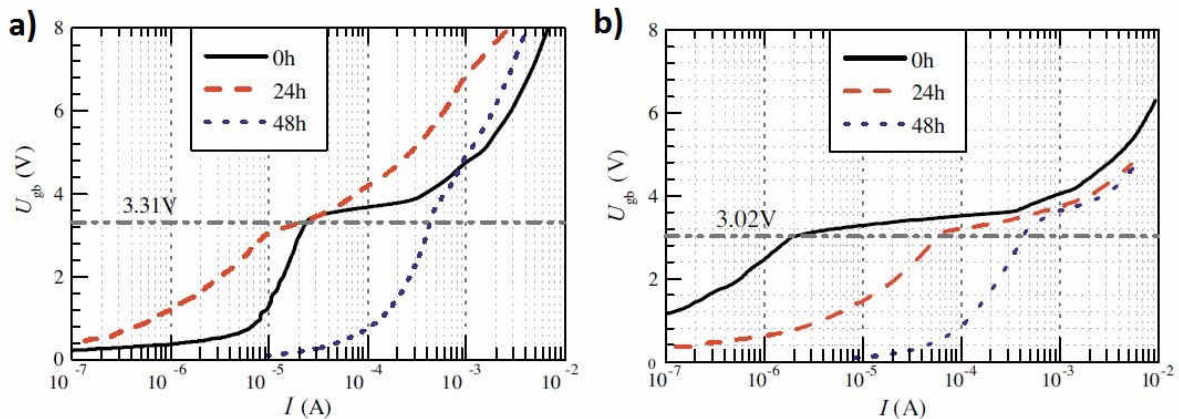


Abbildung 9: Vergleich der Strom-Spannungs-Kennlinien einer **a)** nicht-monoton und einer **b)** monoton Alternden Korngrenze [15]

2.5 Bauformen

Abhängig vom Anwendungsgebiet werden unterschiedliche Bauformen für Varistoren eingesetzt. Unabhängig von der Bauform besitzt jeder Varistor metallische Elektroden die für die elektrische Anbindung der Varisorkeramik notwendig sind. Der Elektrodenwerkstoff darf beim Sintervorgang keine nichtleitende Oxidschicht ausbilden, da dadurch die elektrische Anbindung an die Keramik beeinträchtigt wird.

Aufgrund der Abhängigkeit der Schaltspannung des Varistors von der Anzahl der in Serie geschalteten Korngrenzen und somit vom Abstand der Elektroden, kann entweder die Korn- oder die Bauteilgröße verändert werden um die Schaltspannung zu verändern. In diesem Kapitel werden die beiden Bauformen Energievaristor und Vielschichtvaristor (Multi-Layer-Varistor, MLV) näher erläutert. Letztere wird für die Analysen in dieser Arbeit verwendet. Energievaristoren werden üblicherweise aus Granulat gepresst, MLVs aus einzelnen Schichten hergestellt.

Energievaristoren werden meist als zylindrische, manchmal auch blockförmige Bauteile gefertigt. [1] Die geforderte Schaltspannung bestimmt die Dicke, die zu handhabende Energie legt den Durchmesser fest. In ZnO Varistoren sind Schaltspannungen von bis zu mehreren kV möglich. [2, 3] **Abbildung 10** zeigt den grundsätzlichen Aufbau eines Überspannungsableiters.

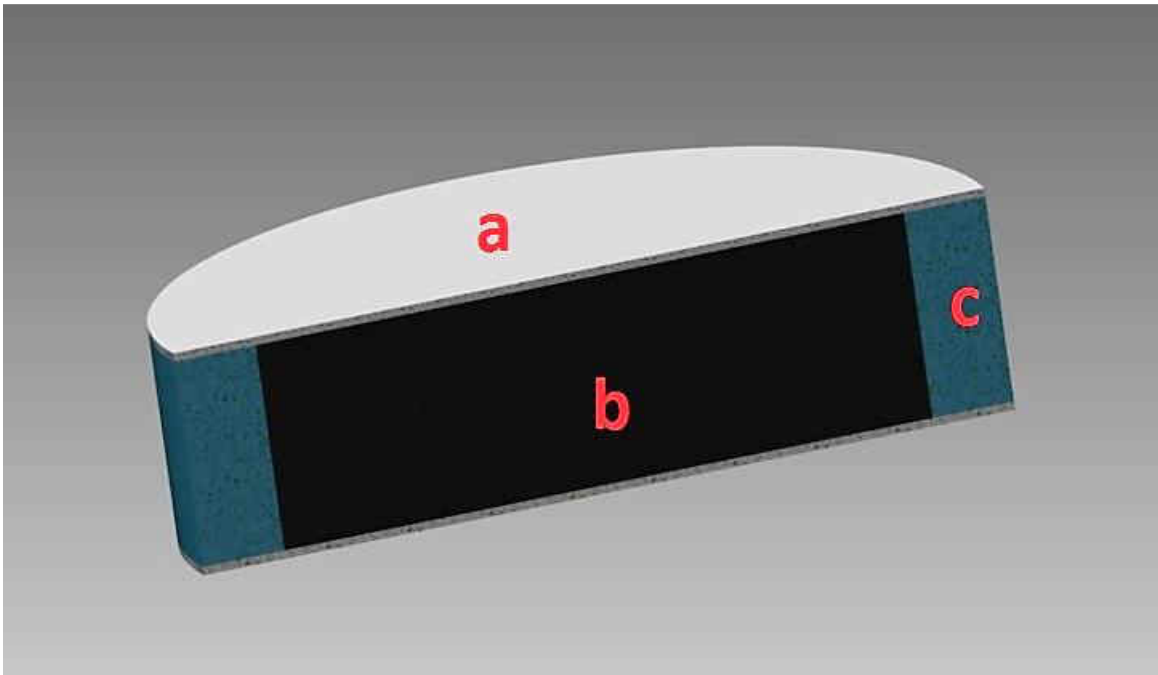


Abbildung 10: Schematische Schnittdarstellung eines Bulk Varistors. a: Elektrode (beispielsweise aus Al), b: Varistormaterial (z.B. dotiertes ZnO), c: Mantel [16]

In **Abbildung 11** wird der schematische Aufbau eines Vielschichtvaristors dargestellt. Dieser besteht aus mehreren Schichten keramischen Materials mit dazwischenliegenden metallischen Elektroden. Die Schaltspannung wird über den Abstand der Innenelektroden eingestellt, da sich dadurch (bei gegebener Korngröße) auch die Anzahl der Korngrenzen zwischen den Elektroden bestimmt wird. Der Abstand der Innenelektroden wird über die Dicke der keramischen Folien, aus denen der MLV aufgebaut ist, festgelegt. [2]

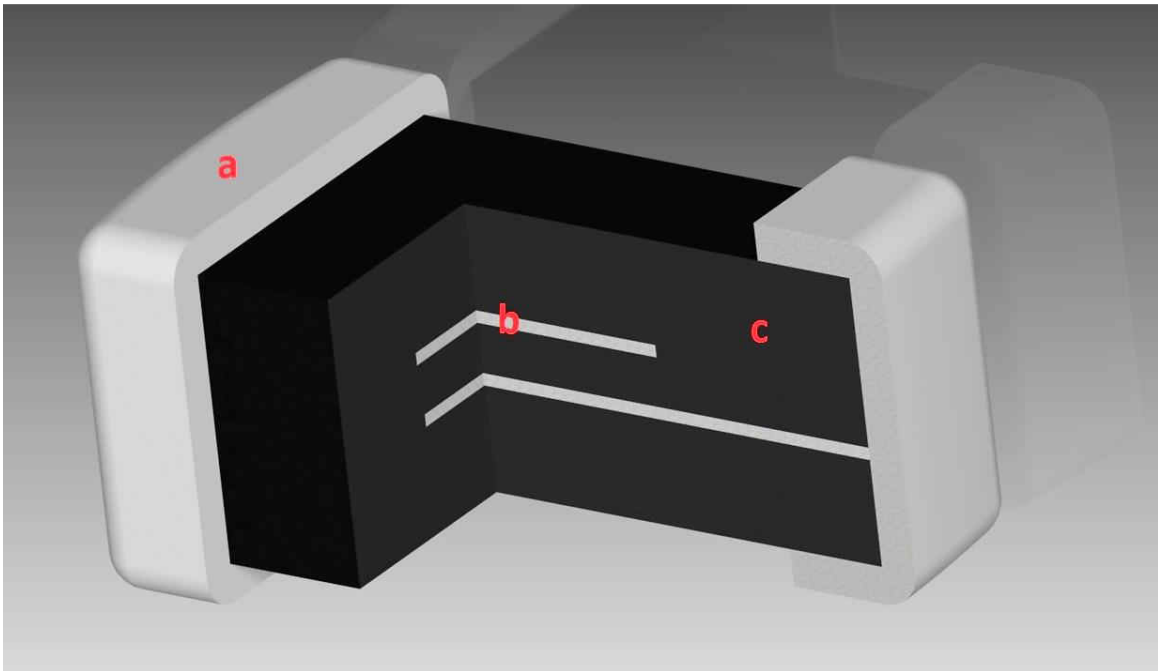


Abbildung 11: Schematische Schnittdarstellung eines einfachen Vielschichtvaristors mit nur einer aktiven Varistorschicht. a: metallische Kappen zur äußeren elektrischen Kontaktierung, b: Innenelektroden, c: Varistormaterial (z.B. dotiertes ZnO)

2.6 Herstellung

2.6.1 Energievaristor

Der schematische Fertigungsablauf für Energievaristoren ist in **Abbildung 12** dargestellt.

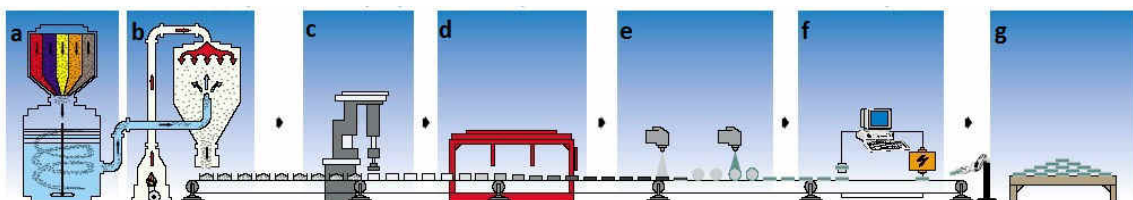


Abbildung 12: Herstellroute eines Energievaristors: a: Erzeugung eines homogenen Schlickers, b: Trocknen und Granulieren, c: Verpressen, d: Sintern, e: Elektroden aufbringen, f: elektrische Kontrolle, g: fertiges Bauteil [4]

Ausgangsmaterial für die Herstellung von Energievaristoren ist feinkörniges ZnO Pulver mit einer Partikelgröße von circa $1\ \mu\text{m}$. Die einzelnen Dotierungskomponenten werden als feines Oxidpulver beigemischt. Die Summe aller Dotierungsstoffe beträgt circa zehn Gewichtsprozent. Für die Qualität der Bauteile ist eine homogene Verteilung von äußerster Wichtigkeit. Um dies zu gewährleisten werden organische Verarbeitungshilfsmittel zugegeben. [4]

Das fertige Gemisch wird anschließend sprühgetrocknet und zu scheibenförmigen Grünkörpern verpresst, welche circa 50 vol% organischen Anteil enthalten. Anschließend werden die organischen Hilfsstoffe ausgebrannt und die Bauteile bei 1100-1300°C gesintert. Während des Sinterprozesses setzt Kornwachstum ein und die Dotierungselemente werden in die Kristallstruktur eingebaut bzw. an den Korngrenzen abgelagert. Nach dem Sinterprozess werden metallische Elektroden für den elektrischen Anschluss sowie eine Beschichtung, die den Varistor vor äußeren Einflüssen schützt, aufgebracht. Im Anschluss an die Fertigung erfolgt eine elektrische Bauteilprüfung. [4]

2.6.2 Vielschichtvaristor

Wie bereits in Kapitel 2.5 beschrieben weist der MLV einen schichtweisen Aufbau auf. Die Dicke der keramischen Schicht wird je nach Anforderung eingestellt. Die Herstellung dieser Schichten erfolgt über Foliengießen beziehungsweise Folienziehen. Dabei sind Schichtdicken von 25 – 100 µm üblich. Vergossen wird hierbei ein sogenannter Schlicker. Hierbei handelt es sich um Keramikpulver in wässriger oder organischer Lösung welches mit Zusätzen wie Binder und Plastifizierer versetzt wird. Dieser Schlicker wird auf ein Band aufgebracht. Mittels warmer Luft werden die Lösungsmittel verdampft. Der schematische Verfahrensablauf ist in **Abbildung 13** dargestellt. [9]

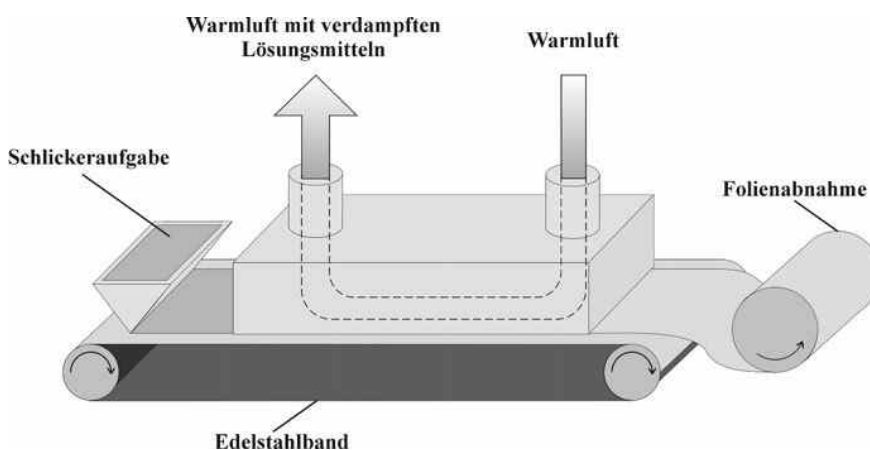


Abbildung 13: Schematische Darstellung der Foliengieß- und Folienziehanlage [9]

Die Wahl der Sinterparameter hat erheblichen Einfluss auf die Mikrostruktur und die elektrische Charakteristik von ZnO MLVs. Wie in **Abbildung 14** ersichtlich, nimmt über einer Sintertemperatur von 950°C unregelmäßiges Kornwachstum stark zu. Des Weiteren nimmt auch die Schaltspannung mit steigender Sintertemperatur ab, wenn die Parameter Innenelektrodenabstand und Sinterdauer unverändert bleiben. Dies liegt an den größeren Körnern und der daraus resultierenden geringeren Anzahl an Korngrenzen zwischen den

Elektroden. Ein zusätzlicher Effekt ist die Zunahme der elektrischen Kapazität mit steigender Sintertemperatur. [17]

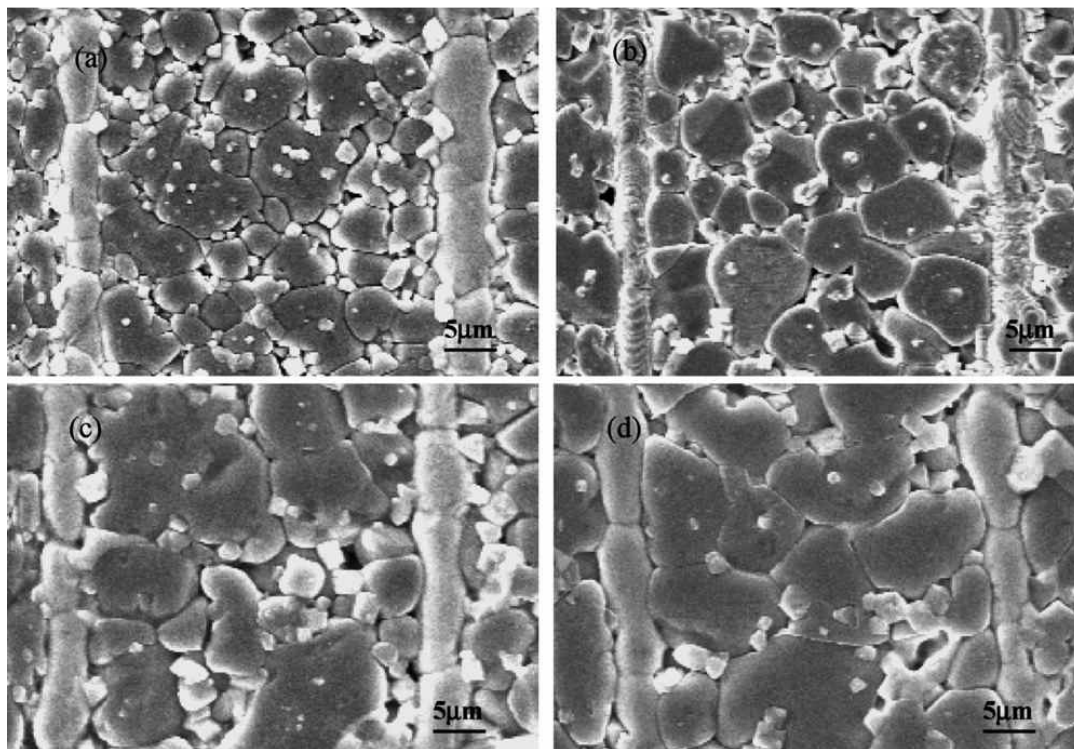


Abbildung 14: Gefüge von ZnO Vielschichtvaristoren bei unterschiedlichen Sintertemperaturen. a) 930°C, b) 950°C, c) 980°C, d) 1000°C und einer Sinterdauer von zwei Stunden [17]

Neben der Wahl der passenden Temperatur ist auch die Sinterdauer ausschlaggebend für die Ausbildung der Mikrostruktur. **Abbildung 15** zeigt den Einfluss der Sinterdauer von zwei bei 950°C gesinterte ZnO Varistoren. Sowohl die Lebensdauer als auch die elektrischen Eigenschaften profitieren von einem homogenen Gefüge. [17]

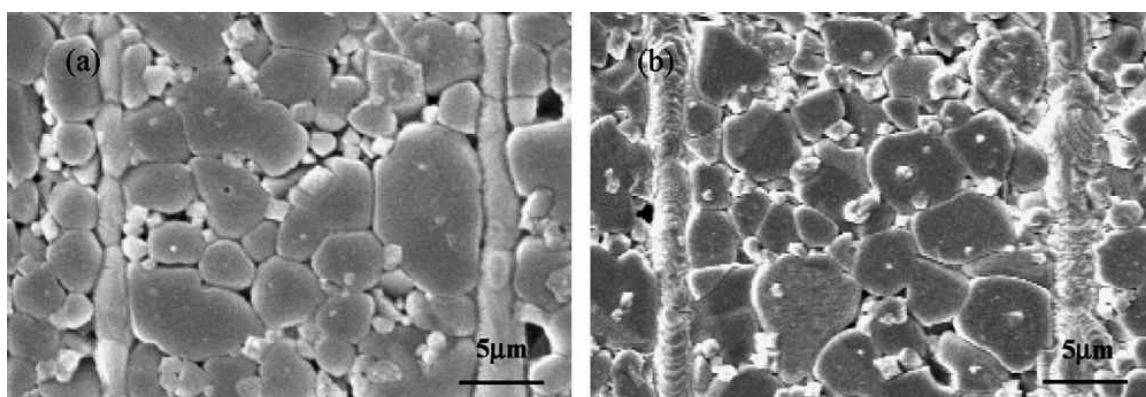


Abbildung 15: Gefüge von ZnO Vielschichtvaristoren gesintert bei 950°C für a) 1,5 und b) 2 Stunden [17]

Zusätzlich zu den oben genannten Bedingungen haben auch die Innenelektroden, sowie deren Abstand zueinander, Auswirkungen auf die Korngröße. Versuche mit Pt Elektroden haben gezeigt, dass mit abnehmendem Elektrodenabstand auch die Korngröße abnimmt. Pt Elektroden werden aufgrund ihrer chemisch inerten Eigenschaften für solche Versuche verwendet. [18] Für kommerzielle Varistoren finden beispielsweise Ag/Pd Elektroden Anwendung. [6]

Es gibt auch Versuche MLVs direkt im 3D-Druck herzustellen. Für dieses Fertigungsverfahren ist die Wahl und Anpassung der Ausgangsstoffe ein entscheidendes Kriterium. Diese müssen die geforderten elektrischen und rheologischen Anforderungen erfüllen um ein hochwertiges Bauteil herzustellen. Des Weiteren ist, wie in **Abbildung 16** ersichtlich, der Bereich der optimalen Sintertemperatur sehr schmal. [19]

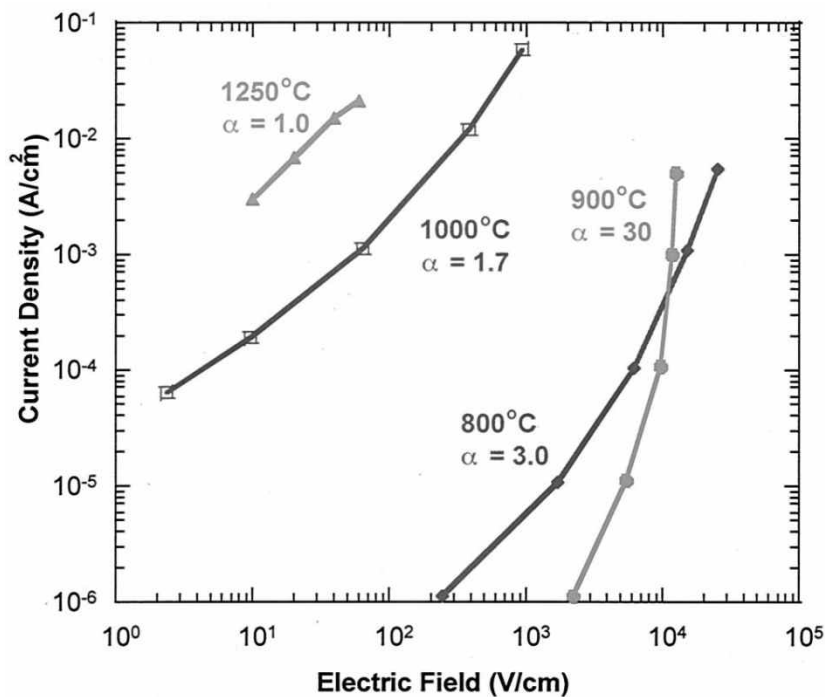


Abbildung 16: Darstellung der Stromdichte über die Feldstärke bei unterschiedlichen Sintertemperaturen von gedruckten Vielschichtvaristoren [19]

3 Elektrothermisch-mechanische Analyse

3.1 Besonderheiten von Vielschichtvaristoren

Bei dieser Bauform befinden sich in Richtung des Stromflusses betrachtet nur sehr wenige Körner im aktiven Bereich zwischen den Elektroden. Jede einzelne Korngrenze kann durch einen elektrischen Widerstand mit einer Schaltspannung von circa 3 V dargestellt werden. In **Abbildung 17** ist ein Widerstandsnetzwerk gezeigt das die einzelnen leitfähigen Körner miteinander verbindet. [20]

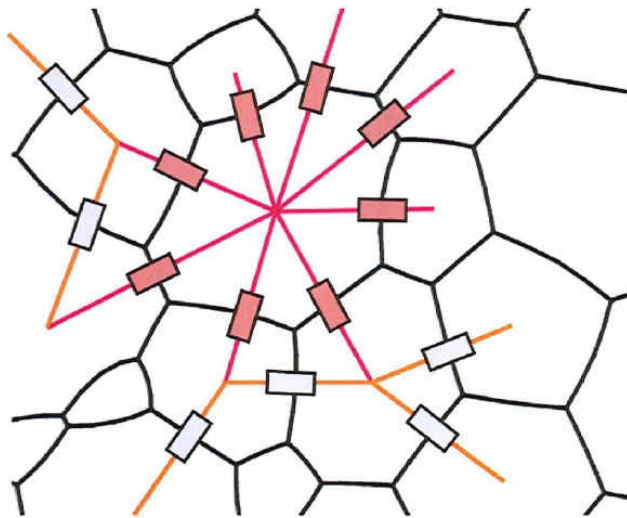


Abbildung 17: Schematische Darstellung eines zweidimensionalen Widerstandsnetzwerks einer Varistorkeramik. Die Ströme in ein einzelnes Korn (hier rot dargestellt) müssen in Summe Null ergeben [20]

Durch eine statistische Verteilung der Korngrößenverteilung variiert auch die Anzahl der Korngrenzen in diesem Bereich. Außerdem kann der Widerstand der einzelnen Korngrenzen variieren. Simulationen haben gezeigt, dass sich dadurch einzelne Stromleitungswege ausprägen. **Abbildung 18** zeigt die Simulation der Wärmezeugung zweier unterschiedlicher aktiver Volumina und lässt somit Rückschlüsse auf die tatsächlichen Strompfade im Bauteil zu. In **Abbildung 18b** ist deutlich ersichtlich, dass sich zwei dominierende Strompfade ausbilden. Da der Großteil der Energie in diesen beiden Pfaden umgesetzt wird resultiert daraus eine lokalisierte Erwärmung des Bauteils. [14]

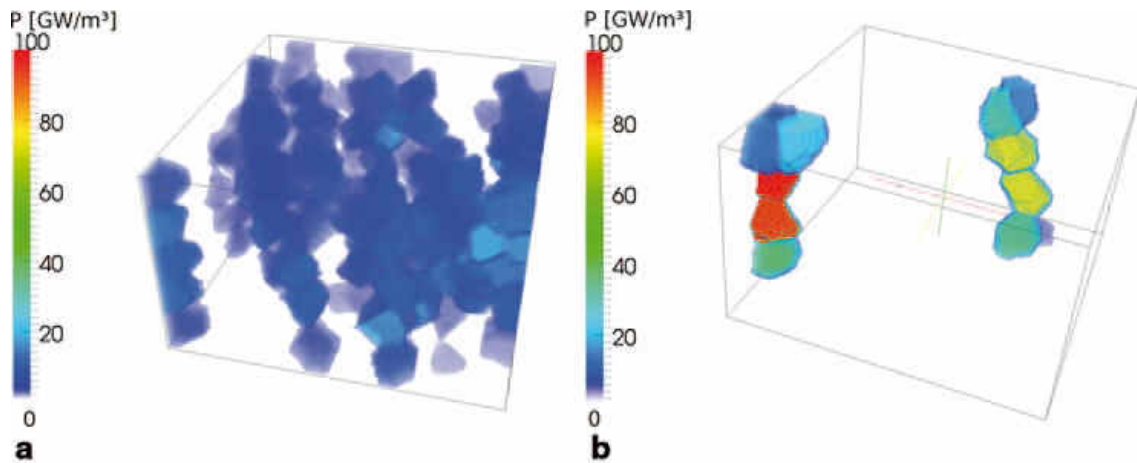


Abbildung 18: Simulation der Strompfade. In a) ist das aktive Volumen zehnmal größer als in b), was in b) zu einer deutlich höheren Wärmeerzeugung in diesen Bereichen führt [14]

Mit Hilfe der Lock-in Thermographie können lokalisierte Strompfade nachgewiesen werden. Durch periodische Temperaturänderung hervorgerufen beispielsweise durch eine sinusförmige elektrische Spannung können die Bereiche mit erhöhtem Stromfluss sichtbar gemacht werden. [20] Einige dieser Untersuchungen haben gezeigt, dass sich je nach elektrischer Polarität der angelegten Spannung unterschiedliche Strompfade ausbilden. Diese Abhängigkeit von der elektrischen Polarität kann auch bei der Messung der Strom-Spannungs-Kennlinien beobachtet werden. [20]

Zur Darstellung der dominierenden Strompfade beziehungsweise der Potenzialfelder werden auch weitere komplementäre Untersuchungen wie SSPM (scanning surface potential microscopy), C-AFM (conductive atomic force microscopy) sowie KPFM (Kelvin probe force microscopy) eingesetzt. [5, 20, 21]

Um den Zusammenhang zwischen dem elektrischen Verhalten der einzelnen Korngrenzen und der Kornorientierung zu untersuchen kann mit Hilfe von EBSD-Messungen (electron backscatter detection) die Orientierung der Körner im Bereich des detektierten Hotspots bestimmt werden. Allerdings kann hiermit nicht die Richtung der polaren Achse bestimmt werden. Diese ist allerdings aufgrund des fehlenden Symmetriezentrums und dem daraus resultierenden piezoelektrischen Verhalten wesentlich für die Eigenschaften der einzelnen Körner. Um die Richtung der polaren Achse zu bestimmen kann zusätzlich eine chemische Ätzung mit HCL durchgeführt werden. Aus der Form der dadurch entstandenen Ätzgrübchen kann auf die Richtung der polaren Achse geschlossen werden. **Abbildung 19** zeigt die so bestimmten Kornorientierungen. [20, 21]

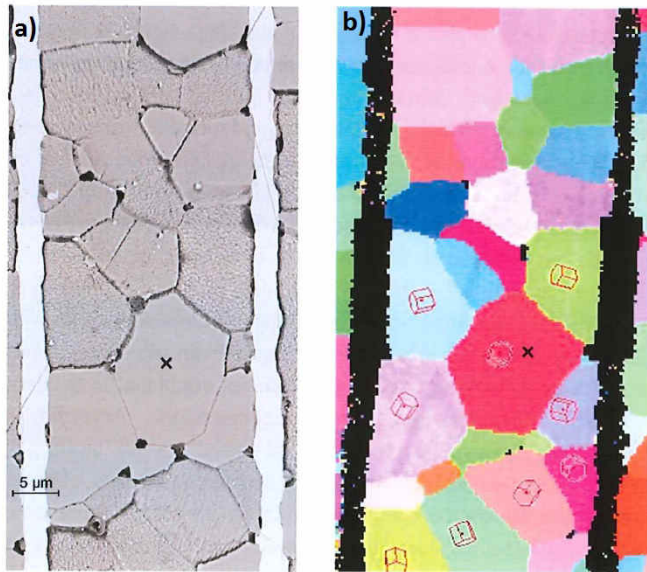


Abbildung 19: a) Varistorgefüge nach dem chemischen Ätzen. b) Mittels EBSD ermittelten Kornorientierungen [20]

3.2 Zielsetzung

In der Literatur sind bereits Auswirkungen von Druckspannungen auf das Verhalten von Energievaristoren dokumentiert. [22, 23] In dieser Arbeit soll geklärt werden wie sehr sich eine mechanische Spannung auf die Leitfähigkeit und die dominanten Strompfade von Mehrschicht-Varistoren auswirkt. Die Detektion der Strompfade wird über Lock-in Thermographie durchgeführt. Dabei werden die Bauteile mit einem periodischen elektrischen Signal angeregt. Die mechanische Belastung der Bauteile erfolgt sowohl statisch als auch dynamisch über eine eigens entwickelte Prüfvorrichtung. Für die dynamische Prüfung der Varistoren werden eine Vorkraft und eine überlagerte sinusförmige Kraft aufgebracht. Die geforderte Amplitude dieser Belastung ist abhängig von der Größe und Art der verwendeten Proben. Die mögliche Prüffrequenz soll bei mindestens 40 Hz liegen.

Die Auswirkung der Kornorientierung auf das Verhalten der Korngrenze unter Druckbelastung soll analysiert werden.

3.3 Versuchsaufbau

3.3.1 Unbelastete Charakterisierung

Um eine mögliche Veränderung der Strom-Spannungs-Charakteristik, beispielsweise hervorgerufen durch den Präparationsprozess, zu erkennen wurde vor Beginn der Präparation, sowie zwischen den einzelnen Präparationsschritten die Strom-Spannungs-

Kennlinie der mechanisch unbelasteten Probe gemessen. Die Aufnahme der I-U-Kennlinie erfolgte mit einer speziellen Source Measurement Unit (SMU) des Typs 2410 SourceMeter, einem digitalen Multimeter mit integrierter Strom- Spannungsquelle, des amerikanischen Herstellers Keithley®. Die Ansteuerung erfolgte über die Software Agilent VEE (Visual Engineering Environment) in der Version Pro 9.31. Hierbei handelt es sich um eine graphische Programmiersprache zur Ansteuerung von Messgeräten sowie zur Datenauswertung. Alle Messungen wurden stromgesteuert durchgeführt.

Aufgrund der geringen Probengröße erfolgte die Kontaktierung mittels Mikromanipulatoren MODEL 2550 der Firma „The Micromanipulator Co.“ Die daran befestigten Messspitzen wurden unter Zuhilfenahme eines Mikroskops mit den metallischen Kappen beziehungsweise der Innenelektroden in Kontakt gebracht. Der messbereite Versuchsaufbau ist in **Abbildung 20** dargestellt. **Abbildung 21** zeigt die elektrische Kontaktierung für die Kennlinienmessung unter einem Stereomikroskop. Um ein Verrutschen der Proben zu verhindern wurden diese mit doppelseitigem Klebeband auf einem gläsernen Objektträger befestigt.

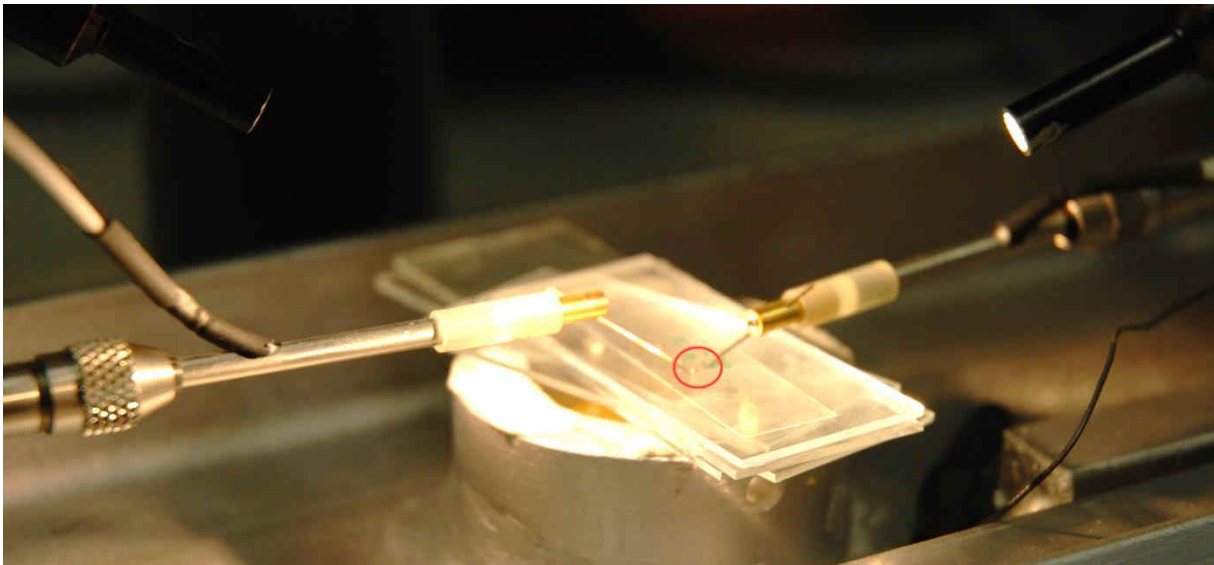


Abbildung 20: Versuchsaufbau für die drucklose Messung der Strom-Spannungs-Kennlinie an MLVs. Die Lage der Probe wird mit einem Kreis gekennzeichnet

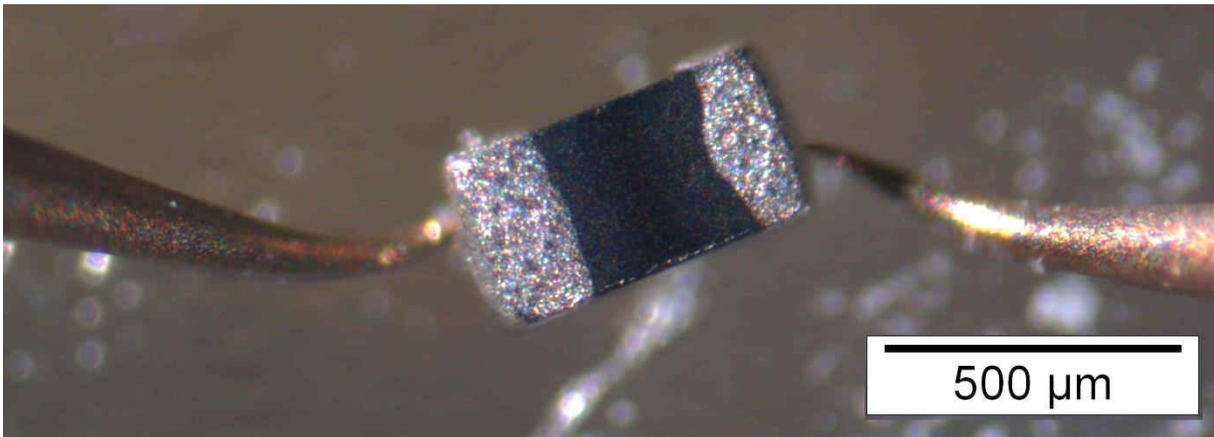


Abbildung 21: Detailansicht der elektrischen Kontaktierung für die Messung der unbelasteten Strom-Spannungs-Kennlinie

Im Laufe der Untersuchungen wird der Varistor in Kunststoff eingebettet und mit Hilfe von Silberleitpaste und Kupferklebeband elektrisch kontaktiert. In diesem Fall erfolgt der Anschluss an die SMU mit Klemmen.

3.3.2 Druckabhängige thermographische Untersuchungen

Aufgrund der kleinen Bauteildimensionen und der angestrebten minimalen Prüffrequenz von 40 Hz sind herkömmliche Spindelprüfmaschinen nicht geeignet. Eine weitere Limitierung liefert der Maximalabstand der Linse der Thermokamera zur Probenoberfläche. Dieser beträgt bei der verwendeten Mikroskoplinse circa 2,5 cm. Ein für die oben angeführten Anforderungen geeigneter Entwurf ist in **Abbildung 22** dargestellt. Die Konstruktion erfolgte mit der Software Autodesk Inventor 2013.

Das Konzept basiert auf einem bereits vorhandenen Lastrahmen der als Träger für die einzelnen Komponenten dient und somit den verfügbaren Platz vorgibt. Die Prüfvorrichtung besteht dabei im Wesentlichen aus einer Kraftmessdose, zwei Siliziumnitridstempeln, einem Piezostack, einer Stellschraube sowie einem seitlich geführten Querhaupt. Die Führung ist dabei so konzipiert, dass eine Messung der Kraft ohne Seitenschluss möglich ist.

Die Kraftaufbringung kann auf zwei Arten erfolgen. Zum einen kann über eine unten angebrachte Stellschraube eine statische Last aufgebracht werden. Die zweite Möglichkeit besteht darin, durch das Anlegen einer elektrischen Spannung eine Dehnung des Piezostacks zu erwirken. Da sich hier aber nur Auslenkung im Bereich von 1 Promille der Piezolänge realisieren lassen ist es meist notwendig die gewünschte Bauteilposition sowie eine eventuell notwendige Vorkraft manuell mit der Stellschraube voreinzustellen. Der

Piezostack wurde für das Aufbringen der dynamischen mechanischen Belastung eingesetzt. Dieser trägt das beidseitig geführte Querhaupt und ist mit einer Klammer damit verbunden. Die Messung der Kraft erfolgte über eine oben am Rahmen befestigte Kraftmessdose. Am Querhaupt und der Kraftmessdose sind Stempel aus Siliziumnitrid befestigt. Diese sind elektrisch isolierend und dienen als Auflage für die Proben.

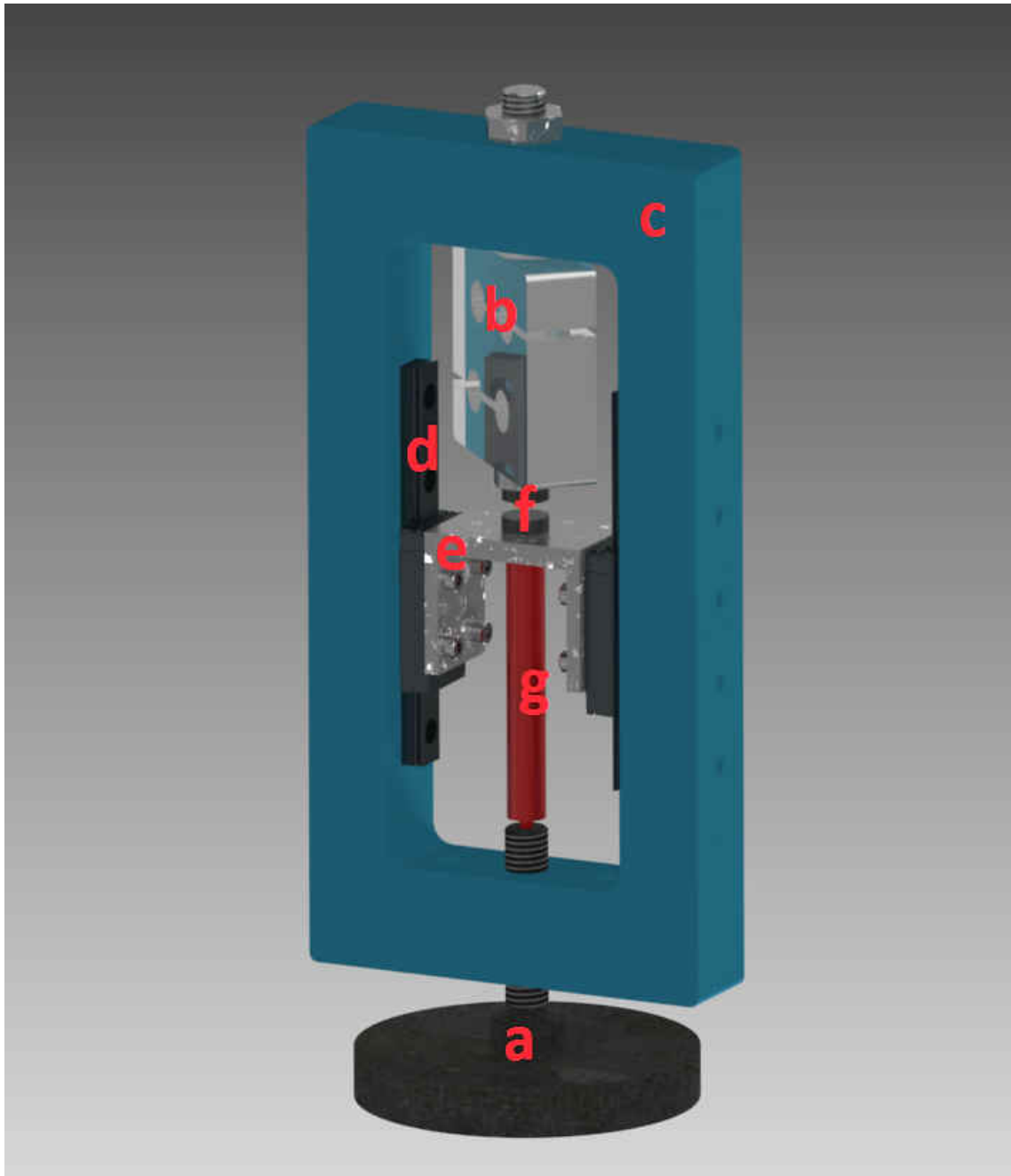


Abbildung 22: 3D-Modell der entworfenen Prüfvorrichtung mit den Hauptkomponenten: a) Stellschraube, b) Kraftmessdose, c) Rahmen, d) Führungen, e) Querhaupt, f) Siliziumnitridstempel, g) Piezostack

Dieses Konzept ist aufgrund der kompakten Bauweise auch für die Verwendung bei weiteren Messsystemen, wie zum Beispiel der Raman-Spektroskopie, geeignet. Außerdem können die einzelnen Bauelemente einfach an die geforderten Prüfbedingungen angepasst werden.

Vor dem Prüfvorgang muss der Kontakt zwischen der Probe und den beiden Siliziumnitridzylindern hergestellt werden. Dies geschieht über die Stellschraube. Über diese wird auch die Vorkraft aufgebracht. Der Kontakt ist notwendig, da der Verstellweg des Piezostacks zu gering ist um einen Spalt zu überbrücken. Die maximal erreichbare Kraftamplitude ist abhängig vom maximalen Hub des Piezostacks und der Federkonstante. Der Zusammenhang ist in Formel 4 erklärt:

$$F = C * s, \tag{4}$$

wobei C die Federkonstante der Kraftmessdose und s die Auslenkung darstellt. Des Weiteren ist die Maximalkraft durch den Querschnitt des Piezostacks limitiert. Dieser kann aber einfach getauscht werden. Für die in dieser Arbeit durchgeführten Messungen wird eine 100 N Kraftmessdose verwendet. Diese hat eine Federkonstante von 570 N/mm. Die Anbindung der Kraftmessdose an den PC wurde über eine Steuereinheit des Typs EDC 580 der Firma Doli realisiert.

Die gesamte Vorrichtung wird wie in **Abbildung 23** dargestellt direkt vor der Thermokamera platziert. Dazu wird die Prüfvorrichtung auf einem xyz-Tisch platziert der über eine Steuereinrichtung in alle drei Raumrichtungen beweglich ist. Für diese Messungen stehen die beiden Thermokameras Titanium und Jade der Firma Flir zur Verfügung. Beide Kameras haben baugleiche InSb-Detektoren die in einem Wellenlängenbereich von 3 – 5 μm arbeiten. Die Auflösung beträgt 320 x 240 Pixel. Allerdings ist beim Modell Titanium aufgrund einer besseren Auslesetechnik eine doppelt so hohe Aufnahmefrequenz möglich. Bedingt durch die geringe Probengröße wird für die Aufnahmen zusätzlich eine Mikroskoplinse verwendet. Bei der Verwendung dieser Linse entspricht jeder Pixel einer Größe von circa 4 x 4 μm . Der Arbeitsabstand dieser beträgt circa 25 mm.

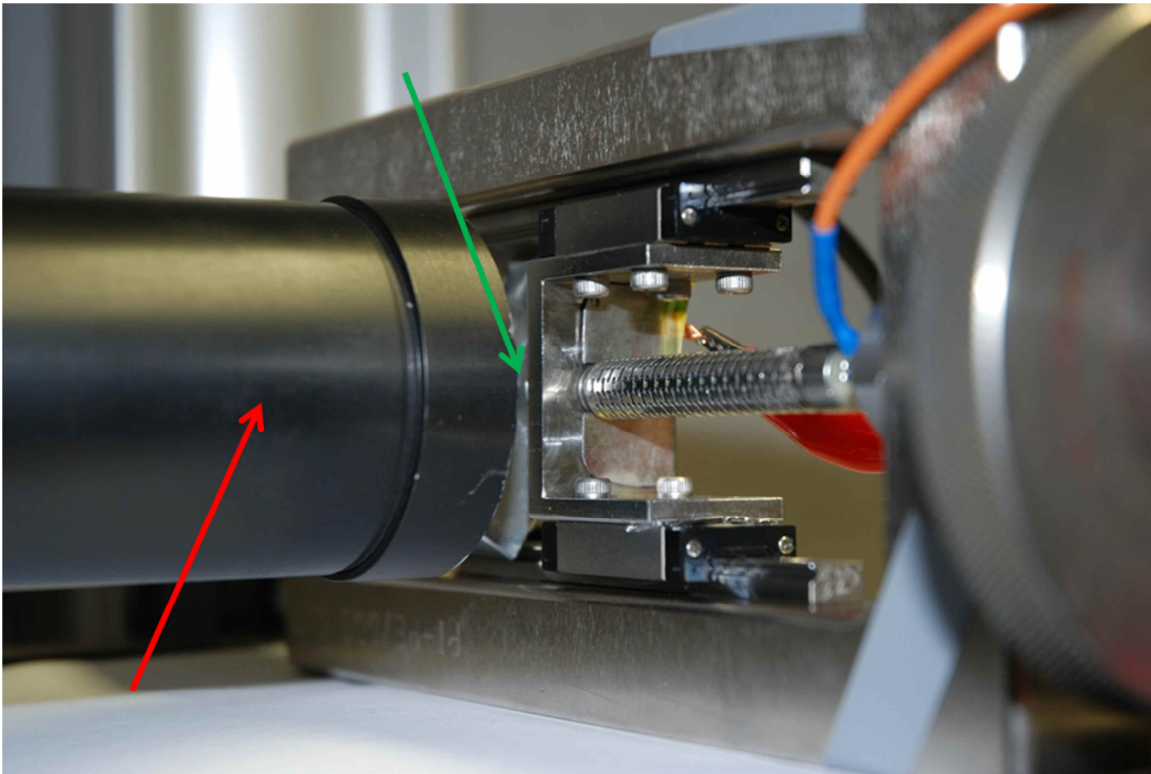


Abbildung 23: Prüfvorrichtung ist auf einem in alle drei Raumrichtungen beweglichem Tisch platziert. Der Arbeitsabstand zwischen Linse (roter Pfeil) und Probe (Position mit grünem Pfeil angedeutet, ist jedoch in dieser Ansicht nicht direkt sichtbar) beträgt circa 25 mm

Um das Signal-Rausch-Verhältnis zu verbessern erfolgt die Datenerfassung mittels Lock-in Technik. Dazu wird das Anregungssignal des Piezostacks in eine Lock-in Box gespeist, welche mit der Thermokamera verbunden ist. Diese hat die Aufgabe das Anregungssignal in das Bild der Thermokamera einzuspeisen. Hierfür werden die oberen Pixelreihen der Aufnahme verwendet. Die Lock-in Auswertung wird mit der Software MATLAB 2015a durchgeführt. Die Funktion der Lock-in Technik wird in Kapitel 3.6.4 genauer erklärt.

3.3.3 Finite Elemente Analyse der Prüfvorrichtung

Um die elastische Verformung der Prüfvorrichtung während der Messungen abzuschätzen, wurde eine Finite Elemente (FE) Simulation durchgeführt. Hierfür kam die Software ANSYS 16.0 zum Einsatz. Der Rahmen ist in der Prüfvorrichtung das relevanteste Bauteil, daher beschränkt sich die FEM Analyse auf dieses Bauteil. Der Rahmen ist aus Edelstahl gefertigt, daher wird für die Poissonzahl 0,29 und für den E-Modul 193 GPa angenommen. Für die meisten in dieser Arbeit durchgeführten Messungen ist aufgrund der geringen Kräfte von unter 10 N keine nennenswerte elastische Verformung des Rahmens zu erwarten. Die Analyse wurde sowohl für eine statische Last als auch für eine dynamische

Last durchgeführt. Der zeitliche Verlauf der simulierten mechanischen Last wird in Formel 5 beschrieben:

$$F = \frac{F_{max}}{2} + \frac{F_{max}}{2} * \sin(2\pi * f * t), \quad (5)$$

wobei F_{max} der Maximalkraft entspricht und f der Frequenz mit der die Last aufgebracht wird. Die Variable t entspricht dem beobachteten Zeitpunkt. Für die Simulation ist es wichtig einen sinnvollen Start- und Endzeitpunkt einzustellen. Diese sollten bei rein elastischen Problemen so gewählt werden, dass die Extremwerte mindestens einmal erreicht werden. Tritt allerdings plastische Deformation auf müssen mehrere Zyklen durchlaufen werden. Außerdem ist die Schrittweite für die einzelnen Zeitschritte so zu wählen, dass der Funktionsverlauf ausreichend genau wiedergegeben werden kann. Es ist zum Beispiel nicht sinnvoll bei einer Frequenz von 40 Hz eine Schrittweite von einer Sekunde zu wählen.

Aufgrund der beiden Symmetrieebenen des Rahmens kann dieser geviertelt werden ohne das Ergebnis zu verändern. Dadurch wird die Anzahl der benötigten Elemente reduziert, was eine deutliche Verringerung des Rechenaufwands zur Folge hat.

Da für die Messungen in dieser Arbeit eine 100 N Kraftmessdose verwendet wird, wird die Simulation mit einer Maximalkraft F_{max} von 100 N durchgeführt. Die maximale Verschiebung der Auflage der Kraftmessdose beträgt circa 0,5 μm . Die Simulation zeigt, dass die Auswirkungen der elastischen Verformung bei 100 N vernachlässigbar gering ausfallen.

Da diese Prüfvorrichtung zukünftig auch für weitere Analysen eingesetzt werden soll, wurde auch eine Simulation für eine Maximalkraft von 2500 N durchgeführt. Das Ergebnis dieser Simulation zeigt **Abbildung 24**. Hier wird die Verschiebung der einzelnen Bereiche dargestellt. Die maximale Verschiebung der Kraftmessdose beträgt hier circa 13,7 μm .

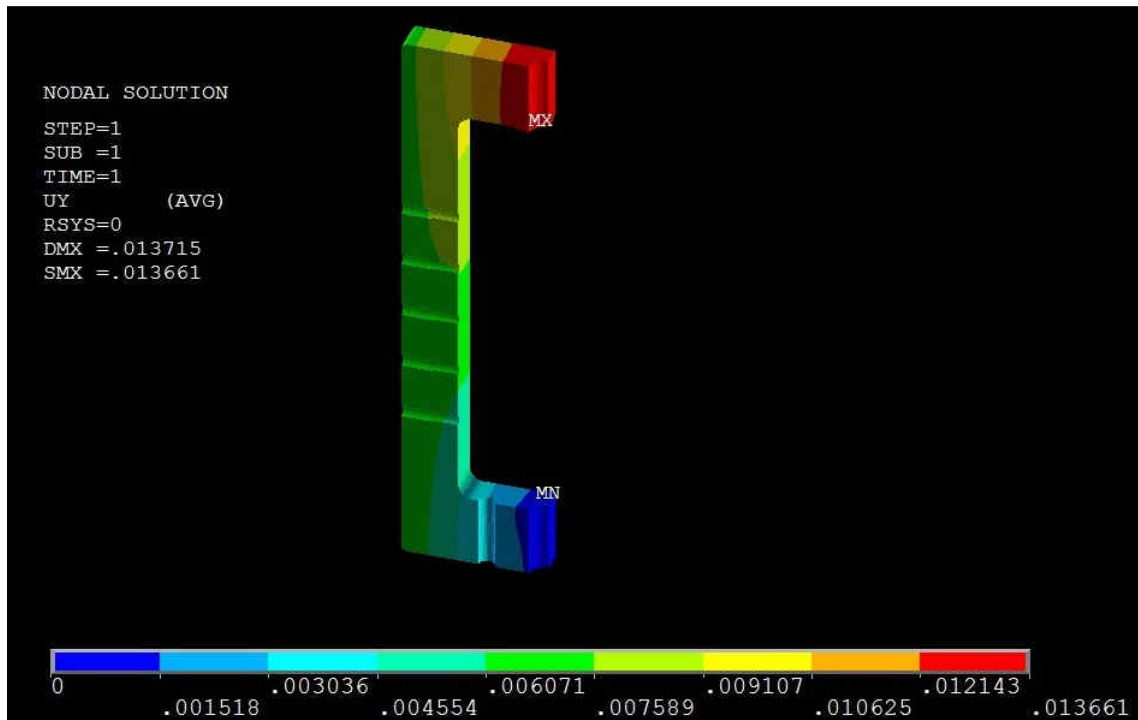


Abbildung 24: FEM Simulation des Prüfrahmens für eine Belastung von 2500 N

Da bei dieser Arbeit lediglich die aufgebrachte Kraft und nicht der zurückgelegte Weg gemessen wurde, sind geringe Deformationen des Rahmens für die Messung nicht von Bedeutung. Die elastischen Dehnungen haben lediglich Auswirkungen auf die maximal erreichbare Kraft, da die Auslenkung des Piezostacks begrenzt ist. Je nach Anforderung ist dann eine Kraftmessdose mit höherer Federkonstante zu verwenden.

3.4 Proben

Bei den hier untersuchten Bauteilen handelt es sich um Vielschicht-Varistoren der Firma EPCOS/Deutschlandsberg. Die Bauteilabmessungen betragen circa $530 \times 290 \times 230 \mu\text{m}^3$.

Abbildung 25 zeigt eine Aufnahme des Bauteils unter einem Stereomikroskop. Diese Bauteile sind aus einer kommerziellen mit Praseodym dotierten Grundmasse hergestellt. Sie haben zwei parallel verlaufende Innenelektroden mit einem Abstand von circa $20 \mu\text{m}$. Die Elektroden überlappen auf einer Länge von circa $170 \mu\text{m}$. Das ergibt bei einer Elektrodenbreite von $95 \mu\text{m}$, einen Überlappungsquerschnitt von $0,0016 \text{ mm}^2$ und ein aktives Volumen von $0,00032 \text{ mm}^3$.

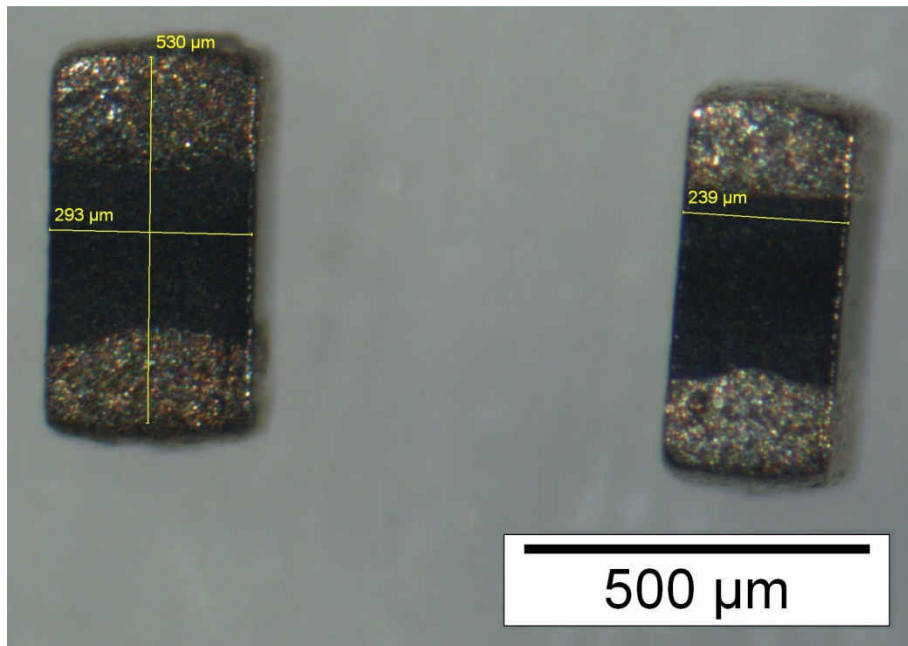


Abbildung 25: Aufnahme zweier MLVs, mit einer Größe von circa $530 \times 290 \times 230 \mu\text{m}^3$, wie sie auch für die Versuche in dieser Arbeit verwendet werden

3.5 Probenpräparation

Da aufgrund der geringen Größe eine Präparation im losen Zustand nicht möglich ist, wurden diese Bauteile in eine Kunststoffmasse eingebettet. Als Einbettmittel wurde VersoCit-2[®] des Herstellers Struers verwendet. Hierbei handelt es sich um einen kaltaushärtenden Kunststoff auf Acrylbasis. Beim Einbettvorgang wurden die Proben so positioniert, dass die Lage der Innenelektroden normal zur Oberfläche ist. Dadurch wurde bei der Präparation ein Schnitt normal zu den Elektroden erreicht. Anschließend wurden die Proben mit Diamantsuspension poliert. Dabei wurden Körnungen von $9 \mu\text{m}$, $6 \mu\text{m}$, $3 \mu\text{m}$ und $1 \mu\text{m}$ verwendet. Um die Konturen der Körner ersichtlich zu machen wurde abschließend mit einer chemo-mechanischen Oxidpoliersuspension poliert. Hierbei wurden der chemische Abtrag sowie der mechanische Abtrag, erreicht durch ein sehr feines Abrasivmittel, miteinander kombiniert. In dieser Arbeit wurde hierfür die Suspension OP-S[®] von Struers verwendet. Das Abrasivmittel ist hier kolloidales Siliziumdioxid mit einer Korngröße von circa $0,04 \mu\text{m}$. Die Suspension ist mit einem pH Wert von 9,8 alkalisch.

Im ersten Schritt wurden die Elektroden freigelegt. Für die weiteren Untersuchungen war es wichtig, möglichst den Beginn der Elektroden zu treffen und nicht zu viel Material abzutragen, da sonst die Möglichkeit besteht, den dominierenden Strompfad zu zerstören. Der Beginn der Elektroden liegt circa $100 \mu\text{m}$ im Inneren des Varistors. Um den Abtrag zu

bestimmen wurde eine Stahlkugel mit 1 mm Durchmesser mit eingebettet und mit angeschliffen. Der sichtbare kreisförmige Querschnitt wird nach jedem Präparationsschritt vermessen. Über Formel 6 wird der Materialabtrag h errechnet. Der Radius der eingebetteten Kugel wird mit r bezeichnet, der Radius des gemessenen Kreises mit a :

$$h = r - \sqrt{r^2 - a^2}. \quad (6)$$

Dies ist überaus hilfreich um abzuschätzen, wie weit noch poliert werden muss, um die Innenelektroden zu erreichen. Die Präparation mit 9 μm Diamantsuspension wurde abgebrochen, sobald ein leichtes Durchscheinen der Innenelektroden, wie in **Abbildung 26** dargestellt, erkennbar war.

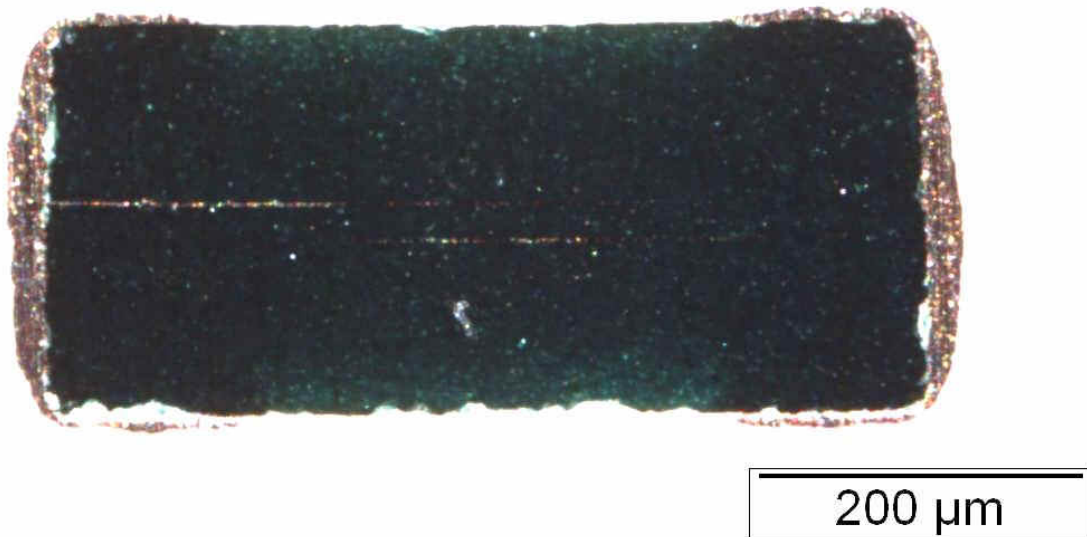


Abbildung 26: In der Mitte des Bauteils sind die beiden parallelen Innenelektroden bereits erkennbar

Anschließend wurde der Kunststoff keilförmig weggeschliffen um eine Druckprüfung des Varistors zu ermöglichen. Außerdem wurden die Kappen freigelegt damit eine elektrische Kontaktierung durchführbar ist. Diese erfolgte mit Silberleitpaste und Kupferklebeband. Im letzten Schritt wurde die kontaktierte Probe auf einen rund geschliffenen Glasträger aufgebracht. Dadurch sollte die Positionierung der Probe in der Prüfvorrichtung erleichtert werden. Die so für die Prüfung vorbereitete Probe ist in **Abbildung 27** dargestellt.

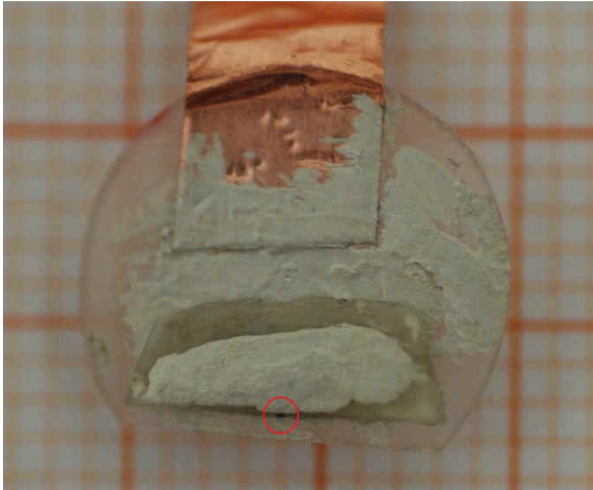


Abbildung 27: Probe für vorbereitet für Druckversuche. Die Probe befindet sich im Zentrum des roten Kreises. Die elektrische Kontaktierung erfolgt mit Silberleitpaste

Der oben genannte Aufbau soll die Manipulierbarkeit der polierten Probe gewährleisten, da die Abmessungen durch den Poliervorgang auf circa $530 \times 150 \times 230 \mu\text{m}^3$ reduziert werden. Allerdings haben die ersten Versuche einige Probleme dieses Aufbaus aufgezeigt. So kam es beim Anfertigen des Keils oft zu Schäden an den metallischen Kappen des Varistors. Dies führte zu Problemen bei der elektrischen Kontaktierungen. Bei den durchgeführten Versuchen führte das zu Problemen bei der Erfassung der I-U-Kennlinien sowie bei der Stromversorgung für die Thermographie. Außerdem kam es vor, dass durch ein Verrutschen der Probe die Krafteinleitung nicht in das Bauteil sondern in die umliegende Einbettmasse erfolgte. Selbst bei einer Krafteinleitung in den Varistor kann der vorliegende Spannungszustand nicht genau vorhergesagt werden. Aufgrund der genannten Probleme wurde die Probenvorbereitung wie folgt verändert:

Die oben beschriebenen Präparationsschritte bis zur Freilegung der Elektroden blieben unverändert. Anschließend wurde die Rückseite abgeschliffen, bis die metallischen Kappen des Varistors freigelegt waren. Die elektrische Kontaktierung erfolgte an eben diesen freigelegten Kappen. Der kontaktierte Varistor wurde mit der polierten Seite nach oben zeigend auf einen Glasträger aufgebracht. Um das Eindringen von Flüssigkeiten bei der weiteren Präparation zu vermeiden wurde die Probe mit doppelseitigem Klebeband und UHU plus Endfest 300 versiegelt. Die Aushärtung erfolgte im Ofen bei 70°C für 40 Minuten. Dieser Probenaufbau ist in **Abbildung 28** dargestellt.



Abbildung 28: Elektrisch kontaktierte Probe vorbereitet für die Freilegung des dominierenden Strompfades. Die Lage des Varistors ist mit einem roten Kreis markiert

Die so vorbereitete Probe wurde thermographisch untersucht um die Position des dominierenden Strompfades zu finden. Die Tiefe des Strompfades lässt sich mit Hilfe des Phasenbildes abschätzen. Dies wird in Kapitel 3.6.6 genauer erklärt. Im Anschluss wurde mittels Zielpräparation der detektierte Strompfad freigelegt. Anschließend wurde sukzessive die Korngröße der Diamantsuspension verringert. Um die Korngrenzen besser sichtbar zu machen wurde eine Ätzung durchgeführt. Als Ätzmittel wurde zweiprozentige Salzsäure verwendet. Die Ätzdauer betrug sechs Sekunden. **Abbildung 29** zeigt eine fertig polierte und geätzte Probe.

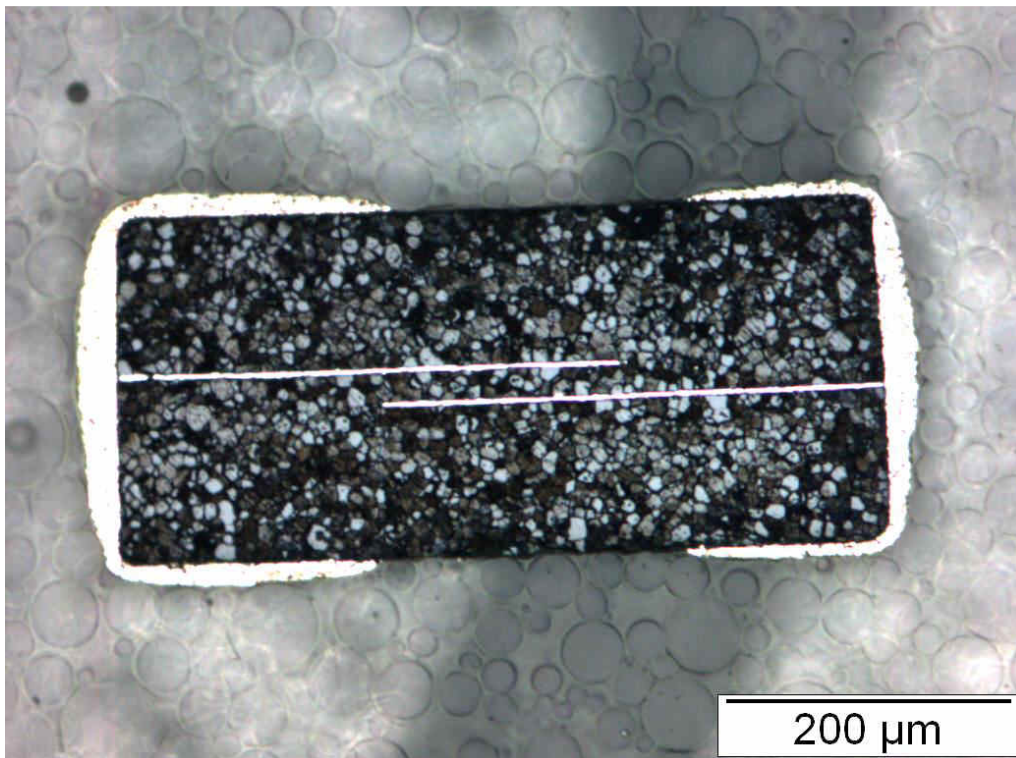


Abbildung 29: Übersicht über einen mit zweiprozentiger Salzsäure sechs Sekunden lang geätzten Vielschichtvaristor. Man erkennt darauf die parallelen Innenelektroden sowie die äußeren Kappen zur Bauteilkontaktierung

Eine Detailaufnahme des Bereichs zwischen den beiden Elektroden desselben Bauteils zeigt **Abbildung 30**. Hier ist deutlich ersichtlich, dass zwischen den Innenelektroden lediglich wenige Korngrenzen in Serie angeordnet sind. Vereinzelt sind auch Bereiche erkennbar in denen lediglich zwei Körner, also eine Korngrenze, zwischen den Elektroden vorhanden sind. Daraus resultiert die Schaltspannung in der Größenordnung von circa 3 V bei diesen Varistoren.

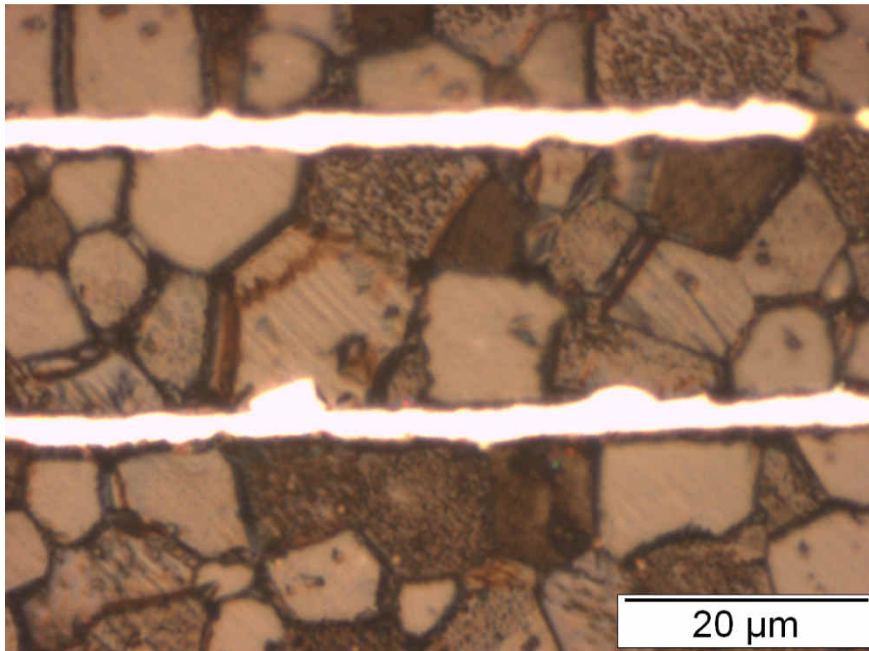


Abbildung 30: Detailansicht des Bereichs zwischen den Innenelektroden

Für die thermographische Analyse bei zyklischer mechanischer Beanspruchung wurde das Bauteil ausgebettet. Der polierte Varistor wurde dann lose in die Prüfvorrichtung eingelegt. Zur einfacheren Positionierung wurde eine zuvor angefertigte Schablone aus Glas verwendet. Durch diesen Aufbau ist es möglich die im Bauteil vorliegende mechanische Spannung genau zu berechnen, sowie eine uniaxiale Krafteinleitung zu gewährleisten. Die fertig eingespannte Probe ist in **Abbildung 31** dargestellt.

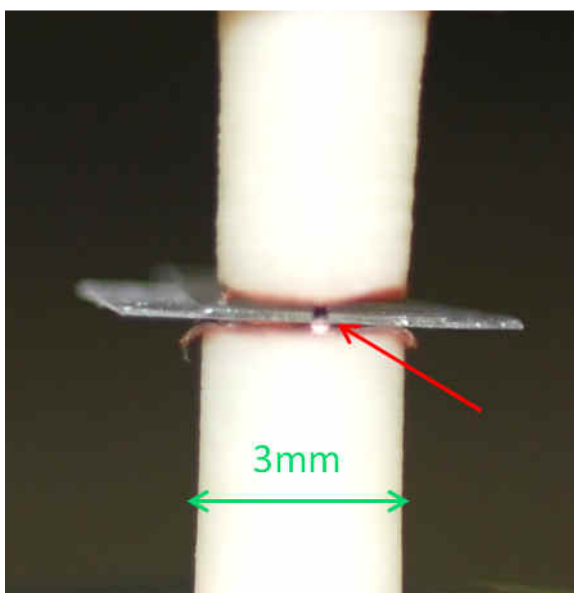


Abbildung 31: Eingespannte Probe (mit rotem Pfeil markiert) für druckabhängige Analysen. Die Durchmesser der Stempel für die Druckprüfung betragen 3 mm

3.6 Versuchsdurchführung

3.6.1 Mechanisch unbelastete Strom-Spannungs-Kennlinie

Wie bereits in Kapitel 3.3.1 erklärt wurden für diese Messungen ein Keithley® SourceMeter 2410, welches mit der Software Agilent VEE Pro 9.31 gesteuert wird, verwendet. Die gemessenen Daten wurden auch direkt von der Software erfasst und können am PC weiterverarbeitet werden. Die Anbindung des Geräts an den PC erfolgte über ein GPIB (General Purpose Interface Bus) Kabel. Hierbei handelt es sich um einen parallelen 8 Bit Bus zur Steuerung von bis zu 15 Geräten. Dieser Standard ist weit verbreitet und wird von vielen Herstellern unterstützt.

Das verwendete Messprogramm bietet umfangreiche Einstellmöglichkeiten der Messparameter. Das Userinterface des Messprogramms ist in **Abbildung 32** dargestellt. Die Messung erfolgt stromgesteuert. Der Messbereich wird durch die beiden Felder *AmpStart* und *AmpEnd* begrenzt. Für diese Bauteile wird von 100 nA bis 20 mA gemessen. Je nach Bauteilverhalten wird der untere Startwert angepasst. Die Begrenzung des maximalen Stroms liegt zum einen an der verwendeten Stromquelle, und zum anderen kann eine Schädigung des Bauteils dadurch verhindert werden. Allerdings kann mit dieser Einschränkung der Hochstrombereich nicht erfasst werden. Dieser ist aber für die Untersuchungen in dieser Arbeit nicht relevant.

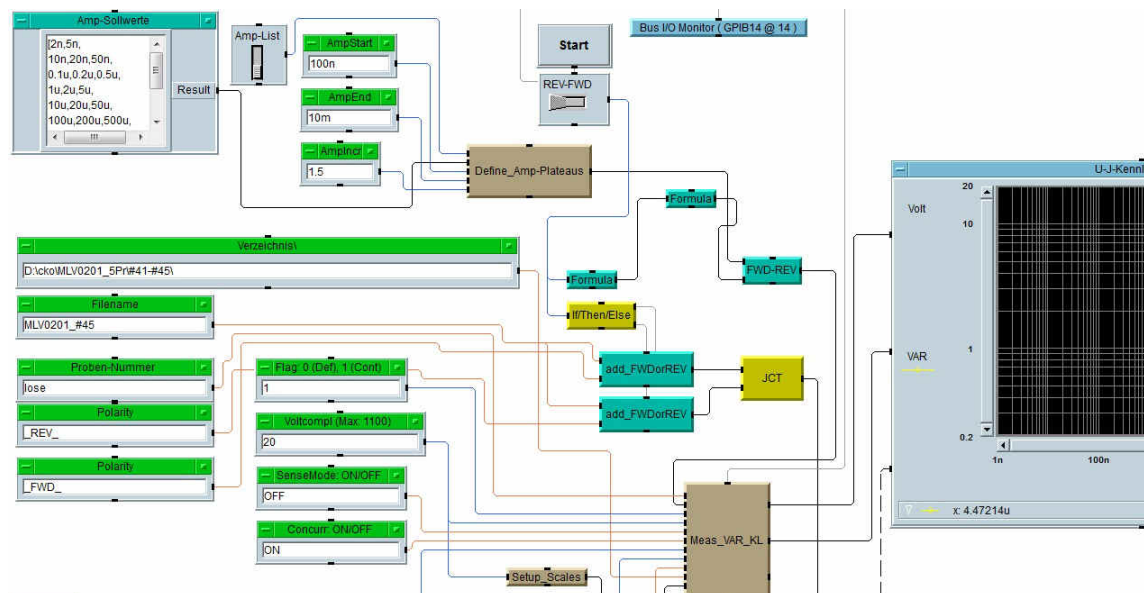


Abbildung 32: Übersicht über das Userinterface des für die Messung der Strom-Spannungs-Kennlinie verwendeten Programms. Alle notwendigen Einstellungen können hier durchgeführt werden

Es besteht die Möglichkeit, dass der Varistor, abhängig von der angelegten Stromrichtung, Unterschiede in der I-U-Kennlinie aufweist. So kommt es durchaus vor, dass der Widerstand im Leckstrombereich sich bei einer elektrischen Umpolung des Messaufbaus deutlich verändert. Aufgrund des möglichen asymmetrischen Verhaltens der I-U-Kennlinie wurde diese in beide Stromrichtungen gemessen. Dazu wird der Kippschalter mit der Bezeichnung *REV-FWD* umgelegt. Dies bewirkt eine Umpolung der Ausgänge der SMU und ermöglicht somit eine einfache Messung beider Richtungen. Der Messstrom wurde schrittweise um einen gewissen Faktor erhöht. Dieser wurde über das Feld *AmpIncr* eingestellt. Je geringer dieser Wert war, desto mehr Messpunkte wurden aufgezeichnet. Pro Messpunkt, wurden die Strom-Spannungs-Wertepaare mehrmals gemessen. Die Anzahl der Wertepaare je Messpunkt ist abhängig vom Messstrom und nimmt mit sinkendem Messstrom zu. Für die Erstellung der Kennlinie wurde der jeweils letzte gemessene Wert verwendet. Für die Auswertung möglicher Sättigungseffekte können alle Wertepaare verwendet werden. Da hier aber nur die relative Änderung der Strom-Spannungs-Kennlinien von Bedeutung ist, war dies nicht notwendig. Die Messdaten wurden als Strom-Spannungs-Wertepaar in eine Textdatei gespeichert. Die Weiterverarbeitung dieser Daten erfolgte mit Mathematica 10. **Abbildung 33** zeigt die gemessene Kennlinie einer Probe sowohl in der Forward als auch in der Reverse Richtung. Hier ist deutlich die Richtungsabhängigkeit der Probe erkennbar.

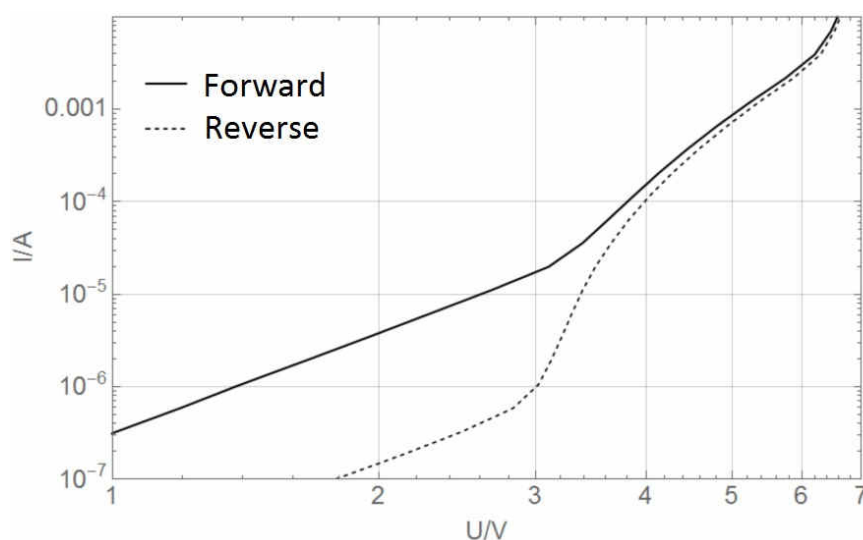


Abbildung 33: Kennlinie eines Vielschichtvaristors gemessen in beide Stromrichtungen. Diese Probe zeigt eine starke Abhängigkeit der elektrischen Eigenschaften von der zur Messung verwendeten Polarität

3.6.2 Druckabhängige Strom-Spannungs-Kennlinie

Zusätzlich zur mechanisch unbelasteten Charakterisierung der Varistoren wurde die Strom-Spannungs-Kennlinie auch druckabhängig erfasst. Hier wurde jenes Messprogramm verwendet, das auch für die unbelasteten Messungen Anwendung fand. Durch die druckabhängige Strom-Spannungs-Kennlinie kann eine Vorauswahl der Proben getroffen werden. Varistoren mit starker Druckabhängigkeit sind für die mechanisch modulierte thermographische Analyse am besten geeignet. Die mechanische Belastung wurde mit der in Kapitel 3.3.2 beschriebenen Prüfvorrichtung aufgebracht. Die Proben wurden hier in zwei Richtungen geprüft, stehend und liegend. Bei stehender Prüfung erfolgte die Krafteinleitung parallel zu den Innenelektroden wie in **Abbildung 34a** angedeutet.

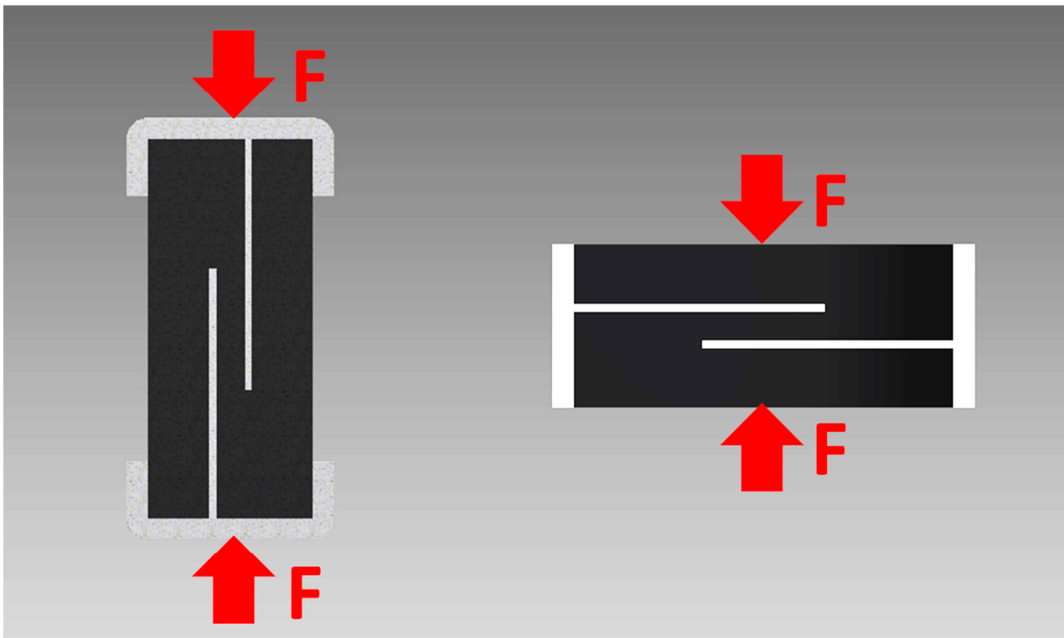


Abbildung 34: a) Schematische Darstellung der Krafteinleitung bei stehender Prüfung, b) Schematische Darstellung der Krafteinleitung bei liegender Prüfung. Die Kappen an den Auflageflächen wurden hierfür abgeschliffen

Um die elektrische Kontaktierung zu gewährleisten wurde sowohl auf den unteren als auch auf den oberen Siliziumnitridstempel ein Streifen Kupferklebeband aufgeklebt. Der lose Varistor wird auf das am unteren Stempel aufgebrachte Kupfer gestellt. Um sicherzustellen, dass das Bauteil gerade eingespannt ist, wurde ein dünner Anschlag aus Glas am Stempel angebracht. An der so eingespannten Probe wurden bei den drei Kraftstufen 1 N, 4 N und 8 N die Strom-Spannungs-Kennlinien gemessen. Um eine Aussage über die Reversibilität treffen zu können wurde nach der Belastung mit 8 N abermals die I-U-Kennlinie bei 1 N ermittelt. Die genannten Kraftstufen entsprechen, bei

einer belasteten Querschnittsfläche von $290 \times 230 \mu\text{m}^2$, einer Spannung von 15 MPa, 60 MPa und 120 MPa. **Abbildung 35** zeigt die druckabhängigen Strom-Spannungskennlinien eines Vielschichtvaristors bei stehender Belastung. Wie bereits bei den unbelasteten I-U-Kennlinien kann auch hier eine starke Abhängigkeit des Verhaltens von der für die Messung verwendeten Stromrichtung vorliegen. Deshalb wurde auch hier die Messung in beiden Stromrichtungen durchgeführt.

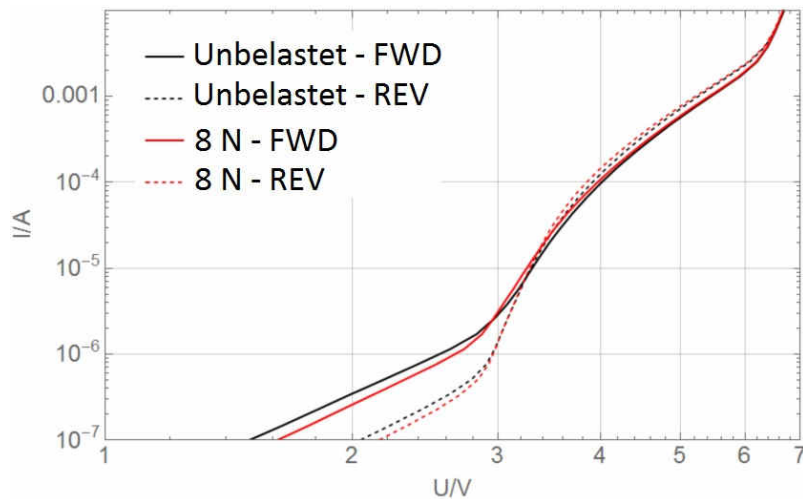


Abbildung 35: Strom-Spannungskennlinie eines Vielschichtvaristors bei unterschiedlichen mechanischen Belastungen parallel zu den Innenelektroden

Bevor die liegende Prüfung, dargestellt in **Abbildung 34b**, durchgeführt werden kann müssen die Kappen des Varistors an der Auflagefläche entfernt werden. Dies ist notwendig um einen möglichst gleichmäßigen Spannungsverlauf im Bauteil sicherzustellen.

Zum Entfernen der Kappen wurde der Varistor auf einen Glasträger aufgeklebt und die Kappe mit SiC Schleifpapier Körnung 2400 abgeschliffen. Dabei ist darauf zu achten, dass die angeschliffene Fläche möglichst eben ist, da sonst keine Krafteinleitung über die gesamte Fläche möglich ist. Die Kappen müssen anschließend auch an der gegenüberliegenden Seite entfernt werden. Die elektrische Kontaktierung erfolgte seitlich an den noch vorhandenen Kappen mittels Silberleitpaste.

Die Strom-Spannungskennlinie wurde bei einer Last von 2 N und 9 N gemessen. Anschließend an die Belastung mit 9 N wurde nochmals eine I-U-Kennlinie bei 2 N gemessen um die Reversibilität zu überprüfen. Bei einem belasteten Querschnitt von $530 \times 290 \mu\text{m}^2$ entsprechen diese Laststufen einer Spannung von circa 13 MPa beziehungsweise 59 MPa. In **Abbildung 36** ist die druckabhängige I-U-Kennlinie eines

Vielschichtvaristors bei liegender Belastung abgebildet. Hierbei handelt es sich um dieselbe Probe wie in **Abbildung 35**. Es ist erkennbar, dass sich die Kennlinien bei der mechanischen Belastung in entgegengesetzte Richtungen verschieben.

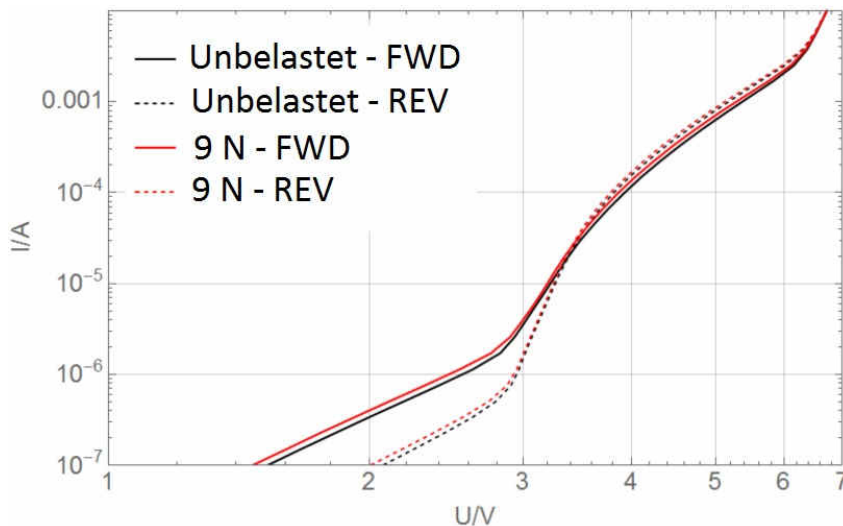


Abbildung 36: Strom-Spannungs-Kennlinie eines Vielschichtvaristors bei unterschiedlichen mechanischen Belastungen normal zu den Innenelektroden

3.6.3 Grundlagen der Infrarotthermographie

Grundsätzlich gibt es drei unterschiedliche Arten des Wärmetransfers:

- 1) Wärmeleitung,
- 2) Strahlung und
- 3) Konvektion.

Für die Untersuchungen in dieser Arbeit sind vor allem die ersten beiden Mechanismen von Bedeutung. Die Wärmeleitung über Konvektion ist für die hier durchgeführten Untersuchungen nicht von Bedeutung. [24]

Zu 1)

Die Wärmeleitung in kristallinen Festkörpern wird dominiert durch Gitterschwingungen (Phononen). In Metallen tragen auch die Elektronen zur Wärmeleitung bei. Die Wärmeleitung kann mit dem Fourierschen Gesetz, in eindimensionaler Form dargestellt in Formel 7:

$$q = -\lambda_w \frac{\delta T}{\delta x}, \quad (7)$$

beschrieben werden. Die Wärmeflussdichte q entspricht dem Wärmetransfer durch eine Einheitsfläche. Diese ist abhängig vom Temperaturgradient $\frac{\delta T}{\delta x}$ und der Wärmeleitfähigkeit

λ_w , einer Werkstoffeigenschaft. Das negative Vorzeichen dieser Formel stellt dar, dass der Wärmefluss in Richtung der Zone mit niedrigerer Temperatur gerichtet ist. Im mehrdimensionalen Fall ist der Wärmestrom ein Vektor. [24]

Bei einer periodisch eingebrachten Wärmemenge entsteht ein zeitlich verändertes Temperaturfeld im Inneren eines Festkörpers. Dieses verhält sich ähnlich wie optische und akustische Wellen. Es können Reflexionen und Brechungen auftreten. Auch eine Interferenz ist möglich. [24]

Diese Art des Wärmetransfers ist besonders beim Aufspüren der dominierenden Strompfade von Bedeutung. Da dieser Wärmeleitprozess eine gewisse Zeit in Anspruch nimmt entsteht eine Phasenverschiebung zwischen dem Wärmesignal das im Inneren des Bauteils entsteht und dem das an der Oberfläche messbar ist.

Zu 2)

Jeder Körper, dessen Temperatur höher als die des absoluten Nullpunkts ist, gibt Energie in Form von elektromagnetischer Strahlung ab. Das bedeutet hier findet der Wärmetransfer über Photonen statt. Bei der abgegebenen Strahlung handelt es sich um Infrarotstrahlung. Der abgegebene Wärmefluss wird mit dem Stefan-Boltzmann Gesetz, dargestellt in Formel 8:

$$q = \varepsilon * \sigma_{SB} * T^4, \quad (8)$$

beschrieben. σ_{SB} steht in dieser Gleichung für die Stefan-Boltzmann-Konstante. Bei einem sogenannten schwarzen Strahler, einer idealen Quelle thermischer Strahlung nimmt der Emissionskoeffizienten ε den Wert eins an. Bei einem realen Körper wird q um den Emissionskoeffizienten reduziert. Dieser kann Werte zwischen null und eins annehmen. [24]

Der Wert des Emissionskoeffizienten entspricht jenem des Absorptionskoeffizienten. Bei Körpern mit $\varepsilon < 1$ unterscheidet man noch zwischen grauen Strahlern und selektiven Emittieren. Letztere zeigen eine starke Dispersion. Die spektrale Verteilung der emittierten Strahlung eines Körpers ist abhängig von seiner Temperatur. **Abbildung 37** zeigt das Emissionsspektrum eines schwarzen Strahlers bei zwei unterschiedlichen Temperaturen. Über die Messung der Strahlung kann die Temperatur bestimmt werden. Eine Schwierigkeit hierbei ist, dass der Emissionskoeffizient oft unbekannt ist und auch örtlich variieren kann. [25]

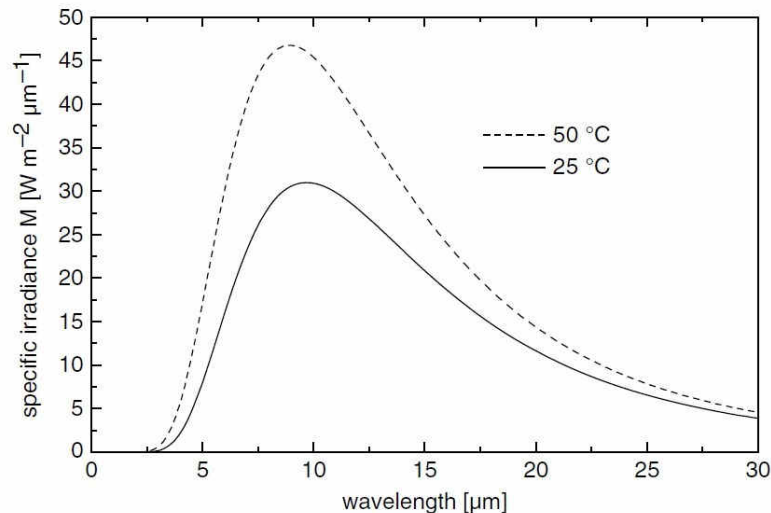


Abbildung 37: Strahlungsverhalten eines schwarzen Strahlers bei 25°C und bei 50°C [25]

Da es sich hierbei um einen Energietransfer über Strahlung handelt, ist im Vergleich zur Wärmeleitung mittels Phononen und Konvektion kein Trägermedium notwendig. Daher findet dieser Wärmeübertrag auch im Vakuum statt. [19]

Das Herzstück einer Thermokamera ist der Infrarotdetektor. Je nach Kameratyp und Hersteller werden unterschiedliche Ausführungen verwendet, wie zum Beispiel InSb- oder HgCdTe-Detektoren. Der verwendete Detektor bestimmt den messbaren Wellenlängenbereich. Der Detektor muss gekühlt werden. Dies kann über flüssigen Stickstoff oder einen Stirling-Kühler realisiert werden. Es gibt auch ungekühlte Kameras, mit Mikrobolometern als Detektoren. Diese haben aber eine deutlich geringere Empfindlichkeit und eine geringere Aufnahme­frequenz als gekühlte Kameras. [25]

3.6.4 Grundlagen der Lock-in Technik

Das Ziel der Lock-in Technik ist es die erzwungene Antwort eines Systems auf ein periodisches Anregungssignal zu messen. Durch den Vergleich mit einem Referenzsignal kann zusätzlich zur Amplitude auch die Phasenlage des Antwortsignals bezüglich des Referenzsignals bestimmt werden. Bei einer Messung über mehrere Perioden werden zusätzlich statistische Störgrößen gemittelt, wodurch ein deutlich verbessertes Signal-Rausch-Verhältnis erreicht wird. Dabei kann es durchaus sein, dass die Amplitude des zu messenden Signals geringer als die der Störsignale ist. [25]

In dieser Arbeit wird eine periodische Variation der Erwärmung des Varistors durchgeführt. Diese Variation erfolgt entweder über mechanische oder elektrische Modulation. Bei der elektrischen Modulation wird der Varistor einfach mit einer

sinusförmigen elektrischen Spannung periodisch erwärmt. Bei der mechanischen Modulation wird der Varistor mit einer sinusförmigen mechanischen Spannung belastet. Durch die dadurch hervorgerufene periodische Änderung des Widerstands erfolgt die periodische Variation der Erwärmung.

Der schematische Aufbau eines Lock-in Verstärkers ist in **Abbildung 38** dargestellt. Im Lock-in Verstärker werden das gemessene Signal und das rauschfreie Referenzsignal verarbeitet. [25]

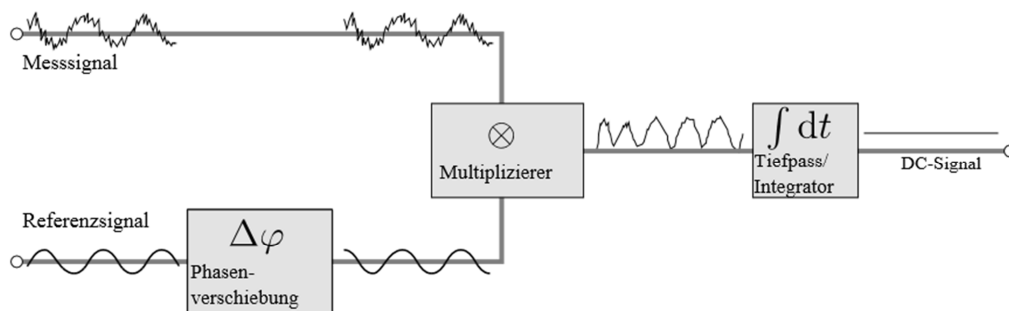


Abbildung 38: Schematische Darstellung der Funktionsweise eines Lock-in Verstärkers [26]

Das Verhalten des Lock-in Verstärkers kann mit jenem eines Bandpasses verglichen werden. Es werden nur Messwerte berücksichtigt, deren Frequenz in der Nähe der Frequenz des Referenzsignals liegt. Allerdings können auch Störsignale die in diesem Bereich liegen den Filter passieren. Im letzten Integrationsschritt wird das Signal über eine gewisse Zeit integriert. Statistische Störungen werden gemittelt und ein Gleichspannungssignal wird ausgegeben. Durch eine Erhöhung der Integrationszeit wird die Rauschunterdrückung besser, allerdings wird dadurch auch die Reaktionszeit herabgesetzt. Außerdem ist die effektive Detektionsbandbreite umgekehrt proportional zur Integrationszeit t_{int} . Der mathematische Ablauf ist in Formel 9 beschrieben:

$$S = \frac{1}{t_{int}} \int_0^{t_{int}} F(t)K(t) dt, \quad (9)$$

wobei $F(t)$ das detektierte Signal und $K(t)$ eine Korrelationsfunktion sind. [25]

3.6.5 Grundlagen der Fouriertransformation (FT)

Eine Fourierreihe ist eine Reihenentwicklung periodischer Funktionen nach harmonischen Winkelfunktionen. Der mathematische Ausdruck einer Fourierreihe ist in Formel 10 dargestellt:

$$f(t) = \sum_{k=0}^{\infty} (A_k * \cos(\omega_k t) + B_k * \sin(\omega_k t)). \quad (10)$$

A und B werden als Fourierkoeffizienten bezeichnet. Diese müssen so gewählt werden, dass Gleichung 10 erfüllt ist, und die unendliche Reihe der Funktion $f(t)$ entspricht¹. Formel 11 beschreibt den zugehörigen Zusammenhang für ω_k , wobei T die Periode der Funktion ist: [27]

$$\omega_k = \frac{2\pi k}{T}. \quad (11)$$

Die Bestimmung der Fourierkoeffizienten wird in den Formeln 12 bis 14 erklärt:

$$A_k = \frac{2}{T} * \int_{-\frac{T}{2}}^{+\frac{T}{2}} f(t) * \cos(\omega_k t) dt \quad \text{gilt nur für } k \neq 0 \quad (12)$$

$$A_0 = \frac{1}{T} * \int_{-\frac{T}{2}}^{+\frac{T}{2}} f(t) dt \quad (13)$$

$$B_k = \frac{2}{T} * \int_{-\frac{T}{2}}^{+\frac{T}{2}} f(t) * \sin(\omega_k t) dt. \quad (14)$$

Dabei ist festzuhalten, dass der Koeffizient A bei $k = 0$ speziell berechnet werden muss. Der Faktor B hingegen ist bei $k = 0$ immer 0. [27]

Die Bildung einer Summe aus unendlich vielen Reihengliedern, wie in Gleichung 10 beschrieben, ist praktisch nicht durchführbar. Aus diesem Grund wird die Funktion nicht vollständig abgebildet. Die Qualität der Näherung ist von der Zahl der Reihenglieder abhängig. Der durch den Abbruch der Reihe hervorgerufene quadratische Fehler δ^2 wird in den Formeln 15 und 16 dargestellt:

$$S_N = \sum_{k=0}^N (A_k * \cos(\omega_k t) + B_k * \sin(\omega_k t)) \quad (15)$$

$$\delta^2 = \frac{1}{T} * \int_T [f(t) - S_N]^2 dt, \quad (16)$$

wobei N der Anzahl der Reihenglieder entspricht. S_N beschreibt hier die nach N Gliedern abgebrochene Summe der Fourierreihe. Der mittlere Quadratische Fehler wird mit steigendem N monoton kleiner. [27]

Bei Funktionen mit einer Unstetigkeitsstelle kommt ein weiteres Phänomen vor: der Gibbsche Überschwinger. Wie in **Abbildung 39** gezeigt wird die Stufe mit 49 Reihengliedern schon gut genähert, allerdings ist das Überschwingen deutlich erkennbar.

¹ Bei Funktionen mit Unstetigkeiten ergibt sich an den Sprungstellen eine Konvergenz gegen den Mittelwert der benachbarten Grenzwerte. [27]

Auch eine drastische Erhöhung der Reihenglieder kann hier keine Abhilfe schaffen. Je mehr Glieder verwendet werden desto näher rücken diese Überschwinger zusammen. [27]

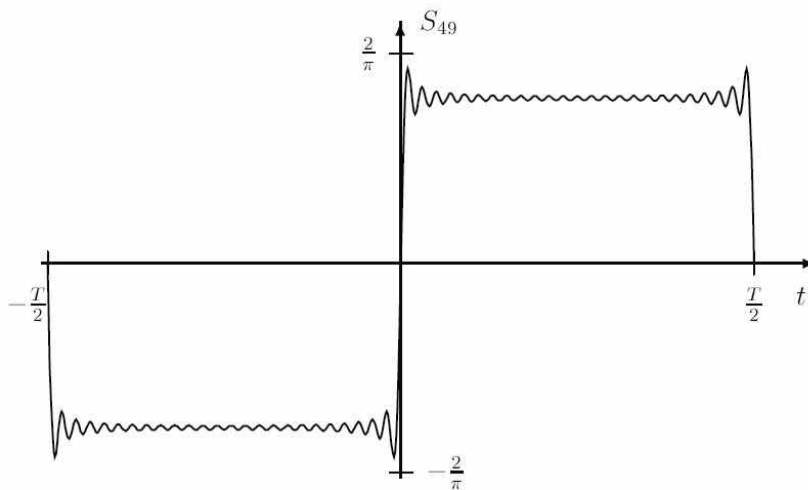


Abbildung 39: Darstellung des Gibbs'schen Überschwingers bei einer Einheitsstufe mit einer Näherung aus 49 Reihengliedern [27]

Bei den oben genannten Beispielen wird immer von einer kontinuierlichen Funktion ausgegangen. Bei einer Messung ist der zeitliche Verlauf der Funktion meist nicht bekannt. Es werden nur einzelne Messwerte in einem gewissen Zeitintervall bestimmt. Hierfür wird die diskrete Fouriertransformation angewendet. In dieser Arbeit wird die von Cooley und Tukey entwickelte Fast Fourier Transformation (FFT) angewendet. Hierbei handelt es sich um ein Verfahren, das die für die Fouriertransformation benötigten Rechenschritte verringert. Bei einer konventionellen diskreten FT mit N Datenpunkten sind N^2 Rechenoperationen notwendig. Bei der FFT sind es lediglich $N \cdot \ln(N)$. Dadurch wird die Auswertedauer drastisch reduziert. [27]

3.6.6 Thermographische Analyse

Diese Analyse gliedert sich grundsätzlich in zwei Teilbereiche. Als erstes müssen die dominierenden Strompfade aufgespürt und freigelegt werden, die anschließend analysiert werden. Für das Auffinden und Freilegen dieser Pfade wurde aufgrund der besseren Verfügbarkeit das Kameramodell Jade verwendet. Die geringere Messfrequenz sowie das nicht flexibel einstellbare Messfenster sind hierfür nicht problematisch. Für die anschließende Analyse der freigelegten Korngrenzen wurden mit der Kamera Titanium aber bessere Ergebnisse erzielt. Vor allem die Vibrationen aufgrund des Kühlsystems fallen bei diesem Modell deutlich geringer aus.

Um eine Erwärmung der Korngrenzen zu erzeugen muss genügend elektrische Leistung P_{el} in den Varistor eingebracht werden. Die elektrische Leistung ist vom Strom I und der Spannung U abhängig. Aus dem Ohm'schen Gesetz ergibt sich daraus eine Abhängigkeit vom Quadrat der Spannung sowie dem Widerstand R . Beide Zusammenhänge sind in Formel 17 beschrieben:

$$P_{el} = U * I = \frac{U^2}{R}. \quad (17)$$

Für die elektrische Anregung wurde ein Sinussignal mit überlagertem Gleichspannungsanteil verwendet. Daraus ergibt sich ein sinusförmiges Signal, welches um den Wert der Amplitude A verschoben ist. Der Verlauf der elektrischen Spannung ist in Formel 18 angegeben:

$$U = A + A * \sin(\omega t) \quad (18)$$

Da die elektrische Leistung quadratisch von der angelegten Spannung abhängt, ergibt sich dafür der in Formel 19 beschriebene Zusammenhang:

$$P_{el} = \frac{A^2 * (3 + 4 \sin(\omega t) - \cos(2\omega t))}{2 * R}. \quad (19)$$

Das Antwortsignal setzt sich somit aus einem konstanten Wert, sowie Komponenten abhängig von der einfachen beziehungsweise doppelten Winkelgeschwindigkeit ω der Anregungsfrequenz zusammen. Dadurch ist eine Lock-in Auswertung mit dem Anregungssignal möglich. Wird für die Anregung lediglich ein Sinusverlauf ohne überlagerten Gleichspannungsanteil verwendet, so ergibt sich der in Formel 20 dargestellte Zusammenhang für die elektrische Leistung:

$$P_{el} = U * I = \frac{A^2 * (1 - \cos(2\omega t))}{2 * R}. \quad (20)$$

In diesem Fall ist für die Lock-in Auswertung ein Referenzsignal mit der doppelten Frequenz des Anregungssignales notwendig.

Die Temperaturerhöhung basiert auf der Umwandlung elektrischer Energie in Wärme. Die eingebrachte Wärmemenge lässt sich mit Formel 21 berechnen:

$$Q = \int_0^{t_i} P_{el}(t) dt. \quad (21)$$

Da die elektrische Leistung hier nicht konstant war, musste die eingebrachte Wärmemenge durch Integration über die Zeit t_i bestimmt werden.

Das gewünschte Signal wurde mit einem Funktionsgenerator vom Typ AFG 3102 der Firma Tektronix erzeugt. Bei den Messungen mit zyklischer mechanischer Belastung wurde ein Gleichspannungssignal verwendet, welches mit einer SMU bereitgestellt wird. Bei unbelasteten Proben kam ein Sinusverlauf zum Einsatz. Dieses Signal wurde mit einem NF HSA 4042 Hochgeschwindigkeitsverstärker verstärkt, da der Funktionsgenerator nicht genügend Leistung zur Verfügung stellen kann. Zusätzlich kam ein Vorwiderstand mit $1000\ \Omega$ zum Einsatz. Der verwendete Vorwiderstand soll in etwa eine dreißigstel des Bauteilwiderstands betragen. Wird die Leitfähigkeit im Laufe der Probenpräparation erhöht, so ist auch der Vorwiderstand anzupassen. Zur Signalüberwachung wurde ein Oszilloskop sowohl am Funktionsgenerator als auch am Vorwiderstand angeschlossen. Wenn das Bauteil mit Wechselspannung versorgt war wurde das Signal zusätzlich direkt in die Lock-in Box eingespeist. Diese strommodulierten Untersuchungen wurden für das Auffinden des dominierenden Strompfades, sowie für die thermographische Untersuchung unter statischer mechanischer Beanspruchung angewendet. **Abbildung 40** zeigt die Schaltung die für die strommodulierte thermographische Analyse verwendet wurde.

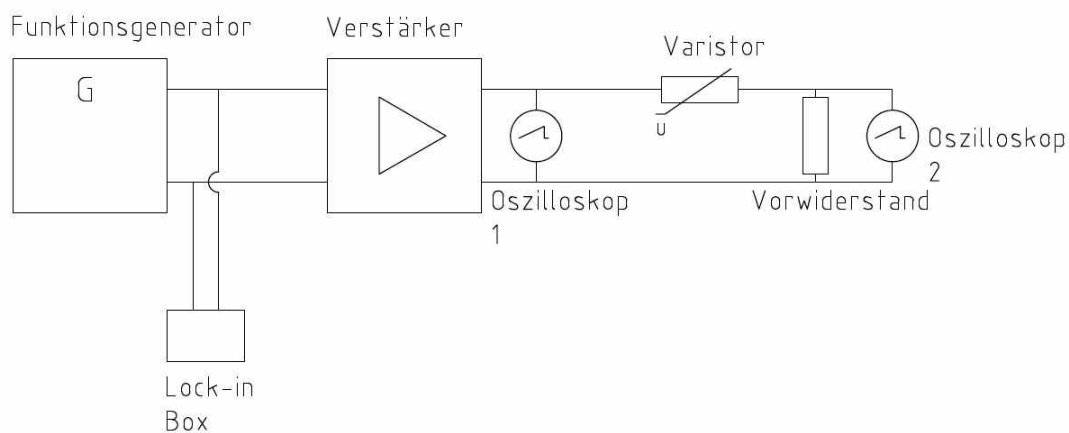


Abbildung 40: Schaltplan der statischen thermographischen Analyse

Die zyklische mechanische Beanspruchung der Proben erfolgte, wie in Kapitel 3.3.2 erwähnt, über eine selbst entworfene Prüfvorrichtung. Hierzu wurde die an Ober- und Unterseite elektrisch kontaktierte Probe mittig auf den unteren Siliziumnitridstempel aufgelegt. Über die Stellschraube wurde das Querhaupt nach oben bewegt bis auch der obere Stempel die Probe berührt. Die mechanische Belastung wurde über den Piezostack aufgebracht. Dieser wurde mit einem Funktionsgenerator, welcher an einen Verstärker angeschlossen wird, angesteuert. Bei diesem Versuch wurde das Steuersignal des

Piezostacks in die Lock-in Box eingespeist. In **Abbildung 41** ist der Schaltplan dieses Versuchsaufbaus dargestellt.

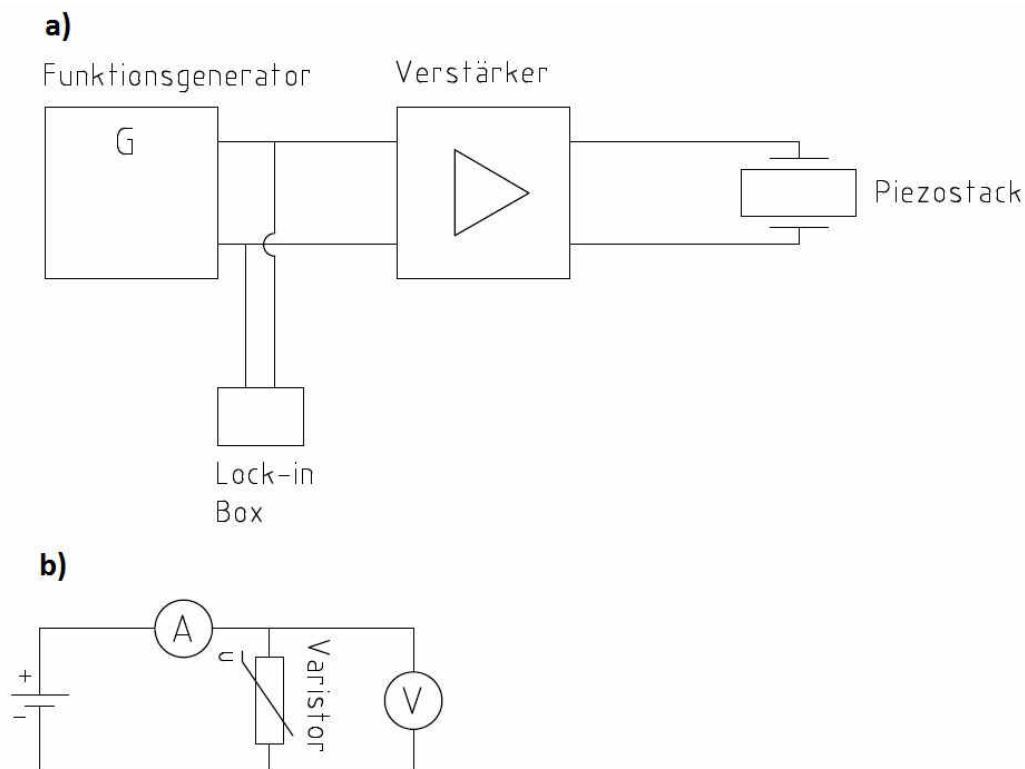


Abbildung 41: Schaltplan für die dynamischen thermographischen Analysen. **a)** zeigt die Ansteuerung des Piezostacks und **b)** die Spannungsversorgung des Varistors

Um zu verhindern, dass die Probe thermische Schäden nimmt oder elektrisch degradiert, darf die elektrische Spannung nicht zu lange aufrechterhalten bleiben. Daher wurde die Stromversorgung nach der Messung wieder unterbrochen. Jede Messung dauerte nur wenige Sekunden. Die tatsächliche Messdauer war je nach Probe unterschiedlich. Es wurde versucht den dominanten Strompfad so gut wie möglich darzustellen. Bei einer zu langen Messdauer kann der Strompfad nicht mehr genau lokalisiert werden, da dadurch die umliegenden Bereiche ebenso erwärmt werden. Daraus resultiert ein zu geringer Kontrast zwischen den direkt durch elektrischen Widerstand und den durch Wärmeleitung erwärmten Bereichen. Außerdem ist die verwendete Spannung so zu wählen, dass ein möglichst lokalisierter Hotspot erkennbar ist. Bei zu hoher Spannung kann es zu einer sehr großen Erwärmung der Umgebung kommen, wodurch die genaue Position des Hotspots nicht mehr gut zu erkennen ist. Eine zu geringe Spannung kann dazu führen, dass die Erwärmung zu gering ist, und der Hotspot nicht detektiert werden kann. Um zu verhindern,

dass etwaige Einschwingvorgänge das Messergebnis verfälschen, wurde bereits einige Sekunden vor der thermographischen Aufnahme das Bauteil mit Spannung versorgt.

Für die Auffindung der dominierenden Strompfade sind sowohl das Phasenbild als auch das Amplitudenbild von Bedeutung. Die Position des Hotspots lässt sich mit Hilfe des Amplitudenbildes ermitteln. Durch die Phasenverschiebung des Signals am Hotspot wurde die Tiefe, in der das Signal entsteht, abgeschätzt. Anschließend wurde eine Zielpräparation durchgeführt, um die entsprechende Korngrenze, an der die Wärme aufgrund des Stromflusses entstanden ist, freizulegen. Bei der Zielpräparation wurden Schritt für Schritt dünne Schichten, abgetragen und anschließend die Probe poliert. Für den Materialabtrag eignet sich SiC Schleifpapier mit einer Körnung von 4000 besonders gut, da direkt in Anschluss darauf mit der 1 μm Diamantsuspension poliert werden kann. Dadurch wird sichergestellt, dass der freigelegte Strompfad nicht durch die Polierschritte abgetragen wird. Um zu verhindern, dass zu viel Material abgetragen wird, muss in regelmäßigen Abständen eine thermographische Messung durchgeführt werden. Die Analyse des Phasenbildes ermöglicht dann eine Abschätzung der Menge an Material, die noch abgetragen werden muss. **Abbildung 42** vergleicht das Phasenbild einer oberflächigen Korngrenze mit dem einer tiefer liegenden. Ein weiterer Indikator für das Erreichen des Hotspots ist, dass dieser deutlich lokalisierter auftritt als bei Messungen bei denen er noch nicht freigelegt ist. **Abbildung 43** zeigt das Amplitudenbild eines tiefliegenden und eines freigelegten dominierenden Strompfades.

Nach jedem Poliervorgang wurde eine thermographische Analyse durchgeführt und der Phasenwinkel des Hotspots bestimmt. Dies wurde so lange wiederholt, bis der Hotspot wieder verschwindet. Die Phasenverschiebung ist nicht nur von der Tiefe der Wärmequelle, sondern auch vom Versuchsaufbau abhängig. So kann der Austausch einer Komponente zu einer Änderung im Phasenwinkel führen, wodurch eine Abschätzung der Tiefe der Wärmequelle erschwert wird. Daher wird der Versuchsaufbau möglichst unverändert belassen. Für jede Veränderung im Versuchsaufbau muss der Phasenwinkel für den oberflächlichen Hotspot neu bestimmt werden.

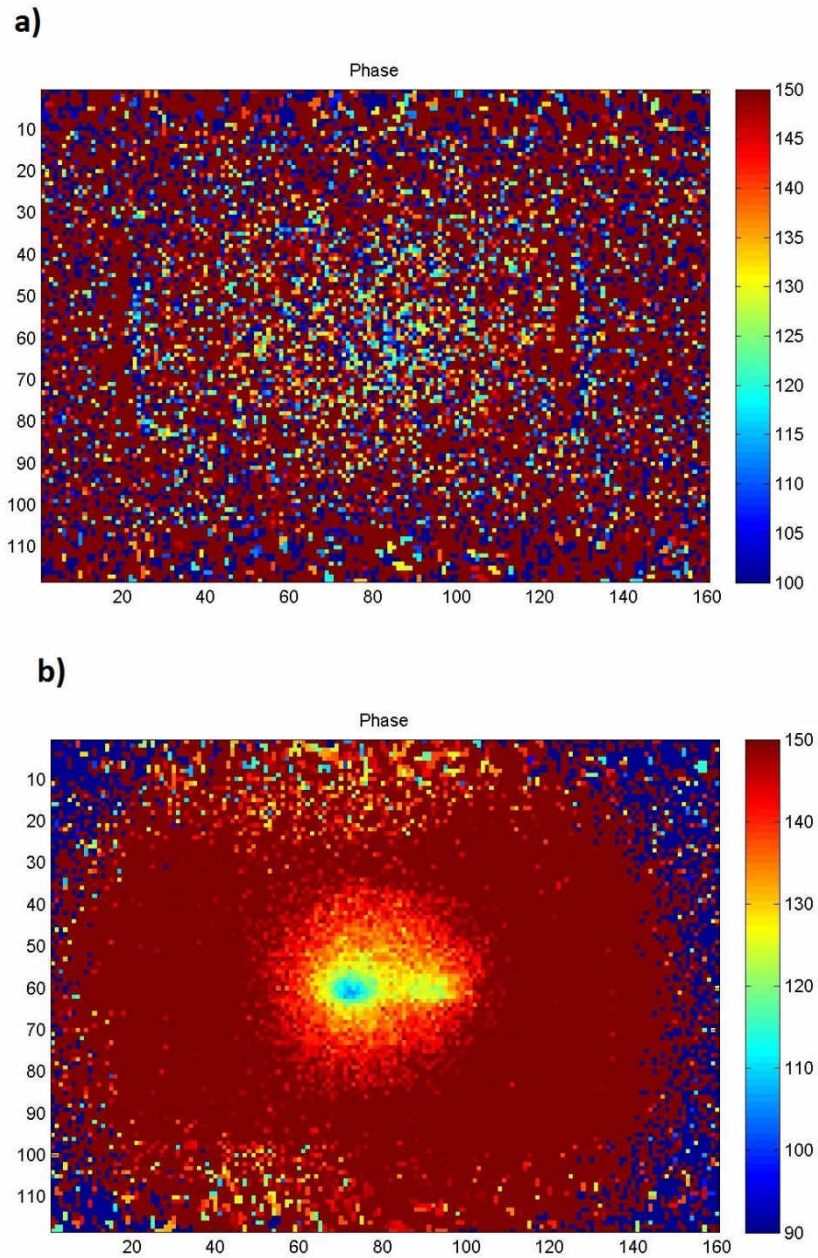


Abbildung 42: Vergleich des Phasenwinkels. **a)** zeigt die Aufnahme nachdem die Elektroden freigelegt wurden. **b)** zeigt die Aufnahme bei freigelegtem Hotspot

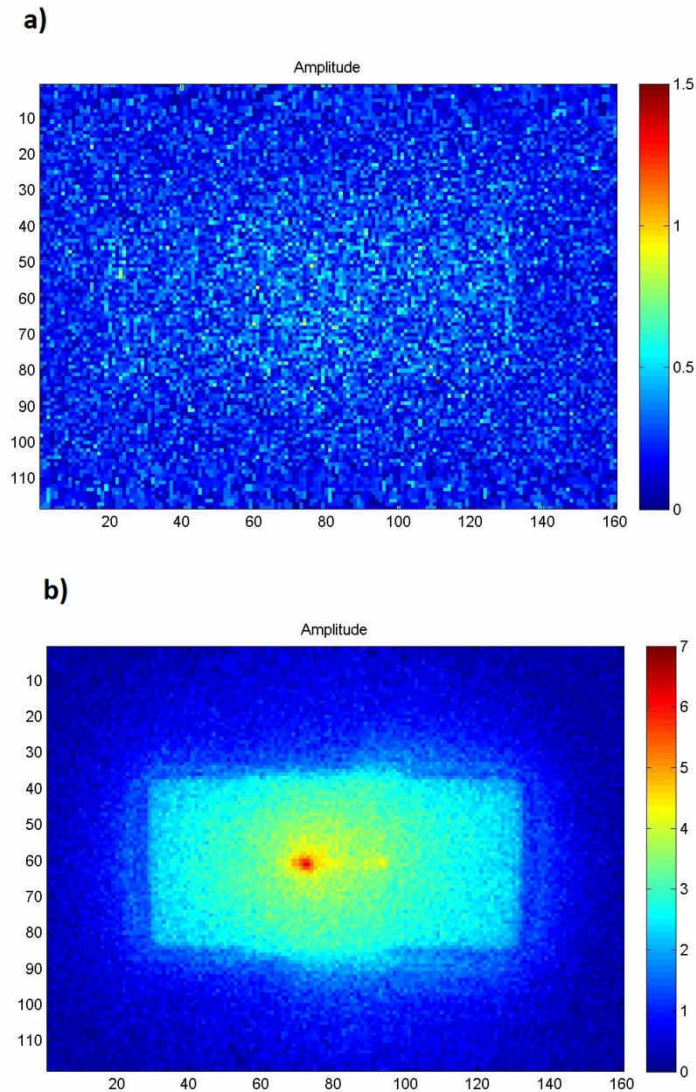


Abbildung 43: Vergleich des Amplitudenbildes. **a)** zeigt die Aufnahme nachdem die Elektroden freigelegt wurden. **b)** zeigt die Aufnahme bei freigelegtem Hotspot

Beim Freilegen des Hotspots wurde nach jedem Polierschritt eine Strom-Spannungskennlinie gemessen. Mit fortschreitender Annäherung an die gesuchte Korngrenze verändert sich auch die I-U-Kennlinie. Der Anstieg im Schaltbereich wird merkbar steiler. Außerdem ist eine Erhöhung des Leckstroms erkennbar, was eine Abnahme des Widerstandes des Varistors bedeutet. Die Änderung der Kennlinien ist in **Abbildung 44** dargestellt. Durch die Messung der Strom-Spannungskennlinie kann gleichzeitig kontrolliert werden, ob die Probe durch den Poliervorgang beschädigt wurde. Außerdem kann sichergestellt werden, dass die elektrische Kontaktierung des Varistors noch gegeben ist. Durch eine alleinige Sichtprüfung kann diese Aussage nicht getroffen werden. Eine unzureichende elektrische Kontaktierung kann zu fehlerhaften Ergebnissen führen.

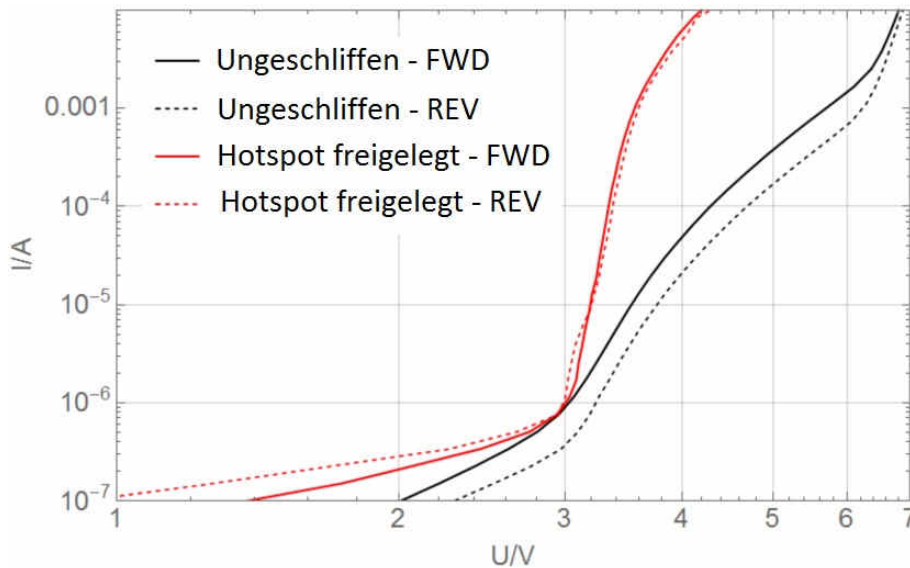


Abbildung 44: Während der Schleifschritte verändert sich die Strom-Spannungs-Kennlinie. Bei Annäherung an den Hotspot wird diese deutlich steiler

Nach der Freilegung des dominierenden Strompfades folgte die druckabhängige thermographische Analyse. Hierzu musste das Bauteil ausgebettet werden. Der lose Varistor wurde wie bei der Messung der druckabhängigen Strom-Spannungs-Kennlinie in die Prüfvorrichtung eingespannt. Hier war allerdings zu beachten, dass durch die Präparation die Dicke des Bauteils deutlich reduziert wurde. Die tatsächliche Bauteildicke wurde am Mikroskop bestimmt, bevor das Bauteil in die Prüfvorrichtung eingespannt wurde. Die Dickenreduktion betrug im Regelfall circa die Hälfte. Je nach tatsächlich verbleibendem Querschnitt musste die Kraft angepasst werden um zu verhindern, dass das Bauteil während der Messung überbelastet wird. Auch hier wurden wieder Messungen bei stehendem und liegendem Bauteil vorgenommen. Erste Versuche haben gezeigt, dass bei dem geringen Verhältnis von Abstand der Stempel zu deren Durchmesser keine gute Bildqualität mit der Thermokamera erreichbar ist. Daher wurden zusätzliche Stempel mit einem Durchmesser von 3 mm angebracht. Dadurch konnte eine ausreichend gute Bildqualität gewährleistet werden.

Um die Auswirkungen einer statischen Belastung auf das stehende Bauteile zu zeigen wurde der Varistor mit circa 1 N und 4 N belastet. Dies entspricht bei dem verbleibenden belasteten Querschnitt circa 30 MPa und 120 MPa. Bei beiden Laststufen wurde eine strommodulierte thermographische Analyse durchgeführt. Ziel ist es die Veränderung des Hotspots aufgrund der mechanischen Spannung zu analysieren. Erste Testversuche zeigten,

dass sich die Intensität der Erwärmung infolge der mechanischen Spannung verändert. Dies ist die Grundlage für den nachfolgenden mechanisch modulierten Versuch.

Für die mechanisch modulierten Versuche wurde der lose eingespannte Varistor mit einer sinusförmigen Kraft mit einer Amplitude abhängig vom verbleibenden Restquerschnitt belastet. Diese wurde so eingestellt, dass eine maximale mechanische Druckspannung von circa 120 MPa anliegt. Die Vorkraft betrug circa 1 N. Der Maximalwert sowie der Minimalwert entsprachen hier in etwa jenen der oben beschriebenen statischen Analyse. Da der Effekt sehr gering ist, muss die mechanische Spannung im Bauteil möglichst hoch sein. Die Kraft wurde mit Hilfe des Piezostacks generiert. Dessen Ausschlag wurde über die Spannung am Piezostack verändert. Dieser ist für maximal 160 V ausgelegt. Die Steuerung erfolgte manuell über einen Funktionsgenerator Typ AFG 3102 und einen Wechselspannungsverstärker NF HSA 4042. Hierbei wurde in kleinen Schritten die elektrische Spannung so lange erhöht, bis die gewünschte Kraft erreicht war. Zu große Änderungen können zu einem ungewünschten Ausschlag führen, der das Bauteil beschädigt. Die Spannungsversorgung des Varistors wurde mit einer SMU 2400 der Firma Keithley[®] durchgeführt. Im Gegensatz zur strommodulierten Messung wurde hier eine konstante Spannung angelegt. Die Höhe dieser Spannung hing von der Strom-Spannung-Kennlinie des zu untersuchenden Bauteils ab. Die Messungen wurden im Schaltbereich des Varistors durchgeführt. Die Bestimmung der richtigen Messparameter ist ein iterativer Prozess. Bei zu geringer Spannung ist der Hotspot nicht eindeutig zu erkennen. Bei zu hoher Spannung ist der Hotspot nicht ausreichend lokalisiert, da der Bereich rund um die dominierende Korngrenze zu stark erwärmt wird. Die Dauer der Aufnahme beeinflusst ebenfalls das Ergebnis. Die durchgeführten Vorversuche haben gezeigt, dass eine Aufnahmedauer von 3 Sekunden sehr gute Ergebnisse liefert.

Die Messungen an liegenden Bauteilen wurden analog wie jene bei stehendem Bauteil durchgeführt. Es wurde auch hier eine Vorkraft von 1 N aufgebracht. Die Amplitude wurde so gewählt, dass eine maximale Druckspannung von circa 80 MPa anliegt.

3.6.7 Datenerfassung und Auswertung Thermographie

Die Steuerung der Thermokamera wurde mit der Software Altair Version 5.90.001 durchgeführt. Hier wurden alle notwendigen Einstellungen vorgenommen sowie die Aufnahme gestartet. Vor der ersten Aufnahme, sowie nach jeder Änderung der Einstellungen, musste eine sogenannte NUC (non-uniform correction) durchgeführt werden. Dies war notwendig um Rauschen aufgrund des nichtlinearen Verhaltens einiger

Sensorelemente sowie der Elektronik zu kompensieren. Des Weiteren sollten dadurch die Einflüsse von Störsignalen aus dem Inneren der Thermokamera reduziert werden. Zu diesen Einflüssen zählen beispielsweise Reflexionen im Inneren der Kamera, Temperaturgradienten im System sowie eine ungleichmäßige Temperatur der Blende. Zur Durchführung der NUC musste ein möglichst schwarzer Strahler mit einer gleichmäßigen Temperatur vor der Linse positioniert werden und der NUC-Befehl in der Steuersoftware erteilt werden. Wichtig ist, dass der Körper über die gesamte Fläche einen gleichmäßigen Emissionskoeffizienten besitzt. Wird die NUC nicht durchgeführt ist die Aufnahme unbrauchbar. [28]

Ein wichtiger Aufnahmeparameter ist die Framerate, die beschreibt, wie viele Bilder pro Sekunde aufgezeichnet werden. Bei sinusförmiger Anregung muss die Aufnahmefrequenz mindestens mehr als das doppelte der Anregungsfrequenz sein, da die Form des tatsächlichen Signals sonst durch die diskrete Fouriertransformation nicht bestimmt werden kann. Je nach tatsächlicher Anzahl und Position der Messpunkte kommt es zu einer scheinbar höheren oder niedrigeren Frequenz. **Abbildung 45** zeigt die Auswirkungen zu weniger Messpunkten. [27]

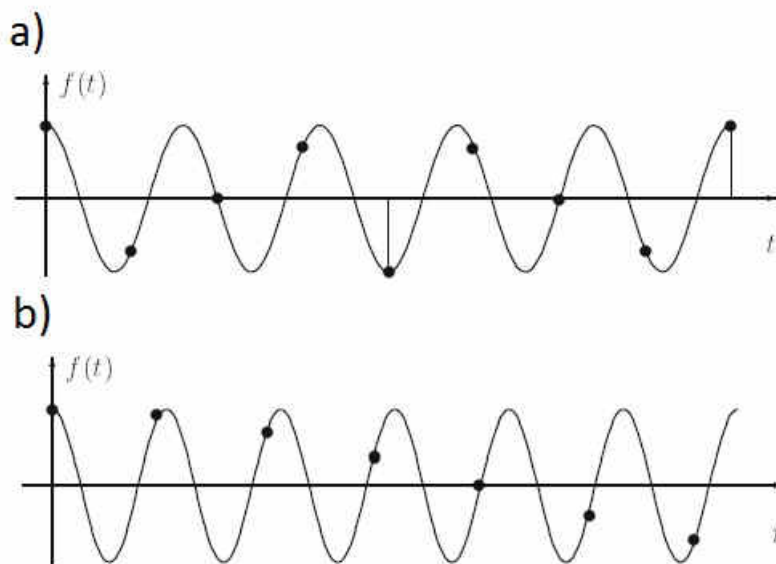


Abbildung 45: Bei einer zu geringen Aufnahmefrequenz kann das Signal nicht korrekt abgebildet werden. **a)** zeigt die Auswirkung von geringfügig mehr als zwei Messpunkten (dargestellt mit schwarzen Punkten) pro Periode, **b)** etwas mehr als einen Messpunkt je Periode [22]

Aufgrund des oben erklärten Verhaltens bei zu geringer Aufnahmefrequenz wurde versucht diese so hoch wie möglich zu halten. Aus diesem Grund wurde auch das

Aufnahmefenster reduziert. Dadurch konnte die Aufnahme­frequenz erhöht werden. Je nach Größe der zu untersuchenden Probe kann der sogenannte Halfframe- oder Quaterframe-Modus verwendet werden. Dabei wird die Pixelanzahl jeder Seite auf die Hälfte oder ein Viertel reduziert. Dadurch ergibt sich eine auf ein Viertel beziehungsweise ein Achtel reduzierte Pixelanzahl des Bildes. Durch die Reduzierung der Pixelanzahl kann die Aufnahme­frequenz deutlich erhöht werden. Bei den verwendeten Einstellungen ergab sich eine Bildgröße von 160 x 120 Bildpunkten. Allerdings stehen die oberen beiden Pixelreihen nicht für Bildinformationen zur Verfügung, da hier das Lock-in Signal eingespeist wird.

Jede einzelne Aufnahme entspricht einem Messpunkt pro Pixel. Je nach Aufnahme­frequenz ergibt jeder Film eine gewisse Anzahl an Messwerten je Bildpunkt. Diese Werte wurden als sogenannte Digital Levels gespeichert. Hierbei handelt es sich ganzzahlige Werte die, falls notwendig, einem Temperaturwert zugeordnet werden können. Allerdings war für die Untersuchungen nur der relative Unterschied zwischen einzelnen Bildpunkten beziehungsweise die relative Änderung über die Zeit von Interesse. Daher war es nicht notwendig diese Digital Levels in eine absolute Temperatur umzurechnen. Durch die Verwendung von Digital Levels war es möglich die Aufnahmen als Variablen vom Typ Integer einzulesen. Diese haben einen geringeren Speicherbedarf als Gleitkommazahlen, welche für Absoluttemperaturen notwendig wären. Außerdem ist die Weiterverarbeitung von ganzzahligen Werten bei Computersystemen meist deutlich schneller als die von Komazahlen. Auf Basis der Messwerte aus der Aufnahme wurde eine diskrete Fouriertransformation durchgeführt. Aufgrund der großen Datenmenge wurde hier die Fast-Fourier-Transformation verwendet. Für die Auswertung der Aufnahmen wurde das Programm MATLAB in der Version R2015a verwendet. Dieses hat viele der benötigten Funktionen, wie zum Beispiel die FFT, bereits integriert. Außerdem ist es hervorragend für Bildanalysen geeignet. Aus der Fouriertransformation ergaben sich dann für jeden Bildpunkt ein Amplitudenwert und ein Phasenwinkel bezüglich des eingespeisten Referenzsignals. Diese wurden dann zu einem Amplitudenbild und einem Phasenbild zusammengesetzt.

Für unbewegte Proben ist die oben beschriebene Auswertung durchführbar. Dies ist bei der strommodulierten Messung sowie bei der Messung unter statischer Last der Fall. Ist die Probe hingegen in Bewegung, so sind zusätzliche Schritte notwendig. Wird die Fouriertransformation ohne zusätzlichen Ausgleich der Bewegung durchgeführt, kann der

Hotspot nicht lokalisiert werden, da ein Pixel im Laufe der Aufnahme unterschiedliche Bereiche der Probe aufnimmt. **Abbildung 46** zeigt das Amplitudenbild einer während der Aufnahme verschobenen Probe ohne weitere Bearbeitung.

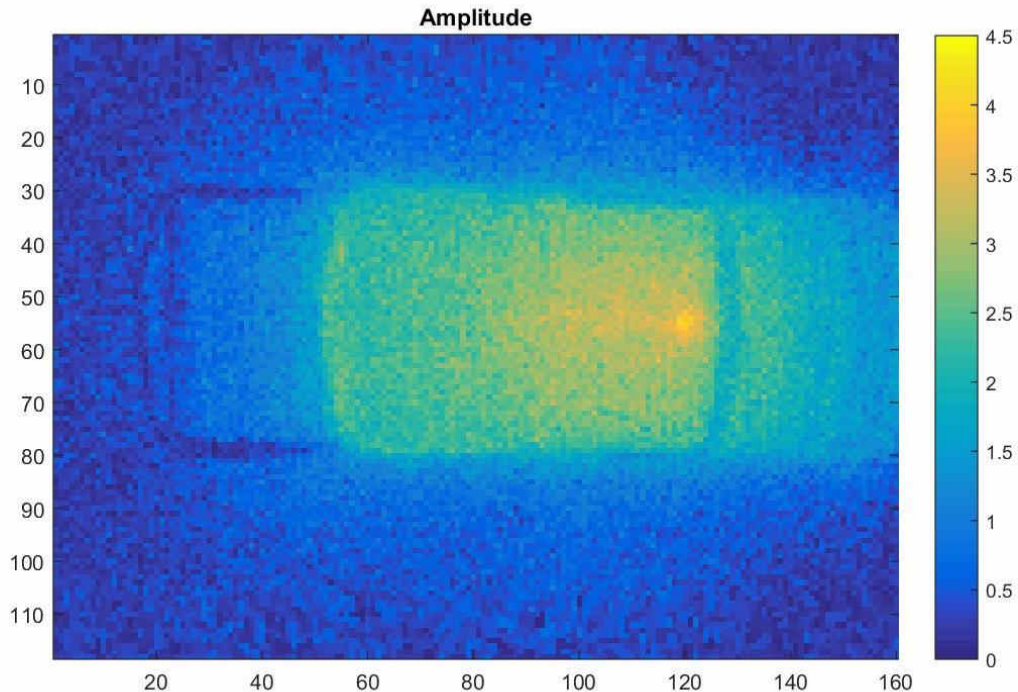


Abbildung 46: Amplitudenbild einer während der Aufnahme verschobenen Probe

Aus diesem Grund war es notwendig die einzelnen Bilder so auszurichten, dass jeder Pixel immer denselben Ausschnitt der Probe wiedergibt. Bedingt durch die Vielzahl der Bilder kann dies nicht manuell durchgeführt werden. Die Methodik der Bildausrichtung wird im nachfolgenden Kapitel genauer erläutert.

Um nun herauszufinden welche der Korn Grenzen für das Bauteilverhalten verantwortlich ist, musste der ermittelte Hotspot einer eben solchen zugeordnet werden. Dies wurde durch Übereinanderlegen der lichtmikroskopischen Aufnahme einer polierten Probe mit dem zugehörigen Amplitudenbild, aus der thermographischen Analyse erreicht.

3.6.8 Bildausrichtung

Die Bildausrichtung wurde ebenfalls mit der Software MATLAB realisiert. Um die grundsätzlichen Möglichkeiten zu ermitteln wurde ein Testbild mit 25 x 25 Pixel kreiert. Allen Pixel mit Ausnahme eines 2 x 2 Pixel großen Feldes, welches den Wert 1 erhielt, wurde der Wert 0 zugewiesen. Es handelte sich hierbei also um ein Graubild mit dem bestmöglichen Kontrast. Der Wert 0 entsprach weiß und 1 schwarz. Das schwarze Feld

wurde nun in beide Richtungen verschoben. Dies wurde fünfmal durchgeführt. Daraus ergab sich eine Bildfolge aus sechs Einzelbildern mit einem jeweils, im Vergleich zum ersten Bild, verschobenen schwarzem Feld. In den Bildern drei und vier handelte es sich um Verschiebungen um ganze Pixel, bei den Bildern fünf und sechs traten auch Verschiebungen im Subpixelbereich auf. Wird beispielsweise das Feld um einen halben Pixel verschoben, so gibt es nicht mehr zwei Pixel sondern nur noch ein Pixel mit dem Wert 1, welches von zweien mit dem Wert 0,5 umgeben ist. Nach mehreren Tests zeigte sich, dass der im Anhang beschriebene Programmcode 1 hierfür sehr gut geeignet ist. **Abbildung 47a** zeigt ein Bild welches eine Verschiebung um 0,3 Pixel aufweist, **Abbildung 47b** zeigt dieses Bild nach der Reorientierung. Die Werte der einzelnen Bildpunkte zeigen Abweichungen zum Ausgangsbild im niedrigen einstelligen Prozentbereich.

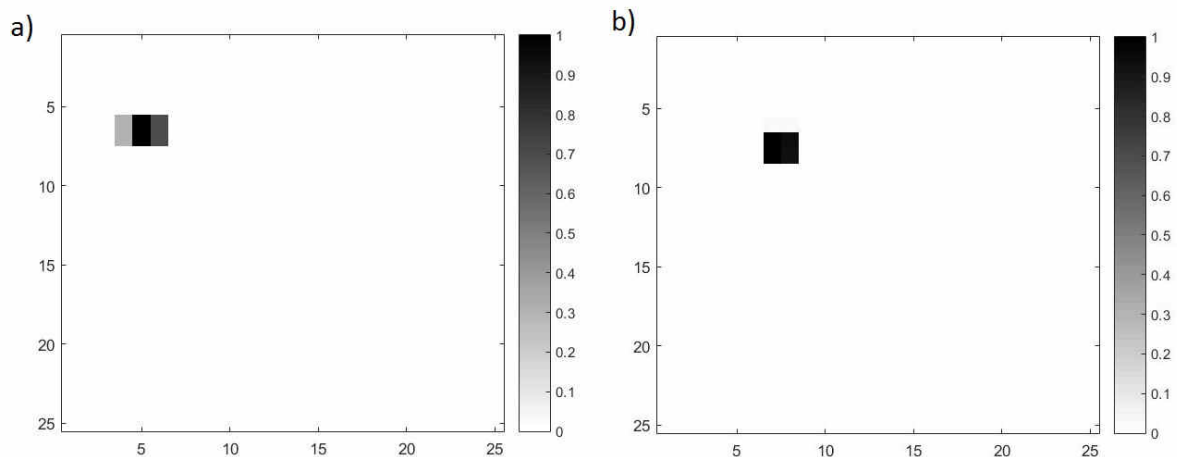


Abbildung 47: a) zeigt das um 0.3 Pixel verschobene Quadrat vor der Reorientierung. b) zeigt das erfolgreich angepasste Quadrat

Diese Methode funktioniert bei einfachen Geometrien mit hohen Kontrasten sehr gut, allerdings sind die aufgenommenen Thermographiebilder deutlich kontrastärmer und haben aufgrund der geringen Auflösung keine so klar definierten Kanten. Die geringe Auflösung ist nicht nur durch die Auflösung des Detektors begründet. Zusätzlich wird die Auflösung von optischen Instrumenten durch die Wellenlänge der für die Bildgebung verwendeten Strahlung bestimmt. Wie in Formel 19 erkennbar nimmt das Auflösungsvermögen mit steigender Wellenlänge λ ab:

$$x_{min} = \frac{\lambda}{n \cdot \sin(\varphi)}. \quad (22)$$

x_{min} gibt den minimalen Abstand zweier Punkte an um diese noch auflösen zu können. Der Öffnungswinkel φ wird definiert durch das Verhältnis von Linsenradius zu Objektstand. n beschreibt den Brechungsindex des Umgebungsmediums, in diesem Fall jenen von Luft. Aufgrund des Versuchsaufbaus ist es nicht möglich den Brechungsindex durch den Einsatz von Immersionsöl zu erhöhen. [29] Durch diese Einflussfaktoren kann mit Programm 1 kein zufriedenstellendes Ergebnis erzielt werden. Durch die Reduzierung eines Freiheitsgrades, es wird nur die Verschiebung des Bildes erlaubt in die auch die Probe bewegt wird, kann das Ergebnis aber verbessert werden. Programm 2 beinhaltet diese Einschränkung. Allerdings benötigt die Neuausrichtung einer thermographischen Aufnahme mit 1500 Bildern mehrere Stunden. Da die für die Bestimmung der optimalen Aufnahmebedingungen mehrere solcher Auswertungen notwendig sind, ist diese Methode für unsere Zwecke nicht geeignet.

Der letztlich verwendete Code ist in Programm 3 beschrieben. Durch die Variation der Auswerteparameter konnte das Programm an das jeweils vorliegende Bildmaterial angepasst werden. Die hier verwendeten Einstellungen ergaben für die mit den zur Verfügung stehenden Thermokameras aufgenommenen Bilder gute Ergebnisse.

Mit Hilfe dieses Programms wurde nun jedes Bild der gesamten Aufnahme anhand des ersten ausgerichtet. Für die Ausrichtung der einzelnen Bilder mussten diese allerdings erst in Graustufenbilder umgewandelt werden. Dabei wurden die Digital Levels jedes Bildpunktes in einen Zahlenwert zwischen 0 und 1 skaliert. Dadurch wurden die Absolutwerte der Ergebnisse der FFT deutlich geringer als bei jenen Aufnahmen, bei denen keine Neuausrichtung notwendig war. Dadurch wurde das Ergebnis der Analyse allerdings nicht verändert. Die Position und relative Intensität des Hotspots blieben erhalten.

Bei den hier verwendeten Aufnahmen wurde nur eine Verschiebung der Bilder vorgenommen. Aufgrund der Bewegung parallel zur Probenachse war keine Rotation erforderlich. Außerdem war die elastische Verformung so gering, dass diese hier vernachlässigt werden konnte. Jeder zusätzliche Freiheitsgrad würde die Rechenzeit die für die Anpassung benötigt wird deutlich erhöhen. Außerdem haben Tests gezeigt, dass zusätzliche Freiheitsgrade das Ergebnis bei dieser Anwendung nicht verbessern. Nach der Neuordnung der einzelnen Bilder konnte die Fouriertransformation durchgeführt werden. In **Abbildung 48** wird das Amplitudenbild einer bei der Aufnahme verschobenen

Probe gezeigt, an der die Neuausrichtung der Bilder durchgeführt wurde. Im Vergleich zu **Abbildung 46** ist hier der Hotspot deutlich erkennbar und zeigt keine Verwischungen.

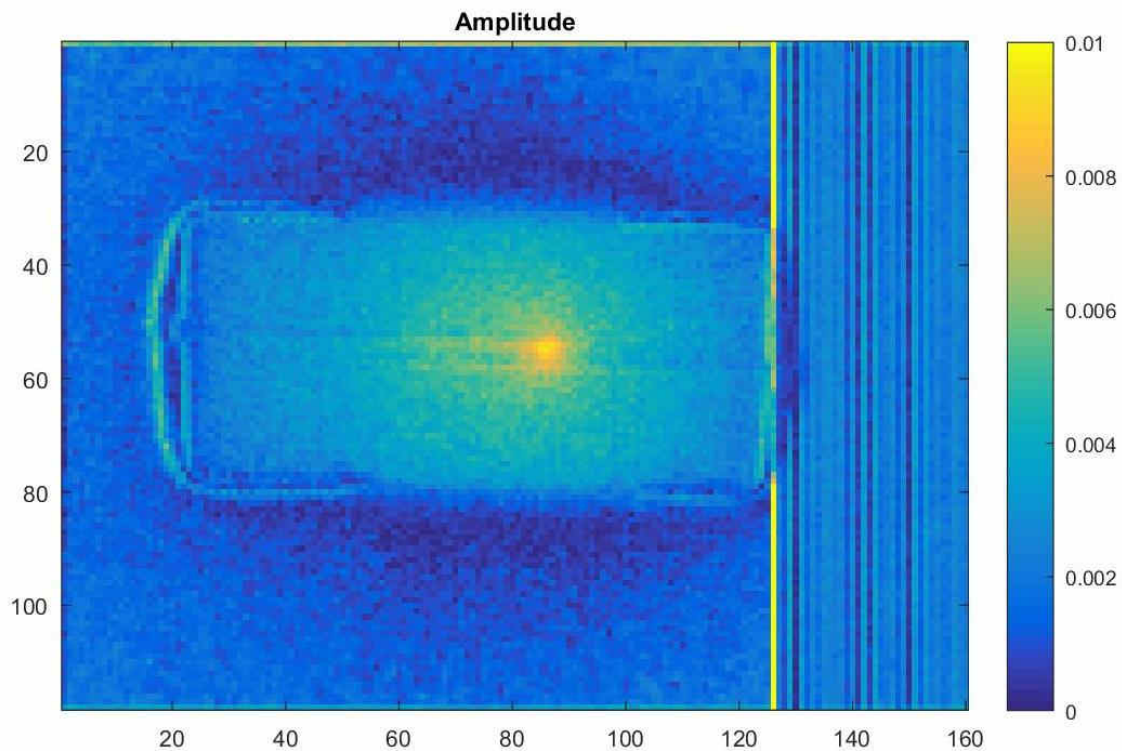


Abbildung 48: Amplitudenbild der verschobenen Probe nach dem Ausgleich der Verschiebung. Die Streifen am rechten Rand resultieren aus der Anpassung der Bilder, da die Probe nach rechts außen verschoben wurde

Die für die oben erklärte Neuausrichtung der Bilder benötigte Rechenzeit ist abhängig von deren Größe und Anzahl. Da mit hohen Aufnahmefrequenzen von bis zu 1200 Bildern pro Sekunde aufgezeichnet wurde, nimmt diese Auswertung einige Zeit in Anspruch. Um dies zu optimieren wurden die einzelnen Bilder beschnitten. So war es möglich am oberen und unteren Bildrand einige Pixelreihen zu löschen, ohne dass Informationen über den zu analysierenden Bereich verloren gingen. Dabei wurde darauf zu geachtet, dass die Probe möglichst in der Mitte des Bildes platziert ist. Außerdem wurden nicht zu viele Pixelreihen gelöscht, da sonst die Neuausrichtung der Bilder nicht zufriedenstellend durchgeführt werden konnte.

Die Reorientierung einer Aufnahme mit 1500 Bildern, wobei jedes Bild eine Auflösung 160x120 Bildpunkten hat, konnte nun in wenigen Minuten durchgeführt. Dadurch war es möglich die Auswirkung der Änderung von Aufnahmeparametern zeitnahe zu analysieren und optimale Einstellungen vorzunehmen.

4 Ergebnisse

4.1 Vorversuche

Die ersten Untersuchungen an Vielschichtvaristoren unter statischer Last haben gezeigt, dass sich die Intensität des Hotspots deutlich mit der aufgebrachten Druckspannung verändert. In den **Abbildungen 49 und 50** wird dies anhand des jeweiligen Amplitudenbilds eines Vielschichtvaristors gezeigt. Die Messungen wurden immer in beiden Spannungspolaritäten durchgeführt. Die Richtung der Polarität wurde vor der Messung festgelegt und während dieser beibehalten. Nach Möglichkeit wurde dieselbe Bezeichnung wie bei der Messung der Strom-Spannungs-Kennlinien, wie in Kapitel 3.6.1 beschrieben, beibehalten. Allerdings war das nicht immer umsetzbar, da sich die Kennlinien während der Präparation verändern können und dadurch die ursprünglich festgelegte Messrichtung nicht mehr feststellbar ist. **Abbildung 49** zeigt die Aufnahmen in Richtung FWD (forward) und **Abbildung 50** in REV (reversed) Richtung. Alle Aufnahmen wurden mit einer angelegten Spannung von 4 V und 10 Ohm Vorwiderstand durchgeführt.

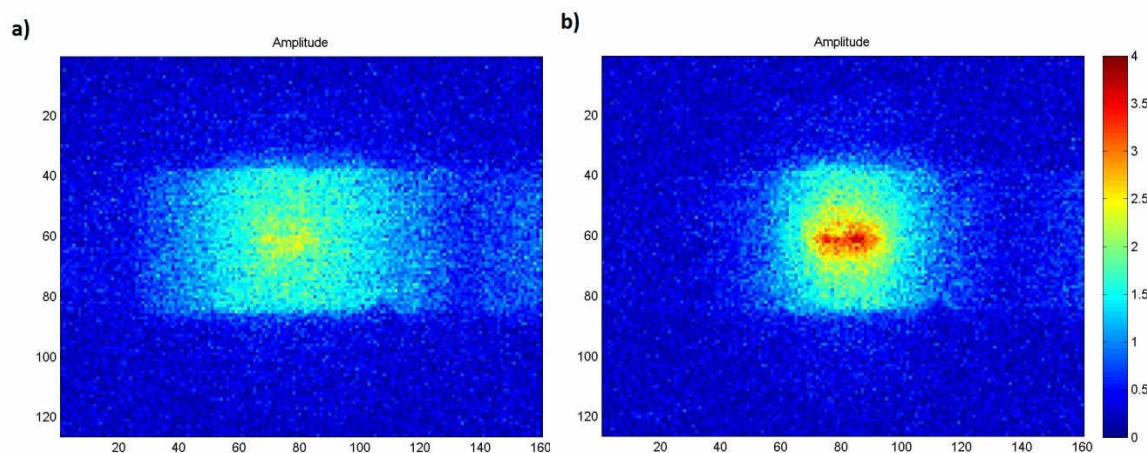


Abbildung 49: Amplitudenbild bei a) 1 N und b) 5 N. Die Polarität der Spannungsversorgung entspricht der FWD Richtung der zugehörigen Strom-Spannungs-Kennlinie

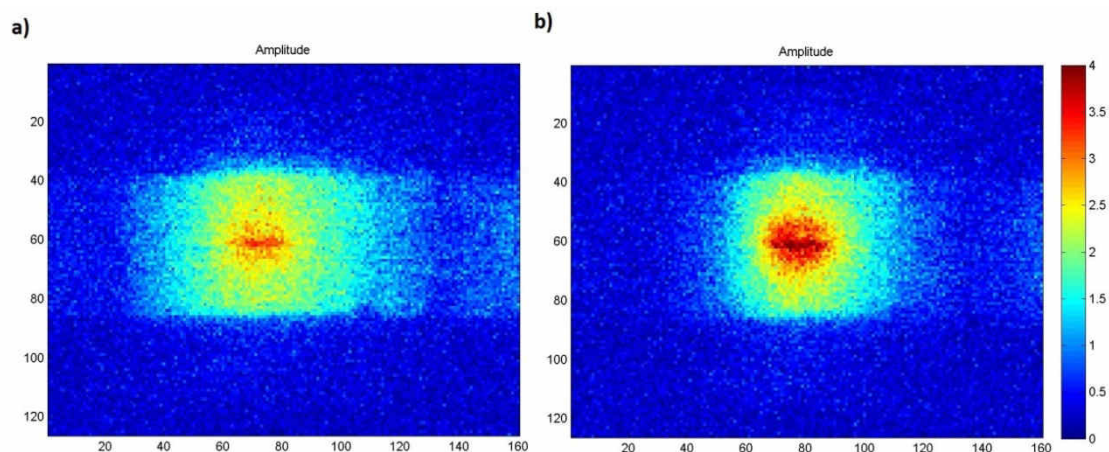


Abbildung 50: Amplitudenbild bei **a)** 1 N und **b)** 5 N. Die Polarität der Spannungsversorgung entspricht der REV Richtung der zugehörigen Strom-Spannungs-Kennlinie

Es ist deutlich erkennbar, dass unabhängig von der Polarität der Messungen die Intensität des Hotspots bei Erhöhung des Drucks erheblich zunimmt.

Abbildung 51 zeigt die dazugehörige Strom Spannungs-kennlinie dieser Probe. Hier ist klar ersichtlich, dass durch steigende mechanische Belastung die Leitfähigkeit in beiden Messrichtungen zunimmt. Dies führt zu höheren Strömen bei gleicher Spannung. Da die Stromversorgung bei den thermographischen Aufnahmen spannungsgesteuert ist, wird eine größere Wärmeentwicklung erwartet. Dieser Effekt ist bei der als FWD deklarierten Polarität etwas stärker ausgeprägt als bei der mit REV bezeichneten. Die thermographischen Aufnahmen aus **Abbildung 49 und 50** bestätigen diese Erwartung. Die Krafteinleitung sowohl bei der Messung der I-U-Kennlinie als auch bei der thermographischen Analyse erfolgte parallel zu den Innenelektroden.

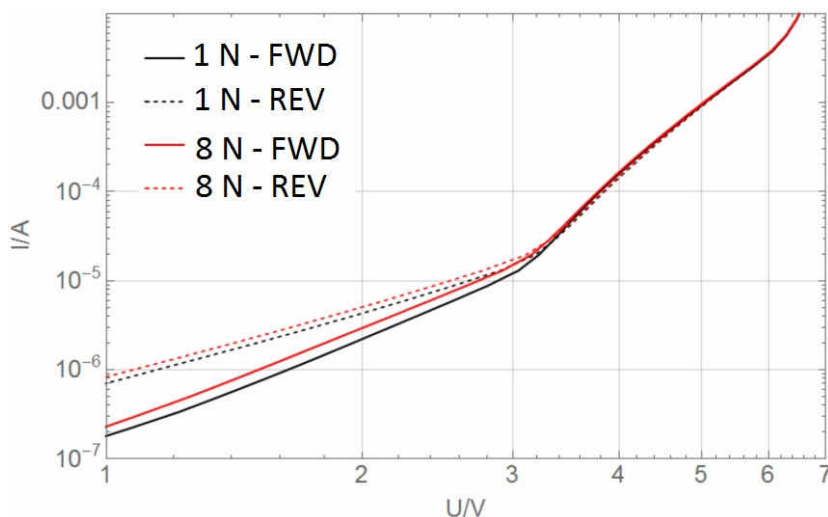


Abbildung 51: Strom-Spannungs-Kennlinie bei 1 N und bei 8 N bei Kräfteinleitung parallel zu den Innenelektroden

Da diese Probe auch für die ersten Versuche mit dynamischen Belastungen verwendet wurde, erfuhr sie eine Vielzahl an Lastwechseln. Der Großteil der Parameterstudien mit Prüffrequenzen von 10 bis 100 Hz bei unterschiedlichen Amplituden und Vorkräften wurden mit dieser Probe durchgeführt. Nach Abschluss dieser Vorversuche wurde die Probe erneut bei unterschiedlichen statischen Kraftstufen thermographisch analysiert. Die Druckabhängigkeit des Varistors hat sich hier deutlich reduziert. Zusätzlich dazu ist die Leitfähigkeit drastisch angestiegen. Durch die Reduktion der Druckabhängigkeit konnte bei der Analyse mit dynamischer mechanischer Belastung kein Hotspot mehr ermittelt werden. Dies liegt daran, dass durch die Auswertung mittels Lock-in Technik und FFT nur relative Änderungen ausgewertet werden, und diese zu gering ausfallen, um sie detektieren zu können. Dies ist auch der Grund für die Notwendigkeit der Vorauswahl der Proben bezüglich ihrem druckabhängigem elektrischen Verhalten.

4.2 Hauptversuche

Für die Durchführung der Hauptversuche wurde eine Vorauswahl der Proben anhand der Druckabhängigkeit ihrer Strom-Spannungs-Kennlinie getroffen. Die Messung der dafür benötigten Kennlinien erfolgte sowohl für stehende als auch für liegende Probenpositionen. Dies ist notwendig um sicherzustellen, dass die verwendeten Proben auch tatsächlich den gewünscht Effekt zeigen. Um die Druckabhängigkeit auch bei der thermographischen Analyse nachweisen zu können sind Proben notwendig deren Druckabhängigkeit möglichst ausgeprägt ist. Aus einer Messreihe von 25 Proben wurden schlussendlich drei Proben ausgewählt, die sich für die geplanten Untersuchungen am

besten eignen. Diese werden nachfolgend mit P1 bis P3 bezeichnet. Es wurde bereits bei der Messung der Strom-Spannungs-Kennlinien festgestellt, dass die mechanische Spannung unterschiedliche Auswirkungen auf die Proben hat. So ist sowohl eine Erhöhung als auch eine Verringerung der Leitfähigkeit möglich. Auch die Größe der Änderung kann unterschiedlich sein.

4.2.1 Versuche bei statischer mechanischer Last

Wegen der notwendigen Schleif- und Polierschritte hatte sich bei allen Proben der Querschnitt deutlich verringert. Allerdings wurde der Restquerschnitt aufgrund der unterschiedlichen Lage der dominierenden Strompfade nicht gleichermaßen reduziert. In **Tabelle 2** sind die Restdicken der Proben, sowie die daraus resultierenden Maximalkräfte eingetragen. Die Kräfte wurden so gewählt, dass die mechanischen Spannungen bei stehenden Positionen im Bereich von 110 MPa und bei liegenden Positionen im Bereich von 80 MPa liegen. P1 konnte aufgrund eines Schadens durch Überspannung nicht mehr in liegender Position geprüft werden.

Tabelle 2: Restdicke der Proben und aufgebrauchte Maximalkraft

#	Restdicke [μm]	$F_{\text{max stehend}}$ [N]	$F_{\text{max liegend}}$ [N]
P1	186	5	-
P2	140	4	6
P3	200	6	8

In den **Abbildungen 52 bis 54** sind exemplarisch einige Amplitudenbilder der durchgeführten thermographischen Untersuchungen dargestellt.

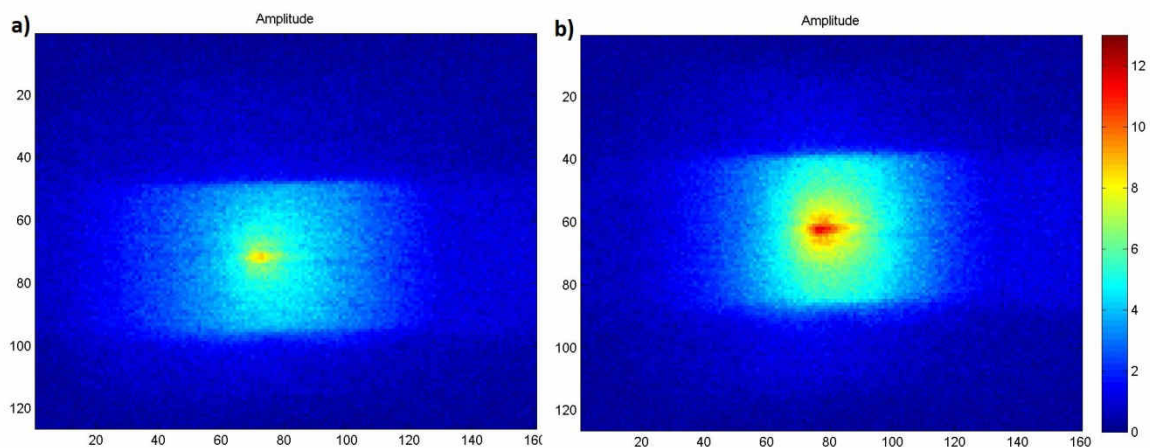


Abbildung 52: Amplitudenbild von P1 bei stehender Belastung in FWD Richtung mit einer Prüffrequenz von 40 Hz bei a) 1 N und b) 5 N

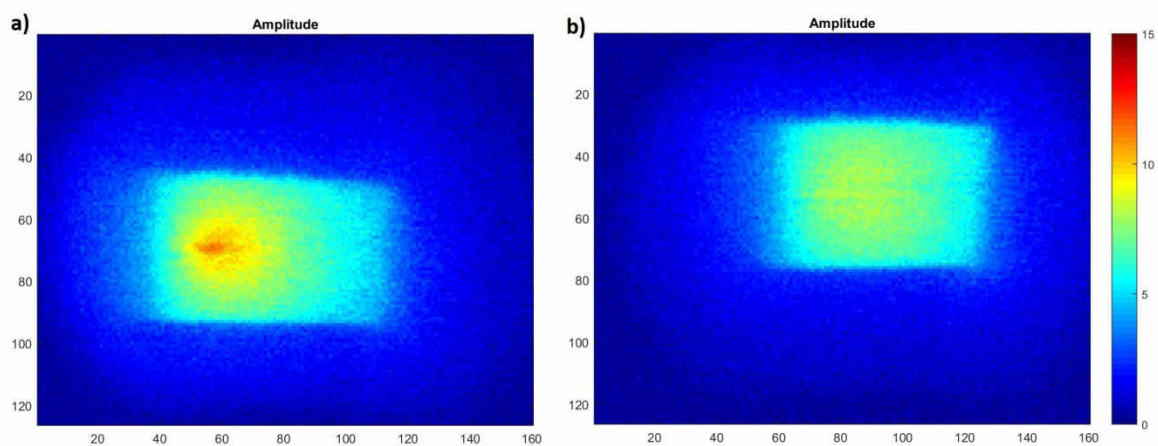


Abbildung 53: Amplitudenbild von P2 bei stehender Belastung in FWD Richtung mit einer Prüffrequenz von 40 Hz bei a) 1 N und b) 4 N

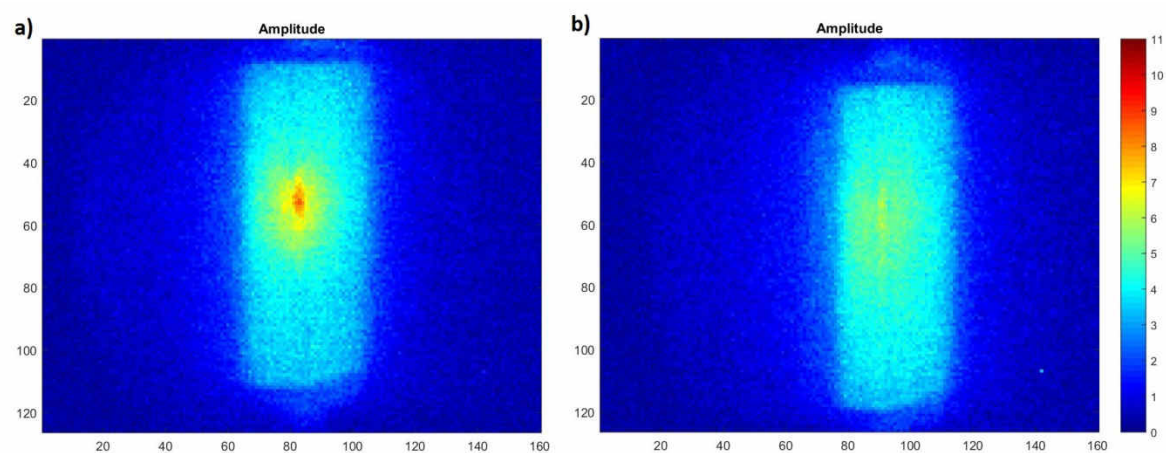


Abbildung 54: Amplitudenbild von P2 bei liegender Belastung in FWD Richtung mit einer Prüffrequenz von 40 Hz bei a) 1 N und b) 6 N

4.2.2 Versuche mit dynamischer mechanischer Last

Die im vorherigen Kapitel beschriebene Änderung der Intensität des Hotspots mit einer Änderung der mechanischen Spannung soll hier auch mit Hilfe einer sinusförmigen Kraftänderung nachgewiesen werden.

Hierzu wurden die Proben sowohl liegend als auch stehend mit einer Vorkraft von 1 N versehen. Die Amplitude der aufgebrachten Kraft wurde so gewählt, dass die in **Tabelle 2** beschriebene Maximalkraft erreicht wird. Es wurde bei jeder Probe eine Versuchsreihe mit unterschiedlichen Anregungsfrequenzen sowie verschiedenen elektrischen Spannungen am Varistor durchgeführt. Dadurch sollten die optimalen Aufnahmeparameter bestimmt werden.

Nach Auswertung der durchgeführten Versuche konnte allerdings keine sichere Aussage über die Position des jeweiligen Hotspots getroffen werden. **Abbildung 55** zeigt exemplarisch das Ergebnis einer der durchgeführten Auswertungen stehend geprüfter Varistoren.

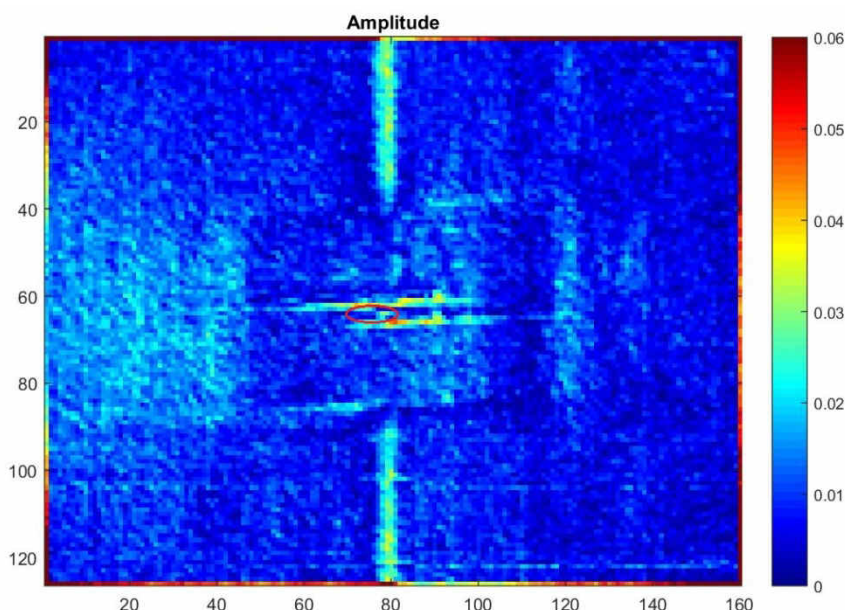


Abbildung 55: Amplitudenbild der mit 60 Hz dynamisch parallel zu den Innenelektroden belasteten Probe P1. Vorkraft: 1 N, Maximalkraft 5 N, Der rot markierte Bereich deutet die Lage des Hotspots bei den statisch durchgeführten Versuchen an. Der rot markierte Bereich deutet die Lage des Hotspots bei den statisch durchgeführten Versuchen an

Auch aus den Auswertungen der liegend geprüften Bauteile konnte nicht auf die Lage des Hotspots geschlossen werden. In **Abbildung 56** ist das Ergebnis der Auswertung eines liegend geprüften Varistors dargestellt.

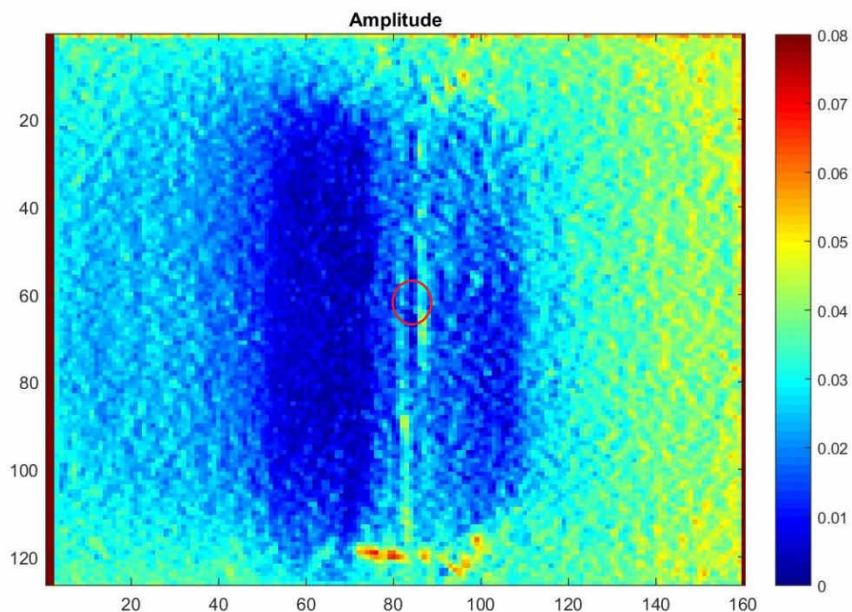


Abbildung 56: Amplitudenbild der mit 40 Hz dynamisch normal zu den Innelektroden belasteten Probe P3. Vorkraft: 1 N, Maximalkraft 8 N. Der rot markierte Bereich deutet die Lage des Hotspots bei den statisch durchgeführten Versuchen an.

Um den Nachweis der Funktionsfähigkeit des entwickelten Versuchsaufbaus zu erbringen war es notwendig, den Effekt zu verstärken um herauszufinden, ob so die Position des Hotspots gefunden werden kann. Dazu wurde der elektrische Kontakt mit derselben Frequenz mit der auch der Piezostack angeregt wurde periodisch getrennt. Die Bewegung des Varistors blieb dabei wie in den vorhergehenden Versuchen erhalten. Dadurch wurde eine pulsierende Wärmeänderung im Bauteil erwirkt, die in etwa jener bei den dynamischen Versuchen entspricht, allerdings mit einer deutlich größeren Variation der Temperatur. Das Ergebnis eines so durchgeführten Versuchs ist in **Abbildung 57** abgebildet.

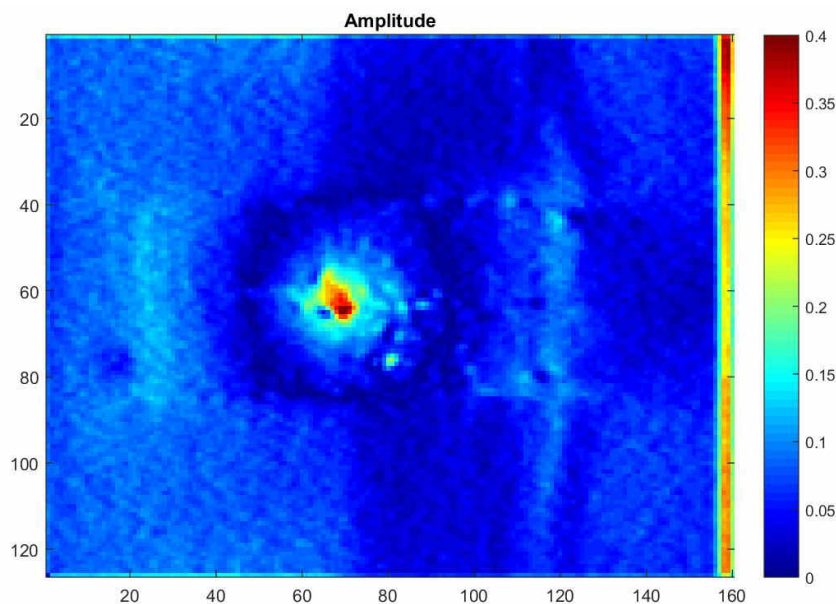


Abbildung 57: Periodische elektrische Kontaktierung der stehenden Probe P3. Prüffrequenz: 100 Hz, Spannung: 5,5 V

Hier ist die Lage des Hotspots klar ersichtlich. Diese deckt sich auch mit der Position aus den zuvor durchgeführten statischen Analysen. Daraus lässt sich schließen, dass die Untersuchungsmethode grundsätzlich zur dynamischen thermographischen Analyse geeignet ist. Allerdings ist in der derzeitigen Ausführung eine deutlich größere Variation in der Temperatur notwendig, als durch die Änderung der mechanischen Spannung hervorgerufen wird.

Um die Größenordnung der Variation des Stromflusses zu erhalten, die durch die Druckspannung hervorgerufen wird, wurde diese während der dynamischen Belastung einer Probe ermittelt. Die Messung erfolgte mit einem Oszilloskop über einen Vorwiderstand. Das Ergebnis dieser Messung ist in **Abbildung 58** dargestellt. Aufgrund des hohen Rauschanteils im Signal musste hier immer über mehrere Messpunkte gemittelt werden. Die Auswertung erfolgte mit der Software Mathematica 10.

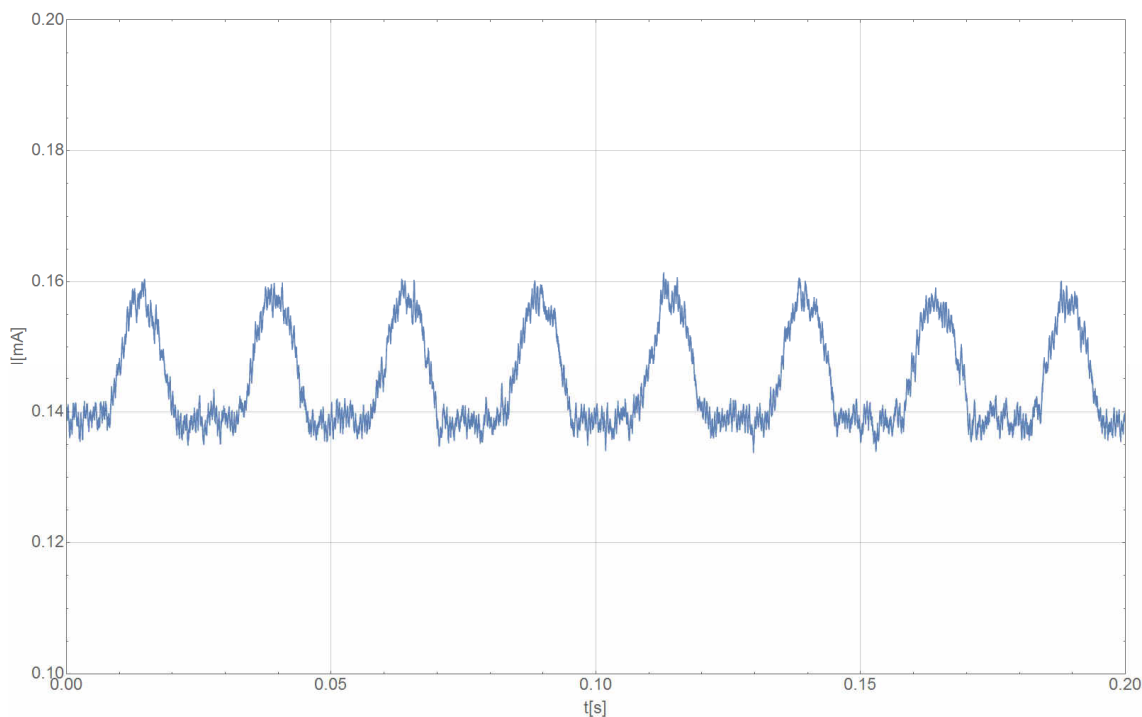


Abbildung 58: Ermittelter Strom durch Probe P2 bei dynamischer mechanischer Belastung normal zu den Innenelektroden. Die mechanische Belastung erfolgte hier mit 40 Hz. Vorkraft: 1 N, Maximalkraft: 5 N, elektrische Spannung am Varistor: 2 V

Anhand des in **Abbildung 58** dargestellten Diagramms kann ermittelt werden, dass die Frequenz des Antwortsignals bei 40 Hz liegt. Dies entspricht der Frequenz des für diesen Versuch verwendeten Anregungssignals des Piezostacks. Außerdem ist ersichtlich, dass die Änderung des Stroms nur etwa $20 \mu\text{A}$ beträgt, was allerdings circa 15 % der Stromstärke im anfänglichen Zustand entspricht.

Es wird vermutet, dass die Variation der Erwärmung infolge der aufgebrachten wechselnden mechanischen Spannung zu gering ist, um sie mit den zur Verfügung stehenden Mitteln zu detektieren.

5 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde die Auswirkung von mechanischen Druckspannungen auf das elektrische Verhalten von Varistoren untersucht. Hierzu wurde der dominierende Strompfad im Varistor freigelegt und mit einer Thermokamera analysiert.

Für die Untersuchungen wurden mit Praseodym dotierte ZnO Vielschichtvaristoren verwendet. Diese besitzen zwei Innenelektroden aus Silber mit einem Abstand von circa 20 μm . Durch den geringen Innenelektrodenabstand ist meist nur eine Korngrenze eigenschaftsbestimmend für das gesamte Bauteil. Durch die geringe Bauteilgröße von $530 \times 290 \times 230 \mu\text{m}^3$ war die Entwicklung einer eigenen Prüfvorrichtung notwendig. Wichtige Anforderungen an diese Vorrichtungen sind die Möglichkeiten zur statischen und dynamischen Prüfung kleiner Bauteile. Aus diesem Grund wurde ein Piezostack für die dynamische Kraftaufbringung verwendet. Statische Lasten wurden mit einer Stellschraube aufgebracht. Gleichzeitig sollten thermographische Aufnahmen möglich sein, was aufgrund des Arbeitsabstandes der verwendeten Linse eine kompakte Bauform voraussetzt.

Die thermographischen Aufnahmen wurden erst bei verschiedenen statischen mechanischen Lasten durchgeführt um die Position und die Änderung des Hotspots zu ermitteln. Hierbei erfolgte die Auswertung mittels Fast-Fourier-Transformationen (FFT). Im Anschluss folgte die Aufnahme bei dynamischer Belastung. Eine besondere Herausforderung besteht in der Auswertung der Messdaten. Bevor die FFT durchgeführt werden konnte musste die durch die dynamische Kraftaufbringung entstandene Verschiebung der Probe ausgeglichen werden. Dies ist notwendig, da jeder Bildpunkt einem Messwert entspricht und die gesamte Aufnahme somit einer Messreihe. Wird der Ausgleich der Verschiebung nicht vorgenommen führt das zu einer Überlagerung der Messwerte und das Ergebnis ist nicht interpretierbar.

Da die verwendeten Bauteile nicht alle eine gleichmäßige Druckabhängigkeit zeigten erfolgte eine Vorauswahl der Proben über die Messung druckabhängiger Strom-Spannungs-Kennlinien. Sowohl die Messung der I-U-Kennlinien als auch die Belastung für die thermographischen Aufnahmen erfolgte parallel und normal zu den Innenelektroden. Bei den Versuchen mit Krafteinleitung parallel zu den Elektroden erfolgte die elektrische Kontaktierung über Kupferklebeband, welches auf die isolierenden Stempel der Prüfvorrichtung aufgeklebt war. Für die Versuche mit Krafteinleitung normal

zu den Innenelektroden erfolgte die elektrische Kontaktierung mit Silberleitpaste an den seitlichen metallischen Kappen. Hierzu wurde der Varistor auf einen Glasträger aufgeklebt. Um ein gleichmäßiges Spannungsfeld im Inneren der Probe zu gewährleisten wurden die Kappen an den aufliegenden Oberflächen entfernt. Da bei diesen Bauteilen meist nur wenige Korngrenzen das Bauteilverhalten dominieren war nicht zu erwarten, dass sich die Effekte gegenseitig aufheben. Daher ist eine Änderung der Korngrenzeigenschaften auch meist durch die Messung der I-U-Kennlinie des gesamten Bauteils feststellbar. Dies wurde zur Vorauswahl der Proben verwendet.

Die untersuchten Vielschichtvaristoren zeigten eine deutliche Druckabhängigkeit ihrer elektrischen Eigenschaften. Dies ließ sich sowohl durch die Messung druckabhängiger Strom-Spannungs-Kennlinien als auch durch druckabhängige thermographische Analysen nachweisen. Das Aufbringen einer statischen mechanischen Last bewirkte auch eine Änderung der Intensität des detektierten Hotspots. Dies kann auf eine Änderung des elektrischen Widerstands der Korngrenze zurückgeführt werden. Das Ausmaß der Änderung nahm mit der Erhöhung der mechanischen Spannung zu. Des Weiteren war die Stärke des Effekts abhängig davon, ob die mechanische Belastung normal oder parallel zu den Innenelektroden eingebracht wurde. Dies könnte auf eine Abhängigkeit der Eigenschaften von der Kornorientierung zurückgeführt werden.

Bei den mechanisch modulierten Versuchen konnte die Variation der Temperatur infolge der durch die Druckspannung verursachten Änderungen der elektrischen Leitfähigkeit nicht detektiert werden. Dies liegt an der geringen Ausprägung dieses Effekts. Durch eine Verbesserung der Bildreorientierung könnte die Empfindlichkeit der Messungen möglicherweise erhöht werden. Ein Test bei dem die elektrische Kontaktierung mit derselben Frequenz wie die der mechanisch aufgebrachten Last erfolgte hat gezeigt, dass mit der entworfenen Prüfmethode dominierende Strompfade grundsätzlich detektiert werden können. Allerdings ist hier die Variation der Temperatur deutlich größer als bei rein mechanisch modulierten Versuchen.

Die in dieser Arbeit entworfene Prüfvorrichtung wird rein manuell gesteuert. Ein nächster sinnvoller Schritt wäre die Implementierung einer Regelung um Kraftverläufe einstellen zu können. Für eine simple Kraftregelung bei fix eingestellter Vorkraft wird lediglich ein Regler benötigt der das Signal der Kraftmessdose auswertet und die Spannung am Piezostack regelt. Die Geschwindigkeit des Reglers limitiert hier die maximal mögliche Prüffrequenz. Um auch die Vorkraft automatisch regeln zu können sind zusätzliche

konstruktive Änderungen notwendig. Eine mögliche Umsetzung hierfür wäre zum Beispiel die Verwendung eines Schrittmotors, der die Stellschraube antreibt. Dieser müsste dann auch in den Regelkreis eingebunden werden. Der Antrieb könnte beispielsweise über einen Riemen- oder Zahnradantrieb erfolgen. Zusätzlich sollte die Prüfvorrichtung auf einem Ständer befestigt werden. Dafür befinden sich bereits zwei Bohrungen am unteren Teil des Rahmens.

Eine zusätzliche nützliche Erweiterung wäre die Messung des Weges. Dazu müsste ein Wegaufnehmer in die Vorrichtung integriert werden. Für eine erste kostengünstige Umsetzung könnte hierfür der Wegaufnehmer einer handelsüblichen digitalen Schiebelehre verwendet werden. Soll zusätzlich der Weg als Regelgröße verwendet werden müsste auch dieses Signal in den Regelkreis integriert werden.

Werden diese Maßnahmen umgesetzt, so erhält man eine vollwertige automatische Prüfmaschine für Miniaturproben. Durch die kompakte Bauweise ist diese dann prinzipiell mobil einsetzbar und kann mit anderen Messmethoden, wie zum Beispiel Ramanmessungen oder Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop verwendet werden.

6 Anhang

6.1 Programm 1

```

iFrame=2;
limovieR(:,:,1)=mat2gray(limovie(:,:,1));
fixed =limovieR(:,:,1);
UseAllPixels=1;
parfor nFr=iFrame : 6
    moving = mat2gray(limovie(:,:,nFr));
    [optimizer, metric] = imregconfig('monomodal');
    moving = imhistmatch(moving, fixed);
    [~,movingRegistered] = imregdemons(moving, fixed, [3000 2600
2200], 'AccumulatedFieldSmoothing', 1.5);
    limovieR(:,:,nFr)=mat2gray(movingRegistered);
end

```

6.2 Programm 2

```

iFrame=2;
limovieR(:,:,1)=mat2gray(limovie(:,:,1));
parfor_progress(NFFT);
fixed =limovieR(:,:,1);
UseAllPixels=1;
parfor nFr=iFrame : NFFT
    moving = mat2gray(limovie(:,:,nFr));
    moving = imhistmatch(moving, fixed);
    [D,~] = imregdemons(moving, fixed, [3000 2600
2400], 'AccumulatedFieldSmoothing', 1.5);
    D(:,:,2)=0;
    B = imwarp(moving, D);
    limovieR(:,:,nFr)=mat2gray(B);
end

```

6.3 Programm 3

```

iFrame=2;
limovieR(:,:,1)=mat2gray(limovie(:,:,1));
fixed =mat2gray(limovie(:,:,1));
parfor nFr=iFrame : NFFT
    moving = mat2gray(limovie(:,:,nFr));
    optimizer = registration.optimizer.OnePlusOneEvolutionary;

```



```
optimizer.InitialRadius=1.250000e-15
optimizer.Epsilon=1e-8
metric = registration.metric.MeanSquares;
movingRegistered = imregister(moving, fixed, 'translation',
optimizer, metric);
limovieR(:, :, nFr)=mat2gray(movingRegistered);
parfor_progress;
end
```

7 Literaturangaben

- [1] SIOV metal oxide Varistors. Data Book, EPCOS AG, 2011
- [2] Clarke, D. R.: Varistor Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* 82 (1999) 3, S. 485–502
- [3] Eda, K.: Zinc oxide varistors. *IEEE Electrical Insulation Magazine* 5 (1989) 6, S. 28
- [4] Greuter, F., Perkins, R. S. u. Holzer M.: MO-Varistors: State of the Art and Actual Trends. *Electrical Properties of the Metal-Oxide Resistor. Cigré Technical Brochure : Evaluation of Stresses of surge arresters and appropriate test procedures*
- [5] Hofstätter, M., Nevosad, A., Teichert, C., Supancic, P. u. Danzer, R.: Voltage polarity dependent current paths through polycrystalline ZnO varistors. *Journal of the European Ceramic Society* 33 (2013) 15-16, S. 3473–3476
- [6] Nevosad, A., Hofstätter, M., Supancic, P. u. Teichert, C.: Micro four-point probe investigation of individual ZnO grain boundaries in a varistor ceramic. *Journal of the European Ceramic Society* 34 (2014) 8, S. 1963–1970
- [7] Raidl, N., Supancic, P., Danzer, R. u. Hofstätter, M.: Piezotronically Modified Double Schottky Barriers in ZnO Varistors. *Advanced materials (Deerfield Beach, Fla.)* 27 (2015) 12, S. 2031–2035
- [8] Morkoç, H. u. Özgür, Ü.: *Zinc oxide. Fundamentals, materials and device technology.* Weinheim: Wiley-VCH 2009
- [9] H. Salmang, H. Scholze: *Keramik.* Berlin: Springer 1998
- [10] PEARTON, S.: Recent progress in processing and properties of ZnO. *Progress in Materials Science* 50 (2005) 3, S. 293–340
- [11] Rečnik, A., Bernik, S. u. Daneu, N.: Microstructural engineering of ZnO-based varistor ceramics. *Journal of Materials Science* 47 (2012) 4, S. 1655–1668
- [12] Greuter, F. u. Blatter, G.: Electrical properties of grain boundaries in polycrystalline compound semiconductors. *Semiconductor Science and Technology* 5 (1990), S. 111–137
- [13] Blatter, G. u. Greuter, F.: Electrical breakdown at semiconductor grain boundaries. *Physical Review B* 34 (1986) 12, S. 8555
- [14] Hofstätter, M. u. Supancic, P.: 3D Netzwerksimulationen von Varistoren mit verschiedenen Korngrößenverteilungen. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* 158 (2013) 5, S. 206–210

- [15] He, J., Liu, J., Hu, J., Zeng, R. u. Long, W.: Non-uniform ageing behavior of individual grain boundaries in ZnO varistor ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* 31 (2011) 8, S. 1451–1456
- [16] Moulson, A. J. u. Herbert, J. M.: *Electroceramics. Materials, properties, applications*. Chichester, Hoboken, NJ: Wiley 2003
- [17] Lee, W. S., Chen, W. T., Lee, Y. C., Yang, T., Su, C. Y. u. Hu, C. L.: Influence of sintering on microstructure and electrical properties of ZnO-based multilayer varistor (MLV). *Ceramics International* 33 (2007) 6, S. 1001–1005
- [18] Kuo, S.-T., Tuan, W.-H., Lao, Y.-W., Wen, C.-K. u. Chen, H.-R.: Grain Growth Behavior of Bi₂O₃-Doped ZnO Grains in a Multilayer Varistor. *Journal of the American Ceramic Society* 91 (2008) 5, S. 1572–1579
- [19] Tohver, V., Morissette, S. L., Lewis, J. A., Tuttle, B. A., Voigt, J. A. u. Dimos, D. B.: Direct-Write Fabrication of Zinc Oxide Varistors. *Journal of the American Ceramic Society* 85 (2002) 1, S. 123–128
- [20] Supancic, P., Raidl, N. u. Hofstätter, M.: Microanalysis on Functional Ceramics: Complementary Investigation Techniques on ZnO-based Varistor Ceramics. *Proc. of 11th EMAS Regional 2014*, S. 313–325
- [21] Nevosad, A., Hofstätter, M., Wiessner, M., Supancic, P. u. Teichert, C.: C-AFM and KPFM approach to investigate the electrical properties of single grain boundaries in ZnO varistor devices (2013)
- [22] Gupta, T. K., Mathur, M. P. u. Carlson, W. G.: Effect of Externally Applied Pressure on Zinc Oxide Varistors. *Journal of Electronic Materials* 6 (1977) 5, S. 483
- [23] Wong, J. u. Bundy, F. P.: Pressure effects on metal oxide varistors. *Applied Physics Letters* 29 (1976) 1, S. 49
- [24] Almond, D. u. Patel, P.: *Photothermal science and techniques. Physics and its applications*, Bd. 10. London, New York: Chapman & Hall 1996
- [25] Breitenstein, O., Warta, W. u. Langenkamp, M.: *Lock-in Thermography. Basics and Use for Evaluating Electronic Devices and Materials*. SpringerLink: Springer e-Books, Bd. 10. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2010
- [26] <http://de.wikipedia.org/wiki/Lock-in-Verst%C3%A4rker>, aufgerufen am 16.04.2015
- [27] Butz, T.: *Fouriertransformation für Fußgänger*. SpringerLink : Bücher. Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag / Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, Wiesbaden 2012
- [28] US 8,208,755 B1

- [29] Gerthsen, C. u. Meschede, D.: Gerthsen Physik. Springer-Lehrbuch. Berlin [u.a.]: Springer 2010