

Mechanische Charakterisierung und Untersuchung des Verformungsverhaltens hochfester Strukturen mit 3D Mikroarchitektur

Zur Erlangung des akademischen Grades einer
Doktorin der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
bei der Fakultät für Maschinenbau des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte
Dissertation
von

Dipl.-Ing. Almut Albiez

Tag der mündlichen Prüfung: 20. Dezember 2018
Referent: Prof. Dr. Oliver Kraft
Korreferent: Prof. Dr. Ralph Spolenak

Kurzfassung

Materialien mit geringer Dichte und gleichzeitig guten mechanischen Eigenschaften werden für Leichtbauanwendungen gefordert. Eine geringe Dichte wird durch Schaummaterialien erreicht, welche aufgrund ihrer stochastischen Architektur jedoch nur geringe Festigkeiten erzielen. Die Natur zeigt, beispielsweise anhand des Knochens, dass eine gezielte Architektur in Bezug zur Belastungssituation eine mögliche Festigkeitserhöhung bewirkt. In diesem Zusammenhang sind zelluläre Materialien welche neben einer spezifischen, periodischen dreidimensionalen Architektur ebenfalls den sogenannten mechanischen Größeneffekt ausnutzen in den Fokus der Forschung gerückt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine mechanische Charakterisierung hochfester, leichter Strukturen mit 3D Mikroarchitektur durchgeführt. Es wurde insbesondere das Zusammenspiel zwischen den mechanischen Eigenschaften unterschiedlicher Basismaterialien und dem Strukturverhalten unterschiedlicher 3D Mikroarchitekturen analysiert. Darüber hinaus wurde das daraus resultierende Energiedissipationsvermögen sowie das Verformungs- und Schädigungsverhalten der Strukturen durch *in situ* Druckversuche im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Es konnte gezeigt werden, dass eine weitere Bearbeitung des polymeren Basismaterials durch Wärmebehandlungen, Pyrolyseprozesse oder Beschichtungen das mechanische Verhalten der Basismaterialien und der Strukturen beeinflusst. Energiedissipation unter zyklischer Belastung wurde für die hochfesten, leichten Strukturen insbesondere auf irreversible Prozesse zurückgeführt, wobei polymere Strukturen zusätzlich eine deutliche Rückverformung nach Entlastung aufwiesen.

Abstract

The combination of low density and superior mechanical properties is required for lightweight applications. Foam materials achieve low density values due to their high porosity, however, only low strength values are reached as a consequence of their stochastic architecture. A specific architecture with respect to the mechanical load shows a superior behavior, as shown in biological materials, for example in bone. In this respect, cellular solids with a specific, periodic three-dimensional architecture which also exploit the so-called mechanical size effect have attracted a lot of attention recently.

Within this thesis, a mechanical characterization of high-strength, low-weight microlattices with a specific 3D microarchitecture was performed. The analysis was focused on the interplay between the mechanical properties of different constituent materials and the behavior of different 3D microarchitectures. Moreover, the energy absorption capability of the microlattices as well as their deformation and failure behavior was analyzed by *in situ* compression tests in a scanning electron microscope. It was shown that a further processing of the polymeric constituent material influences the mechanical behavior of both, the constituent material and the microlattice. Here, the further processing steps included an annealing treatment, a pyrolysis, and a coating. Energy dissipation under cyclic compression was mainly attributed to irreversible processes, whereas polymeric microlattices also achieved a high recoverability.

Danksagung

Die vorliegende Arbeit ist während meiner Zeit als Doktorandin am Institut für Angewandte Materialien – Werkstoff- und Biomechanik (IAM-WBM) entstanden. Selbstverständlich tragen am Gelingen einer solch umfangreichen Arbeit auch andere Personen bei, welchen ich im Folgenden meinen Dank aussprechen möchte.

Bei Herrn Prof. Dr. Kraft möchte ich mich für das Angebot des Promotionsthemas, die fachlichen Diskussionen und die Betreuung meiner Arbeit bedanken. Darüber hinaus danke ich Herrn Prof. Dr. Spolenak für die Übernahme des Korreferats.

Mein besonderer Dank gilt Frau Dr. Ruth Schwaiger. Durch die Aufnahme in ihre Arbeitsgruppe sowie die fachliche und organisatorische Unterstützung hat sie einen wesentlichen Beitrag zum Gelingen der vorliegenden Arbeit getragen.

Für die Hilfe von Stefan Hengsbach und Florian Rupp an der Nanoscribe-Anlage und bei meinen Tätigkeiten im Reinraum möchte ich ebenfalls gerne meinen speziellen Dank aussprechen.

Ein Großteil der Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wurde in Kooperation mit anderen Arbeitsgruppen durchgeführt bzw. ermöglicht, hierfür gilt mein Dank Dr. Jeffrey M. Wheeler (ETH Zürich) sowie Dr. Theresa Juarez und Prof. Dr. Andrea Hodge (University of Southern California).

Des Weiteren danke ich der Abteilung Biomechanik für die Gastfreundschaft und die „Aufnahme“ in ihre Abteilung. Allen Kollegen, Freunden und Familie, die mich in dieser Zeit unterstützt haben, sei es fachlich oder auf sonstige Art und Weise, möchte ich ebenfalls Danke sagen.

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	1
2	Grundlagen und Stand der Forschung	5
2.1	Zelluläre Materialien – Schäume und Strukturen mit spezi- fischer Architektur	5
2.2	Mechanischer Größeneffekt	10
2.2.1	Theoretische Festigkeiten	11
2.2.2	Spröde Werkstoffe	12
2.2.3	Metallische Werkstoffe	14
2.3	Strukturen mit 3D Mikroarchitektur	15
2.3.1	Herstellung – Materialien und Design	15
2.3.2	Eigenschaften von Strukturen mit 3D Mikroarchi- tektur	20
2.4	Ziel der Arbeit	23
3	Methoden und Prozesse	25
3.1	3D direktes Laserschreiben	25
3.2	Wärmebehandlung und Pyrolyse	29
3.3	Beschichtungsverfahren	32
3.3.1	Atomlagenabscheidung	32
3.3.2	Magnetronsputterverfahren	32
3.4	Mechanische Charakterisierung	34
3.4.1	Polymere Schichten	35
3.4.2	Mikrodrucksäulen	37

3.4.3	Strukturen mit 3D Mikroarchitektur	40
3.4.4	Push-to-Pull Strukturen	41
3.4.5	<i>In situ</i> Messungen	46
3.5	Mikrostrukturcharakterisierung	50
3.6	Finite Elemente Methode	53
4	Einfluss unterschiedlicher Basismaterialien auf das Strukturverhalten	61
4.1	Einfluss von Wärmebehandlungen auf die mechanischen Eigenschaften	62
4.1.1	Mechanische Eigenschaften von IP-Dip	62
4.1.2	Mechanische Eigenschaften der polymeren Strukturen	71
4.1.3	Mechanische Eigenschaften von Glaskohlenstoff . . .	77
4.1.4	Mechanische Eigenschaften der Glaskohlenstoff-Strukturen	87
4.2	Einfluss von Metallbeschichtungen auf die mechanischen Eigenschaften	94
5	Einfluss unterschiedlicher Belastungsarten auf das Verformungsverhalten von Strukturen	109
5.1	Dehnratenabhängigkeit	109
5.2	Verhalten unter zyklischer Belastung	112
5.2.1	Allgemeines Verhalten	112
5.2.2	Zyklische Belastung zu fixierter Maximalverschiebung	116
5.2.3	Schrittweise ansteigende zyklische Belastung	128
5.2.4	Finite Elemente Simulationen der wärmebehandelten Tetraederstrukturen	134
6	Diskussion	139
6.1	Einfluss von Wärmebehandlungen	139
6.1.1	Polymermaterial IP-Dip	139

6.1.2	Glaskohlenstoff	154
6.2	Einfluss von Metallbeschichtungen	165
6.3	Einfluss unterschiedlicher Belastungsarten	175
6.3.1	Dehnrateneffekte	175
6.3.2	Zyklische Belastung	177
7	Zusammenfassung und Ausblick	201
A	Anhang	207
A.1	Strukturabmessungen	207
A.2	Spannungsdefinitionen	218
A.3	Wärmebehandelte und pyrolysierte Strukturen	219
A.4	Metallbeschichtete Strukturen	223
A.5	Dehnratenabhängigkeit	226
A.6	Verhalten unter zyklischer Belastung	228
	Literaturverzeichnis	234

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Wichtige Abkürzungen

3D	Dreidimensional
3D-DLW	3D direktes Laserschreiben, engl. 3D Direct Laser Writing
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
ALD	Atomlagenabscheidung, engl. Atomic Layer Deposition
CAD	engl. Computer-Aided Design
CSM	Kontinuierliche Steifigkeitsmessung, engl. Continuous Stiffness Measurement
DiLL	engl. Dip-in Laser Lithography
FE	Finite Elemente
HEA	Hoch-entropische Legierung, engl. High Entropy Alloy
HIM	Heliumionenmikroskop
OWB-Proben	Proben (Zugproben oder Strukturen mit 3D Mikroarchitektur) im Zustand nach dem 3D-DLW ohne weitere Wärmebehandlung
PtP	engl. Push-to-Pull
PVD	Physikalische Gasphasenabscheidung, engl. Physical Vapor Deposition
REM	Rasterelektronenmikroskop
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
WB-Proben	Proben (Zugproben oder Strukturen mit 3D Mikroarchitektur) hergestellt mit 3D-DLW und anschließender Wärmebehandlung

Wichtige Symbole

a	Fehlergröße im Material
E^*	Elastizitätsmodul eines zellulären Materials
E_S	Elastizitätsmodul eines Vollmaterials
F_t	Kraft auf den Zugstab in einer PtP-Struktur
K_{IC}	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor
t	Proben- oder Schichtdicke
u	Verschiebung
U	Gesamtenergie
U_{elast}	Elastische Energie
U_{diss}	Dissipierte Energie
\hat{U}_{diss}	Spezifische dissipierte Energie (dissipierte Energie dividiert durch die Masse)
ΔF	Kraftdifferenz aus Kraft auf PtP-Struktur mit Zugstab und ohne Zugstab
ΔL	Längenänderung des Zugstabs in einer PtP-Struktur
ν	Querkontraktionszahl
ρ^*	Dichte eines zellulären Materials
$\bar{\rho}$	Relative Dichte eines zellulären Materials
ρ_S	Dichte eines Vollmaterials
σ^*	Festigkeit eines zellulären Materials
σ_{krit}	Kritische Festigkeit eines spröden Materials
σ_S	Festigkeit eines Vollmaterials
σ_{th}	Theoretische Festigkeit eines Materials
$\varphi(u)$	Eingeschlossener Winkel zwischen Hexagonalrahmen und Zugstab in einer PtP-Struktur in Abhängigkeit von der Verschiebung

1 Einführung

Hochfeste und gleichzeitig leichte Materialien werden für Leichtbauanwendungen benötigt. Die Herausforderung dieser Kombination aus Materialanforderungen ist jedoch, dass die Festigkeit und die Steifigkeit eines Materials im Allgemeinen mit dessen Dichte gekoppelt sind. Materialien, welche eine hohe Festigkeit und eine hohe Steifigkeit, das heißt einen hohen Elastizitätsmodul besitzen, weisen gewöhnlich auch eine hohe Dichte auf, beispielsweise Metalle und Keramiken [1]. Auf der anderen Seite erreichen Materialien mit geringer Dichte, beispielsweise Polymere, im Allgemeinen nur geringe Festigkeiten und Elastizitätsmoduln [1]. Um die Materialdichte im Vergleich zu den bereits erwähnten Vollmaterialien weiter zu reduzieren, ist die Einbringung von Hohlräumen notwendig, wodurch poröse Materialstrukturen entstehen. Für die mechanischen Eigenschaften dieser porösen Materialien spielt dann wiederum die Architektur der Zellen eine entscheidende Rolle. Die Anwendung spezifischer Strukturen wurde bereits früh genutzt, wie beispielsweise bei Gebäuden und Rädern [2] (vergleiche Abbildung 1.1). Jedoch auch in der Natur kann dieses Prinzip auf vielfache Weise beobachtet werden, wie etwa bei Honigwaben oder Wespennestern (Abbildung 1.1) sowie in der Struktur von Holz oder Knochen [3]. Knochen wachsen in Bezug zur jeweiligen Belastung, wodurch sowohl die Dichte als auch die Ausrichtung der Zellwände entsprechend des Ausmaßes sowie der Richtung der mechanischen Beanspruchung erfolgt [3].

Zusätzlich zur Ausnutzung der spezifischen Architektur kann in der Natur der Einfluss des sogenannten mechanischen Größeneffekts auf die Eigenschaften von Materialien erkannt werden [4]. Die hohe Festigkeit natürlicher

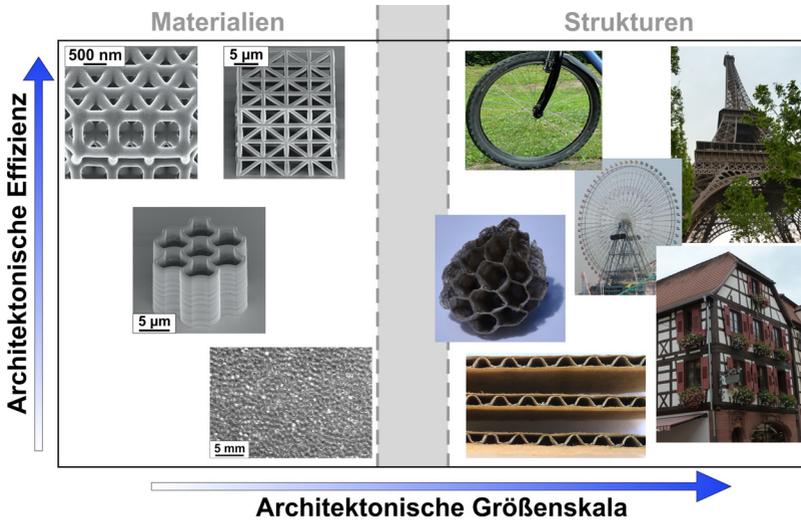


Abb. 1.1: Zusammenhang zwischen architektonischer Effizienz und der dazugehörigen Größenskala. Prinzipien aus Architektur und Technik können heutzutage auf der Materialebene angewandt werden, um auf diese Weise eine höhere strukturelle Effizienz zu erreichen. Struktur der Abbildung aus [2].

Materialien bei gleichzeitig geringerer Dichte als Vollmaterialien [1] wird sowohl auf die spezifische Architektur als auch auf die geringen Abmessungen der Einzelkomponenten im Nanometerbereich zurückgeführt [4].

Die Herstellung komplexer, dreidimensionaler (3D) Strukturen wird durch additive Fertigungsverfahren ermöglicht, wobei durch neuere Verfahren [5–7] die Mikrometerebene erreicht werden kann. Beispiele für Strukturen welche mit 3D direktem Laserschreiben herstellt wurden, sind in Abbildung 1.1 dargestellt. Werden auf diese Weise die Prinzipien von Architektur und Technik auf der Materialebene angewandt [2] und mit geringen Strukturabmessungen kombiniert, können Materialien mit außergewöhnlichen Eigenschaften hergestellt werden [8].

Die vorliegende Arbeit ist in weitere sechs Kapitel gegliedert. In Kapitel 2 werden zunächst die nötigen Grundlagen zum Verständnis der Arbeit

zusammengefasst sowie der aktuelle Stand der Forschung aufgezeigt. Basierend auf diesen Ausführungen werden die offenen Fragen und das Ziel der vorliegenden Arbeit formuliert. Eine Beschreibung der verwendeten Methoden und Prozesse zur Materialherstellung und -untersuchung erfolgt anschließend in Kapitel 3. Die Ergebnisse werden in den beiden Kapiteln 4 und 5 dargestellt sowie in Kapitel 6 diskutiert und mögliche Zusammenhänge aufgezeigt. Abschließend erfolgt in Kapitel 7 eine Zusammenfassung der erarbeiteten Erkenntnisse sowie ein Ausblick zu weiteren möglichen Forschungsvorhaben.

2 Grundlagen und Stand der Forschung

2.1 Zelluläre Materialien – Schäume und Strukturen mit spezifischer Architektur

Zelluläre Materialien bestehen aus einem Zusammenschluss mehrerer Einzelzellen (lat. „cella“, Raum, Zelle) [9], die feste Kanten oder Seitenwände besitzen. Im Gesamten ist dieser Zusammenschluss raumfüllend. Aufgrund der eingeschlossenen Hohlräume können zelluläre Materialien deutlich niedrigere Dichtewerte erreichen als Vollmaterialien. Hierbei spielt die relative Dichte des Materials $\bar{\rho}$ eine wichtige Rolle,

$$\bar{\rho} = \rho^* / \rho_s, \quad \bar{\rho} \in [0, 1] \quad (2.1)$$

mit ρ^* der Dichte des zellulären Materials und ρ_s der Dichte des verwendeten Vollmaterials [9]. Die Abgrenzung zwischen einem zellulären Material und einem Vollmaterial mit einer erhöhten Anzahl eingeschlossener Poren liegt hierbei im Bereich von $\bar{\rho} \lesssim 0,3$ [9]. Zelluläre Materialien werden unterschieden in geschlossen- und offenzelligen Anordnungen [9]. Geschlossenzellige Materialien besitzen Seitenwände, die die einzelnen Zellen komplett einschließen, während offenzellige Materialien aus einzelnen Balken bestehen. Die Zellwände sind hierbei nicht geschlossen. Einen entscheidenden Einfluss auf die Eigenschaften des zellulären Materials besitzt neben der relativen Dichte die Architektur der einzelnen Zellen [9]. Schäume bestehen aus regellos angeordneten Einzelzellen unterschiedlicher Ge-

stalt, während Strukturen mit spezifischer Architektur regelmäßig angeordnete Zusammenschlüsse aus Einzelzellen mit spezieller Gestalt aufweisen, wie beispielsweise die Honigwabe.

Die mechanischen Eigenschaften der zellulären Materialien sind somit nicht nur abhängig von den Materialeigenschaften des verwendeten Vollmaterials, sondern auch von ihrer spezifischen Architektur. Folglich müssen die zellulären Materialien unter zwei unterschiedlichen Blickwinkeln betrachtet werden: zum einen als Struktur, zum anderen als Material [10]. Aufgrund dieser Eigenschaft werden diese Materialien häufig auch mechanische Metamaterialien genannt [8, 11].

Bei offenzelligen, zellulären Materialien wird biege- und zugdominiertes Verhalten unterschieden [12]. Hierfür werden zunächst gelenkig verbundene Balken betrachtet, wie in Abbildung 2.1 dargestellt. Wird der gelenkig verbundene Rahmen in (a) belastet, rotieren die Balken um die Verbindungen, das heißt der Rahmen besitzt weder eine Steifigkeit noch eine Festigkeit. Diese Anordnung wird auch als „Mechanismus“ bezeichnet [12]. Im Gegensatz dazu werden die Balken des in (b) dargestellten Rahmens unter Belastung auf Zug und Druck belastet, wobei diese Anordnung „Struktur“ genannt wird [12]. Werden die Verbindungen der beiden Rahmen nun eingefroren, sodass keine Rotation mehr möglich ist, werden die Balken des Rahmens aus (a) auf Biegung beansprucht (d. h. biegedominiert), die Balken des Rahmens aus (b) weiterhin auf Zug und Druck (d. h. zugdominiert). Die meisten Schaummaterialien weisen biegedominiertes Verhalten auf [12]. Der Spannungsverlauf in einem Material, welches auf Biegung beansprucht wird, ist inhomogen über dessen Querschnitt, was zu einer ineffizienten Materialauslastung führt. Im Gegensatz dazu weisen Spannungen unter Zug- und Druckbelastung einen homogenen Verlauf auf, wodurch das Material ideal ausgelastet wird. Aus mechanischer Sicht ist somit zugdominiertes Verhalten zu bevorzugen.

Um zugdominierte Strukturen zu erhalten, wird zunächst ein von Maxwell [13] entwickeltes Kriterium für starre Strukturen untersucht [10, 12]. Für

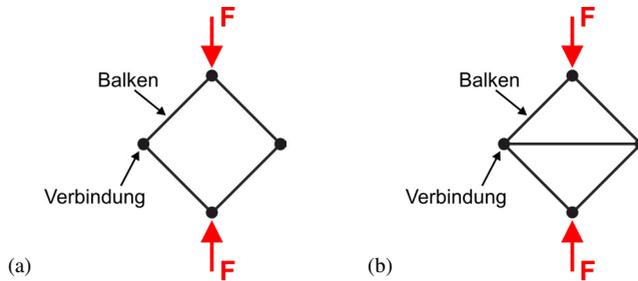


Abb. 2.1: Schematische Darstellung eines (a) biegedominierten Mechanismus und einer (b) zugdominierten Struktur, nach [12].

statische und dynamische Bestimmtheit muss für einen zusammengesetzten Rahmen aus b Balken und j reibungsfreien Verbindungen bei dreidimensionaler Betrachtung die Bedingung

$$b = 3 \cdot j - 6 \quad (2.2)$$

erfüllt sein. Dieses Kriterium ist jedoch nur eine notwendige, keine hinreichende Bedingung, um zugdominiertes Verhalten zu definieren, da Eigenspannungen und Mechanismen im Rahmen nicht berücksichtigt werden [10, 12]. In Abbildung 2.2 sind zwei zugdominierte Einheitszellen dargestellt, Tetraeder und Oktaeder. Beide Strukturen erfüllen das Maxwell Kriterium und weisen zugdominiertes Verhalten auf, wobei eine Kombination dieser Einzelstrukturen, das heißt eine räumliche Aneinanderreihung zusätzlich raumfüllend ist [10,12]. Durch die Aneinanderreihung starrer, zugdominierter Einheitszellen wird zugdominiertes Verhalten maximiert [12]. Auch durch die gezielte Kombination starrer und nicht-starrer Einheitszellen kann zugdominiertes Verhalten der Gesamtstruktur erzielt werden, jedoch in einem geringeren Ausmaß [12].

Wie bereits erwähnt ist aus mechanischer Sicht zugdominiertes Verhalten gegenüber biegedominiertem zu bevorzugen. Dies zeigt sich an der Skalierung der Steifigkeit sowie der Festigkeit der beiden Verformungsarten mit

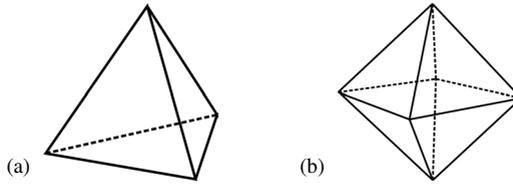


Abb. 2.2: Schematische Darstellung einer (a) tetraederförmigen und einer (b) oktaederförmigen Einheitszelle, nach [9, 10, 12]. Beide Einheitszellen erfüllen das Maxwell Kriterium (Gleichung 2.2) und sind statisch bestimmt.

der relativen Dichte des zellulären Materials $\bar{\rho}$ ($\bar{\rho} < 1$). Bei biegedominier-
tem Verhalten skalieren der Elastizitätsmodul des zellulären Materials E^*
sowie die Festigkeit bei plastischem Versagen σ_{pl}^* mit

$$\frac{E^*}{E_s} \approx \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 = \bar{\rho}^2; \quad \frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{y,s}} \approx \frac{1}{3} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2} = \frac{1}{3} \bar{\rho}^{3/2}, \quad (2.3)$$

mit E_s und $\sigma_{y,s}$ dem Elastizitätsmodul und der Streckgrenze des Vollmate-
rials [10, 14, 15]. Im Gegensatz dazu skalieren der Elastizitätsmodul E^* und
die Festigkeit bei plastischem Versagen σ_{pl}^* einer zugdominierten Struktur
linear mit der relativen Dichte $\bar{\rho}$ ($\bar{\rho} < 1$) [10, 15],

$$\frac{E^*}{E_s} \approx \frac{1}{3} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) = \frac{1}{3} \bar{\rho}; \quad \frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{y,s}} \approx \frac{1}{3} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) = \frac{1}{3} \bar{\rho}. \quad (2.4)$$

Folglich sind bei gleichem verwendeten Vollmaterial sowie gleicher relati-
ver Dichte die Steifigkeit und die Festigkeit eines zellulären Materials mit
zugdominiertem Verhalten um einen Faktor $1/(3\bar{\rho})$ bzw. $1/\sqrt{\bar{\rho}}$ höher als mit
biegedominiertem.

Das unterschiedliche Verhalten biegedominierter und zugdominierter zellu-
lärer Materialien unter Druckbelastung wird auch anhand ihrer Spannungs-
Dehnungs-Diagramme deutlich [10], wie in Abbildung 2.3 dargestellt. Bie-
gedominierte Materialien (dargestellt in (a)) verhalten sich linear-elastisch
(Elastizitätsmodul E^*) bis zum Erreichen der elastischen Grenze. An diesem

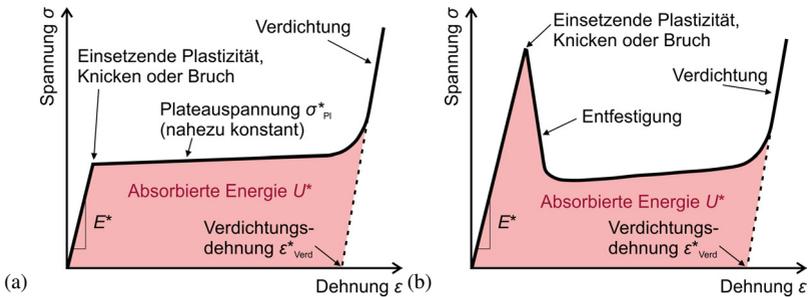


Abb. 2.3: Schematische Darstellung von Spannungs-Dehnungs-Diagrammen zellulärer Materialien mit (a) biegedominiertem Verhalten und (b) zugdominiertem Verhalten unter Druckbelastung, nach [10].

Punkt beginnen die Kanten der einzelnen Zellen zu fließen, zu knicken oder zu brechen. Welches Versagensverhalten hierbei ausschlaggebend ist, liegt an der jeweiligen geringsten Festigkeit. Die Proportionalitätskonstante und der Exponent zur Berechnung der maximalen Spannung mit Gleichung 2.3 variieren hierbei je nach Versagenskriterium [10, 14]. Anschließend versagt das Material zunehmend bei der nahezu konstanten Plateauspannung σ_{Pl}^* , bis gegenüberliegende Zellwände einander berühren. Dies geschieht bei der Verdichtungsdehnung ϵ_{Verd}^* . Ab dieser Dehnung steigt die Spannung steil an, das zelluläre Material verdichtet. Die während der Belastung absorbierte Energie kann anhand der Fläche unter der Spannungs-Dehnungs-Kurve ermittelt werden und ist näherungsweise $U^* \approx \sigma_{Pl}^* \cdot \epsilon_{Verd}^*$ [10]. Bei zugdominierten Strukturen zeigt der Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve ein anderes Verhalten (dargestellt in Abbildung 2.3 (b)) [10]. Zunächst verformt sich das Material ebenfalls elastisch bis zum einsetzenden Versagen bei σ_{Pl}^* . Welcher Versagensmechanismus hierbei ausschlaggebend ist, entscheidet wiederum die geringste Festigkeit. Je nach Versagensmechanismus variieren dadurch die Proportionalitätskonstante sowie der Exponent von $\bar{\rho}$ zur Berechnung der maximalen Spannung in Gleichung 2.4 [10]. Bei sprödem Versagen durch Brechen von Zellkanten kann die Proportionali-

tätskonstante jedoch nicht eindeutig bestimmt werden [10]. Dies liegt am statistischen Verhalten von Sprödbrüchen, welche abhängig von vorhandenen Defekten im Material sind [10]. Infolge der Belastung des Materials auf Zug und Druck sind plastische Verformung durch Knicken sowie Bruch im Allgemeinen am Versagen der Struktur beteiligt. Dies führt zu einem Erweichen der Strukturen und somit zu einem deutlichen Absinken der Spannung. Bei der Verdichtungsdehnung ϵ_{Verd}^* beginnt wiederum die Verdichtung der Struktur begleitet von einem starken Anstieg der Spannung. Die Bestimmung der absorbierten Energie während der Verformung erfolgt ebenfalls durch die Fläche unterhalb der Spannungs-Dehnungs-Kurve. Aufgrund des entfestigenden Verhaltens sind zugdominierte Materialien zur Energieabsorption im Allgemeinen jedoch weniger geeignet [10]. Darüber hinaus ist die auf das Material übertragene Maximalspannung σ_{Pl}^* höher als die Spannung, bei welcher ein Großteil der Energie dissipiert wird [16, 17].

2.2 Mechanischer Größeneffekt

Variierende Längenskalen beeinflussen die mechanischen Eigenschaften von Materialien. Die Materialeigenschaften sind hierbei abhängig von zwei unterschiedlichen, konkurrierenden Größen [18]: der charakteristischen Länge des zugrundeliegenden physikalischen Phänomens sowie der mikrostrukturellen Größe. Dies können bei metallischen Werkstoffen beispielsweise die Krümmung der Versetzungslinie (charakteristische Länge) sowie der Abstand zwischen Versetzungshindernissen (mikrostrukturelle Größe) sein [18]. Mit sinkender Probengröße kommen zusätzlich geometrische Einschränkungen hinzu, das heißt die mikrostrukturellen Größen werden überlagert von den geometrischen Einschränkungen, wodurch die physikalischen Eigenschaften ebenfalls beeinflusst werden [18]. Die Definition eines universellen, größenabhängigen Skalierungsgesetzes der Materialeigenschaften ist hierbei jedoch nicht möglich, da die Gewichtung verschiedener Parameter (z. B. Lastsituation und initiale Defektverteilung) auf un-

terschiedlichen Längenskalen sehr unterschiedlich ausfällt [19]. Im Allgemeinen gilt die Regel „smaller-is-stronger“, das heißt je kleiner die mikrostrukturellen oder äußeren Abmessungen eines Bauteils, umso höher sind dessen Festigkeiten [18–22], allerdings nur bis zu einer gewissen maximalen Festigkeit [18].

2.2.1 Theoretische Festigkeiten

Das Versagen eines Körpers durch Bruch führt zu einer Teilung des Körpers in zwei oder mehrere Einzelteile. Das heißt die Bindungen zwischen den Einzelkomponenten werden aufgebrochen, die Atombindungen werden getrennt [23, 24]. Die Spannung σ um Atombindungen zu trennen ist hierbei abhängig von der Distanz x zwischen den Atomen, wie in Abbildung 2.4 dargestellt [23, 24]. Unter Zugbelastung kann sie durch $\sigma(x) = \sigma_{\text{th}} \sin(\frac{\pi x}{a})$

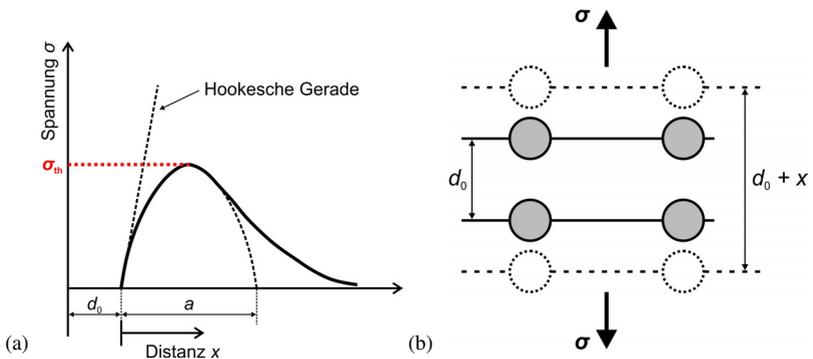


Abb. 2.4: (a) Verlauf der Spannung σ um Atombindungen zu trennen in Abhängigkeit von der Distanz x zwischen den Atomen. In (b) ist die anfängliche Distanz d_0 zwischen den Atomen im Gleichgewichtszustand visualisiert. σ_{th} ist die theoretische Festigkeit des Werkstoffs, die Länge a ist abhängig vom Bindungstyp der Atome. Nach [23].

angenähert werden, mit der maximal erreichbaren Festigkeit σ_{th} eines Werkstoffs (d. h. die theoretische Festigkeit). Dies führt für kleine Distanzen zu der Näherung $\sigma(x) \approx \sigma_{\text{th}} \frac{\pi x}{a}$. Unter Annahme des Hookeschen Geset-

zes $\sigma = E\varepsilon = E\frac{x}{d_0}$ folgt für die theoretische Festigkeit zunächst $\sigma_{\text{th}} \approx E\frac{a}{\pi d_0}$. Wird weiterhin angenommen, dass die vollständige Trennung der Atombindungen bei $a \approx d_0$ erfolgt, liegt die theoretische Festigkeit eines Werkstoffs bei [23, 24]

$$\sigma_{\text{th}} \approx \frac{E}{\pi}. \quad (2.5)$$

Die Fläche unterhalb der $\sigma(x)$ -Kurve repräsentiert hierbei die Oberflächenenergie $2\gamma_0$, welche aufgebracht werden muss um zwei neue Oberflächen (d. h. $2\gamma_0$) zu bilden [23, 24],

$$2\gamma_0 = \int_0^\infty \sigma(x)dx \approx \int_0^a \sigma_{\text{th}} \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right)dx = \sigma_{\text{th}} \frac{2a}{\pi}. \quad (2.6)$$

Wird die Trennung der Atombindungen bei $a \approx d_0$ angenommen, folgt [23, 24]

$$\gamma_0 = \sigma_{\text{th}} \frac{d_0}{\pi}. \quad (2.7)$$

Um hohe theoretische Festigkeiten zu erreichen sind somit ein hoher Elastizitätsmodul E , eine hohe Oberflächenenergie γ_0 und ein kleiner Abstand d_0 zwischen einzelnen Atomen notwendig. Die in Gleichung 2.5 angegebene theoretische Festigkeit muss jedoch als oberes Limit angesehen werden. Berechnete theoretische Festigkeiten liegen im Bereich von $\sigma_{\text{th}} \approx E/10$ [24], [25], häufig werden jedoch konservativere Abschätzungen mit $\sigma_{\text{th}} \approx E/30$ [4] oder $\sigma_{\text{th}} \approx E/50 - E/100$ [25] angewendet.

2.2.2 Spröde Werkstoffe

Die Festigkeit spröder Materialien (beispielsweise Keramiken) wird mit der sogenannten Weibull-Statistik [26] beschrieben und weist ein statistisches Verhalten in Abhängigkeit von der Defektverteilung im Material sowie der Probengröße auf [24]. Ein Körper des Volumens V besitzt eine statistische Fehlerverteilung, wobei die Fehler untereinander nicht interagieren können. Wird dieses Volumen nun in n Volumenelemente des Volumens V_0 mit der-

selben Fehlerverteilung aufgeteilt ($V = n \cdot V_0$), so besitzt V bei einer Spannung σ die Versagenswahrscheinlichkeit [24]

$$P(V) = \exp \left[-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right]. \quad (2.8)$$

Hierbei sind σ_0 und m die Weibullparameter, wobei σ_0 eine charakteristische Festigkeit ist (häufig durch die mittlere Festigkeit angenähert [24]) und $m \in (0, \infty)$ der Weibull-Modul [24]. Je höher der Weibull-Modul, umso geringer ist die Streuung der Materialfestigkeit [24]. Werden die Festigkeiten σ_1, σ_2 von zwei unterschiedlichen Volumina V_1, V_2 eines Materials mit $P(V_1) = P(V_2)$ verglichen, so gilt die Beziehung [24]

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{V_2}{V_1} \right)^{1/m}. \quad (2.9)$$

Das heißt, je größer das Volumen eines Materials, umso geringer ist dessen Festigkeit [24].

Die kritische Festigkeit σ_{Krit} , bei welcher sich ein Fehler der Länge $2a$ in einem spröden Material ausbreitet, ist nach Griffith [27] abhängig von der Fehlergröße a sowie dem Elastizitätsmodul E und der Oberflächenenergie γ_0 des Materials [24]. Unter Zuhilfenahme des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_{IC} ergibt sich die Gleichung [24]

$$\sigma_{\text{Krit}} = Y \frac{K_{\text{IC}}}{\sqrt{\pi a}}, \quad (2.10)$$

mit einem dimensionslosen Faktor Y , welcher abhängig ist von der Probegeometrie, den Lastbedingungen sowie der Lage des Fehlers in der Probe. Je größer der Fehler, umso geringer folglich die kritische Festigkeit, wobei die maximal mögliche Größe eines Fehlers naturgemäß limitiert ist durch die äußeren Abmessungen der Probe. Mit sinkender Probendicke t nimmt folglich ebenfalls die maximal mögliche Fehlergröße a_{max} ab, das heißt

$t \propto a_{\max}$. Unter der Annahme dieses Zusammenhangs kann Gleichung 2.10 umgeschrieben werden zu

$$\sigma_{\text{krit}} \propto \frac{K_{\text{IC}}}{\sqrt{\pi t}}, \quad (2.11)$$

das heißt die Festigkeit einer spröden Probe steigt mit sinkender Probendicke an. Nach Gao *et al.* [4] können somit selbst Festigkeiten im Bereich der theoretischen Festigkeit eines Materials (vergleiche Abschnitt 2.2.1) erreicht werden. Darüber hinaus wird argumentiert, dass Proben unterhalb einer kritischen Probendicke unempfindlich gegenüber existierenden Fehlern in der Probe sind [4].

Der in Gleichung 2.11 vorgeschlagene Zusammenhang konnte für keramische Dünnschichten aus Aluminiumoxid (Al_2O_3) bereits gezeigt werden [21], wobei unterhalb einer Schichtdicke von 50 nm eine konstante Festigkeit von $\sim E/30$ ermittelt wurde. Folglich unterstützen diese Untersuchungen die vorgeschlagene Unempfindlichkeit gegenüber existierenden Fehlern im Material bei Erreichen einer kritischen Schichtdicke.

2.2.3 Metallische Werkstoffe

Die Festigkeit und Verformbarkeit von metallischen Werkstoffen beruhen auf der Bewegung und der Interaktion von Versetzungen im Metallgitter. Um die Größenabhängigkeit dieser Eigenschaften zu beschreiben, wurde die Einteilung in drei unterschiedliche Bereiche von Kraft *et al.* [19] vorgeschlagen, wobei die Festlegung der Übergänge zwischen den einzelnen Bereichen von der anfänglichen Versetzungsdichte abhängig ist. Im vorgeschlagenen Bereich der größten Proben ($\gtrsim 1 \mu\text{m}$) [19] ist die freie Weglänge der Versetzungen durch die Korngröße d begrenzt, falls d unterhalb der Probenabmessungen liegt. In diesem Fall gilt die sogenannte Hall-Petch-Beziehung [28, 29], welche die Streckgrenze σ_Y in Abhängigkeit von d durch

$$\sigma_Y = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2} \quad (2.12)$$

beschreibt, mit der Festigkeit σ_0 einer makroskopischen Probe und einer Konstante k [19]. Fällt der anfängliche Abstand zwischen Versetzungen in den Längenbereich der Außenabmessungen der Proben, verliert die in Gleichung 2.12 angegebene Skalierung der Streckgrenze ihre Gültigkeit [19]. Im Nanometerbereich ($\lesssim 100$ nm) können schließlich sehr hohe Festigkeiten nahe der theoretischen Festigkeit erreicht werden [19].

2.3 Strukturen mit 3D Mikroarchitektur

Werden die in den vorhergehenden Abschnitten genannten Eigenschaften, eine zugdominierte Struktur und der mechanische Größeneffekt, nun kombiniert, entstehen Strukturen mit spezifischer 3D Mikroarchitektur, welche außergewöhnliche Eigenschaften erzielen können. Im folgenden Abschnitt werden zunächst Herstellungsmethoden für diese Strukturen vorgestellt, wobei verschiedene Materialien und Architekturen Anwendung finden. Unterschiedliche Kombinationen von Basismaterialien und spezifischen Architekturen führen wiederum zu unterschiedlichen Struktureigenschaften, welche im darauffolgenden Abschnitt aufgezeigt werden. Im weiteren Verlauf der Arbeit werden Strukturen mit 3D Mikroarchitektur als Strukturen bezeichnet.

2.3.1 Herstellung – Materialien und Design

Polymere sind im Allgemeinen das Basismaterial für Strukturen, um die spezifische 3D Mikroarchitektur vorzugeben. Es existieren mehrere Verfahren, um diese Strukturen mit architektonischen Details im Mikrometerbereich herzustellen. Eines ist die 3D Laserlithografie oder auch 3D direktes Laserschreiben (3D-DLW), welche im Rahmen dieser Arbeit angewendet wurde. Mit dieser Methode wurden Strukturen mit unterschiedlichen Mikroarchitekturen realisiert [30, 31]. Unter Verwendung des kommerziellen Systems Nanoscribe Photonic Professional können strukturelle Details mit

einer Auflösung von $\sim 200\text{ nm}$ – $1\ \mu\text{m}$ erzielt werden [32]. Eine genaue Beschreibung dieser Methode erfolgt in Abschnitt 3.1. Eine weitere Herstellungsmethode ist das Verfahren der „Self-Propagating Photopolymer Waveguides“ [6] (frei übersetzt: „selbstaussbreitende fotopolymere Wellenleiter“). Eine zweidimensionale Maske wird hierbei mit UV-Licht bestrahlt, wodurch im darunterliegenden fotosensitiven Monomer eine Polymerisation initiiert wird [6]. Eine Steuerung der Architektur wird durch die zweidimensionale Maske sowie der Orientierung und des Winkels des auftreffenden UV-Lichts sichergestellt. Die Möglichkeit große Strukturen in kurzer Zeit herzustellen [6] stellt einen Vorteil dieser Methode dar, jedoch können nur Strukturdetails in linearer Verlängerung der Maske hergestellt werden [8]. Zur Herstellung einer Struktur aus polymerem Basismaterial kann darüber hinaus die Methode der Projektionsmikrostereolithografie verwendet werden [7]. Hierbei wird durch die schichtweise Aushärtung eines fotosensitiven Monomers die Herstellung einer beliebigen dreidimensionalen Struktur ermöglicht [7]. Mit der „Self-Assembly“ (frei übersetzt: „Selbstanordnung“ oder „eigenständige Anordnung“) ist es möglich, bereits Strukturen aus anderen Materialien als Polymeren herzustellen [33]. Insbesondere die geringe architektonische Vielfalt und mögliche auftretende Defekte in den Strukturen limitieren die Anwendung dieser Methode zur Herstellung exakter Strukturen jedoch aktuell [8].

Um die Eigenschaften der Strukturen aus polymerem Basismaterial zu verändern und zu optimieren, können weitere Verfahrensschritte durchgeführt werden. Soll das polymere Basismaterial beibehalten werden, ist es möglich die mechanischen Eigenschaften des verwendeten Fotopolymers weiter zu beeinflussen. Feng *et al.* [34] zeigten eine Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften des Fotolacks SU-8 (MicroChem Corp. [35]) von unterschiedlichen Aushärtungsprozessen im Anschluss an die Polymerisation. Auch für den im Rahmen dieser Arbeit angewendeten Fotolack IP-Dip [36] wurde eine Festigkeitserhöhung durch eine Wärmebehandlung im Anschluss an die Polymerisation beobachtet [37]. Darüber hinaus können

durch UV-Belichtung die mechanischen Eigenschaften von IP-Dip beeinflusst werden [38].

Durch eine Beschichtung der Strukturen aus meist polymerem Basismaterial mit keramischen oder metallischen Schichten können die Eigenschaften der Strukturen ebenfalls verändert werden. Eine keramische Beschichtung erfolgt im Allgemeinen durch die Atomlagenabscheidung (ALD, engl. atomic layer deposition), wobei sowohl Kompositstrukturen (Polymer-Keramik [30, 37, 39], Siliziumdioxid-Titandioxid [33, 40]), als auch keramische Hohlstrukturen [7, 31, 41, 42] hergestellt wurden. Zur Herstellung von Hohlstrukturen wird die polymere Struktur im Anschluss an die keramische Beschichtung durch chemisches Ätzen [31, 41] oder thermische Zersetzung [7] entfernt. Metallische Hohlstrukturen [7, 42–47] sowie Kompositstrukturen aus Polymer mit amorpher [48] oder hoch-entropischer (engl. high entropy alloy (HEA)) [49] Metallbeschichtung wurden ebenfalls untersucht. Um die Polymerstrukturen zu beschichten kommen die stromlose, chemische Beschichtung [7, 42–44, 46, 48] sowie Verdampfungs- [42] und Sputterprozesse [45, 47, 49] zum Einsatz. Im Anschluss an die stromlose, chemische Beschichtung ist eine weitere Nickelbeschichtung der Strukturen durch Galvanisierung möglich [44]. Um eine metallische Hohlstruktur zu erhalten, erfolgt die Entfernung der Polymerstruktur auf die gleiche Weise wie nach einer keramischen Beschichtung.

Die Strukturen aus polymerem Basismaterial können auch in Strukturen mit verändertem Basismaterial umgewandelt werden. Keramische Strukturen aus Aluminiumoxid [7] und Siliziumdioxid [50] sowie metallische Strukturen aus nanokristallinem und nanoporösem Nickel [51] wurden in diesem Zusammenhang vorgestellt. Werden die polymeren Strukturen einem Pyrolyseprozess in Argonatmosphäre [52] oder in Vakuum [53] unterzogen, ist es möglich Strukturen aus dem Basismaterial Glaskohlenstoff herzustellen. Bei Glaskohlenstoff handelt es sich um ein Kohlenstoffallotrop, welches eine hohe Festigkeit und Härte aufweist [54] sowie einen Elastizitätsmodul im Bereich von 15–30 GPa [53–56]. Die geringe Dichte

von $1,3\text{--}1,5\text{ g/cm}^3$ ist auf die poröse Struktur des Materials zurückzuführen [54, 55]. Glaskohlenstoff ist korrosionsbeständig [54, 55] sowie elektrisch leitfähig und chemisch inert [55]. Aufgrund der geschlossenzelligen Struktur des Glaskohlenstoffs ist zusätzlich eine Gasundurchlässigkeit gewährleistet [54, 55]. Das Ramanspektrum von Glaskohlenstoff, welcher ebenfalls aus polymerem Fotolack hergestellt wurde [57], zeigt eine Überlappung von sp^2 und sp^3 Hochpunkten, was auf eine Mischung aus geordnetem und ungeordnetem Kohlenstoff zurückzuführen ist [57].

Neben verschiedenen Materialzusammensetzungen können auch die architektonischen Details der Strukturen variiert werden. Je nach Anwendungsfall sind hierbei andere Voraussetzungen gefordert [58]. Im Rahmen einer vorhergehenden Doktorarbeit [37] wurden die in Abbildung 2.5 dargestellten Strukturen mit unterschiedlichen Gestaltfindungsmethoden entwickelt und untersucht. Es handelt sich um eine Honigwabenstruktur (a), eine hexagonale Struktur (b), eine kubisch-verspannte Struktur (c) und eine Tetraederstruktur (d). Im weiteren Verlauf der Arbeit wird die kubisch-verspannte Struktur als kubische Struktur bezeichnet. Bei einer uniaxialen Vertikalbelastung der Strukturen, zeigen diese ein zugdominiertes Verhalten (vergleiche Abschnitt 2.1) [37]. Die Honigwabenstruktur weist infolge ihrer in Belastungsrichtung ausgerichteten Zellwände eine hohe Stabilität bei dieser Belastungsrichtung auf. Die Anisotropie der Strukturen nimmt von der Honigwabenstruktur über die hexagonale und die kubische Struktur bis zur Tetraederstruktur ab. Aufgrund fehlender zusätzlicher Verspannungen besitzt die hexagonale Struktur keine zusätzliche Absicherung gegen Strukturknicken, was insbesondere bei nicht perfekt ausgerichteter Vertikalbelastung zu frühzeitigem Versagen führen kann. Um die Knickstabilität der Vertikalstäbe in der hexagonalen und der kubischen Struktur zu verbessern, sind diese in Form eines Fasses gestaltet mit dem größten Durchmesser auf halber Höhe des Vertikalstabs [37]. Die maximale Dreiecksverspannung der Tetraederstruktur führt zu einem maximal zugdominierten Verhalten dieser Strukturen (vergleiche Abbildung 2.2).

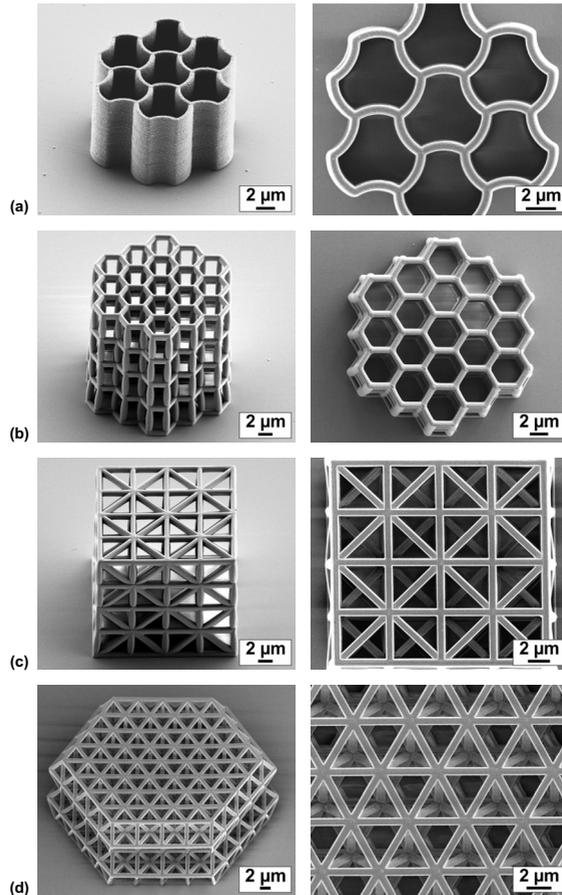


Abb. 2.5: Rasterelektronenmikroskopieaufnahmen der Strukturen mit unterschiedlichen 3D Mikroarchitekturen: (a) Honigwabenstruktur, (b) hexagonale Struktur, (c) kubisch-verspannte Struktur (im weiteren Verlauf der Arbeit als "kubische Struktur" bezeichnet), (d) Tetraederstruktur. Es ist jeweils eine Ansicht der Gesamtstruktur abgebildet (links), sowie eine Draufsicht der Struktur (rechts).

2.3.2 Eigenschaften von Strukturen mit 3D Mikroarchitektur

Infolge der Ausnutzung der spezifischen 3D Architektur sowie des mechanischen Größeneffekts können die Strukturen sowohl außergewöhnliche Druckfestigkeiten als auch Steifigkeiten erzielen [7, 30, 33, 39, 53]. Eine Zusammenfassung der Druckfestigkeitswerte unterschiedlicher Veröffentlichungen ist in Abbildung 2.6 dargestellt. Materialien mit gleicher spezifischer Festigkeit, das heißt mit einem gleichen Verhältnis aus Festigkeit und Dichte, liegen hierbei auf einer Geraden der Steigung eins. Strukturen aus

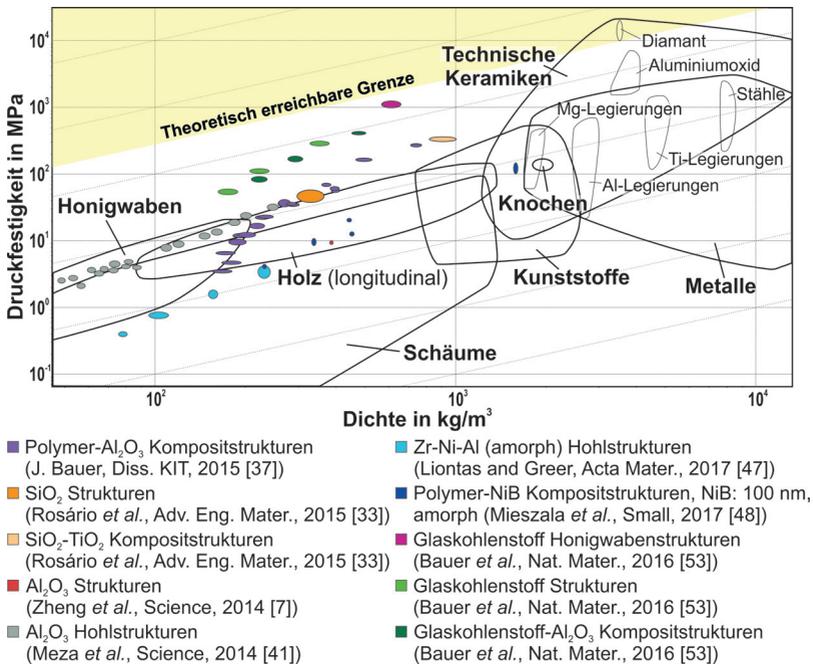


Abb. 2.6: Druckfestigkeit als Funktion der Materialdichte, um Festigkeiten bekannter Vollmaterialien mit Literaturwerten von Strukturen mit spezifischer 3D Mikroarchitektur [7, 33, 37, 41, 47, 48, 53] zu vergleichen. Die theoretisch erreichbare Obergrenze ist durch Diamant gegeben, das stärkste bekannte Vollmaterial. Diagrammerstellung mit CES EduPack [59].

Glaskohlenstoff [53] weisen die höchsten spezifischen Festigkeitswerte der verschiedenen Strukturen auf. Insbesondere die Honigwabenstrukturen aus Glaskohlenstoff liegen nahe der theoretisch erreichbaren Obergrenze, welche durch Diamant, das stärkste bekannte Vollmaterial, gegeben ist. Neben der spezifischen Architektur wurde bei Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff auch der Größeneffekt deutlich ausgenutzt; mit sinkender Strukturgröße wurden höhere spezifische Festigkeiten ermittelt [53]. Die im Rahmen der vorhergehenden Arbeit entwickelten Kompositstrukturen aus Polymer- Al_2O_3 [30,37,39] (vergleiche Abbildung 2.5) weisen ebenfalls hohe spezifische Festigkeiten auf und übertreffen die spezifischen Festigkeiten der meisten Schaummaterialien. Darüber hinaus wurde auch für diese Strukturen der mechanische Größeneffekt durch sinkende Strukturgrößen gezeigt [37, 39]. Sehr niedrige Dichtewerte sind im Gegensatz dazu bei Hohlstrukturen aus Aluminiumoxid [41] und amorphem Zr-Ni-Al [47] erreichbar.

Durch sinkende Wandstärken bei Hohlstrukturen aus Keramik [41, 60] und Metall [42–44] wurde eine Unterdrückung von sprödem Materialversagen beobachtet, sowie eine deutliche Rückverformung nach Entlastung. Dieses Verhalten wurde auf lokalisierte, elastische Verformungsmechanismen infolge des niedrigen Aspektverhältnisses aus Wandstärke und Balkendurchmesser zurückgeführt [41–44,60]. Polymer- Al_2O_3 Kompositstrukturen weisen im Gegensatz dazu keine ausgeprägte Rückverformung auf [30, 37].

Energiedissipation wird in Vollmaterialien im Allgemeinen über Bruch, plastische Deformation sowie intrinsische Materialdämpfung sichergestellt; bei zellulären Materialien sind elastisches Knicken oder Beulen zusätzliche Mechanismen [8]. Salari-Sharif *et al.* [61] ermittelten für metallische Hohlstrukturen mit spezifischer Architektur mehrere Mechanismen, welche zur Energiedissipation unter Druckbelastung beitragen. Deformationsmechanismen mit Bruch, plastischer Verformung und elastischem Knicken von Balken spielen hierbei eine wichtige Rolle [61]. Darüber hinaus sind reibungsinduzierte Effekte beteiligt; zum einen zwischen mehreren Strukturbauteilen, welche bei höheren Dehnungs- bzw. Stauchungswerten in Kontakt

kommen, zum anderen zwischen Bruchoberflächen in Mikrorissen in der Struktur [61]. Intrinsische Materialdämpfung des verwendeten Vollmaterials sowie viskose Dämpfung der Luft, welche die Struktur umgibt, können ebenfalls einen Beitrag leisten [61]. Neben den beschriebenen Effekten ist es in zellulären Materialien möglich, dass durch gedämpfte Vibrationen bei hohen Frequenzen Energie dissipiert wird [8]. Diese Vibrationen werden durch plötzliche Wechsel zwischen einem ungeknickten und einem geknickten Zustand von Zellbalken induziert [8].

In Bezug auf Energiedissipation sind biegedominierte Strukturen gegenüber den zugdominierten im Allgemeinen zu bevorzugen (vergleiche Abschnitt 2.1). Für metallische Hohlstrukturen [16, 17, 43, 44, 61] wurden jedoch im Hinblick auf Energieabsorption ebenfalls gute Eigenschaften nachgewiesen. Wichtig für Energieabsorptionsanwendungen sind neben der dissipierten Energie während eines Belastungszyklus auch die Rückverformung des Materials, die Beibehaltung der Festigkeit und die damit verbundene Möglichkeit in weiteren Zyklen Energie zu dissipieren. Für die metallischen Hohlstrukturen wurden während eines ersten Druckbelastungszyklus Bruch und plastische Verformung als Hauptträger der Energiedissipation ermittelt, während in weiteren Zyklen elastische Mechanismen vorherrschten [43, 44, 61]. Um Energie während mehreren Druckbelastungszyklen zu dissipieren ist das Design spezifischer Strukturen möglich, welche Knickelemente besitzen [62] oder mehrere stabile Konfigurationen aufweisen [63, 64]. Bei der Menge der dissipierten Energie spielen die Architektur sowie die Dimensionen der Strukturen eine wichtige Rolle. Für Polymer-NiB Kompositstrukturen wurde ein Einfluss der spezifischen Architektur sowie der NiB-Schichtdicke auf die dissipierte Energie ermittelt [48]. Hammer *et al.* [65] untersuchten mit Finite Elemente (FE) Analysen den Einfluss der Architekturdetails von pyramidalen Strukturen auf die Energiedissipation. Anhand dieser Simulationen konnte gezeigt werden, dass die pyramidalen Strukturen bei höheren Spannungen mehr Energie dissipieren können als Schaummaterialien [65].

Wie in Abschnitt 2.1 beschrieben, beeinflussen die spezifische Architektur und die damit verbundenen Verformungsmechanismen der zellulären Materialien das Skalierungsverhalten von Festigkeit und Steifigkeit in Bezug auf die Dichte. Zugdominierte Strukturen sind biegedominierten bei gleicher Dichte in dieser Hinsicht folglich überlegen (vergleiche Gleichungen 2.3 und 2.4). Meza *et al.* [66] beschreiben jedoch eine Abweichung von diesen theoretischen Formulierungen. Die Relevanz der relativen Dichte für die Festigkeit und die Steifigkeit von Strukturen und nur eine untergeordnete Rolle der spezifischen Architektur wurde beobachtet [66].

2.4 Ziel der Arbeit

Ausgehend vom beschriebenen Stand der Forschung ist die Zielsetzung der vorliegenden Arbeit eine mechanische Charakterisierung hochfester Strukturen. Der Fokus der Untersuchungen liegt hierbei auf dem Zusammenspiel zwischen dem Materialverhalten der verwendeten Basismaterialien und dem Strukturverhalten unterschiedlicher 3D Mikroarchitekturen sowie dem daraus resultierenden Verformungs- und Schädigungsverhalten.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden unterschiedliche Strukturen untersucht, welche in Abbildung 2.5 gezeigt sind. Darüber hinaus wurden die Strukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien hergestellt, wobei jeweils die mechanischen Eigenschaften der Basismaterialien untersucht wurden sowie deren Einfluss auf das Strukturverhalten. Das Strukturverhalten wurde unter Druckbelastung analysiert und es wurden die maximale Festigkeit und die Steifigkeit der Strukturen ermittelt sowie Mikroskopaufnahmen der Strukturen im Anschluss an die Druckversuche analysiert. In Bezug auf die unterschiedlichen Basismaterialien wurde der zur Strukturherstellung verwendete Fotolack IP-Dip in verschiedenen Materialzuständen getestet: zum einen im Zustand direkt nach dem Herstellungsprozess durch das 3D-DLW, zum anderen nach einer Wärmebehandlung. Darüber hinaus wurden neben polymeren Proben des Fotolacks IP-Dip pyrolysierte Pro-

ben untersucht, das heißt Proben aus Glaskohlenstoff. Der Einfluss mehrerer verwendeter Basismaterialien auf das Strukturverhalten wurde anhand von Polymer-Metall Kompositstrukturen und Polymer-Keramik Kompositstrukturen ermittelt. Das Verformungs- und Schädigungsverhalten der Strukturen unter Druckbelastung wurde *in situ* im Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht, um das Strukturverhalten in Echtzeit beobachten zu können. Hierbei wurde darüber hinaus der Einfluss unterschiedlicher Belastungsarten auf das Strukturverhalten analysiert sowie das Energiedissipationsvermögen der Strukturen; es wurden die Dehnrates und die Anzahl der durchgeführten Belastungszyklen variiert.

3 Methoden und Prozesse

3.1 3D direktes Laserschreiben

Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Strukturen wurden mit der 3D Laserlithografie oder auch 3D direktes Laserschreiben (3D-DLW) hergestellt. Hierbei wurde das kommerzielle System Nanoscribe Photonic Professional verwendet (Nanoscribe GmbH) [5]. Das Verfahren des 3D direkten Laserschreibens basiert auf der Zwei-Photonen-Polymerisation, welche zur Herstellung von 3D Strukturen von Maruo *et al.* [67] erstmals vorgestellt wurde. Bei der Zwei-Photonen-Polymerisation wird ein monomeres, löslicher Fotolack mit einem fokussierten Laserstrahl belichtet, wobei nahezu gleichzeitig zwei Photonen am selben Ort absorbiert werden und somit eine Polymerisation des Fotolacks erreicht wird [68]. Die nahezu gleichzeitige Absorption zweier Photonen am selben Ort ist nur durch einen ultrakurzgepulsten und fokussierten Laserstrahl möglich [68, 69]. Infolge der Polymerisation kommt es zu einer Vernetzung des monomeren Fotolacks, wodurch hartes, unlösliches Polymer entsteht. Die Volumengröße, auch Voxel genannt, welche infolge der Polymerisation erhärtet, ist abhängig von der Absorptionsschwelle des Fotolacks, unterhalb derer keine Polymerisation einsetzt [68] (siehe Abbildung 3.1 rechts). Da die Zwei-Photonen-Absorption abhängig vom Quadrat der Intensität des Laserlichts ist [68, 69], ist diese Absorptionsschwelle sehr gering, wodurch sehr kleine Voxelgrößen und somit hohe Auflösungen möglich sind. Um schließlich eine 3D Struktur zu erhalten, müssen Fotolack und Laserstrahl relativ zueinander bewegt werden.

Eine schematische Darstellung des Aufbaus des 3D-DLW Prozesses von Nanoscribe ist in Abbildung 3.1 gezeigt. Die Bewegung des Fotolacks re-

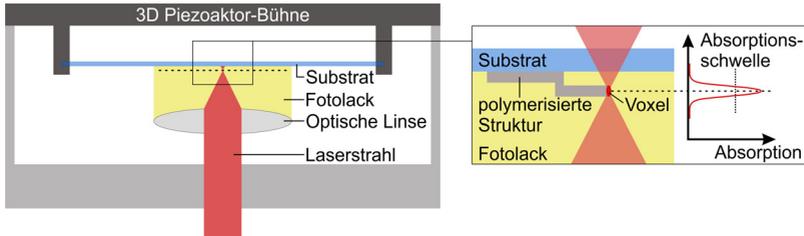


Abb. 3.1: Prinzip des 3D direkten Laserschreibens im DiLL-Modus des Nanoscribe Photonic Professionals.

lativ zum fokussierten Laserstrahl wird hierbei durch eine 3D Piezoaktor-Bühne sichergestellt, wodurch der Fotolack gemeinsam mit dem Substrat bewegt werden kann und somit die Herstellung von 3D Strukturen mit nahezu beliebiger Architektur möglich ist. Der maximal mögliche Bewegungsraum der Piezo-Bühne hat ein Volumen von $300 \times 300 \times 300 \mu\text{m}^3$ [32], größere jedoch ungenauere Bewegungen sind mit einer motorisierten xy-Bühne möglich [5]. Der verwendete Laser ist ein mit Erbium dotierter, gepulster Femtosekundenlaser mit einer Wellenlänge von 780 nm [5]. Die in Abbildung 3.1 dargestellte Schreibkonfiguration ist die sogenannte „Dip-in Laser Lithography“ Konfiguration (DiLL). Hierbei wird die optische Linse zur Fokussierung des Laserstrahls direkt in den flüssigen Fotolack getaucht, welcher auf der Unterseite des Substrats aufgebracht ist. Vorteile dieser Konfiguration sind eine höhere Auflösung sowie eine uneingeschränkte Höhe der geschriebenen Struktur [5]. Zusätzlich können auch opake Substrate verwendet werden, da der Laserstrahl nicht durch das Substrat laufen muss. Bei der konventionellen Anordnung des 3D-DLW ist der Fotolack auf der Oberseite des Substrats aufgebracht und die Fokuslinse wird in ein Immersionsöl auf der Unterseite des Substrats getaucht. Aufgrund der nicht perfekt aufeinander einstellbaren Brechungsindizes von Öl, Substrat und Fotolack

kommt es zu Aberration und infolgedessen zu einem starken Verlust von Auflösung und Laserintensität mit zunehmender Strukturhöhe [5]. In der DiLL-Konfiguration werden diese Limitierungen umgangen, indem der Fotolack zugleich als Immersionsöl sowie als fotosensitives Material dient. Der werkseigene Fotolack IP-Dip [36] (Nanoscribe GmbH) ist indexabgestimmt für die DiLL-Konfiguration, um eine größtmögliche Auflösung des Schreibprozesses zu erzielen. Die Auflösung von IP-Dip liegt bei ≤ 200 nm in horizontaler Richtung (typischerweise 150 nm) und ≤ 1000 nm (typischerweise 800 nm) in vertikaler Richtung [5]. Bei IP-Dip handelt es sich um einen Negativ-Fotolack, das heißt belichtete Bereiche werden unlöslich und hart, im Gegensatz dazu werden bei Positiv-Fotolacken belichtete Bereiche löslich [68, 69]. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ausschließlich IP-Dip für alle hergestellten Strukturen verwendet. IP-Dip besteht aus einer Epoxidharzbasis [37] in Kombination mit Acrylat [70], welches eine häufige Zusammensetzung von Fotolacken darstellt [71, 72].

Die Programmierung der 3D Strukturen für den Nanoscribe-Schreibprozess kann auf zwei unterschiedliche Arten erfolgen: Ein CAD-Modell (engl. Computer-Aided Design, CAD) wird erstellt und nachfolgend mit der Software Nanoslicer (Nanoscribe GmbH) automatisch in ein Schreibprogramm konvertiert. Der Schreibprozess erfolgt hierbei ausgehend vom Substrat in horizontalen Schichten. Die zweite Möglichkeit ist die eigenständige Erstellung des Schreibprogramms, in welchem die einzelnen Koordinaten der Struktur definiert sind. Auf diese Weise ist ein räumlicher Schreibprozess mit variierenden Schreibparametern (insbesondere Laserintensität und Schreibgeschwindigkeit) in den einzelnen Struktur möglich. Die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Strukturen wurden durch eine manuelle Programmierung der Einzelkoordinaten geschrieben, wobei die Software Matlab (The MathWorks, Inc.) verwendet wurde. Strukturbalken mit quadratischen Querschnitten werden aufgrund der elliptisch geformten, polymerisierten Horizontallinien durch direkt nebeneinander geschriebene Linien realisiert [37, 73]. Die Darstellung der programmierten Strukturen vor

dem Schreibprozess wird mit der Software DeScribe (Nanoscribe GmbH) ermöglicht.

Im Anschluss an den Schreibprozess müssen die verbleibenden löslichen Anteile des Fotolacks entfernt werden, um ausschließlich die gehärteten, polymeren Strukturen zu erhalten. Bei IP-Dip erfolgt dieser Entwicklungsprozess in Propylenglycolmonomethyletheracetat (PGMEA) [36], im Rahmen dieser Arbeit für 20 min. Um Verzerrungen der Struktur während des Trocknungsprozesses zu vermeiden, werden die Strukturen im Anschluss überkritisch getrocknet. Während des Prozesses wird ein Reinigungsbad aus Isopropanol in mehreren Zyklen möglichst vollständig durch flüssiges Kohlendioxid (CO₂) ausgetauscht. Anschließend wird das flüssige CO₂ oberhalb seines kritischen Punkts gebracht und von dort aus in die Gasphase überführt, indem der Druck bei konstanter, überkritischer Temperatur verringert wird [74]. Ein Medium befindet sich oberhalb seines kritischen Punkts in einem Zustand, der eine Unterscheidung zwischen flüssig und gasförmig nicht ermöglicht. Auf diese Weise wird eine verzerrungsfreie Trocknung möglich, da kein direkter Übergang von der flüssigen in die gasförmige Phase stattfindet [74]. Der kritische Punkt von CO₂ liegt bei 31 °C und 74 bar und ist somit erreichbar [74]. Die überkritische Trocknung erfolgt mit dem EM CPD300 (Leica Microsystems GmbH) [74].

Aufgrund der Vernetzung des Polymers während der Zwei-Photonen-Absorption kommt es zu einer Schrumpfung der Struktur und einer Erhöhung der Materialdichte [68]. Bei IP-Dip wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Schrumpfung der Außenabmessungen von ~7 % in der Höhe (d. h. in vertikaler Richtung) sowie ~4 % in horizontaler Richtung ermittelt, wie in Tabelle A.1 im Anhang angegeben. Die Dichte von IP-Dip im polymerisierten Zustand liegt bei 1190–1370 kg/m³ [30].

3.2 Wärmebehandlung und Pyrolyse

Um den Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Materialeigenschaften des verwendeten polymeren Fotolacks IP-Dip und folglich auf die Eigenschaften der Strukturen zu ermitteln, wurden ausgewählte Proben in einem 1-Zonen-Glasrohrföfen (Heraeus) in Vakuum ($10^{-6} - 10^{-5}$ mbar) wärmebehandelt. Die Wärmebehandlungen erfolgten bei Temperaturen von $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ sowie bei $250\text{ }^{\circ}\text{C}$, wobei die maximale Aufheizrate $11\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ betrug [75]. Nach Erreichen der gewünschten Temperatur wurde diese für unterschiedliche Zeitdauern zwischen 0 min und 150 min gehalten. 0 min bedeutet hierbei, dass die Probe sofort nach Erreichen der gewünschten Temperatur wieder abgekühlt wurde. Die Abkühlung erfolgte bei Raumtemperatur. Infolge der Wärmebehandlungen bei $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ist kein Verzug und keine Schrumpfung der Strukturen zu beobachten, wie in Abbildung 3.2 zu sehen. Im weiteren Verlauf der Arbeit werden Proben ohne Wärmebehandlung und wärmebehandelte Proben durch die Bezeichnungen OWB-Proben (Proben ohne weitere Wärmebehandlung, d. h. im Zustand direkt nach dem 3D-DLW) und WB-Proben (wärmebehandelte Proben) unterschieden.

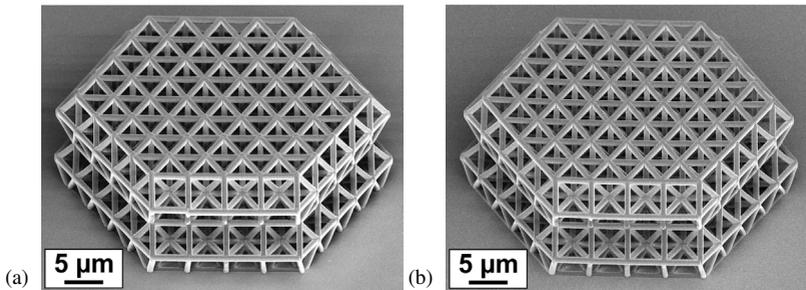


Abb. 3.2: REM-Aufnahmen von Tetraederstrukturen (a) ohne und (b) mit Wärmebehandlung. Es werden weder Verzug noch Schrumpfung infolge der Wärmebehandlung beobachtet. In Anlehnung an [75].

Zusätzlich zu den beschriebenen Wärmebehandlungen wurden Pyrolyseprozesse unter Vakuum ($10^{-6} - 10^{-5}$ mbar) im 1-Zonen-Glasrohrföfen (Herae-

us) durchgeführt. Es wurden sowohl Tetraederstrukturen unterschiedlicher Größen als auch Mikrodrucksäulen pyrolysiert, wobei alle Strukturen durch 3D-DLW hergestellt wurden. Der Pyrolyseprozess erfolgte in mehreren Stufen [53, 57]: Zunächst wurden die Proben mit einer maximalen Aufheizrate von $11\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ auf $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ erhitzt und dort für etwa 20 min gehalten, anschließend erfolgte eine weitere Aufheizung mit $3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ auf $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit einer Haltedauer von 60 min. Der letzte Prozessschritt erfolgte bei $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ für 60 min, wobei die Aufheizrate auch für diesen Schritt $3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ betrug. Die Abkühlung der Proben fand im Ofen statt, mit einer maximalen Rate von $-4\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Der zusätzliche Prozessschritt bei $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ wurde im Gegensatz zum Prozess von Lim *et al.* [57] eingeführt, da die verzugsfreie Wärmebehandlung von Strukturen aus IP-Dip bei diesen Temperaturen bereits bekannt war (vergleiche Abbildung 3.2). Während der ersten beiden Heizschritte erfolgt die Entgasung sowie der Hauptanteil des Schrumpfungsprozesses, während im letzten Prozessschritt die Karbonisierung stattfindet [53, 57]. Eine Schrumpfung bis auf $\sim 16\%$ der Originalgröße wurde beobachtet (siehe Tabellen A.9 und A.10 im Anhang), abhängig von der Ausgangsgröße der polymeren Struktur oder Mikrodrucksäule. Die Schrumpfung während des Pyrolyseprozesses für eine Tetraederstruktur mit Anfangsbalkenlänge von $5\text{ }\mu\text{m}$ ist in Abbildung 3.3 zu sehen. Um eine gleichmäßige Schrumpfung der Tetraederstrukturen zu gewährleisten, wurden diese sowohl auf Säulen als auch auf spiralförmige Stützstrukturen geschrieben [53]. Um eine homogene Schrumpfung der Mikrosäulen während der Pyrolyse zu ermöglichen sowie ein Ablösen der Säulen vom Substrat (Siliziumwafer) zu verhindern, wurde auf den Siliziumwafer zunächst eine dünne Schicht mit größerem Radius als die Mikrodrucksäule geschrieben, auf welche im Anschluss das Schreiben der Mikrodrucksäulen erfolgte (siehe Abbildung 3.4 (a)).

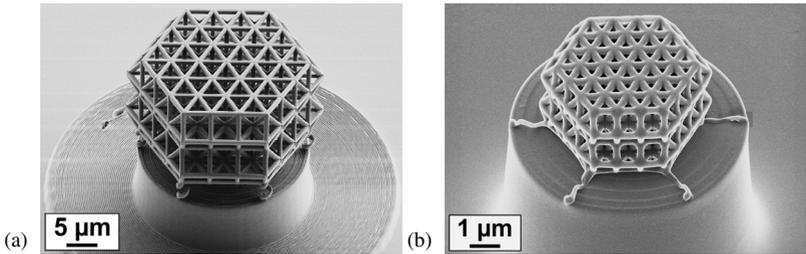


Abb. 3.3: Aufnahmen von Tetraederstrukturen (a) vor der Pyrolyse (REM-Aufnahme) und (b) nach der Pyrolyse (Aufnahme mit Heliumionenmikroskop (HIM)). Die Schrumpfung infolge des Pyrolyseprozesses wird deutlich, vor der Pyrolyse weist die Struktur eine Balkenlänge von $\sim 5 \mu\text{m}$ auf, nach der Pyrolyse von $\sim 800 \text{ nm}$. Die Struktur in (a) besteht aus polymerem Basismaterial, die Struktur in (b) aus Glaskohlenstoff.

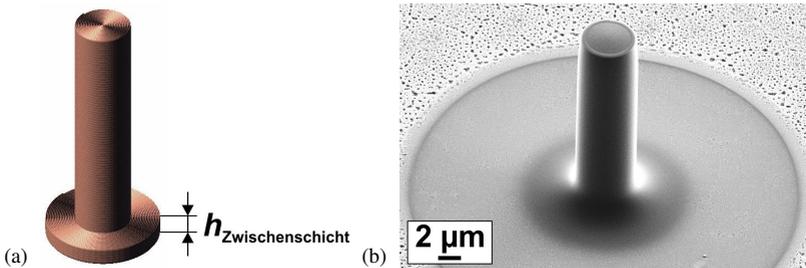


Abb. 3.4: (a) Modell der Mikrodrucksäule für den Schreibprozess, visualisiert mit der Nanoscribe-Software DeScribe. Die Höhe der dünnen Schicht aus IP-Dip ($h_{\text{Zwischenschicht}}$), welche zunächst auf den Si-Wafer geschrieben wird ist deutlich zu sehen. Das Schreiben der Mikro säule erfolgt im Anschluss auf diese Schicht. (b) REM-Aufnahme der Mikrodrucksäule nach der Pyrolyse, die Höhe der dünnen Schicht (jetzt aus Glaskohlenstoff) nicht mehr deutlich auszumachen.

3.3 Beschichtungsverfahren

3.3.1 Atomlagenabscheidung

Mit der Atomlagenabscheidung können dünne Schichtdicken unterschiedlicher Materialien abgeschieden werden [76]. Darüber hinaus ist es möglich auch Strukturen mit hohen Aspektverhältnissen gleichmäßig zu beschichten [76, 77]. Der Prozess erfolgt in aufeinanderfolgenden, selbstlimitierenden Reaktionen, wodurch eine sehr genaue Kontrolle der Schichtdicke im Bereich von Ångström oder Monolagen erzielt wird [76]. Darüber hinaus wird durch die selbstlimitierenden Reaktionen eine sehr gleichmäßige Abscheidung sichergestellt [76]. Zwischen den aufeinanderfolgenden Reaktionen werden zurückbleibende Reaktanten mit Inertgasen ausgespült [77]. Die tatsächliche Schichtdicke am Ende des Prozesses ist abhängig von der Anzahl der durchgeführten Reaktionen [76, 77].

Im Rahmen dieser Arbeit wurden PtP-Strukturen (engl. Push-to-Pull) mit 10 nm Al_2O_3 (Savannah 100, Cambridge NanoTech) und 3D Strukturen mit 10 nm sowie 100 nm Al_2O_3 (Picosun SUNALE R-200 Advanced) beschichtet. Die Prozessparameter sind in Tabelle 3.1 angegeben. Die Abscheidung der Dünnschichten mit der Picosun SUNALE R-200 Advanced erfolgte durch Dr. Ben Breitung (Institut für Nanotechnologie, KIT).

3.3.2 Magnetronsputterverfahren

Das Magnetronsputterverfahren ist ein Prozess der physikalischen Gasphasenabscheidung (PVD, engl. physical vapor deposition), womit eine Vielzahl an Materialien abgeschieden werden kann [79, 80]. Ein zusätzlicher Vorteil ist, dass an das zu beschichtende Substrat keine Voraussetzungen gebunden sind [79]. Ein Nachteil der PVD-Verfahren ist die gerichtete Beschichtung, wodurch eine Beschichtung dreidimensionaler Objekte häufig schwierig ist [80].

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Tetraederstrukturen unterschiedlicher

Tab. 3.1: ALD-Prozessparameter zur Herstellung der Al_2O_3 -Schichten auf PtP-Strukturen und 3D Strukturen. Vorläufermaterialien sind Wasser (H_2O) und Trimethylaluminium (TMA). Bei den Prozessparametern für die Abscheidung mit der Savannah 100, Cambridge NanoTech handelt es sich um Literaturwerte [37, 78], welche an derselben ALD-Anlage bereits angewendet wurden.

ALD-Anlage	Picosun	Savannah 100,
	SUNALE R-200 Advanced	Cambridge NanoTech
Prozesstemperatur in °C	130	250
Zyklenanzahl	133, 1333	93
Schichtdicke in nm	10, 100	10
Vorläufermaterial 1	H_2O	H_2O
Massenstrom in sccm	200	
Pulsdauer in s	0,1	0,018
Dauer Spülen in s	6,0	5,0
Vorläufermaterial 2	TMA	TMA
Massenstrom in sccm	150	
Pulsdauer in s	0,1	0,018
Dauer Spülen in s	6,0	5,0

Größen mit drei verschiedenen Metallen (Aluminium, Ti-6Al-4V und Inconel 600) beschichtet [81]. Die Beschichtungsprozesse erfolgten in einer Vakuumkammer ($\leq 4,5 \cdot 10^{-6}$ Torr bzw. $\leq 6,0 \cdot 10^{-6}$ mbar), die jeweils vor der Beschichtung mit Argon gefüllt wurde. Der Arbeitsdruck des Argons lag bei 4 mTorr ($\sim 5,3 \cdot 10^{-3}$ mbar), die Leistung während des Prozesses bei 65 W [81]. Die Beschichtungszeiten variierten je nach Abscheiderate (siehe Tabelle 3.2), die Strukturen befanden sich 10,2 cm von den Targetmaterialien entfernt. Es wurden die folgenden Targetmaterialien mit einem Durchmesser von 7,6 cm verwendet: Aluminium (99,95%, Plasma Materials), Ti-6Al-4V (Plasma Materials) und Inconel 600 (Department of Aerospace and Mechanical Engineering, University of Southern California). Der Beschichtungsprozess wurde in zwei unterschiedlichen Konfiguratio-

nen durchgeführt [81] (siehe Abbildung 3.5), (a) einer stationären Konfiguration mit einer aktiven Wasserkühlung (Wassertemperatur $16\text{ }^{\circ}\text{C}$) und (b) einer rotierenden Konfiguration, wobei der Probenhalter alle 54 s einmal rotiert wurde und sich somit die Proben während der Hälfte der Beschichtungszeit nicht in der direkten Sichtlinie zum Target befanden. In der rotie-

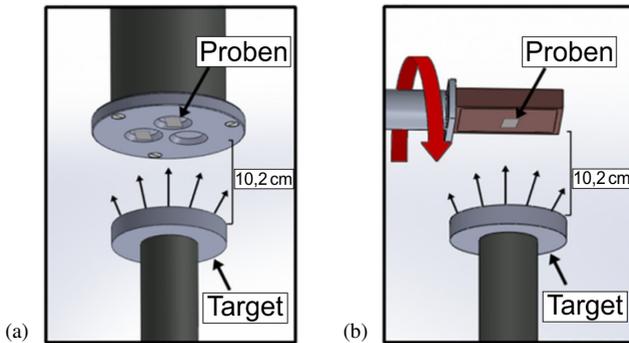


Abb. 3.5: (a) Stationäre und (b) rotierende Konfiguration des Beschichtungsprozesses durch das Magnetronsputterverfahren [81].

renden Konfiguration erfolgte keine aktive Kühlung, eine maximale Erwärmung der Strukturen auf $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ wurde jedoch sichergestellt [81]. Die untersuchten Schichtdicken und Prozessparameter sind in Tabelle 3.2 aufgelistet. Die angegebenen nominellen Schichtdicken beziehen sich auf Schichtdicken auf einem flachen Substrat, welche mit berechneten Abscheideraten ermittelt wurden [81]. Die Abscheidung der Metallschichten erfolgte durch Dr. Theresa Juarez (University of Southern California).

3.4 Mechanische Charakterisierung

Zur Untersuchung der Materialien und der Strukturen wurden Nanoindentersysteme verwendet, wobei unterschiedliche Versuche durchgeführt wurden. Diese werden im Folgenden genauer erläutert. Es wurden sowohl *ex situ* als auch *in situ* Messungen durchgeführt, wobei die *in situ* Messungen

Tab. 3.2: Prozessparameter des Magnetronsputterverfahrens zur Abscheidung metallischer Schichten [81].

Material	Konfiguration	Beschichtungszeit	Nominelle Dicke
		in min	in nm
Aluminium	Stationär	6	81
Aluminium	Rotierend	40	205
Inconel 600	Stationär	3	35
Inconel 600	Stationär	8,5	100
Inconel 600	Rotierend	80	240
Ti-6Al-4V	Stationär	6	35

in einem REM erfolgten. Alle *ex situ* Messungen wurden mit einem Agilent Technologies Nanoindenter G200 XP (KLA-Tencor Corporation) [82] durchgeführt. Für die *in situ* Messungen wurden zwei unterschiedliche Indenter verwendet: ein Alemnis Indenter (Alemnis) [83, 84] sowie ein InSEM Indenter (Nanomechanics Inc.) [85]. Bei den Indentern G200 und InSem handelt es sich um lastgesteuerte Geräte, wobei die Last durch eine elektromagnetische Spule aufgebracht wird und die Verschiebung durch den Kapazitätsunterschied eines Kondensators ermittelt wird [82, 86]. Im Gegensatz dazu ist der Alemnis Indenter weggesteuert, das heißt die Verschiebung wird durch einen piezoelektrischen Aktor aufgebracht und durch einen Dehnmessstreifen kontrolliert, wobei die resultierende Kraft mit einem Kraftsensor gemessen wird [84].

3.4.1 Polymere Schichten

Der Elastizitätsmodul des Polymerlacks IP-Dip sowie dessen Frequenzabhängigkeit infolge von viskoelastischen Polymereigenschaften wurde durch frequenzabhängige Nanoindentationsmessungen bestimmt. Hierfür wurden *ex situ* Messungen im Nanoindenter G200 XP unter Verwendung der Messoption der kontinuierlichen Steifigkeitsmessung (CSM) durchgeführt. Bei

der CSM-Option wird die semistatische Kraft durch eine Oszillation überlagert, wodurch die Kontaktsteifigkeit zwischen Indenter und Material kontinuierlich ermittelt werden kann. Als Messmethode wurde die Methode aus [87] angewendet (in Anlehnung an [88]). Diese Messmethode besteht aus drei einzelnen Abschnitten: zunächst wird bei einer spezifizierten Verschiebung eine Vorlast auf die Probe aufgebracht, um vollen Kontakt zwischen Indenter und Probe sicherzustellen. Im Anschluss daran erfolgt eine Stabilisierung der Eindringtiefe in einem definierten Verschiebungsbereich. Wurde dieser Verschiebungsbereich erreicht, startet die frequenzabhängige Charakterisierung der Probe bei sieben unterschiedlichen Frequenzen zwischen 1 und 45 Hz [87]. Im Rahmen der frequenzabhängigen Messungen kann der komplexe Elastizitätsmodul $E^* = E' + iE''$ des Materials ermittelt werden [88]. Dieser setzt sich zusammen aus einem reellen (E') und einem imaginären Anteil E'' , wobei E' der Speichermodul und E'' der Verlustmodul ist. Der Speichermodul beschreibt die Fähigkeit eines Materials Energie elastisch zu speichern, der Verlustmodul beschreibt die Fähigkeit Energie zu dissipieren [88]. Die beiden Moduln werden berechnet zu [88]

$$E' = (1 - \nu_s^2) \frac{K_C}{d}, \quad E'' = (1 - \nu_s^2) \frac{D_C \omega}{d}, \quad (3.1)$$

mit ν_s der Querkontraktionszahl des Materials, d dem Kontaktdurchmesser zwischen Indenter und Material sowie K_C , D_C und ω der Kontaktsteifigkeit, der Dämpfungskonstante des Kontakts und der Kreisfrequenz. Darüberhinaus kann der Verlustfaktor $\tan(\delta)$ bestimmt werden, mit dem Quotienten aus Verlust- und Speichermodul [88], welcher ein Maß für die Dämpfungseigenschaften eines Werkstoffs ist

$$\tan(\delta) = \frac{E''}{E'}. \quad (3.2)$$

Es wurden unterschiedliche Proben untersucht, wobei alle Proben aus IP-Dip durch 3D-DLW hergestellt wurden. Die Größe der Proben betrug 300 μm

x 300 μm mit einer Höhe von 100 μm , was mit nebeneinander und übereinander geschriebenen Linien erreicht wurde. Die Unterschiede der Proben waren zum einen unterschiedliche Linienabstände zwischen einzelnen horizontal geschriebenen Linien (0,1 μm und 0,2 μm) und zum anderen OWB-Proben und WB-Proben nach Wärmebehandlungen von 200 °C/15 min und 250 °C/15 min.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine kegelförmige (60 °), abgeflachte Diamantspitze mit einem Durchmesser von 20 μm verwendet. Abgeflachte Spitzen haben bei frequenzabhängigen Messungen den Vorteil die Annahme einer linearen, viskoelastischen Verformung zu unterstützen [88], sowie geringe thermische Fehler auf die Berechnung der Kontaktfläche zu induzieren [87]. Die verwendete Spitze sollte hierbei groß genug sein, um relevante Details des Werkstoffs zu umfassen und um Ergebnisse der Probe und nicht des Indenters zu ermitteln [88]. Für jede Probe wurden sechs einzelne Indentationen durchgeführt und die gemessenen Werte gemittelt. Die Vorlast wurde bei einer Verschiebung von 3 μm aufgebracht, der Verschiebungsbereich zur Stabilisierung der Eindringtiefe wurde auf 20 nm festgesetzt und die Oszillationsamplitude während der frequenzabhängigen Messungen betrug 30 nm. Zur Auswertung der Messungen wurde eine Querkontraktionszahl von 0,41 für IP-Dip angenommen [37].

3.4.2 Mikrodrucksäulen

Zur Bestimmung der Druckfestigkeit und des Elastizitätsmoduls des Glas-kohlenstoffs wurden Mikrodruckversuche an Säulen durchgeführt. Hierbei ist es möglich die Größenabhängigkeit der Materialkennwerte zu ermitteln [89, 90]. Darüber hinaus können Säulen unterschiedlicher Größen durch 3D-DLW auf einfache Weise hergestellt werden (Abschnitt 3.1). Die Säulen wurden auf Siliziumwafer geschrieben und anschließend im Vakuumofen pyrolysiert (Abschnitt 3.2). Aufgrund des Schrumpfungsprozesses infolge des Pyrolysevorgangs war eine exakte Einstellung des Verhältnisses

aus Säulenhöhe zu -durchmesser nicht möglich. Es wurden insgesamt drei Messreihen von Mikrodruckversuchen durchgeführt, wobei das Verhältnis aus Höhe und Durchmesser zwischen den einzelnen Messreihen variierte (vergleiche Tabelle A.9 im Anhang).

Die Mikrodruckversuche wurden *ex situ* im Nanoindenter G200 XP durchgeführt, wobei eine abgeflachte Diamantspitze mit einem Durchmesser von 50 μm als Druckkörper verwendet wurde. Die Messungen erfolgten in zwei aufeinanderfolgenden Zyklen, wobei jeweils die Maximalverschiebungen der einzelnen Zyklen definiert wurden. Zwischen den beiden Zyklen erfolgte eine Entlastung auf 10 % der ersten Maximallast, bei Erreichen der gesetzten zweiten Maximalverschiebung erfolgte ein Haltesegment von 5 s (siehe Abbildung 3.6). Es wurden unterschiedliche maximale Verschie-

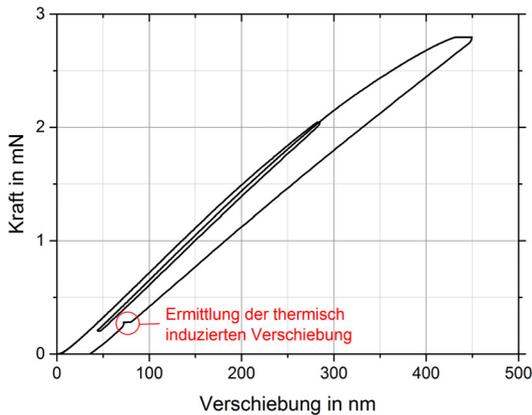


Abb. 3.6: Kraft-Verschiebungs-Kurve eines Mikrodruckversuchs einer Glaskohlenstoffsäule zur Darstellung der Testmethode in zwei aufeinanderfolgenden Zyklen. Das Haltesegment zur Ermittlung der thermisch induzierten Verschiebung ist durch einen roten Kreis markiert.

bungen vorgegeben, um drei Belastungsarten zu untersuchen: rein elastische Belastung, elastisch-plastische Belastung ohne Versagen der Säule und elastisch-plastische Belastung bis zum Versagen der Säule. Die Maximalverschiebung des ersten Zyklus betrug jeweils $1/3$ der Maximalverschiebung

des zweiten Zyklus. Alle Säulen wurden mit einer konstanten Dehnrates von $0,003 \text{ s}^{-1}$ belastet. Am Ende der Entlastung des zweiten Zyklus (bei 10 % der Maximallast) erfolgte ein Haltesegment, um die thermisch induzierte Verschiebung während der Messung zu ermitteln (siehe Abbildung 3.6). Die gemessenen Verschiebungswerte wurden anschließend mit der ermittelten thermischen Verschiebung und der Zeitdauer des Experiments korrigiert. Die auf diese Weise berechnete Verschiebung des Indenters (u_{ges}) enthält neben der Verformung der Mikrosäule ($u_{\text{Säule}}$) ebenfalls die Verformung des Substrats (u_{Substrat}) sowie der abgeflachten Indenterspitze (u_{Ind}) und berechnet sich zu [91]

$$u_{\text{ges}} = u_{\text{Säule}} + u_{\text{Substrat}} + u_{\text{Ind}}. \quad (3.3)$$

Eine Verformung der Indenterspitze wird aufgrund der hohen Steifigkeit von Diamant ($E_{\text{Diamant}} = 1141 \text{ GPa}$ [91, 92]) vernachlässigt. Basierend auf der Arbeit von Sneddon [93], wird die Verformung der Säule unter Berücksichtigung der Nachgiebigkeit des Substrats und der gemessenen Kraft P berechnet zu [91]

$$u_{\text{Säule}} = u_{\text{ges}} - \frac{(1 - \nu_{\text{Substrat}}^2) \cdot P}{E_{\text{Substrat}} \cdot d_{\text{Fuß}}}, \quad (3.4)$$

mit ν_{Substrat} und E_{Substrat} der Querkontraktionszahl und des Elastizitätsmoduls des Substrats und $d_{\text{Fuß}}$ dem Säulendurchmesser am Fuß der Säule. Die Kennwerte des Substrats, in diesem Fall Silizium, betragen $\nu_{\text{Silizium}} = 0,28$ und $E_{\text{Silizium}} = 130 \text{ GPa}$ [94, 95].

Die Spannung in der Mikrosäule $\sigma_{\text{Säule}}$ sowie deren Dehnung $\varepsilon_{\text{Säule}}$ werden anschließend berechnet zu

$$\sigma_{\text{Säule}} = \frac{P}{\pi \cdot r_{\text{Mitte}}^2}, \quad \varepsilon_{\text{Säule}} = \frac{u_{\text{Säule}}}{h_{\text{Säule}}}, \quad (3.5)$$

mit r_{Mitte} , dem Radius auf halber Höhe der Mikrosäule und $h_{\text{Säule}}$, der Höhe der Mikrosäule. Es wird der Radius auf halber Höhe der Säule verwendet,

da angenommen wird, dass dieser Wert den Mittelwert zwischen Säulenfuß und Säulenoberfläche repräsentiert [94].

Anhand der Steigung des Entlastungssegments der Spannungs-Dehnungs-Kurve ist es möglich den Elastizitätsmodul zu bestimmen. Hierbei wurde der Bereich von 5–25 % der Entlastungskurve verwendet, beginnend vom Start des Entlastungssegments. Zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls wurde die Spannung in der Mikrosäule nicht mit dem Radius auf halber Höhe der Mikrosäule berechnet, sondern mit dem Radius der Säulenoberfläche r_{oben} , da dort aufgrund des kleinsten Radius die Spannungen am höchsten sind. Alle übrigen Auswertungen erfolgten mit Gleichung 3.5. Der Elastizitätsmodul wurde jeweils anhand des ersten Zyklus aller Messungen sowie des zweiten Zyklus der rein elastisch belasteten Mikrosäulen ermittelt, die Druckfestigkeit der Säulen wurde als Maximalspannung vor Versagen der Säule definiert.

3.4.3 Strukturen mit 3D Mikroarchitektur

Zur mechanischen Untersuchung der Strukturen wurden *ex situ* Druckversuche im Nanoindenter G200 XP mit einer abgeflachten Diamantspitze mit Durchmesser von 100 μm oder 200 μm durchgeführt, je nach Strukturgröße. Die Druckversuche erfolgten indirekt weggesteuert mit einer konstanten Verschiebungsrate von 100 nm/s bis zum Versagen der Struktur. Aufgrund der Laststeuerung des G200 ist nur eine indirekte Wegsteuerung möglich, was bei einsetzendem Versagen der Strukturen zu einem sprunghaften Anstieg der Verschiebungsrate führt und somit zu einem Sprung der Verschiebung. Eine kontrollierte Verformung der Strukturen über das einsetzende Versagen hinaus ist folglich nicht möglich. Diese Untersuchungen erfolgten *in situ* mit einem weggesteuerten Alemnis Indenter (Abschnitt 3.4.5).

Im Anschluss an die Messungen erfolgte eine Korrektur der Last-Verschiebungskurven aufgrund der thermisch induzierten Verschiebung sowie der Nachgiebigkeit des Aufbaus. Mit dem oberen Querschnitt der Strukturen so-

wie deren Höhe können dann Spannung und Dehnung berechnet werden. Es wurden jeweils die programmierten Abmessungen für den Herstellungsprozess der Strukturen verwendet (siehe Tabelle A.1 im Anhang). Während des Trocknungsprozesses kommt es zu einer geringen Schrumpfung der Strukturen ($\sim 7\%$ in der Höhe sowie $\sim 4\%$ in horizontaler Richtung, wie in Tabelle A.1 im Anhang aufgelistet), wodurch die berechneten Spannungs- und Dehnungswerte etwas unterschätzt werden. Die Druckfestigkeit der Strukturen wird als die Maximalspannung vor Versagen definiert, die Steifigkeit der Strukturen wird durch die maximale Steigung im linear-elastischen Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve ermittelt.

Zu Beginn des Druckversuchs besteht im Allgemeinen nur teilweiser Kontakt zwischen Struktur und Indenterspitze, was eine Folge von Ausrichtungsungenauigkeiten oder Rauheiten auf der Strukturoberfläche ist. Dieses Verhalten führt zu nichtlinearen Bereichen in der Kraft-Verschiebungskurve für kleine Verschiebungen, welche erst bei Vollkontakt in den linear-elastischen Bereich übergeht. Im Rahmen dieser Arbeit werden alle gezeigten Belastungskurven sowie angegebene Verschiebungs- und Dehnungswerte im Hinblick auf diesen Teilkontakt korrigiert. Das heißt die Kurven werden horizontal verschoben, sodass eine linear-elastische Anfangskurve durch den Nullpunkt des Diagramms verlaufen würde (vergleiche Abbildung 3.7). Auf diese Weise sind insbesondere Steifigkeitsunterschiede einzelner Strukturen besser zu erkennen.

3.4.4 Push-to-Pull Strukturen

Zur Untersuchung der Materialeigenschaften des verwendeten Polymerlacks IP-Dip wurden Zugversuche mit der PtP-Methode durchgeführt [21, 37]. Hierbei wird eine Druckbelastung der Messeinrichtung in eine Zugbelastung der Probe umgelenkt. Die Druckbelastung erfolgt mit einer abgeflachten Diamantspitze mit Durchmesser $100\ \mu\text{m}$ in einem Nanoindenter G200 XP. Die PtP-Strukturen werden als hexagonale Rahmen mit integrier-

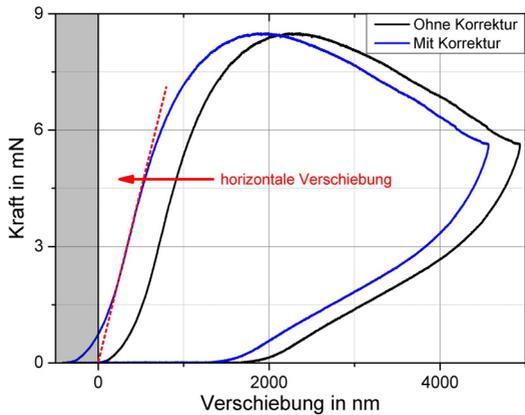


Abb. 3.7: Kraft-Verschiebungs-Kurve eines weggesteuerten Druckversuchs einer OWB-Tetraederstruktur (Alemnis Indenter, Abschnitt 3.4.5). Die gemessene Kurve während des Druckversuchs ist in schwarz dargestellt, die horizontal verschobene Kurve zur Korrektur der Ausrichtungsungenauigkeiten zwischen Indenter und Strukturoberfläche in blau. Die Belastungskurven werden jeweils horizontal verschoben, sodass eine linear-elastische Anfangskurve (rot gestrichelte Linie) durch den Nullpunkt verlaufen würde. Der dadurch entstehende Bereich der Belastungskurve für negative Verschiebungswerte ist grau hinterlegt.

tem Zugstab hergestellt (siehe Abbildung 3.8 (a)). Infolge einer Druckbelastung des hexagonalen Rahmens, weitet sich dieser in horizontaler Richtung, wodurch der integrierte Stab auf Zug belastet wird, wie in Abbildung 3.9 (a) schematisch dargestellt. Die Herstellung der kompletten PtP-Struktur (Rahmen und Zugstab) erfolgt durch 3D-DLW. Die Belastung erfolgt indirekt wegkontrolliert mit einer Lastrate von 100 nm/s bis zum Versagen des Rahmens beziehungsweise des Zugstabs. Die gemessenen Kraft-Verschiebungswerte werden im Anschluss an die Messungen sowohl aufgrund der auftretenden thermisch induzierten Verschiebung als auch aufgrund der Nachgiebigkeit des Aufbaus korrigiert (vergleiche Abschnitt 3.4.3).

Um die Belastung auf den Zugstab zu ermitteln, werden sowohl leere Hexagonalrahmen als auch Rahmen mit integriertem Zugstab getestet (Ab-

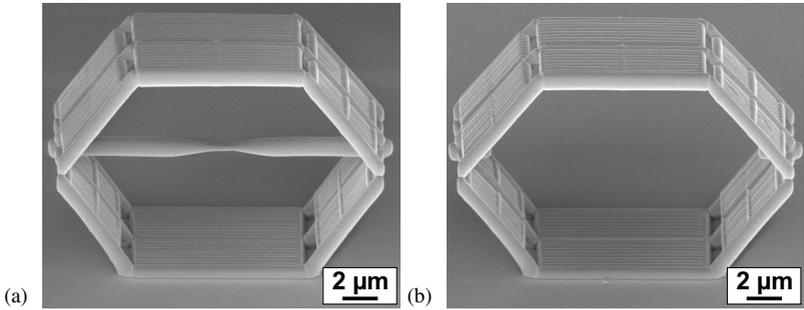


Abb. 3.8: REM-Aufnahmen der PtP-Struktur (a) mit und (b) ohne Teststab.

bildung 3.8). Im Anschluss wird die Differenz der Belastungen ermittelt [21, 75]

$$\Delta F = F_{(\text{Rahmen}+\text{Zugstab})} - F_{\text{Rahmen}}, \quad (3.6)$$

welche der Kraft auf den Zugstab eines ideal gelenkig gelagerten Hexagonalrahmens entspricht. Mit dem eingeschlossenen Winkel zwischen Rahmen und Zugstab $\varphi(u)$ (Abbildung 3.9) kann im Folgenden die Kraft F_t , welche auf den Zugstab wirkt, ermittelt werden [21, 75]

$$F_t = \frac{\Delta F}{\tan(\varphi(u))}. \quad (3.7)$$

Hierbei ist zu beachten, dass $\varphi(u)$ abhängig von der Verschiebung u des Indenters ist und durch [75]

$$\varphi(u) = \arcsin\left(\sin(\varphi_0) - \frac{u}{2k}\right), \quad (3.8)$$

berechnet werden kann, mit $\varphi_0 = 60^\circ$ dem eingeschlossenen Winkel in einem unbelasteten Rahmen und $k = 10 \mu\text{m}$ der Kantenlänge des Rahmens. Für kleine Verschiebungen ist es möglich eine Vereinfachung von Gleichung 3.8 zu verwenden, wie in [21] für Al_2O_3 -beschichtete PtP-Proben angewendet. Da im Rahmen dieser Arbeit jedoch polymere PtP-Strukturen

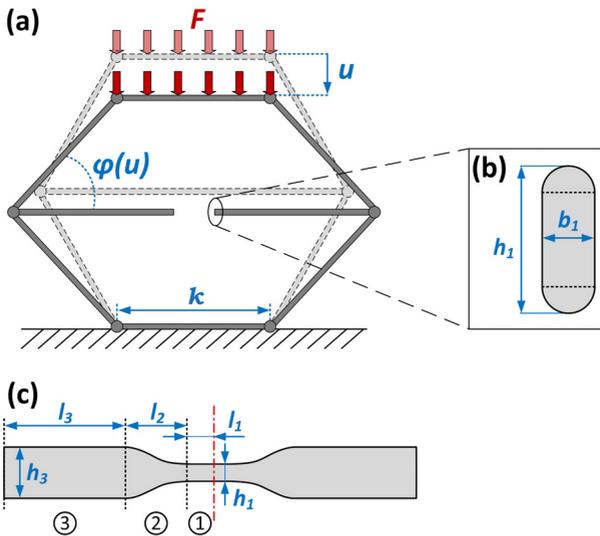


Abb. 3.9: Schematische Darstellung der PtP-Struktur zur Durchführung von Zugversuchen [75]. (a) Schematische Darstellung der PtP-Struktur unter Belastung des Nanoindenters mit F der gemessenen Kraft auf die Struktur und u der gemessenen Verschiebung. k ist die Kantenlänge des Hexagonalrahmens, $\varphi(u)$ der Winkel zwischen Zugstab und Hexagonalrahmen, welcher sich in Abhängigkeit von der Verschiebung ändert. (b) Schematische Darstellung des Querschnitts des Zugstabs, welcher durch zwei Halbkreise und ein Rechteck angenähert wird. (c) Schematische Darstellung der Seitenansicht des gesamten Zugstabs, die drei unterschiedlichen Bereiche i sind mit den dazugehörigen Längen l_i und Höhen h_i gezeigt. Die Symmetrieachse in der Mitte des Zugstabs wird durch eine rote Strich-Punkt-Linie dargestellt. Konstante Querschnitte über der Länge l_i werden für die Bereiche (1) und (3) angenommen. Diese Bereiche werden über den kegelförmigen Bereich (2) verbunden, welcher eine Höhe $h_2 = (h_1 + h_3)/2$ aufweist.

untersucht wurden, welche erst bei hohen Verschiebungswerten versagen, ist diese Vereinfachung nicht anwendbar.

Die Form des Zugstabs ist in drei Bereiche aufgeteilt, wobei die Durchmesser der einzelnen Bereiche variieren (siehe Abbildung 3.9 (c)). Infolge des geringsten Durchmessers in der Mitte des Zugstabs, wird ein Versagen in diesem Bereich sichergestellt. Im Anschluss an die Bestimmung von F_t kann die Spannung im Zugstab berechnet werden mit $\sigma_t = F_t/A_1$, wobei A_1 der Querschnitt des Zugstabs im verjüngten Bereich ist. Der Querschnitt wird durch zwei Halbkreise sowie ein Rechteck angenähert (siehe Abbildung 3.9 (b)) und berechnet zu $A_1 = \pi b_1^2/4 + b_1 \cdot (h_1 - b_1)$.

Aufgrund der Symmetrie des Zugstabs wird nur die Hälfte des Zugstabs berücksichtigt, wodurch die Gesamtverlängerung des halben Stabes zu [21, 75]

$$\Delta L = k \cos(\varphi(u)) - \frac{k}{2} \quad (3.9)$$

berechnet wird. Hierbei wird die Annahme eines ideal steifen Hexagonalrahmens getroffen. Die Verlängerung ΔL setzt sich zusammen aus den Einzelverlängerungen Δl_i der drei unterschiedlichen Bereiche i des Zugstabs mit $\Delta L = \Delta l_1 + \Delta l_2 + \Delta l_3$ (vergleiche Abbildung 3.9 (c)). Die Dehnungen in den einzelnen Bereichen i können mit $\Delta l_i = \varepsilon_i l_i$ ermittelt werden. Um den Elastizitätsmodul des Polymermaterials E_P zu ermitteln, wird die konstante Steigung der Kurve ($F_t - \Delta L$) bestimmt und daraufhin der Elastizitätsmodul durch [21, 75]

$$E_P = \frac{\Delta F_t}{\Delta L} \left(\frac{l_1}{A_1} + \frac{l_2}{A_2} + \frac{l_3}{A_3} \right), \quad (3.10)$$

angenähert. A_i ist hierbei der Querschnitt des Zugstabs im Bereich i . Für den Übergangsbereich 2 werden gemittelte Werte aus den Bereichen 1 und 3 für b_i und h_i verwendet, um A_2 zu berechnen (vergleiche Abbildung 3.9).

Die Zugfestigkeit des Polymers wird definiert als die Maximalspannung vor Versagen des Stabes. Die Analyse des maximalen Verschiebungswerts vor Versagen des Stabes gibt Auskunft über die Verformbarkeit des Materi-

als. Zusätzlich wird eine Ingenieurszähigkeit des Materials ermittelt. Diese wird definiert als die dissipierte Energie während des Experiments, dividiert durch die Querschnittsfläche des Zugstabs im verjüngten Bereich A_1 [75]. Die dissipierte Energie wird im $(F_t - u)$ -Diagramm als die Fläche unter der Belastungskurve ermittelt, wobei die elastische Energie subtrahiert wird (siehe Abbildung 3.10). Die elastische Energie wird mit einer virtuellen Entlastungskurve ermittelt, die mit der Steigung der Belastungskurve an die Kurve angefügt wird. Hierbei handelt es sich um die Steigung, welche im Anschluss an die in der Kraft-Verschiebungs-Kurve zu beobachteten Ausrichtungsungenauigkeit zwischen Indenter und PtP-Struktur zu messen ist.

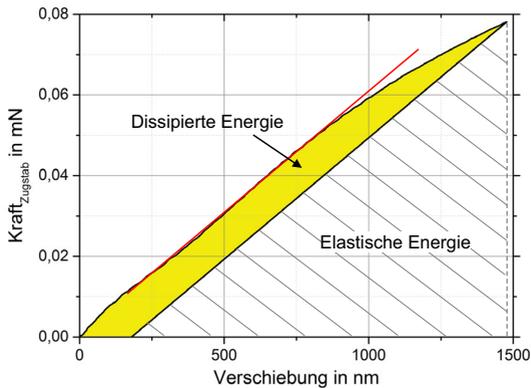


Abb. 3.10: Kraft-Verschiebungs-Kurve ($F_t - u$) einer WB-PtP-Struktur (200 °C/15 min). Die Berechnung der dissipierten Energie des Teststabs während des Zugversuchs wird durch die gelb markierte Fläche visualisiert. Linear-elastisches Materialverhalten wird angenommen, mit der Steigung der Belastungskurve (rote Linie), wobei die elastische Energie als grau schraffierte Fläche dargestellt ist. In Anlehnung an [75].

3.4.5 *In situ* Messungen

Um die Verformung der 3D Strukturen sowie der PtP-Strukturen während des Experiments zu beobachten und zu analysieren, wurden *in situ* Druck-

versuche in einem REM durchgeführt. Die beiden verwendeten Nanoindenter sowie die durchgeführten Messungen werden im Folgenden genauer erläutert.

Alemnis Indenter

Bei dem Alemnis Indenter handelt es sich um einen weggesteuerten Indenter [84], wobei eine konstante Verschiebungsrate sowie eine maximale Verschiebung vorgeben werden und die Kraft auf die Indenterspitze gemessen wird. Der große Vorteil dieser Messmethodik ist, dass die Verschiebungsrate während des gesamten Experiments konstant gehalten wird und nicht während des Versagens der Strukturen sprunghaft ansteigt (vergleiche Abschnitt 3.4.3). Die Druckfestigkeit sowie ein Erweichen der Strukturen kann somit exakt ermittelt werden (vergleiche Abbildung 3.11). In Kombination mit der *in situ* Durchführung der Experimente im REM ist es möglich, das Versagen der Strukturen zu beobachten und zu analysieren. Im Rahmen der Messungen wurden zwei Mikroskope verwendet, ein Tescan Vega sowie ein Zeiss LEO 1530. Die Druckversuche wurden an der ETH Zürich in Zusammenarbeit mit Dr. Jeffrey M. Wheeler durchgeführt.

Alle Druckversuche wurden mit einem abgeflachten Diamantkegel mit einem Durchmesser von 50 μm durchgeführt. Die Dehnratenabhängigkeit von polymeren Strukturen wurde mittels unterschiedlicher Verschiebungsraten von 20 nm/s, 100 nm/s und 500 nm/s ermittelt, wobei eine Maximalverschiebung von 5 μm vorgegeben wurde. Darüber hinaus wurde das Verhalten der Strukturen unter zyklischer Beanspruchung untersucht, wobei zwei unterschiedliche Messverfahren angewendet wurden: (i) eine schrittweise ansteigende zyklische Belastung zu einer Maximalverschiebung von 5 μm in Schritten von 500 nm und kompletter Entlastung zwischen zwei einzelnen Schritten (Abbildung 3.11 (a)) und (ii) eine zyklische Belastung zu einer konstanten Maximalverschiebung von 5 μm mit 20 einzelnen Zyklen (Abbildung 3.11 (b)). Die Verschiebungsrate der zyklisch durchgeführten Expe-

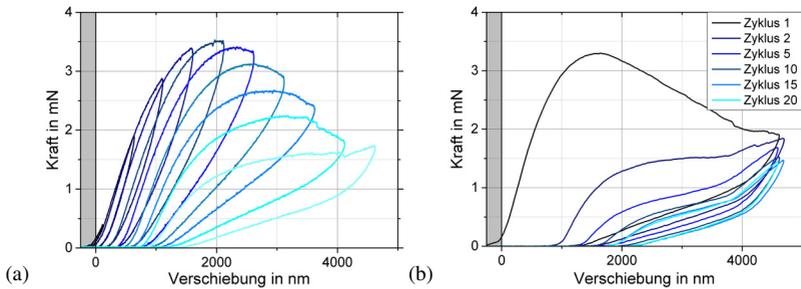


Abb. 3.11: Darstellung der durchgeführten Messverfahren zur Ermittlung der Struktureigenschaften unter zyklischer Belastung bei 500 nm/s anhand von Kraft-Verschiebungs-Kurven von kubischen OWB-Strukturen. (a) Schrittweise ansteigende zyklische Belastung, (b) zyklische Belastung mit konstanter maximaler Verschiebung. Zur besseren Übersichtlichkeit sind in (b) nur ausgewählte Zyklen dargestellt.

perimente betrug 500 nm/s. Zusätzlich wurden Druckversuche von Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff bei einer Verschiebungsrates von 100 nm/s durchgeführt. Die maximale Verschiebung wurde zu 1 μm für Tetraederstrukturen mit einer Balkenlänge von ~ 800 nm festgesetzt, zu 1,5 μm für Strukturen mit einer Balkenlänge von ~ 1250 nm und zu 3 μm für Strukturen mit einer Balkenlänge von ~ 1730 nm.

Spannungs-Dehnungs-Kurven wurden mit der Querschnittsfläche der Struktur oberfläche sowie deren Höhe ermittelt, wobei, wie in Abschnitt 3.4.3 beschrieben, für polymere und Al_2O_3 -beschichtete Strukturen die nominellen Werte des Schreibprozesses verwendet wurden. Für Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff wurden die nach der Pyrolyse im REM gemessenen Werte verwendet (siehe Tabelle A.10 im Anhang). Die Steifigkeit der Strukturen wird als maximale Steigung der Belastungskurve des Spannungs-Dehnungs-Diagramms ermittelt. Die Druckfestigkeit der Strukturen wird definiert als Maximalspannung während des Experiments. Die bleibenden Dehnungen nach Entlastung können anhand der Entlastungskurve ermittelt werden und sind definiert als der Dehnungswert, bei welchem die Spannung den Wert Null erreicht.

Die Berechnung der dissipierten Energie U_{diss} erfolgt im Kraft-Verschiebungs-Diagramm durch die Bestimmung der eingeschlossenen Fläche zwischen Be- und Entlastungskurve (Abbildung 3.12). Die Flächen unterhalb

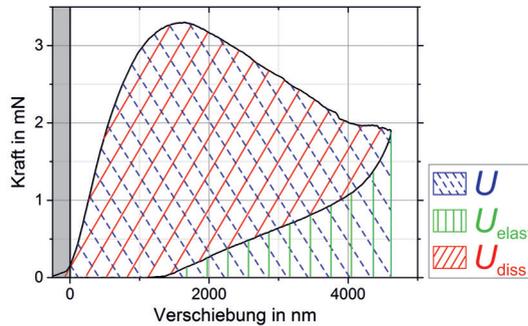


Abb. 3.12: Auswertung der dissipierten, der elastischen und der Gesamtenergie während des Druckversuchs einer Struktur, beispielhaft dargestellt für eine kubische OWB-Struktur.

der Be- und Entlastungskurve entsprechen jeweils der Gesamtenergie U sowie der elastischen Energie U_{elast} (Abbildung 3.12). Im Anschluss wird der Verlustkoeffizient Ψ als Quotient aus dissipierter Energie und Gesamtenergie berechnet

$$\Psi = U_{\text{diss}}/U. \quad (3.11)$$

Die Verformung vor Eintreten des Strukturversagens wurde für die Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff anhand von Momentaufnahmen der *in situ* Tests genauer analysiert. Auf diese Weise wurde die vertikale und horizontale Bewegung der linken und rechten Außenpunkte der Strukturmitte (Gesamtstruktur) und der Mitte der unteren Strukturhälfte gemessen. Darüber hinaus wurde der Höhenunterschied der unteren Strukturhälfte und der beiden mittleren Strukturlagen ermittelt. Die durchgeführten Messungen sind in Abbildung 3.13 bildlich erläutert.

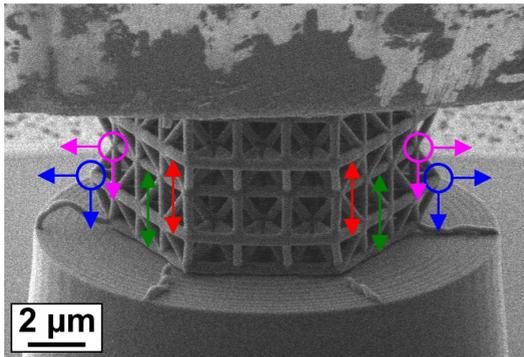


Abb. 3.13: Visualisierung der Verformungsanalyse der Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff. Die *in situ* Momentaufnahmen der Tests wurden untersucht, um die Bewegung der Strukturaußenpunkte in horizontaler und vertikaler Richtung zu analysieren sowie die Höhenänderung der Tetraederstruktur. Die Bewegung der Außenpunkte ist anhand von mangentafarbenen (Strukturmitte) und blauen (Mitte der unteren Strukturhälfte) Kreisen verdeutlicht, die Pfeile zeigen jeweils die positiv definierte Bewegungsrichtung an. Die Höhenänderung wurde gemessen für die untere Strukturhälfte (grüne Pfeile) sowie die beiden mittleren Strukturlagen (rote Pfeile), wobei die Messungen jeweils unterhalb der Horizontalbalken erfolgten.

InSEM Indenter

Mit dem InSEM Indenter wurden Druckversuche von PtP-Strukturen in einem REM durchgeführt. Es wurden zwei unterschiedliche Systeme des InSEM Indenters verwendet und sowohl OWB-Proben untersucht (REM: FEI Nova 200) als auch WB-Proben (200 °C/15 min) (REM: FEI DualBeam@Scios). Die Versuche wurden indirekt weggesteuert mit einem abgeflachten Diamantkegel bei einer Lastrate von 100 nm/s durchgeführt. Anhand der aufgenommenen Videos während der Belastung ist es möglich eine Verlängerung des Zugstabes und somit eine Dehnung abzuschätzen.

3.5 Mikrostrukturcharakterisierung

Alle untersuchten Proben wurden im REM oder im HIM untersucht. Zum einen, um exakte Abmessungen der einzelnen Bestandteile der Proben zu

ermitteln, zum anderen um Bruchbilder der getesteten Proben zu erhalten. Im Rahmen der Arbeit wurden zwei unterschiedliche REMs verwendet, ein FEI Nova 200 und ein Zeiss SUPRA 60-VP, bei dem HIM handelt es sich um ein Zeiss ORION NanoFab. Der Vorteil der Heliumionenmikroskopie gegenüber der Rasterelektronenmikroskopie sind ihre höhere Tiefenschärfe sowie eine höhere Auflösung [96]. Darüber hinaus können auch nichtleitende Proben im HIM bei hoher Auflösung untersucht werden [96].

Die Schichtdicken der durch das Magnetronsputterverfahren abgesetzten Metallbeschichtungen wurden anhand von Transmissionselektronenmikroskopieaufnahmen (Transmissionselektronenmikroskop, TEM) ermittelt. Hierfür wurden Strukturen in Epoxidharz eingebettet, um die Struktur während eines Schneidvorgangs zu schützen und anschließend dünne Querschnitte mit einem Mikrotoms erzeugt [81]. Diese Mikrotom-präparierten Querschnitte wurden im TEM hochauflösend mikroskopiert und somit die Metallschichtdicke ermittelt. Die Messung der Metallschichtdicken erfolgten durch Dr. Theresa Juarez (University of Southern California).

Um die Raumerfüllung und die Dichte der Strukturen zu ermitteln wurden CAD-Modelle einzelner Einheitszellen mit der Software Autodesk Inventor Professional 2015 erstellt. Diese sind in Abbildung 3.14 für die unterschiedlichen Mikroarchitekturen gezeigt. Die einzelnen Abmessungen in den CAD-Modellen waren die programmierten Balkenlängen und Höhen der Einheitszellen sowie die gemessenen Balkendurchmesser von runden Balken oder Balkenkantenlängen von rechteckigen Balken der Strukturen. Diese Abmessungen wurden anhand von REM-Aufnahmen ermittelt und sind im Anhang in den Tabellen A.2, A.4, A.10 und A.12 aufgelistet. Sowohl das Polymervolumen V_P bzw. das Glaskohlenstoffvolumen V_{GK} der Einheitszelle der Struktur als auch die zugehörige Oberfläche O_P bzw. O_{GK} können in der CAD-Software ermittelt werden. Mit dem Quotienten aus V_P bzw. V_{GK} und dem Volumen der Einheitszelle bei Vollmaterial V_{ges} (in Abbildung 3.14 anhand von roten Linien dargestellt) wird die Raumerfüllung der Strukturen ermittelt. Durch Multiplikation der

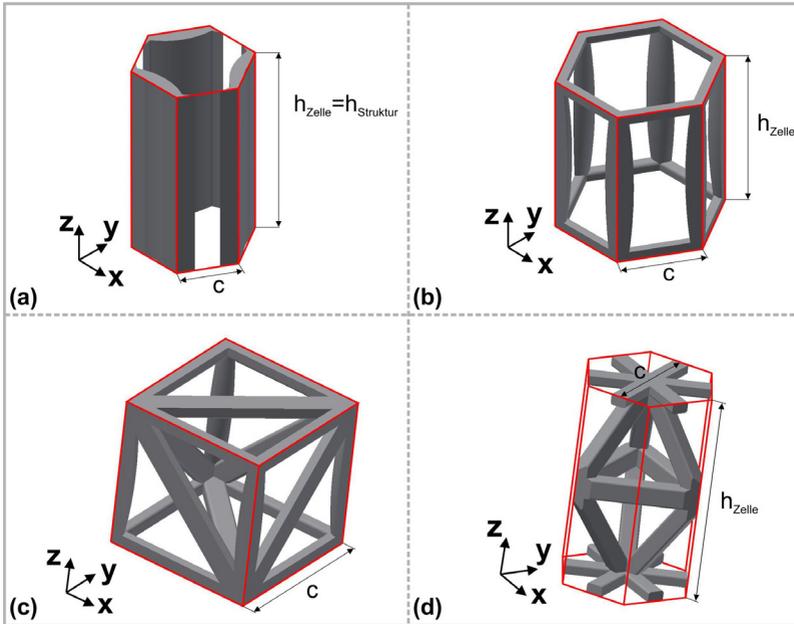


Abb. 3.14: CAD-Modelle der Einheitszellen der Strukturen mit unterschiedlichen 3D-Mikroarchitekturen: (a) Honigwaben-Struktur, (b) hexagonale Struktur, (c) kubisch-verspannte Struktur, (d) Tetraederstruktur. Die roten Linien zeigen jeweils das Volumen einer Einheitszelle aus Vollmaterial V_{ges} an. Die programmierten Kantenlängen c und Höhen der Einheitszellen h_{Zelle} sind angezeigt. Für die Honigwabenstruktur gilt, $h_{\text{Zelle}} = h_{\text{Struktur}}$, für die kubisch-verspannte Struktur ist die Höhe der Einheitszelle gleich der Kantenlänge.

Raumerfüllung mit der mittleren Dichte des verwendeten Polymerlacks IP-Dip ($\bar{\rho}_{\text{IP}} = 1280 \text{ kg/m}^3$ [30]) bzw. der mittleren Dichte von Glaskohlenstoff ($\bar{\rho}_{\text{GK}} = 1400 \text{ kg/m}^3$ [54, 55]) wird die Dichte der polymeren Strukturen und der Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff ermittelt. Zur Bestimmung der Dichte der beschichteten Polymerstrukturen wird die Oberfläche der Polymerstruktur ermittelt, welche mit Beschichtung versehen wird (O_{P} abzüglich der Schnittflächen der Einheitszellen) und diese mit der Schichtdicke multipliziert, um das Volumen der Beschichtung zu ermit-

teln. Die verwendeten Dichten der Beschichtungsmaterialien sind hierbei $\rho_{\text{Al}_2\text{O}_3}=2900 \text{ kg/m}^3$ für Al_2O_3 bei $130 \text{ }^\circ\text{C}$ abgeschieden [97], $\rho_{\text{Al}}=2700 \text{ kg/m}^3$ [98], $\rho_{\text{Inconel600}}=8420 \text{ kg/m}^3$ [99] und $\rho_{\text{Ti-6Al-4V}}=4430 \text{ kg/m}^3$ [100]. Die ermittelten Dichtewerte der Strukturen der unterschiedlichen Messreihen sind im Anhang in den Tabellen A.3, A.5, A.6, A.11 und A.13 aufgelistet.

Eine Untersuchung der chemischen Zusammensetzung des Glaskohlenstoffs erfolgte mit der Raman Spektroskopie [101]. Auf diese Weise können mögliche Unterschiede in der Zusammensetzung der Kohlenstoffarten (Graphit, Diamant) ermittelt werden [102]. Bei der Raman Spektroskopie wird die zu untersuchende Probe mit monochromatischem Laserlicht belichtet, wobei die an der Probe inelastisch gestreuten Photonen untersucht werden. Die Frequenzunterschiede dieser Photonen bezogen auf das eingestrahlte Laserlicht sind hierbei charakteristisch für das Material [101]. Es wurde Laserlicht mit einer Wellenlänge von 633 nm verwendet.

3.6 Finite Elemente Methode

Im Rahmen dieser Arbeit wurden drei unterschiedliche Berechnungen mit der Finite Elemente Methode mit ANSYS Academic Research APDL (ANSYS, Inc.) durchgeführt, um die experimentellen Ergebnisse zu unterstützen:

- Verifizierung des PtP-Ansatzes für rein polymere PtP-Strukturen, in Anlehnung an [21] für Al_2O_3 -beschichtete PtP-Strukturen.
- Abschätzung der Anzahl von Balken- bzw. Knotenbrüche in einer WB-Tetraederstruktur unter zyklischer Belastung (vergleiche Abschnitt 3.4.5).
- Verifizierung der Auswertung der Mikrodruckversuche aufgrund der Nachgiebigkeit des Substrats anhand von Gleichung 3.3 sowie eine Untersuchung des Einflusses unterschiedlicher Aspektverhältnisse der Mikrodrucksäulen.

Da aufgrund der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten rein polymeren PtP-Strukturen große Verschiebungen bis zum Bruch des Zugstabs gemessen werden, ist es notwendig die Annahme des ideal gelenkig gelagerten Hexagonalrahmens abzuschätzen. Hierfür wurden unterschiedliche Hexagonalrahmen simuliert: ein ideal gelenkig gelagerter Rahmen mit Zugstab, sowie ein an den Eckpunkten fixierter Rahmen mit und ohne Zugstab. Die Eingabeparameter des linear-elastisch simulierten Materialverhaltens betragen 1,65 GPa für den Elastizitätsmodul (experimentell bestimmter Mittelwert, siehe Abschnitt 4.1.1) und 0,41 für die Querkontraktionszahl [37]. Aufgrund der großen Verschiebungen wurden geometrische Nichtlinearitäten berücksichtigt. Die Modellierung der einzelnen Komponenten der PtP-Struktur erfolgte in ANSYS, wobei der Rahmen durch Schalenelemente („shell181“) modelliert wurde und der Zugstab als Vollmaterial („solid185“). „shell181“ ist ein Element mit 4 Knoten und 6 Freiheitsgraden an jedem Knoten, Translation und Rotation in alle drei Raumrichtungen [103]. „solid185“ ist ein Element mit 8 Knoten sowie drei Freiheitsgraden an jedem Knoten, Translation in die drei Raumrichtungen [103]. Die Symmetrie des Hexagonalrahmens sowie des Zugstabs erlaubt die Simulation von einem Achtel der gesamten PtP-Struktur. Um den fixierten Hexagonalrahmen zu simulieren, wurden sowohl die translatorischen als auch die rotatorischen Freiheitsgrade an den Eckpunkten des Rahmens gleichgesetzt. Für den ideal gelenkig gelagerten Rahmen wurden nur die translatorischen Freiheitsgrade gleichgesetzt. Zur Simulation des tatsächlichen Versuchs wurde die Verschiebung infolge des Nanoindenters auf die Eckknoten des oberen Balkens aufgebracht. Für unterschiedliche Verschiebungswerte wurden im Folgenden die vertikalen Reaktionskräfte in diesen Knoten ermittelt und die Ergebnisse der unterschiedlichen Modelle verglichen. Der Vergleich erfolgte zwischen der berechneten Lastdifferenz des fixierten Rahmens mit und ohne Zugstab (Gleichung 3.6) und den Kräften auf den ideal gelenkig gelagerten Rahmen. Für die Abschätzung der Anzahl an Balken- und Knotenbrüchen unter zyklischer Belastung wurde ein CAD-Modell der Tetraederstruktur erstellt,

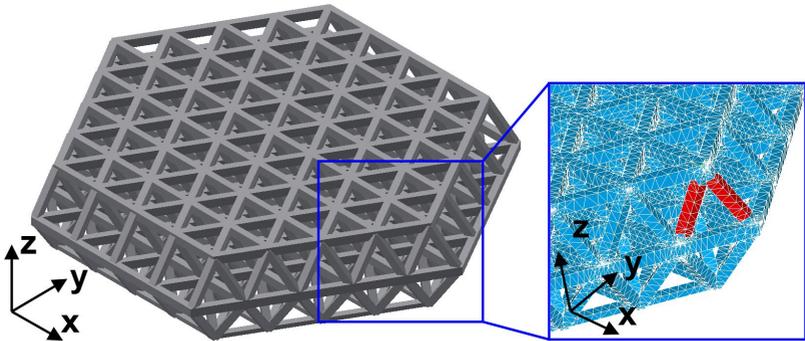


Abb. 3.15: CAD-Modell der Tetraederstruktur für FE Simulationen (links), aufgrund der Symmetrie der Struktur wird nur die obere Hälfte simuliert. Es werden rechteckige Balkenquerschnitte modelliert. Auf der rechten Seite ist der markierte Ausschnitt der Tetraederstruktur in ANSYS gezeigt, um die Deaktivierung der Vertikalstäbe zu visualisieren. Rote Elemente sind deaktiviert (Steifigkeit nahe Null), blaue Elemente sind weiterhin aktiv (Elastizitätsmodul 2,9 GPa).

wobei es aufgrund der Symmetrie der Struktur möglich ist, nur die obere Hälfte zu simulieren. Es wurden rechteckige Balkenquerschnitte modelliert (siehe Abbildung 3.15), wobei die im REM gemessenen Kantenlängen der Balkenquerschnitte und die nominellen Balkenlängen als Eingabeparameter verwendet wurden. Es wurde linear-elastisches Materialverhalten angenommen und geometrische Nichtlinearitäten berücksichtigt. Die Eingabeparameter der Materialdaten für wärmebehandelten IP-Dip betragen 0,41 für die Querkontraktionszahl [37] sowie 2,9 GPa für den Elastizitätsmodul. Die Bestimmung des Elastizitätsmoduls erfolgte mit einer FE Simulation eines PtP-Versuchs, wie im vorherigen Abschnitt beschrieben. Hierfür wurde die FE Simulation an einen experimentell gemessenen PtP-Versuch einer WB-Probe (200 °C/15 min) angepasst und der verwendete Elastizitätsmodul ermittelt. Für die Vernetzung der Struktur wurden 3D-Elemente des Typs „solid187“ verwendet, welche für unregelmäßige Netze gut geeignet sind [103]. Die Elemente besitzen 10 Knoten mit jeweils 3 Freiheitsgraden pro Knoten (Translation in alle drei Raumrichtungen). Die Vernetzung

erfolgte automatisch von ANSYS mit der feinsten einstellbaren Elementgröße, wodurch eine Elementanzahl von > 398.000 erreicht wurde. Die Verschiebung infolge des Nanoindenters wurde auf die oberen Knoten der Struktur in vertikaler Richtung (d. h. in z-Richtung) aufgebracht. Da nur die Hälfte der Struktur simuliert wurde, wurde im Vergleich zum Experiment nur die Hälfte des jeweiligen Verschiebungswerts aufgebracht. Aufgrund von Reibung zwischen Indenter und Struktur sowie aufgrund der Haftung zwischen Substrat und Struktur ist eine Verformung von Strukturoberseite und -unterseite in horizontaler Richtung nicht möglich. Dieses Verhalten wurde simuliert, indem die Knotenverschiebungen der oberen Knoten in horizontaler Richtung (x-, y-Richtung) zu Null gesetzt wurden. Für die unteren Knoten wurden Symmetrie-Randbedingungen angewendet, das heißt die Verschiebung in z-Richtung betrug Null, Verschiebungen in x- und y-Richtung waren nicht beschränkt.

Um Knotenbrüche in der Struktur zu simulieren, wurden die Elemente einzelner Vertikalstäbe deaktiviert. Diese Deaktivierung erfolgte durch eine gesetzte Steifigkeit nahe Null. In Abbildung 3.15 (rechts) sind zwei deaktivierte Vertikalstäbe durch rote Elemente hervorgehoben. Zur Abschätzung der zunehmenden Anzahl von Brüchen während eines zyklischen Druckversuch und der damit verbundenen sinkenden Struktursteifigkeit (vergleiche Abschnitt 3.4.5), wurde die Anzahl der deaktivierten Vertikalstäbe sukzessive erhöht. Hierbei weisen die ersten deaktivierten Balken die Orte der höchsten von Mises-Vergleichsspannung auf (Definition der Vergleichsspannung siehe Gleichung A.1 im Anhang) und befinden sich an den sechs äußeren, oberen Eckpunkten der Tetraederstruktur. Weitere deaktivierte Balken wurden gleichförmig in der Struktur verteilt. Im Anhang in Abbildung A.8 sind die in der Simulation deaktivierten Balken farblich markiert. Die Elementdeaktivierung erfolgte ausschließlich in den Vertikalstäben, die Elemente aller Horizontalbalken sowie aller Knoten der Struktur weisen weiterhin den Elastizitätsmodul von 2,9 GPa auf (siehe Abbildung 3.15 rechts). Zur Auswertung der Simulationen wurden die Vertikalkräfte auf die oberen Knoten

der Struktur für gegebene Verschiebungswerte ermittelt. Im Anschluss wurden die daraus berechneten Steifigkeitswerte der Struktur mit den Druckversuchen der wärmebehandelten Tetraederstrukturen verglichen.

Die Korrektur der experimentellen Messungen der Mikrodrucksäulen erfolgte mit der Steifigkeit des Siliziumwafers basierend auf der Korrektur nach Sneddon [93]. Es wurde die Steifigkeit des Siliziumwafers verwendet ($E_{\text{Silizium}} = 130 \text{ GPa}$ [94, 95]), obwohl die Mikrodrucksäulen während des 3D-DLW Prozesses auf eine dünne Schicht aus IP-Dip geschrieben wurden (vergleiche Abbildung 3.4 (a)). Folglich befindet sich nach der Pyrolyse eine dünne Schicht aus Glaskohlenstoff zwischen Siliziumwafer und Mikrodrucksäule. Aufgrund der starken Schrumpfung der dünnen Schicht (vergleiche Abbildung 3.4 (b)) wurde diese jedoch bei der Auswertung der Experimente vernachlässigt. Um diese Vernachlässigung zu verifizieren, wurden sowohl FE Modelle mit unterschiedlichen Schichtdicken der Glaskohlenstoffzwischen-schicht berechnet als auch ein Modell ohne zusätzliche Zwischenschicht aus Glaskohlenstoff (siehe Abbildung 3.16). Darüber hinaus wurde der Einfluss des Werts des Elastizitätsmoduls des Siliziumwafers auf die Auswertung der Experimente untersucht. Der Siliziumwafer zeigt im Anschluss an die Pyrolyse eine poröse Struktur (vergleiche Abbildung 3.4 (b)), wodurch der Elastizitätsmodul einen geringeren Wert aufweisen könnte als der verwendete Literaturwert. Die Zwischenschicht aus Glaskohlenstoff besitzt im Modell einen schräg abfallenden Außenrand; der Übergang zwischen Säule und Zwischenschicht ist mit einem Viertelkreis ausgerundet. Die Berechnung erfolgte mit zweidimensionalen Elementen des Typs „plane182“, wobei die achsensymmetrische Option der Elemente verwendet wurde [103]. Dadurch war eine zweidimensionale Berechnung eines Viertels der Mikrodrucksäule möglich, wie in Abbildung 3.16 dargestellt. Die Elemente besitzen vier Knoten mit jeweils 2 Freiheitsgraden an jedem Knoten (Verschiebung in x- und y-Richtung) [103]. Bei den Simulationen wurden große Verformungen zugelassen sowie linear-elastisches Materialverhalten beider Materialien angenommen. Als Eingabeparameter wurden $\nu_{\text{Silizium}} = 0,28$

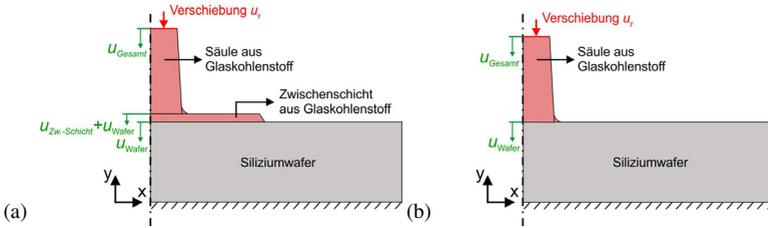


Abb. 3.16: Schematische Darstellung der unterschiedlichen Modelle der Mikrodrucksäule für die FE Simulation, (a) mit und (b) ohne Zwischenschicht aus Glaskohlenstoff. Zur besseren Sichtbarkeit wurden die Proportionen der einzelnen Komponenten nicht maßstabsgetreu dargestellt. Die aufgegebene Verschiebung in y-Richtung auf die Knoten der Säulenoberfläche ist durch einen roten Pfeil dargestellt, die feste Einspannung auf die unteren Knoten des Siliziumwafers ist ebenfalls markiert. Die unterschiedlichen Verschiebungen der einzelnen Komponenten in den Modellen sind anhand von grünen Pfeilen dargestellt. Die Symmetrielinie der Modelle ist jeweils eingezeichnet.

und $E_{\text{Silizium}} = 130 \text{ GPa}$ [94, 95] sowie $\nu_{\text{Glaskohlenstoff}} = 0,15$ [53, 56] und $E_{\text{Glaskohlenstoff}} = 42,5 \text{ GPa}$ (experimentell bestimmter Mittelwert, siehe Abschnitt 4.1.3) verwendet. Um den Einfluss der Elastizitätsmoduln von Glaskohlenstoff und Silizium zu untersuchen, wurden die Werte entsprechend angepasst. Die Belastung der Mikrodrucksäule wurde durch eine Verschiebung in y-Richtung auf die Knoten der Säulenoberfläche simuliert. Die Verschiebung dieser Knoten in x-Richtung wurde gesperrt, um die Reibung zwischen Säulenoberfläche und Indenterspitze zu beachten. Die Unterseite des Siliziumwafers wurde durch eine feste Einspannung eingeschränkt. Die y-Verschiebungen der einzelnen Knoten der Oberfläche des Siliziumwafers sind bei einer Belastung der Säule nicht konstant, sondern die Verschiebungen sind eine Funktion der Knotenposition in x-Richtung. Aus diesem Grund wurde die Waferverschiebung u_{Wafer} (vergleiche Abbildung 3.16 (a)) anhand eines gewichteten Mittelwerts berechnet zu

$$u_{\text{Wafer}} = \frac{1}{A_{\text{ges}}} \sum_{i=1}^{n-1} \hat{u}_y^i \cdot A_i. \quad (3.12)$$

A_{ges} ist hierbei die Gesamtfläche des Säulenfußes, \hat{u}_y^i die gemittelte y-Verschiebung zweier benachbarter Knoten und A_i die Kreisabschnittsfläche zwischen den benachbarten Knoten. Die einzelnen Komponenten werden berechnet zu

$$\begin{aligned} A_{\text{ges}} &= \pi \cdot \left(\frac{d_{\text{unten}}}{2} + r_{\text{Rundung}} \right)^2, \\ \hat{u}_y^i &= \frac{u_y^{i+1} + u_y^i}{2}, \\ A_i &= \pi \cdot (x_{i+1} - x_i)^2 \end{aligned} \quad (3.13)$$

mit d_{unten} dem unteren Durchmesser der Mikrodrucksäule, r_{Rundung} dem Radius der Kerbausrundung des Säulenfußes, u_y^i der y-Verschiebung des Knotens i und x_i der x-Komponente der Knotenposition des Knotens i .

Zusätzlich zu den Simulationen mit und ohne Zwischenschicht aus Glaskohlenstoff wurden Mikrodrucksäulen mit unterschiedlichen Verhältnissen aus Höhe zu Durchmesser simuliert. Hierbei wurde die von Mises-Vergleichsspannung der Säulen ausgewertet sowie der Faktor für Mehrachsigkeit, welcher durch das Verhältnis aus hydrostatischer Spannung und von Mises-Vergleichsspannung definiert ist [104] (Definition der von Mises-Vergleichsspannung sowie der hydrostatischen Spannung siehe Gleichungen A.1 und A.3 im Anhang). Diese Simulationen wurden anhand des Modells mit einer 100 nm dicken Zwischenschicht aus Glaskohlenstoff durchgeführt, da davon auszugehen ist, dass sich eine dünne Schicht zwischen Mikrodrucksäule und Siliziumwafer befindet. Die verwendeten geometrischen Abmessungen der Modelle entsprachen den im REM bestimmten Abmessungen der Säulen mit einem Ausgangsdurchmesser vor der Pyrolyse von 10 μm , jeweils aus Messreihe 2 und 3 (siehe Anhang Tabelle A.9). Der Durchmesser der Zwischenschicht wurde ebenfalls anhand von REM-Bildern zu $\sim 15 \mu\text{m}$ ermittelt. Für den Siliziumwafer wurde die vom Hersteller angegebene Dicke angewendet $d = 525 \mu\text{m}$ (Silicon Materials, Kaufering), sowie für den Radius ein fünffacher Wert der Dicke angenom-

men. Um die Simulationen mit den Indentationsmessungen zu vergleichen, wurden die Reaktionskräfte auf die Knoten der Säulenoberfläche ermittelt und zusammen mit den aus der Simulation resultierenden Verschiebungswerten (vergleiche Abbildung 3.16) mit experimentell ermittelten Kraft-Verschiebungs-Kurven verglichen.

4 Einfluss unterschiedlicher Basismaterialien auf das Strukturverhalten

Der Einfluss unterschiedlicher Basismaterialien auf das Strukturverhalten wurde im Rahmen dieser Arbeit untersucht. Hierfür wurden sowohl die mechanischen Eigenschaften unterschiedlicher Basismaterialien untersucht, als auch die mechanischen Eigenschaften von Strukturen aus diesen unterschiedlichen Basismaterialien. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind im folgenden Kapitel dargestellt.

Zunächst wird der Einfluss unterschiedlicher Wärmebehandlungen auf die Eigenschaften des Fotolacks IP-Dip beschrieben, beginnend mit Push-to-Pull-Zugversuchen (Abschnitt 4.1.1), gefolgt von Druckversuchen von Strukturen (Abschnitt 4.1.2). In den Abschnitten 4.1.3 und 4.1.4 erfolgt eine Darstellung des Einflusses der Wärmebehandlungen, welche eine Pyrolyse des polymeren Fotolacks IP-Dip hervorrufen. Das Verhalten von Tetraederstrukturen mit unterschiedlichen Metallbeschichtungen wird schließlich in Abschnitt 4.2 beschrieben.

4.1 Einfluss von Wärmebehandlungen auf die mechanischen Eigenschaften

4.1.1 Mechanische Eigenschaften von IP-Dip

Zugfestigkeit und Zähigkeit

Kraft-Verschiebungs-Kurven von PtP-Hexagonalrahmen ohne und mit Zugstab sind in Abbildung 4.1 dargestellt. Zusätzlich ist in diesem Diagramm die berechnete Kraftdifferenz ΔF dargestellt, welche der Kraft auf einen ideal-gelenkig gelagerten Hexagonalrahmen entspricht. Bei einem Verschie-

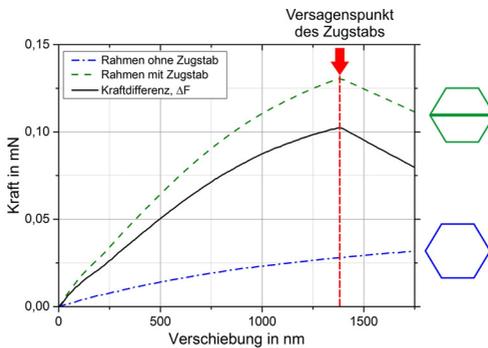


Abb. 4.1: Kraft-Verschiebungs-Kurven von WB-Proben (200 °C/45 min) von PtP-Hexagonalrahmen ohne (blaue Strich-Punkt-Linie) und mit Zugstab (grün, gestrichelte Linie), sowie die berechnete Kraftdifferenz ΔF (schwarze Linie). Versagen des Zugstabs tritt bei einer Verschiebung von ~ 1400 nm auf und ist mit einer roten, gestrichelten Linie visualisiert. Der Hexagonalrahmen ohne Zugstab versagt nicht im gezeigten Verschiebungsbereich. In Anlehnung an [75].

bungswert von ~ 1400 nm (eingezeichnete rot-gestrichelte Linie) kommt es zum Bruch des Zugstabs, woraufhin die Kraft auf den Hexagonalrahmen abfällt. Der Hexagonalrahmen ohne Zugstab weist kein Versagen im dargestellten Verschiebungsbereich auf. Für große Verschiebungswerte würden die beiden Kraft-Verschiebungs-Kurven ineinander übergehen, wie in [37] gezeigt, da der Hexagonalrahmen mit gebrochenem Zugstab einem Hexagonalrahmen ohne Zugstab entspricht.

Um den Einfluss verschiedener Wärmebehandlungen auf das mechanische Verhalten von IP-Dip zu untersuchen, ist in Abbildung 4.2 die gemittelte Spannungs-Verschiebungs-Kurve von OWB-Proben dargestellt. In Abbildung 4.3 sind gemittelte Spannungs-Verschiebungs-Kurven von WB-Proben nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen gemeinsam mit der gemittelten Kurve der OWB-Proben gezeigt. Es sind nur sehr geringe Variationen

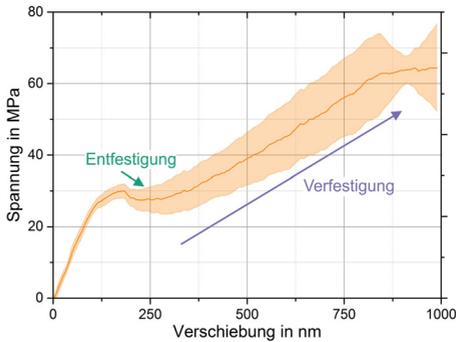


Abb. 4.2: Gemittelte Spannungs-Verschiebungs-Kurve der PtP-Versuche von OWB-Proben, die Standardabweichung der Tests ist anhand der farblich hinterlegten Fläche gekennzeichnet. Der gemittelte Werte resultiert aus sechs durchgeführten Einzeltests.

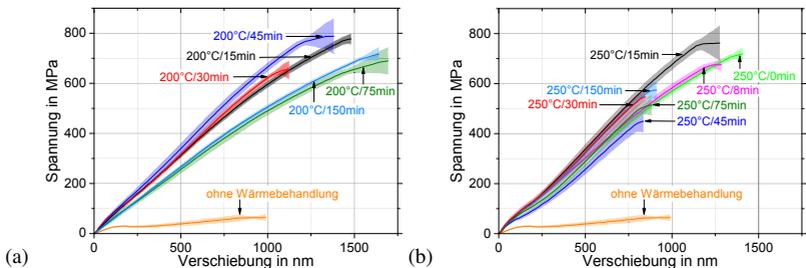


Abb. 4.3: Spannungs-Verschiebungs-Diagramme von PtP-Versuchen an WB-Proben nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen bei (a) 200 °C und (b) 250 °C sowie zusätzlich in beiden Diagrammen die Kurve der OWB-Proben. Es sind gemittelte Werte von mindestens sechs Tests angegeben, die Standardabweichung der einzelnen Tests ist anhand von farblich hinterlegten Flächen dargestellt. In Anlehnung an [75].

in den einzelnen Messreihen zu beobachten, wie anhand der geringen Standardabweichungen (farblich hinterlegte Flächen) zu erkennen ist. Nur im Bereich des Versagens des Zugstabs sind größere Abweichungen zu beobachten, was auf variierende Maximalspannungen und -verschiebungen hindeutet. Bis zu diesem Zeitpunkt sind die Verläufe der einzelnen Messkurven sehr homogen. Der zu beobachtende nichtlineare Bereich für geringe Verschiebungswerte ist auf eine Selbstausrichtung der PtP-Strukturen zurückzuführen. Eine horizontale Korrektur der Spannungs-Verschiebungskurven, wie in Abschnitt 3.4.3 beschrieben, ist hier jedoch nicht notwendig. Eine Verlängerung des linear-elastischen Bereichs zu niedrigen Verschiebungswerten verläuft bereits durch den Nullpunkt des Diagramms. Für alle Materialzustände ist elastisch-plastisches Materialverhalten zu beobachten, wobei plastisches Verhalten der OWB-Proben bereits bei kleinen Spannungen von $\sim 20\text{--}30\text{ MPa}$ eintritt [75]. Für die OWB-Proben ist nach Einsetzen der Plastizität zunächst eine Entfestigung zu beobachten, die im weiteren Verlauf in eine starke Verfestigung übergeht. Das Versagen der einzelnen OWB-Zugstäbe tritt bei unterschiedlichen Verschiebungswerten im Bereich von $\sim 780\text{--}1000\text{ nm}$ ein. Die Spannungs-Verschiebungskurven der WB-Proben weisen keine Entfestigung auf, jedoch nach Überschreiten der Fließgrenze einen kurzen verfestigenden Bereich, vor Versagen des Zugstabs.

Infolge aller Wärmebehandlungen ist ein Anstieg der maximalen Spannung und der Steifigkeit im Vergleich zu den OWB-Proben zu beobachten. Der maximale Verschiebungswert bei Zugstabversagen steigt ebenfalls an für Wärmebehandlungen bei $200\text{ }^\circ\text{C}$ sowie Wärmebehandlungen bei $250\text{ }^\circ\text{C}$ bis zu einer Dauer von 15 min. Hier werden maximale Verschiebungswerte von $\sim 1100\text{--}1700\text{ nm}$ gemessen, im Vergleich zu $\sim 1000\text{ nm}$ bei den OWB-Proben. Ab einer Wärmebehandlungsdauer von 30 min bei $250\text{ }^\circ\text{C}$ sind sinkende maximale Verschiebungswerte ($\sim 850\text{--}900\text{ nm}$) im Vergleich zu den OWB-Proben zu beobachten. Die charakteristischen Werte sind in Tabelle A.14 im Anhang angegeben.

Gemittelte Werte der Zugfestigkeit, das heißt der maximal erreichten Spannung während des PtP-Experiments, als Funktion der Wärmebehandlungsdauer sind in Abbildung 4.4 dargestellt, die Ingenieurszähigkeit als Funktion der Wärmebehandlungsdauer in Abbildung 4.5. Für alle durchgeführ-

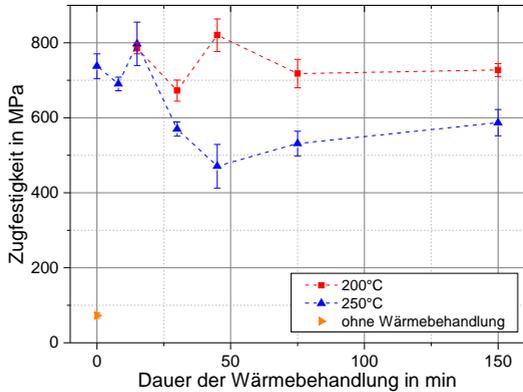


Abb. 4.4: Zugfestigkeit der IP-Dip Proben als Funktion der Wärmebehandlungsdauer. Es sind gemittelte Werte von mindestens sechs Tests angegeben, wobei die Fehlerbalken die Standardabweichung repräsentieren. In Anlehnung an [75].

ten Wärmebehandlungen ist ein Anstieg der Zugfestigkeit im Vergleich zu OWB-Proben zu beobachten. Die Zugfestigkeit von OWB-Proben aus IP-Dip wurde zu 73 ± 7 MPa bestimmt (vergleiche Tabelle A.14 im Anhang). Im Vergleich dazu liegen die Zugfestigkeiten der WB-Proben nach Wärmebehandlungen bei 200°C und Wärmebehandlungen von 0–15 min bei 250°C um etwa einen Faktor 10 höher [75], im Bereich von ~ 650 – 800 MPa. Die Zugfestigkeiten der WB-Proben nach Wärmebehandlungen von ≥ 30 min bei 250°C liegen im Bereich von ~ 450 – 600 MPa und folglich um etwa einen Faktor 7 höher als die OWB-Proben. WB-Proben, die sowohl einen Anstieg der Zugfestigkeit als auch des maximalen Verschiebungswerts im Vergleich zu OWB-Proben aufweisen, zeigen ebenfalls eine erhöhte Ingenieurszähigkeit (Abbildung 4.5). Im Gegensatz dazu liegt der Wert der Ingenieurszähigkeit im gleichen Bereich wie die der OWB-Proben, für

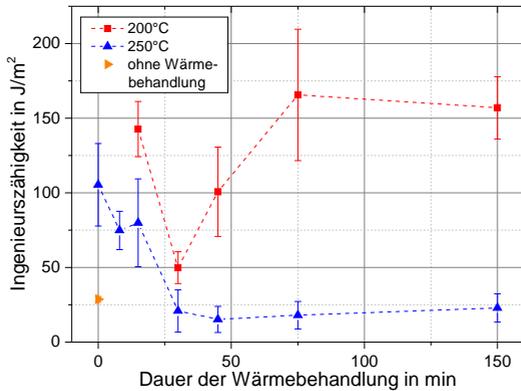


Abb. 4.5: Ingenieurszähigkeit der IP-Dip Zugproben als Funktion der Wärmebehandlungsdauer. Es sind gemittelte Werte von mindestens sechs Tests angegeben, wobei die Fehlerbalken die Standardabweichung repräsentieren. In Anlehnung an [75].

WB-Proben mit höherer Zugfestigkeit, jedoch geringerer maximaler Verschiebung (Wärmebehandlungen bei $250^{\circ}\text{C} \geq 30$ min). Für WB-Proben mit erhöhtem Wert der Ingenieurszähigkeit sind jedoch deutliche Unterschiede der Absolutwerte zu beobachten: Ein Anstieg um einen Faktor $\sim 5,6$ ist für lange Wärmebehandlungen (75 und 150 min) bei 200°C zu beobachten [75]; kürzere Wärmebehandlungen bei 200°C (15–45 min) sowie 0–15 min bei 250°C weisen geringere Werte auf (Anstieg um Faktor 1,7–4,9).

Die in Abbildung 4.3 gezeigten Verschiebungswerte beziehen sich auf die gemessene Verschiebung des Nanoindenters. Um die Dehnung des Zugstabs abzuschätzen, wurden *in situ* Momentaufnahmen der Messungen untersucht und die Längenänderung des gesamten Zugstabs $2 \cdot \Delta L$ ermittelt, wie in Abbildung 4.6 dargestellt (ΔL bezieht sich aufgrund der Symmetrie nur auf die Hälfte des Zugstabs, vergleiche Abschnitt 3.4.4). Die Gesamtlänge des Zugstabs verlängert sich bis zum Bruch bei den OWB-Proben um $0,94 \mu\text{m}$ und um $0,85 \mu\text{m}$ bei den WB-Proben ($200^{\circ}\text{C}/15$ min). Dies entspricht einer prozentualen Änderung der Gesamtzugstabslänge von 4,9 % (OWB-Proben) und 4,4 % (WB-Proben ($200^{\circ}\text{C}/15$ min)). Gleichzeitig verringert sich die

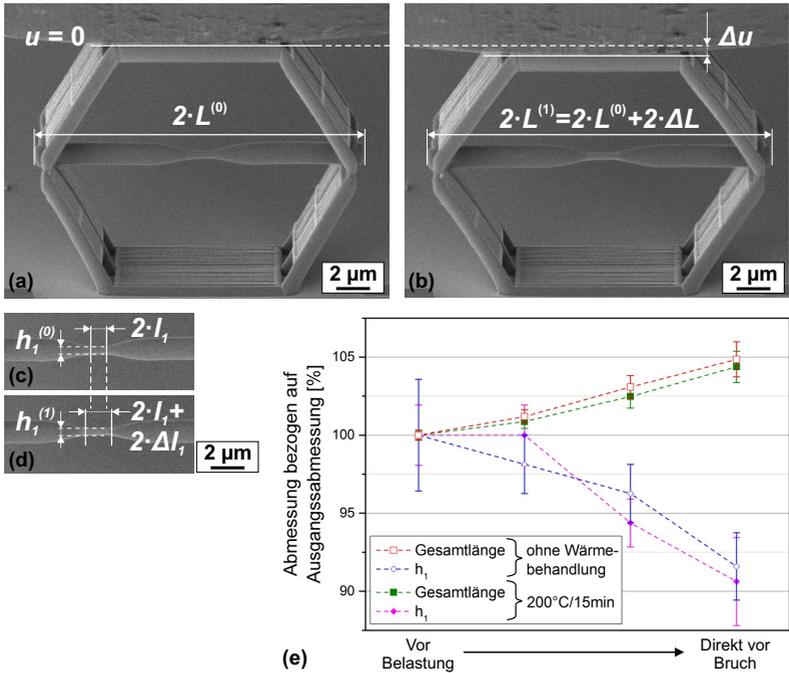


Abb. 4.6: Analyse der Verformung des Zugstabs anhand von Momentaufnahmen der *in situ* Messungen. (a), (b) Messung der Gesamtlänge des Zugstabs zum Zeitpunkt (a) vor der Belastung, $2 \cdot L^{(0)}$ und (b) direkt vor Eintreten des Bruchs, $2 \cdot L^{(1)} = 2 \cdot L^{(0)} + 2 \cdot \Delta L$. (c), (d) Messung der Höhe des Zugstabs im verjüngten Bereich zum Zeitpunkt (c) vor der Belastung, $h_1^{(0)}$ und (d) direkt vor Eintreten des Bruchs, $h_1^{(1)}$. Eine Verlängerung $2 \cdot \Delta l_1$ des verjüngten Bereichs des Zugstabs ist deutlich sichtbar. (e) Längenänderung des gesamten Zugstabs, sowie Höhenänderung des verjüngten Bereichs des Zugstabs h_1 , jeweils bezogen auf die Abmessung vor der Belastung. Es sind gemittelte Werte von zwei (OWB-Proben) bzw. drei (WB-Proben (200 °C/15 min)) Messreihen angegeben. Die Abmessungen wurden an Momentaufnahmen vor der Belastung sowie direkt vor Eintreten des Bruchs ermittelt und an zwei dazwischenliegenden Momentaufnahmen. Die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichungen der Mittelwerte. Die dargestellten Momentaufnahmen der *in situ* Messungen (a)–(d) zeigen eine WB-Probe (200 °C/15 min) einer PtP-Struktur.

Höhe des Zugstabs im verjüngten Bereich h_1 um 8,4 % sowie 9,4 %, die Höhe im äußeren Bereich des Zugstabs (Region (3)) bleibt nahezu unverändert (Anstieg um 1,1 % und 1,5 %). Aufgrund der sich ändernden Höhe des Zugstabs im verjüngten Bereich und der konstant bleibenden Höhe im äußeren Bereich, wird angenommen, dass die gesamte Verlängerung des Zugstabs im verjüngten Bereich stattfindet ($2 \cdot \Delta L = 2 \cdot \Delta l_1$, siehe Abbildung 4.6 (b) und (d)). Dies entspricht bei einer Anfangslänge des verjüngten Bereichs $2 \cdot l_1 = 1 \mu\text{m}$ einer Dehnung von 94 % für OWB-Proben und 85 % für WB-Proben (200 °C/15 min).

Um den Versuchsaufbau der PtP-Strukturen und deren Annahme eines ideal gelenkig gelagerten Rahmens zu verifizieren wurden FE Simulationen durchgeführt. In Abbildung 4.7 (a) sind simulierte Kraft-Verschiebungskurven dargestellt, in schwarz ist die Kraftdifferenz $\Delta F_{\text{fest verbunden}}$ eines fest verbundenen Hexagonalrahmens mit und ohne Zugstab dargestellt (berechnet mit Gleichung 3.6), in rot die Kraft auf einen ideal gelenkig simulierten Hexagonalrahmen. Mit zunehmender Verschiebung nimmt der

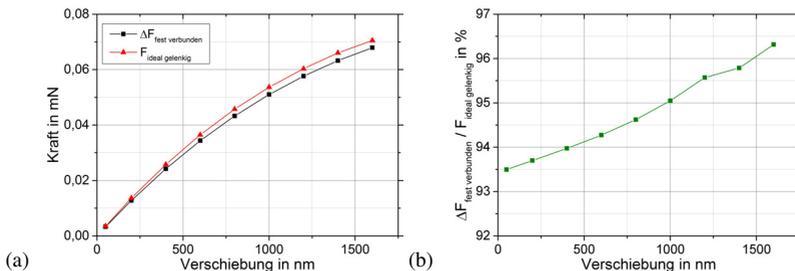


Abb. 4.7: Ergebnisse der FE Analysen als Funktion der in der Simulation vorgegebenen Verschiebung: In (a) sind die Kraftdifferenz eines fest verbundenen Hexagonalrahmens mit und ohne Zugstab (in schwarz) und die Kraft auf einen ideal gelenkig verbundenen Rahmen (in rot) dargestellt, in (b) das Verhältnis der beiden in (a) dargestellten Kräfte ($\Delta F_{\text{fest verbunden}} / F_{\text{ideal gelenkig}}$). (b) in Anlehnung an [75].

absolute Unterschied zwischen den beiden Kurven zu, wobei die Kraft auf einen ideal gelenkigen Hexagonalrahmen größer ist als die Kraftdifferenz der beiden fest verbundenen Hexagonalrahmen. Das Verhältnis der Kräfte

($\Delta F_{\text{fest verbunden}}/F_{\text{ideal gelenkig}}$) als Funktion des Verschiebungswerts ist in Abbildung 4.7 (b) prozentual dargestellt. Es ist eine gute Übereinstimmung von 93–97 % im experimentell abgedeckten Verschiebungsbereich bis 1600 nm zu beobachten [75].

Elastizitätsmodul

Wie bereits im vorherigen Abschnitt beschrieben, steigt die Steifigkeit der IP-Dip Zugproben in Abhängigkeit von der durchgeführten Wärmebehandlung im Vergleich zu OWB-Proben an (vergleiche Abbildung 4.3). Mit Gleichung 3.10 kann der Elastizitätsmodul der Zugproben durch PtP-Experimente angenähert werden. Dieser ist als Funktion der Wärmebehandlungsdauer in Abbildung 4.8 dargestellt. Ein Elastizitätsmodul von 1,5–1,8 GPa

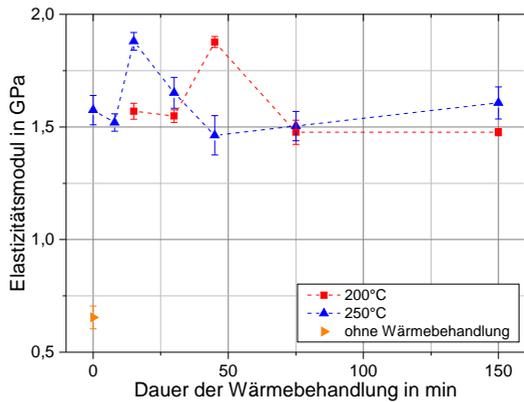


Abb. 4.8: Durch PtP-Versuche ermittelter Elastizitätsmodul von IP-Dip Zugproben als Funktion der Wärmebehandlungsdauer. Es sind gemittelte Werte von mindestens sechs Tests angegeben, wobei die Fehlerbalken die Standardabweichung repräsentieren.

wurde nach den unterschiedlichen Wärmebehandlungen ermittelt, was einem Anstieg um einen Faktor $\sim 2,5$ im Vergleich zu den OWB-Proben entspricht [75].

Für eine genauere Analyse des Elastizitätsmoduls von IP-Dip wurden fre-

quenzabhängige Messungen mit Nanoindentation durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in Abbildung 4.9 dargestellt, in (a) ist der Speichermodul E' , in (b) der Verlustfaktor als Funktion der Messfrequenz abgebildet. Im Rahmen dieser Messungen wurde sowohl der Einfluss des ho-

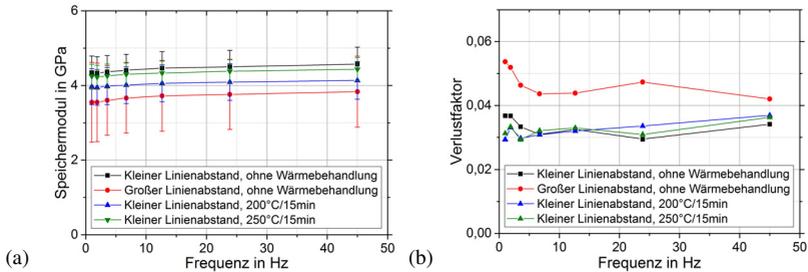


Abb. 4.9: (a) Speichermodul und (b) Verlustfaktor von IP-Dip als Funktion der Messfrequenz. Für den Speichermodul sind Mittelwerte von mindestens fünf Messungen angegeben, die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichung der Mittelwerte. Der Verlustfaktor ist der Quotient aus den Mittelwerten des Verlust- und des Speichermoduls (vergleiche Gleichung 3.2). Der Linienabstand bezieht sich auf den Abstand zwischen zwei horizontal nebeneinander geschriebenen Linien im 3D-DLW Prozess, wobei der kleine Linienabstand $0,1\ \mu\text{m}$ beträgt, der große Linienabstand $0,2\ \mu\text{m}$.

rizontalen Linienabstands des Schreibprozesses des 3D-DLW als auch der Einfluss unterschiedlicher Wärmebehandlungen untersucht (vergleiche Abschnitt 3.4.1). Für alle durchgeführten Messungen ist ein geringer Einfluss der Messfrequenz auf die Ergebnisse zu beobachten, insbesondere der Speichermodul weist einen konstanten Verlauf für unterschiedliche Frequenzen auf. Aufgrund des deutlich geringeren Verlustmoduls im Vergleich zum Speichermodul resultieren sehr geringe Werte des Verlustfaktors (vergleiche Gleichung 3.2, Abbildung 4.9 (b) und Tabelle 4.1). Der geringste Speichermodul ist für einen großen Linienabstand zwischen zwei nebeneinander geschriebenen Linien zu beobachten, der größte Speichermodul für einen geringen Linienabstand. Die Verlustfaktoren aller Proben mit kleinem Linienabstand liegen im gleichen Bereich sowie unterhalb des Verlustfaktors der Proben mit großem Linienabstand. Ein deutlicher Einfluss des Wärme-

behandlungsprozesses auf die Werte des Speichermoduls und des Verlustfaktors ist nicht zu beobachten. Aufgrund der geringen Frequenzabhängigkeit der Moduln und des Verlustfaktors wurden gemittelte Werte über der Frequenz bestimmt, welche in Tabelle 4.1 aufgelistet sind.

Tab. 4.1: Über unterschiedliche Frequenzen ($1 \leq f \leq 45$ Hz) gemittelte Werte mit Standardabweichung des Speicher- und des Verlustmoduls von IP-Dip sowie die aus den Mittelwerten resultierenden Verlustfaktoren. Der Linienabstand bezieht sich auf den Abstand zwischen zwei horizontal nebeneinander geschriebenen Linien im 3D-DLW Prozess, wobei der kleine Linienabstand $0,1 \mu\text{m}$ beträgt, der große Linienabstand $0,2 \mu\text{m}$.

Messreihe	Speichermodul in GPa	Verlustmodul in MPa	Verlustfaktor
Kleiner Linienabstand, OWB-Probe	$4,4 \pm 0,1$	$147,7 \pm 10,9$	0,03
Großer Linienabstand, OWB-Probe	$3,7 \pm 0,1$	$171,9 \pm 12,2$	0,05
Kleiner Linienabstand, 200 °C/15 min	$4,0 \pm 0,1$	$129,8 \pm 12,4$	0,03
Kleiner Linienabstand, 250 °C/15 min	$4,3 \pm 0,1$	$139,3 \pm 11,2$	0,03

4.1.2 Mechanische Eigenschaften der polymeren Strukturen

Der Einfluss unterschiedlicher Materialeigenschaften von IP-Dip infolge von Wärmebehandlungen auf die mechanischen Eigenschaften der Strukturen wurde ebenfalls untersucht. Repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurven von Druckversuchen an OWB-Tetraederstrukturen sowie an WB-Tetraederstrukturen (15 min bei 200 °C und 250 °C) sind in Abbildung 4.10 dargestellt. Im Anschluss an den Bereich der Ausrichtungsungenauigkeiten zwischen Struktur und Indenter ist elastisch-plastisches Verhalten für alle Wärmebehandlungszustände zu beobachten. Auf dem Spannungsniveau der maximalen Druckspannung ist zunächst ebenfalls stabile Verformung bei nahezu konstanter Spannung zu beobachten; im Bereich von $\sim 9\text{--}14\%$ Dehnung folgt jedoch instabile Verformung, was an den wenigen Datenpunkten der Spannungs-Dehnungs-Kurve zu beobachten ist [75]. In diesem Bereich

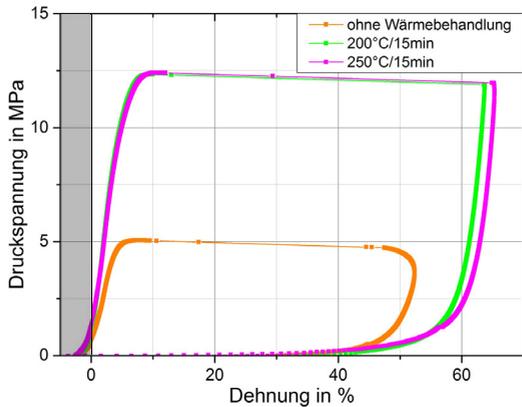


Abb. 4.10: Repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurven von OWB-Tetraederstrukturen und WB-Tetraederstrukturen nach Wärmebehandlungen bei 200 °C und 250 °C für 15 min. In Anlehnung an [75].

setzt das Versagen der Tetraederstrukturen ein und der Nanoindenter kann die indirekte Wegsteuerung nicht mehr aufrecht erhalten (vergleiche Abschnitt 3.4.3). Die Spannungs-Dehnungs-Kurven der WB-Strukturen weisen einen vergleichbaren Verlauf auf, wobei die maximale Druckspannung um einen Faktor $\sim 2,5$ höher liegt im Vergleich zur OWB-Struktur [75].

Für eine genauere Untersuchung des Einflusses von Wärmebehandlungen auf die mechanischen Eigenschaften von Strukturen sind im Folgenden gemittelte Spannungs-Dehnungs-Kurven von Honigwabenstrukturen (Abbildung 4.11 (a), (b)), kubischen Strukturen (Abbildung 4.11 (c), (d)) und Tetraederstrukturen (Abbildung 4.11 (e), (f)) gezeigt. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven zeigen nur den Bereich bis zum Erreichen der Druckfestigkeit, der Bereich des Strukturversagens (vergleiche Abbildung 4.10) wurde abgeschnitten, um eine besser Sichtbarkeit der relevanten Dehnungsbereiche zu gewährleisten.

Für alle Strukturen ist elastisch-plastisches Materialverhalten im Anschluss an die Ausrichtungsungenauigkeiten zu beobachten sowie ansteigende Fes-

4.1 Einfluss von Wärmebehandlungen auf die mechanischen Eigenschaften

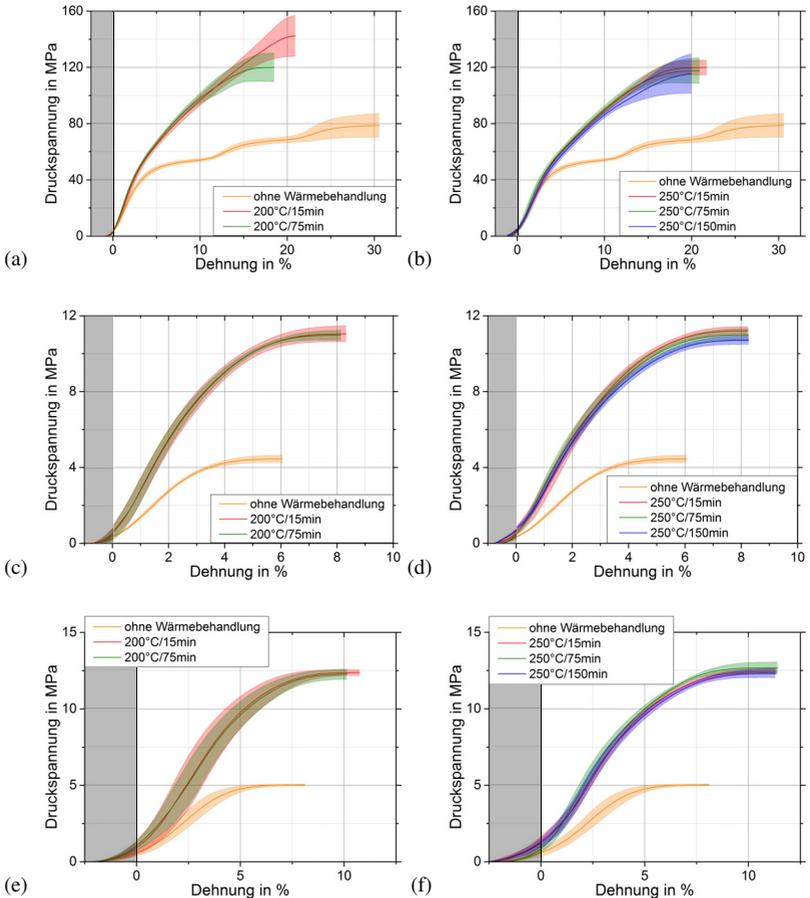


Abb. 4.11: Gemittelte Spannungs-Dehnungs-Diagramme bis zum Erreichen der maximalen Drucksprungung, von OWB-Strukturen sowie von WB-Strukturen nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen. Die Temperatur der Wärmebehandlung ist im Folgenden jeweils in Klammern hinter der Mikroarchitektur angegeben: (a) Honigwabenstrukturen (200 °C), (b) Honigwabenstrukturen (250 °C), (c) kubische Strukturen (200 °C), (d) kubische Strukturen (250 °C), (e) Tetraederstrukturen (200 °C), (f) Tetraederstrukturen (250 °C). Es sind Mittelwerte von mindestens fünf (Honigwabenstrukturen) bzw. vier Messungen (kubische Strukturen und Tetraederstrukturen) gezeigt, die Standardabweichung ist durch die farblich hinterlegten Flächen dargestellt.

tigkeiten und Steifigkeiten infolge der Wärmebehandlungsprozesse im Vergleich zu den OWB-Strukturen. Die charakteristischen Werte der Druckversuche sind in Tabelle A.15 angegeben.

Für die Honigwaben (Abbildung 4.11 (a), (b)) sind geringe Standardabweichungen bis zum Erreichen des Strukturversagens zu beobachten, das Versagen der einzelnen Strukturen erfolgt jedoch bei stärker variierenden Spannungs- und Dehnungswerten, was an der höheren Standardabweichung im Bereich der maximalen Druckspannung zu beobachten ist. Alle Honigwabenstrukturen zeigen im Anschluss an eine linear-elastische Verformung (bis $\sim 2\text{--}3\%$ Dehnung) eine ausgeprägte plastische Verformung mit Verfestigung. Die OWB-Strukturen zeigen in diesem Bereich eine dreistufige plastische Verformung mit unterschiedlich starker Verfestigung bis zum Versagen der Strukturen im Bereich von $\sim 30\%$ Dehnung. Die WB-Strukturen zeigen eine gleichförmige Verfestigung bis zum Strukturversagen bei geringeren Dehnungswerten von $\sim 20\%$, wobei die maximale Dehnung mit zunehmender Wärmebehandlungsdauer für beide Wärmebehandlungstemperaturen abnimmt.

Die kubischen Strukturen (Abbildung 4.11 (c), (d)) weisen eine sehr homogene Verformung während des gesamten Druckversuchs auf, was an der geringen Standardabweichung für alle Messreihen zu beobachten ist. Infolge der Wärmebehandlungen ist ein Anstieg der maximalen Dehnung bis zum Erreichen des Strukturversagens zu beobachten, OWB-Strukturen versagen bei $\sim 6\%$ Dehnung, alle WB-Strukturen bei $\sim 8\%$ Dehnung. Dies ist insbesondere auf einen vergrößerten Bereich plastischer Verformung mit Verfestigung zurückzuführen, linear-elastisches Materialverhalten ist im Bereich bis $\sim 2\text{--}3\%$ Dehnung für alle Strukturen zu beobachten.

OWB-Tetraederstrukturen sowie WB-Tetraederstrukturen nach Wärmebehandlungen bei $200\text{ }^\circ\text{C}$ (Abbildung 4.11 (e)) weisen sehr homogene Druckfestigkeiten (geringe Standardabweichung), jedoch unterschiedliche Struktursteifigkeiten (höhere Standardabweichung) auf. Die WB-Strukturen nach Wärmebehandlungen bei $250\text{ }^\circ\text{C}$ (Abbildung 4.11 (f)) weisen einen sehr

homogenen Verlauf während des gesamten Experiments auf. Ein Anstieg der maximalen Dehnung von $\sim 8\%$ auf $\sim 10\text{--}11\%$ Dehnung von OWB-Strukturen zu WB-Strukturen ist zu beobachten. Vergleichbar zu den kubischen Strukturen ist dies insbesondere auf einen vergrößerten plastischen Verformungsbereich zurückzuführen. Linear-elastisches Verhalten ist bis zu einer Dehnung von $\sim 3\text{--}4\%$ für alle Strukturen zu beobachten.

Eine genauere Untersuchung des Anstiegs der Druckfestigkeit infolge von Wärmebehandlungen ist anhand von Abbildung 4.12 möglich. Hier sind die

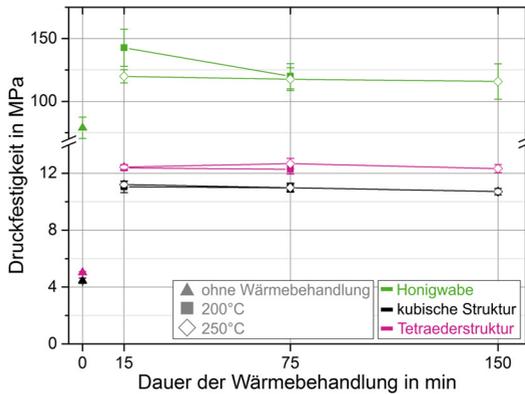


Abb. 4.12: Druckfestigkeiten der Strukturen nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen als Funktion der Wärmebehandlungsdauer. Die Fehlerbalken zeigen die Standardabweichungen von mindestens vier (kubische Struktur und Tetraederstruktur) bzw. fünf Messungen (Honigwabenstruktur).

gemittelten Druckfestigkeiten der Strukturen nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen als Funktion der Wärmebehandlungsdauer dargestellt. Ein Anstieg der Druckfestigkeit infolge von Wärmebehandlungen bei $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ im Vergleich zu OWB-Strukturen ist für alle unterschiedlichen Mikroarchitekturen zu erkennen. Die genauen Werte des Druckfestigkeitsanstiegs sind in Tabelle 4.2 aufgelistet. Für die Honigwabe wird ein stärkerer Anstieg der Druckfestigkeit nach einer Wärmebehandlung von $200\text{ }^{\circ}\text{C}/15\text{ min}$ im Vergleich zu den übrigen Wärmebehandlungen beobachtet.

Tab. 4.2: Anstieg der Druckfestigkeit und der Struktursteifigkeit infolge der Wärmebehandlungen für Honigwabenstrukturen, kubische Strukturen und Tetraederstrukturen. Es ist jeweils der Faktor des Anstiegs im Vergleich zu OWB-Strukturen angegeben. Für Honigwabenstrukturen ist der Anstieg der Druckfestigkeit stärker ausgeprägt für eine Wärmebehandlung von 200 °C/15 min im Vergleich zu den übrigen Wärmebehandlungen, der Anstieg der Struktursteifigkeit ist vergleichbar für alle Wärmebehandlungen. Für kubische Strukturen und Tetraederstrukturen sind die Faktoren für alle Wärmebehandlungen gültig.

Mikroarchitektur	Wärme- behandlung	Anstieg Druckfestigkeit	Anstieg Struktursteifigkeit
Honigwabe	200 °C/15 min	1,8	1,2
	übrige	1,5	
kubisch	alle	2,4	2,0
Tetraeder	alle	2,5	2,0

tet, die kubische und die Tetraederstruktur weisen einen homogenen Anstieg der Druckfestigkeit für alle durchgeführten Wärmebehandlungen auf. Der jeweilige Anstieg ist ausgeprägter für die beiden Fachwerksstrukturen im Vergleich zur Honigwabenstruktur. Zusätzlich zur Druckfestigkeit ist auch ein Anstieg der jeweiligen Struktursteifigkeit infolge der Wärmebehandlungen zu beobachten (vergleiche Tabelle 4.2), wobei auch hier der Anstieg für die beiden untersuchten Fachwerksstrukturen ausgeprägter ist im Vergleich zur Honigwabenstruktur.

REM-Aufnahmen der Strukturen im Anschluss an die Druckversuche sind in Abbildung 4.13 dargestellt. Es ist ein deutlicher Übergang im Versagen der unterschiedlichen Strukturen (OWB-Strukturen und WB-Strukturen) zu beobachten. OWB-Strukturen versagen durch Beulen der Strukturwände (a) und Knicken der Fachwerksbalken (b), (c), WB-Fachwerksstrukturen (200 °C/15 min) weisen sprödes Versagen insbesondere an den Strukturknoten auf (e), (f). Auch bei den OWB-Fachwerksstrukturen sind einzelne gebrochene Knoten zu beobachten, jedoch deutlich weniger als nach der Wärmebehandlung (vergleiche Abbildung 4.13 (b), (c) mit (e), (f)). Bei der

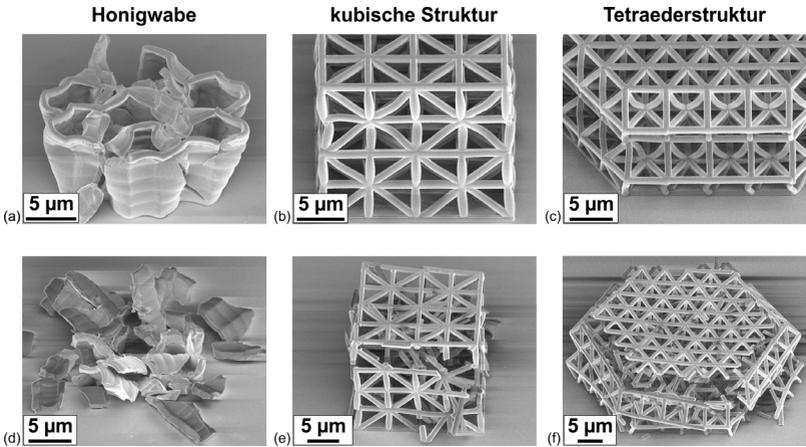


Abb. 4.13: REM-Aufnahmen der Strukturen im Anschluss an die Druckversuche. (a)–(c) OWB-Strukturen, (d)–(f) WB-Strukturen nach einer Wärmebehandlung von 200 °C/15 min. (c), (f) in Anlehnung an [75].

WB-Honigwabenstruktur (Abbildung 4.13 (d)) ist ein sprödes Auseinanderbrechen der Strukturwände zu beobachten.

4.1.3 Mechanische Eigenschaften von Glaskohlenstoff

Zur Untersuchung des Materialverhaltens des pyrolysierten Fotolacks IP-Dip, das heißt des resultierenden Glaskohlenstoffs, wurden Mikrodruckversuche an pyrolysierten Säulen durchgeführt (vergleiche Abschnitt 3.4.2). Auf diese Weise können die mechanischen Eigenschaften des Glaskohlenstoffs unabhängig von der 3D Mikroarchitektur untersucht und ein möglicher Größeneffekt ermittelt werden. Polymere Säulen werden mit 3D-DLW hergestellt und anschließend zu Glaskohlenstoff pyrolysiert, wobei eine Schrumpfung der Säulen beobachtet wird. Das Ausmaß der Schrumpfung erfolgt hierbei jedoch nicht mit einem konstanten Wert, wie in Abbildung 4.14 zu erkennen ist, sondern in Abhängigkeit von der Ausgangsgröße der polymeren Säulen. Je kleiner die Ausgangsgröße der Säule, umso stär-

ker die Schrumpfung während des Pyrolyseprozesses. Die Höhe der Säulen schrumpft auf $\sim 17\text{--}27\%$ ihrer Ausgangshöhe, der Durchmesser auf $\sim 21\text{--}29\%$ des Ausgangsdurchmessers.

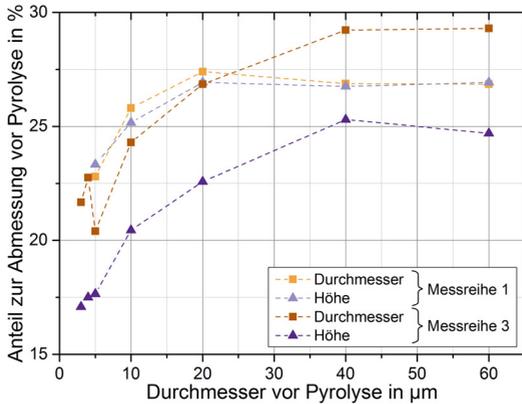


Abb. 4.14: Ausmaß der Schrumpfung der Säulen (Durchmesser und Höhe) während des Pyrolyseprozesses als Funktion des programmierten Säulendurchmessers für den 3D-DLW Prozess. Es handelt sich um Messkurven der Messreihen 1 und 3 (vergleiche Abbildung 4.17), die angegebenen Durchmesser beziehen sich jeweils auf Durchmesser auf halber Säulenhöhe.

In Abbildung 4.15 sind repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurven von zwei unterschiedlich großen Säulen gezeigt, in (a) für rein elastische Belastung, in (b) für elastisch-plastische Belastung. Alle Säulen wurden vor Eintreten des Versagenszeitpunktes wieder entlastet. Bei rein elastischer Belastung wurden die Säulen bis zu $\sim 4,5\%$ Dehnung belastet, wobei für beide Säulen eine vergleichbare Steifigkeit zu beobachten ist. In (b) ist elastisch-plastisches Materialverhalten für beide Säulen zu beobachten, wobei auch nach Erreichen des maximalen Spannungsniveaus und vor der Entlastung stabiles Verformungsverhalten auf dem Maximalspannungsniveau zu beobachten ist. Dieses Maximalspannungsniveau liegt höher für die kleinere Säule mit einem Durchmesser von $\sim 0,9\ \mu\text{m}$.

Werden die Säulen bis zum Versagen belastet, ergeben sich die in Abbil-

4.1 Einfluss von Wärmebehandlungen auf die mechanischen Eigenschaften

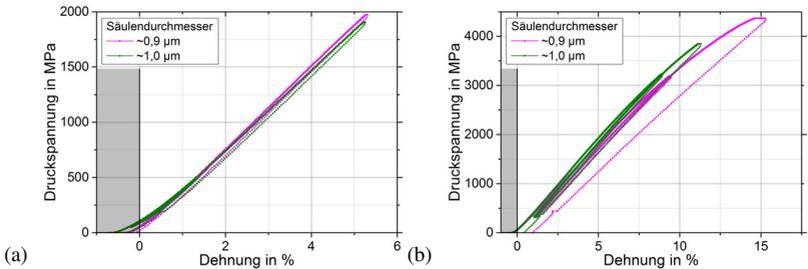


Abb. 4.15: Repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurven von Druckversuchen an Säulen aus Glaskohlenstoff mit Durchmessern von $\sim 0,9 \mu\text{m}$ und $\sim 1,0 \mu\text{m}$. Die Säulen wurden vor Eintreten des Versagenszeitpunktes wieder entlastet, in (a) sind Spannungs-Dehnungs-Kurven rein elastisch belasteter Säulen dargestellt, in (b) elastisch-plastisch belasteter. Es handelt sich um Messkurven der Messreihe 3 (vergleiche Abbildung 4.17). Die angegebenen Durchmesser beziehen sich auf die Durchmesser auf halber Säulenhöhe.

Abbildung 4.16 (a) dargestellten, repräsentativen Spannungs-Dehnungs-Kurven. Der Versagenszeitpunkt der Säulen ist jeweils an den fehlenden Datenpunkten der Kurven zu erkennen. Die Druckfestigkeit der Säulen variiert

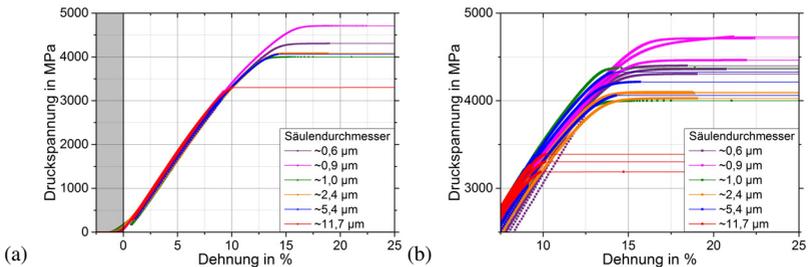


Abb. 4.16: Spannungs-Dehnungs-Kurven von Druckversuchen an Säulen aus Glaskohlenstoff mit unterschiedlichen Durchmessern, welche bis zum Eintreten des Versagens getestet wurden. In (a) sind repräsentative Kurven der Druckversuche dargestellt. In (b) ist eine Vergrößerung des Spannungs-Dehnungs-Bereichs gezeigt, in welchem das Versagen der Säulen eintritt, es sind alle Messkurven dargestellt. Das Versagen kann anhand der fehlenden Datenpunkte auf den jeweiligen Messkurven ermittelt werden. Es handelt sich um Messkurven der Messreihe 3 (vergleiche Abbildung 4.17). Die angegebenen Durchmesser beziehen sich auf die Durchmesser auf halber Säulenhöhe.

zwischen $\sim 3,3$ GPa und $\sim 4,7$ GPa, wobei die geringste Festigkeit für die größte Säule mit einem Durchmesser von $\sim 11,7 \mu\text{m}$ beobachtet wird, die höchste Festigkeit für die Säule mit $\sim 0,9 \mu\text{m}$. Eine Variation der Steifigkeit ist im Spannungs-Dehnungs-Diagramm nicht zu beobachten. In Abbildung 4.16 (b) ist eine Vergrößerung des Spannungs-Dehnungs-Bereichs dargestellt, in welchem Versagen der Säulen eintritt, wobei in dieser Abbildung alle aufgenommenen Messkurven dargestellt sind. Es ist zu beobachten, dass die größten Säulen (Durchmesser $\sim 11,7 \mu\text{m}$) direkt nach Eintreten der plastischen Verformung bei $\sim 10\%$ Dehnung versagen. Mit sinkendem Säulendurchmesser vergrößert sich der Dehnungsbereich, welcher auf dem Maximalspannungsniveau durchlaufen wird, das heißt der Bereich der plastischen Verformung. Die größte Bruchdehnung wird für die kleinsten Säulen (Durchmesser $\sim 0,6 \mu\text{m}$ und $\sim 0,9 \mu\text{m}$) beobachtet.

Für eine genauere Untersuchung der Bruchfestigkeit und des Elastizitätsmoduls der Säulen aus Glaskohlenstoff sind in Abbildung 4.17 diese beiden Größen als Funktion des Säulendurchmessers dargestellt. Es wurden insgesamt drei Messreihen durchgeführt, wobei die Säulen in Messreihe 1 mit einer anderen Charge des Fotolacks IP-Dip hergestellt wurden, als die Säulen aus den Messreihen 2 und 3. Darüber hinaus variiert das Verhältnis aus Höhe und Durchmesser der einzelnen Messreihen zwischen $\sim 2,3$ und $\sim 3,3$ (siehe Tabelle A.9 im Anhang). Diese unterschiedlichen Höhe/Durchmesser-Verhältnisse resultieren aus den unterschiedlich starken Schrumpfungsprozessen während der Pyrolyse, wie in Abbildung 4.14 für die Messreihen 1 und 3 zu beobachten. Die Säulen aus Messreihe 1 zeigen eine gleichmäßige Schrumpfung der Höhe sowie des Durchmessers, während die Säulen aus Messreihe 2 und 3 eine stärker ausgeprägte Schrumpfung der Höhe im Vergleich zum Durchmesser aufweisen. In Bezug zur Druckfestigkeit sind sowohl höhere Werte für die Säulen der Messreihen 2 und 3 im Vergleich zur Messreihe 1 zu beobachten, als auch höhere Werte für die Messreihe 2 im Vergleich zu Messreihe 3. Das heißt sowohl die Charge des Fotolacks als auch das Höhe/Durchmesser-Verhältnis beeinflussen die Druckfestig-

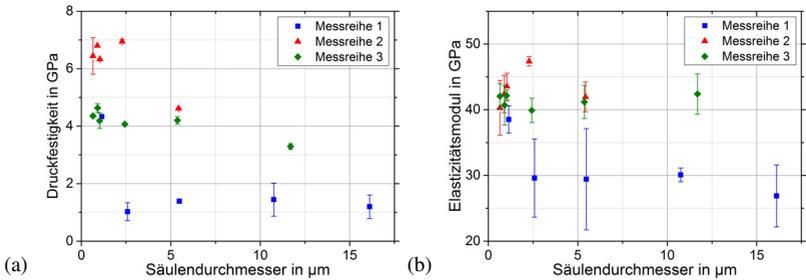


Abb. 4.17: (a) Druckfestigkeit und (b) Elastizitätsmodul von Säulen aus Glaskohlenstoff als Funktion ihres Durchmessers. Die angegebenen Werte des Durchmessers beziehen sich auf die Durchmesser auf halber Säulenhöhe, die Auswertung des Elastizitätsmoduls erfolgte jedoch mit dem Durchmesser an der Säulenoberfläche (vergleiche Abschnitt 3.4.2). Es sind gemittelte Werte von mindestens 2 (Druckfestigkeit) beziehungsweise 3 (Elastizitätsmodul) Messungen angegeben, Ausnahmen hiervon sind die Druckfestigkeiten von Messreihe 1, Durchmesser $\sim 1,1 \mu\text{m}$ und Messreihe 2, Durchmesser $\sim 0,9 \mu\text{m}$, hier wurde jeweils nur eine Messung durchgeführt. Die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichungen der Mittelwerte. Das Verhältnis aus Höhe und Durchmesser der einzelnen Messreihen beträgt für Messreihe 1 $\sim 3,0$, Messreihe 2 $\sim 2,3$ und Messreihe 3 $\sim 3,3$.

keit. Darüber hinaus ist eine steigende Druckfestigkeit für kleinere Säulendurchmesser zu beobachten. Die charakteristischen Werte der Messergebnisse sind in Tabelle A.16 im Anhang angegeben. In Messreihe 1 liegen die Druckfestigkeiten der Säulen mit Durchmessern von $\sim 2,6 \mu\text{m}$ bis $\sim 16,1 \mu\text{m}$ auf einem konstanten Niveau von $\sim 1,3 \text{ GPa}$, Säulen mit einem Durchmesser von $\sim 1,1 \mu\text{m}$ zeigen eine Druckfestigkeit von $\sim 4,3 \text{ GPa}$, welche im gleichen Bereich liegt wie die Festigkeiten aus Messreihe 3 (Durchmesser $\sim 0,6 \mu\text{m}$ bis $\sim 5,4 \mu\text{m}$). In Messreihe 3 ist eine geringere Festigkeit von $\sim 3,3 \text{ GPa}$ für Säulen mit einem Durchmesser von $\sim 11,7 \mu\text{m}$ zu beobachten. Die Festigkeitssteigerung mit sinkendem Säulendurchmesser ist wiederum zu kleinen Säulen verschoben bei Messreihe 2; hier werden hohe Festigkeiten von $\sim 6,6 \text{ GPa}$ für Säulen mit Durchmessern von $\sim 0,6 \mu\text{m}$ bis $\sim 2,3 \mu\text{m}$ beobachtet. Der gemessene Elastizitätsmodul in den Messreihen 2 und 3 liegt auf einem konstanten Niveau für alle durchgeführten Messungen mit einem Mittelwert von $42,5 \pm 3,0 \text{ GPa}$. Bei Messreihe 1 wurde ein steigender Elas-

tizitätsmodul von $\sim 29,0$ GPa auf $\sim 38,5$ GPa für Säulen mit Durchmessern von $\sim 1,1 \mu\text{m}$ ermittelt.

Ramanuntersuchungen an zwei Säulen aus Messreihe 1 und Messreihe 3 ergeben die in Abbildung 4.18 dargestellten Spektren. Es bilden sich zwei

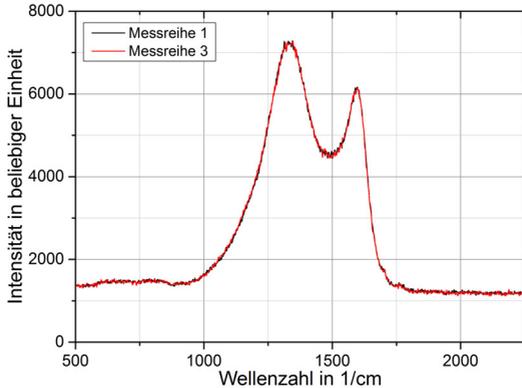


Abb. 4.18: Raman Spektren pyrolysierter Säulen aus Glaskohlenstoff aus Messreihe 1 und Messreihe 3.

Peaks in den Spektren aus, einer bei $\sim 1350 \text{ 1/cm}$ sowie einer bei $\sim 1600 \text{ 1/cm}$. Zwischen den Spektren der beiden Messreihen sind keine Unterschiede zu beobachten: sowohl die Positionen der beiden Peaks (1345 1/cm , 1598 1/cm) als auch das Verhältnis der Intensität beider Peak-Maxima sind unverändert. In Abbildung 4.19 sind HIM-Aufnahmen von zwei Säulen aus Glaskohlenstoff mit einem Durchmesser von $\sim 1,0 \mu\text{m}$ dargestellt. In (a) ist eine Säule gezeigt, die nicht getestet wurde, in (b) und (c) eine Säule, die elastisch-plastisch belastet wurde, jedoch vor Eintreten des Versagenszeitpunkts wieder entlastet wurde (vergleiche Abbildung 4.15 (b)). Weder in der Gesamtansicht der Säule nach elastisch-plastischer Belastung (b) noch in der vergrößerten Ansicht (c) ist ein Unterschied zu der nichtbelasteten Säule (a) zu erkennen. Abbildung 4.20 zeigt HIM-Aufnahmen von zwei unterschiedlich großen Säulen aus Glaskohlenstoff, welche bis zum Versagen getestet wurden. Es ist sprödes Versagen beider Säulen zu beobachten, wobei bei

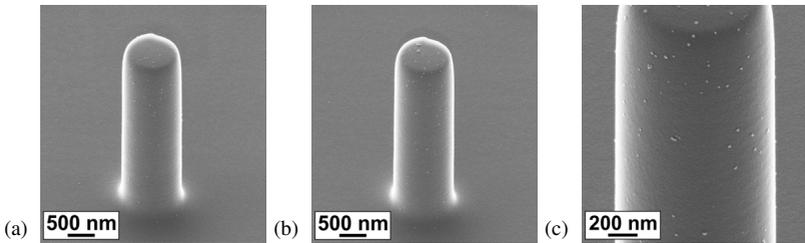


Abb. 4.19: HIM-Aufnahmen von zwei unterschiedlichen Säulen aus Glaskohlenstoff mit Durchmesser $\sim 1,0 \mu\text{m}$. Die Säule in (a) wurde nicht getestet; die Säule in (b), (c) wurde elastisch-plastisch belastet, jedoch vor Eintreten des Versagenszeitpunktes wieder entlastet. In (b) ist die gesamte elastisch-plastisch belastete Säule dargestellt, in (c) eine vergrößerte Ansicht. Es handelt sich um Säulen aus Messreihe 3.

der kleineren Säule (a) der Säulenfuß noch vollständig vorhanden ist, bei der größeren Säule (b) ist dieser nur noch in Teilen vorhanden. Bei Untersuchung einer vergrößerten Ansicht der Bruchoberfläche ist für die beiden unterschiedlichen Säulengrößen eine vergleichbare Oberflächenstruktur zu erkennen ((c), (d)).

Die Ergebnisse der FE Simulationen an Mikrodrucksäulen aus Glaskohlenstoff sind in den Abbildungen 4.21 und 4.22 dargestellt. Bei der in Abbildung 4.21 dargestellten experimentell ermittelten Messkurve handelt es sich um die direkt im Nanoindenter gemessene Kraft-Verschiebungs-Kurve ohne Korrektur der Verschiebung anhand des Ansatzes von Sneddon (Gleichung 3.3). Folglich beziehen sich die dargestellten Verschiebungen aus den FE Simulationen ebenfalls auf die Gesamtverschiebung u_{Gesamt} (vergleiche Abbildung 3.16). Beim Vergleich der FE Simulationen mit unterschiedlich dicken Zwischenschichten aus Glaskohlenstoff zwischen Säule und Siliziumwafer (Abbildung 4.21 (a)) werden vergleichbare Simulationsergebnisse für alle Schichtdicken sowie für eine Simulation ohne Zwischenschicht aus Glaskohlenstoff beobachtet. Die simulierten Kraft-Verschiebungs-Kurven zeigen jedoch eine höhere Steifigkeit als die experimentell ermittelte Messkurve. Werden mit Gleichung 3.12 die Verschiebungswerte ermittelt, wel-

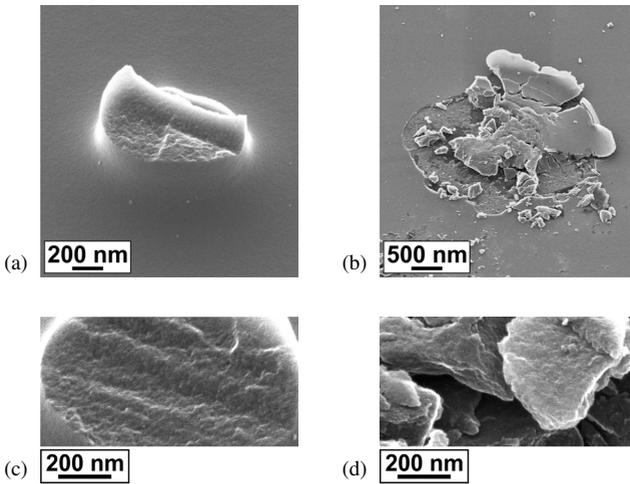


Abb. 4.20: HIM-Aufnahmen von Säulen aus Glaskohlenstoff, welche über das Eintreten des Versagenszeitpunktes hinweg getestet wurden. Durchmesser (a), (c) $\sim 0,9 \mu\text{m}$ und (b), (d) $\sim 5,4 \mu\text{m}$. Es handelt sich um Säulen aus Messreihe 3.

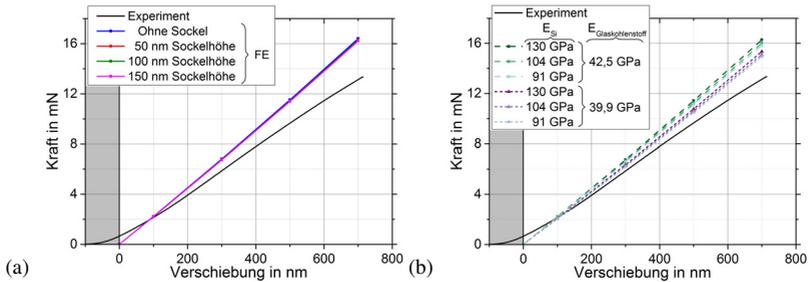


Abb. 4.21: Ergebnisse der FE Simulationen an Säulen aus Glaskohlenstoff und Vergleich zu einer repräsentativen, experimentell ermittelten Kraft-Verschiebungs-Kurve, zur Untersuchung des Einflusses (a) einer Zwischenschicht aus Glaskohlenstoff sowie (b) der Elastizitätsmoduln von Glaskohlenstoff und Silizium. Die Simulationen wurden für eine Säule mit einem oberen Säulendurchmesser von $2,3 \mu\text{m}$ durchgeführt, die dargestellte experimentelle Kurve entspricht der Messkurve einer Säule mit Durchmesser $\sim 2,4 \mu\text{m}$ (Durchmesser auf halber Säulenhöhe). Es handelt sich um eine Messkurve aus Messreihe 3.

che der Siliziumwafer bei Belastung der Säule aufnimmt (vergleiche Abbildung 3.16), ist eine gute Übereinstimmung zwischen den FE Simulationen und den Experimenten zu beobachten. Bei einer Gesamtverschiebung u_{Gesamt} von 500 nm beträgt die Waferverschiebung in den FE Simulationen $\sim 6\%$ der Gesamtverschiebung, bei den Experimenten wurde ein Anteil von $\sim 4\%$ ermittelt (Gleichungen 3.3 und 3.4). Werden die FE Simulationen verglichen in welchen unterschiedliche Elastizitätsmoduln von Glaskohlenstoff und Silizium angewendet wurden (Abbildung 4.21 (b)), ist ein geringer Einfluss des Elastizitätsmoduls von Silizium zu beobachten, jedoch ein stärkerer Einfluss des Elastizitätsmoduls von Glaskohlenstoff. Bei geringeren Werten beider Elastizitätsmoduln ist jeweils eine geringere Steigung der simulierten Kraft-Verschiebungs-Kurven zu beobachten. Der Wert des Elastizitätsmoduls von Silizium wurde um 20 % (104 GPa) und 30 % (91 GPa) reduziert, der Elastizitätsmodul von Glaskohlenstoff wurde zu 42,5 GPa (Mittelwert aller Messungen aus Messreihe 2 und 3) und 39,9 GPa (Mittelwert der Mikrodrucksäulen aus Messreihe 3 mit Durchmesser $\sim 2,4\ \mu\text{m}$) festgesetzt. Zur Untersuchung des Einflusses unterschiedlicher Verhältnisse aus Säulenhöhe und Säulendurchmesser sind in Abbildung 4.22 sowohl die von Mises-Vergleichsspannung (a), (b) als auch der Mehrachsigenfaktor des Spannungszustands (c), (d) (definiert als das Verhältnis aus hydrostatischer Spannung und von Mises-Vergleichsspannung) für zwei Säulen mit unterschiedlichen Aspektverhältnissen dargestellt. Die Dehnung der Säulen beträgt jeweils 12 %. Sowohl die von Mises-Vergleichsspannung als auch der Faktor für die Mehrachsigenheit des Spannungszustands weisen für beide Säulen vergleichbare Verläufe und Verteilungen auf. Die von Mises-Vergleichsspannung weist jedoch für die hohe Säule (Abbildung 4.22 (b)) einen um den Faktor $\sim 1,22$ höheren Maximalwert auf im Vergleich zur niedrigen Säule (Abbildung 4.22 (a)).

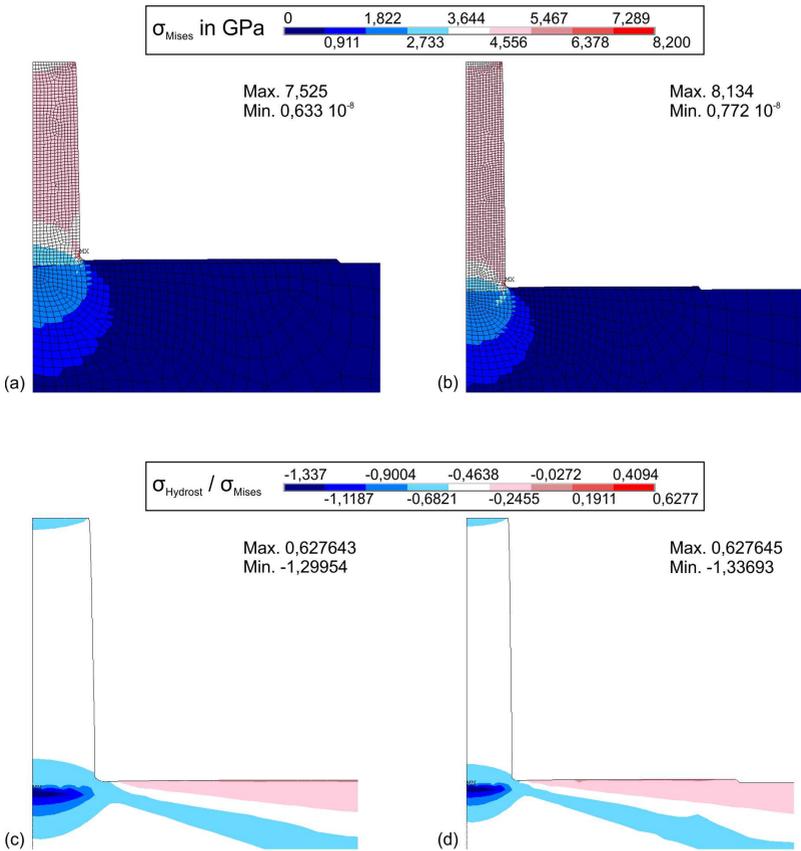


Abb. 4.22: Ergebnisse der FE Simulationen an Säulen aus Glaskohlenstoff zur Untersuchung des Einflusses unterschiedlicher Verhältnisse aus Säulenhöhe und -durchmesser. In (a) und (b) ist die von Mises-Vergleichsspannung dargestellt, in (c) und (d) der Faktor für die Mehrachsigkeit des Spannungszustands, definiert als das Verhältnis aus hydrostatischer Spannung und von Mises-Vergleichsspannung. Das Verhältnis aus Säulenhöhe und Säulendurchmesser beträgt in (a) und (c) $\sim 2,3$, in (b) und (d) $\sim 3,3$. Die Dehnung der Säulen beträgt 12%. Die Farbskalen direkt oberhalb der Einzelabbildungen entsprechen jeweils beiden darunterliegenden Einzelabbildungen, d. h. (a) und (b) gemeinsam sowie (c) und (d) gemeinsam.

4.1.4 Mechanische Eigenschaften der Glaskohlenstoff-Strukturen

Zusätzlich zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften des Glaskohlenstoffs wurden Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff mit unterschiedlichen Größen *in situ* im REM auf Druck belastet, wobei die Druckversuche weggesteuert erfolgten. Die Glaskohlenstoff-Strukturen wurden mit derselben Charge des Fotolacks IP-Dip hergestellt, wie die Mikrodrucksäulen aus den Messreihen 2 und 3 (Abschnitt 4.1.3). Die resultierenden Spannungs-Dehnungs-Kurven sind in Abbildung 4.23 dargestellt. Die einzelnen Messungen der jeweiligen Strukturgrößen weisen eine deutliche Streuung des Kurvenverlaufs sowie der Messwerte auf. Zu Beginn der Belastung (nach Durchlaufen des Bereichs der Ausrichtungsungenauigkeiten) ist linear-elastisches Materialverhalten für alle Strukturen zu beobachten, welches durch eintretendes Versagen beendet wird. Das Versagensverhalten ist jedoch unterschiedlich stark ausgeprägt; einzelne Strukturen der kleinsten Tetraederstruktur (Balkenlänge ~ 800 nm) sowie alle Strukturen der mittleren Tetraederstruktur (Balkenlänge ~ 1250 nm) zeigen ein abruptes Absinken der Druckspannung auf nahezu Null (schwarze und magentafarbene Kurve in (a), alle Kurven in (b)). Bei den übrigen Strukturen mit Balkenlänge ~ 800 nm, in (a), ist das Versagen durch einen stufenweisen Prozess gekennzeichnet, welcher ebenfalls mit einem deutlichen Absinken der gemessenen Druckspannung endet. Das Versagensverhalten der größten Tetraederstrukturen (Balkenlänge ~ 1730 nm, in (c)) unterscheidet sich vom Verhalten der kleineren Strukturen. Das Absinken der Druckspannung infolge des Strukturversagens erfolgt stufenweise bis auf sehr kleine Druckspannungen, im Anschluss daran werden erneut zwei weitere deutliche Anstiege der gemessenen Druckspannung beobachtet, welche jeweils ebenfalls durch ein stufenweises Absinken beendet werden. Es ist zu beachten, dass die größten Strukturen bis zu einer Maximaldehnung von ~ 40 – 50 % belastet wurden, die kleineren Strukturen nur bis zu einer Maximaldehnung von

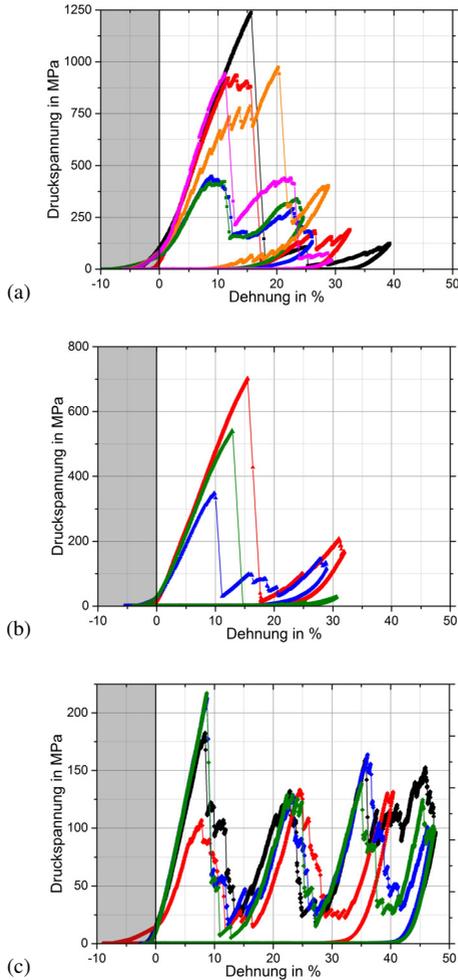


Abb. 4.23: Spannung-Dehnungs-Kurven von Glaskohlenstoff-Tetraederstrukturen unterschiedlicher Größen, Balkenlänge (a) ~ 800 nm, (b) ~ 1250 nm, (c) ~ 1730 nm. Die Balkendurchmesser betragen (a) ~ 220 nm, (b) ~ 290 nm, (c) ~ 300 nm (vergleiche Tabelle A.10 im Anhang). Es sind Einzelmessungen dargestellt, wobei eine starke Variation zwischen den einzelnen Messungen zu beobachten ist.

$\sim 30\text{--}40\%$. Werden die bei einer Strukturgröße erreichten Maximalspannungen miteinander verglichen, ist für die kleinsten Strukturen mit einer Balkenlänge von $\sim 800\text{ nm}$ ein Unterschied um einen Faktor von $\sim 2,9$ zwischen den einzelnen Messungen zu beobachten, für Strukturen mit einer Balkenlänge von $\sim 1250\text{ nm}$ um einen Faktor von $\sim 2,0$ sowie für Strukturen mit einer Balkenlänge von $\sim 1730\text{ nm}$ um einen Faktor von $\sim 1,6$.

Die unterschiedlichen Versagensverhalten der Strukturen sind in den Abbildungen 4.24 und 4.25 zu erkennen. In Abbildung 4.24 sind die Spannungs-Dehnungs-Diagramme von zwei unterschiedlichen Strukturen mit einer Balkenlänge von $\sim 800\text{ nm}$ dargestellt, jeweils mit *in situ* Momentaufnahmen des Tests. In Abbildung 4.24 (a) ist eine Struktur mit geringer Festig-

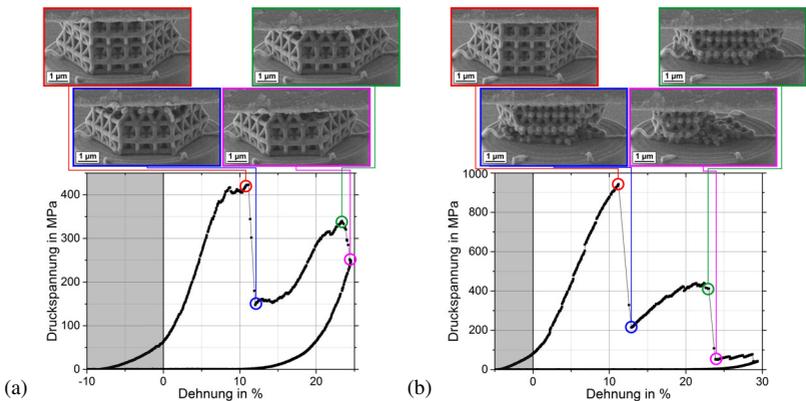


Abb. 4.24: Spannung-Dehnungs-Kurven von Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff mit einer Balkenlänge von $\sim 800\text{ nm}$. Oberhalb der Diagramme sind *in situ* Momentaufnahmen des Tests dargestellt und die dazugehörigen Dehnungswerte sind durch Kreise markiert. In (a) ist eine Struktur mit einer geringen Druckfestigkeit dargestellt ($\sigma_{\max} = 422,8\text{ MPa}$), in (b) eine Struktur mit einer hohen Druckfestigkeit ($\sigma_{\max} = 942,6\text{ MPa}$). Zur besseren Sichtbarkeit ist der Maximalwert der Ordinate nach der Druckfestigkeit angepasst.

keit ($\sigma_{\max} = 422,8\text{ MPa}$) dargestellt, in Abbildung 4.24 (b) eine Struktur mit hoher Festigkeit ($\sigma_{\max} = 942,6\text{ MPa}$). Fortschreitendes Versagen der Strukturen ist jeweils anhand von wenig Datenpunkten auf den Spannungs-Deh-

nungs-Kurven zu beobachten sowie anhand von *in situ* Momentaufnahmen des Tests, welche oberhalb der Diagramme dargestellt sind. Die Struktur mit geringer Festigkeit, in (a), zeigt ein Versagen der oberen Strukturhälfte, welches sich über einen zweistufigen Prozess verteilt. Die untere Strukturhälfte ist zum Zeitpunkt des Entlastens noch vollständig erhalten. Die Struktur mit hoher Festigkeit, in (b), zeigt ebenfalls einen zweistufigen Versagensprozess, wobei katastrophaleres Versagen der Struktur beobachtet wird. Nach der zweiten Versagensstufe ($\sim 24\%$ Dehnung) ist nur noch etwa ein Viertel der Struktur erhalten, wobei das Versagen über die gesamte Strukturhöhe zu beobachten ist. Die wahre Druckspannung zu diesem Zeitpunkt ist folglich um etwa einen Faktor 4 höher als die im Diagramm aufgetragene Ingenieursspannung. Abbildung 4.25 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurve einer Tetraederstruktur mit einer Balkenlänge von ~ 1730 nm mit Momentaufnahmen des *in situ* Tests. Der mehrstufige Versagensprozess ist deutlich zu erkennen. Nach jedem Spannungsabfall ist weiteres Strukturversagen zu beobachten, wobei das Versagen über den gesamten Strukturquerschnitt verläuft und einzelne Strukturlagen brechen.

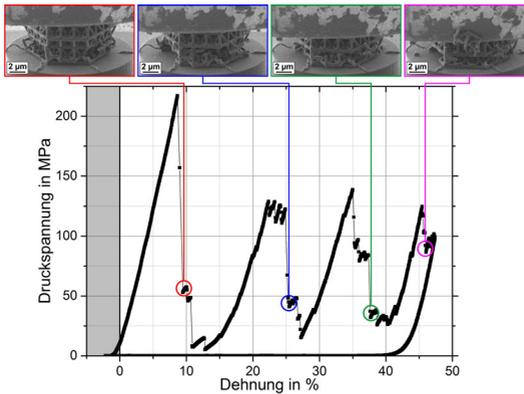


Abb. 4.25: Spannungs-Dehnungs-Kurve einer Tetraederstruktur aus Glaskohlenstoff mit einer Balkenlänge von ~ 1730 nm. Oberhalb des Diagramms sind *in situ* Momentaufnahmen des Tests dargestellt und die dazugehörigen Dehnungswerte sind durch Kreise markiert.

Zur genaueren Analyse der Druckfestigkeiten sowie der Struktursteifigkeiten sind in Abbildung 4.26 diese beiden Größen als Funktion der Struktur-
dichte aufgetragen. Zusätzlich ist die während des Druckversuchs dissipierte Energie im Diagramm dargestellt. Die Dichte der Tetraederstrukturen steigt

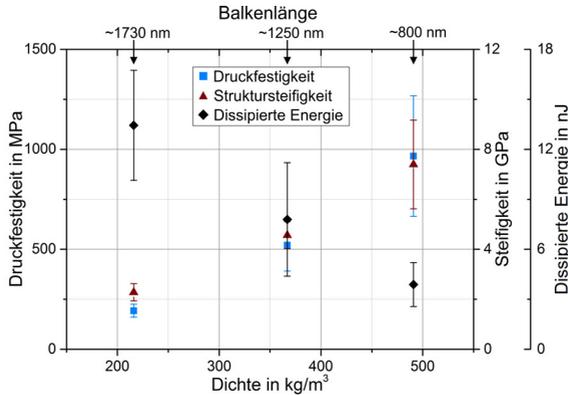


Abb. 4.26: Gemittelte Druckfestigkeiten und Struktursteifigkeiten der unterschiedlich großen Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff als Funktion der Struktur-
dichte. Zusätzlich sind Mittelwerte der während der Druckversuche dissipierten Energie auf-
getragen, die maximalen Verschiebungswerte betragen 1 μm (~ 800 nm Balkenlän-
ge), 1,5 μm (~ 1250 nm Balkenlänge) und 3 μm (~ 1730 nm Balkenlän-
ge). Es sind gemittelte Werte von mindestens drei Messungen angegeben, die Standardabweichung wird durch die Fehlerbalken repräsentiert. Die Zuordnung zu den jeweiligen
Strukturgrößen ist oberhalb des Diagramms durch Pfeile markiert.

mit sinkender Balkenlänge (~ 1730 nm zu ~ 800 nm) um einen Faktor $\sim 2,3$ an, gleichzeitig steigen jedoch auch die Druckfestigkeit und die Steifigkeit der Strukturen um einen Faktor von $\sim 5,0$ beziehungsweise $\sim 3,2$ an. Die während der Druckversuche dissipierte Energie sinkt gegenläufig dazu um einen Faktor von $\sim 3,5$ ab. Hierbei müssen jedoch die unterschiedlichen maximalen Dehnungswerte der verschiedenen Strukturgrößen berücksichtigt werden (vergleiche Abbildung 4.23).

Die Verformung der Strukturen vor Eintreten des Strukturversagens wurde genauer untersucht (vergleiche Abschnitt 3.4.5, Abbildung 3.13) und die Ergebnisse sind in Abbildung 4.27 für die kleinste sowie die größte Tetra-

4 Einfluss unterschiedlicher Basismaterialien auf das Strukturverhalten

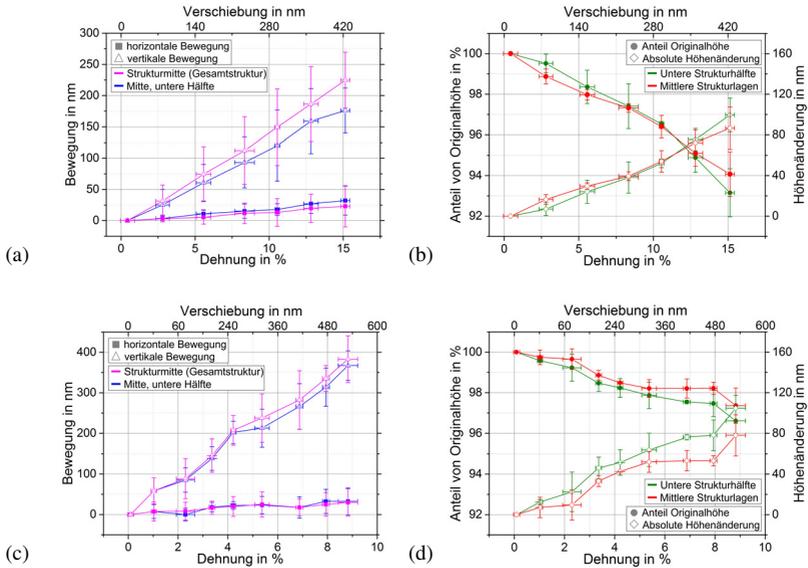


Abb. 4.27: Verformung der Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff vor Eintreten des Strukturversagens als Funktion der Dehnung (untere Abszissenachse) sowie der Verschiebung (obere Abszissenachse). In (a) und (c) ist die Bewegung der Strukturmitte (Gesamtstruktur) und der Mitte der unteren Strukturhälfte dargestellt, in (b) und (d) der Höhenunterschied der unteren Strukturhälfte und der beiden mittleren Strukturlagen. Die Balkenlängen der Strukturen betragen (a), (b) ~800 nm, (c), (d) ~1730 nm. Es sind jeweils gemittelte Werte von mindestens 3 Messungen angegeben, die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichungen der einzelnen Messungen.

ederstruktur dargestellt. Für beide Strukturgrößen ist eine stärkere Bewegung der Strukturaußenpunkte in vertikaler als in horizontaler Richtung zu beobachten, wobei der Anstieg der Bewegung näherungsweise linear über der Dehnung erfolgt. Darüber hinaus ist eine homogene Verformung der Strukturen anhand der vergleichbaren Höhenänderungen der unteren Strukturhälfte und der beiden mittleren Strukturlagen zu beobachten. Dies gilt insbesondere für die kleinen Tetraederstrukturen. Entsprechend der Bewegung der Strukturaußenpunkte, erfolgt die Höhenänderung näherungsweise linear über der Dehnung. Werden mit der absoluten Höhenänderung und der

Bewegung der Außenpunkte in horizontaler Richtung Längs- und Querdehnungen berechnet, können Querkontraktionszahlen der Tetraederstrukturen abgeschätzt werden ($\nu = \epsilon_{\text{quer}}^{\text{horiz.}} / \epsilon_{\text{längs}}^{\text{Höhe}}$). Diese betragen für die Strukturen mit ~ 800 nm Balkenlänge $0,16 \pm 0,01$ und für die Strukturen mit ~ 1730 nm Balkenlänge $0,21 \pm 0,08$.

Wird die Höhenänderung der Tetraederstrukturen über den Zeitpunkt des teilweisen Strukturversagens hinaus gemessen, wie in Abbildung 4.28 dargestellt, ist eine elastische Rückverformung des verbleibenden Strukturanteils zu beobachten. Die Rückverformung der unteren Strukturhälfte kann anhand der erneut ansteigenden Höhe beobachtet werden (grüne Datenkurve in Abbildung 4.28). Die Höhe der mittleren Strukturlagen kann aufgrund des Versagens der oberen Strukturhälfte zu diesem Zeitpunkt nicht mehr gemessen werden (vergleiche rote Datenkurve). Die Messung der Höhenänderung erfolgte für dieselbe Tetraederstruktur wie die in Abbildung 4.24 (a) gezeigte Struktur. Das Versagen der oberen Strukturhälfte, welches zur elastischen Rückverformung der unteren Strukturhälfte führt, kann in der blau umrahmten Momentaufnahme des *in situ* Tests beobachtet werden.

In Abbildung 4.29 sind Bruchbilder getesteter Strukturen mit einer Balkenlänge von ~ 800 nm dargestellt. In (a) und (b) sind Gesamtansichten der verbleibenden Strukturen dargestellt, jeweils eine Struktur mit geringer Druckfestigkeit und eine mit hoher Druckfestigkeit. Bei der Struktur mit geringer Druckfestigkeit ist ausschließlich die obere Strukturhälfte gebrochen, die untere Strukturhälfte ist noch intakt. Zusätzlich sind Bruchstücke der versagenden oberen Hälfte noch vorhanden. Im Gegensatz dazu zeigt die Struktur mit hoher Festigkeit, in (b), katastrophaleres Versagen, die obere Strukturhälfte fehlt vollständig, die untere Strukturhälfte ist ebenfalls nur noch in Teilen vorhanden. Werden Nahaufnahmen gebrochener Balken der Strukturen mit geringer und hoher Festigkeit betrachtet (dargestellt in (c), (d)), ist ebenfalls ein Unterschied zu erkennen. Die Struktur mit geringer Festigkeit zeigt unterschiedliche Bruchflächen (jeweils mit gelben und roten Ellipsen in Abbildung 4.29 (c) markiert), zum einen zerklüftete, unregel-

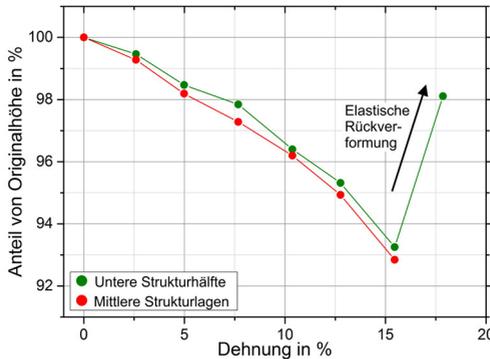


Abb. 4.28: Höhenänderung der unteren Strukturhälfte und der beiden mittleren Strukturlagen einer Tetraederstruktur aus Glaskohlenstoff mit einer Balkenlänge von ~ 800 nm als Funktion der Dehnung, über das Eintreten von teilweise Strukturversagen hinaus. Die intakte untere Strukturhälfte zeigt eine elastische Rückverformung im Anschluss an das Versagen der oberen Strukturlage (markiert durch einen schwarzen Pfeil). Bei der Tetraederstruktur handelt es sich um die in Abbildung 4.24 (a) gezeigte Struktur, das teilweise Strukturversagen ist in der blau umrahmten Momentaufnahme des *in situ* Tests zu erkennen.

mäßige Bruchflächen (rot markiert), zum anderen ebene Bruchflächen mit geringen Höhenunterschieden (gelb markiert). Die Struktur, welche eine hohe Druckfestigkeit im Druckversuch zeigte, besitzt nur ebene Bruchflächen mit geringen Höhenunterschieden.

4.2 Einfluss von Metallbeschichtungen auf die mechanischen Eigenschaften

Um die Homogenität von Metallbeschichtungen auf Tetraederstrukturen zu untersuchen sowie die Metallschichtdicke zu messen, wurden TEM-Aufnahmen von Balkenquerschnitten hergestellt. In Abbildung 4.30 sind zwei TEM-Aufnahmen einzelner Balkenquerschnitte einer Al-beschichteten Struktur aus stationärer Konfiguration (vergleiche Abschnitt 3.3.2, Abbildung 3.5 (a)) mit einer nominellen Schichtdicke von 81 nm dargestellt. Die Metallbeschichtung ist jeweils durch den dunkleren Kontrast zu erken-

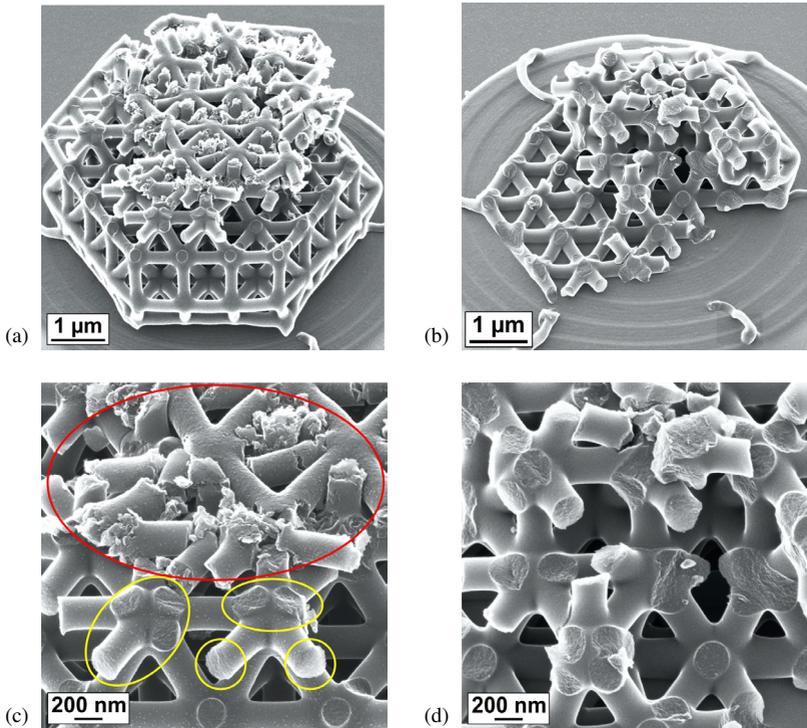


Abb. 4.29: HIM-Aufnahmen von getesteten Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff mit einer Balkenlänge von ~ 800 nm. In (a) und (b) sind Gesamtansichten der versagten Strukturen dargestellt, in (a) eine Struktur, die eine geringe Druckfestigkeit im Druckversuch zeigte, in (b) eine Struktur mit einer hohen Druckfestigkeit. In (c) und (d) sind Nahaufnahmen gebrochener Balken gezeigt, in (c) der Struktur mit geringer Druckfestigkeit, in (d) der Struktur mit hoher Druckfestigkeit. In (c) sind die zu beobachtenden unterschiedlichen Bruchflächen mit gelben (ebene Bruchflächen) und roten Ellipsen (zerklüftete, unregelmäßige Bruchflächen) gekennzeichnet.

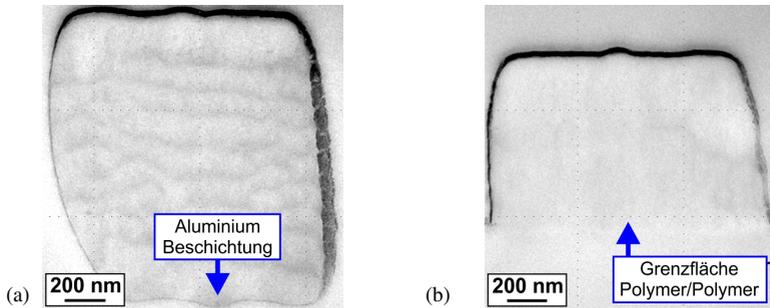


Abb. 4.30: TEM-Aufnahmen Al-beschichteter Strukturen der stationären Beschichtungskonfiguration [81]. Die nominelle Schichtdicke beträgt 81 nm. Es sind Balken aus unterschiedlichen Lagen der Tetraederstruktur gezeigt: in (a) ein Balken aus der Strukturmitte, in (b) ein Balken des Strukturbodens, welcher im 3D-DLW Prozess direkt auf das Glassubstrat geschrieben wurde und somit während des Magnetronsputterprozesses nicht beschichtet werden konnte.

nen. Die unterschiedlichen Schichtdicken auf den einzelnen Seiten eines Balkens aus der Strukturmitte sind deutlich sichtbar (Abbildung 4.30 (a)), auf der oberen sowie der rechten Balkenseite sind dickere Schichten zu erkennen als auf der linken und unteren Balkenseite [81]. Es ist allerdings auch auf der Unterseite eine dünne Metallschicht anhand eines dunkleren Kontrastes auszumachen [81]. Diese dünne Metallschicht auf der Balkenunterseite wird ebenfalls deutlich im Vergleich zu einer Balkenseite ohne Beschichtung, wie in Abbildung 4.30 (b) zu sehen. Hierbei handelt es sich um einen Balken, welcher während des 3D-DLW Prozesses direkt auf das Glassubstrat geschrieben wurde und somit während des Magnetronsputterverfahrens auf der Unterseite nicht beschichtet werden konnte (vergleiche Abbildung A.5 im Anhang). Nach der Einbettung in das Epoxidharzmaterial befindet sich hier nun eine Polymer/Polymer-Grenzfläche aus Epoxidharz und IP-Dip, welche keine Kontrastunterschiede erkennen lässt [81].

Abbildung 4.31 zeigt Balkenquerschnitte einer Struktur, welche in der rotierenden Konfiguration (vergleiche Abschnitt 3.3.2, Abbildung 3.5 (b)) mit Aluminium beschichtet wurde, wobei die nominelle Schichtdicke 205 nm

beträgt. Die Querschnitte der Balken sind in Bezug zu ihrer jeweiligen Lage in der Tetraederstruktur angeordnet, die erste Lage bezieht sich hierbei auf die am höchsten liegenden Balken (vergleiche rot eingerahmte Balken in Abbildung A.4 sowie Abbildung A.5 im Anhang), die weiteren Lagen sind die jeweils tiefer liegenden Horizontalbalken der Struktur von oben nach unten (vergleiche Abbildung A.5 im Anhang). Es ist sowohl eine Abnahme

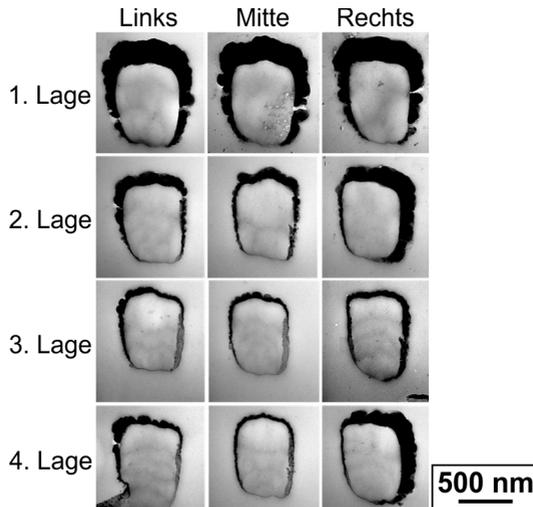


Abb. 4.31: TEM-Aufnahmen einer Al-beschichteten Struktur der rotierenden Beschichtungskonfiguration mit einer nominellen Schichtdicke von 205 nm (Balkenlänge 5 μm) [81]. Die Balkenquerschnitte sind in Bezug zu ihrer jeweiligen Lage in der Tetraederstruktur angeordnet (vergleiche Abbildung A.5 im Anhang).

der Schichtdicke von Lage eins zu Lage vier zu beobachten (d. h. von oben nach unten), als auch von außen nach innen [81]. Die jeweils oben- und außenliegenden Flächen der Balken weisen dickere Metallschichten auf, die dicksten Schichten sind auf den Oberflächen der Balken aus der ersten Lage abgeschieden. Die Schichtdicken auf den Balkenoberflächen von Tetraederstrukturen mit Balkenlängen von 5 μm und 12,5 μm sind im Anhang in Abbildung A.6 dargestellt [81]. Die Abnahme der Schichtdicke vom Äußeren

in das Innere der Struktur ist ausgeprägter für die kleinere Struktur ($5\ \mu\text{m}$) im Vergleich zur großen ($12,5\ \mu\text{m}$) [81]. Ein direkter Vergleich der stationären und rotierenden Beschichtungskonfiguration zeigt, dass infolge der rotierenden Beschichtung alle Außenflächen der Struktur eine dickere abgeschiedene Metallschicht aufweisen, infolge der stationären Beschichtung hauptsächlich die Balkenoberflächen der obenliegenden Balken (vergleiche Abbildung A.4 im Anhang) [81].

Auch anhand von HIM-Aufnahmen kann die geringere Schichtdicke auf der Balkenunterseite gezeigt werden, wie in Abbildung 4.32 für getestete und gebrochene Strukturen zu sehen. Die Metallbeschichtung ist durch den helleren Kontrast zu erkennen, welcher auf den Balkenunterseiten infolge des dort sichtbaren Polymers deutlich abnimmt. In (a) und (b) sind Tetraederstrukturen mit jeweils $35\ \text{nm}$ Inconel 600 beziehungsweise Ti-6Al-4V-Beschichtung dargestellt, in (c) mit $81\ \text{nm}$ Al-Beschichtung sowie in (d) mit $205\ \text{nm}$ Al-Beschichtung. Mit steigender Schichtdicke scheint die Schichtkonformität abzunehmen, die Kontrastunterschiede zwischen den Balkenoberseiten und -unterseiten erscheinen für die $205\ \text{nm}$ dicken Al-Beschichtung am stärksten sowie für die $35\ \text{nm}$ dicken Beschichtungen am schwächsten.

Um den Einfluss der unterschiedlichen Metallbeschichtungen auf die mechanischen Eigenschaften der Strukturen zu untersuchen, wurden Druckversuche im Nanoindenter durchgeführt. Im Folgenden beziehen sich angegebene Metallschichtdicken immer auf nominelle Werte. Der Einfluss unterschiedlicher Beschichtungsmaterialien sowie unterschiedlicher Schichtdicken auf das mechanische Verhalten der Tetraederstrukturen wird deutlich in Abbildung 4.33 (a). Es sind gemittelte Spannungs-Dehnungs-Kurven bis zum Versagen der Strukturen mit einer Balkenlänge von $5\ \mu\text{m}$ dargestellt; sowohl für reine Polymerstrukturen (OWB-Strukturen) als auch für Strukturen mit unterschiedlichen Metallbeschichtungen. Elastisch-plastisches Materialverhalten wird für alle Strukturen beobachtet, wobei ein Anstieg der Druckfestigkeit [81], der Struktursteifigkeit sowie der maximalen Dehnung

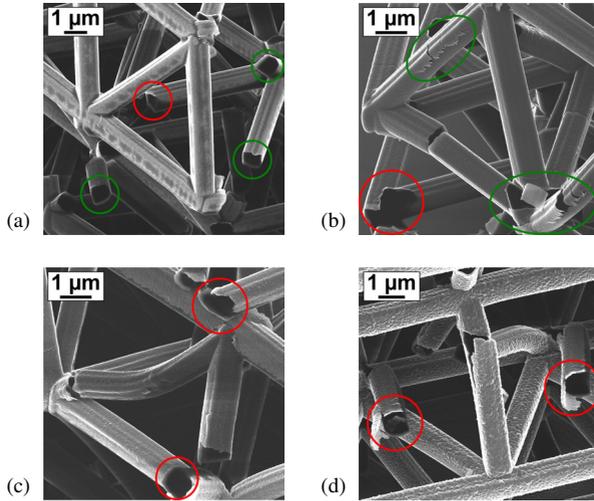


Abb. 4.32: HIM-Aufnahmen getesteter Tetraederstrukturen mit einer Balkenlänge von 7,5 μm und unterschiedlichen Metallbeschichtungen. (a) 35 nm Inconel 600, (b) 35 nm Ti-6Al-4V, (c) 81 nm Aluminium, (d) 205 nm Aluminium. Die Schichtdickenvariation erscheint mit zunehmender Schichtdicke stärker ausgeprägt, was anhand des deutlicheren Kontrastunterschieds von Balkenoberseite und -unterseite zu erkennen ist. Bereiche in welchen gute Schichtkonformität beobachtet wird, sind mit grünen Kreisen und Ellipsen gekennzeichnet, Bereiche mit schlechter Schichtkonformität mit roten.

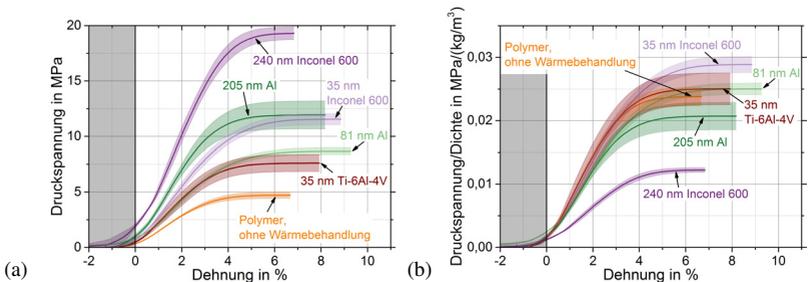


Abb. 4.33: Gemittelte Spannungs-Dehnungs-Kurven von Tetraederstrukturen mit einer Balkenlänge von 5 μm mit unterschiedlichen Metallbeschichtungen. In (a) sind Absolutwerte der Spannungen dargestellt, in (b) ist die Spannung dividiert durch die Strukturdichte gezeigt. Es sind Mittelwerte von zwei (81 nm Al, 35 nm Inconel 600) beziehungsweise drei Tests (Polymer, 35 nm Ti-6Al-4V, 205 nm Al, 240 nm Inconel 600) angegeben, die Standardabweichung der Tests ist anhand von farblich hinterlegten Flächen gekennzeichnet. In Anlehnung an [81].

bis zum Bruch infolge aller Metallbeschichtungen im Vergleich zu OWB-Polymerstrukturen ermittelt wurde. Die höchste Druckfestigkeit wird bei einer 240 nm dicken Beschichtung mit Inconel 600 beobachtet ($\sim 19,3$ MPa), welches die dickste abgeschiedene Metallschicht ist. Diese Strukturen weisen gleichzeitig jedoch auch die geringsten maximalen Dehnungen der metallbeschichteten Strukturen von $\sim 6,8\%$ auf, die übrigen beschichteten Strukturen zeigen eine maximale Dehnung im Bereich von $\sim 7,9\%$ bis $\sim 9,3\%$. Auffallend ist der Vergleich zwischen Strukturen mit einer 205 nm dicken Aluminiumbeschichtung sowie einer 35 nm dicken Inconel 600-Beschichtung. Diese Strukturen weisen vergleichbare Druckfestigkeiten auf, wobei die Inconel 600-Schichtdicke nur $\sim 17\%$ der Aluminiumschichtdicke beträgt. Werden die Strukturen mit 35 nm dicken Schichten unterschiedlicher Metalle verglichen (Inconel 600 und Ti-6Al-4V) ist die hohe Druckfestigkeit infolge der Inconel 600 Beschichtung ebenfalls zu beobachten, diese liegt um einen Faktor $\sim 1,5$ höher als die Druckfestigkeit einer gleich dicken Beschichtung aus Ti-6Al-4V. Werden die Druckfestigkeiten der Tetraederstrukturen mit gleichem Beschichtungsmaterial und zunehmenden Schichtdicken verglichen (81 nm und 205 nm Al; 35 nm und 240 nm Inconel 600), ist ein Anstieg der Druckfestigkeit und Struktursteifigkeit bei gleichzeitiger Abnahme der Bruchdehnung zu beobachten.

In Abbildung 4.33 (b) sind die Daten derselben Druckversuche dargestellt wie in Abbildung 4.33 (a), hier ist jedoch die Spannung dividiert durch die Strukturdichte, d. h. spezifische Festigkeiten, als Funktion der Dehnung aufgetragen. Die Werte der Strukturdichte wurden mit den nominellen Schichtdicken berechnet und sind im Anhang in Tabelle A.13 aufgelistet. Die spezifischen Druckfestigkeiten der verschieden beschichteten Tetraederstrukturen weisen eine deutlich geringere Variation auf als die Absolutwerte [81]. Im Vergleich zu den reinen Polymerstrukturen ist nur die spezifische Festigkeit der Strukturen mit 35 nm Inconel 600-Beschichtung höher, die der Strukturen mit 81 nm Al und 35 nm Ti-6Al-4V liegt im gleichen Bereich, die spezifischen Festigkeiten mit dickeren Metallschichten (205 nm Al und

240 nm Inconel 600) liegen niedriger. In Bezug zur spezifischen Steifigkeit der Strukturen ist ebenfalls ein geringerer Einfluss der Metallbeschichtungen zu beobachten im Vergleich zu den Absolutsteifigkeiten. Die Strukturen mit 35 nm Ti-6Al-4V weisen eine vergleichbare spezifische Struktursteifigkeit auf, die übrigen Metallbeschichtungen verringern die spezifische Steifigkeit der Strukturen im Vergleich zu reinen Polymerstrukturen. Bei einem Vergleich der spezifischen Festigkeiten der Tetraederstrukturen mit gleichem Beschichtungsmaterial aber unterschiedlichen Schichtdicken (81 nm und 205 nm Al; 35 nm und 240 nm Inconel 600) ist ein Absinken der spezifischen Festigkeit mit steigender Schichtdicke zu beobachten. Die spezifische Struktursteifigkeit der Al-beschichteten Strukturen liegt im gleichen Bereich ($\sim 0,59 \text{ MPa}/(\text{kg}/\text{m}^3)$), die spezifische Steifigkeit der Strukturen mit 240 nm Inconel 600 liegt deutlich tiefer als die der 35 nm beschichteten ($\sim 0,31 \text{ MPa}/(\text{kg}/\text{m}^3)$ und $\sim 0,67 \text{ MPa}/(\text{kg}/\text{m}^3)$).

Der Einfluss unterschiedlicher Strukturgrößen auf das mechanische Verhalten der metallbeschichteten Tetraederstrukturen wird in Abbildung 4.34 deutlich. Abbildung 4.34 (a) zeigt gemittelte Spannungs-Dehnungs-Kurven von Tetraederstrukturen unterschiedlicher Größen mit einer Aluminiumbeschichtung von 81 nm, jeweils bis zum Versagenszeitpunkt. Für alle Strukturen ist elastisch-plastisches Materialverhalten zu beobachten sowie eine geringe Variation zwischen einzelnen Messungen. Nach dem Erreichen des Maximalspannungsniveaus ist ebenfalls stabile Verformung für alle Strukturen zu beobachten, wobei der Dehnungsbereich, welcher auf dem Niveau der Maximalspannung durchlaufen wird, mit zunehmender Strukturgröße abnimmt. Zusätzlich nimmt die maximal erreichbare Dehnung bis zum Bruch mit zunehmender Strukturgröße ab. Die Tetraederstruktur mit einer Balkenlänge von $5 \mu\text{m}$ weist eine Maximaldehnung von $\sim 9,3 \%$ auf, welche bis auf $\sim 3,2 \%$ sinkt bei einer Balkenlänge von $12,5 \mu\text{m}$. Steifigkeit und Druckfestigkeit nehmen ebenfalls mit zunehmender Balkenlänge ab, wobei die Druckfestigkeit der kleinsten Struktur ($5 \mu\text{m}$ Balkenlänge) bei $\sim 8,7 \text{ MPa}$ liegt, die der größten Struktur ($12,5 \mu\text{m}$ Balkenlänge) bei $\sim 2,4 \text{ MPa}$.

4 Einfluss unterschiedlicher Basismaterialien auf das Strukturverhalten

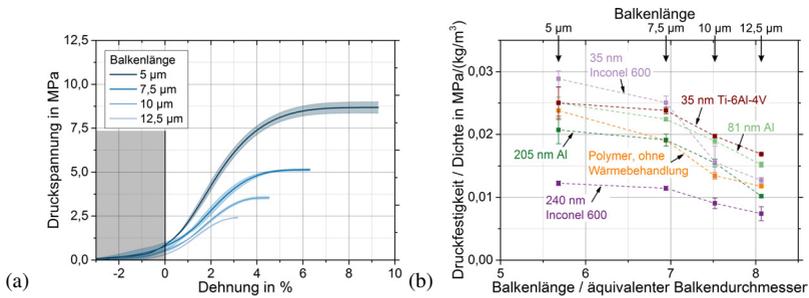


Abb. 4.34: (a) Gemittelte Spannungs-Dehnungs-Kurven von Tetraederstrukturen unterschiedlicher Größen mit einer Al-Beschichtung von 81 nm. Es sind Mittelwerte von zwei (Balkenlänge 5 μm und 10 μm) beziehungsweise drei Tests (Balkenlänge 7,5 μm und 12,5 μm) angegeben, die Standardabweichung ist anhand von farblich hinterlegten Flächen gekennzeichnet. (b) Mittelwerte der maximalen Druckfestigkeit dividiert durch die Strukturdichte der Tetraederstrukturen mit unterschiedlichen Metallbeschichtungen als Funktion ihrer Größe. Die Größe wird hierbei charakterisiert durch das Verhältnis aus Balkenlänge und äquivalentem Balkendurchmesser der reinen Polymerstrukturen, die Metallbeschichtung wird in dieser Zuordnung vernachlässigt. Die Balkenlänge der jeweiligen Strukturen ist oberhalb des Diagramms durch Pfeile markiert. Die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichung von mindestens zwei Tests.

In Abbildung 4.34 (b) sind die spezifischen Druckfestigkeiten (Druckfestigkeit dividiert durch die Strukturdichte) als Funktion der Strukturgröße dargestellt. Die Größe wird hierbei charakterisiert durch das Verhältnis aus Balkenlänge und äquivalentem Balkendurchmesser der reinen Polymerstrukturen, die Metallbeschichtung wird in dieser Zuordnung vernachlässigt. Der äquivalente Balkendurchmesser berechnet sich als Durchmesser eines runden Querschnitts mit der gleichen Querschnittsfläche wie der tatsächliche rechteckige Querschnitt der Strukturbauteile (Abmessungen siehe Tabelle A.12 im Anhang). Die Zuordnung zu den jeweiligen Strukturgrößen ist aus Tabelle 4.3 ersichtlich sowie oberhalb des Diagramms in Bezug auf die Balkenlänge durch Pfeile markiert. Das Verhältnis aus Balkenlänge und äquivalentem Balkendurchmesser sinkt mit zunehmender Strukturgröße. Folglich besitzen größere Strukturen kleinere Balkenquerschnitte in Bezug zur Balkenlänge im Vergleich zu kleineren Strukturen. Die spezi-

Tab. 4.3: Balkenlänge, äquivalenter Balkendurchmesser und Verhältnis der beiden Werte der polymeren Tetraederstrukturen mit unterschiedlichen Größen.

Balkenlänge in μm	Äquiv. Durchmesser in μm	Balkenlänge/ äquiv. Durchmesser
5	0,88	5,7
7,5	1,08	6,9
10	1,33	7,5
12,5	1,55	8,1

fische Druckfestigkeit aller Tetraederstrukturen sinkt mit zunehmendem Balkenlänge/Balkendurchmesser-Verhältnis und somit mit zunehmender Strukturgröße ab. Die spezifische Festigkeit der Strukturen mit 240 nm Inconel 600-Beschichtung weist für alle Strukturen den geringsten Wert auf. Für die beiden kleinen Strukturen (Balkenlänge 5 μm und 7,5 μm) zeigt die spezifische Festigkeit der Strukturen mit 35 nm Inconel 600-Beschichtung den höchsten Wert, für die beiden größeren Strukturen (Balkenlänge 10 μm und 12,5 μm) mit 35 nm Ti-6Al-4V-Beschichtung. Das Verhältnis aus höchster und niedrigster Festigkeit bleibt dabei etwa konstant für alle Strukturgrößen, die höchste Festigkeit liegt jeweils um einen Faktor von $\sim 2,3$ höher als die niedrigste.

In Abbildung 4.35 sind HIM-Aufnahmen getesteter Tetraederstrukturen mit 35 nm Inconel 600, 205 nm Al sowie 240 nm Inconel 600-Beschichtung dargestellt, jeweils für die Tetraederstrukturen mit einer Balkenlänge von 5 μm und 10 μm . Für die Strukturen mit 5 μm Balkenlänge und 35 nm sowie 205 nm Metallbeschichtung wird Strukturversagen durch Brüche an den Knoten sowie im Verlauf der Balken beobachtet. Bei einer Metallbeschichtung von 240 nm Inconel 600 ist ein deutlich ausgeprägteres Strukturversagen zu beobachten, wobei ausschließlich Brüche an den Strukturknoten zu erkennen sind. Bei den größeren Strukturen (10 μm) sind bei 35 nm und 205 nm dicken Beschichtungen ebenfalls hauptsächlich an den Strukturkno-

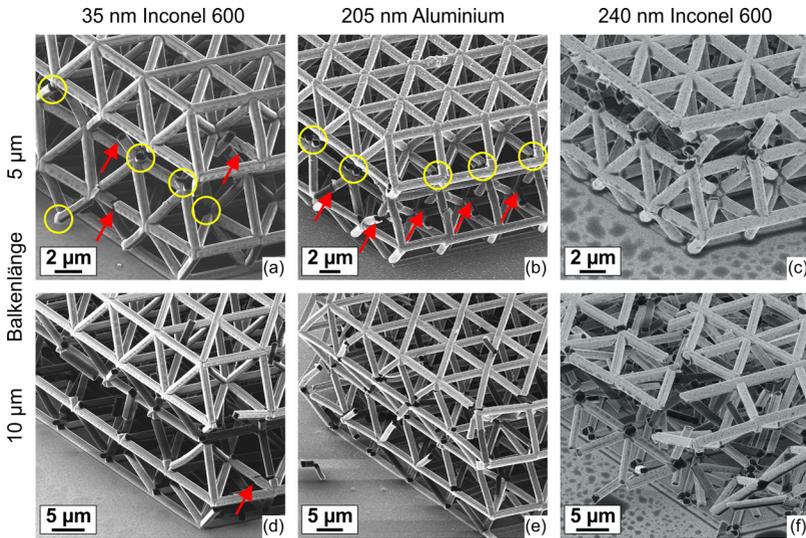


Abb. 4.35: HIM-Aufnahmen getesteter Tetraederstrukturen mit einer Balkenlänge von $5\ \mu\text{m}$ ((a)–(c)) sowie $10\ \mu\text{m}$ ((d)–(f)). Die Metallbeschichtungen der gezeigten Strukturen sind: (a), (d) $35\ \text{nm}$ Inconel 600, (b), (e) $205\ \text{nm}$ Aluminium, (c), (f) $240\ \text{nm}$ Inconel 600. Brüche im Verlauf der Strukturbalken sind durch rote Pfeile gekennzeichnet, Brüche an Strukturknoten sind in (a) und (b) durch gelbe Kreise markiert, in (c)–(f) wurden die Brüche an Strukturknoten aufgrund der Vielzahl von Brüchen nicht markiert. (a) in Anlehnung an [81].

ten Brüche zu beobachten, nicht im Verlauf der Strukturbalken. Bei einer $240\ \text{nm}$ dicken Metallbeschichtung wird katastrophales Strukturversagen beobachtet.

Nahaufnahmen der Strukturknoten mit unterschiedlichen Metallbeschichtungen sind in Abbildung 4.36 dargestellt. Bei Metallbeschichtungen mit Inconel 600 können mögliche Kerbausrundungen an den Strukturknoten der Strukturen mit $5\ \mu\text{m}$ Balkenlänge beobachtet werden, bei den größeren Strukturen erscheinen die Kerben ebenfalls leicht ausgerundet, jedoch weniger deutlich. Für die anderen Beschichtungsmaterialien (Ti-6Al-4V, Aluminium) werden keine Kerbausrundungen beobachtet.

Aufgrund der beobachteten Festigkeitssteigerung der Strukturen infolge von

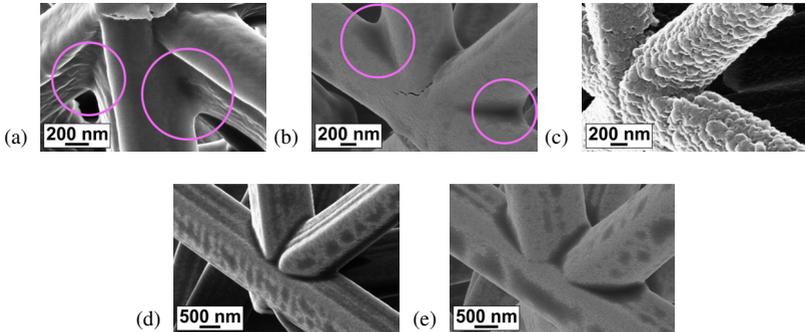


Abb. 4.36: Nahaufnahmen der Strukturknoten getesteter Tetraederstrukturen mit unterschiedlichen Metallbeschichtungen und unterschiedlichen Strukturgrößen (HIM-Aufnahmen). (a), (d) 35 nm Inconel 600, (b), (e) 240 nm Inconel 600, (c) 205 nm Aluminium. (a)–(c) Strukturen mit Balkenlänge von $5\ \mu\text{m}$; (d), (e) Strukturen mit Balkenlänge von $12,5\ \mu\text{m}$. Mögliche Kerbausrundungen sind mit magentafarbenen Kreisen markiert. Auch bei den großen Strukturen mit Inconel 600-Beschichtung ((d), (e)) erscheinen die Kerben an den Knoten leicht ausgerundet, jedoch weniger deutlich, weshalb auf eine Markierung verzichtet wurde. (a) in Anlehnung an [81].

Wärmebehandlungen (vergleiche Abschnitt 4.1.2) sowie einer Kerbformoptimierung durch Beschichtungen mit Inconel 600 wurden Tetraederstrukturen im Anschluss an eine Wärmebehandlung von $200\ ^\circ\text{C}/15\ \text{min}$ mit einer $100\ \text{nm}$ dicken Inconel 600-Beschichtung versehen und getestet. Es wurden nur Tetraederstrukturen mit einer Balkenlänge von $5\ \mu\text{m}$ untersucht. In Abbildung 4.37 sind Spannungs-Dehnungs-Kurven dieser Untersuchungen gezeigt, wobei spezifische Festigkeiten dargestellt sind. Elastisch-plastisches Materialverhalten ist für alle Strukturen zu beobachten, wobei die spezifische Festigkeit der beschichteten Strukturen ($100\ \text{nm}$ Inconel 600) durch eine dem Beschichtungsvorgang vorangehende Wärmebehandlung weiter erhöht werden kann (Faktor $\sim 1,4$), die spezifische Festigkeit der polymeren WB-Strukturen ($200\ ^\circ\text{C}/15\ \text{min}$) liegt jedoch um einen zusätzlichen Faktor von $\sim 2,8$ höher. Neben der spezifischen Festigkeit ist auch die spezifische Struktursteifigkeit der polymeren WB-Strukturen höher als die der Tetraederstrukturen mit Inconel 600-Beschichtung. Die maximal erreichba-

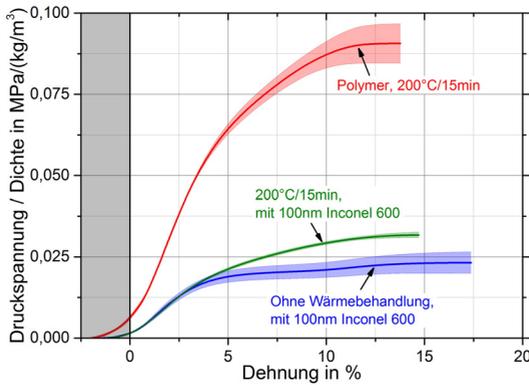


Abb. 4.37: Gemittelte Spannung/Dichte-Dehnungs-Kurven von unterschiedlichen Tetraederstrukturen (Balkenlänge $5\ \mu\text{m}$): WB-Strukturen ($200\ ^\circ\text{C}/15\ \text{min}$), OWB-Strukturen mit $100\ \text{nm}$ Inconel 600-Beschichtung, sowie WB-Strukturen ($200\ ^\circ\text{C}/15\ \text{min}$) mit anschließender $100\ \text{nm}$ Inconel 600-Beschichtung. Mittelwerte beziehen sich auf mindestens 3 Tests, die Standardabweichungen der einzelnen Tests sind anhand von farblich hinterlegten Flächen gekennzeichnet. Die Spannungswerte sind dividiert durch die Strukturdichte aufgetragen, d. h. es sind spezifische Festigkeiten dargestellt.

re Dehnung liegt für die OWB-Strukturen mit Inconel 600-Beschichtung am höchsten mit $\sim 17,4\ \%$.

HIM-Aufnahmen der getesteten Strukturen mit $100\ \text{nm}$ Inconel 600-Beschichtung, sowohl ohne als auch mit vorangegangener Wärmebehandlung sind in Abbildung 4.38 (a) und (b) dargestellt. Für die OWB-Struktur mit $100\ \text{nm}$ Inconel 600-Beschichtung sind sowohl Brüche an den Strukturknoten als auch im Verlauf der Strukturbalken zu beobachten. Für die beschichtete WB-Struktur ($200\ ^\circ\text{C}/15\ \text{min}$) wird ausgeprägtes Strukturversagen hauptsächlich an den Knoten beobachtet. In Abbildung 4.38 (c) ist eine Nahaufnahme eines Strukturknotens einer beschichteten WB-Tetraederstruktur ($200\ ^\circ\text{C}/15\ \text{min}$) abgebildet, wobei eine mögliche Kerbformausrundung zu erkennen ist (vergleichbar zu Abbildung 4.36 (a), (b)).

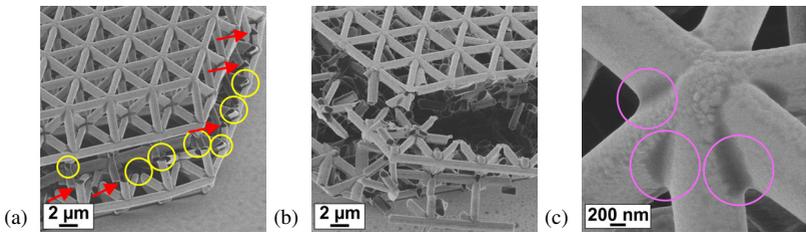


Abb. 4.38: HIM-Aufnahmen getesteter Tetraederstrukturen mit 100 nm Inconel 600-Beschichtung: (a) OWB-Struktur; (b), (c) WB-Struktur (200 °C/15min). In (a) und (b) ist das Bruchverhalten der Strukturen zu erkennen, wobei in (a) Brüche im Verlauf der Strukturbalken mit roten Pfeilen gekennzeichnet sind, ausgewählte Brüche an Strukturknoten mit gelben Kreisen. In (b) ist sprödes Versagen der Struktur hauptsächlich an den Strukturknoten zu beobachten. In (c) ist eine Nahaufnahme eines Strukturknotens einer beschichteten WB-Struktur dargestellt, mögliche Kerbformausrundungen sind mit magentafarbenen Kreisen markiert.

5 Einfluss unterschiedlicher Belastungsarten auf das Verformungsverhalten von Strukturen

Der Einfluss unterschiedlicher Belastungsarten auf das mechanische Verhalten der Strukturen wurde anhand von *in situ* Versuchen im REM untersucht. Der Fokus der Untersuchungen lag hierbei auf dem Verformungs- und Schädigungsverhalten der Strukturen. Es wurden sowohl unterschiedliche 3D Mikroarchitekturen untersucht, als auch der Einfluss unterschiedlicher Basismaterialien infolge variierender Herstellungsschritte der Strukturen. Zunächst wird in Abschnitt 5.1 der Einfluss unterschiedlicher Belastungsgeschwindigkeiten auf das mechanische Verhalten polymerer Strukturen beschrieben. In Abschnitt 5.2 wird anschließend das Verhalten der Strukturen unter zyklischer Belastung dargestellt.

5.1 Dehnratenabhängigkeit

Monotone Druckversuche bei drei unterschiedlichen Verschiebungsraten (20 nm/s, 100 nm/s und 500 nm/s) zu einer maximalen Verschiebung von 5 μm wurden an den Strukturen durchgeführt; jeweils für OWB-Strukturen und WB-Strukturen nach einer Wärmebehandlung von 200 °C/15 min. Spannungs-Dehnungs-Kurven dieser Messungen sind für die unterschiedlichen OWB-Strukturen in Abbildung 5.1 dargestellt (in Anlehnung an [105]). Die entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Kurven der WB-Strukturen befinden

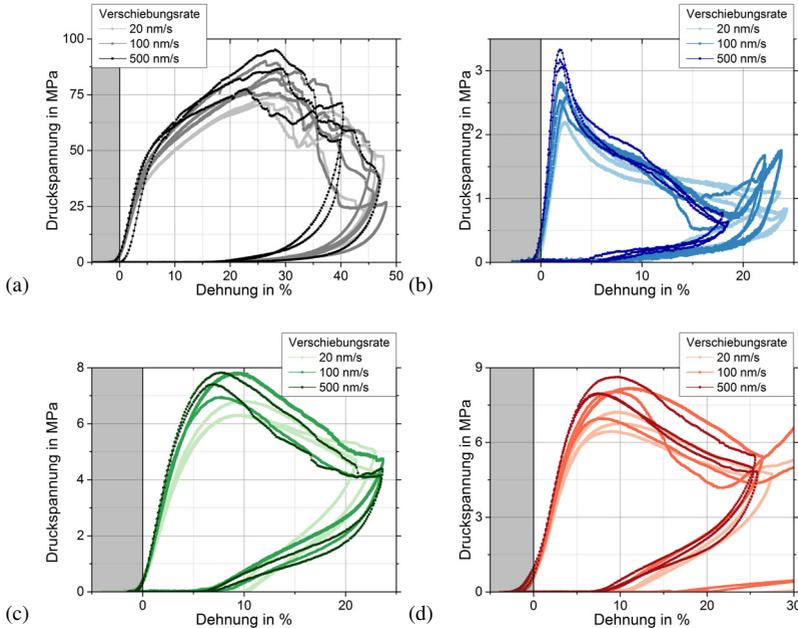


Abb. 5.1: Spannungs-Dehnungs-Kurven unterschiedlicher OWB-Strukturen zur Visualisierung des Einflusses variierender Belastungsgeschwindigkeiten. (a) Honigwabenstruktur, (b) hexagonale Struktur, (c) kubische Struktur, (d) Tetraederstruktur. In Anlehnung an [105].

sich im Anhang in Abbildung A.7. Es ist elastisch-plastisches Materialverhalten bis zum Erreichen der Maximalspannung für alle Strukturen und Verschiebungsrates zu beobachten. Nach Erreichen der Druckfestigkeit ist ein Absinken der gemessenen Druckspannung zu beobachten, für höhere Dehnungswerte steigt die Druckspannung jedoch erneut geringfügig an. Das am stärksten ausgeprägte Absinken der Druckspannung nach Erreichen der Druckfestigkeit wird für die hexagonalen Strukturen beobachtet (in Abbildung 5.1 (b)). Die Honigwabenstrukturen (in Abbildung 5.1 (a)) zeigen ein stufenweises Absinken der Spannung in diesem Bereich sowie einen ausgeprägten verfestigenden Verformungsbereich vor Erreichen der

Druckfestigkeit. Die kubische Struktur sowie die Tetraederstruktur zeigen vergleichbare Verläufe. Eine detailliertere Analyse des Verformungsverhaltens der unterschiedlichen Strukturen erfolgt in Abschnitt 5.2.

Für die einzelnen Architekturen ist der Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurven für alle drei untersuchten Verschiebungsraten vergleichbar. Die erreichten Druckfestigkeiten der OWB-Strukturen variieren jedoch geringfügig zwischen den einzelnen Verschiebungsraten, wie in Abbildung 5.2 (a) zu beobachten ist (in Anlehnung an [105]). In Abbildung 5.2 (b) sind die erreichten Druckfestigkeiten für die WB-Strukturen (200 °C/15 min) abgebildet. Tabelle A.19 im Anhang listet die Unterschiede der Druckfes-

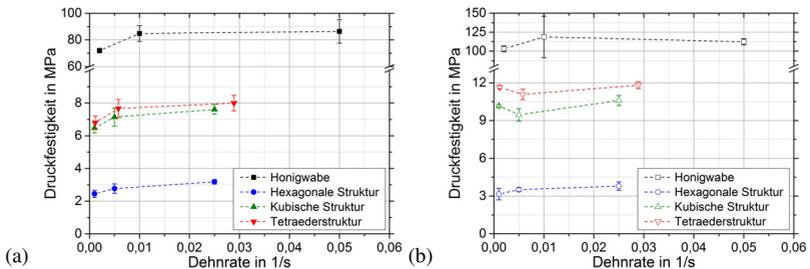


Abb. 5.2: Druckfestigkeit der unterschiedlichen Strukturen als Funktion der Dehnrate, (a) OWB-Strukturen und (b) WB-Strukturen (200 °C/15 min). Die untersuchten Verschiebungsraten während des Druckversuchs betragen jeweils 20 nm/s, 100 nm/s und 500 nm/s, wodurch aufgrund der unterschiedlichen Größen der Strukturen unterschiedliche Dehnraten resultieren. Es sind gemittelte Werte von mindestens 2 Tests angegeben, die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichung. (a) In Anlehnung an [105].

tigkeiten jeweils in Bezug zur Druckfestigkeit bei 500 nm/s auf. Für die OWB-Strukturen sind nur geringe Unterschiede der Druckfestigkeit für die beiden Verschiebungsraten von 100 nm/s und 500 nm/s zu beobachten; die Druckfestigkeiten bei 20 nm/s liegen um einen Faktor 0,77–0,85 niedriger im Vergleich zur Verschiebungsraten von 500 nm/s. Bei den WB-Strukturen ist kein Trend der Druckfestigkeitsunterschiede bei variierenden Verschie-

bungsraten zu beobachten; diese liegen für die einzelnen Strukturen in einem vergleichbaren Bereich.

5.2 Verhalten unter zyklischer Belastung

Die Strukturen wurden zusätzlich zu monotonen auch zyklischen Druckversuchen unterzogen, um die Energiedissipation sowie das Verhalten unter wiederholter Belastung zu untersuchen. Die Beschreibung der einzelnen Versuche erfolgte in Abschnitt 3.4.5. Alle Versuche wurden *in situ* im REM durchgeführt, wodurch das Verformungsverhalten der Strukturen analysiert werden kann. Im Folgenden (Abschnitt 5.2.1) wird zunächst das allgemeine Verhalten der Strukturen anhand der WB-Tetraederstrukturen (200 °C/15 min) beschrieben. Im Anschluss daran werden die zyklischen Versuche zu einer fixierten Maximalverschiebung von 5 µm über 20 durchgeführte Zyklen zusammengefasst (Abschnitt 5.2.2). In Abschnitt 5.2.3 folgen die Druckversuche unter ansteigender zyklischer Belastung zu einer maximalen Verschiebung von 5 µm. Es wurden sowohl unterschiedliche Mikroarchitekturen untersucht, als auch der Einfluss unterschiedlicher Basismaterialien (OWB-Strukturen, WB-Strukturen (200 °C/15 min), 10 nm Al₂O₃-Beschichtung und 100 nm Al₂O₃-Beschichtung).

5.2.1 Allgemeines Verhalten

Abbildung 5.3 zeigt repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurven von WB-Tetraederstrukturen nach einer Wärmebehandlung von 200 °C/15 min, sowohl die Messkurve eines monotonen Druckversuchs (schwarze, gestrichelte Linie) als auch eines Druckversuchs unter ansteigender zyklischer Belastung (rotgefärbte, durchgezogene Linien) (in Anlehnung an [105]). Darüber hinaus sind *in situ* Momentaufnahmen der Struktur unter ansteigender zyklischer Belastung oberhalb des Diagramms dargestellt. In Abbildung 5.4 ist ein repräsentatives Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines zy-

klischen Druckversuchs zu einer fixierten Maximaldehnung gemeinsam mit *in situ* Momentaufnahmen des Tests dargestellt (in Anlehnung an [105]).

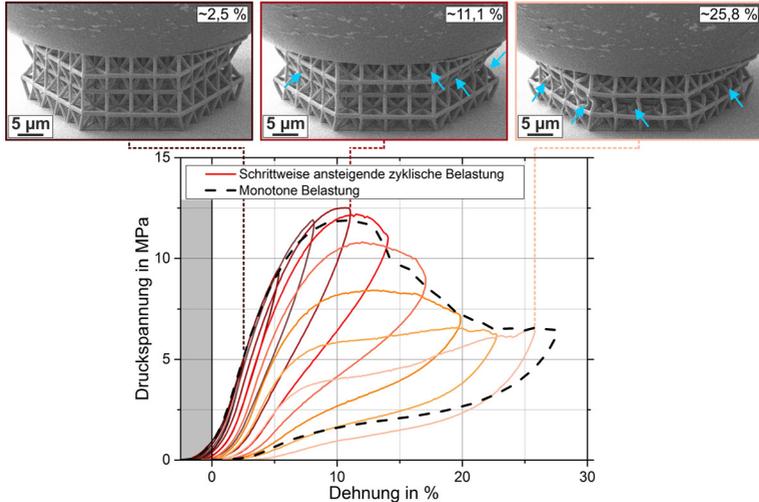


Abb. 5.3: Repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurven von WB-Tetraederstrukturen ($200^{\circ}\text{C}/15\text{ min}$) sowie *in situ* Momentaufnahmen des Versuchs. Die gestrichelte, schwarze Linie zeigt das Verhalten einer Struktur unter monotoner Belastung, die durchgezogenen, roten Linien das Verhalten unter schrittweise ansteigender zyklischer Belastung zu beobachten. Die Momentaufnahmen zeigen die Struktur während der ansteigenden zyklischen Belastung bei unterschiedlichen Dehnungswerten: $\sim 2,5\%$, $\sim 11,1\%$ und $\sim 25,8\%$ (von links nach rechts). Ausgewählte geknickte Balken sind in den Momentaufnahmen mit blauen Pfeilen gekennzeichnet. In Anlehnung an [105].

Es ist elastisch-plastisches Materialverhalten bis zum Erreichen des maximalen Spannungswerts bei einer einmaligen Belastung bis zur Maximalverschiebung von $5\ \mu\text{m}$ zu beobachten (schwarze, gestrichelte Linie in Abbildung 5.3 und 1. Zyklus in Abbildung 5.4). Eine nominelle maximale Verschiebung von $5\ \mu\text{m}$ entspricht bei einer nominellen Strukturhöhe von $17,3\ \mu\text{m}$ einer maximalen Dehnung von $28,9\%$; dieser Wert gilt jedoch nur ohne Berücksichtigung der Ausrichtungsungenauigkeiten zwischen Indenter und Struktur. Im Folgenden beziehen sich angegebene Dehnungswerte

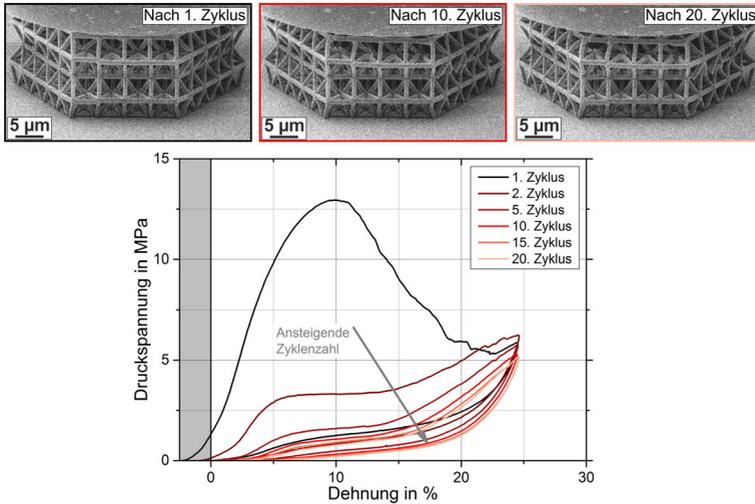


Abb. 5.4: Repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurve einer WB-Tetraederstruktur (200 °C/15 min) unter zyklischer Belastung zu einer fixierten Maximaldehnung sowie *in situ* Momentaufnahmen des Versuchs. Zur besseren Übersichtlichkeit sind nur ausgewählte Zyklen dargestellt, wobei die ansteigende Zyklenzahl durch einen grauen Pfeil hervorgehoben wird. Die Momentaufnahmen zeigen die Struktur im vollständig entlasteten Zustand nach bestimmten Zyklen: 1. Zyklus, 10. Zyklus und 20. Zyklus (von links nach rechts). In Anlehnung an [105].

te jeweils auf die Werte nach Berücksichtigung dieser Ausrichtungsungenauigkeiten. Der maximale Spannungswert, d. h. die Druckfestigkeit, wird bei $\sim 11\%$ Dehnung erreicht, wobei im folgenden Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve ein starkes Absinken der gemessenen Spannung beobachtet wird. Anhand der Momentaufnahmen in Abbildung 5.3 kann einsetzen des Knickens der vertikalen Balken bei Erreichen der Druckfestigkeit beobachtet werden (mittlere Aufnahme bei einer Dehnung von $\sim 11\%$, ausgewählte geknickte Balken sind durch blaue Pfeile markiert). Auf der rechten Momentaufnahme ist die Struktur bei einer Dehnung von $\sim 25,8\%$ dargestellt (bei maximaler Dehnung), hier ist deutliches Knicken der Vertikalbalken zu beobachten (ausgewählte geknickte Balken sind durch blaue Pfeile markiert). Im Gegensatz dazu ist bei einer Dehnung von $\sim 2,5\%$ (linke

Momentaufnahme) kein Balkenknicken zu erkennen. Nach Entlastung der Struktur ist eine deutliche Rückverformung anhand der geringen bleibenden Dehnung bei 0 MPa Spannung zu erkennen. Diese Rückverformung kann auch in der linken Momentaufnahme in Abbildung 5.4 beobachtet werden, welche die Struktur nach Entlastung im Anschluss an den 1. Zyklus der zyklischen Verformung zeigt. Darüber hinaus zeigen die Belastungs- und Entlastungskurven der Versuche eine Hysterese, wodurch Energiedissipation zu erkennen ist. Wird die Spannungs-Dehnungs-Kurve der monotonen Belastung mit dem Spannungs-Dehnungs-Verhalten unter ansteigender zyklischer Belastung verglichen, ist eine gute Übereinstimmung der beiden unterschiedlichen Belastungen zu erkennen. Bei zyklischer Belastung der Struktur bis zur maximalen Verschiebung (Abbildung 5.4) ist eine Verkleinerung der Hysteresekurve mit ansteigender Zyklenzahl zu beobachten. Die ausgeprägteste Reduktion dieser Hysteresekurve ist hierbei vom 1. zum 2. Zyklus zu erkennen. Bei höheren Zyklenzahlen stabilisiert sich die Hysteresekurve und weist eine konstante Größe auf (vergleiche insbesondere 15. und 20. Zyklus). Dieses Verhalten spiegelt sich auch in den Momentaufnahmen oberhalb des Spannungs-Dehnungs-Diagramms wider, welche die Struktur nach vollständiger Entlastung nach dem 1. Zyklus, 10. Zyklus und 20. Zyklus zeigen. Das Erscheinungsbild der Struktur, und insbesondere ihre Höhe, variiert stärker zwischen 1. und 10. Zyklus (linke und mittlere Momentaufnahme) als zwischen 10. und 20. Zyklus (mittlere und rechte Momentaufnahme). Eine starke Rückverformung der Tetraederstruktur ist jedoch selbst nach 20 Zyklen Belastung zu erkennen.

Die verschiedenen Strukturen weisen vergleichbare Eigenschaften im Spannungs-Dehnungs-Verlauf auf, wie bereits in Abschnitt 5.1, Abbildung 5.1 festzustellen ist. Aufgrund der unterschiedlichen Architekturen sind jedoch auch Unterschiede des Verhaltens zu beobachten, welche in den beiden folgenden Abschnitten 5.2.2 und 5.2.3 aufgezeigt werden. Darüber hinaus werden für Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien die Variationen des Verhaltens ebenfalls in den beiden Abschnitten dargestellt.

5.2.2 Zyklische Belastung zu fixierter Maximalverschiebung

Polymere Strukturen ohne Wärmebehandlung

Abbildung 5.5 zeigt die Messergebnisse der zyklischen Druckversuche mit 20 durchgeführten Zyklen zu einer maximalen Verschiebung von $5\ \mu\text{m}$ für unterschiedliche OWB-Strukturen (in Anlehnung an [105]). In (a) ist die dissipierte Energie dividiert durch die Masse der Strukturen aufgetragen, d. h. die spezifische dissipierte Energie \hat{U}_{diss} . Werden die akkumulierten \hat{U}_{diss}

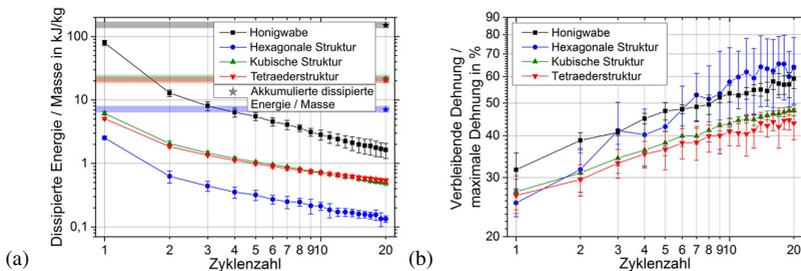


Abb. 5.5: Messergebnisse der zyklischen Versuche an unterschiedlichen OWB-Strukturen als Funktion der Zyklenzahl. Die Strukturen wurden 20 Zyklen bis zu $5\ \mu\text{m}$ maximaler Verschiebung belastet. In (a) ist die dissipierte Energie dividiert durch die Masse der Strukturen dargestellt, die sternförmigen Datenpunkte bei 20 Zyklen mit den entsprechenden Querbalken zeigen die akkumulierte \hat{U}_{diss} über alle Zyklenzahlen. In (b) sind die verbleibenden Dehnungen nach Entlastung dividiert durch die maximale Dehnung während des Druckversuchs dargestellt. Es sind gemittelte Werte von drei Tests angegeben, die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichung der Einzeltests. In Anlehnung an [105].

der unterschiedlichen Strukturen verglichen (sternförmige Datenpunkte mit entsprechenden Querbalken in Abbildung 5.5 (a)) ist der höchste Wert für die Honigwabenstrukturen zu erkennen, der niedrigste Wert für die hexagonalen Strukturen. Bei Untersuchung der \hat{U}_{diss} als Funktion der Zyklenzahl ist für alle Strukturen der höchste Wert während des ersten Zyklus zu beobachten. Mit zunehmender Zyklenzahl sinkt die \hat{U}_{diss} , wobei die stärkste Differenz zwischen zwei einzelnen Zyklen jeweils vom ersten zum zweiten Zyklus zu beobachten ist. Die Honigwabenstruktur weist das stärkste Ab-

sinken auf $\sim 16\%$ des Werts aus Zyklus 1 auf. Für größere Zyklenzahlen weisen insbesondere die kubische und die Tetraederstruktur ein geringeres Absinken der \hat{U}_{diss} mit zunehmender Zyklenzahl auf. Werden die Werte aus 1. und 20. Zyklus verglichen, ist ein Absinken auf $\sim 10\%$ des Anfangswerts für diese Strukturen zu beobachten, während die Honigwabenstruktur nur noch $\sim 2\%$ des Werts aus Zyklus 1 dissipiert, die hexagonale Struktur $\sim 5\%$. Werden die Werte aus Zyklus 15 und 20 verglichen, wird ein Absinken um $\sim 15\%$ für die kubische, $\sim 10\%$ für die Tetraederstruktur, $\sim 18\%$ für die Honigwabenstruktur und $\sim 16\%$ für die hexagonale Struktur ermittelt. Die charakteristischen Werte der durchgeführten Versuche sind in Tabelle A.20 im Anhang aufgelistet.

Parallel zum Absinken der \hat{U}_{diss} ist ein Anstieg der verbleibenden Dehnung nach Entlastung mit zunehmender Zyklenzahl zu beobachten (Abbildung 5.5 (b)). Die verbleibende Dehnung ist hierbei normiert auf die maximale Dehnung während des Druckversuchs, da aufgrund der unterschiedlichen Strukturgrößen und einer fixierten maximalen Verschiebung von $5\ \mu\text{m}$ unterschiedliche maximale Dehnungswerte resultieren (nominelle Werte: 50% für die Honigwabenstruktur, 20% für die hexagonale und kubische Struktur und $28,9\%$ für die Tetraederstruktur). Vom ersten zum zweiten Zyklus ist ein Anstieg der verbleibenden Dehnung um $\sim 24\%$ für die Honigwaben und die hexagonalen Strukturen und $\sim 13\%$ für die kubischen und die Tetraederstrukturen zu beobachten. Über die gesamten 20 Zyklen ist ebenfalls eine geringere verbleibende Dehnung bezogen auf die Maximaldehnung für die kubischen und die Tetraederstrukturen zu beobachten, mit $\sim 46\%$ im Vergleich zu $\sim 59\%$ bzw. $\sim 64\%$ für die Honigwaben- und die hexagonalen Strukturen.

Globales und lokales Beulen und Knicken der Strukturen sowie der einzelnen Strukturbauteile gefolgt von Knotenbrechen kann anhand von *in situ* Momentaufnahmen beobachtet werden, wie in Abbildung 5.6 dargestellt (in Anlehnung an [105]). Bereits nach einem Belastungszyklus ist ein deutliches Schadensbild an den einzelnen Strukturen erkennbar, wie anhand von

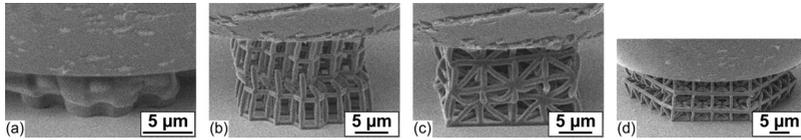


Abb. 5.6: *In situ* Momentaufnahmen der OWB-Strukturen, (a) Honigwabenstruktur, (b) hexagonale Struktur, (c) kubische Struktur, (d) Tetraederstruktur. Die Aufnahmen zeigen die Strukturen im maximal belasteten Zustand, d. h. bei einer Verschiebung von $5\ \mu\text{m}$. In Anlehnung an [105].

HIM-Aufnahmen in Abbildung 5.7 (a)–(d) zu beobachten ist (in Anlehnung an [105]). Gebrochene Knoten in den Strukturen sind hierbei durch Pfeile gekennzeichnet. Im Anschluss an 20 Zyklen Belastung ist eine deutliche

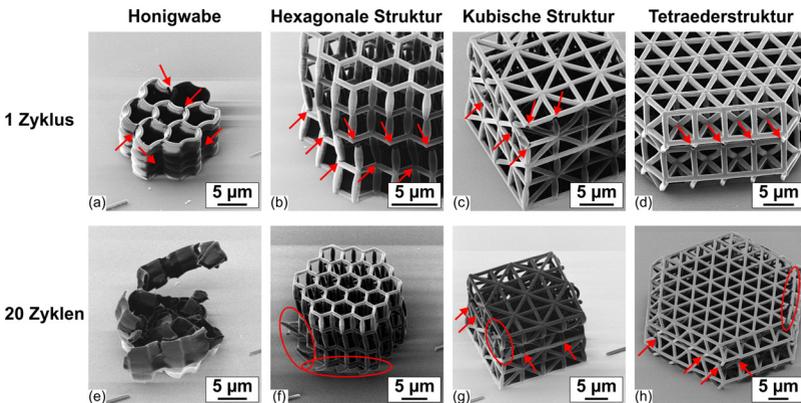


Abb. 5.7: HIM-Aufnahmen von getesteten OWB-Strukturen. Es sind jeweils Aufnahmen nach einer einmaligen Belastung zur maximalen Verschiebung von $5\ \mu\text{m}$ dargestellt (a)–(d), sowie Aufnahmen nach 20 Zyklen Belastung (e)–(h). Brüche in den Strukturen sind bereits nach einmaliger Belastung zu erkennen (durch rote Pfeile markiert), nach 20 Zyklen Belastung ist bei allen Strukturen ein stärkeres Schadensbild zu beobachten (bei den Fachwerksstrukturen durch rote Pfeile und Ellipsen markiert). In Anlehnung an [105].

Verstärkung des Schadensbildes für alle Strukturen zu beobachten, wie in Abbildung 5.7 (e)–(h) zu erkennen ist. Insbesondere bei der Honigwabenstruktur ist die Ausgangsstruktur nicht mehr erkennbar, bei der hexagonalen

Struktur sind die Knoten der unteren Strukturlage nahezu vollständig gebrochen. Die Tetraederstruktur erscheint nach 20 Zyklen Belastung die am besten intakte Struktur zu sein.

Polymere Strukturen nach einer Wärmebehandlung von 200 °C/15 min

Wird die \hat{U}_{diss} als Funktion der Zyklenzahl für die unterschiedlichen WB-Strukturen nach einer Wärmebehandlung bei 200 °C für 15 min analysiert (Abbildung 5.8 (a)), sind ähnliche Beobachtungen zu machen wie für die OWB-Strukturen. Die höchste akkumulierte \hat{U}_{diss} weist die Honigwaben-

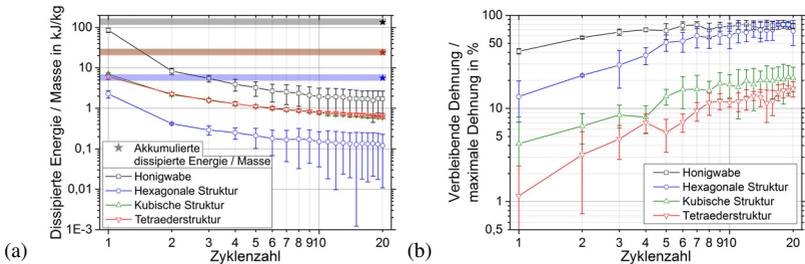


Abb. 5.8: Messergebnisse der zyklischen Versuche an unterschiedlichen WB-Strukturen (200 °C/15 min) als Funktion der Zyklenzahl. Die Strukturen wurden 20 Zyklen bis zu 5 μm maximaler Verschiebung belastet. In (a) ist die dissipierte Energie dividiert durch die Masse der Strukturen dargestellt, die sternförmigen Datenpunkte bei 20 Zyklen mit den entsprechenden Querbalken zeigen die akkumulierte \hat{U}_{diss} über alle Zyklenzahlen. In (b) sind die verbleibenden Dehnungen nach Entlastung dividiert durch die maximale Dehnung während des Druckversuchs dargestellt. Es sind gemittelte Werte von drei Tests angegeben (zwei Tests für hexagonale Strukturen), die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichung der Einzeltests. Aufgrund der hohen Standardabweichung (1,27 %) von (verbleibende Dehnung)/(maximale Dehnung) der Tetraederstrukturen im ersten Zyklus ist diese aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht vollständig dargestellt.

struktur auf, die kubischen Strukturen und die Tetraederstrukturen zeigen ein sehr ähnliches Verhalten. Alle Strukturen dissipieren die höchste spezifische Energie während des ersten Zyklus und zeigen ein kontinuierliches Absinken der \hat{U}_{diss} mit zunehmender Zyklenzahl. Werden für die WB-Strukturen die Werte aus 1. und 20. Zyklus verglichen, ist ein Absinken

auf $\sim 10\%$ des Anfangswerts für die kubischen und die Tetraederstrukturen zu beobachten, auf $\sim 2\%$ für die Honigwabenstrukturen sowie $\sim 5\%$ für die hexagonale Strukturen, was den gleichen Werten entspricht wie bei den OWB-Strukturen. Das Absinken der \dot{U}_{diss} vom 15. zum 20. Zyklus ist hier jedoch höher für die kubischen und die Tetraederstrukturen mit $\sim 11\%$, im Vergleich zu $\sim 1\%$ für die Honigwaben und die hexagonalen Strukturen. Die charakteristischen Werte der Messungen sind in Tabelle A.20 im Anhang aufgelistet.

Werden die verbleibenden Dehnungen dividiert durch die maximalen Dehnungen der WB-Strukturen ($200^\circ\text{C}/15\text{ min}$) als Funktion der Zyklenzahl analysiert, ist eine Veränderung im Vergleich zu den OWB-Strukturen zu beobachten; die verbleibenden Dehnungen der kubischen und Tetraederstrukturen liegen deutlich unterhalb der verbleibenden Dehnungen der Honigwaben und der hexagonalen Strukturen. Die geringsten bleibenden Dehnungen weisen hierbei die Tetraederstrukturen auf. Nach 20 Zyklen Belastung zeigen die Tetraederstrukturen und die kubischen Strukturen $\sim 16\%$ bzw. $\sim 21\%$ verbleibende Dehnung bezogen auf die Maximaldehnung, die Honigwaben und die hexagonalen Strukturen $\sim 70\text{--}80\%$. Im Vergleich zum ersten Zyklus entsprechen diese Werte einem Anstieg um einen Faktor ~ 14 für die Tetraederstrukturen, ~ 5 für die kubischen und die hexagonalen Strukturen und ~ 2 für die Honigwaben.

Anhand von *in situ* Momentaufnahmen (Abbildung 5.9) sowie HIM-Aufnahmen im Anschluss an die Druckversuche (Abbildung 5.10) kann das Verformungs- und Versagensverhalten der Strukturen beobachtet werden. Hierbei sind globales und lokales Knicken und Beulen der Strukturen und der Strukturbalken in Kombination mit Brüchen in den Strukturen zu erkennen. Bereits im ersten Belastungszyklus ist ein deutliches Strukturversagen zu beobachten, wie in Abbildung 5.10 (a)–(d) zu sehen. Insbesondere die Honigwabenstruktur zeigt bereits nach einem Zyklus Belastung stark gebrochene Strukturwände; bei den Fachwerksstrukturen sind Brüche an den Strukturknoten zu beobachten, welche durch Pfeile markiert sind. Nach 20

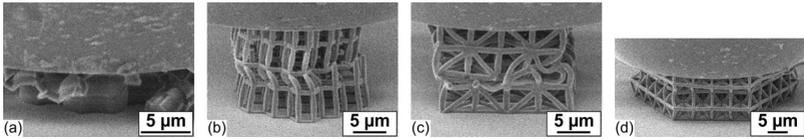


Abb. 5.9: *In situ* Momentaufnahmen der WB-Strukturen (200 °C/15 min), (a) Honigwabenstruktur, (b) hexagonale Struktur, (c) kubische Struktur, (d) Tetraederstruktur. Die Aufnahmen zeigen die Strukturen im maximal belasteten Zustand, d. h. bei einer Verschiebung von 5 µm.

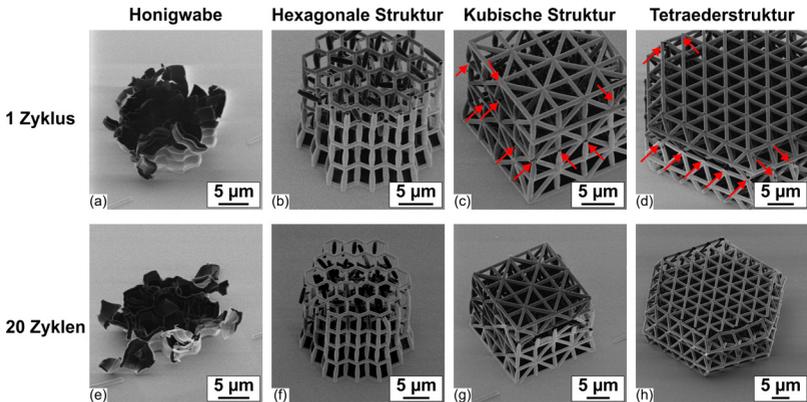


Abb. 5.10: HIM-Aufnahmen von getesteten WB-Strukturen (200 °C/15 min). Es sind jeweils Aufnahmen nach einer einmaligen Belastung zur maximalen Verschiebung von 5 µm dargestellt (a)–(d), sowie Aufnahmen nach 20 Zyklen Belastung (e)–(h). Deutliche Brüche in den Strukturen sind bereits nach einmaliger Belastung zu erkennen (bei der kubischen Struktur und der Tetraederstruktur zusätzlich durch rote Pfeile markiert), nach 20 Zyklen Belastung ist bei allen Strukturen ein stärkeres Schadensbild zu beobachten.

Zyklen Belastung ist für alle Strukturen eine Verstärkung des Schadensbilds zu erkennen (Abbildung 5.10 (e)–(h)); insbesondere die Honigwabenstruktur und die hexagonale Struktur weisen deutliches Versagen auf, jedoch auch die kubische Struktur und die Tetraederstruktur zeigen eine Vielzahl an gebrochenen Strukturknoten.

Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien

Abbildung 5.11 zeigt repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurven von Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien, in (a) polymere OWB-Strukturen sowie WB-Strukturen ($200\text{ }^{\circ}\text{C}/15\text{ min}$) und in (b) Strukturen mit 10 nm und 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung (in Anlehnung an [105]). Es ist jeweils die Messkurve des ersten Belastungszyklus und die Kurve des 10. Belastungszyklus gezeigt. Sowohl die Druckfestigkeit als auch die Struktur-

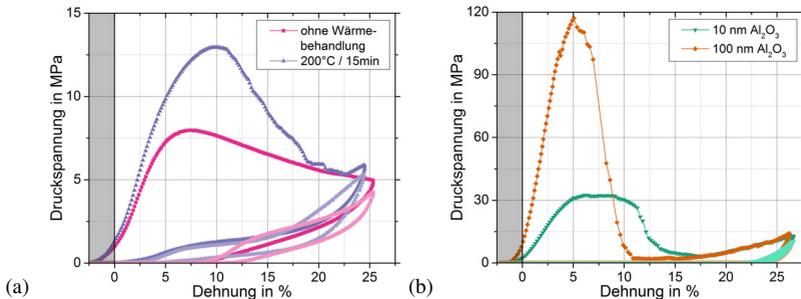


Abb. 5.11: Repräsentative Spannungs-Dehnungs-Kurven von Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien: (a) rein polymere Strukturen (OWB-Struktur und WB-Struktur ($200\text{ }^{\circ}\text{C}/15\text{ min}$)), (b) polymere Strukturen mit 10 nm und 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung. Es ist jeweils der 1. und der 10. Zyklus der zyklischen Belastung zu einer maximalen Verschiebung von $5\text{ }\mu\text{m}$ dargestellt. In Anlehnung an [105].

steifigkeit während des ersten Belastungszyklus steigen deutlich an infolge der Wärmebehandlung und der Al_2O_3 -Beschichtung. Durch die Al_2O_3 -Beschichtung steigt zusätzlich die Dichte der Tetraederstrukturen, wodurch die spezifische Druckfestigkeit um einen Faktor $\sim 1,6$ für WB-Strukturen

(200 °C/15 min) ansteigt sowie um ~ 3 und ~ 6 für 10 nm bzw. 100 nm Al_2O_3 -beschichtete Strukturen. Die spezifische Steifigkeit steigt gleichzeitig um $\sim 1,3$ für WB-Strukturen und um ~ 3 bzw. ~ 7 für 10 nm und 100 nm Al_2O_3 -beschichtete Strukturen. Der Spannungsrückgang nach Erreichen der Druckfestigkeit ist ebenfalls ausgeprägter für die wärmebehandelten und die beschichteten Strukturen, insbesondere die Tetraederstruktur mit 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung zeigt einen Abfall auf ~ 2 % ihrer Druckfestigkeit. Mit 10 nm Al_2O_3 -Beschichtung sinkt die Spannung auf ~ 9 % der Druckfestigkeit, bei der WB-Struktur auf ~ 40 %. Für diese Strukturen ist zusätzlich für Dehnungen $\gtrsim 20$ % ein erneuter Anstieg der Spannung zu beobachten, für die OWB-Strukturen ist dies nicht der Fall. In diesem Bereich des erneuten Spannungsanstiegs zeigen die beiden unterschiedlich beschichteten Strukturen einen überlappenden Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve des 10. Zyklus weist für alle Tetraederstrukturen einen deutlich abweichenden Verlauf zum jeweiligen 1. Zyklus auf; es ist kein ausgeprägter Anstieg der Spannung für kleine Dehnungen zu beobachten. Der Anstieg der Spannung zu Werten über Null ist für die WB-Strukturen bei $\gtrsim 3$ % Dehnung zu beobachten, für die OWB-Strukturen bei $\gtrsim 10$ % sowie für die beschichteten Strukturen bei $\gtrsim 23$ %.

Abbildung 5.12 (a)–(d) zeigt HIM-Aufnahmen der unterschiedlichen Tetraederstrukturen nach einmaliger Belastung zu 5 μm maximaler Verschiebung (in Anlehnung an [105]). Für die OWB-Tetraederstruktur (a) sind gekrümmte Balken sowie einzelne gebrochene Strukturknoten zu beobachten, die WB-Struktur (b) zeigt bereits deutlich mehr gebrochene Strukturknoten. Die beiden beschichteten Strukturen (c), (d) weisen ein deutliches Schadensbild bereits nach einem Zyklus Belastung auf, es ist sprödes, katastrophales Versagen der Strukturen zu beobachten. Dieses Verhalten kann auch anhand der *in situ* Momentaufnahmen beobachtet werden, wie in Abbildung 5.13 für die Strukturen im maximal belasteten Zustand während eines ersten Belastungszyklus dargestellt (in Anlehnung an [105]). Die beiden polymeren Strukturen (a), (b) zeigen geknickte Strukturbalken, während bei den be-

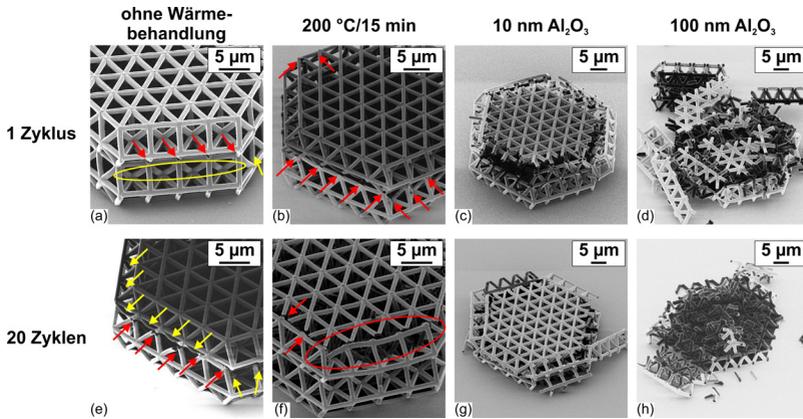


Abb. 5.12: HIM-Aufnahmen von getesteten Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basis-materialien (OWB-Strukturen, WB-Strukturen (200 °C/15 min), 10 nm und 100 nm Al₂O₃-Beschichtung). Es sind jeweils Aufnahmen nach einer einmaligen Belastung zur maximalen Verschiebung von 5 µm dargestellt (a)–(d), sowie Aufnahmen nach 20 Zyklen Belastung (e)–(h). Brüche an den Strukturknoten der polymeren Strukturen sind durch rote Pfeile und Ellipsen markiert, geknickte Balken durch gelbe Pfeile und Ellipsen; nach 20 Zyklen ist ein stärkeres Schadensbild zu erkennen als nach einmaliger Belastung. Beschichtete Strukturen zeigen sprödes Versagen mit geringen Unterschieden im Schadensbild nach einem und nach 20 Zyklen Belastung. In Anlehnung an [105].

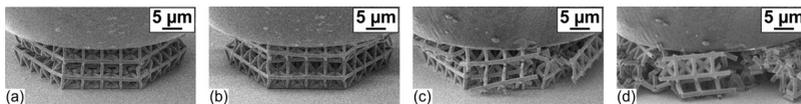


Abb. 5.13: *In situ* Momentaufnahmen von Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basis-materialien, (a) OWB-Struktur, (b) WB-Struktur (200 °C/15 min), (c) 10 nm, (d) 100 nm Al₂O₃-Beschichtung. Die Aufnahmen zeigen die Strukturen im maximal belasteten Zustand, d. h. bei einer Verschiebung von 5 µm. In Anlehnung an [105].

schichteten Strukturen (c), (d) bereits ein deutliches Versagen infolge des Bruchs der Strukturen eingetreten ist.

In Abbildung 5.12 (e)–(h) sind HIM-Aufnahmen der Tetraederstrukturen nach 20 Zyklen Belastung dargestellt (in Anlehnung an [105]). Für die polymeren Strukturen ist ein deutlicher Anstieg des Schadensbilds mit einer

höheren Anzahl deformierter Balken und gebrochener Strukturknoten im Vergleich zu einmaliger Belastung zu erkennen ((a), (b) und (e), (f)). Die beiden Al_2O_3 -beschichteten Strukturen zeigen nahezu keine Unterschiede nach einmaliger Belastung und 20 Zyklen Belastung ((c), (d) und (g), (h)). In Abbildung 5.14 (a) ist die dissipierte Energie der unterschiedlichen Tetraederstrukturen dividiert durch ihre Masse als Funktion der Zyklenzahl während der zyklischen Versuche dargestellt (in Anlehnung an [105]). Wie

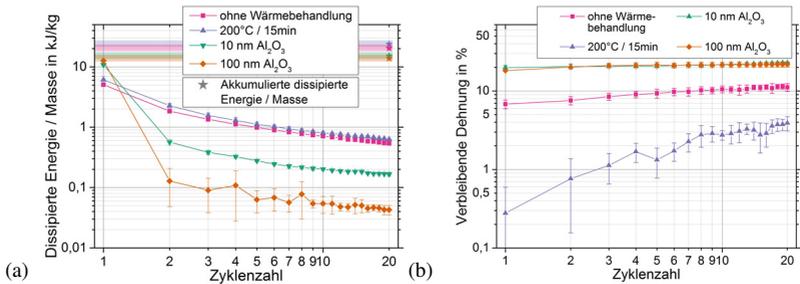


Abb. 5.14: Messergebnisse der zyklischen Versuche an Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien (OWB-Strukturen, WB-Strukturen (200 °C/15 min), mit 10 nm und mit 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung) als Funktion der Zyklenzahl. Die Strukturen wurden 20 Zyklen bis zu 5 μm maximaler Verschiebung belastet. In (a) ist die dissipierte Energie dividiert durch die Masse der Strukturen dargestellt, die sternförmigen Datenpunkte bei 20 Zyklen mit den entsprechenden Querbalken zeigen die akkumulierte \hat{U}_{diss} über alle Zyklenzahlen. In (b) sind die verbleibenden Dehnungen nach Entlastung der einzelnen Zyklen dargestellt. Es sind gemittelte Werte von drei Tests (OWB-, WB-Strukturen (200 °C/15 min)) bzw. 2 Tests (10 nm, 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung) angegeben, die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichung der Einzeltests. Aufgrund der hohen Standardabweichung der verbleibenden Dehnung der WB-Tetraederstrukturen im ersten Zyklus (0,32 %) ist diese aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht vollständig dargestellt. Die Datenpunkte der OWB-Strukturen und WB-Strukturen (200 °C/15 min) sind dieselben wie in Abbildung 5.5 und 5.8 und wurden zur besseren Vergleichbarkeit noch einmal dargestellt. In Anlehnung an [105].

bereits für die Strukturen mit unterschiedlicher 3D Mikroarchitektur zu beobachten war, wird der größte Energiebetrag während des ersten Belastungszyklus dissipiert. Insbesondere die Al_2O_3 -beschichteten Strukturen zeigen hohe \hat{U}_{diss} während des ersten Zyklus. Jedoch bereits ab dem zwei-

ten Belastungszyklus ist eine höhere \hat{U}_{diss} für die beiden polymeren Strukturen zu beobachten, wobei die Werte der WB-Strukturen höher liegen als die der OWB-Strukturen. Die Struktur mit 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung erreicht während des zweiten Zyklus nur $\sim 1\%$ der \hat{U}_{diss} des ersten Zyklus, mit 10 nm Al_2O_3 $\sim 5\%$. Die akkumulierte \hat{U}_{diss} über alle 20 Zyklen (sternförmige Datenpunkte mit entsprechenden Querbalken in Abbildung 5.14 (a)) ist höher für die polymeren Strukturen im Vergleich zu den Al_2O_3 -beschichteten. Die WB-Strukturen weisen die höchste akkumulierte \hat{U}_{diss} auf. Werden die Werte des 15. und des 20. Zyklus verglichen, ist ein vergleichbarer Rückgang der \hat{U}_{diss} für alle Tetraederstrukturen zu beobachten. Dieser beträgt $\sim 10\%$ und $\sim 11\%$ für die OWB-Strukturen und WB-Strukturen ($200^\circ\text{C}/15\text{ min}$) sowie $\sim 9\%$ und $\sim 15\%$ mit 10 nm und 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung. Die charakteristischen Werte der Messungen sind in Tabelle A.21 im Anhang aufgelistet.

Die verbleibenden Dehnungen der unterschiedlichen Tetraederstrukturen während der zyklischen Belastung als Funktion der Zyklenzahl sind in Abbildung 5.14 (b) dargestellt (in Anlehnung an [105]). Die Al_2O_3 -beschichteten Strukturen weisen eine hohe und konstante verbleibende Dehnung während der gesamten 20 Zyklen auf ($\sim 18\text{--}23\%$). Die beiden polymeren Strukturen weisen geringere bleibende Dehnungen auf, mit einem Anstieg der bleibenden Dehnung mit zunehmender Zyklenzahl. Der Anstieg vom ersten zum 20. Zyklus erfolgt hierbei mit einem Faktor von ~ 2 für die OWB-Strukturen und ~ 14 für die WB-Strukturen. Der Absolutwert der bleibenden Dehnung der WB-Strukturen nach 20 Zyklen Belastung zeigt jedoch einen sehr geringen Wert mit $\sim 4\%$. Die geringeren verbleibenden Dehnungen der WB-Strukturen im Vergleich zu den OWB-Strukturen werden auch anhand von Abbildung 5.15 deutlich. Hier sind *in situ* Momentaufnahmen zweier Strukturen dargestellt [105], jeweils im entlasteten Zustand nach dem ersten, dem 10. sowie dem 20. Zyklus. Für beide Strukturen ist eine deutliche Rückverformung und geringe verbleibende Dehnungen zu beobachten, jedoch zeigen die WB-Strukturen eine stärkere Rückverfor-

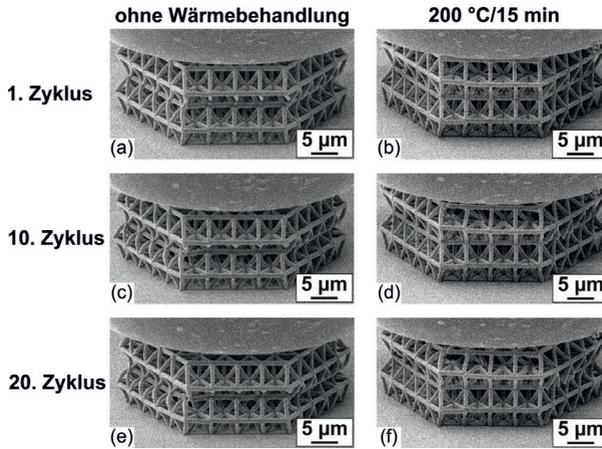


Abb. 5.15: *In situ* Momentaufnahmen von polymeren Tetraederstrukturen (OWB-Struktur, WB-Struktur (200 °C/15 min)) im entlasteten Zustand [105]. OWB-Struktur: (a), (c), (e); WB-Struktur: (b), (d), (f). Die Aufnahmen zeigen die Strukturen im entlasteten Zustand jeweils nach dem ersten ((a), (b)), 10. ((c), (d)) und 20. ((e), (f)) Belastungszyklus zu einer maximalen Verschiebung von 5 µm.

mung als die OWB-Strukturen.

In Abbildung 5.16 ist die Struktursteifigkeit der Tetraederstrukturen als Funktion der Zyklenzahl dargestellt (in Anlehnung an [105]). Für alle Strukturen wird die höchste Steifigkeit während des ersten Zyklus beobachtet. Die beschichteten Strukturen zeigen einen deutlichen Rückgang der Steifigkeit im zweiten Belastungszyklus und geringe Variationen während der folgenden Zyklen. Die Struktursteifigkeit der polymeren Strukturen nimmt kontinuierlich während der gesamten 20 Zyklen ab. Während der ersten beiden Belastungszyklen liegt die Steifigkeit der WB-Tetraederstrukturen oberhalb der Steifigkeit der OWB-Strukturen; ab dem 4. Zyklus ist die Struktursteifigkeit der OWB-Strukturen höher als die der WB-Strukturen.

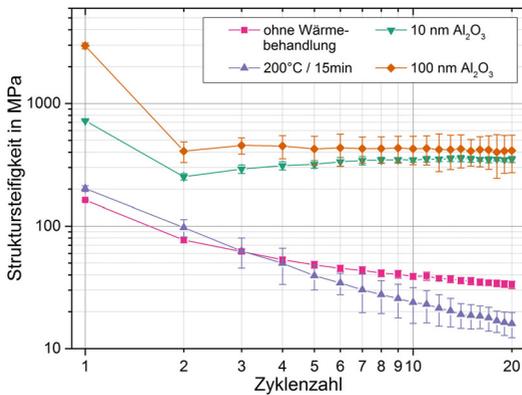


Abb. 5.16: Entwicklung der Struktursteifigkeit von Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien (OWB-Strukturen, WB-Strukturen (200 °C/15 min), mit 10 nm und mit 100 nm Al₂O₃-Beschichtung) unter zyklischer Belastung als Funktion der Zyklenzahl. Die Strukturen wurden 20 Zyklen bis zu 5 µm maximaler Verschiebung belastet. Es sind gemittelte Werte von drei Tests (OWB-, WB-Strukturen (200 °C/15 min)) bzw. 2 Tests (10 nm, 100 nm Al₂O₃-Beschichtung) angegeben, die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichung der Einzeltests. In Anlehnung an [105].

5.2.3 Schrittweise ansteigende zyklische Belastung

Polymere Strukturen ohne Wärmebehandlung

In Abbildung 5.17 sind Spannungs-Dehnungs-Kurven der OWB-Honigwabenstruktur und der kubischen OWB-Struktur dargestellt; jeweils eine Kurve unter monotoner Belastung zu einer maximalen Verschiebung von 5 µm und eine Kurve unter ansteigender zyklischer Belastung zu einer maximalen Gesamtverschiebung von 5 µm in zehn Schritten, d. h. mit jeweils um 500 nm ansteigender maximaler Verschiebung. Die entsprechenden Messkurven der hexagonalen Struktur und der Tetraederstruktur befinden sich im Anhang in Abbildung A.9. Für alle Strukturen ist eine sehr gut Übereinstimmung zwischen der monotonen Belastungskurve und der ansteigenden zyklischen Belastungskurve zu beobachten. Die einzelnen Zyklen der ansteigenden zyklischen Belastung weisen Hysteresekurven auf, wobei die

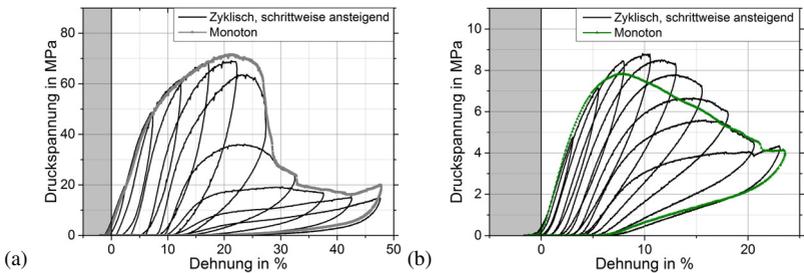


Abb. 5.17: Spannungs-Dehnungs-Kurven der ansteigenden zyklischen Belastungsmessung sowie einer monotonen Belastungsmessung von OWB-Strukturen, (a) Honigwabenstruktur, (b) kubische Struktur. Die monotone Belastung erfolgte zu einer maximalen Verschiebung von $5\ \mu\text{m}$, die ansteigende zyklische Belastung erfolgte ebenfalls zu einer maximalen Verschiebung von $5\ \mu\text{m}$ in ansteigenden Schritten von $500\ \text{nm}$. Es ist eine sehr gute Übereinstimmung des Verhaltens der beiden unterschiedlichen Messverfahren zu beobachten.

einzelnen Werte der dissipierten Energie dividiert durch die Strukturmasse in Abbildung 5.18 als Funktion der maximalen Dehnung der einzelnen Zyklen dargestellt sind. Für alle Strukturen ist zunächst ein Anstieg der \hat{U}_{diss} mit zunehmender Zyklenzahl, d. h. mit zunehmender maximaler Dehnung, zu beobachten. Für die kubische Struktur und die Tetraederstruktur wird für Dehnungen $\gtrsim 15\%$ ein nahezu konstanter Wert der \hat{U}_{diss} beobachtet. Die hexagonale Struktur dissipiert während der ersten beiden Zyklen zunächst mehr Energie als die kubische Struktur und die Tetraederstruktur, für Dehnungen $\gtrsim 5\%$ liegt diese jedoch unterhalb dieser Strukturen. Für die Honigwabenstruktur sinkt die \hat{U}_{diss} für Dehnungen $\gtrsim 27\%$ kontinuierlich ab. Die akkumulierte \hat{U}_{diss} über alle 10 Zyklen ist jeweils als sternförmige Symbole mit den entsprechenden Querbalken dargestellt. Diese ist für die Honigwabenstruktur am höchsten, die hexagonale Struktur dissipiert die geringste Energie während der ansteigenden zyklischen Belastung zu $5\ \mu\text{m}$. Es ist jedoch zusätzlich zu beachten, dass die Honigwabe mit $\sim 47,5\%$ die höchste maximale Dehnung erfährt. Die charakteristischen Werte der Messungen sind in Tabelle A.22 im Anhang aufgelistet. Zusätzlich sind in Ab-

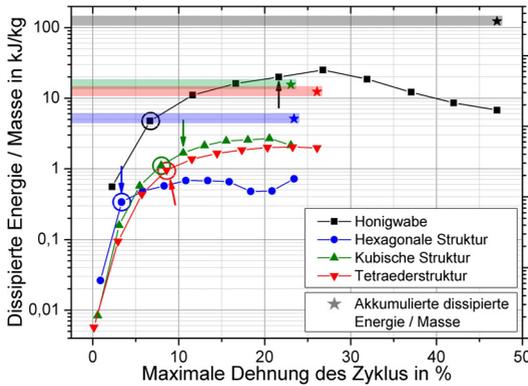


Abb. 5.18: Messergebnisse der ansteigenden zyklischen Belastungsmessung von unterschiedlichen OWB-Strukturen. Es ist die dissipierte Energie dividiert durch die Masse der Strukturen als Funktion der maximalen Dehnung der einzelnen Zyklen dargestellt. Die Kreise zeigen die Zyklen an, in welchen die dissipierte Energie erstmals die elastische Energie überschreitet. Die Pfeile markieren die Zyklen, in welchen die maximale Druckspannung während des Druckversuchs erreicht wird. Die sternförmigen Datenpunkte bei der jeweiligen maximalen Dehnung mit den entsprechenden Querbalken zeigen die akkumulierte \dot{U}_{diss} über alle 10 Zyklen an.

bildung 5.17 die Zyklen, in welchen die maximale Druckspannung erreicht wird durch einen Pfeil markiert. Die Kreise zeigen die Zyklen an, in welchen die dissipierte Energie erstmals die elastische Energie überschreitet. Die Überschreitung der elastischen Energie durch die dissipierte Energie erfolgt für die Honigwabenstruktur und die hexagonale Struktur bereits im zweiten Zyklus, für die kubische Struktur und die Tetraederstruktur im vierten Zyklus. Die Tetraederstruktur und die hexagonale Struktur erreichen die Druckfestigkeit jeweils im gleichen Zyklus, in welchem die dissipierte die elastische Energie überschreitet. Die Druckfestigkeit der Honigwabe und der kubischen Struktur wird im 5. Zyklus erreicht, das heißt später als die Übereinstimmung von dissipierter und elastischer Energie.

Polymere Strukturen nach einer Wärmebehandlung von 200 °C/15 min

Wie bereits für die OWB-Strukturen ist eine sehr gut Übereinstimmung des generellen Verhaltens zwischen monotoner Belastung und ansteigender zyklischer Belastung für WB-Strukturen (200 °C/15 min) zu beobachten, wie in Abbildung A.10 im Anhang dargestellt ist. Die \hat{U}_{diss} der einzelnen Zyklen ist in Abbildung 5.19 gezeigt. Jeweils mit Kreisen als Markierung der

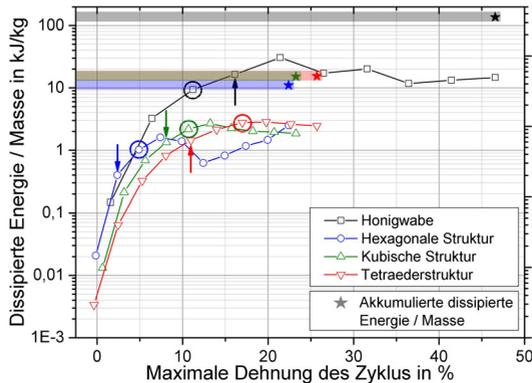


Abb. 5.19: Messergebnisse der ansteigenden zyklischen Belastungsmessung von unterschiedlichen WB-Strukturen (200 °C/15 min). Es ist die dissipierte Energie dividiert durch die Masse der Strukturen als Funktion der maximalen Dehnung der einzelnen Zyklen dargestellt. Die Kreise zeigen die Zyklen an, in welchen die dissipierte Energie erstmals die elastische Energie überschreitet. Die Pfeile markieren die Zyklen, in welchen die maximale Druckspannung während des Druckversuchs erreicht wird. Die sternförmigen Datenpunkte bei der jeweiligen maximalen Dehnung mit den entsprechenden Querbalken zeigen die akkumulierte \hat{U}_{diss} über alle 10 Zyklen an.

Zyklen, in welchen die dissipierte Energie erstmal die elastische Energie überschreitet, sowie mit Pfeilen als Markierung der Zyklen, in welchen die Druckfestigkeit der Strukturen erreicht wird. Die sternförmigen Datenpunkte mit den entsprechenden Querbalken zeigen die akkumulierte \hat{U}_{diss} über alle 10 Zyklen an, wobei den höchste Wert auch im wärmebehandelten Zustand die Honigwabenstruktur aufweist, den geringsten Wert die hexagonale Struktur. Die charakteristischen Werte sind in Tabelle A.22 im Anhang

aufgelistet. Für alle Strukturen ist zunächst ein Anstieg der \hat{U}_{diss} mit zunehmender Zyklenzahl zu beobachten. Die Honigwabe, die kubische Struktur und die Tetraederstruktur zeigen für größere Dehnungswerte jedoch einen leichten Rückgang der jeweiligen \hat{U}_{diss} . Die hexagonale Struktur zeigt einen deutlichen Rückgang der \hat{U}_{diss} für Dehnungen $\gtrsim 10\%$, jedoch einen erneuten Anstieg bei $\gtrsim 13\%$. Die dissipierte Energie überschreitet die elastische Energie bei allen Strukturen bei höheren Dehnungswerten im Vergleich zu den OWB-Strukturen, wobei dieser Zeitpunkt für die Honigwabe und die hexagonale Struktur bei geringeren Zyklenzahlen (3. Zyklus) erfolgt als für die kubische Struktur (5. Zyklus) und die Tetraederstruktur (7. Zyklus). Die Honigwabe erreicht ihre Druckfestigkeit im Zyklus nachdem die dissipierte Energie die elastische Energie überschritten hat. Die übrigen Strukturen bereits vor der Übereinstimmung von dissipierter und elastischer Energie.

Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien

Spannungs-Dehnungs-Kurven der monotonen sowie der ansteigenden zyklischen Belastung der Tetraederstrukturen mit 10 nm und 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung sind in Abbildung A.11 im Anhang dargestellt, wobei eine gute Übereinstimmung des Verhaltens zwischen monotoner Belastung und ansteigender zyklischer Belastung beobachtet werden kann. Die entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Kurven der OWB- und WB-Tetraederstrukturen sind in den Abbildungen A.9 (b) und A.10 (d) dargestellt. Die \hat{U}_{diss} der Tetraederstrukturen unter ansteigender zyklischer Belastung als Funktion der maximalen Dehnung der einzelnen Zyklen ist in Abbildung 5.20 gezeigt (in Anlehnung an [105]). Für die Al_2O_3 -beschichteten Strukturen ist wie bereits für die rein polymeren Strukturen zunächst ein Anstieg der \hat{U}_{diss} mit zunehmender maximaler Dehnung zu beobachten. Nach Erreichen der Druckfestigkeit sowie der Übereinstimmung von dissipierter und elastischer Energie im vierten Zyklus (durch Pfeile bzw. Kreise in Abbildung 5.20 markiert), ist für Dehnungen $\gtrsim 13\%$ ein deutliches Absinken der \hat{U}_{diss} für die Strukturen

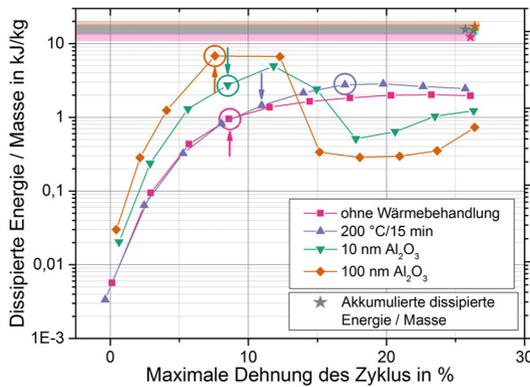


Abb. 5.20: Messergebnisse der ansteigenden zyklischen Belastungsmessung der Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien (OWB-Struktur, WB-Struktur (200 °C/15 min), mit 10 nm und 100 nm Al₂O₃-Beschichtung). Es ist die dissipierte Energie dividiert durch die Masse der Strukturen als Funktion der maximalen Dehnung der einzelnen Zyklen dargestellt. Die Kreise zeigen die Zyklen an, in welchen die dissipierte Energie erstmals die elastische Energie überschreitet. Die Pfeile markieren die Zyklen, in welchen die maximale Druckspannung während des Druckversuchs erreicht wird. Die sternförmigen Datenpunkte bei der jeweiligen maximalen Dehnung mit den entsprechenden Querbalken zeigen die akkumulierte \hat{U}_{diss} über alle 10 Zyklen an. Die Datenpunkte der OWB-Struktur und WB-Struktur (200 °C/15 min) sind dieselben wie in Abbildung 5.18 und 5.19 und wurden zur besseren Vergleichbarkeit noch einmal dargestellt. In Anlehnung an [105].

mit Al₂O₃-Beschichtung zu beobachten und in den folgenden Zyklen geringere Werte als für die polymeren Tetraederstrukturen. Wird die akkumulierte \hat{U}_{diss} der unterschiedlichen Tetraederstrukturen verglichen (sternförmige Datenpunkte mit den entsprechenden Querbalken in Abbildung 5.20), ist zu beobachten, dass die Struktur mit 100 nm Al₂O₃-Beschichtung den höchsten Wert aufweist. Die wärmebehandelte Struktur dissipiert jedoch mehr Energie über alle 10 Zyklen im Vergleich zur 10 nm Al₂O₃-beschichteten Struktur. Die charakteristischen Werte der Messungen sind in Tabelle A.23 im Anhang aufgelistet.

5.2.4 Finite Elemente Simulationen der wärmebehandelten Tetraederstrukturen

Abbildung 5.21 (a), (b) zeigt die Ergebnisse der FE Simulationen einer WB-Tetraederstruktur (200 °C/15 min) im Vergleich zu experimentell gemessenen Daten der zyklischen Versuche zu einer fixierten Maximalverschiebung von 5 μm (in Anlehnung an [105]). In (a) sind die gemessenen Kraft-Verschiebungs-Kurven der ersten drei Zyklen eines Druckversuchs dargestellt sowie zusätzlich die mit FE Simulationen ermittelten Kraft-Verschiebungs-Kurven. Es ist eine gute Übereinstimmung der Experimente und der Simulationen im linear-elastischen Bereich zu beobachten. Die Abweichung vom linear-elastischen Bereich in den FE Simulationen (Verschiebungen $\gtrsim 1350$ nm) wird aufgrund des linear-elastisch simulierten Materialverhaltens ausschließlich auf geometrische Nichtlinearitäten, wie Balkenknicken (siehe Abbildung 5.22), zurückgeführt, während im Experiment zusätzliche Anteile materialbedingter Nichtlinearitäten möglich sind. Wie in Abschnitt 3.6 beschrieben, wurde das Modell der Tetraederstruktur mit > 398.000 Elementen vernetzt. Ein gröberes Netz mit 290.000 Elementen ergab 0,2 % höhere Werte in Bereichen ohne geometrische Nichtlinearitäten (Verschiebungen $\lesssim 1350$ nm), wodurch eine Netzkonvergenz durch das feinere Netz bestätigt wurde. In Bereichen, in welchen geometrische Nichtlinearitäten auftreten (Verschiebungen $\gtrsim 1350$ nm) unterscheiden sich die Simulationsergebnisse um bis zu 5 %, weshalb das feinere Netz für die Simulationen gewählt wurde. In Abbildung 5.21 (b) sind die resultierenden Struktursteifigkeiten der Experimente und der FE Simulationen als Funktion der Zyklenzahlen dargestellt, wobei eine gute Übereinstimmung zu beobachten ist. Mit zunehmender Zyklenzahl sinkt die Struktursteifigkeit deutlich ab, wobei der Steifigkeitsverlust vom ersten zum zweiten Zyklus durch 272 deaktivierte Vertikalbalken im FE Modell angeglichen werden kann. Im dritten Zyklus müssen 108 zusätzliche Vertikalbalken deaktiviert werden, um den erneuten Steifigkeitsverlust auszugleichen. 272 deaktivierte Verti-

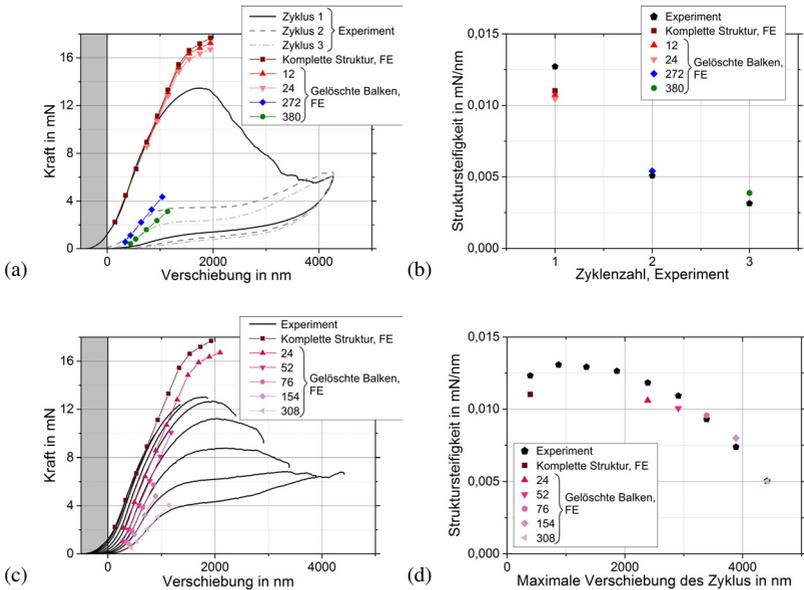


Abb. 5.21: Ergebnisse der FE Simulationen von WB-Tetraederstrukturen ($200\text{ }^{\circ}\text{C}/15\text{ min}$) unter (a), (b) zyklischer Belastung und (c), (d) ansteigender zyklischer Belastung sowie der Vergleich zu experimentell gemessenen Daten. In (a), (c) sind berechnete vertikale Reaktionskräfte der FE Simulationen dargestellt sowie die entsprechenden experimentell gemessene Kraft-Verschiebungs-Kurven. Die Datenpunkte der FE Simulationen wurden horizontal verschoben, um an die Verschiebungswerte der zugehörigen experimentell gemessenen Kurven zu passen. Die Abweichung des linear-elastischen Verlaufs in den FE Simulationen (Verschiebungswerte $\gtrsim 1350\text{ nm}$) wird ausschließlich auf geometrische Nichtlinearitäten zurückgeführt. In (b), (d) sind jeweils die resultierenden Struktursteifigkeiten der Kraft-Verschiebungs-Kurven aus (a), (c) dargestellt. Aus Symmetriegründen wurde nur eine halbe Tetraederstruktur simuliert, die angegebenen Zahlen der gelöschten Balken beziehen sich jedoch auf eine ganze Tetraederstruktur. Die einzelnen gelöschten Balken sind in Abbildung A.8 dargestellt. In Anlehnung an [105].

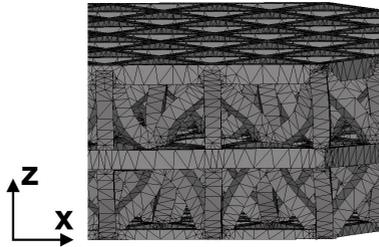


Abb. 5.22: Balkenknicken der Tetraederstrukturen in der FE Simulation. Eine Abweichung vom linear-elastischen Verlauf der simulierten Kraft-Verschiebungs-Kurven ist aus diesem Grund zu beobachten. Die Abbildung zeigt einen Ausschnitt der belasteten Tetraederstruktur bei der simulierten, maximalen Verschiebung von $u \approx 2000$ nm (vergleiche Abbildung 5.21 (a)).

kalbalken entsprechen hierbei 37 % der gesamten Anzahl der Vertikalbalken der Tetraederstruktur, 380 Vertikalbalken entsprechen 52 %. Eine geringe Anzahl deaktivierter Vertikalbalken (simuliert mit 12 und 24 Vertikalbalken) reduziert die Struktursteifigkeit nur sehr geringfügig, es werden jedoch geringere vertikale Reaktionskräfte im Bereich der geometrischen Nichtlinearitäten ermittelt (siehe Abbildung 5.21 (a), Verschiebungen $\gtrsim 1350$ nm). Der Vergleich eines ansteigenden zyklischen Belastungsexperiments einer WB-Tetraederstruktur ($200^\circ\text{C}/15$ min) mit den entsprechenden FE Simulationen ist in Abbildung 5.21 (c), (d) dargestellt (in Anlehnung an [105]); in (c) die jeweiligen Kraft-Verschiebungs-Kurven, in (d) die ermittelten Steifigkeitswerte der Kurven aus (c). Es ist eine gute Übereinstimmung der Experimente und der FE Simulationen zu beobachten, wobei die sinkende Struktursteifigkeit mit zunehmender Zyklenzahl und somit mit steigender maximaler Verschiebung durch eine zunehmende Anzahl deaktivierter Vertikalbalken in den Simulationen ausgeglichen werden kann. Bis zur maximalen Verschiebung müssen insgesamt 308 Vertikalbalken der Tetraederstruktur im FE Modell deaktiviert werden, um den in den Experimenten gemessenen Steifigkeitsverlust auszugleichen. Dies entspricht 42 % der gesamten Anzahl von Vertikalbalken der Tetraederstruktur und somit einem

höheren Anteil als im zweiten Zyklus der zyklischen Belastung (vergleiche Abbildung 5.21 (b)), wo nur 37 % der Vertikalbalken deaktiviert wurden.

6 Diskussion

Im folgenden Kapitel werden die dargestellten Ergebnisse aus den Kapiteln 4 und 5 diskutiert. Zunächst wird der Einfluss von Wärmebehandlungen auf das Material- und Strukturverhalten diskutiert, im Anschluss daran der Einfluss von Metallbeschichtungen. Im weiteren Verlauf werden die Effekte unterschiedlicher Belastungsarten auf das Verformungsverhalten und das Energiedissipationsvermögen der Strukturen analysiert.

6.1 Einfluss von Wärmebehandlungen

6.1.1 Polymermaterial IP-Dip

Materialverhalten

Durch Wärmebehandlungen kann die maximale Verschiebung bis zum Versagen des PtP-Zugstabs (Abbildung 4.3), die Zugfestigkeit (Abbildung 4.4) und die Ingenieurszähigkeit (Abbildung 4.5) von IP-Dip Zugproben im Vergleich zum Herstellungszustand des 3D-DLW ohne Wärmebehandlung erhöht werden. Dieses Verhalten konnte durch PtP-Versuche gezeigt werden. Die maximale Verschiebung kann hierbei um bis zu einem Faktor $\sim 1,7$ erhöht werden, die Zugfestigkeit bis zu einem Faktor ~ 10 und die Ingenieurszähigkeit bis zu einem Faktor $\sim 5,6$. Der Anstieg aller genannter Eigenschaften gilt jedoch nur für bestimmte Temperatur-Zeit-Kombinationen: nach langen Wärmebehandlungen bei $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ist ein Absinken der maximalen Verschiebung und der Ingenieurszähigkeit zu beobachten. Durch Wärmebehandlungen wurde in PtP-Versuchen sogar die Festigkeit der mit $10\text{ nm Al}_2\text{O}_3$ beschichteten Proben erreicht [75], wie in Abbildung 6.1 gezeigt.

Die Steifigkeit der rein polymeren Zugproben ist jedoch deutlich geringer als die der Polymer-Keramik-Verbundproben, was auf die höhere Steifigkeit von Aluminiumoxid im Vergleich zu IP-Dip zurückzuführen ist.

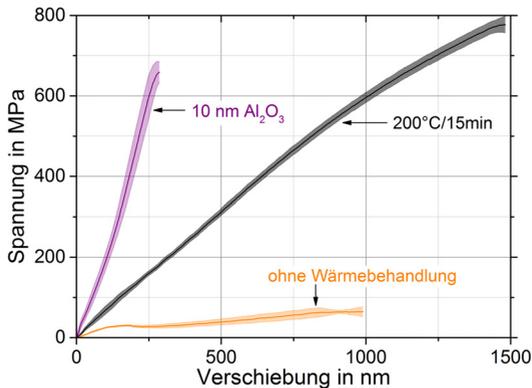


Abb. 6.1: Vergleich der Spannungs-Verschiebungs-Kurven von PtP-Versuchen an OWB-Proben und WB-Proben (200 °C/15 min) (dargestellt in Abbildung 4.3) mit der Kurve eines PtP-Versuchs mit 10 nm Al₂O₃-Beschichtung. Für die Kurve mit 10 nm Al₂O₃ sind gemittelte Werte von sechs Tests angegeben, die Standardabweichung der einzelnen Tests ist anhand der farblich hinterlegten Fläche dargestellt. In Anlehnung an [75].

Die ermittelten Materialkennwerte der IP-Dip Zugproben stellen obere und untere Grenzwerte dar, da sie unter der Annahme eines ideal gelenkig gelagerten Hexagonalrahmens der PtP-Struktur bestimmt wurden. Die Berechnung des eingeschlossenen Winkels zwischen Hexagonalrahmen und Zugstab $\varphi(u)$ erfolgt mit Gleichung 3.8 in Abhängigkeit von der Indenter-verschiebung u . Die ermittelten maximalen Spannungen, der Elastizitätsmodul und die Ingenieurszähigkeit sind damit ebenfalls direkt abhängig von u . Die Annahme des ideal gelenkig gelagerten Rahmens setzt voraus, dass die gesamte Indenter-verschiebung zu einer Verlängerung des Zugstabs führt. Mögliche Nachgiebigkeiten in der PtP-Struktur oder eine Durchbiegung des Hexagolrahmens werden nicht berücksichtigt. Diese tragen jedoch ebenfalls zur Indenter-verschiebung u bei ohne eine Verlängerung des

Zugstabs zu bewirken. Die gemessenen Indenterverschiebungen u sind folglich größer oder gleich den Verschiebungswerten, welche eine tatsächliche Zugstabsverlängerung bewirken. In Abhängigkeit von dieser Differenz sind die wahren Werte des eingeschlossenen Winkels $\varphi_{\text{wahr}}(u)$ gleich oder größer als die mit der Indenterverschiebung berechneten Werte und die wahren Stabkräfte $F_{t,\text{wahr}}$ (Gleichung 3.7) und wahren Längenänderungen ΔL_{wahr} (Gleichung 3.9) gleich oder kleiner als die berechneten Werte.

Wird der Einfluss der Annahme des ideal gelenkig gelagerten Hexagonalrahmens auf die ermittelten Materialkennwerte abgeschätzt, wird die Sensitivität der Messmethode deutlich. Eine Unterschätzung des Winkels $\varphi(u)$ beim Bruch des Zugstabs um 1° ($\varphi_{\text{berechnet}}(u) = 53^\circ$, $\varphi_{\text{wahr}}(u) = 54^\circ$, d. h. $\sim 2\%$ Abweichung) führt bei einer Kraftdifferenz $\Delta F \approx 0,1$ mN (vergleiche Abbildung 4.1 sowie Gleichungen 3.6 und 3.7) zu einer Überschätzung der Kraft auf den Zugstab F_t von $\sim 3\%$. Die Längenänderung des Zugstabs ΔL würde um $\sim 16\%$ überschätzt werden, wodurch der Elastizitätsmodul unterschätzt wird (Gleichung 3.10). Die hier angenommene Unterschätzung des Winkels um 1° korreliert mit einer Überschätzung der Verschiebung um ~ 200 nm.

Die Berechnung der Ingenieurszähigkeit beruht neben der Annahme eines ideal gelenkig gelagerten Rahmens auf der Annahme, dass die gesamte plastische Verformung während des Experiments im verjüngten Bereich des Zugstabs lokalisiert ist. Plastische Verformung in anderen Bereichen der PtP-Struktur kann jedoch nicht ausgeschlossen werden. Die ermittelten Werte der Ingenieurszähigkeit sind folglich als Anhaltswerte zu betrachten, welche im Rahmen dieser Arbeit verglichen werden können. Allgemein ist IP-Dip der Gruppe der sehr spröden Polymermaterialien zuzuordnen, da unmodifizierte Epoxidharze sowie Polyester- und Polyimid-Fotolacke vergleichbare Zähigkeitswerte aufweisen [106].

Trotz der diskutierten Sensitivität der PtP-Messmethode, wurde durch FE Simulationen eine gute Übereinstimmung zwischen einem ideal gelenkig gelagerten Hexagonalrahmen und der berechneten Kraftdifferenz ΔF im

Bereich der untersuchten Verschiebungswerte ermittelt (vergleiche Abbildung 4.7) [75]. Folglich ist eine Auswertbarkeit der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten PtP-Zugversuche an polymeren, wärmebehandelten Proben gewährleistet.

Die hohen Festigkeiten der wärmebehandelten Zugproben können auf mehrere Mechanismen zurückgeführt werden [75]. Dazu gehören (i) eine Ausrichtung der Polymerketten parallel zur Belastungsrichtung des Zugstabs, (ii) der mechanische Größeneffekt (vergleiche Abschnitt 2.2) sowie (iii) die Wärmebehandlung selbst. Der mögliche Einfluss der unterschiedlichen Mechanismen wird im Folgenden diskutiert.

Bei einer Ausrichtung der Polymerketten parallel zur Belastungsrichtung des Zugstabs ist ein Aufbrechen von Polymerketten in den Versagensprozess des Zugstabs involviert. Das heißt neben schwachen zwischenmolekularen Kräften (van der Waals Kräfte) müssen auch starke kovalente Bindungen getrennt werden [107]. Für einkristalline Polymerfasern wurden hohe Festigkeiten in Faserrichtung beobachtet, während quer zur Faser nur geringe Festigkeiten infolge der schwächeren van der Waals Kräfte gemessen wurden [108].

Sprödes Materialversagen von IP-Dip wurde im Rahmen der PtP-Messungen beobachtet. Dieses kann bei Polymeren im Allgemeinen auf zwei Mechanismen zurückgeführt werden [107]: die Energie welche für das Aufbrechen der Bindungen benötigt wird [109] sowie den Einfluss von Fehlern mit einer „charakteristischen Fehlergröße“ [27, 110]. Die kritische Festigkeit eines spröden Materials kann nach Gleichung 2.10 mit dem kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{IC} , einem Geometriefaktor Y sowie der halben Fehlergröße a abgeschätzt werden. Für Epoxidharze liegt K_{IC} im Bereich von $0,3-1,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ [24, 107, 111]. Auf diese Weise kann die „charakteristische Fehlergröße“ der WB-PtP-Proben abgeschätzt werden, mit einem kritischen Spannungsintensitätsfaktor $K_{IC} = 0,6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ [106], $Y = 1$ [15, 111] und der gemessenen mittleren Festigkeit $\sigma_{\text{max}} = 750 \text{ MPa}$. Die ermittelte Fehlergröße a liegt im Bereich von $\sim 200 \text{ nm}$ und somit im Bereich der

kleinsten Abmessungen des Zugstabs (vergleiche Tabellen A.7 und A.8 im Anhang) [75]. Für kleinere beziehungsweise größere Werte des kritischen Spannungsintensitätsfaktors ($K_{IC} = 0,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, $K_{IC} = 1,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ [107]) kann die Fehlergröße bis auf $\sim 90 \text{ nm}$ sinken beziehungsweise auf $\sim 1800 \text{ nm}$ ansteigen. Ausgehend von dieser Abschätzung, dass die Fehlergröße im Material im Bereich der Außenabmessungen des Zugstabs liegt, können die hohen Festigkeiten auf diese geringen Abmessungen zurückgeführt werden. Basierend auf der Annahme aus Gleichung 2.11 kann darüber hinaus angenommen werden, dass die Festigkeit weiter ansteigt, wenn die Außenabmessungen des Zugstabs verkleinert werden. Nach Gao *et al.* [4] können auf diese Weise Festigkeiten im Bereich der theoretischen Festigkeit erreicht werden sowie eine Unempfindlichkeit gegenüber existierenden Defekten im Material entstehen, wenn die Außenabmessungen einen kritischen Wert unterschreiten. Die obere Grenze der theoretischen Festigkeit eines Materials liegt wie in Abschnitt 2.2.1 aufgezeigt bei $\sigma_{th} \approx E/\pi$ [23,24], berechnete theoretische Festigkeiten liegen im Bereich von $\sigma_{th} \approx E/10$ [24]. Werden die in den PtP-Versuchen erreichten Festigkeitswerte (WB-Proben: $\sim 470\text{--}820 \text{ MPa}$) mit den ermittelten Elastizitätsmoduln verglichen, resultieren daraus Werte, die die theoretische Festigkeit überschreiten. Bei Betrachtung des Elastizitätsmoduls welcher mit den PtP-Versuche ermittelt wurde ($E \approx 1,65 \text{ GPa}$, Abbildung 4.8), ergeben sich $E/\pi \approx 525 \text{ MPa}$ sowie $E/10 \approx 165 \text{ MPa}$. Aufgrund der diskutierten möglichen Unterschätzung des Elastizitätsmoduls durch die PtP-Messungen werden die Festigkeiten ebenfalls mit dem gemittelten Elastizitätsmodul verglichen, welcher mit Indentationsmessungen ermittelt wurde ($E \approx 4,1 \text{ GPa}$, Tabelle 4.1). Hierbei ergeben sich $E/\pi \approx 1300 \text{ MPa}$ sowie $E/10 \approx 410 \text{ MPa}$. Folglich überschreiten alle WB-Proben den Wert $E/10$, liegen jedoch unterhalb der oberen Grenze E/π . Aufgrund dieser Beobachtungen ist von einer tatsächlichen Unterschätzung des Elastizitätsmoduls durch die PtP-Messungen auszugehen, jedoch ebenfalls von einer Überschätzung der tatsächlichen Festigkeitswerte. Auf diese Weise werden die Grenzen des PtP-Ansatzes und dessen Annahme

eines ideal gelenkig gelagerten Hexagonalrahmens deutlich. Die ermittelten Materialkennwerte sind folglich nicht als Absolutwerte zu betrachten, können im Rahmen dieser Arbeit jedoch verglichen werden, um den Einfluss von Wärmebehandlungen auf die mechanischen Eigenschaften von IP-Dip zu analysieren.

Die hohen Festigkeiten des wärmebehandelten Polymermaterials können darüber hinaus auf die Wärmebehandlung selbst zurückgeführt werden. Für den epoxidbasierten Fotolack SU-8 wurden ebenfalls steigende Festigkeiten im Anschluss an unterschiedliche Wärmebehandlungen ermittelt und die beobachtete Festigkeitssteigerung auf einen Anstieg des Vernetzungsgrads der Polymerketten untereinander zurückgeführt [34]. Für IP-Dip wurde ein Anstieg des Vernetzungsgrads der Polymerketten durch UV-Belichtung erreicht, verbunden mit einem Anstieg der Steifigkeit und der Festigkeit des Materials [38]. Auch Mayr *et al.* [112] beobachteten einen Anstieg der Streckgrenze von Epoxidharzen infolge eines höheren Vernetzungsgrads der Polymerketten. Darüber hinaus wurde eine vergleichbare Veränderung des Spannungs-Dehnungs-Diagramms von unvernetzten gegenüber vernetzten Polymerzuständen beobachtet [112] wie für IP-Dip (vergleiche Abbildungen 4.2 und 4.3). Es ist folglich ebenfalls anzunehmen, dass die spezifischen Wärmebehandlungen einen Anstieg des Vernetzungsgrads der Polymerketten bewirken, wodurch die Festigkeit und Ingenieurszähigkeit der IP-Dip Zugproben ansteigt [75]. In den Abbildungen 4.4 und 4.5 ist dies zu erkennen. Durch den Anstieg des Vernetzungsgrads zwischen den Polymerketten nimmt die Anzahl an kovalenten Bindungen im Vergleich zu intermolekularen Kräften zu [107, 113]. Dadurch steigt die Energie, die zum Bruch des Materials notwendig ist, ebenfalls an [107]. Durch die steigende Anzahl von kovalenten Bindungen sinkt jedoch die Anzahl der Freiheitsgrade für lokale Bewegungen der Polymerkettensegmente [107]. Bei einer sehr starken Vernetzung der Polymerketten wird folglich das Abgleiten der Ketten untereinander sowie das Herauslösen von einzelnen Ketten aus Kettenverbunden erschwert, was zu einer Versprödung des Polymers führt [106]. Entspre-

chend der Beobachtungen an untersuchten Zugproben aus IP-Dip wird in der Literatur zunächst ein Anstieg der Festigkeit mit zunehmendem Vernetzungsgrad bis zu einem Maximalwert beschrieben und im Anschluss ein erneutes Absinken der Festigkeiten infolge einer Versprödung des Materials [107, 113–115]. Das gleiche Verhalten wurde auch für die Zähigkeit von epoxidbasierten Duroplasten mit variierenden Vernetzungsgraden beobachtet [115]. Die geringeren Ingenieurszähigkeiten von IP-Dip nach einer Wärmebehandlung von 200 °C für 30 min, wie sie in dieser Arbeit beobachtet wurden, zeigen jedoch ein anderes Verhalten. Eine mögliche Begründung wären u. a. nicht beobachtete lokale bzw. zeitliche Schwankungen der Ofentemperatur.

Gegenläufig zum Anstieg der Materialfestigkeit wird im Allgemeinen ein Absinken der Bruchdehnung beobachtet [34, 113]. Für die Zugproben aus IP-Dip wurden jedoch zunehmende maximale Verschiebungen bis zum Bruch des Zugstabs beobachtet und folglich eine stärkere Verformung der PtP-Strukturen mit höherem Vernetzungsgrad. Die in Abbildung 4.3 angegebenen Verschiebungen beziehen sich auf die Indenterverschiebung. Mit *in situ* Untersuchungen im REM wurde die Dehnung des Zugstabs abgeschätzt, wie in Abbildung 4.6 dargestellt. Somit wurde eine Verlängerung des Zugstabs bis zum Bruch ermittelt, welche für die OWB-Proben $\sim 11\%$ größer ist als für die WB-Proben (200 °C/15 min). Basierend auf diesen Abschätzungen sinkt die Bruchdehnung der IP-Dip Zugproben mit zunehmendem Vernetzungsgrad entsprechend der Beobachtungen aus der Literatur [34, 113], obwohl die Verformbarkeit der gesamten PtP-Struktur zunimmt. Eine mögliche Erklärung für diese widersprüchlichen Beobachtungen ist die zunehmende Steifigkeit der Zugproben infolge der Wärmebehandlungen (vergleiche Abbildung 4.8), wodurch die Längenänderung des Zugstabs nach Gleichung 3.10 abnimmt. Die *in situ* Untersuchungen der verschiedenen Wärmebehandlungszustände (OWB-Proben und WB-Proben (200 °C/15 min)) wurden im Rahmen unterschiedlicher Messreihen, in verschiedenen REM und mit unterschiedlichen Nanoindentern (vergleiche Ab-

schnitt 3.4.5) durchgeführt. Eine direkte Vergleichbarkeit der Bruchdehnungen der unterschiedlichen Messreihen ist somit unsicher, da ein Einfluss der unterschiedlichen Messungen nicht vollkommen auszuschließen ist. Im Zusammenhang mit der Versprödung des Polymermaterials mit zunehmendem Vernetzungsgrad ist auch das Verhalten der PtP-Strukturen mit 10 nm Al_2O_3 -Beschichtung zu erklären. Diese zeigen eine höhere Steifigkeit als die WB-Proben, jedoch keine höheren Festigkeiten (vergleiche Abbildung 6.1). Während des ALD-Beschichtungsprozesses kommt es zusätzlich zu einer unvermeidbaren Wärmebehandlung des Polymermaterials bei 250°C (vergleiche Abschnitt 3.3.1). Bei einer gegebenen Verschiebung trägt die steife Al_2O_3 -Beschichtung einen Großteil der Last, das spröde Versagen der Schicht bei niedrigen Verschiebungswerten kann jedoch nicht durch das Polymermaterial abgefangen werden [75]. Rissbildung in der Keramikschicht und damit verbundene Spannungsspitzen an den Rissenden sind während der Belastung möglich, wodurch die Festigkeit des Polymermaterials lokal überschritten wird.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass die sich ändernden mechanischen Eigenschaften der IP-Dip Zugproben infolge verschiedener Wärmebehandlungen eine komplexe Kombination mehrerer Mechanismen ist. Es ist jedoch anzunehmen, dass der thermisch induzierte Anstieg des Vernetzungsgrads der Polymerketten den stärksten Einfluss auf die hohen Festigkeiten und steigenden Ingenieurszähigkeiten der wärmebehandelten IP-Dip Zugproben besitzt [75]. Aufgrund des ermittelten niedrigen Elastizitätsmoduls (vergleiche Abbildung 4.8) ist eine Ausrichtung der Polymerketten parallel zur Belastungsrichtung des Zugstabs unwahrscheinlich. Eine Ausrichtung der Polymerketten parallel zur Länge des Zugstabs wäre darüber hinaus vermutlich eine Folge des linienförmigen Schreibprozesses (vergleiche Abschnitt 3.1), welcher in der Belastungsrichtung des Zugstabs stattfindet. Dementsprechend wären sowohl die Polymerketten der OWB-Proben als auch der WB-Proben parallel ausgerichtet. Der Größeneffekt der geringen Außenabmessungen des Zugstabs spielt ebenfalls bereits bei den OWB-

Proben eine Rolle [75]. Die Mechanismen der Polymerkettenvernetzung und der maximalen Fehlergröße und somit der Mechanismus des mechanischen Größeneffekts sind jedoch möglicherweise gekoppelt [114, 115]; Broutman und McGarry [114] beobachteten kleinere intrinsische Fehler für stark vernetzte Polymere im Vergleich zu unvernetzten. Dies würde bedeuten, dass WB-Proben kleinere maximale Fehler beinhalten als OWB-Proben, womit nach Gleichung 2.10 die Bruchfestigkeit des Materials ansteigt.

Ein steigender Elastizitätsmodul infolge der Wärmebehandlungsprozesse wurde mit PtP-Versuchen ermittelt, wie in Abbildung 4.8 dargestellt. Dieser ist ebenfalls auf einen höheren Vernetzungsgrad der Polymerketten zurückzuführen, wie für IP-Dip durch UV-Belichtung [38] und SU-8 durch Wärmebehandlungsprozesse [34] beobachtet wurde. Der Anstieg des Elastizitätsmoduls ist jedoch weniger stark ausgeprägt als der Ingenieurszähigkeits- und Festigkeitsanstieg. Dieses Verhalten ist auf einen geringen Einfluss des Vernetzungsgrads der Polymerketten auf den Elastizitätsmodul zurückzuführen [107, 113–115]. Ein vergleichbares Verhalten wurde auch mit den frequenzabhängigen Messungen des Elastizitätsmoduls beobachtet, welche keinen Einfluss unterschiedlicher Wärmebehandlungen zeigten (vergleiche Abbildung 4.9). Im Gegensatz dazu wurde ein Einfluss unterschiedlicher horizontaler Linienabstände während des Schreibprozesses beobachtet. Für kleine Linienabstände wurde ein höherer Elastizitätsmodul ermittelt als für große Abstände. Dieses Verhalten ist ebenfalls auf einen höheren Vernetzungsgrad der Polymerketten zurückzuführen. In diesem Fall jedoch nicht auf eine thermische Initiierung der Vernetzung, sondern auf die mehrfache Vernetzung infolge des Laserstrahls durch überlappende nebeneinander geschriebene Linien. Eine schematische Darstellung zur Erklärung dieses Effekts ist in Abbildung 6.2 zu sehen. Im Bereich der Überlappung einzelner Voxel wird derselbe Fotolack erneut durch den Laser belichtet, wodurch eine weitere Vernetzung der Polymerketten initiiert wird. Aufgrund der deutlich geringeren Überlappung der einzelnen Linien bei einem großen Linienabstand ist folglich mit einem geringeren Vernetzungsgrad zu

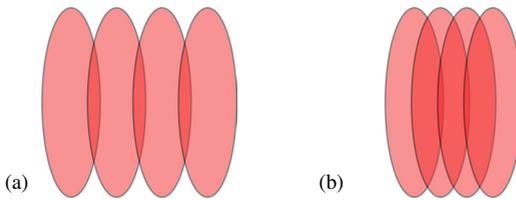


Abb. 6.2: Schematische Darstellung nebeneinander geschriebener horizontaler Linien im 3D-DLW Prozess mit unterschiedlichen Linienabständen. Es ist die Vorderansicht der elliptisch geformten Voxel dargestellt. Bei einem (a) großen horizontalen Abstand der Linien ist die Überlappung der einzelnen Linien deutlich geringer als bei einem (b) kleinen Linienabstand.

rechnen. Der Schreibprozess der Proben, welche im Anschluss wärmebehandelt wurden, erfolgte mit dem kleinen Linienabstand. Infolgedessen ist die Vernetzung der Polymerketten bereits vor der Wärmebehandlung stark ausgeprägt, wodurch die Wärmebehandlung keinen weiteren Einfluss auf den Elastizitätsmodul ausübt. Ein Einfluss des Linienabstands auf die Eigenschaften von Strukturen, welche mit der Zwei-Photonen-Polymerisation hergestellt wurden ist auch in der Literatur beschrieben [68]. Darüber hinaus wurde ein Einfluss der Laserleistung während des 3D-DLW Prozesses auf den Elastizitätsmodul von IP-Dip beobachtet [116]. Aufgrund des beobachteten niedrigen Verlustfaktors im Rahmen der Elastizitätsmodulmessungen (vergleiche Tabelle 4.1) ist nur mit einem sehr geringen Dämpfungsvermögen des Polymermaterials IP-Dip zu rechnen. Darüber hinaus zeigt sich eine geringe Abhängigkeit des Verlustfaktors von der Messfrequenz, was auf ein linear-elastisches im Gegensatz zu viskoelastischem Materialverhalten hindeutet [87]. Für Strukturen, welche aus IP-Dip hergestellt sind, wurde ebenfalls ein geringer Einfluss der Belastungsgeschwindigkeiten auf die mechanischen Eigenschaften beobachtet (vergleiche Abschnitt 5.1); eine Diskussion dieser Messungen erfolgt in Abschnitt 6.3.1. Die Beobachtungen im Rahmen dieser Arbeit stehen somit im Gegensatz zu Untersuchungen von Lemma *et al.* [116] und Krödel *et al.* [117], die einen Einfluss der Belastungsgeschwindigkeiten auf die Eigenschaften von IP-Dip und Struk-

turen aus IP-Dip beobachteten.

Die Elastizitätsmoduln, welche mit den PtP-Messungen ermittelt wurden, sind deutlich kleiner als die Werte, welche mit den frequenzabhängigen Nanoindentationsmessungen bestimmt wurden (Faktor $\sim 2,5$). Diese Unterschiede können auf zwei unterschiedliche Ursachen zurückgeführt werden. Zum einen wird der Elastizitätsmodul mit den PtP-Untersuchungen, wie oben diskutiert, voraussichtlich unterschätzt, zum anderen unterscheiden sich die Größen der untersuchten Proben bzw. das untersuchte Probenvolumen deutlich (kleinste Abmessung des PtP-Zugstabs $\sim 200\text{--}250\text{ nm}$, Durchmesser der abgeflachten Diamantspitze für Indentationsmessungen $20\text{ }\mu\text{m}$). Beschränkungen bezüglich des Volumens können die molekulare Mobilität beeinflussen und somit ebenfalls die mechanischen Eigenschaften eines Polymers [88].

Strukturverhalten

Die Festigkeit und Steifigkeit von Strukturen kann durch spezifische Wärmebehandlungen, welche die Materialfestigkeit von IP-Dip optimieren, erhöht werden (siehe Abschnitt 4.1.2). Dies ist auf den thermisch induzierten höheren Vernetzungsgrad der Polymerketten und folglich eine höhere Festigkeit und Steifigkeit des verwendeten Basismaterials IP-Dip zurückzuführen. Auf diese Weise können, wie bereits für PtP-Zugproben beobachtet, Festigkeiten im Bereich von Strukturen mit $10\text{ nm Al}_2\text{O}_3$ -Beschichtung erreicht werden [75]. Die Al_2O_3 -Schicht erhöht jedoch nicht nur die Festigkeit, sondern zusätzlich auch die Dichte der Strukturen, weshalb die spezifische Festigkeit einer wärmebehandelten Struktur oberhalb der spezifischen Festigkeit der gleichen Struktur mit Al_2O_3 -Beschichtung liegen würde. Der Einfluss der Wärmebehandlungen und der damit verbundene höhere Vernetzungsgrad der Polymerketten auf die Dichte des Polymermaterials ist nicht eindeutig geklärt. In der Literatur wird sowohl von einer Erhöhung der Polymerdichte infolge des zunehmenden Vernetzungsgrads

berichtet [68, 113], als auch von einer Verringerung der Dichte durch das Entfernen von eingelagertem Wasser [118]. Da sich die Außenabmessungen der Strukturen infolge der Wärmebehandlungen nicht in einem messbaren Bereich verändern, wird im Rahmen dieser Arbeit angenommen, dass die Dichte von IP-Dip konstant bleibt. Um die hier ermittelten Festigkeiten von OWB-Strukturen sowie WB-Strukturen mit den Festigkeiten von Strukturen mit 10 nm Al_2O_3 -Beschichtung [37] zu vergleichen, ist in Abbildung 6.3 die Druckfestigkeit der Strukturen als Funktion ihrer Dichte dargestellt. Die Festigkeiten der WB-Strukturen liegen jeweils oberhalb der Festigkeiten der OWB-Strukturen und im vergleichbaren Bereich wie mit 10 nm Al_2O_3 -Beschichtung. Die Dichte der Al_2O_3 -beschichteten Strukturen liegt höher (Honigwabe und kubische Struktur) oder in einem vergleichbaren Bereich (Tetraederstruktur), wobei ein vergleichbarer Dichtebereich trotz Al_2O_3 -Beschichtung aus unterschiedlichen Messreihen und folglich unterschiedlichen Polymerstrukturdichten resultiert. Für die Strukturfestigkeit ist eine dünne Aluminiumoxidschicht folglich unnötig. Sie kann die spezifische Festigkeit der Strukturen im Vergleich zu WB-Strukturen sogar reduzieren.

Die Festigkeit von IP-Dip Zugproben kann durch spezifische Wärmebehandlungen um bis zu einen Faktor ~ 10 erhöht werden, wie mit PtP-Versuchen gezeigt wurde. Für die Strukturen ist jedoch nur ein Anstieg der Festigkeiten um einen Faktor $\sim 1,5$ – $2,5$ zu beobachten (vergleiche Tabelle 4.2), das heißt die Festigkeitsoptimierung des verwendeten Vollmaterials kann nicht vollständig ausgeschöpft werden. Diese Differenz kann mit den unterschiedlichen Versagensmechanismen der Strukturen erklärt werden [75]. Wie in Abbildung 4.12 zu beobachten, versagen OWB-Strukturen durch Beulen der Strukturwände (Honigwaben) oder Knicken der Struktur balken (kubische Strukturen und Tetraederstrukturen) mit vereinzelt Brüchen in der Struktur, während WB-Strukturen sprödes Versagen aufweisen. Bei den Fachwerksstrukturen ist deutlich zu erkennen, dass das Versagen an den Strukturknoten eintritt, das heißt in Bereichen mit Spannungsüber-

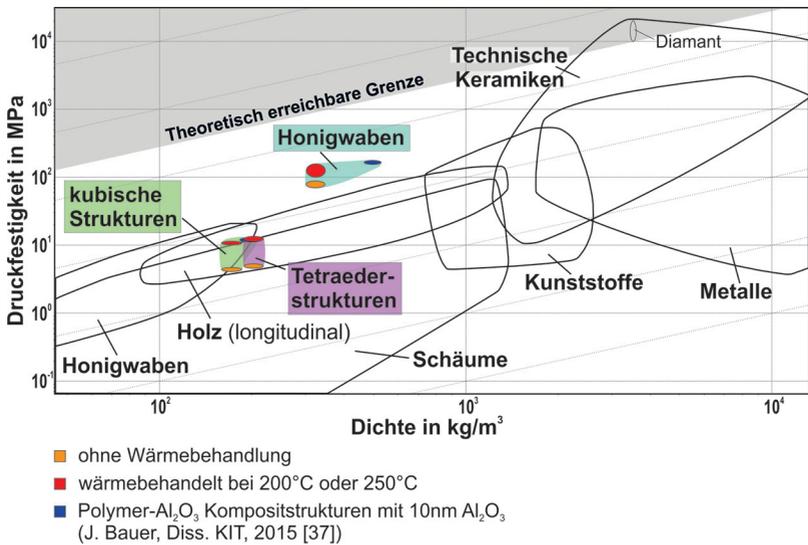


Abb. 6.3: Druckerfestigkeit als Funktion der Materialdichte: Vergleich der erreichten Festigkeiten der OWB-Strukturen und WB-Strukturen (200 °C oder 250 °C) mit Festigkeiten von Polymer-Al₂O₃ Kompositstrukturen mit 10 nm Al₂O₃ [37]. Der Datenpunkt der Tetraederstrukturen mit 10 nm Al₂O₃-Beschichtung befindet sich hinter dem Datenpunkt der WB-Strukturen. Die theoretisch erreichbare Obergrenze ist durch Diamant gegeben, das stärkste bekannte Vollmaterial. Diagrammerstellung mit CES EduPack [59].

höhungen durch Kerbwirkung. Auch bei den Honigwabenstrukturen sind Bereiche mit Kerbwirkung zu finden im Übergang zwischen einzelnen Zellen oder bei Unebenheiten der Zellwände. Lokal wird folglich die Materialfestigkeit von IP-Dip bereits bei geringeren Druckerfestigkeiten überschritten, wodurch für das globale Strukturverhalten die volle Festigkeitserhöhung von IP-Dip nicht ausgenutzt werden kann [75]. Eine Formoptimierung der Strukturknoten, beispielsweise mit der Methode der Zugdreiecke [119] könnte Spannungsspitzen reduzieren, womit möglicherweise das Potential der Festigkeitsoptimierung für die WB-Strukturen besser ausgeschöpft werden kann.

Für die Festigkeit der IP-Dip Zugproben wurde zunächst ein Anstieg nach

Wärmebehandlungen bei 200 °C und kurzen Wärmebehandlungsdauern bei 250 °C beobachtet, jedoch ein erneutes Absinken nach längeren Wärmebehandlungen bei 250 °C. Dieses erneute Absinken der Festigkeit für lange Wärmebehandlungen bei 250 °C ist für die Strukturen nicht zu beobachten (vergleiche Abbildung 4.12). Der Grund für dieses Verhalten ist ebenfalls anhand des Versagens der Strukturen zu erklären. Das spröde Materialverhalten von IP-Dip durch einen zu hohen Vernetzungsgrad nach langen Wärmebehandlungen bei 250 °C wird durch das spröde Strukturversagen an den Strukturknoten überlagert. Die Spannungsspitzen an den Strukturknoten dominieren das Versagensverhalten der Strukturen bereits nach kurzen Wärmebehandlungen. Die einzige Abweichung dieses Verhaltens zeigt die Honigwabenstruktur nach einer Wärmebehandlung bei 200 °C für 15 min. Hier ist eine höhere Festigkeit im Vergleich zu den übrigen WB-Honigwabenstrukturen zu beobachten (vergleiche Abbildung 4.12 und Tabelle 4.2). Das gesamte Material ist in Belastungsrichtung ausgerichtet, wodurch das Materialverhalten eine größere Rolle spielen kann als bei den Fachwerksstrukturen. Infolgedessen können optimierte Materialfestigkeiten nach kurzen Wärmebehandlungen (200 °C/15 min) bei Honigwaben eine höhere Festigkeit erzielen.

Der Festigkeits- und Steifigkeitsanstieg durch die Wärmebehandlungen ist für die kubischen Strukturen sowie die Tetraederstrukturen stärker ausgeprägt als bei den Honigwabenstrukturen (vergleiche Tabelle 4.2). Dies liegt möglicherweise an dem unterschiedlichen Schreibprozess der Strukturen, welcher in Abbildung 6.4 dargestellt ist. Die Honigwabenstrukturen werden lagenweise mit jeweils drei horizontal nebeneinander liegenden Linien geschrieben (Abbildung 6.4 (a)), das heißt sowohl horizontale als auch vertikale Linien überlappen einander und erzielen eine Erhöhung des Vernetzungsgrads bereits während des 3D-DLW Prozesses. Dieses Verhalten wurde auch bei der Bestimmung des Elastizitätsmoduls von IP-Dip beobachtet (Abbildung 6.2). Im Gegensatz dazu werden die Fachwerksstrukturen entlang ihrer Fachwerksbalken geschrieben (Abbildung 6.4 (b)), wodurch

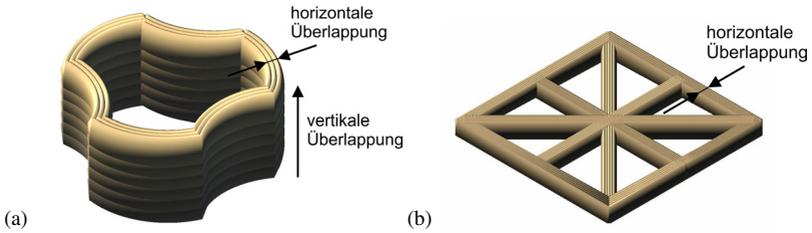


Abb. 6.4: Visualisierung der unterschiedlichen Schreibprozesse der Honigwabenstruktur und der Fachwerkstrukturen (kubische Struktur und Tetraederstruktur). In (a) ist die horizontale und vertikale Überlappung der einzelnen Linien im Schreibprozess der Honigwabenstruktur zu erkennen. In (b) ist ein Ausschnitt der Bodenlage der kubischen Struktur dargestellt; in den Fachwerkstrukturen werden einzelne Linien nur lateral versetzt, nicht übereinander geschrieben.

nur horizontal nebeneinander geschriebene Linien überlappen, jedoch keine vertikalen. Es ist also anzunehmen, dass der Vernetzungsgrad von IP-Dip in den Honigwabenstrukturen bereits im Anschluss an den 3D-DLW Prozess höher ist als der Vernetzungsgrad in den Fachwerksstrukturen. Die Wärmebehandlungen haben somit einen geringeren Einfluss auf die Festigkeiten und Steifigkeiten. Die stärkere Vernetzung der Polymerketten bereits während des Schreibprozesses kann darüber hinaus die größere maximale Dehnung der OWB-Honigwaben im Vergleich zu den WB-Honigwaben erklären (vergleiche Abbildung 4.11 (a), (b)). Durch die Wärmebehandlung und die damit verbundene weitere Vernetzung findet bereits eine Versprödung des Materials statt, wodurch die maximalen Dehnungen der Honigwaben sinken. Im Gegensatz dazu weisen die WB-Fachwerksstrukturen eine höhere maximale Dehnung auf im Vergleich zu den jeweiligen OWB-Strukturen (vergleiche Abbildungen 4.11 (c)–(f)). Hier führt eine Wärmebehandlung zu einer weiteren Vernetzung der Polymerketten. Dadurch kann wie bei den PtP-Strukturen eine bessere Verformbarkeit beobachtet werden.

6.1.2 Glaskohlenstoff

Materialverhalten

Die in Abschnitt 3.4.2 beschriebene Auswertung der Verschiebung der Mikrodrucksäulen umfasst zwei möglich Probleme (siehe Abbildung 3.4): (i) zwischen Siliziumwafer und Mikrodrucksäule befindet sich eine dünne Schicht aus Glaskohlenstoff und (ii) der Siliziumwafer weist eine hohe Porosität im Anschluss an die Pyrolyse auf. Um die Gültigkeit der durchgeführten Auswertung der Mikrodruckversuche zu bestätigen, wurden FE Simulationen durchgeführt. Die FE Simulationen zeigen keinen Einfluss der Glaskohlenstoff-Zwischenschicht auf die simulierten Kraft-Verschiebungskurven (Abbildung 4.21 (a)), was die durchgeführte Auswertung mit den elastischen Konstanten von Silizium und eine Vernachlässigung der Zwischenschicht aus Glaskohlenstoff bestätigt. Auch der Wert des Elastizitätsmoduls von Silizium weist nur einen sehr geringen Effekt auf die simulierten Kraft-Verschiebungskurven auf (Abbildung 4.21 (b)). Dies bestätigt die Auswertung der experimentellen Messungen mit $E_{\text{Silizium}} = 130 \text{ GPa}$.

Die höhere Steifigkeit der Mikrodrucksäulen aus den FE Simulationen im Vergleich zu einer experimentell ermittelten Kraft-Verschiebungskurve (Abbildung 4.21 (a)) ist auf zwei unterschiedliche Mechanismen zurückzuführen: zum einen wurde in den FE Simulationen der gemittelte Elastizitätsmodul aller Mikrodrucksäulenexperimente aus Messreihe 2 und Messreihe 3 angewendet ($E = 42,5 \text{ GPa}$), zum anderen handelt es sich bei den FE Simulationen um eine starke Vereinfachung der Mikrodruckexperimente, welche das reale Verhalten nur bedingt abbilden. Wird in den FE Simulationen der Elastizitätsmodul der Mikrodrucksäule angewendet, welche die zu vergleichende Kraft-Verschiebungskurve erzielte ($E = 39,9 \text{ GPa}$), ist bereits eine bessere Übereinstimmung zwischen Simulation und Experiment zu beobachten (Abbildung 4.21 (b)).

Die während der Pyrolyse stattfindende Schrumpfung der Mikrodrucksäulen ist sowohl abhängig von der Ausgangsgröße der polymeren Säulen als

auch von der jeweiligen Charge des Fotolacks IP-Dip (Abbildung 4.14). Dies könnte zu unterschiedlichen Endprodukten des jeweiligen Glaskohlenstoffs der Säulen führen. Der verwendete Fotolack von Messreihe 1 ergab eine gleichmäßige Schrumpfung der Höhe sowie des Durchmessers, während der Fotolack der Messreihen 2 und 3 in einer stärkeren Schrumpfung der Höhe als des Durchmessers resultierte. Generell gilt, je kleiner die Ausgangsgröße der polymeren Säule, umso stärker die Schrumpfung während des Pyrolyseprozesses. Dieses Verhalten wurde auch für pyrolysierte Nanostrukturen, welche aus SU-8 hergestellt wurden, beobachtet [57]. Die Abhängigkeit des Endprodukts von der jeweiligen Charge des Fotolacks ist ebenfalls anhand des Elastizitätsmoduls der Säulen zu erkennen (Abbildung 4.17 (b)). Messreihe 1 zeigt variierende Elastizitätsmoduln in Abhängigkeit von der Säulengröße; der Elastizitätsmodul von Messreihe 2 und 3 zeigt einen höheren Wert und ist unabhängig von der Säulengröße. Die ermittelten Werte des Elastizitätsmoduls sind hoch im Vergleich zu Literaturwerten von Glaskohlenstoff (15–30 GPa [53–56]), jedoch wurden auch höhere Werte von 45 GPa [118] und 62 GPa [120] veröffentlicht sowie Werte bis zu ~ 60 GPa in Abhängigkeit von der Pyrolysetemperatur [121]. Im Gegensatz zu variierenden Schrumpfungen und Elastizitätsmoduln weisen Raman Spektren von pyrolysierten Säulen, welche aus verschiedenen Fotolackchargen hergestellt wurden (Messreihe 1 und Messreihe 3) keine Unterschiede auf (Abbildung 4.18). Die Struktur eines Raman Spektrums von Glaskohlenstoff kann anhand der beiden überlappenden sp^2 und sp^3 Hochpunkten erkannt werden [57, 102]. Von den beschriebenen Beobachtungen wird eine deutliche Abhängigkeit des Pyrolyseprozesses und des daraus resultierenden Glaskohlenstoffs vom jeweiligen polymeren Ausgangsmaterial abgeleitet, trotz der übereinstimmenden Raman Spektren. Eine solche Abhängigkeit des Endprodukts vom jeweiligen Ausgangsmaterial wird auch in der Literatur beschrieben [52, 122]. Abhängig vom polymeren Ausgangsprodukt ist mit einem variierenden Gehalt an Kohlenstoff im Endprodukt zu rechnen [52, 122] sowie mit unterschiedlichen mechanischen Eigenschaf-

ten [123]. Es wird vermutet, dass die Auflösung der Raman Spektroskopie zu groß ist, um tatsächliche Unterschiede der unterschiedlichen Glaskohlenstoffe aufzulösen; der untersuchte Probenbereich lag hierbei bei $3\ \mu\text{m} \times 3\ \mu\text{m}$ und somit im Bereich von $\sim 1/6$ des Säulendurchmessers (größte Säule aus den Messreihen 1 und 3, vergleiche Tabelle A.9). Mit der Fokussierten-Ionenstrahl-Tomografie wurden in polymeren Strukturen ortsabhängig deutliche Unterschiede des Vernetzungsgrads ermittelt [124], das heißt bereits das Ausgangsprodukt für die Pyrolyse weist deutliche Materialvariationen auf, was zu einer Variation des Endprodukts führen sollte.

Für geringe aufgebrachte Dehnungen ist linear-elastisches Materialverhalten der Säulen zu beobachten (Abbildung 4.15 (a)), welches bei großen Säulen mit Durchmesser $\gtrsim 5,4\ \mu\text{m}$ direkt in sprödem Versagen der Säulen resultiert (Abbildung 4.16 (b)). Für Säulen mit kleineren Durchmessern kann jedoch plastisches Verhalten anhand der Spannungs-Dehnungs-Kurven ermittelt werden (Abbildungen 4.15 (b) und 4.16 (b)), mit Bruchdehnungen bis zu $\sim 22\%$. Dieses Verhalten ist außergewöhnlich, da für Glaskohlenstoff im Allgemeinen geringe Bruchdehnungen von $\lesssim 5\%$ [120, 123] und sprödes Versagen beobachtet wurden [53]. Die plastisch verformten Mikrodrucksäulen (Abbildung 4.15 (b)) zeigen jedoch optisch anhand von HIM-Aufnahmen keine Anzeichen plastischer Verformung (Abbildung 4.19 (b), (c)). Diese Beobachtung ist auf die geringe plastische Verformung von $\lesssim 1\%$ (vergleiche Abbildung 4.15 (b)) zurückzuführen, was bei einer Säulenhöhe von $\sim 3,5\ \mu\text{m}$ (Durchmesser $\sim 1,0\ \mu\text{m}$, vergleiche Tabelle A.9) einer absoluten plastischen Verformung von $\lesssim 35\ \text{nm}$ entspricht und im HIM nicht aufgelöst wurde. Auch für amorphe Metalle wurde zunehmende Verformbarkeit mit sinkendem Durchmesser von Mikrodrucksäulen beobachtet [125]. Dies ist auf einen höheren Widerstand zur Ausbildung von Scherbändern zurückzuführen [125]. Nach Erreichen der Bruchdehnung ist für alle Mikrodrucksäulen aus Glaskohlenstoff sprödes Versagen zu erkennen, unabhängig von ihrer Größe (Abbildung 4.20). Obwohl das makroskopische Schadensbild hierbei einen Einfluss der Säulengröße auf das Versagensverhalten sugge-

riert (Abbildung 4.20 (a), (b)), zeigen vergrößerte Ansichten der Bruchoberflächen eine vergleichbare Oberflächenstruktur (Abbildung 4.20 (c), (d)). Dies deutet ebenfalls auf einen vergleichbaren Versagensmechanismus hin. Da die Druckversuche *ex situ* im Nanoindenter ausgeführt wurden, ist keine genauere Analyse des Verformungs- und Versagensverhaltens möglich. Um mögliche Ursachen für die zunehmende plastische Verformung der Mikrodrucksäulen mit sinkendem Säulendurchmesser zu ermitteln, wären *in situ* Druckversuche, beispielsweise im REM notwendig.

Neben der Duktilität der Mikrodrucksäulen ist ebenfalls die Druckfestigkeit größenabhängig (Abbildung 4.17 (a)). Dies ist auf den mechanischen Größeneffekt zurückzuführen, wie er auch für Al_2O_3 -Dünnschichten beobachtet wurde [21]. Die kritische Festigkeit σ_{krit} eines Materials ist nach Gleichung 2.10 abhängig von der Größe des kritischen Fehlers im Material. Mit sinkender Probengröße ist mit kleineren Fehlern im Material zu rechnen und folglich mit einer höheren kritischen Festigkeit, welche proportional zur Probengröße t angenommen werden kann (Gleichung 2.11). Gao *et al.* [4] deuten die Möglichkeit des Erreichens der theoretischen Materialfestigkeit bei Unterschreitung einer kritischen Probengröße an. Für die Mikrodrucksäulen aus den Messreihen 2 und 3 wurden für Durchmesser $\lesssim 2,3 \mu\text{m}$ bzw. $\lesssim 5,4 \mu\text{m}$ ebenfalls relativ konstante Werte der Druckfestigkeit beobachtet (Abbildung 4.17 (a) und Tabelle A.16). In Bezug zum ermittelten Elastizitätsmodul liegen die Druckfestigkeiten von $\sim 6,6 \text{ GPa}$ bzw. $\sim 4,3 \text{ GPa}$ (Mittelwerte der unterschiedlichen Säulengrößen, Tabelle A.16) bei $\sim E/6$ bzw. $\sim E/10$. Dies liegt im Bereich des oberen Limits der theoretischen Festigkeit (vergleiche Abschnitt 2.2.1). Auch für Al_2O_3 -Dünnschichten wurden steigende Festigkeiten mit sinkender Schichtdicke ermittelt sowie das Erreichen eines Plateauwerts im Bereich von $E/30$ für Schichtdicken $\leq 50 \text{ nm}$ [21]. Wie bereits für die PtP-Zugstäbe (Abschnitt 6.1.1) kann für die pyrolysierten Säulen eine „charakteristische Fehlergröße“ anhand von Gleichung 2.10 abgeschätzt werden. Unter Verwendung eines kritischen Spannungsintensitätsfaktors von $K_{\text{IC}} = 1,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ [56], $Y = 1$ [15, 111] und der gemessenen

mittleren Druckfestigkeiten von $\sigma_{\max} = 6,6 \text{ GPa}$ bzw. $\sigma_{\max} = 4,3 \text{ GPa}$ wird die Fehlergröße zu $\sim 9 \text{ nm}$ bzw. $\sim 21 \text{ nm}$ abgeschätzt. Diese Abschätzung resultiert folglich in sehr kleinen Defekten, welche deutlich kleiner sind als die Mikrodrucksäulen mit einem minimalen Durchmesser von $\sim 0,6 \mu\text{m}$. Aufgrund der bereits diskutierten Abhängigkeit des jeweiligen Glaskohlenstoffs vom zugehörigen Ausgangsprodukt ist jedoch die Anwendbarkeit von Literaturwerten für den kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{IC} in Frage zu stellen. Entsprechend der ermittelten steigenden Festigkeiten mit sinkendem Säulendurchmesser wird auch in der Literatur eine Abhängigkeit der Festigkeit von Glaskohlenstoff von der Probengröße beschrieben [121, 123, 126]. Dieses Verhalten wurde auf die Konzentration von Fehlern im Material zurückgeführt [121, 123] sowie auf die Größe der Fehler [121, 126]. Eine Variation des Bruchmechanismus mit sinkender Probengröße wird hierbei nicht vermutet [123], wie auch im Rahmen dieser Messungen anhand der vergleichbaren Bruchoberflächen anzunehmen ist (Abbildung 4.20 (c), (d)). Mit sinkendem Säulendurchmesser steigt das Verhältnis aus Oberfläche und Volumen an. Infolge der größeren Oberfläche ist anzunehmen, dass Gase während des Pyrolyseprozesses leichter entweichen können, was zu einer geringeren Anzahl an Fehlern im Material führt [121, 123]. In größeren Proben kann der interne Gasdruck während der Pyrolyse ansteigen [123]. Dies wiederum kann zur Bildung von Rissen und Hohlräumen führen [123]. Kleinere Proben können darüber hinaus eine geringere Konzentration an Oberflächenfehlern besitzen, da sie dem internen Gasdruck aufgrund einer höheren Oberflächenspannung besser standhalten können [121]. Eine deutliche Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Probengröße wird für Glaskohlenstoff ebenfalls berichtet und auf eine stärkere molekulare Orientierung in den Proben zurückgeführt [121, 123]. Im Rahmen dieser Arbeit wurde für Messreihe 1 ein höherer Elastizitätsmodul für die Säule mit dem kleinsten Durchmesser ($\sim 1,1 \mu\text{m}$) beobachtet, für die Messreihen 2 und 3 jedoch ein konstanter Elastizitätsmodul für unterschiedliche Probengrößen (Abbildung 4.17 (b)). Da alle Mikrodrucksäulen auf die gleiche Art und

Weise hergestellt wurden, ist nicht mit einer Variation der molekularen Orientierung in Säulen unterschiedlicher Größen zu rechnen und folglich nicht mit einer Variation des Elastizitätsmoduls. Der Grund für den höheren Elastizitätsmodul der kleinsten Säule aus Messreihe 1 ist somit unklar.

Neben einer Abhängigkeit der Druckfestigkeit von der Probengröße der Mikrodrucksäulen ist eine Abhängigkeit von der jeweiligen Messreihe zu beobachten (Abbildung 4.17 (a)). Die geringeren Festigkeiten von Messreihe 1 im Vergleich zu Messreihe 2 und 3 sind auf die unterschiedlichen Fotolackchargen und folglich auf die unterschiedlichen Endprodukte des Glaskohlenstoffs zurückzuführen. Dieses Verhalten wird, wie bereits diskutiert, zusätzlich in den unterschiedlichen Elastizitätsmoduln deutlich (Abbildung 4.17 (b)). Die Mikrodrucksäulen der Messreihen 2 und 3 wurden jedoch aus derselben Fotolackcharge hergestellt und weisen einen vergleichbaren Elastizitätsmodul auf; daher ist auch mit einem vergleichbaren Endprodukt des Glaskohlenstoffs zu rechnen. Die Mikrodrucksäulen aus Messreihe 2 und 3 unterscheiden sich lediglich in den Verhältnissen aus Säulenhöhe und Säulendurchmesser (vergleiche Tabelle A.9). Basierend auf dem Prinzip von St. Venant [127] wäre es möglich, dass die Spannungszustände in den Mikrodrucksäulen aufgrund der unterschiedlichen Säulenhöhen nicht vergleichbar sind. Dies könnte zu den unterschiedlichen Festigkeiten führen. FE Simulationen von Mikrodrucksäulen der unterschiedlichen Messreihen zeigen jedoch anhand des Mehrachsigenfaktors des Spannungszustands keine Unterschiede (Abbildung 4.22 (c), (d)). Dies macht die variierenden Festigkeiten aufgrund des Spannungszustands unwahrscheinlich. Die Verteilung der von Mises-Vergleichsspannung (Abbildung 4.22 (a), (b)) zeigt ebenfalls einen sehr vergleichbaren Verlauf. Die Maximalspannung weist jedoch in der simulierten Säule aus Messreihe 3 (hohe Säule) einen höheren Wert auf. Basierend auf dieser höheren Maximalspannung ist es möglich, dass die Festigkeit der Säule lokal früher überschritten wird. Dies könnte zu einer makroskopisch gemessenen geringeren Druckfestigkeit der Säule führen. Darüber hinaus ist ein Einfluss des mechanischen Größeneffekts

auf die höheren Festigkeiten in Messreihe 2 (niedrige Säulen) wahrscheinlich. Das Volumen der Mikrodrucksäulen aus Messreihe 3 ist um einen Faktor $\sim 1,4$ größer als das Volumen der Säulen aus Messreihe 2. Folglich ist mit einer höheren Anzahl an Fehlern im Material zu rechnen. Dadurch wird die Existenz eines kritischen Fehlers, welcher das Versagen initiiert wahrscheinlicher. Wie mit Gleichung 2.10 abgeschätzt wurde ist darüber hinaus mit einer kleineren „charakteristischen Fehlergröße“ in den Säulen aus Messreihe 2 im Vergleich zu Messreihe 3 zu rechnen. Für die Säulen aus Messreihe 2 ist bei geringerem Volumen das Verhältnis aus Oberfläche zu Volumen größer, sowohl vor der Pyrolyse (4 %) als auch nach der Pyrolyse (~ 6 %). Daher ist, wie bereits beschrieben, mit weniger Fehlern im Material zu rechnen. Aufgrund der geringen Absolutvolumina der Mikrodrucksäulen ist es möglich, dass auch geringe Unterschiede zwischen den Säulen (4 % Unterschied des Verhältnisses aus Oberfläche und Volumen) einen Einfluss auf die Festigkeiten haben können. Folglich ist anzunehmen, dass eine Kombination aus lokal geringeren Maximalspannungen und dem mechanischen Größeneffekt durch kleinere Mikrodrucksäulen für die höheren Festigkeiten der Säulen aus Messreihe 2 im Vergleich zu Messreihe 3 verantwortlich ist.

Strukturverhalten

Stark variierende Festigkeiten zwischen einzelnen Strukturen wurden für Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff beobachtet (Abbildung 4.23). Für die Messungen wurden drei individuelle Proben hergestellt, wobei eine Probe jeweils mehrere Tetraederstrukturen beinhaltet. Es wurde beobachtet, dass sich alle Tetraederstrukturen mit sehr geringen Festigkeiten auf genau einer Probe befanden, was auf ein anderes Endprodukt des Glaskohlens hinweist. Im kontrollierbaren Rahmen des Herstellungsprozesses (3D-DLW, Entwicklung und überkritische Trocknung der Strukturen, Pyrolyseprozess) sind jedoch keine Variationen zwischen den einzelnen Proben zu ermit-

teln. Wie bereits angesprochen, wurden mit der Fokussierten-Ionenstrahl-Tomografie in 3D-DLW hergestellten Strukturen lokal unterschiedlich stark ausgeprägte Polymerkettenvernetzungen ermittelt [124]. Eine nicht kontrollierbare Variation des 3D-DLW Prozesses (z. B. schwankende Laserleistungen) wäre folglich möglich. Dies kann zu Variationen im Vernetzungsgrad der einzelnen Tetraederstrukturen führen und somit zu einem anderen Endprodukt des Glaskohlenstoffs. Zusätzlich könnten schwankende Laserleistungen zu variierenden Voxelgrößen (vergleiche Abschnitt 3.1) und somit zu variierenden Strukturabmessungen führen, was wiederum variierende Festigkeiten zur Folge hätte. Eine weitere Möglichkeit ist eine ebenfalls nicht kontrollierbare Variation des Pyrolyseprozesses. Mikrostrukturen aus Glaskohlenstoff [52] zeigten unter Druckbelastung ebenfalls stark variierende Festigkeiten, die auf eine ungleichförmige Belastung sowie mögliche Defekte in den Strukturen zurückgeführt wurden. Da im Rahmen dieser Arbeit jedoch niedrige Festigkeiten für eine individuelle Probe mit mehreren Tetraederstrukturen beobachtet wurden, ist ein Einfluss des Endprodukts des Glaskohlenstoffs wahrscheinlich.

Neben der Variation der Festigkeit der Tetraederstrukturen konnte ebenfalls gezeigt werden, dass das Versagensverhalten deutlich in Abhängigkeit von den unterschiedlichen Festigkeiten sowie den Strukturgrößen variiert (Abbildungen 4.24 und 4.25). Generell ist mit jedem Bruchvorgang in den Strukturen ein Absinken der gemessenen Druckspannung zu beobachten, gefolgt von einem erneuten Anstieg der Spannung bei Belastung des zurückbleibenden Strukturrests. Strukturen mit geringeren Festigkeiten zeigen jedoch ein weniger stark ausgeprägtes katastrophales Versagen als Strukturen mit hohen Festigkeiten (vergleiche Abbildung 4.24 (a) und (b)). Bei Untersuchung der Tetraederstrukturen im HIM im Anschluss an die Druckversuche werden ebenfalls deutlich variierende Bruchbilder beobachtet, je nach Druckfestigkeit der jeweiligen Tetraederstruktur (Abbildung 4.29). Die Beobachtungen der unterschiedlichen Versagensverhalten und Bruchbilder unterstützen erneut die These eines anderen Endprodukts des Glaskohlen-

stoffs. Für die großen Tetraederstrukturen (Balkenlänge ~ 1730 nm) wurde ein ausgeprägtes schichtweises Versagen der Strukturen beobachtet und ein weniger katastrophales Versagensverhalten im Vergleich zu den kleineren Strukturen (Balkenlänge ~ 800 nm). Dieses Verhalten könnte mit einem unterschiedlichen Verhältnis aus Balkenlänge und -durchmesser erklärt werden, welches mit zunehmender Balkenlänge von $\sim 3,6$ (Balkenlänge ~ 800 nm) auf $\sim 5,9$ (Balkenlänge ~ 1730 nm) ansteigt. Infolgedessen ist mit einer geringeren Knickstabilität der größeren Strukturen zu rechnen. Elastisches Knicken einzelner Strukturlagen wird ermöglicht und kann somit zu schichtweisem Versagen führen. Auch für metallbeschichtete Tetraederstrukturen wurde variierendes Versagensverhalten bei unterschiedlichen Strukturgrößen beobachtet (Abschnitt 4.2), welches in Abschnitt 6.2 diskutiert wird.

Werden die Spannungs-Dehnungs-Kurven der Tetraederstrukturen (Abbildung 4.23) in Bezug auf mögliche plastische Prozesse betrachtet, ist im Allgemeinen sprödes Versagen im Anschluss an linear-elastische Verformung zu beobachten. Einzelne Spannungs-Dehnungs-Kurven, insbesondere der kleinsten Strukturen (Balkenlänge ~ 800 nm), zeigen eine Abweichung vom linear-elastischen Verhalten vor einsetzendem sprödem Versagen. Im Vergleich zu den Mikrodruckexperimenten an Säulen aus Glaskohlenstoff (Abbildung 4.16) ist zu beobachten, dass sich die Tetraederstrukturen in Bezug zu ihren Balkendurchmessern bereits im Bereich der beobachteten Plastizität der Mikrodrucksäulen befinden. Es ist jedoch anzunehmen, dass aufgrund der Spannungsüberhöhungen an den Strukturknoten sprödes Versagen der Strukturen initiiert wird und somit die in kleinen Säulen beobachteten plastischen Prozesse weitestgehend unterdrückt werden.

Die mit sinkender Strukturgröße steigenden spezifischen Festigkeiten und Steifigkeiten der Strukturen (Abbildung 4.26) sind auf den mechanischen Größeneffekt zurückzuführen, der bereits für Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff beobachtet wurde [53]. Hierbei können zwei unterschiedliche Mechanismen zu den höheren Festigkeiten beitragen: (*i*) andere Materialfes-

tigkeiten infolge der größeren Balkendurchmesser bei größeren Strukturen und (ii) ein größeres Verhältnis aus Balkenlänge und Balkendurchmesser. Für Mikrodrucksäulen wurden ebenfalls steigende Festigkeiten mit sinkender Probengröße beobachtet, wobei die hierfür ausschlaggebenden Mechanismen auf die Festigkeiten von Tetraederstrukturen übertragen werden können. Kleinere Proben weisen kleinere Defekte im Material auf und kleinere Absolutvolumina besitzen eine geringere Anzahl von Defekten. Durch größere Oberfläche/Volumen-Verhältnisse können während der Pyrolyse Gase leichter entweichen, wodurch weniger Risse und Hohlräume im verbleibenden Glaskohlenstoff vorhanden sind [121, 123]. Der Balkendurchmesser und das Absolutvolumen der Strukturen sinken mit der Größe der Tetraederstrukturen, wobei das Verhältnis aus Balkenmantelfläche und -volumen mit sinkender Strukturgröße ansteigt. Folglich ist mit kleineren Defektgrößen und einer geringeren Anzahl von Defekten in kleineren Tetraederstrukturen zu rechnen, was zu den höheren Festigkeiten der kleineren Strukturen beiträgt. Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff zeigen sehr hohe spezifische Festigkeiten, wie in Abbildung 6.5 zu erkennen ist. Im Vergleich zu Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff einer anderen Versuchsreihe [53] sind trotz eines vergleichbaren Ausgangszustands und Herstellungsprozesses der Strukturen höhere Festigkeiten sowie höhere Dichtewerte zu erkennen. Dies ist, wie bereits für die Mikrodrucksäulen beobachtet, auf unterschiedliche Chargen des Fotolacks mit variierenden Schrumpfungsprozessen und daraus resultierenden variierenden Materialeigenschaften zurückzuführen.

Gegenläufig zu steigenden Festigkeiten mit sinkender Strukturgröße dissipieren kleinere Tetraederstrukturen weniger Energie während der Druckbelastung (Abbildung 4.26). Dieser Umstand ist auf die unterschiedlichen Versagensverhalten der Tetraederstrukturen zurückzuführen. Die kleinen Tetraederstrukturen zeigen sprödes, katastrophales Versagen verbunden mit einem Wegbrechen großer Strukturbereiche (Abbildung 4.24). Die großen Tetraederstrukturen zeigen stufenförmiges Versagen von gesamten Struktur-

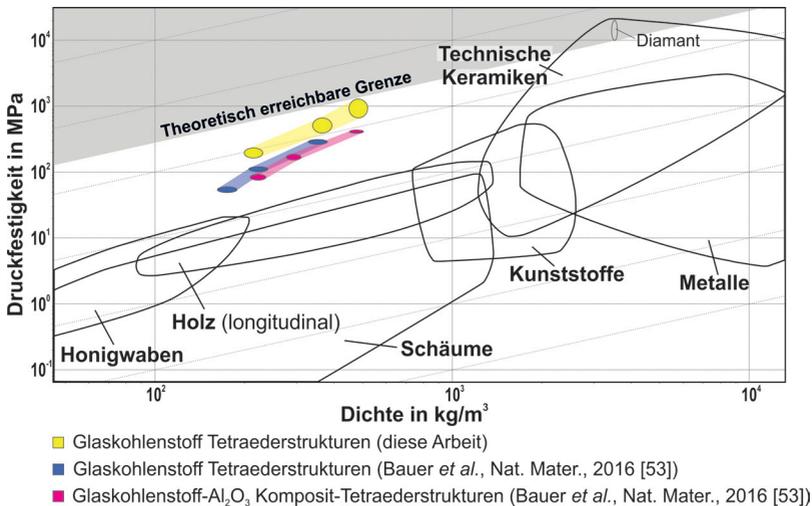


Abb. 6.5: Druckfestigkeit als Funktion der Materialdichte: Vergleich der erreichten Festigkeiten der Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff mit Literaturwerten von Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff und Glaskohlenstoff-Al₂O₃ Kompositstrukturen [53]. Die theoretisch erreichbare Obergrenze ist durch Diamant gegeben, das stärkste bekannte Vollmaterial. Diagrammerstellung mit CES EduPack [59].

lagen, wobei die gemessenen Druckfestigkeiten der folgenden Belastungspeaks vergleichbare Maximalspannungen zeigen (Abbildung 4.25). Infolge dieses Verhaltens kann mit jedem weiteren Bruchvorgang Energie dissipiert werden, wodurch bis zur Maximalverschiebung des Druckexperiments mehr Energie dissipiert wird. Es ist davon auszugehen, dass nahezu die gesamte Energie durch Bruchvorgänge dissipiert wird, da Glaskohlenstoff aus polymeren Ausgangsmaterialien nur eine sehr geringe intrinsische Dämpfung aufweist [123].

Vor einsetzendem Strukturversagen weisen die Tetraederstrukturen lineares Verformungsverhalten auf (Abbildung 4.27). Zusätzlich verformen sich die Strukturen stärker in vertikaler Richtung als in horizontaler. Dies ist mit der Einschränkung der Strukturen durch die horizontalen Strukturbalken zu erklären und auch anhand der abgeschätzten Querkontraktionszahlen zu be-

obachten. Die Werte der Querkontraktionszahlen ($\sim 0,16$ und $\sim 0,21$) zeigen, dass das Strukturvolumen unter Belastung geringer wird. Die geringere Bewegung der unteren Strukturhälfte im Vergleich zur Strukturmitte für kleine Tetraederstrukturen (Abbildung 4.27 (a)) könnte auf eine stärkere Einschränkung der unteren Strukturhälfte durch die darunterliegende Säule sowie die Spiralfüße (vergleiche Abbildung 3.3) zurückzuführen sein. Es ist jedoch anzumerken, dass die Fehlerbalken der beiden Messungen überlappen und folglich nur ein sehr geringer tatsächlicher Unterschied zu erwarten ist. Die Höhenänderung der Strukturen mit zunehmender Dehnung ist vergleichbar für die unterschiedlichen Strukturgrößen; bei einer Dehnung von $\sim 9\%$ liegt die Höhe der unterschiedlichen Strukturen bei $\sim 97\%$ der Originalhöhe (Abbildung 4.27 (b), (d)). Bis zum Bruch zeigen Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff überwiegend elastische Verformung, was anhand der Rückverformung von verbleibenden intakten Strukturbereichen nach einsetzendem Strukturversagen ermittelt wurde (Abbildung 4.28). Generell sind mit den *in situ* Untersuchungen im REM nur 2D Informationen der Strukturen zu ermitteln. Um eine genauere Analyse des Verformungsverhaltens der Tetraederstrukturen durchzuführen, insbesondere im Inneren der Strukturen, ist eine dreidimensionale Untersuchung beispielsweise mit der 3D Röntgentomografie notwendig. Jedoch konnte auch mit den hier ermittelten 2D Informationen eine Querkontraktionszahl der Tetraederstrukturen abgeschätzt sowie eine gleichförmige Verformung der einzelnen Strukturbereiche aufgezeigt werden.

6.2 Einfluss von Metallbeschichtungen

Eine metallische Beschichtung von polymeren Strukturen hat das Potential die Anwendungsmöglichkeiten dieser Metamaterialien zu erweitern, beispielsweise aufgrund der guten thermischen und elektrischen Leitfähigkeit von Metallen sowie der guten Verformbarkeit und Zähigkeit bei gleichzeitig hoher Steifigkeit und Festigkeit [1]. Durch stromlose, chemische Beschich-

tung wurden homogene Metallbeschichtungen auf Strukturen abgeschieden [7, 42–44, 46, 48], dieses Verfahren ist jedoch beschränkt auf einzelne Elemente und ausgewählte Legierungssysteme [81, 128]. Im Gegensatz dazu kann durch das Magnetronspütern eine Vielzahl von Materialien abgeschieden werden [79, 80]. Wegen des gerichteten Beschichtungsprozesses [80] wurde jedoch eine ungleichförmige Beschichtung von Strukturen beobachtet [47, 81, 129]. Eine variierende Schichtdicke auf den unterschiedlichen Seiten der rechteckförmigen Strukturbalken wurde auch im Rahmen dieser Arbeit beobachtet (Abbildung 4.30). Eine mögliche Lösung dieser Schicht-Nonkonformität wäre eine Rotation der Objekte. Bei der Beschichtung der Tetraederstrukturen wurde ein Einfluss einer Rotation auf die Metallschichtdicke beobachtet [81] (Abbildung A.4 (a) und (b)). Die Strukturen beider Beschichtungskonfigurationen (stationär und rotierend) zeigen eine dickere Beschichtung auf der Oberseite der Strukturen, da diese direkt in der Richtung des Sputtertargets ausgerichtet sind. Zusätzlich sind bei der rotierenden Beschichtungskonfiguration (Abbildungen 4.31 und A.4 (b)) die Strukturaußenseiten dicker beschichtet, da diese während der Rotation ebenfalls in der Richtung des Sputtertargets ausgerichtet sind. Bei der hier durchgeführten Rotation handelt es sich um eine Rotation um eine Achse (vergleiche Abbildung 3.5 (b)). Eine mögliche weitere Verbesserung der Schichtkonformität durch Rotation wäre hierbei eine Drehung um mehrere Achsen [81]. Bei der Beschichtung von Strukturen mit elliptischen Balken mit einer HEA wurde eine gute Schichtkonformität durch hohe Rotationsgeschwindigkeiten, geringe Abscheideraten und eine spezielle Anordnung der Targets in Bezug zu den Strukturen erreicht [49]. Um die Schichtkonformität zu verbessern wurden darüber hinaus zylindrische Sputtertargets untersucht [130] sowie die Erzeugung eines gerichteten Gasflusses [131]. Hier kann der Druck für die Geschwindigkeit des Gasflusses zusätzlich optimiert werden [132]. Für makrozelluläre Polymerschäume wurde eine homogene Beschichtung durch die Manipulation des Metaldampfflusses erzielt [128]. Die Tetraederstrukturen sind mit einer dünnen Metallschicht auf allen Bal-

kenseiten und somit vollständig beschichtet (Abbildung 4.30) [81]. Ein Balken aus dem Inneren der Struktur (Abbildung 4.30 (a)) weist auf allen Balkenseiten einen Kontrastunterschied auf, auch auf der Unterseite, was auf eine Metallbeschichtung aller Balkenseiten hindeutet. Ein Strukturbalken, welcher direkt auf das Substrat geschrieben wurde (5. Strukturlage, vergleiche Abbildung A.5) und folglich auf der Balkenunterseite nicht beschichtet werden konnte, zeigt hier keinen Kontrastunterschied. Allerdings wurde eine deutliche Variation der Schichtdicke abhängig von der Lage der Balken in den Strukturen beobachtet (Abbildung 4.31). Mit zunehmender „Tiefe“ der Struktur (vergleiche Abbildung A.5) sowie im Inneren der Struktur sind geringere Schichtdicken auszumachen als auf den Strukturaußenseiten. Für kleinere Strukturen (5 μm Balkenlänge) ist diese Variation der Schichtdicke ausgeprägter als für große (12,5 μm Balkenlänge) (vergleiche auch Abbildung A.6). Folglich spielt die „Offenheit“, das heißt die Größe der Einheitszellen der Strukturen, eine Rolle bei der Beschichtung mit dem Magnetronsputterverfahren [81]. Durch die ungleichförmige Beschichtung der Strukturen (Abbildungen 4.30, 4.31 und A.4) wird darüber hinaus deutlich, dass die Abscheiderate auf den Ober- und Außenseiten der Strukturen größer ist und bei längeren Beschichtungsdauern mit stärkeren Schichtdickenunterschieden zu rechnen ist [81] (vergleiche auch Abbildung 4.32).

In Abbildung 6.6 ist der Einfluss einer Abweichung von der nominellen Schichtdicke auf die Strukturdichte (a) und somit auf die spezifische Druckfestigkeit der Strukturen (b) dargestellt. Allgemein gilt, je dicker die nominelle Metallbeschichtung, umso deutlicher ausgeprägt sind die Abweichungen der jeweiligen Werte bei variierenden Schichtdicken. Für Tetraederstrukturen mit einer Balkenlänge von 5 μm und einer nominellen Aluminiumschichtdicke von 205 nm wurde auf der Balkenoberseite eine Schichtdicke von ~ 100 nm gemessen (vergleiche Abbildung A.6). Bei einer realen Schichtdicke von 100 nm handelt es sich um eine Überschätzung der nominellen Schichtdicke (205 nm) von 51 %; die reale Dichte wird somit um 33,7 % überschätzt, die spezifische Festigkeit um 50,8 % unterschätzt. Auf-

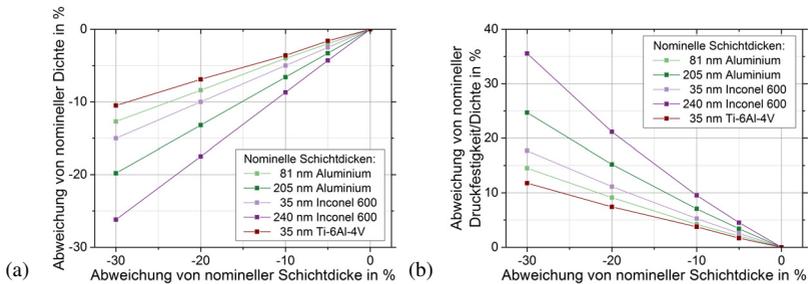


Abb. 6.6: Sensitivitätsanalyse zur Untersuchung des Einflusses der realen Schichtdicke auf (a) die Strukturichte sowie (b) die spezifischen Druckfestigkeiten der metallbeschichteten Tetraederstrukturen. Die Metallschichtdicken wurden hierbei um 5 % bis 30 % reduziert und die Auswirkungen auf die ermittelten Strukturichten und spezifischen Druckfestigkeiten in Bezug zu den mit nominellen Schichtdicken berechneten Werten dargestellt.

grund der Schichtdickenmessung auf der Balkenoberseite ist allerdings mit einem noch stärkeren Einfluss auf die reale Strukturichte zu rechnen, da die Balkenoberseiten deutlich dicker beschichtet sind als die -unterseiten. Die mit nominellen Schichtdicken berechneten Strukturichten und spezifischen Festigkeitswerte sind somit Anhaltspunkte, um den Einfluss von Metallbeschichtungen auf das Strukturverhalten im Rahmen dieser Arbeit zu ermitteln.

Druckfestigkeit und Steifigkeit der metallbeschichteten Tetraederstrukturen steigen im Vergleich zu den polymeren OWB-Strukturen für alle untersuchten Beschichtungsmaterialien an (Abbildung 4.33 (a) und Tabelle A.18), wie auch für Al_2O_3 - [30, 37, 39], NiB- [48] und HEA-beschichtete [49] Strukturen beobachtet. Dieser Anstieg ist auf die höheren Festigkeiten und Steifigkeiten der Metallbeschichtungen im Vergleich zur Polymerstruktur zurückzuführen. Für Strukturen mit einer Balkenlänge von $5\ \mu\text{m}$ wird aufgrund des guten Verhältnisses aus Bruchzähigkeit und Festigkeit von Metallen [1] darüber hinaus ein Anstieg der maximalen Dehnung bis zum Bruch beobachtet, insbesondere für dünne Metallbeschichtungen (Abbildung 4.33 (a)). Epoxidbasierte Polymere weisen im Allgemeinen ein schlechteres Verhält-

nis aus Bruchzähigkeit und Festigkeit auf [1]. Die Struktur mit der dicksten Metallbeschichtung (240 nm Inconel 600) zeigt jedoch eine vergleichbare maximale Dehnung wie die OWB-Struktur und sprödes Materialversagen (Abbildung 4.35 (c)); auch für metallische Hohlstrukturen wurde ein Übergang von sprödem zu duktilem Materialversagen mit sinkender Schichtdicke beobachtet [46, 47].

Aufgrund der hohen Dichtewerte der Metalle erhöhen die Metallbeschichtungen die Dichte der Tetraederstrukturen (Tabelle A.13). Die spezifischen Festigkeiten und Steifigkeiten der Polymer-Metall Kompositstrukturen weisen deshalb deutlich geringere Unterschiede auf als die Absolutwerte [81] (Abbildung 4.33 (b)). Eine dünne Beschichtung mit Inconel 600 (35 nm) erhöht die spezifische Festigkeit im Vergleich zur OWB-Struktur, eine dicke Beschichtung (240 nm) verringert sie deutlich. Für eine nominelle Schichtdicke von 240 nm Inconel 600 ist bei einer Tetraederstruktur mit 5 μm Balkenlänge der nominelle Metallanteil (51,3 %) höher als der Polymeranteil (vergleiche Tabelle A.13). Dies führt zu einer Erhöhung der Struktur-dichte um einen Faktor ~ 8 , was wiederum in der geringeren spezifischen Festigkeit (Faktor ~ 2) resultiert. Für die spezifische Struktursteifigkeit sind die Metallbeschichtungen der Strukturen nachteilig [81] (vergleiche Tabelle A.18); nur mit einer 35 nm dicken Ti-6Al-4V-Beschichtung ist eine vergleichbare spezifische Steifigkeit zu erreichen wie für die OWB-Struktur. Die berechneten Dichtewerte der metallbeschichteten Tetraederstrukturen sind hierbei als oberes Limit zu betrachten, da die nominellen Schichtdicken zur Ermittlung der Struktur-dichten verwendet wurden (vergleiche auch Abbildung 6.6). Zusätzlich wird das Metallvolumen durch eine Multiplikation der Oberfläche der Polymerstruktur mit der nominellen Metallschichtdicke ermittelt (vergleiche Abschnitt 3.5). Insbesondere in den Bereichen der Struktur-knoten wird das reale Metallvolumen überschätzt, was ebenfalls zur Überschätzung der Struktur-dichte beiträgt. Die spezifischen Druckfestigkeiten und Steifigkeiten der metallbeschichteten Strukturen werden somit unterschätzt [81], wodurch insbesondere der Vergleich mit den spezifischen

Werten der polymeren OWB-Strukturen beeinflusst wird.

Werden bei gleicher Schichtdicke unterschiedliche Polymer-Metall Kompositstrukturen verglichen (35 nm Ti-6Al-4V und Inconel 600) wird der Einfluss des Beschichtungsmaterials deutlich (Abbildung 4.33 (b)) [81]. 35 nm Inconel 600 erhöht die spezifische Festigkeit der Strukturen trotz der hohen Dichte der Nickellegierung [99] im Vergleich zu OWB-Strukturen, 35 nm Ti-6Al-4V zeigt keinen Effekt. Werden bei gleichem Beschichtungsmaterial unterschiedliche Schichtdicken verglichen, wird ein Anstieg der absoluten Druckfestigkeit, jedoch ein Absinken der spezifischen Festigkeit mit zunehmender Schichtdicke ermittelt. Ein entsprechendes Verhalten ist für HEA-beschichtete Strukturen zu beobachten [49]. Dieses Verhalten kann auf einen mechanischen Größeneffekt der Metallbeschichtungen zurückgeführt werden, wie auch für HEA-Schichten [49] und Al_2O_3 -Schichten [21] beobachtet wurde. Al_2O_3 -beschichtete Strukturen zeigen ebenfalls einen Anstieg der spezifischen Festigkeit mit zunehmender Schichtdicke, wie in Abschnitt 5.2.2 dargestellt ist. Der Anstieg der spezifischen Festigkeit ist jedoch weniger stark ausgeprägt, je dicker die Al_2O_3 -Beschichtung wird [30, 37, 39]. Für Al-beschichtete Strukturen mit unterschiedlichen Schichtdicken (81 nm und 205 nm) sind die spezifischen Steifigkeiten vergleichbar, was die Messungen und Berechnungen bestätigte [81]. Bei Strukturen mit unterschiedlich dicken Inconel 600-Beschichtungen (35 nm und 240 nm) werden jedoch deutliche Unterschiede der spezifischen Steifigkeit ermittelt (Tabelle A.18), was möglicherweise an der Abschätzung der Dichtewerte liegt. Aufgrund höherer Abscheideraten auf den Ober- und Außenseiten der Strukturen ist bei längeren Beschichtungsdauern (d. h. dickeren Metallbeschichtungen) mit stärkeren Schichtdickenunterschieden zu rechnen als bei kurzen. Somit werden dicke Metallbeschichtungen prozentual mehr überschätzt als dünne, woraufhin die Strukturichte bei dicken Beschichtungen ebenfalls deutlich stärker überschätzt wird als bei dünneren. Der Unterschied der beiden Aluminiumschichtdicken beträgt $\sim 2,5$, während der Unterschied der Inconel 600-Schichtdicken bei $\sim 6,9$ liegt. Für

die Inconel 600-beschichteten Strukturen wird folglich der Unterschied in der Genauigkeit der Dichteberechnung deutlich stärker ausgeprägt sein als für die Al-beschichteten Strukturen. In Abbildung 6.7 sind die Spannungs-Dehnungs-Kurven von Tetraederstrukturen mit unterschiedlich dicken Inconel 600- und Aluminiumbeschichtungen dargestellt, wobei spezifische Spannungswerte dargestellt sind. In Bezug zur oben diskutierten Überschät-

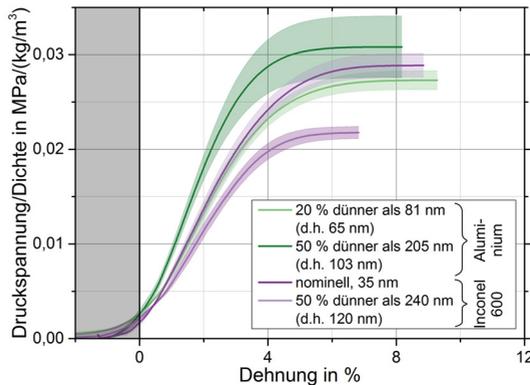


Abb. 6.7: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Tetraederstrukturen mit unterschiedlichen Schichtdicken aus Aluminium und Inconel 600. Es sind spezifische Festigkeiten dargestellt, um den Einfluss der Strukturdichte auf die spezifischen Festigkeiten und Steifigkeiten deutlich zu machen. Die Strukturdichten wurden teilweise mit geringeren Schichtdicken berechnet als die nominellen Schichtdicken (siehe Legende des Diagramms).

zung der Schichtdicke bei unterschiedlichen nominellen Schichtdicken wurden die Dichtewerte der Strukturen hier sowohl mit nominellen Schichtdicken berechnet, als auch mit dünneren Schichten. Für die dünne Inconel 600-Beschichtung (35 nm) wurde mit der nominellen Schichtdicke gerechnet, für die 81 nm Al-Beschichtung mit einer 20 % geringeren Schichtdicke (65 nm) sowie mit 50 % geringeren Schichtdicken für die 205 nm Al (103 nm) und 240 nm Inconel 600-Beschichtungen (120 nm). Wie oben diskutiert wurde für Strukturen mit einer nominellen Al-Beschichtung von 205 nm eine um $\sim 50\%$ geringere reale Schichtdicke gemessen. Für die

dünnen Schichten (35 nm Inconel 600 und 81 nm Al) ist mit einer geringeren Abweichung zu rechnen, weshalb die Strukturdaten mit der nominellen Schichtdicke bzw. einer um 20 % dünneren Beschichtung berechnet wurden. Werden die auf diese Weise berechneten spezifischen Steifigkeiten der Tetraederstrukturen ermittelt, weisen die Strukturen mit unterschiedlich dicken Inconel 600-Beschichtungen eine Differenz von einem Faktor $\sim 1,2$ auf, bei unterschiedlich dicken Al-Beschichtungen von $\sim 1,4$. Für die Inconel 600-beschichteten Strukturen ist somit eine bessere Übereinstimmung der spezifischen Steifigkeiten zu beobachten als bei einer Strukturdatenbestimmung mit den nominellen Schichtdicken (vergleiche Abbildung 4.33 (b) und 6.7). Dieses Verhalten zeigt die Sensitivität der Dichteberechnung bei unterschiedlich dicken Metallbeschichtungen.

Für eine Tetraederstruktur mit 81 nm Al-Beschichtung wird mit kleiner werdender Strukturgröße eine zunehmende Verformbarkeit und Druckfestigkeit der Strukturen beobachtet (Abbildung 4.34 (a)). Während die relative Dichte der Strukturen um einen Faktor ~ 2 ansteigt, steigt die spezifische Druckfestigkeit der Strukturen um einen Faktor $\sim 3,6$ an. Ein entsprechendes Verhalten wurde für alle metallbeschichteten Strukturen sowie für die OWB-Strukturen ermittelt (Abbildung 4.34 (b)). Auch für Al_2O_3 -beschichtete Strukturen [39], Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff (Abschnitt 4.1.4 und [53]) und HEA-beschichtete Strukturen [49] wurde dieses Verhalten festgestellt. Entsprechend der Beobachtungen für Al_2O_3 -beschichtete Strukturen [39], ist dies auf eine Kombination des mechanischen Größeneffekts, des Verhältnisses von Polymer und Metall in den Strukturen sowie des Versagensverhaltens zurückzuführen. In den größeren Strukturen ist prozentual mehr Polymermaterial vorhanden als Metall (vergleiche Tabelle A.13), was aufgrund der geringeren Festigkeiten des Polymers nachteilig für die Festigkeiten der Tetraederstrukturen ist. Darüber hinaus besitzen die kleineren Strukturen aufgrund des kleineren Verhältnisses aus Balkenlänge und äquivalentem Balkendurchmesser (vergleiche Tabelle 4.3) eine höhere Knickstabilität im Vergleich zu den größeren Struk-

turen. Die spezifischen Druckfestigkeiten der großen Strukturen (7,5 μm und 12,5 μm Balkenlänge) variieren weniger als die der kleineren Strukturen (5 μm und 7,5 μm Balkenlänge) (vergleiche Abbildung 4.34 (b) und Tabelle A.18). Das heißt die spezifische Druckfestigkeit sinkt für größere Strukturen langsamer mit zunehmender Strukturgröße, obwohl gleichzeitig das Verhältnis aus Balkenlänge zu äquivalentem Balkendurchmesser weniger stark ansteigt (Vergleich 7,5 μm und 12,5 μm : Faktor $\sim 1,17$, Vergleich 5 μm und 7,5 μm : Faktor $\sim 1,21$). Der Metallanteil der Strukturen sinkt bei den großen Strukturen (7,5 μm und 12,5 μm Balkenlänge) stärker als bei den kleinen (5 μm und 7,5 μm Balkenlänge) (vergleiche Tabelle A.13). Aus diesem Grund ist für die spezifischen Festigkeiten der Tetraederstrukturen mit einem stärkeren Einfluss des abnehmenden Metallanteils zu rechnen als mit einem Einfluss der geringeren Knickstabilität. Die niedrigen spezifischen Festigkeiten der Tetraederstrukturen mit Balkenlängen von 10 μm und 12,5 μm und einer Beschichtung mit 35 nm Inconel 600 (Abbildung 4.34 (b)) sind in diesem Zusammenhang nicht eindeutig zu erklären. Eine Möglichkeit wären prozessbedingte Variationen, wie ebenfalls bereits bei den geringen Ingenieurszähigkeiten von PtP-Zugstäben nach einer Wärmebehandlung von 200 °C/30 min (Abbildung 4.5) sowie bei den variierenden Festigkeiten von Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff (Abbildung 4.23) vermutet wurde.

Das Versagensverhalten der Strukturen kann ebenfalls eine Rolle bei der Festigkeit der unterschiedlichen Strukturgrößen spielen (vergleiche Abbildung 4.35 (a)–(c) mit (d)–(f)). Strukturen mit einer Balkenlänge von 5 μm zeigen Brüche im Verlauf der Strukturbalken und an den Strukturknoten (35 nm Inconel 600 und 205 nm Aluminium, Abbildung 4.35 (a), (b)) während die Strukturen mit einer Balkenlänge von 10 μm Brüche an den Knoten, jedoch nicht im Verlauf der Strukturbalken zeigen (Abbildung 4.35 (d), (e)). Mit 240 nm Inconel 600-beschichtete Strukturen zeigen sprödes Versagen insbesondere an den Strukturknoten (Abbildung 4.35 (c), (f)); bei der größten Struktur ist ein katastrophaleres Versagen beobachtbar als bei der kleine-

ren. Das Versagensverhalten der Strukturen mit einer Balkenlänge von 5 μm ist hierbei bemerkenswert. Für Strukturen wird im Allgemeinen Versagen an den Knoten beobachtet, nicht im Verlauf der Balken (Abschnitte 4.1.2 und 5.2 sowie [17,21,30,37,39,43,75,105]). Der Übergang von ausschließlichem Knotenversagen der Strukturen mit einer Balkenlänge von 5 μm zu einer Kombination aus Balken- und Knotenversagen könnte auf einer möglichen Formoptimierung der Knoten basieren [81]. Wie in Abbildung 4.36 (a), (b) zu erkennen, zeigen die Strukturen mit Inconel 600-Beschichtung eine Ausrundung der Knotenform durch die Metallbeschichtung, wodurch Spannungsspitzen reduziert werden könnten. Diese Ausrundung ist bei Strukturen mit 205 nm Aluminiumbeschichtung jedoch nicht zu beobachten, obwohl diese Strukturen ebenfalls Versagen im Verlauf der Strukturbalken aufweisen (Abbildung 4.35 (b)). Folglich werden die Strukturknoten offenbar durch die reine Metallbeschichtung bereits stabilisiert. Dies kann zu einem kombinierten Balken-Knoten-Versagensmechanismus führen. Durch FE Simulationen wurde von Valdevit *et al.* [133] gezeigt, dass die Festigkeit von Hohlstrukturen verbessert werden kann, indem das Materialvolumen im Knotenbereich vergrößert wird. Bei dicken Metallbeschichtungen (240 nm Inconel 600) zeigt die Kerbformoptimierung jedoch keinen Einfluss auf das Versagensverhalten, hier wird sprödes Versagen hauptsächlich an den Strukturknoten beobachtet (Abbildung 4.35 (c)). Ein solcher Übergang von duktilem zu sprödem Versagen wurde ebenfalls für metallische und keramische Hohlstrukturen mit zunehmender Wandstärke beobachtet [41,46,47]. Eine weitere Vernetzung der Polymerketten durch geeignete Wärmebehandlungen kann die spezifischen Festigkeiten von Strukturen erhöhen (siehe Abschnitt 6.1.1). In Abbildung 4.37 ist zu erkennen, dass die spezifische Festigkeit von Inconel 600-beschichteten Strukturen durch eine vorangegangene Wärmebehandlung und eine daraus resultierende Festigkeitserhöhung der polymeren Grundstruktur ebenfalls erhöht werden kann. Die spezifische Festigkeit einer polymeren WB-Struktur (200 °C/15 min) kann jedoch nicht erreicht werden, was auf die höhere Strukturichte infolge

der Metallbeschichtung sowie auf eine Veränderung des Versagensverhaltens im Vergleich zur metallbeschichteten OWB-Struktur zurückzuführen ist. Während die Inconel 600-beschichtete OWB-Struktur eine Kombination aus Knoten- und Balkenversagen zeigt (Abbildung 4.38 (a)), weist die Inconel 600-beschichtete WB-Struktur (200 °C/15 min) sprödes Versagen hauptsächlich an den Strukturknoten auf (Abbildung 4.38 (b)). Trotz einer Kerbformausrundung infolge der Metallbeschichtung (Abbildung 4.38 (c)) überwiegt das für polymere WB-Tetraederstrukturen beobachtete Versagen an den Strukturknoten (vergleiche Abschnitt 4.1.2, Abbildung 4.13 (f)).

Durch Metallbeschichtungen können die spezifischen Festigkeiten von Tetraederstrukturen folglich nur geringfügig erhöht werden. Die Stabilisierung und die beobachtete mögliche Kerbformoptimierung der Strukturknoten könnte jedoch eine Erhöhung der mechanischen Effizienz der Strukturen zur Folge haben, verbunden mit einer Verbesserung des Strukturverhaltens unter mehrmaliger Belastung sowie in Bezug auf die Energiedissipation [81]. Für HEA-beschichtete Strukturen wurde ein verbessertes Energiedissipationsvermögen beobachtet im Vergleich zu polymeren Strukturen [49]. Eine Erhöhung der Knotenfestigkeit durch die Metallbeschichtung spielt hierbei eine Rolle, eine mögliche Kerbformausrundung durch die HEA-Beschichtung wird jedoch nicht erwähnt [49].

6.3 Einfluss unterschiedlicher Belastungsarten

6.3.1 Dehnrateneffekte

Die OWB-Strukturen und WB-Strukturen (200 °C/15 min) zeigten eine geringe Dehnratenabhängigkeit (Abbildungen 5.1, A.7 und 5.2 sowie Tabelle A.19). Folglich dominiert das Strukturverhalten über das Materialverhalten, da im Allgemeinen die mechanischen Eigenschaften von Polymeren stark von der Belastungsgeschwindigkeit beeinflusst werden [134]. Eine frequenzabhängige Messung des Elastizitätsmoduls von IP-Dip (Abbil-

dung 4.9) ergab allerdings konstante Werte für unterschiedliche Messfrequenzen, insbesondere im Zustand mit stärkerer Polymerkettenvernetzung (vergleiche Abschnitt 6.1.1). Gegensätzlich dazu wurde für epoxidbasierte Duroplaste eine Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von der Belastungsgeschwindigkeit beobachtet, wobei diese Abhängigkeit auch bei unterschiedlichen Polymerkettenvernetzungen beobachtbar war [112]. Auch für den im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Fotolack IP-Dip wurde ein Einfluss der Belastungsgeschwindigkeit auf das Materialverhalten [116] sowie auf das Verhalten von zug- und biegedominierten Strukturen [117] beobachtet. Die Belastungsgeschwindigkeiten der erwähnten Untersuchungen variieren jedoch sehr stark, weshalb ein direkter Vergleich nur bedingt möglich ist. Lemma *et al.* [116] ermittelten ein geschwindigkeitsabhängiges Materialverhalten von IP-Dip bei 416 nm/s und 832 nm/s , womit folglich nur die geringe Belastungsrate mit den hier durchgeführten Messungen vergleichbar ist.

Die Unabhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit der aus IP-Dip hergestellten Strukturen kann auf die Dominanz des Strukturverhaltens zurückgeführt werden. Sowohl das Spannungs-Dehnungs-Verhalten als auch der Wert der Druckfestigkeit werden durch die 3D Mikroarchitektur bestimmt, nicht durch das Materialverhalten. Diese Beobachtung wurde auch für OWB- und WB-Strukturen gemacht, wobei ein geringerer Anstieg der Festigkeit aufgrund von Wärmebehandlungen beobachtet wurde als für Zugproben aus IP-Dip (vergleiche Abschnitt 6.1.1). Spannungsspitzen, welche in den Knotenbereichen der Strukturen auftreten, limitieren die Strukturfestigkeit. Für WB-Strukturen ist die Geschwindigkeitsabhängigkeit noch weniger ausgeprägt als für OWB-Strukturen (vergleiche Abbildung 5.2), was ebenfalls auf diesen Effekt zurückzuführen ist. Für OWB-Strukturen ist bei niedrigen Belastungsgeschwindigkeiten (vergleiche 20 nm/s und 100 nm/s) ein geringer Unterschied der Druckfestigkeit zu beobachten. Hier spielt folglich das Materialverhalten eine bedeutendere Rolle als bei höheren Geschwindigkeiten (vergleiche 100 nm/s und 500 nm/s) bzw. bei stärkerer Poly-

merkettensvernetzung (WB-Strukturen).

Druckversuche unter zyklischer Belastung wurden im Rahmen dieser Arbeit bei 500 nm/s durchgeführt (Abschnitt 5.2), was für die unterschiedlichen Strukturen zu unterschiedlichen Dehnraten führt. Aufgrund des geringen Einflusses der Belastungsgeschwindigkeit auf die mechanischen Eigenschaften der Strukturen, insbesondere zwischen 100 nm/s und 500 nm/s , ist ein Vergleich der unterschiedlichen Messungen jedoch unproblematisch.

6.3.2 Zyklische Belastung

Allgemeines Verhalten

Für WB-Tetraederstrukturen ($200^\circ\text{C}/15 \text{ min}$) wird in einem ersten Belastungszyklus elastisch-plastisches Verhalten bis zum Erreichen sowie einsetzendes Balkenknicken nach Erreichen der Druckfestigkeit beobachtet. Das einsetzende Balkenknicken ist deutlich in *in situ* Momentaufnahmen zu sehen (Abbildung 5.3). Eine starke Entfestigung zugdominierter Strukturen nach Erreichen der maximalen Druckfestigkeit aufgrund von Brüchen oder einsetzender plastischer Verformung durch Knicken wird auch von Ashby [10] beschrieben. Der erneute Druckspannungsanstieg für höhere Dehnungen ($\gtrsim 22\%$) ist auf eine lokale Komprimierung der Struktur zurückzuführen. Die lokale Komprimierung ist hierbei nicht zu verwechseln mit der Verdichtung der Struktur [105], welche erst bei höheren Dehnungen erfolgt (wie ebenfalls in [43] beschrieben). Eine lokale Komprimierung tritt aufgrund von lokal begrenzten, stärkeren Deformationen einzelner Strukturbereiche auf. In diesen Einzelbereichen kommen Strukturbalken in Kontakt zueinander, was zur lokalen Komprimierung und somit zu einem erneuten Anstieg der gemessenen Druckspannung führt [105]. Während der Entlastung zeigen die Tetraederstrukturen eine deutliche elastische Rückverformung. Dieses Verhalten kann ebenfalls in *in situ* Momentaufnahmen sowie an Spannungs-Dehnungs-Kurven beobachtet werden (Abbildungen 5.3 und 5.4). Durch viskoelastische Rückverformung polymerer Strukturen kann es

zu einer Überschätzung der verbleibenden Dehnungen kommen, wenn diese wie in Abschnitt 3.4.5 beschrieben anhand des Dehnungswerts bei Spannungsfreiheit nach Entlastung ermittelt werden [105]. Die *in situ* durchgeführten Druckversuche zeigten jedoch keine ausgeprägte viskoelastische Rückverformung [105]; das gering ausgeprägte viskoelastische Verhalten von IP-Dip und daraus hergestellten Strukturen kann auch durch die geringe Dehnratenabhängigkeit bestätigt werden (vergleiche Abschnitte 6.1.1 und 6.3.1). Idealerweise würde die abgeflachte Indenterspitze während der zyklischen Druckversuche den Kontakt mit der Struktur nicht verlieren, sondern die Bewegungsrichtung sofort umgekehren, wenn die Spannung den Wert Null erreicht. Viskoelastische Rückverformung der Strukturen würde somit keine Rolle bei der Ermittlung der verbleibenden Dehnung spielen, weshalb die verbleibenden Dehnungen auf die beschriebene Weise bestimmt wurden. Eine tatsächliche Durchführung der Experimente mit anhaltendem Kontakt zwischen Indenterspitze und Struktur war jedoch nicht möglich.

Die beschriebenen Beobachtungen können nur aufgrund der weggesteuert durchgeführten Druckversuche gemacht werden [105]. Unter Lastkontrolle würden eventuelle Instabilitäten in der Struktur zu einem frühzeitigen Versagen führen (vergleiche Abschnitt 4.1.2, Abbildung 4.10). Durch die Wegsteuerung kann das Strukturverhalten auch nach dem Einsetzen von Nachgiebigkeiten in der Struktur analysiert werden. Darüber hinaus ist mit der *in situ* Durchführung der Experimente im REM eine Untersuchung des Deformationsverhaltens der Strukturen möglich.

Die Belastungs- und Entlastungskurven der Druckversuche zeigen deutliche Hysteresekurven (Abbildungen 5.3 und 5.4), ein Zeichen für Energiedissipation. Bereits bei geringen Dehnungswerten wird Energie dissipiert, was anhand der ersten Belastungszyklen unter ansteigender zyklischer Belastung beobachtet werden kann (durchgezogene, rote Linien in Abbildung 5.3). Irreversible Prozesse und hierbei insbesondere Brüche in der Struktur führen zur deutlichen Verkleinerung der Hysteresekurve bei mehrmaliger Belastung zur maximalen Dehnung von $\sim 25\%$ (Abbildung 5.4) [105]. Die stärks-

te Verkleinerung der Hysteresekurve ist vom ersten zum zweiten Zyklus zu beobachten, was darauf hindeutet, dass die meisten Brüche in der Struktur im ersten Belastungszyklus erfolgen [105]. Dieses Verhalten wurde mit FE Simulationen bestätigt (Abbildung 5.21 (a), (b)). Für höhere Zyklenzahlen stabilisiert sich die Hysteresekurve, das heißt in jedem Zyklus wird eine vergleichbare Energiemenge dissipiert. Dieses Verhalten wurde auch für andere Strukturen beobachtet [43, 44, 60, 61]. Eine stärkere Verformung der Struktur während der ersten zehn Belastungszyklen im Vergleich zu den Zyklen 11–20 ist in *in situ* Momentaufnahmen zu sehen (Abbildung 5.4). Dies ist ebenfalls auf ein stärkeres Bruchverhalten während der ersten Zyklen im Vergleich zu späteren Zyklen zurückzuführen. Dennoch zeigt die WB-Tetraederstruktur eine sehr starke elastische Rückverformung nach 20 Belastungszyklen (Abbildung 5.4).

Wie in Abschnitt 2.3.2 beschrieben tragen unterschiedliche Mechanismen zur Energiedissipation in zellulären Materialien bei [8, 61]. Für die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Strukturen wird erwartet, dass Deformationsmechanismen mit Brüchen, plastischer Verformung sowie elastischem Knicken eine Rolle für die Energiedissipation spielen. Darüber hinaus können reibungsinduzierte Effekte beteiligt sein; zum einen zwischen Strukturbalken, welche bei hohen Dehnungswerten in Kontakt treten, zum anderen zwischen den Bruchoberflächen von Mikrorissen in den Strukturen. Diese beiden Effekte werden im Rahmen dieser Arbeit mit „makroskopischer Reibung“ (Reibung zwischen Strukturbalken) und „mikroskopischer Reibung“ (Reibung in Mikrorissen) bezeichnet. Intrinsische Materialdämpfung der verwendeten Vollmaterialien kann ebenfalls zur Energiedissipation beitragen. Eine viskose Dämpfung der umgebenden Luft kann im Rahmen dieser Arbeit ausgeschlossen werden, da alle Versuche im REM und folglich im Vakuum durchgeführt wurden. Auch gedämpfte Vibrationen hoher Frequenzen treten für die hier untersuchten Strukturen nicht auf; hierfür ist ein spezielles Design der zellulären Materialien notwendig, beispielsweise

se durch spezielle Knickelemente [62] oder durch Strukturen mit mehreren stabilen Konfigurationen [63].

Einfluss der 3D Mikroarchitektur

Für OWB-Strukturen und WB-Strukturen wurde eine sinkende spezifische dissipierte Energie \hat{U}_{diss} mit zunehmender Zyklenzahl für alle Strukturen beobachtet (Abbildungen 5.5 (a) und 5.8 (a)). Die Abnahme der \hat{U}_{diss} mit zunehmender Zyklenzahl kann auf irreversible Effekte in den Strukturen zurückgeführt werden, das heißt auf plastische Verformung sowie insbesondere auf Bruchvorgänge, die bereits während eines ersten Belastungszyklus auftreten [105]. Dieses Verhalten kann auf HIM-Aufnahmen der Strukturen nach einem und nach 20 Belastungszyklen erkannt werden (Abbildungen 5.7 und 5.10). Für alle Strukturen ist die \hat{U}_{diss} im ersten Belastungszyklus am größten und zeigt den stärksten Rückgang zum zweiten Belastungszyklus. Folglich findet der Hauptanteil irreversibler Prozesse während des ersten Belastungszyklus statt, wie auch mit FE Simulationen bestätigt wurde (Abbildung 5.21 (a), (b)). Die bei der Honigwabe zu beobachtende höchste \hat{U}_{diss} im Vergleich zu den anderen Strukturen ist eine Folge der höchsten Druckfestigkeit aufgrund der Belastungsrichtung ausgerichteten Materials; die niedrigsten Werte der \hat{U}_{diss} zeigen die hexagonalen Strukturen, welche die geringsten Festigkeiten aufweisen [105] (Abbildung 5.1 und [30, 37]).

Gegenläufig zum Absinken der \hat{U}_{diss} mit zunehmender Zyklenzahl steigt die bleibende Dehnung nach Entlastung der Strukturen an (Abbildungen 5.5 (b) und 5.8 (b)), wobei auch dieses Verhalten auf irreversiblen Vorgängen in den Strukturen mit plastischer Verformung sowie Bruchvorgängen beruht. Die dominierenden Versagensmechanismen der OWB- und WB-Strukturen sind lokales und globales Knicken oder Beulen von Strukturbauteilen oder -wänden sowie Brüche, insbesondere an Strukturknoten [105] (Abbildungen 5.6 und 5.9), was ein übereinstimmendes Verhalten mit den Beobachtungen in Ab-

schnitt 6.1.1 und in [30, 37] zeigt. Die WB-Strukturen zeigen hierbei mehr gebrochene Strukturknoten und ein stärkeres Schadensbild als die OWB-Strukturen (vergleiche Abbildung 5.7 mit Abbildung 5.10), wie auch in Abbildung 4.13 für OWB- und WB-Strukturen zu beobachten ist.

Die effektive Festigkeit σ_{eff}^* einer Tetraederstruktur kann mit der Festigkeit des verwendeten Vollmaterials σ_S berechnet werden zu [135]

$$\sigma_{\text{eff}}^* = \sigma_S \bar{\rho} \sin^2(\omega). \quad (6.1)$$

ω ist hierbei der eingeschlossene Winkel zwischen der Horizontalen und einem Strukturbalken des Tetraeders. Im Falle von gleich langen Strukturbalken gilt $\sin(\omega) = \sqrt{2/3}$ (wie für die untersuchten Tetraederstrukturen) [53]. Wird σ_{eff}^* nicht durch die Materialfestigkeit des Vollmaterials begrenzt, sondern versagt die Struktur aufgrund von elastischem Knicken der Strukturbalken, muss σ_S durch die Knickfestigkeit eines Strukturbalkens ersetzt werden, was zu

$$\sigma_{\text{eff,knicken}}^* = \frac{k^2 \pi^2}{8\sqrt{3}} E_S \bar{\rho}^2 \sin^3(\omega) \cos^2(\omega) \quad (6.2)$$

führt [136]. Der Faktor k beschreibt die Steifigkeit der Strukturbalken in Bezug zur Rotation, wobei $k = 1$ gelenkig verbundene Strukturbalken beschreibt und $k = 2$ fest verbundene. E_S ist der Elastizitätsmodul des verwendeten Vollmaterials, $\bar{\rho}$ die relative Dichte der Struktur und $\cos(\omega)$ beträgt $\sqrt{1/3}$ bei gleichlangen Strukturbalken [53]. Unter Verwendung von Gleichung 6.2 kann die effektive, elastische Knickfestigkeit der OWB-Tetraederstruktur abgeschätzt werden. Der Elastizitätsmodul der OWB-PtP-Zugstäbe wurde zu $\sim 0,65$ GPa ermittelt (Abbildung 4.8), was als unteres Limit des Werts des Elastizitätsmoduls zu betrachten ist, während der Elastizitätsmodul der frequenzabhängigen Messungen $\sim 4,1$ GPa beträgt (Tabelle 4.1). Die relative Dichte der Tetraederstruktur liegt bei 15,8 % (Tabelle A.3). Im Allgemeinen ist davon auszugehen, dass die Strukturbalken fest miteinander verbunden sind, d. h. $k = 2$. Globales Knicken ist in

Gleichung 6.2 allerdings nicht berücksichtigt, wodurch jedoch die Deformation einzelner Strukturbalken möglich ist [53]. Aus diesem Grund kann $k = 1$ ebenfalls als realistisch betrachtet werden. Unter Anwendung von fest verbundenen Strukturbalken ($k = 2$) liegen somit die Knickfestigkeiten bei $\sigma_{\text{eff,knicken}}^{*;0,65\text{ GPa}} = 8,4 \text{ MPa}$ für $E_S = 0,65 \text{ GPa}$ bzw. $\sigma_{\text{eff,knicken}}^{*;4,1\text{ GPa}} = 52,9 \text{ MPa}$ für $E_S = 4,1 \text{ GPa}$. Werden hingegen gelenkig verbundene Strukturbalken angenommen ($k = 1$), liegen die entsprechenden Knickfestigkeiten niedriger bei $\sigma_{\text{eff,knicken}}^{*;0,65\text{ GPa}} = 2,1 \text{ MPa}$ bzw. $\sigma_{\text{eff,knicken}}^{*;4,1\text{ GPa}} = 13,2 \text{ MPa}$. Beim Vergleich der einzelnen Werte der elastischen Knickfestigkeit wird deutlich, dass nur die Knickfestigkeiten unter Annahme des niedrigen Elastizitätsmoduls $E_S = 0,65 \text{ GPa}$ erreicht bzw. überschritten werden, nicht jedoch unter Annahme des höheren Elastizitätsmoduls $E_S = 4,1 \text{ GPa}$ (vergleiche Abbildungen 5.3 und 5.4). Da die mit den PtP-Experimenten ermittelten Elastizitätsmoduln voraussichtlich unterschätzt sind (vergleiche Abschnitt 6.1.1), wird somit nicht klar, ob die analytisch ermittelte Knickfestigkeit der OWB-Tetraederstrukturen tatsächlich erreicht wird. Aufgrund der *in situ* Beobachtungen der Druckversuche sowie der HIM-Aufnahmen, ist Knicken jedoch ein Versagensmechanismus der Strukturen [105]. Darüber hinaus zeigen die ausgeprägten Rückverformungen, dass elastische Verformungsmechanismen an der Deformation der Strukturen beteiligt sein müssen.

Die 3D Mikroarchitektur zeigt einen dominierenden Einfluss auf das Dissipationsverhalten der Strukturen [105], da für höhere Zyklenzahlen, das heißt für langfristige, zyklische Belastung, Strukturen mit optimierter Architektur (kubische Struktur, Tetraederstruktur) ein überlegenes Verhalten aufweisen. Die kubischen Strukturen und die Tetraederstrukturen zeigen eine geringere Abnahme der \hat{U}_{diss} über alle 20 Zyklen als die hexagonalen Strukturen und die Honigwabenstrukturen (Tabelle A.20). Der dominierende Einfluss der 3D Mikroarchitektur auf das Dissipationsverhalten steht im Gegensatz zum Verhalten der Strukturfestigkeit und -steifigkeit. Ein übergeordneter Einfluss der relativen Dichte gegenüber den Details einer biege- oder zugdominierten Architektur wurde für die Festigkeit und -steifigkeit

von Strukturen ermittelt [66]. Krödel *et al.* [117] zeigten für biege- und zugdominierte Strukturen aus IP-Dip eine geringe Skalierung des Verlustfaktors mit der Strukturichte, jedoch einen starken Einfluss der maximalen Dehnung. Die Honigwaben werden zur höchsten maximalen Dehnung belastet und weisen die höchste akkumulierte \hat{U}_{diss} auf, jedoch zeigen sie ein schlechteres Verhalten für langfristige, zyklische Belastung. Diese Beobachtungen zeigen erneut die Dominanz der spezifischen Architektur auf das Dissipationsverhalten der Strukturen. Auch für die verbleibende Dehnung und folglich die elastische Rückverformung der Strukturen spielt die 3D Mikroarchitektur eine Rolle [105] (Abbildungen 5.5 (b) und 5.8 (b)). Insbesondere bei den WB-Strukturen werden für die Honigwabenstruktur und die hexagonale Struktur deutlich höhere verbleibende Dehnungen normiert auf die maximale Dehnung beobachtet als bei der kubischen Struktur und der Tetraederstruktur. Dieses Verhalten ist auf ein ausgeprägteres Bruchverhalten der Honigwabe und der hexagonalen Struktur insbesondere während des ersten Belastungszyklus im Vergleich zu der kubischen Struktur und der Tetraederstruktur zurückzuführen (Abbildungen 5.7 (a)–(d) und 5.10 (a)–(d)). Auch im maximal belasteten Zustand (Abbildungen 5.6 und 5.9) kann ein stärkeres Versagen der Honigwabe und der hexagonalen Struktur beobachtet werden. Beim Vergleich der beiden optimierten Architekturen der OWB-Strukturen zeigt die Tetraederstruktur ein überlegenes Verhalten unter zyklischer Belastung gegenüber der kubischen Struktur. Diese Überlegenheit zeigt sich durch den höheren Verlustkoeffizienten, die höhere normierte \hat{U}_{diss} sowie die geringste normierte bleibende Dehnung (vergleiche Tabelle A.20). Darüber hinaus ist die kubische Struktur nach 20 Zyklen stärker beschädigt als die Tetraederstruktur (vergleiche Abbildung 5.7 (g) mit (h)) [105].

Die Beteiligung elastischer Prozesse an der Energiedissipation sowie das Rückverformungsvermögen der Strukturen nach Überschreiten der Druckfestigkeit kann anhand der Druckversuche unter ansteigender zyklischer Belastung beobachtet werden (Abbildungen 5.18 und 5.19). Bevor die dis-

sierte Energie die elastische Energie überschreitet, ist davon auszugehen, dass auch elastische Prozesse an der Energiedissipation beteiligt sind. In bereits verformten oder gebrochenen Strukturen ist nur eine geringe elastische Rückverformung möglich, falls die dissipierte Energie zeitgleich mit Erreichen der Druckfestigkeit die elastische Energie überschreitet [105] oder sogar bereits in einem früheren Belastungszyklus (OWB-Strukturen, WB-Honigwaben). Im Gegensatz dazu weist ein Überschreiten der elastischen durch die dissipierte Energie in höheren Zyklen nach Erreichen der Druckfestigkeit darauf hin, dass elastische Rückverformung auch nach Einsetzen des Strukturversagens noch möglich ist [105] (WB-Strukturen: hexagonal, kubisch, Tetraeder). Die Honigwabenstruktur zeigt einen übergeordneten Einfluss irreversibler Prozesse an der Energiedissipation, da die elastische Energie nur geringe Werte aufweist und die dissipierte Energie die elastische Energie bereits vor dem Erreichen der Druckfestigkeit überschreitet (Abbildungen 5.18 und 5.19). Darüber hinaus sinkt die \hat{U}_{diss} nach dem Überschreiten der Druckfestigkeit und somit nach einsetzender Entfestigung durch Beulen und Auseinanderbrechen der Strukturwände. Auch die hexagonale Struktur zeigt einen hohen Anteil irreversibler Prozesse an der Energiedissipation, da die elastische Energie bereits bei geringen Dehnungswerten durch die dissipierte Energie überschritten wird. Energiedissipation durch makroskopische Reibung kann hier durch die erneut ansteigenden \hat{U}_{diss} für höhere Dehnungswerte ($\gtrsim 12\text{--}17\%$) erkannt werden. Aufgrund des ausgeprägten globalen und lokalen Knickens der hexagonalen Strukturen wird eine starke lokale Komprimierung der Strukturen beobachtet (Abbildungen A.9 (a) und A.10 (b)), d. h. Strukturbalken kommen in Kontakt und können durch Reibung Energie dissipieren.

Verglichen mit der Literatur [62, 137, 138] erreichen die Strukturen sowohl höhere als auch geringere Werte der \hat{U}_{diss} . Für epoxidbasierter Nanostrukturen wurde die Energiedissipation auf plastische Scherung zurückgeführt [137, 138], wodurch höhere \hat{U}_{diss} von 310–370 kJ/kg erreicht wurden [138]. Infolge einer hohen Dehnung während der Druckversuche ist je-

doch eine Rückverformung und somit eine erneute Energiedissipation nicht möglich [138]. Darüber hinaus weisen die Nanostrukturen eine geringere Porosität als die hier untersuchten Strukturen auf (30–40 %) [138]. Strukturen mit speziell entworfenen Knickelementen zeigen pro Belastungszyklus geringere Werte der \hat{U}_{diss} (0,15 kJ/kg) [62]. Aufgrund des Dissipationsmechanismus einer gedämpften Vibration der Knickelemente ist jedoch eine wiederholte und konstante Energiedissipation in weiteren Zyklen möglich [62].

Einfluss der Basismaterialien

Höhere spezifische Festigkeiten und Steifigkeiten im Vergleich zu OWB-Strukturen werden sowohl durch eine Wärmebehandlung als auch durch eine Al_2O_3 -Beschichtung im Anschluss an den 3D-DLW Prozess erzielt (Abschnitt 5.2.2). Die Relevanz der Parameter des zusätzlichen Prozessschrittes, in diesem Fall des ALD-Prozesses, wird hierbei deutlich [105], da der Anstieg der spezifischen Festigkeit und Steifigkeit durch die Al_2O_3 -Beschichtung stärker ausgeprägt ist als in früheren Untersuchungen [37, 39] (vergleiche auch Abbildung 6.3). Die untersuchten Tetraederstrukturen wurden im Rahmen dieser Arbeit bei 130 °C mit Al_2O_3 beschichtet, in vorherigen Untersuchungen erfolgte die Beschichtung bei 90 °C oder 250 °C (vergleiche Tabelle 3.1). Zusätzlich können auch die mechanischen Eigenschaften des Polymers je nach verwendeter Charge des Fotolacks variieren [105] (vergleiche auch Abschnitt 6.1.2). Nach einsetzendem Strukturversagen spielt die spezifische Dicke der Al_2O_3 -Beschichtung nur eine untergeordnete Rolle für die Strukturfestigkeit, wie anhand der überlappenden Spannungs-Dehnungs-Kurven des ersten Belastungszyklus bei Dehnungen $\gtrsim 18\%$ sowie des 10. Belastungszyklus zu erkennen ist (Abbildung 5.11 (b)).

Das Deformations- und Schädigungsverhalten wird wesentlich durch die mechanischen Eigenschaften der Basismaterialien beeinflusst [105], wie in den Abbildungen 5.12 (a)–(d) und 5.13 zu erkennen ist. WB-Strukturen

zeigen nach einem Belastungszyklus deutlich mehr gebrochene Strukturknoten als OWB-Strukturen, die Al_2O_3 -beschichteten Strukturen zeigen sprödes, katastrophales Versagen. Das deutlich ausgeprägtere Bruchverhalten der WB-Strukturen und Al_2O_3 -beschichteten Strukturen führt zu dem stärker entfestigenden Verhalten der Strukturen im ersten Belastungszyklus im Vergleich zu den OWB-Strukturen [105] (Abbildung 5.11). Handelt es sich beim Hauptverformungsmechanismus der Struktur um Balkenknicken, wie für die OWB-Struktur zu beobachten, wird eine sehr gleichförmige Deformation der gesamten Struktur beobachtet [105] (Abbildung 5.13 (a)). Im Gegensatz dazu weisen Bereiche mit bereits gebrochenen Strukturanteilen eine stärkere Verformung auf als noch intakte Bereiche, d. h. die Verformung begrenzt sich auf bereits zerstörte Strukturanteile [105]. Infolgedessen kommen Strukturbalken bereits bei geringeren Dehnungen in Kontakt, was zu einer lokalen Komprimierung der Strukturen führt und somit zu einem erneuten Druckspannungsanstieg. Dieses Verhalten wird für WB-Tetraederstrukturen und Al_2O_3 -beschichtete Tetraederstrukturen beobachtet (Abbildungen 5.11 und 5.13 (b)–(d)).

Die unterschiedliche Entwicklung der \hat{U}_{diss} der Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien bei zunehmender Zyklenzahl (Abbildung 5.14 (a)) spiegelt ebenfalls die unterschiedlichen Festigkeiten sowie Deformations- und Schädigungsverhalten wider [105]. Zusätzlich können basierend auf diesen Beobachtungen die dominierenden Dissipationsmechanismen bei der Belastung ermittelt werden. Die höchste \hat{U}_{diss} im ersten Belastungszyklus wird aufgrund der hohen Festigkeiten von den Al_2O_3 -beschichteten Strukturen erreicht und durch die zahlreichen Bruchvorgänge dissipiert. Wegen dieses katastrophalen Strukturversagens (Abbildung 5.12 (c), (d)) werden in weiteren Zyklen jedoch geringere Energiewerte dissipiert als von polymeren Strukturen und eine geringere akkumulierte \hat{U}_{diss} erreicht. Nach 20 Belastungszyklen ist keine deutliche Verstärkung des Schadensbilds Al_2O_3 -beschichteter Strukturen zu beobachten (Abbildung 5.12 (g), (h)), das heißt der Einfluss weiterer Bruchvorgänge zur Ener-

giedissipation ist nach dem ersten Zyklus sehr gering [105]. Auch plastische Verformung spielt für die Energiedissipation eine untergeordnete Rolle, aufgrund des spröden Versagens. Im Anschluss an den ersten Belastungszyklus ist von einer übergeordneten Rolle makroskopischer Reibung, d. h. Reibung zwischen gebrochenen Strukturbalken, an der Energiedissipation von Al_2O_3 -beschichteten Strukturen auszugehen. Wegen des katastrophalen Versagens während des ersten Belastungszyklus ist die Energiedissipation in folgenden Zyklen jedoch nicht mehr auf das tatsächliche Strukturverhalten zurückzuführen [105]. Al_2O_3 -beschichtete Strukturen können folglich nicht zu höheren Dehnungen als ihrer Bruchdehnung ($\gtrsim 10\%$) zyklisch belastet werden [105]. Aufgrund des sukzessiven Strukturversagens polymerer Strukturen wird ein gleichmäßigerer Rückgang der \dot{U}_{diss} mit zunehmender Zyklenzahl beobachtet. Die Wärmebehandlung beeinflusst die gemessenen Werte nur geringfügig, wobei diese geringe Differenz auf der höheren Festigkeit der WB-Strukturen (Abbildung 5.11) bei gleichzeitig ausgeprägterer elastischer Rückverformung (Abbildung 5.14 (b)) beruht, d. h. die elastisch gespeicherte Energie leistet bei WB-Strukturen einen höheren Beitrag zur Energiedissipation [105]. Das Schadensbild der polymeren Strukturen zeigt nach 20 Belastungszyklen eine stärkere Ausprägung als nach einem Zyklus (Abbildung 5.12 (a), (b), (e), (f)). Folglich wird Energie im ersten sowie in weiteren Belastungszyklen neben elastischen durch irreversible Prozesse dissipiert [105]. Aufgrund der beobachteten lokalen Verdichtung der WB-Strukturen bereits im ersten Belastungszyklus ist für diese Strukturen ebenfalls von einer Dissipation durch makroskopische Reibung auszugehen.

WB-Tetraederstrukturen zeigen einen spezifischen Deformationsmechanismus, welcher durch einen Vergleich der bleibenden Dehnungen (Abbildung 5.14 (b)) mit den Struktursteifigkeiten (Abbildung 5.16) analysiert werden kann. Die bessere elastische Rückverformung der WB-Strukturen im Vergleich zu den OWB-Strukturen (Abbildung 5.15) steht in einem scheinbaren Widerspruch zum ausgeprägteren Steifigkeitsverlust der WB-Strukturen unter zyklischer Belastung. Konkurrierende Einflüsse des Basis-

materials sowie der Struktur sind hierfür verantwortlich [105]. Der Elastizitätsmodul des Basismaterials der WB-Tetraederstruktur ist infolge der thermisch induzierten stärkeren Polymerkettenvernetzung höher als der des OWB-Basismaterials (vergleiche Abschnitt 6.1.1), wodurch ebenfalls die Struktursteifigkeit im ungetesteten Zustand höher ist [105]. Knicken wurde für die OWB-Strukturen als Hauptversagensmechanismus identifiziert, wobei auch nach 20 Belastungszyklen deutlich geknickte Strukturbalken und wenig gebrochene Knoten zu erkennen sind (Abbildung 6.8 (a)). WB-Strukturen weisen bereits nach einem Belastungszyklus (Abbildung 5.12 (b)), jedoch insbesondere nach 20 Belastungszyklen eine Vielzahl gebrochener Strukturknoten auf (Abbildung 6.8 (b)). Wegen des vorherrschenden Mechanismus der Knotenbrüche im Vergleich zu Balkenknicken sinkt die Struktursteifigkeit der WB-Strukturen deutlich schneller ab und liegt somit nach drei Belastungszyklen unterhalb der der OWB-Strukturen (Abbildung 5.16). Plastisch verformte Strukturbalken leisten keinen Beitrag zur elastischen Rückverformung der Strukturen, darüber hinaus ist die elastische Rückverformung geknickter Strukturbalken ein zeitabhängiger Prozess. Aus diesem Grund weisen die bleibenden Dehungen der OWB-Strukturen bei zyklischer Belastung hohe Werte auf [105]. Die ausgeprägte und schnelle elastische Rückverformung der WB-Strukturen ist auf eine Rotation einseitig gebrochener Strukturbalken um intakte Strukturknoten zurückzuführen [105]. Eine schematische Darstellung dieses Deformationsprozesses, basierend auf *in situ* Momentaufnahmen ist in Abbildung 6.8 (c) zu sehen. Die Rückstellkraft einer Feder F_R kann mit der Federsteifigkeit k sowie der Verschiebung u zu

$$F_R = -k \cdot u \quad (6.3)$$

berechnet werden [139]. Folglich führt der höhere Elastizitätsmodul des WB-Basismaterials (vergleichbar zur Federsteifigkeit k) zu einer höheren Rückstellkraft des Materials im Vergleich zum OWB-Basismaterial [105].

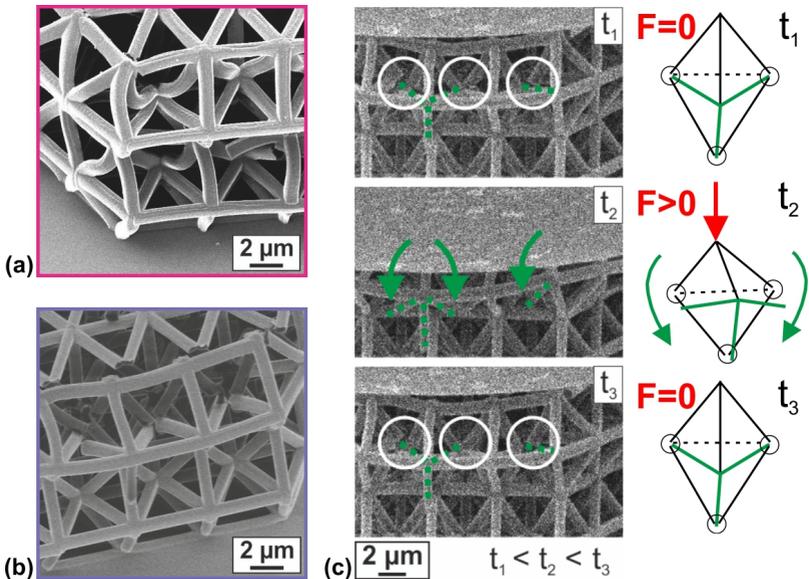


Abb. 6.8: Unterschiedliche Deformationsprozesse der polymeren Tetraederstrukturen. HIM-Aufnahmen nach 20 Belastungszyklen sind in (a) für eine OWB-Tetraederstruktur sowie in (b) für eine WB-Tetraederstruktur (200 °C/15 min) dargestellt. Die OWB-Struktur zeigt geknickte Strukturbecken sowie wenig gebrochene Strukturknoten, während eine Vielzahl gebrochener Strukturknoten in der WB-Struktur zu erkennen sind. (c) *In situ* Momentaufnahmen einer WB-Tetraederstruktur sowie schematische Darstellungen eines Strukturabschnitts zur Visualisierung der Balkenrotation um intakte Strukturknoten. Rotierende Strukturbecken sind in grün dargestellt, gebrochene Knoten sind durch weiße Kreise markiert. In Anlehnung an [105].

Aus diesem Grund ist von einer ausgeprägteren Rückverformung elastisch verformter Balken in WB-Strukturen im Vergleich zu OWB-Strukturen auszugehen [105], was wiederum zu den geringeren bleibenden Dehnungen der WB-Strukturen beiträgt. Bei den Al_2O_3 -beschichteten Strukturen ist aufgrund des spröden Versagens von einem Deformations- sowie Rückverformungsprozess basierend auf der beschriebenen Balkenrotation um intakte Strukturknoten nicht auszugehen [105]. Das konstante und relativ hohe Niveau der Struktursteifigkeit der Al_2O_3 -beschichteten Strukturen ab dem

zweiten Belastungszyklus (Abbildung 5.16) basiert auf der Belastung intakter Teile der steifen Struktur [105]. Diese zeigen nur wenig Änderungen während des Be- und Entlastens, da die Deformation und das Versagen in den bereits zerstörten Strukturbereichen lokalisiert bleibt (vergleiche auch Abbildung 5.12 (c), (d) mit (g), (h)).

In der Literatur wurde eine exzellente Rückverformung mit sehr kleinen bleibenden Dehnungen für keramische und metallische Hohlstrukturen nach einer Belastung zu $\leq 50\%$ Dehnung beschrieben [41–44, 60, 61]. Dieses Verhalten wurde auf ein geringes Verhältnis aus Wandstärke und Balkendurchmesser der hohlen Strukturbalken zurückgeführt, welches spezielle Deformationsmechanismen ermöglicht. Diese Deformationsmechanismen sind jedoch nur bei einer sehr geringen Dichte möglich und basieren auf einem kritischen Verhältnis $(t/d)_{\text{krit}}$ aus Schichtdicke t und Balkendurchmesser bzw. Hauptachsenlänge eines elliptischen Balkens d [41, 42, 44]. Hierarchische, polymere Strukturen aus IP-Dip weisen bleibende Dehnungen von $\sim 10\text{--}25\%$ nach einer Druckbelastung zu $\leq 50\%$ Dehnung auf; der Grund sind bleibende plastische Verformungen geknickter Strukturbalken [60]. Diese Untersuchungen sind in guter Übereinstimmung mit den ermittelten bleibenden Dehnungen der OWB-Tetraederstrukturen unter zyklischer Belastung [105] und den beobachteten geknickten Strukturbalken (Abbildung 6.8 (a)). Al_2O_3 -beschichtete Tetraederstrukturen zeigen vergleichbare bleibende Dehnungen unabhängig von der Schichtdicke (Abbildung 5.14 (b)). Im Gegensatz dazu zeigten die untersuchten metallbeschichteten Tetraederstrukturen einen Einfluss der Metallschichtdicke auf die maximale Dehnung bis zum Bruch sowie auf das Bruchverhalten der Strukturen (Abschnitt 4.2, Abbildungen 4.33 (a) und 4.35). Auch für keramische und metallische Hohlstrukturen [41, 46, 47] sowie für HEA-beschichtete Strukturen [49] wurde ein Einfluss der Wandstärke auf das Versagenverhalten und die Rückverformung beobachtet. Dünne Wandstärken bzw. Metallbeschichtungen ermöglichen elastische Verformungsprozesse und ausgeprägte Rückverformung, während Bruchvorgänge die Rückverformung bei

dickeren Schichten verringern bzw. unterdrücken [41, 46, 47, 49]. Polymer- Al_2O_3 Kompositstrukturen mit 10 nm Al_2O_3 -Beschichtung versagen jedoch ebenso spröde wie mit 100 nm (Abbildung 5.13 (c), (d)). Spannungsspitzen an den Strukturknoten induzieren Bruchvorgänge, welche vom Polymermaterial nicht aufgenommen werden können (vergleiche Abbildung 6.1). Zusätzlich wird durch die ALD-Beschichtung bei 130 °C eine unvermeidbare Wärmebehandlung des Polymers erzeugt, wodurch bereits ein spröderes Versagen an Strukturknoten der Polymerstrukturen induziert wird (vergleiche Abschnitt 6.1.1).

Die ermittelten Verlustkoeffizienten der Tetraederstrukturen zeigen vergleichbare Werte wie die von Nickel-Hohlstrukturen [43, 44, 61] und HEA-beschichteten Strukturen [49], wie in Abbildung 6.9 zu erkennen ist. Diese Beobachtung ist bemerkenswert, da ein gutes Energiedissipationsvermögen bislang für metallische Hohlstrukturen mit sehr geringer Dichte beobachtet wurde, wobei die Strukturen gleichzeitig nur geringe Festigkeiten erzielten [16, 17, 43, 44, 61]. Auch HEA-beschichtete Strukturen erreichen geringere Festigkeiten [49] als die untersuchten Tetraederstrukturen. Die Verlustkoeffizienten der Tetraederstrukturen liegen nach 20 Belastungszyklen immer noch bei $\gtrsim 0,4$. Die relative Dichte der Strukturen ($\sim 10\text{--}28\%$) ist deutlich höher als die der metallischen Hohlstrukturen und vergleichbar zu den HEA-beschichteten. Dies führt jedoch ebenfalls zu hohen Maximalspannungen (siehe Abbildungen 5.11 und 6.3). Die höheren Verlustkoeffizienten der Ni-Hohlstrukturen in den ersten Belastungszyklen wurden auf Bruchvorgänge zurückgeführt [43, 61], was die sehr hohen Verlustkoeffizienten der Al_2O_3 -beschichteten Tetraederstrukturen im ersten Belastungszyklus bestätigt. In weiteren Belastungszyklen werden die Verlustkoeffizienten von Ni-Hohlstrukturen hauptsächlich auf elastische und rückverformende Prozesse zurückgeführt [44]. Für polymere Tetraederstrukturen ist mit Bruchvorgängen in allen 20 Zyklen zu rechnen, wodurch die höheren Verlustkoeffizienten erreicht werden können [105].

Der stärkste Steifigkeitsrückgang der WB-Tetraederstrukturen erfolgt vom

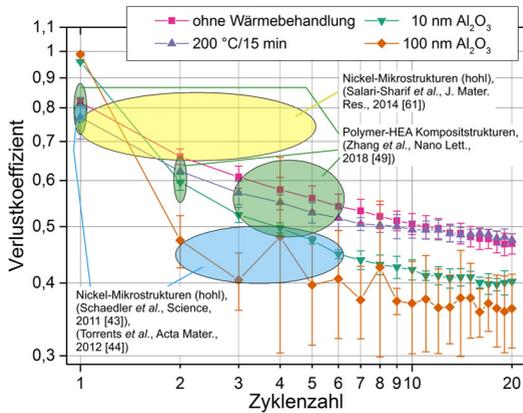


Abb. 6.9: Verlustkoeffizienten der Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien (OWB-Strukturen, WB-Strukturen (200 °C/15 min), mit 10 nm und mit 100 nm Al₂O₃-Beschichtung) als Funktion der Zykluszahl (20 Zyklen bis zu 5 μ m Verschiebung) sowie vergleichend dazu Literaturwerte von Nickel-Hohlstrukturen [43, 44, 61] und Polymer-HEA Kompositstrukturen [49]. Es sind gemittelte Werte von drei Tests (OWB-, WB-Strukturen) bzw. zwei Tests (10 nm, 100 nm Al₂O₃-Beschichtung) angegeben, die Fehlerbalken repräsentieren die Standardabweichung der Einzeltests. In Anlehnung an [105].

ersten zum zweiten Belastungszyklus (Abbildung 5.16) und ist verbunden mit ausgeprägtem Knotenbrechen, wie mit FE Simulationen gezeigt wurde (Abbildung 5.21 (a), (b)). Eine exakte Bestimmung der Anzahl gebrochener Strukturbalken bzw. Strukturknoten ist mit den durchgeführten einfachen FE Simulationen nicht möglich. Es wurden keine plastischen Effekte berücksichtigt und horizontale Balken der Struktur sowie alle Strukturknoten waren weiterhin intakt. Das Ausmaß des Strukturversagens kann jedoch abgeschätzt und dessen Veränderung von Zyklus zu Zyklus analysiert werden. Die simulativ nachgewiesene Vielzahl von energiedissipierenden Bruchvorgängen in der Struktur führt zur höchsten \hat{U}_{diss} im ersten Belastungszyklus (Abbildung 5.16 (a)) [105]. In weiteren Zyklen müssen in der FE Simulation weniger Balken gelöscht werden, um den experimentell ermittelten Steifigkeitsrückgang abzubilden und es wird sukzessive weniger En-

ergie dissipiert, wodurch die Bedeutung der Bruchvorgänge an der Menge der dissipierten Energie hervorgehoben wird. Die Struktursteifigkeit wird durch eine geringe Anzahl gebrochener Strukturknoten nicht beeinflusst. Geometrische Nichtlinearitäten wie Balkenknicken treten jedoch bereits bei geringeren Belastungen auf, wodurch die Festigkeit der Strukturen beeinflusst wird. Unter ansteigender zyklischer Belastung ist mit einem stärkeren Strukturversagen zu rechnen als unter monotoner Belastung zu $5\ \mu\text{m}$ Verschiebung (Abbildung 5.21 (c), (d)). In der FE Simulation müssen mehr Balken gelöscht werden als im zweiten Belastungszyklus unter zyklischer Belastung. Darüber hinaus werden unter ansteigender zyklischer Belastung höhere akkumulierte Energiewerte dissipiert als unter einmaliger monotoner Belastung (Abbildungen 5.20 und 5.14 (a)). Diese Beobachtungen zeigen, dass unter ansteigender zyklischer Belastung voraussichtlich mehr Energie bei geringen Dehnungswerten durch reversible Prozesse dissipiert werden kann [105] und gleichzeitig mehr Energie durch Bruchvorgänge bei höheren Dehnungen, insbesondere in den WB-Strukturen, dissipiert wird.

WB-Tetraederstrukturen weisen ein überlegenes Energiedissipationsvermögen gegenüber den Tetraederstrukturen mit anderen Basismaterialien auf, was auf mehrere Mechanismen zurückgeführt wird. (i) Die WB-Tetraederstrukturen zeigen eine höhere Bruchdehnung als die übrigen Tetraederstrukturen sowie gleichzeitig eine höhere Struktursteifigkeit und Festigkeit im Vergleich zur OWB-Struktur bei einmaliger Belastung zu $5\ \mu\text{m}$ (Abbildung 5.11). (ii) Die elastische Energie ist auch nach Erreichen der Druckfestigkeit zunächst größer als die dissipierte Energie (Abbildung 5.20) als Folge der ausgeprägten elastischen Rückverformung der Strukturen (Abbildung 5.14 (b)). (iii) Die WB-Tetraederstrukturen weisen für große Dehnungswerte höhere \hat{U}_{diss} auf als die übrigen Tetraederstrukturen (Abbildung 5.20) und erreichen die höchsten akkumulierten \hat{U}_{diss} unter zyklischer Belastung (Abbildung 5.14 (a)). Folglich sind auch nach einsetzender Entfestigung und einsetzendem Strukturversagen noch Dissipationsmechanismen aktiv.

Dissipationsmechanismen

Für alle untersuchten Strukturen, sowohl mit unterschiedlicher 3D Mikroarchitektur als auch aus unterschiedlichen Basismaterialien wurde die höchste dissipierte Energie während des ersten Belastungszyklus beobachtet mit einem starken Rückgang zum zweiten Zyklus. Der Anteil irreversibler Effekte an der Energiedissipation, das heißt der Anteil plastischer Deformationen und Bruchvorgängen in den Strukturen, kann anhand des Unterschieds zwischen der Energiedissipation des ersten Belastungszyklus sowie eines konstanten Plateauwerts ermittelt werden [61]. Folglich ist für alle untersuchten Strukturen der Anteil irreversibler Effekte an der Energiedissipation groß, insbesondere während des ersten Belastungszyklus. Dies ist auf die gewählte maximale Dehnung der Druckexperimente zurückzuführen, die die Dehnung, bei welcher Knicken und Bruchvorgänge auftreten für alle untersuchten Strukturen überschreitet (Abschnitt 5.2.2). Insbesondere für die OWB-Honigwabenstrukturen wird kein Plateauwert erreicht, was darauf hindeutet, dass Brüche und plastische Deformationen in allen 20 Zyklen an der Energiedissipation beteiligt sind [105]. Die übrigen OWB-Strukturen, alle WB-Strukturen sowie die Al_2O_3 -beschichteten Tetraederstrukturen zeigen einen konstanteren Verlauf der dissipierten Energie für höhere Belastungszyklen, in Folge einer stärkeren Beteiligung anderer Dissipationsmechanismen [105].

Weitere beteiligte Mechanismen an der Energiedissipation der untersuchten Strukturen sind elastisches Knicken, makroskopische Reibung, mikroskopische Reibung sowie intrinsische Materialdämpfung. Zu einem gewissen Anteil kann elastisches Knicken für alle Strukturen und Materialkombinationen an der Energiedissipation beteiligt sein [105]. Für die polymeren Strukturen ist jedoch von einem stärkeren Beitrag auszugehen, da eine stärkere Rückverformung erreicht wird (Abbildung 5.14 (b)) und globales und lokales Knicken ein beteiligter Deformationsmechanismus ist (Abbildungen 5.6 und 5.9).

Makroskopische Reibung spielt bei Strukturen, welche bereits im ersten Belastungszyklus lokale Komprimierung aufweisen eine bedeutendere Rolle für die Energiedissipation als bei Strukturen ohne ausgeprägte lokale Komprimierung. In polymeren Strukturen tritt die makroskopische Reibung zwischen geknickten Strukturbalken und zwischen Balken in Bereichen mit gebrochenen Strukturknoten auf [105]. Für die Al_2O_3 -beschichteten Tetraederstrukturen ist die makroskopische Reibung ab dem zweiten Belastungszyklus voraussichtlich der hauptsächliche Dissipationsmechanismus [105], da ab diesem Zyklus keine weiteren ausgeprägten Bruchvorgänge beobachtet werden (vergleiche Abbildung 5.12 (c), (d) mit (g), (h)). Die Energiedissipation ab diesem Zyklus kann jedoch aufgrund des katastrophalen Versagens der Strukturen nicht mehr als tatsächliches Strukturverhalten gewertet werden, da nur noch bereits zerbrochene Strukturanteile belastet werden [105].

Mikroskopische Reibung tritt zwischen den Bruchoberflächen von Mikrorissen auf. Es ist davon auszugehen, dass Mikrorisse in den untersuchten Strukturen vorhanden sind, wodurch mikroskopische Reibung an der Energiedissipation beteiligt ist [105]. Für Al_2O_3 -beschichtete Strukturen ist jedoch als Folge des katastrophalen Versagens der Anteil dieses Dissipationsmechanismus als vernachlässigbar zu betrachten [105]. In den polymeren Strukturen ist ein Auftreten von Mikrorissen in geknickten Balken und in partiell gebrochenen Knoten wahrscheinlich [105]. Eine genauere Untersuchung dieses Dissipationsmechanismus erfolgte im Rahmen dieser Arbeit nicht. Um Mikrorisse in den Strukturen untersuchen zu können, ist eine höhere Auflösung der *in situ* Untersuchungen notwendig. Mit der 3D Röntgentomografie konnten beispielsweise Mikroporen im Knotenbereich von polymeren Tetraederstrukturen abgebildet werden [140].

Polymere, insbesondere Elastomere, haben im Allgemeinen eine gute intrinsische Materialdämpfung [1]. Da IP-Dip jedoch ein epoxidbasiertes Polymer ist, ist die intrinsische Dämpfung bereits deutlich geringer [1]. Die intrinsische Dämpfung in Polymeren basiert auf einem gegenseitigen Ab-

gleiten von Polymerkettensegmenten [1]. Da angenommen wird, dass die Wärmebehandlung den Vernetzungsgrad der Polymerketten in IP-Dip erhöht (Abschnitt 6.1.1), wird das Abgleiten von Kettensegmenten erschwert, wodurch sich die Dämpfungseigenschaften weiter verschlechtern [105]. Aufgrund der angenommenen geringeren Polymerkettenvernetzung in den OWB-Strukturen ist hier mit einem stärkeren Anteil der intrinsischen Materialdämpfung zu rechnen. Keramische Materialien und somit auch Aluminiumoxid, besitzen im Allgemeinen eine schlechte intrinsische Materialdämpfung [1]. Für die Al_2O_3 -beschichteten Tetraederstrukturen ist folglich nur mit einem sehr geringen Anteil der intrinsischen Materialdämpfung zu rechnen [105], da zusätzlich während der ALD-Beschichtung eine unvermeidbare Wärmebehandlung der Tetraederstrukturen erfolgt [105].

Die Anteile der unterschiedlichen Dissipationsmechanismen an der Gesamtenergiedissipation wurden anhand der Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien abgeschätzt. In Abbildung 6.10 sind Spannungs-Dehnungs-Kurven der individuellen Zyklen der Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien dargestellt, wobei die einzelnen Zyklen farblich markiert sind. Die Belastungszyklen vor Erreichen der Druckfestigkeit der Struktur (Bereich 1), sind mit roten, durchgezogenen Linien dargestellt. Belastungszyklen in welchen lokale Komprimierung der Strukturen zu beobachten ist (Bereich 3), sind mit grüne Strich-Punkt-Linien dargestellt. Der dazwischenliegende Bereich 2 wird durch gestrichelte, blaue Linien markiert. Die Zuordnung der einzelnen Zyklen zu diesen drei Bereichen variiert zwischen den einzelnen Strukturen. Die polymeren Strukturen weisen eine Zuordnung von mehr Zyklen zu Bereich 2 auf als die Al_2O_3 -beschichteten Strukturen. Diese zeigen wiederum eine stärkere Beteiligung individueller Zyklen zu Bereich 3, da die Druckfestigkeit bei geringeren Dehnungswerten erreicht wird und ausgeprägte lokale Komprimierung nach sprödem Versagen beobachtet wird. In Bereich 1 weist die WB-Tetraederstruktur die meisten Zyklen auf (vier zugeordnete Zyklen). Die charakteristischen Werte der individuellen Zyklen der Tetraederstrukturu-

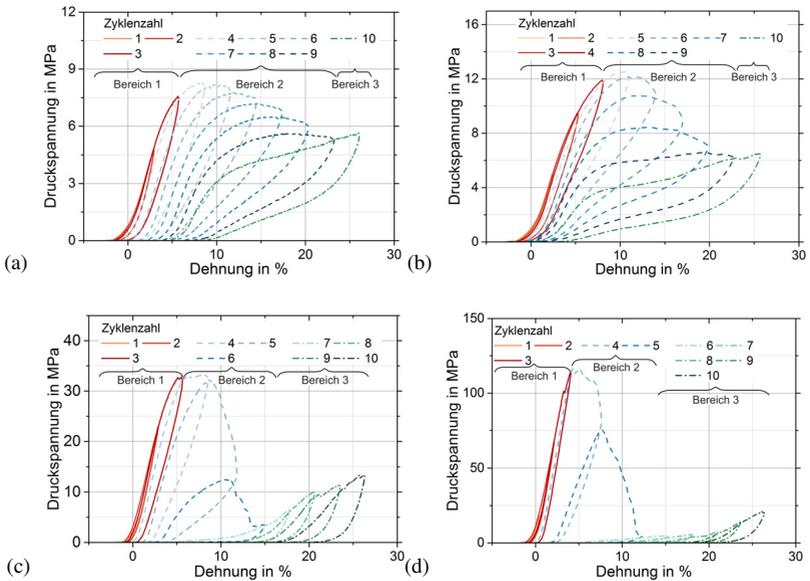


Abb. 6.10: Individuelle Spannungs-Dehnungs-Kurven von Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien mit der Zuordnung zu unterschiedlichen Deformationsbereichen [105]. (a) OWB-Struktur, (b) WB-Struktur, (c) 10 nm Al_2O_3 -, (d) 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung. Die Zyklen vor Erreichen der Druckfestigkeit (Bereich 1), sind mit roten, durchgezogenen Linien markiert. Die Zyklen nach Erreichen der Druckfestigkeit bis zum Einsetzen von lokaler Komprimierung der Strukturen (Bereich 2) sind mit blauen, gestrichelten Linien dargestellt. Zyklen mit lokaler Komprimierung (Bereich 3) werden als grüne Strich-Punkt-Linien gezeigt.

ren aus unterschiedlichen Basismaterialien sind in Tabelle A.24 im Anhang aufgelistet.

Die Energiedissipation ist abhängig von der definierten Dehnung und Belastungsart unter Druckbelastung, wie aufgrund des Unterschieds der akkumulierten \hat{U}_{diss} unter ansteigender zyklischer Belastung und der \hat{U}_{diss} unter einmaliger monotoner Belastung bereits diskutiert wurde. Aus diesem Grund können sich auch die einzelnen Anteile der Dissipationsmechanismen an der Energiedissipation unterscheiden [105], eine grobe Abschätzung ist dennoch möglich.

Es wird angenommen, dass mikroskopische Reibung sowie intrinsische Materialdämpfung in Verformungsbereichen mit sehr geringen Dehnungswerten dominieren, in welchen Knicken, Plastizität sowie Bruchvorgänge in den Strukturen weitestgehend ausgeschlossen sind [61]. Dementsprechend leisten diese beiden Mechanismen den Hauptbeitrag zur Energiedissipation in Bereich 1 [105]. Zu einem gewissen Anteil kann auch elastisches Knicken an der Energiedissipation in diesem Bereich beitragen [105]; ausgeprägtes elastisches Knicken in den Strukturen wurde jedoch erst nach Erreichen der Druckfestigkeit beobachtet (Abbildung 5.3). In Bereich 2 wird die Energiedissipation hauptsächlich durch elastisches Knicken, plastische Verformung sowie Bruchvorgänge in den Strukturen ermöglicht [105]. Der Hauptträger der Energiedissipation in Bereich 3 wird aufgrund der lokalen Komprimierung der Strukturen der makroskopischen Reibung zugeordnet [105]. Plastische Verformung und Bruchvorgänge können jedoch auch diesem Bereich noch an der Energiedissipation beteiligt sein, wobei dies insbesondere für die polymeren Strukturen zu erwarten ist [105]. Für die WB-Struktur wurde mit FE Simulationen gezeigt, dass bis zum Erreichen des letzten Zyklus Strukturbalken brechen.

Der ausgeprägteste Anteil der Energiedissipation der Tetraederstrukturen ist dem elastischen Knicken sowie den irreversiblen Effekten von plastischer Verformung und Bruchvorgängen zuzuordnen [105]. Dieser Anteil summiert sich zu 67–80 % der gesamten \hat{U}_{diss} (Tabelle A.24). Die geringsten Energiewerte werden in Bereich 1 bei geringen Dehnungswerten dissipiert. In Bereich 3 ist nicht nur für die Al_2O_3 -beschichteten Strukturen mit vier bis fünf zugeordneten Belastungszyklen ein deutlicher Anteil der Energiedissipation zu beobachten, sondern auch für die polymeren Strukturen, welche nur einen zugeordneten Belastungszyklus in Bereich 3 aufweisen. Dieses Verhalten kann durch die unterschiedlichen Deformationsmechanismen und den daraus resultierenden Energiedissipationsmechanismen der Strukturen erklärt werden [105]; die polymeren Strukturen zeigen eine deutlich ausgeprägtere elastische Rückverformung, sodass auch in Bereich 3 elasti-

sche und plastische Deformationen sowie weitere Bruchvorgänge neben der makroskopischen Reibung zur Energiedissipation beitragen können. Für Al_2O_3 -beschichtete Strukturen ist in Bereich 3 makroskopische Reibung der Hauptdissipationsmechanismus. Dieses Verhalten wird auch anhand der unterschiedlichen Verläufe der Spannungs-Dehnungs-Kurven der zugeordneten Belastungszyklen deutlich (Abbildung 6.10) [105]: die Spannungs-Dehnungs-Kurven des 10. Belastungszyklus der polymeren Strukturen zeigen eine Dehnungsverfestigung, während die Spannungs-Dehnungs-Kurven der Al_2O_3 -beschichteten Strukturen ausschließlich lokale Komprimierung für Dehnungen $\gtrsim 10\%$ aufweisen. Im Vergleich zu Nickel-Hohlstrukturen [61], wird ein geringerer Anteil der mikroskopischen Reibung sowie der intrinsischen Materialdämpfung an der Gesamtdissipation beobachtet. Für Nickel-Hohlstrukturen wurde ein Anteil von 17 % durch mikroskopische Reibung und intrinsische Materialdämpfung an der Energiedissipation ermittelt [61]. Im Gegensatz dazu ist mit einem stärkeren Anteil an der Gesamtenergiedissipation durch plastische Verformung und Bruchvorgänge in den Tetraederstrukturen zu rechnen, im Vergleich zu 19 % für Nickel-Hohlstrukturen [61].

Die durchgeführten Experimente zeigen eine erste quantitative Abschätzung der Beiträge der unterschiedlichen Dissipationsmechanismen zur Gesamtenergiedissipation. Da die individuellen Zyklen wahrscheinlich zu mehreren Deformationsbereichen beitragen, ist eine Quantifizierung der einzelnen Mechanismen, z.B. eine Trennung der Anteile aus elastischem Knicken, plastischer Verformung und Bruchvorgängen in Bereich 2, nicht möglich.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Hochfeste und leichte Strukturen wurden im Rahmen dieser Arbeit mechanisch charakterisiert, wobei insbesondere das Zusammenspiel aus unterschiedlichen Basismaterialien und dem Strukturverhalten unterschiedlicher 3D Mikroarchitekturen untersucht wurde. Zusätzlich wurde das Deformations- und Schädigungsverhalten der Strukturen sowie das damit verbundene Energiedissipationsvermögen durch weggesteuerte Druckversuche, welche *in situ* im REM durchgeführt wurden, im Detail analysiert. Die Strukturherstellung erfolgte mit 3D direktem Laserschreiben, wodurch Strukturen mit geringen Abmessungen in Kombination mit einer hohen Präzision hergestellt werden konnten.

Durch geeignete Wärmebehandlungen konnte die Festigkeit, die Steifigkeit und die Ingenieurszähigkeit von polymeren Zugproben deutlich erhöht werden [75]. Auf diese Weise konnten sogar Festigkeiten im Bereich von Proben mit 10 nm Aluminiumoxidbeschichtung erreicht werden [75]. Die Materialoptimierung infolge der Wärmebehandlungen wurde zurückgeführt auf eine Kombination einer thermisch induzierten, weiteren Vernetzung der Polymerketten untereinander sowie den mechanischen Größeneffekt aufgrund der geringen Abmessungen der Zugproben [75]. Die Wärmebehandlungen wurden bei 200 °C sowie 250 °C durchgeführt, wobei eine erneute Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften, insbesondere eine Versprödung des Materials, nach langen Wärmebehandlungen bei 250 °C beobachtet wurde. In diesem Zusammenhang wäre die Untersuchung des Einflusses von Wärmebehandlungen bei geringeren Temperaturen (beispielsweise bei 150 °C) interessant, um eine weitere Optimierung, insbesondere

der Ingenieursfähigkeit zu erreichen.

Bei einer Anwendung derselben Wärmebehandlungen bei Strukturen wurde ebenfalls eine Erhöhung der Struktursteifigkeit und -druckfestigkeit beobachtet [75]. Allerdings ist der Anstieg der Druckfestigkeiten weniger stark ausgeprägt als bei den entsprechenden Zugproben, das heißt das volle Potential der Materialoptimierung kann bei den Strukturen nicht ausgeschöpft werden. Die thermisch induzierte Polymerkettenvernetzung erhöht zwar die Druckfestigkeit der Strukturen, aufgrund der Spannungsüberhöhungen an den Strukturknoten wird Strukturversagen jedoch bei geringeren nominellen Druckspannungen initiiert [75]. Aus diesem Grund wäre eine Formoptimierung der Strukturknoten erstrebenswert, um Spannungsspitzen zu reduzieren.

Werden polymere Proben einem Pyrolyseprozess in Vakuum unterzogen, kommt es zu einer thermischen Zersetzung des Polymermaterials zu Glaskohlenstoff [53]. Wie in dieser Arbeit gezeigt wurde, hängen die Eigenschaften des resultierenden Glaskohlenstoffs stark vom polymeren Ausgangsmaterial ab sowie von möglichen Schwankungen im Herstellungsprozess. Um mögliche Unterschiede des Glaskohlenstoffs nachzuweisen, könnte eine Materialuntersuchung im TEM hilfreich sein. Sowohl für Mikrodrucksäulen als auch für Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff konnte der mechanische Größeneffekt durch steigende Materialfestigkeiten bei sinkenden Probenabmessungen gezeigt werden. Diese Beobachtung wurde zum einen auf geringere Absolutvolumina der Proben zurückgeführt, wodurch mit einer geringeren Fehlerkonzentration im Material zu rechnen ist; zum anderen auf ein größeres Verhältnis aus Oberfläche und Volumen, wodurch während des Pyrolyseprozesses Gase besser entweichen können und weniger Risse und Poren entstehen. *In situ* Druckversuche im REM zeigten eine elastische und gleichmäßige Verformung der Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff bis zum Eintreten des Versagens. Kleine Strukturen versagten daraufhin katastrophal, während größere Strukturen ein schrittweises Versagen einzelner Strukturlagen aufwiesen. Das Design chiraler Struktu-

ren [141] könnte die Verformbarkeit von Strukturen aus Glaskohlenstoff verbessern, wie in Simulationen an chiralen Strukturen aus amorphen Metallen angedeutet wurde [142].

Durch das Magnetronsputterverfahren ist eine Metallbeschichtung von Strukturen mit technisch relevanten Metallen möglich. Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit deuten auf eine lückenlose Metallbeschichtung der Strukturen hin [81], um eine homogene Beschichtung bis ins Innere der Strukturen zu erreichen, ist jedoch eine weitere Optimierung des Prozesses notwendig. Infolge der Metallbeschichtungen ist eine Festigkeitssteigerung von Tetraederstrukturen möglich [81]. Die spezifischen Festigkeiten zeigen aufgrund der hohen Metaldichten jedoch nur geringfügige Änderungen, die spezifische Festigkeit von wärmebehandelten Tetraederstrukturen kann nicht erreicht werden. In Bezug zur Verformbarkeit zeigen metallbeschichtete Strukturen eine höhere Bruchdehnung im Vergleich zu polymeren Strukturen sowie eine Veränderung des Versagensmechanismus. Dünne Metallbeschichtungen können zu einer Kombination aus Knoten- und Balkenversagen der Strukturen führen, was auf eine Stabilisierung sowie eine mögliche Formoptimierung der Knoten zurückgeführt wurde [81]. Infolge dieser Veränderung des Versagensverhaltens wäre eine Effizienzsteigerung sowie eine verbesserte Energiedissipation metallbeschichteter Strukturen im Vergleich zu polymeren Strukturen möglich, insbesondere unter mehrmaliger Belastung [81]. Um diese These zu verifizieren, sind jedoch weitere Untersuchungen notwendig.

Weggesteuerte Druckexperimente, welche *in situ* im REM durchgeführt wurden, ermöglichten die genaue Analyse des Deformations- und Schädigungsverhaltens von Strukturen sowie die damit verbundenen Mechanismen zur Energiedissipation. Die Beeinflussung dieser beiden Charakteristika durch (i) die spezifische 3D Mikroarchitektur und (ii) die verwendeten Basismaterialien wurde im Rahmen dieser Arbeit untersucht. Für polymere Strukturen wurde nach Erreichen der Druckfestigkeit globales und lokales Knicken beziehungsweise Beulen der Strukturen beobachtet, in Verbindung

mit Bruchvorgängen an Strukturknoten sowie eine ausgeprägte Rückverformung bei Entlastung. Unter mehrmaliger Belastung wurde hierbei die Relevanz einer optimierten Mikroarchitektur deutlich, um eine konstante Energiedissipation sowie eine ausgeprägte Rückverformung der Strukturen zu erreichen [105]. Al_2O_3 -beschichtete Strukturen zeigten eine hohe Festigkeit und Steifigkeit unter einmaliger Belastung; aufgrund des katastrophalen und spröden Versagens ist jedoch keine Rückverformung der Strukturen und infolgedessen keine mehrmalige Belastung der Strukturen möglich. Wärmebehandelte Tetraederstrukturen wiesen das beste Verhalten in Bezug zur Deformation und Energiedissipation auf. Es werden höhere Bruchdehnungen, Struktursteifigkeiten und Druckfestigkeiten beobachtet im Vergleich zur entsprechenden Struktur ohne weitere Wärmebehandlung [105]. Hohe Verlustkoeffizienten, insbesondere bei mehrmaliger Belastung, sowie eine ausgeprägte elastische Rückverformung tragen zu den überlegenen Struktureigenschaften ebenso bei, wie die höchsten spezifischen dissipierten Energiewerte bei höheren Dehnungen [105]. Dieses Verhalten wurde auf eine Kombination mehrerer Einflüsse zurückgeführt: die zugoptimierte Architektur der Tetraederstrukturen zusammen mit den höheren Materialfestigkeiten, -steifigkeiten sowie -zähigkeiten infolge der Wärmebehandlung sowie einen Verformungsmechanismus welcher die Rotation von Strukturbauteilen um intakte Strukturknoten ermöglicht [105]. Für Al_2O_3 -beschichtete Strukturen konnte gezeigt werden, dass hohe Energiewerte während eines ersten Belastungszyklus durch katastrophales Versagen der Strukturen, das heißt durch Bruchvorgänge dissipiert werden [105]. Bei weiterer Belastung spielt Reibung zwischen gebrochenen Strukturbauteilen eine übergeordnete Rolle zur Energiedissipation. Polymere Strukturen dissipieren den Hauptanteil der Energie durch elastisches Knicken, plastische Verformung sowie Bruchvorgänge in den Strukturen wodurch ein gleichförmigeres Absinken der dissipierten Energie sowie ein besseres Verhalten unter mehrmaliger Belastung erreicht wird [105]. Mit FE Simulationen konnte zum einen gezeigt werden, dass wärmebehandelte Tetraederstrukturen trotz der ausgeprägten Rückver-

formung bereits nach einem Belastungszyklus eine hohe Anzahl gebrochener Strukturbalken beinhalten; zum anderen konnte angedeutet werden, dass eine Einstellung der Struktursteifigkeit durch die Anzahl der Balken in den Strukturen möglich sein sollte [105]. Um darüber hinaus die Effizienz und die Energiedissipation der Strukturen unter mehrmaliger Belastung zu optimieren, wäre eine Formoptimierung der Strukturknoten denkbar, wie bereits für metallbeschichtete Strukturen beobachtet, sowie das Einfügen von speziellen Reibungselementen in die Strukturen. Auf diese Weise könnte der Anteil der makroskopischen Reibung zur Energiedissipation im Vergleich zu irreversiblen Prozessen wie plastischer Verformung und Bruch erhöht werden. *In situ* Experimente im REM zeigten somit das Verformungsverhalten der Strukturen, wobei jedoch mit dieser Methode nur Informationen über die Strukturaußenbereiche erfasst werden können. Um insbesondere die Deformation im Inneren der Strukturen unter Druckbelastung zu analysieren, ist die Durchführung von *in situ* Experimenten in einem 3D Röntgenomografen notwendig.

Um die guten mechanischen Eigenschaften der Strukturen in realen Bauteilen nutzen zu können, ist eine weitere Skalierbarkeit der Herstellungsprozesse notwendig. Insbesondere die präzise Herstellung der 3D Architektur mit Abmessungen im Mikrometerbereich ist hierbei herausfordernd. Mit der Methode der „Self-Propagating Photopolymer Waveguide“ [6] sowie der großflächigen Projektionsmikrostereolithografie [143] ist die schnellere Herstellung von größeren Strukturen bereits möglich. Wird beim 3D-DLW der Laserstrahl durch Spiegelbewegungen mit Galvanometern durch den Fotolack geleitet, im Vergleich zu einer Bewegung des Substrats relativ zu einem fixierten Laserstrahl, ist ebenfalls eine deutliche Erhöhung der Schreibgeschwindigkeit möglich [32]. Ob auf diese Weise die sehr guten mechanischen Eigenschaften der Strukturen erhalten bleiben oder ob aufgrund der höheren Schreibgeschwindigkeit eine hohe Anzahl von Fehlstellen in die 3D Mikroarchitektur eingebracht werden, bleibt jedoch Gegenstand weiterer Untersuchungen.

A Anhang

A.1 Strukturabmessungen

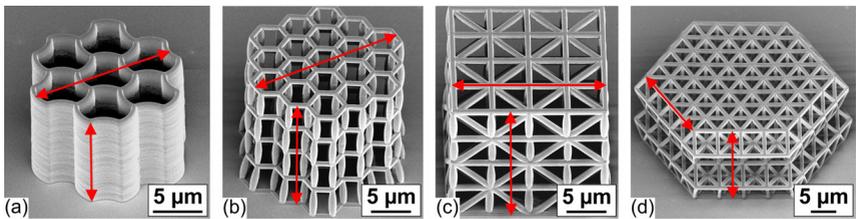


Abb. A.1: REM-Aufnahmen zur Visualisierung der Außenabmessungen der unterschiedlichen Strukturen, (a) Honigwabenstruktur, (b) hexagonale Struktur, (c) kubische Struktur, (d) Tetraederstruktur. Diese wurden verwendet, um die Schrumpfung während der Trocknung der Strukturen abzuschätzen (vergleiche Tabelle A.1).

Tab. A.2: Im REM gemessene Abmessungen der Strukturen (vergleiche Abbildung A.2) zur Analyse des Einflusses von Wärmebehandlungen (Abschnitt 4.1.2), von unterschiedlichen Belastungsgeschwindigkeiten (Abschnitt 5.1) und unter zyklischer Belastung (Abschnitt 5.2). Es sind jeweils gemittelte Werte mit Standardabweichung angegeben.

Abmessung in nm	Honigwabe	Hexagonal	Kubisch	Tetraeder
h_{hor}		$569,5 \pm 2,1$	$789,0 \pm 48,3$	$869,0 \pm 78,5$
b_{hor}	$664,8 \pm 24,1$	$592,7 \pm 2,2$	$699,0 \pm 2,1$	$699,4 \pm 3,2$
h_{ver}			$750,6 \pm 21,6$	$749,0 \pm 78,7$
b_{ver}			$665,2 \pm 1,1$	$783,0 \pm 16,8$
$b_{\text{ver}}^{\text{oben/unten}}$		$703,7 \pm 17,8$	$782,4 \pm 25,0$	
$b_{\text{ver}}^{\text{Mitte}}$		$975,5 \pm 5,5$	$1050,4 \pm 10,6$	

Tab. A.3: Relative Dichte und absolute Dichte der Strukturen zur Analyse des Einflusses von Wärmebehandlungen (Abschnitt 4.1.2), von unterschiedlichen Belastungsgeschwindigkeiten (Abschnitt 5.1) und unter zyklischer Belastung (Abschnitt 5.2). Die Dichtewerte resultieren aus den Abmessungen, welche in Tabelle A.2 angegeben sind. Für die Berechnung der absoluten Dichte der Strukturen wurde eine Dichte des Vollmaterials IP-Dip von 1280 kg/m^3 angenommen [30].

	Honigwabe	Hexagonal	Kubisch	Tetraeder
Relative Dichte in %	25,2	9,6	13,4	15,8
Dichte in kg/m^3	323	123	172	202

Tab. A.4: Im REM gemessene Abmessungen der Strukturen (vergleiche Abbildung A.2) für schrittweise ansteigende zyklische Belastung (Abschnitt 5.2) sowie für polymere OWB-Tetraederstrukturen mit anschließender 10 nm und 100 nm Al₂O₃-Beschichtung (Abschnitt 5.2). Die in dieser Tabelle angegebenen Strukturen wurden im Rahmen einer erneuten Messreihe hergestellt und sind somit unabhängig von den Abmessungen in Tabelle A.2. Es wurden alle Architekturen unter schrittweiser zyklischer Belastung untersucht, jeweils OWB-Strukturen und WB-Strukturen (200°C/15 min); die hier nicht aufgeführten Kombinationen weisen jeweils die Abmessungen aus Tabelle A.2 auf. Es sind jeweils gemittelte Werte mit Standardabweichung angegeben.

Abmessung in nm	Honigwabe OWB-Struktur	Hexagonal 200°C/15 min	Tetraeder OWB-Struktur
h_{hor}		712,7±42,6	968,1±40,4
b_{hor}	562,3±19,5	662,2±10,1	805,2±82,1
h_{ver}			933,0±108,6
b_{ver}			875,0±10,3
$b_{\text{ver}}^{\text{oben/unten}}$		734,7±32,3	
$b_{\text{ver}}^{\text{Mitte}}$		1000,0±13,5	

Tab. A.5: Relative Dichte und absolute Dichte der Strukturen für schrittweise ansteigende zyklische Belastung (Abschnitt 5.2) sowie für polymere OWB-Tetraederstrukturen mit anschließender 10 nm und 100 nm Al₂O₃-Beschichtung (Abschnitt 5.2). Die Dichtewerte resultieren aus den Abmessungen, welche in Tabelle A.4 angegeben sind. Für die Berechnung der absoluten Dichte der Strukturen wurde eine Dichte des Vollmaterials IP-Dip von 1280 kg/m³ angenommen [30].

	Honigwabe	Hexagonal	Tetraeder
Relative Dichte in %	21,5	10,9	20,5
Dichte in kg/m ³	275	140	262

Tab. A.6: Relative Dichte, Anteil von Polymer und Al_2O_3 am Vollmaterial und absolute Dichte der Tetraederstrukturen mit 10 nm und 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung, welche unter zyklischer und schrittweise ansteigender zyklischer Belastung getestet wurden (Abschnitt 5.2). Die Dichtewerte resultieren aus den Abmessungen, welche in Tabelle A.4 angegeben sind und aus den Al_2O_3 -Schichtdicken. Für die Berechnung der absoluten Dichte der Strukturen wurde eine Dichte des Vollmaterials IP-Dip von 1280 kg/m^3 [30] angenommen sowie von Al_2O_3 abgeschrieben bei 130°C von 2900 kg/m^3 [97].

	Relative Dichte in %	Polymeranteil an Vollmaterial in %	Al_2O_3 -Anteil an Vollmaterial in %	Dichte in kg/m^3
10 nm Al_2O_3	21,3	96,4	3,6	285
100 nm Al_2O_3	28,3	72,6	27,4	488

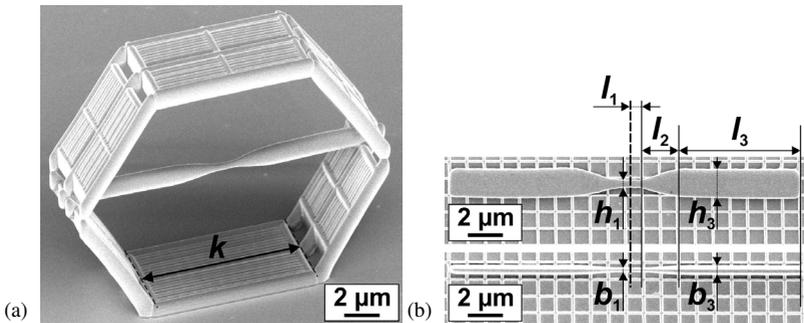


Abb. A.3: REM-Aufnahmen zur Visualisierung der Abmessungen der PtP-Struktur. In (a) ist die Kantenlänge des Hexagonalrahmens k gekennzeichnet. In (b) sind eine Seitenansicht (oben) und eine Draufsicht (unten) des Zugstabs zu sehen. Der Zugstab besitzt eine Symmetrielinie, welche durch eine gestrichelte Linie eingezeichnet ist. Darüber hinaus ist die Hälfte des Zugstabs jeweils in drei Bereiche aufgeteilt mit den Längen l_1 , l_2 und l_3 . Die Bereiche (1) und (3) besitzen die Höhen h_1 und h_3 sowie die Breiten b_1 und b_3 .

Tab. A.7: Im REM ermittelte Abmessungen der PtP-Strukturen für OWB-Proben, WB-Proben nach Wärmebehandlungen bei 200 °C und mit einer Al₂O₃-Beschichtung von 10 nm (Abschnitt 4.1.1) [75]. Für die Breiten b_i und Höhen h_i der einzelnen Bereiche des Zugstabs sind jeweils gemittelte Werte mehrerer Messungen im REM angegeben, wobei die Abmessungen des Bereichs (2) die gemittelten Werte der Bereiche (1) und (3) sind. Die Längen l_i der einzelnen Bereiche i und die Kantenlänge des Rahmens k werden als konstant angenommen und sind die programmierten Werte für den 3D-DLW Prozess.

Abmessung in nm	OWB- 200°C, 10 nm Proben 15 min 30 min 45 min 75 min 150 min Al ₂ O ₃						
	b_1	239	211	201	214	244	244
\bar{b}_2	358	342	337	337	352	355	383
b_3	476	473	473	460	461	466	516
h_1	544	511	468	475	563	540	520
\bar{h}_2	1111	1069	1050	960	1131	1120	1140
h_3	1678	1627	1631	1446	1698	1700	1750
l_1				500			
l_2				2435			
l_3				5670			
k				10000			

Tab. A.8: Im REM ermittelte Abmessungen der PtP-Strukturen für WB-Proben nach Wärmebehandlungen bei 250 C (Abschnitt 4.1.1) [75]. Für die Breiten b_i und Höhen h_i der einzelnen Bereiche des Zugstabs sind jeweils gemittelte Werte mehrerer Messungen im REM angegeben, wobei die Abmessungen des Bereichs (2) die gemittelten Werte der Bereiche (1) und (3) sind. Die Längen l_i der einzelnen Bereiche i und die Kantenlänge des Rahmens k werden als konstant angenommen und sind die programmierten Werte für den 3D-DLW Prozess.

Abmessung in nm	250°C,						
	0 min	8 min	15 min	30 min	45 min	75 min	150 min
b_1	219	211	214	203	208	205	197
\bar{b}_2	343	342	358	346	340	351	339
b_3	468	473	502	489	473	498	482
h_1	536	502	484	473	470	455	471
\bar{h}_2	1089	1069	988	1051	1105	1082	1082
h_3	1642	1636	1493	1629	1740	1708	1693
l_1				500			
l_2				2435			
l_3				5670			
k				10000			

Tab. A.9: Abmessungen der Säulen zur Durchführung von Mikrodruckversuchen (Abschnitt 4.1.3). Es sind jeweils die Abmessungen der Säulen vor und nach der Pyrolyse angegeben sowie das Verhältnis aus Säulenhöhe und Säulendurchmesser nach der Pyrolyse. Die Werte vor der Pyrolyse beziehen sich auf programmierte Abmessungen für den 3D-DLW Prozess; die Abmessungen nach der Pyrolyse sind gemittelte Werte mit Standardabweichung, welche anhand von REM-Aufnahmen ermittelt wurden. Die Säulendurchmesser nach der Pyrolyse beziehen sich auf Durchmesser auf halber Säulenhöhe.

	Messreihe 1		Messreihe 2		Messreihe 3	
	Durchmesser	Höhe	Durchmesser	Höhe	Durchmesser	Höhe
Vor Pyrolyse in μm			3	9	3	12
			4	12	4	16
	5	15	5	15	5	20
	10	30	10	30	10	40
	20	60	20	60	20	80
	40	120			40	160
	60	180			60	240
Nach Pyrolyse in μm			$0,65 \pm 0,01$	$1,43 \pm 0,03$	$0,65 \pm 0,01$	$2,05 \pm 0,03$
			$0,89 \pm 0,02$	$1,96 \pm 0,04$	$0,91 \pm 0,01$	$2,80 \pm 0,03$
	$1,14 \pm 0,00$	$3,50 \pm 0,03$	$1,03 \pm 0,01$	$2,54 \pm 0,03$	$1,02 \pm 0,00$	$3,54 \pm 0,03$
	$2,58 \pm 0,00$	$7,55 \pm 0,01$	$2,28 \pm 0,00$	$5,46 \pm 0,06$	$2,43 \pm 0,00$	$8,18 \pm 0,07$
	$5,48 \pm 0,03$	$16,16 \pm 0,17$	$5,43 \pm 0,02$	$12,73 \pm 0,13$	$5,37 \pm 0,09$	$18,06 \pm 0,32$
	$10,75 \pm 0,05$	$32,10 \pm 0,12$			$11,69 \pm 0,09$	$40,48 \pm 0,46$
	$16,11 \pm 0,15$	$48,47 \pm 1,04$			$17,58 \pm 0,11$	$59,27 \pm 0,39$
Höhe/Durchmesser			2,21		3,17	
			2,20		3,09	
	3,06		2,46		3,46	
	2,93		2,40		3,36	
	2,95		2,34		3,36	
	2,99				3,46	
	3,01				3,37	

Tab. A.10: Im REM ermittelte Abmessungen der pyrolysierten Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff (Abschnitt 4.1.4) sowie programmierte Abmessungen für den 3D-DLW Prozess der Tetraederstrukturen vor der Pyrolyse. Der rechteckige Querschnitt der Strukturbalken der polymeren Strukturen verändert sich während des Pyrolyseprozesses zu einem runden Balkenquerschnitt bei den pyrolysierten Strukturen. Aus diesem Grund sind für die Strukturbalken Durchmesser d_{Balken} angegeben statt Höhe und Breite. Für die im REM ermittelten Werte nach der Pyrolyse sind jeweils gemittelte Werte mit Standardabweichung angegeben, die Höhe ist die berechnete Strukturhöhe unter Verwendung der mittleren Balkenlänge.

	Abmessung in μm	Kleinste Struktur	Mittlere Struktur	Größte Struktur
Nach Pyrolyse	d_{Balken}	$0,221 \pm 0,021$	$0,289 \pm 0,026$	$0,295 \pm 0,027$
	Balkenlänge	$0,803 \pm 0,011$	$1,253 \pm 0,043$	$1,733 \pm 0,013$
	Höhe	2,782	4,341	6,003
Vor Pyrolyse	Balkenlänge	5	7,5	10
	Höhe	17,3	26,0	34,6

Tab. A.11: Relative Dichte und absolute Dichte der Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff (Abschnitt 4.1.4). Die Dichtewerte resultieren aus den Abmessungen, welche in Tabelle A.10 angegeben sind. Für die Berechnung der absoluten Dichte der Strukturen wurde eine Dichte des Vollmaterials Glaskohlenstoff von 1400 kg/m^3 angenommen [54, 55].

Balkenlänge	Kleinste Struktur $\sim 800 \text{ nm}$	Mittlere Struktur $\sim 1250 \text{ nm}$	Größte Struktur $\sim 1730 \text{ nm}$
Relative Dichte in %	35,1	26,2	15,4
Dichte in kg/m^3	491	367	216

Tab. A.12: Im REM gemessene Abmessungen der polymeren Tetraederstrukturen zur Untersuchung des Einflusses von Metallbeschichtungen (Abschnitt 4.2). Die Abmessungen h_{ver} und b_{ver} der OWB-Strukturen weisen die gleichen Werte auf, da sie gemeinsam ermittelt wurden. Es sind jeweils gemittelte Werte mit Standardabweichung angegeben.

Struktur	Abmessung in μm	Balkenlänge			
		5 μm	7,5 μm	10 μm	12,5 μm
OWB-Strukturen	h_{hor}	0,911 \pm 0,06	1,049 \pm 0,04	1,225 \pm 0,05	1,310 \pm 0,06
	b_{hor}	0,686 \pm 0,03	0,909 \pm 0,03	1,125 \pm 0,03	1,367 \pm 0,04
	$h_{\text{ver}}, b_{\text{ver}}$	0,757 \pm 0,05	0,934 \pm 0,07	1,188 \pm 0,04	1,411 \pm 0,06
WB-Strukturen (200 °C/15 min)	h_{hor}	0,941 \pm 0,09			
	b_{hor}	0,715 \pm 0,03			
	h_{ver}	1,022 \pm 0,03			
	b_{ver}	0,795 \pm 0,04			

Tab. A.13: Relative Dichte, Anteil von Polymer und Metall am Vollmaterial und absolute Dichte der metallbeschichteten Tetraederstrukturen (Abschnitt 4.2). Die Dichtewerte resultieren aus den Abmessungen, welche in Tabelle A.12 angegeben sind sowie den nominellen Metallschichtdicken. Für die Berechnung der absoluten Dichte der Strukturen wurde eine Dichte des Vollmaterials IP-Dip von 1280 kg/m^3 [30] angenommen sowie von $\rho_{\text{Al}}=2700 \text{ kg/m}^3$ [98], $\rho_{\text{Inconel600}}=8420 \text{ kg/m}^3$ [99] und $\rho_{\text{Ti-6Al-4V}}=4430 \text{ kg/m}^3$ [100].

		Relative Dichte in %	Polymeranteil an Vollmaterial in %	Metallanteil an Vollmaterial in %	Dichte in kg/m^3
Balkenlänge 5 μm	Polymer (OWB-Struktur)	15,5	100,0	0,0	198
	81 nm Al	21,0	73,7	26,3	347
	205 nm Al	29,5	52,6	47,4	576
	35 nm Inconel 600	17,9	86,7	13,3	400
	240 nm Inconel 600	31,9	48,7	51,3	1578
	35 nm Ti-6Al-4V	17,9	86,7	13,3	304
Balkenlänge 7,5 μm	Polymer (OWB-Struktur)	11,0	100,0	0,0	141
	81 nm Al	14,3	77,1	22,9	229
	205 nm Al	19,3	57,1	42,9	364
	35 nm Inconel 600	12,4	88,6	11,4	260
	240 nm Inconel 600	20,7	53,2	46,8	955
	35 nm Ti-6Al-4V	12,4	88,6	11,4	203
Balkenlänge 10 μm	Polymer (OWB-Struktur)	9,7	100,0	0,0	124
	81 nm Al	12,0	80,5	19,5	187
	205 nm Al	15,6	62,0	38,0	284
	35 nm Inconel 600	10,7	90,5	9,5	209
	240 nm Inconel 600	16,6	58,3	41,7	708
	35 nm Ti-6Al-4V	10,7	90,5	9,5	169
Balkenlänge 12,5 μm	Polymer (OWB-Struktur)	8,5	100,0	0,0	109
	81 nm Al	10,3	82,6	17,4	157
	205 nm Al	13,0	65,2	34,8	230
	35 nm Inconel 600	9,2	91,7	8,3	173
	240 nm Inconel 600	13,8	61,6	38,4	554
	35 nm Ti-6Al-4V	9,2	91,7	8,3	143
5 μm	Polymer (WB-Struktur)	19,2	100,0	0,0	246
	Polymer (WB-Struktur) mit 100 nm Inconel 600	26,8	71,7	28,3	885

A.2 Spannungsdefinitionen

Die von Mises-Vergleichsspannung basiert auf der Gestaltänderungsenergiehypothese und wird berechnet zu [144]

$$\sigma_{\text{Mises}} = \sqrt{\sigma_x^2 + \sigma_y^2 + \sigma_z^2 - (\sigma_x \sigma_y + \sigma_y \sigma_z + \sigma_x \sigma_z) + 3 \cdot (\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{xz}^2)}. \quad (\text{A.1})$$

Diese Berechnung basiert auf dem Spannungstensor

$$\boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_z \end{pmatrix} \quad (\text{A.2})$$

sowie der Berücksichtigung der Momentengleichgewichtsbedingungen, d. h.

$$\tau_{xy} = \tau_{yx}, \tau_{xz} = \tau_{zx}, \tau_{yz} = \tau_{zy} \quad [144].$$

Die hydrostatische Spannung wird unter Berücksichtigung des Spannungstensors $\boldsymbol{\sigma}$ berechnet zu

$$\sigma_{\text{hydrost}} = \frac{1}{3}(\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z) \quad (\text{A.3})$$

und charakterisiert eine gleichseitige Belastung von allen Seiten [145].

A.3 Wärmebehandelte und pyrolysierte Strukturen

Tab. A.14: Messergebnisse der PtP-Versuche an OWB-Proben sowie an WB-Proben nach Wärmebehandlungen bei 200 °C und bei 250 °C (Abschnitt 4.1.1) [75]. Angegeben sind die Bruchspannung im Zugstab σ_t^{Bruch} , die Verschiebung bei Eintreten des Bruchs u^{Bruch} , die Ingenieurszähigkeit, die Bruchkraft im Zugstab F_t^{Bruch} sowie die Anzahl der Messungen. Die Ergebnisse sind jeweils als Mittelwerte mit zugehöriger Standardabweichung angegeben.

Wärmebehandlung	σ_t^{Bruch} in MPa	u^{Bruch} in nm	Ingenieurszähigkeit in J/m ²	F_t^{Bruch} in μN	Testanzahl
OWB-Proben	73±7	978±69	29±2	8,6±0,9	6
200 °C					
15 min	785±15	1483±38	143±18	77,2±1,4	6
30 min	672±28	1113±60	50±11	57,4±2,4	6
45 min	820±44	1325±110	101±30	75,3±4,0	6
75 min	718±38	1697±164	166±44	89,6±4,7	6
150 min	728±17	1641±61	157±21	86,5±2,1	6
250 °C					
0 min	738±33	1424±95	105±28	78,8±3,5	7
8 min	690±18	1259±51	75±13	66,4±1,8	6
15 min	797±58	1241±101	80±29	74,7±5,4	6
30 min	570±19	875±68	21±14	49,7±1,6	6
45 min	471±58	855±58	15±9	41,6±5,1	7
75 min	531±33	868±51	18±9	44,8±2,8	6
150 min	587±35	900±36	23±9	49,6±3,0	6

Tab. A.15: Messergebnisse der Druckversuche an unterschiedlichen Strukturen für OWB-Strukturen und WB-Strukturen nach Wärmebehandlungen bei 200 °C und bei 250 °C (Abschnitt 4.1.2). Die Ergebnisse der Tetraederstrukturen (außer WB-Strukturen (250 °C/150 min)) sind in [75] zu finden. Angegeben sind die Druckfestigkeit σ^{Bruch} , die maximale Dehnung bei eintretendem Strukturversagen ϵ^{Bruch} , die Steifigkeit sowie die Anzahl der Messungen. Die Ergebnisse sind jeweils als Mittelwerte mit zugehöriger Standardabweichung angegeben.

Mikro-architektur	Wärmebehandlung	σ^{Bruch} in MPa	ϵ^{Bruch} in %	Steifigkeit in MPa	Testanzahl	
Honigwabe	OWB-Strukturen	78,9±8,4	29,3±2,2	1335±46	5	
	200 °C	15 min	142,7±14,8	21,5±0,4	1662±77	5
		75 min	120,0±10,1	17,6±1,0	1764±51	6
	250 °C	15 min	119,9±5,2	20,9±1,0	1387±39	5
		75 min	117,6±9,0	20,1±0,5	1607±39	5
		150 min	115,8±14,1	19,4±1,5	1363±34	5
Kubisch	OWB-Strukturen	4,5±0,2	6,0±0,3	136±4	6	
	200 °C	15 min	11,0±0,4	8,2±0,6	272±16	6
		75 min	11,0±0,3	8,1±0,4	280±9	5
		15 min	11,2±0,2	8,2±0,2	268±7	4
	250 °C	75 min	11,0±0,3	8,1±0,3	294±22	5
		150 min	10,7±0,2	8,2±0,3	266±22	5
Tetraeder	OWB-Strukturen	5,0±0,1	10,1±0,6	115±10	6	
	200 °C	15 min	12,4±0,2	12,5±0,6	244±7	6
		75 min	12,3±0,3	12,9±0,7	230±19	5
		15 min	12,4±0,2	13,8±0,4	217±10	5
	250 °C	75 min	12,7±0,4	12,5±0,7	243±8	5
		150 min	12,3±0,3	11,3±0,8	228±3	4

Tab. A.16: Messergebnisse der Mikrodruckversuche an Säulen aus Glaskohlenstoff (Abschnitt 4.1.3). Die angegebenen Säulendurchmesser sind die gemittelten Werte auf halber Säulenhöhe (vergleiche Tabelle A.9). Falls möglich sind die Messergebnisse (Maximalspannung und Elastizitätsmodul) als Mittelwerte mit zugehöriger Standardabweichung angegeben. Für die folgenden Mikrodruckversuche wurde nur ein Test bis zum Bruch durchgeführt, das heißt die Druckfestigkeit bezieht sich auf einen Einzelwert: Messreihe 1, Durchmesser $\sim 1,1 \mu\text{m}$; Messreihe 2, Durchmesser $\sim 0,9 \mu\text{m}$. In Messreihe 3 wurde für die Säulen mit Säulendurchmesser $\sim 17,6 \mu\text{m}$ kein Test bis zum Bruch durchgeführt.

	Durchmesser nach Pyrolyse in μm	Druckfestigkeit in GPa	Elastizitätsmodul in GPa
Messreihe 1	$\sim 1,1$	4,33	$38,5 \pm 2,1$
	$\sim 2,6$	$1,03 \pm 0,31$	$29,6 \pm 6,0$
	$\sim 5,5$	$1,39 \pm 0,05$	$29,4 \pm 7,7$
	$\sim 10,7$	$1,44 \pm 0,57$	$30,1 \pm 1,1$
	$\sim 16,1$	$1,20 \pm 0,41$	$26,9 \pm 4,7$
Messreihe 2	$\sim 0,6$	$6,44 \pm 0,63$	$40,3 \pm 4,2$
	$\sim 0,9$	6,80	$42,4 \pm 2,8$
	$\sim 1,0$	$6,33 \pm 0,01$	$43,5 \pm 2,0$
	$\sim 2,3$	$6,95 \pm 0,06$	$47,4 \pm 0,7$
	$\sim 5,4$	$4,62 \pm 0,04$	$41,9 \pm 2,3$
Messreihe 3	$\sim 0,6$	$4,35 \pm 0,05$	$42,0 \pm 1,9$
	$\sim 0,9$	$4,63 \pm 0,15$	$40,7 \pm 3,0$
	$\sim 1,0$	$4,19 \pm 0,26$	$42,1 \pm 0,8$
	$\sim 2,4$	$4,07 \pm 0,04$	$39,9 \pm 1,8$
	$\sim 5,4$	$4,20 \pm 0,13$	$41,2 \pm 2,5$
	$\sim 11,7$	$3,29 \pm 0,10$	$42,4 \pm 3,1$
	$\sim 17,6$		$44,9 \pm 1,2$

Tab. A.17: Messergebnisse der Druckversuchen an pyrolysierten Tetraederstrukturen aus Glaskohlenstoff (Abschnitt 4.1.4). Es sind jeweils gemittelte Werte mit Standardabweichung angegeben.

Balkenlänge	Kleinste Struktur ~800 nm	Mittlere Struktur ~1250 nm	Größte Struktur ~1730 nm
Druckfestigkeit in MPa	965,8 ± 301,7	521,2 ± 130,3	192,9 ± 32,2
Steifigkeit in GPa	7,4 ± 1,8	4,6 ± 0,5	2,3 ± 0,3
Dissipierte Energie in nJ	3,9 ± 1,3	7,8 ± 3,4	13,4 ± 3,3

A.4 Metallbeschichtete Strukturen

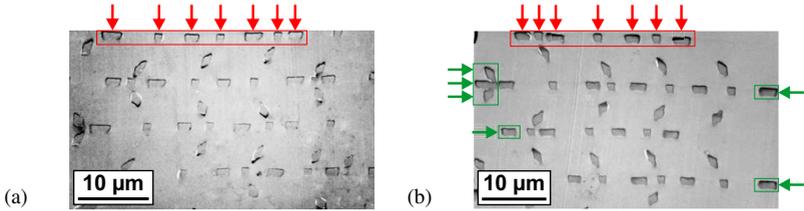


Abb. A.4: Querschnitte Al-beschichteter Tetraederstrukturen mit einer Balkenlänge von $12,5\ \mu\text{m}$, welche in Epoxidharz eingebettet sind und mit einem Mikrotom geschnitten wurden [81]. Die nominellen Schichtdicken betragen (a) $81\ \text{nm}$ und (b) $205\ \text{nm}$. Die Gemeinsamkeit sowie der Unterschied zwischen der stationären Beschichtungskonfiguration in (a) und der rotierenden in (b) werden deutlich. In beiden Konfigurationen sind größere Schichtdicken auf den Balkenoberflächen der oberen Balken zu beobachten (mit roten Rechtecken und Pfeilen markiert), in der rotierenden Konfiguration sind zusätzlich auf den äußeren Seiten der außenliegenden Balken dickere Schichten zu erkennen (mit grünen Rechtecken und Pfeilen markiert).

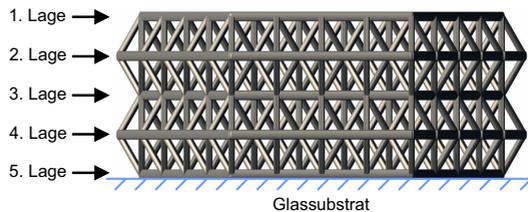


Abb. A.5: Seitenansicht eines Tetraedermodells zur Zuordnung der einzelnen Lagen der Struktur. Das Glassubstrat auf der Unterseite ist durch eine blaue Linie gekennzeichnet, die 5. Lage wird während des 3D-DLW Prozesses direkt auf das Glassubstrat geschrieben. In Anlehnung an [81].

Tab. A.18: Messergebnisse der Druckversuche an Tetraederstrukturen mit unterschiedlichen Strukturgrößen (Balkenlängen 5 µm, 7,5 µm, 10 µm, 12,5 µm) sowie unterschiedlichen Metallbeschichtungen (Abschnitt 4.2). Die angegebenen Metallschichtdicken beziehen sich auf nominelle Werte. Angegeben sind die Druckfestigkeit und die Struktursteifigkeit jeweils als Absolutwerte sowie bezogen auf die Dichte (vergleiche Tabelle A.13). Es sind gemittelte Werte mit Standardabweichung angegeben. Die Messergebnisse der Strukturen mit einer Balkenlänge von 5 µm und Metallbeschichtungen von 81 nm Al, 205 nm Al, 35 nm Inconel 600 und 35 nm Ti-6Al-4V sowie die der polymeren OWB-Strukturen sind in [81] zu finden.

	Material	Druckfestigkeit in MPa	Steifigkeit in MPa	Spez. Druckfestigkeit in MPa/(kg/m ³)	Spez. Steifigkeit in MPa/(kg/m ³)
Balkenlänge 5 µm	Polymer (OWB-Struktur)	4,71 ± 0,29	138,57 ± 5,59	0,024 ± 0,001	0,700 ± 0,028
	81 nm Al	8,68 ± 0,32	202,51 ± 8,45	0,025 ± 0,001	0,584 ± 0,024
	205 nm Al	11,93 ± 1,26	339,03 ± 25,19	0,021 ± 0,002	0,589 ± 0,044
	35 nm Inconel 600	11,54 ± 0,50	266,30 ± 15,86	0,029 ± 0,001	0,666 ± 0,040
	240 nm Inconel 600	19,31 ± 0,57	489,17 ± 28,78	0,0123 ± 0,0003	0,311 ± 0,018
	35 nm Ti-6Al-4V 600	7,61 ± 0,76	213,67 ± 30,05	0,025 ± 0,003	0,703 ± 0,099
Balkenlänge 7,5 µm	Polymer (OWB-Struktur)	2,68 ± 0,04	99,86 ± 1,61	0,0190 ± 0,0003	0,708 ± 0,011
	81 nm Al	5,13 ± 0,07	135,03 ± 10,96	0,0224 ± 0,0003	0,590 ± 0,048
	205 nm Al	6,95 ± 0,35	214,50 ± 29,35	0,019 ± 0,001	0,589 ± 0,081
	35 nm Inconel 600	6,52 ± 0,27	184,25 ± 15,25	0,025 ± 0,001	0,709 ± 0,059
	240 nm Inconel 600	10,95 ± 0,32	306,58 ± 13,17	0,0115 ± 0,0003	0,321 ± 0,014
	35 nm Ti-6Al-4V 600	4,83 ± 0,10	150,99 ± 18,48	0,024 ± 0,001	0,744 ± 0,091
Balkenlänge 10 µm	Polymer (OWB-Struktur)	1,67 ± 0,07	49,08 ± 6,72	0,013 ± 0,001	0,396 ± 0,054
	81 nm Al	3,54 ± 0,09	102,06 ± 9,88	0,0189 ± 0,0005	0,546 ± 0,053
	205 nm Al	4,40 ± 0,17	92,47 ± 11,27	0,016 ± 0,001	0,326 ± 0,040
	35 nm Inconel 600	3,26 ± 0,52	63,87 ± 1,16	0,016 ± 0,003	0,306 ± 0,006
	240 nm Inconel 600	6,42 ± 0,61	144,29 ± 37,33	0,009 ± 0,001	0,204 ± 0,053
	35 nm Ti-6Al-4V 600	3,33 ± 0,05	106,05 ± 21,37	0,0197 ± 0,0003	0,628 ± 0,126
Balkenlänge 12,5 µm	Polymer (OWB-Struktur)	1,27 ± 0,01	40,90 ± 1,22	0,0118 ± 0,0001	0,379 ± 0,011
	81 nm Al	2,39 ± 0,07	94,65 ± 3,14	0,0152 ± 0,0004	0,603 ± 0,020
	205 nm Al	2,35 ± 0,06	68,21 ± 10,19	0,0102 ± 0,0002	0,297 ± 0,044
	35 nm Inconel 600	2,20 ± 0,08	43,36 ± 1,82	0,0127 ± 0,0005	0,251 ± 0,011
	240 nm Inconel 600	4,10 ± 0,62	118,61 ± 34,67	0,0074 ± 0,0011	0,214 ± 0,063
	35 nm Ti-6Al-4V 600	2,41 ± 0,02	87,92 ± 1,27	0,0169 ± 0,0001	0,615 ± 0,009
Balkenlänge 5 µm	Polymer, WB-Struktur (200 °C/15 min)	22,31 ± 1,50	367,45 ± 2,81	0,091 ± 0,006	1,494 ± 0,011
	OWB-Struktur mit 100 nm Inconel 600	20,59 ± 2,97	464,68 ± 41,21	0,023 ± 0,003	0,525 ± 0,047
	WB-Struktur mit 100 nm Inconel 600	28,11 ± 0,79	443,16 ± 8,96	0,032 ± 0,001	0,501 ± 0,010

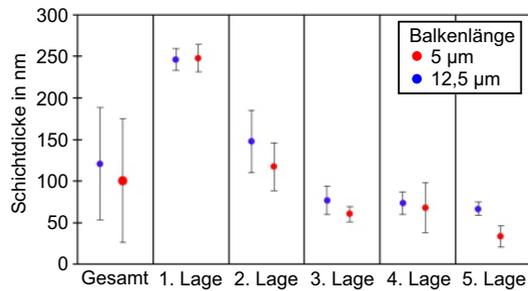


Abb. A.6: Messung der Aluminiumschichtdicke auf den Balkenoberseiten für Tetraederstrukturen mit rotierender Beschichtungskonfiguration [81]. Die nominelle Schichtdicke beträgt 205 nm, es sind Messungen für Strukturen mit einer Balkenlänge von 5 µm und 12,5 µm angegeben.

A.5 Dehnratenabhängigkeit

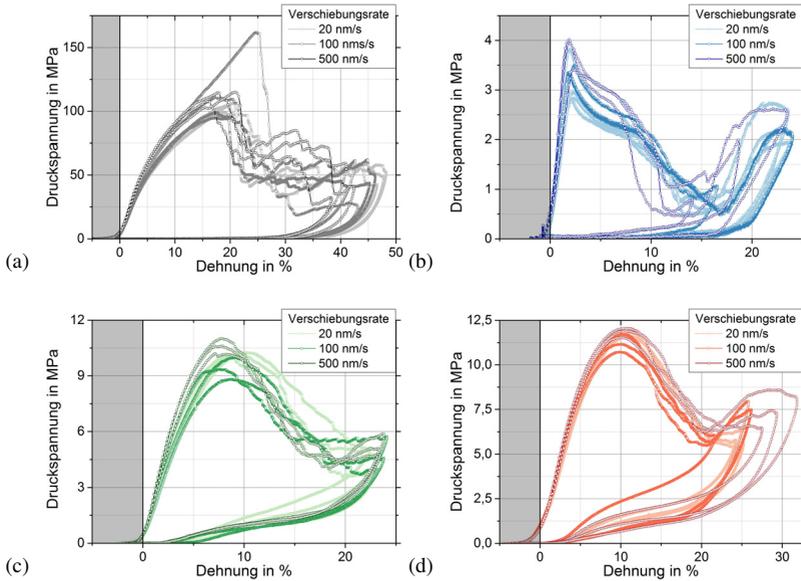


Abb. A.7: Spannungs-Dehnungs-Kurven der WB-Strukturen ($200^{\circ}\text{C}/15\text{ min}$) zur Visualisierung des Einflusses unterschiedlicher Belastungsgeschwindigkeiten (Abschnitt 5.1), (a) Honigwabenstruktur, (b) hexagonale Struktur, (c) kubische Struktur, (d) Tetraederstruktur.

Tab. A.19: Variation der Druckfestigkeiten der unterschiedlichen Strukturen (OWB-Strukturen und WB-Strukturen (200 °C/15 min)) bei variierenden Verschiebungs- bzw. Dehnraten (Abschnitt 5.1). Die Unterschiede sind jeweils bezogen auf die Druckfestigkeit bei der höchsten durchgeführten Verschiebungsrate von 500 nm/s angegeben ($\sigma_{\max}^i/\sigma_{\max}^{500\text{nm/s}}$).

Struktur	Verschiebungs- rate in nm/s	Dehnrate in 1/s	$\sigma_{\max}^i/\sigma_{\max}^{500\text{nm/s}}$	
			OWB- Strukturen	WB-Strukturen (200 °C/15 min)
Honigwabe	20	0,002	0,83	0,92
	100	0,01	0,98	1,06
	500	0,05	1	1
Hexagonale Struktur	20	0,001	0,77	0,83
	100	0,005	0,87	0,93
	500	0,025	1	1
Kubische Struktur	20	0,001	0,85	0,96
	100	0,005	0,94	0,89
	500	0,025	1	1
Tetraeder- struktur	20	0,001	0,85	0,99
	100	0,006	0,96	0,94
	500	0,029	1	1

A.6 Verhalten unter zyklischer Belastung

Tab. A.20: Messergebnisse der Druckversuche an OWB-Strukturen und WB-Strukturen (200 °C/15 min) unter zyklischer Belastung zu einer fixierten Maximalverschiebung von 5 µm (Abschnitt 5.2.2). Die \hat{U}_{diss} und die verbleibende Dehnung dividiert durch die maximale Dehnung sind als normierte Werte angegeben, um das Absinken bzw. den Anstieg der Werte mit zunehmender Zyklenzahl deutlich zu machen; zum einen ist der zweite und der 20. Zyklus bezogen auf den ersten Zyklus angegeben, zum anderen der 20. Zyklus bezogen auf den 15. Zyklus. Die Verlustkoeffizienten der Zyklen 1, 2 und 20 sind ebenfalls angegeben. In Anlehnung an [105].

			Honigwabe	Hexagonal	Kubisch	Tetraeder
OWB-Strukturen	Normierte \hat{U}_{diss}	$\hat{U}_{\text{diss},2}/\hat{U}_{\text{diss},1}$	0,16	0,25	0,33	0,36
		$\hat{U}_{\text{diss},20}/\hat{U}_{\text{diss},1}$	0,02	0,05	0,08	0,11
		$\hat{U}_{\text{diss},20}/\hat{U}_{\text{diss},15}$	0,82	0,84	0,85	0,90
	Normierte verbl./max. Dehnung	ϵ_2/ϵ_1	1,22	1,26	1,14	1,11
		ϵ_{20}/ϵ_1	1,87	2,54	1,75	1,64
		$\epsilon_{20}/\epsilon_{15}$	1,09	1,01	1,03	1,02
Verlustkoeffizient ψ	1. Zyklus	0,93 ± 0,01	0,85 ± 0,04	0,82 ± 0,01	0,82 ± 0,01	
	2. Zyklus	0,751 ± 0,002	0,61 ± 0,02	0,63 ± 0,01	0,66 ± 0,02	
	20. Zyklus	0,54 ± 0,02	0,40 ± 0,01	0,42 ± 0,01	0,47 ± 0,02	
WB-Strukturen	Normierte \hat{U}_{diss}	$\hat{U}_{\text{diss},2}/\hat{U}_{\text{diss},1}$	0,10	0,18	0,31	0,37
		$\hat{U}_{\text{diss},20}/\hat{U}_{\text{diss},1}$	0,02	0,05	0,09	0,10
		$\hat{U}_{\text{diss},20}/\hat{U}_{\text{diss},15}$	0,98	0,94	0,89	0,89
	Normierte verbl./max. Dehnung	ϵ_2/ϵ_1	1,40	1,69	1,55	2,77
		ϵ_{20}/ϵ_1	1,87	5,05	5,10	14,16
		$\epsilon_{20}/\epsilon_{15}$	0,97	0,98	1,06	1,43
Verlustkoeffizient ψ	1. Zyklus	0,95 ± 0,01	0,92 ± 0,04	0,80 ± 0,03	0,77 ± 0,06	
	2. Zyklus	0,72 ± 0,05	0,73 ± 0,16	0,61 ± 0,01	0,62 ± 0,03	
	20. Zyklus	0,51 ± 0,03	0,50 ± 0,11	0,45 ± 0,02	0,47 ± 0,01	

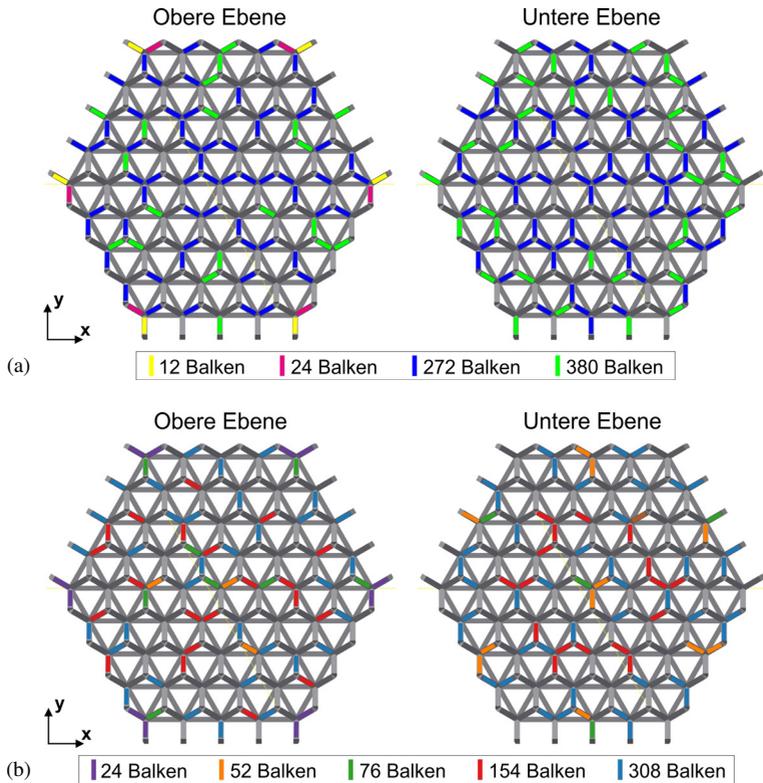


Abb. A.8: Visualisierung der gelöschten Balken in den FE Simulationen einer Tetraederstruktur unter (a) zyklischer Belastung zu $5\ \mu\text{m}$ mit 20 einzelnen Zyklen (siehe Abbildung 5.21 (a), (b)) sowie unter (b) schrittweise ansteigender zyklischer Belastung zu $5\ \mu\text{m}$ in Schritten von $500\ \text{nm}$ (siehe Abbildung 5.21 (c), (d)). Die gelöschten Balken sind farblich markiert. Die gelöschten Balken der einzelnen Löschvorgänge summieren sich jeweils auf, das heißt z. B. die gelöschten Balken aus Löschvorgang 1 (in (a): 12 Balken) bleiben im zweiten Löschvorgang (in (a): 24 Balken) weiterhin gelöscht. Die angegebenen Balken der oberen Ebene (das heißt der oberen simulierten Hälfte) sind jeweils die gespiegelten Balken zu den hier markierten Balken (vergleiche auch Abbildung 3.15). Aus Symmetriegründen wurde nur die halbe Tetraederstruktur simuliert, die angegebene Anzahl gelöschter Balken bezieht sich jedoch auf die gesamte Tetraederstruktur.

Tab. A.21: Messergebnisse der Druckversuche an Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien (OWB-Strukturen, WB-Strukturen (200 °C/15 min), 10 nm Al₂O₃-Beschichtung und 100 nm Al₂O₃-Beschichtung) unter zyklischer Belastung zu einer fixierten Maximalverschiebung von 5 µm (Abschnitt 5.2.2). Die \hat{U}_{diss} und die verbleibende Dehnung sind als normierte Werte angegeben, um das Absinken bzw. den Anstieg der Werte mit zunehmender Zyklenzahl deutlich zu machen; zum einen ist der zweite und der 20. Zyklus bezogen auf den ersten Zyklus angegeben, zum anderen der 20. Zyklus bezogen auf den 15. Zyklus. Die Verlustkoeffizienten der Zyklen 1, 2 und 20 sind ebenfalls angegeben. In Anlehnung an [105].

		ohne Wärme- behandlung	200 °C/15 min	10 nm Al ₂ O ₃	100 nm Al ₂ O ₃
Normierte \hat{U}_{diss}	$\hat{U}_{diss,2}/\hat{U}_{diss,1}$	0,36	0,37	0,05	0,01
	$\hat{U}_{diss,20}/\hat{U}_{diss,1}$	0,11	0,10	0,02	0,003
	$\hat{U}_{diss,20}/\hat{U}_{diss,15}$	0,90	0,89	0,91	0,85
Normierte verbleibende Dehnung	ϵ_2/ϵ_1	1,11	2,75	1,03	1,11
	ϵ_{20}/ϵ_1	1,64	14,06	1,15	1,20
	$\epsilon_{20}/\epsilon_{15}$	1,02	1,41	1,03	1,01
Verlust- koeffizient ψ	1. Zyklus	0,82 ± 0,01	0,77 ± 0,06	0,959 ± 0,002	0,99 ± 0,01
	2. Zyklus	0,66 ± 0,02	0,62 ± 0,03	0,60 ± 0,02	0,47 ± 0,05
	20. Zyklus	0,47 ± 0,02	0,47 ± 0,01	0,403 ± 0,002	0,36 ± 0,05

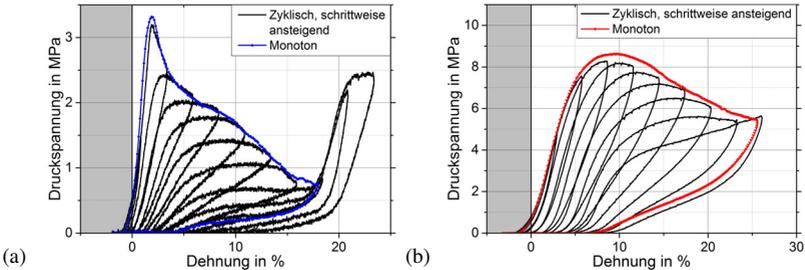


Abb. A.9: Spannungs-Dehnungs-Kurven der ansteigenden zyklischen Belastungsmessung sowie einer monotonen Belastungsmessung von OWB-Strukturen, (a) hexagonale Struktur, (b) Tetraederstruktur. Die monotone Belastung erfolgte zu einer maximalen Verschiebung von 5 µm, die ansteigende zyklische Belastung erfolgte ebenfalls zu einer maximalen Verschiebung von 5 µm in ansteigenden Schritten von 500 nm. Es ist eine sehr gute Übereinstimmung des Verhaltens der beiden unterschiedlichen Messverfahren zu beobachten.

Tab. A.22: Messergebnisse der Druckversuche an OWB-Strukturen und WB-Strukturen (200 °C/15 min) unter ansteigender zyklischer Belastung (Abschnitt 5.2.3). Es ist die akkumulierte (akk.) \hat{U}_{diss} über alle Zyklen angegeben. Darüber hinaus sind Messwerte des Zyklus in welchem die Druckfestigkeit der Strukturen erreicht wird angegeben: die \hat{U}_{diss} , die Zyklenzahl sowie die während des Zyklus erreichte maximale Dehnung.

		Zyklus bei Erreichen der Druckfestigkeit			
		Akk. \hat{U}_{diss} in kJ/kg	\hat{U}_{diss} in kJ/kg	Zyklenzahl	Max. Dehnung in %
OWB- Strukturen	Honigwabe	123,5	19,95	5	21,6
	Hexagonal	5,1	0,34	2	3,4
	Kubisch	15,5	1,67	5	10,5
	Tetraeder	12,3	0,95	4	8,6
WB- Strukturen	Honigwabe	137,0	16,44	4	16,1
	Hexagonal	11,1	0,40	2	2,4
	Kubisch	15,2	1,34	4	8,1
	Tetraeder	15,5	1,45	5	11,0

Tab. A.23: Messergebnisse der Druckversuche an Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien (OWB-Strukturen, WB-Strukturen (200 °C/15 min), 10 nm Al₂O₃-Beschichtung und 100 nm Al₂O₃-Beschichtung) unter ansteigender zyklischer Belastung (Abschnitt 5.2.3). Es ist die akkumulierte (akk.) \hat{U}_{diss} über alle Zyklen angegeben. Darüber hinaus sind Messwerte des Zyklus in welchem die Druckfestigkeit der Strukturen erreicht wird angegeben: die \hat{U}_{diss} , die Zyklenzahl sowie die während des Zyklus erreichte maximale Dehnung.

	Zyklus bei Erreichen der Druckfestigkeit			
	Akk. \hat{U}_{diss} in kJ/kg	\hat{U}_{diss} in kJ/kg	Zyklenzahl	Max. Dehnung in %
Ohne Wärmebehandlung	12,3	0,95	4	8,6
200 °C/15 min	15,5	1,45	5	11,0
10 nm Al ₂ O ₃	15,1	2,73	4	8,5
100 nm Al ₂ O ₃	17,0	6,80	4	7,6

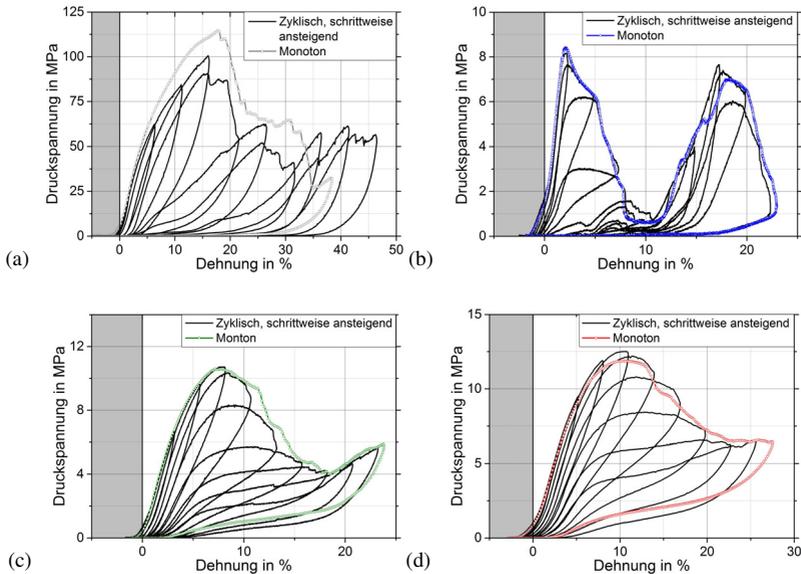


Abb. A.10: Spannungs-Dehnungs-Kurven der ansteigenden zyklischen Belastungsmessung sowie einer monotonen Belastungsmessung von WB-Strukturen (200 °C/15 min), (a) Honigwabenstruktur, (b) hexagonale Struktur, (c) kubische Struktur, (d) Tetraederstruktur. Die monotone Belastung erfolgte zu einer maximalen Verschiebung von 5 μm , die ansteigende zyklische Belastung erfolgte ebenfalls zu einer maximalen Verschiebung von 5 μm in ansteigenden Schritten von 500 nm. Es ist eine sehr gute Übereinstimmung des Verhaltens der beiden unterschiedlichen Messverfahren zu beobachten.

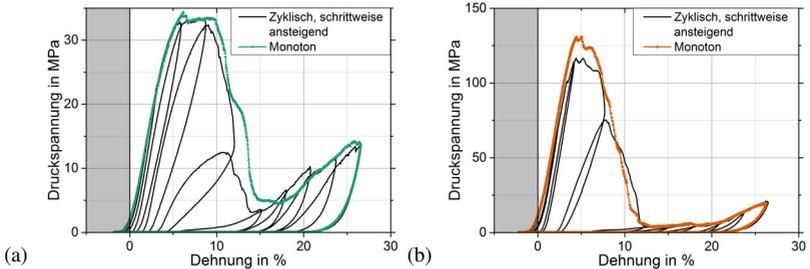


Abb. A.11: Spannungs-Dehnungs-Kurven der ansteigenden zyklischen Belastungsmessung sowie einer monotonen Belastungsmessung von Tetraederstrukturen mit (a) 10 nm und (b) 100 nm Al_2O_3 -Beschichtung. Die monotone Belastung erfolgte zu einer maximalen Verschiebung von $5\ \mu\text{m}$, die ansteigende zyklische Belastung erfolgte ebenfalls zu einer maximalen Verschiebung von $5\ \mu\text{m}$ in ansteigenden Schritten von $500\ \text{nm}$. Es ist eine sehr gute Übereinstimmung des Verhaltens der beiden unterschiedlichen Messverfahren zu beobachten.

Tab. A.24: Individuelle Zyklen der ansteigenden zyklischen Belastung (Abschnitt 6.3.2): Messergebnisse der Druckversuche an Tetraederstrukturen aus unterschiedlichen Basismaterialien (OWB-Strukturen, WB-Strukturen ($200\ ^\circ\text{C}/15\ \text{min}$), $10\ \text{nm}\ \text{Al}_2\text{O}_3$ -Beschichtung und $100\ \text{nm}\ \text{Al}_2\text{O}_3$ -Beschichtung) [105]. Es sind drei unterschiedliche Bereiche definiert; Bereich 1 – vor Erreichen der Druckfestigkeit, Bereich 2 – ab Erreichen der Druckfestigkeit bis zum Einsetzen der lokalen Komprimierung, Bereich 3 – Zyklen mit lokaler Komprimierung. Es sind jeweils die Zyklenzahlen N der einzelnen Bereiche angegeben, die Summe der \hat{U}_{diss} dieser Zyklen sowie der Anteil an der akkumulierten \hat{U}_{diss} über alle durchgeführten Zyklen (siehe Tabelle A.23).

	Bereich 1			Bereich 2			Bereich 3		
	N	Summe \hat{U}_{diss} in kJ/kg	Anteil in %	N	Summe \hat{U}_{diss} in kJ/kg	Anteil in %	N	Summe \hat{U}_{diss} in kJ/kg	Anteil in %
OWB	1–3	0,5	4,3	4–9	9,8	79,7	10	2,0	16,0
WB	1–4	1,2	7,8	5–9	11,8	76,3	10	2,5	15,9
10 nm	1–3	1,6	10,3	4–6	10,1	67,1	7–10	3,4	22,6
100 nm	1–3	1,6	9,2	4–5	13,4	79,1	6–10	2,0	11,8

Literaturverzeichnis

- [1] M.F. ASHBY: *Materials Selection in Mechanical Design*. Dritte Auflage. Oxford, UK; Burlington, USA : Elsevier, Butterworth-Heinemann, 2005. – 50–77 S. – Kapitel 4.3: The material property charts
- [2] T.A. SCHAEGLER UND W.B. CARTER: Architected Cellular Materials. In: *Annual Review of Materials Research* 46 (2016), Nr. 1, S. 187–210. <http://dx.doi.org/10.1146/annurev-matsci-070115-031624>. – DOI 10.1146/annurev-matsci-070115-031624
- [3] L.J. GIBSON: Biomechanics of cellular solids. In: *Journal of Biomechanics* 38 (2005), Nr. 3, S. 377–399. <https://doi.org/10.1016/j.jbiomech.2004.09.027>
- [4] H. GAO, B. JI, I.L. JÄGER, E. ARZT, P. FRATZL: Materials become insensitive to flaws at nanoscale: Lessons from nature. In: *Proceedings of the National Academy of Sciences* 100 (2003), Nr. 10, S. 5597–5600. <http://dx.doi.org/10.1073/pnas.0631609100>. – DOI 10.1073/pnas.0631609100
- [5] NANOSCRIBE GMBH: *Photonic Professional - User Manual*. Eggenstein-Leopoldshafen, Juni 2013. – www.nanoscribe.de
- [6] A.J. JACOBSEN, W. BARVOSA-CARTER, S. NUTT: Micro-scale Truss Structures formed from Self-Propagating Photopolymer Waveguides. In: *Advanced Materials* 19 (2007), Nr. 22, S. 3892–3896. <http://dx.doi.org/10.1002/adma.200700797>. – DOI 10.1002/adma.200700797

- [7] X. ZHENG, H. LEE, T.H. WEISGRABER, M. SHUSTEFF, J. DEOTTE, E.B. DUOSS, J.D. KUNTZ, M.M. BIENER, Q. GE, J.A. JACKSON, S.O. KUCHEYEV, N.X. FANG, C.M. SPADACCINI: Ultralight, ultrastiff mechanical metamaterials. In: *Science* 344 (2014), Nr. 6190, S. 1373–1377. <http://dx.doi.org/10.1126/science.1252291>. – DOI 10.1126/science.1252291
- [8] J. BAUER, L.R. MEZA, T.A. SCHAEGLER, R. SCHWAIGER, X. ZHENG, L. VALDEVIT: Nanolattices: An Emerging Class of Mechanical Metamaterials. In: *Advanced Materials* 29 (2017), Nr. 40, S. 1701850. <http://dx.doi.org/10.1002/adma.201701850>. – DOI 10.1002/adma.201701850
- [9] L.J. GIBSON UND M.F. ASHBY: *Cellular solids - Structure and properties*. Zweite Auflage. Cambridge, UK : Cambridge University Press, 2001. – 1–51 S. – Kapitel 1: Introduction; Kapitel 2: The structure of cellular solids
- [10] M.F. ASHBY: The properties of foams and lattices. In: *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 364 (2006), Nr. 1838, S. 15–30. <http://dx.doi.org/10.1098/rsta.2005.1678>. – DOI 10.1098/rsta.2005.1678
- [11] J. CHRISTENSEN, M. KADIC, O. KRAFT, M. WEGENER: Vibrant times for mechanical metamaterials. In: *MRS Communications* 5 (2015), Nr. 3, S. 453–462. <http://dx.doi.org/10.1557/mrc.2015.51>. – DOI 10.1557/mrc.2015.51
- [12] V.S. DESHPANDE, M.F. ASHBY, N.A. FLECK: Foam topology bending versus stretching dominated architectures. In: *Acta materialia* 49 (2001), Nr. 6, S. 1035–1040. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00379-7](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00379-7). – DOI 10.1016/S1359-6454(00)00379-7

-
- [13] J.C. MAXWELL: On the calculation of the equilibrium and stiffness of frames. In: *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 27 (1864), Nr. 182, S. 294–299. <http://dx.doi.org/10.1080/14786446408643668>. – DOI 10.1080/14786446408643668
- [14] L.J. GIBSON UND M.F. ASHBY: *Cellular solids - Structure and properties*. Zweite Auflage. Cambridge, UK : Cambridge University Press, 2001. – 175–234 S. – Kapitel 5: The mechanics of foams: basic results
- [15] N.A. FLECK, V.S. DESHPANDE, M.F. ASHBY: Micro-architected materials: past, present and future. In: *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 466 (2010), Nr. 2121, S. 2495–2516. <http://dx.doi.org/10.1098/rspa.2010.0215>. – DOI 10.1098/rspa.2010.0215
- [16] A.G. EVANS, M.Y. HE, V.S. DESHPANDE, J.W. HUTCHINSON, A.J. JACOBSEN, W.B. CARTER: Concepts for enhanced energy absorption using hollow micro-lattices. In: *International Journal of Impact Engineering* 37 (2010), Nr. 9, S. 947–959. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2010.03.007>. – DOI 10.1016/j.ijimpeng.2010.03.007
- [17] T.A. SCHAEGLER, C.J. RO, A.E. SORESENSEN, Z. ECKEL, S.S. YANG, W.B. CARTER, A.J. JACOBSEN: Designing Metallic Micro-lattices for Energy Absorber Applications. In: *Advanced Engineering Materials* 16 (2014), Nr. 3, S. 276–283. <http://dx.doi.org/10.1002/adem.201300206>. – DOI 10.1002/adem.201300206
- [18] E. ARZT: Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review. In: *Acta Materialia* 46 (1998), Nr. 16, S. 5611–5626. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00231-6](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00231-6). – DOI 10.1016/S1359-6454(98)00231-6

- [19] O. KRAFT, P.A. GRUBER, R. MÖNIG, D. WEYGAND: Plasticity in Confined Dimensions. In: *Annual Review of Materials Research* 40 (2010), Nr. 1, S. 293–317. <http://dx.doi.org/10.1146/annurev-matsci-082908-145409>. – DOI 10.1146/annurev-matsci-082908-145409
- [20] M.D. UCHIC, D.M. DIMIDUK, J.N. FLORANDO, W.D. NIX: Sample Dimensions Influence Strength and Crystal Plasticity. In: *Science* 305 (2004), Nr. 5686, S. 986–989. <http://dx.doi.org/10.1126/science.1098993>. – DOI 10.1126/science.1098993
- [21] J. BAUER, A. SCHROER, R. SCHWAIGER, I. TESARI, C. LANGE, L. VALDEVIT, O. KRAFT: Push-to-pull tensile testing of ultra-strong nanoscale ceramic-polymer composites made by additive manufacturing. In: *Extreme Mechanics Letters* 3 (2015), S. 105–112. <http://dx.doi.org/10.1016/j.eml.2015.03.006>. – DOI 10.1016/j.eml.2015.03.006
- [22] D. PAPKOV, Y. ZOU, M.N. ANDALIB, A. GOPONENKO, S.Z.D. CHENG, Y.A. DZENIS: Simultaneously Strong and Tough Ultra-fine Continuous Nanofibers. In: *ACS Nano* 7 (2013), Nr. 4, S. 3324–3331. <http://dx.doi.org/10.1021/nn400028p>. – DOI 10.1021/nn400028p
- [23] D. GROSS UND T. SEELIG: *Fracture Mechanics - With an Introduction to Micromechanics*. Dritte Auflage. Cham, Schweiz : Springer International Publishing AG, 2018. – 55–65 S. – Kapitel 3: Micro and macro phenomena of fracture
- [24] M.A. MEYERS UND K.K. CHAWLA: *Mechanical Behavior of Materials*. Zweite Auflage. Cambridge, UK : Cambridge University Press, 2009. – 404–465 S. – Kapitel 7: Fracture: Macroscopic Aspects

- [25] A.J. KINLOCH UND R.J. YOUNG: *Fracture Behaviour of Polymers*. Essex, England : Applied Science Publishers Ltd, 1983. – 44–50 S. – Kapitel 2.2: Fracture on the Molecular Level
- [26] W. WEIBULL: A Statistical Distribution Function of Wide Applicability. In: *Journal of Applied Mechanics* 18 (1951), S. 293–297
- [27] A.A. GRIFFITH: The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. In: *Philosophical Transaction of the Royal Society of London, Series A* 221 (1921), S. 163–198. <http://dx.doi.org/10.1098/rsta.1921.0006>. – DOI 10.1098/rsta.1921.0006
- [28] E.O. HALL: The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. In: *Proceedings of the Physical Society. Section B* 64 (1951), S. 747–753
- [29] N.J. PETCH: The Cleavage Strength of Polycrystals. In: *Journal of the Iron and Steel Institute* 174 (1953), S. 25–28
- [30] J. BAUER, S. HENGSBACH, I. TESARI, R. SCHWAIGER, O. KRAFT: High-strength cellular ceramic composites with 3D microarchitecture. In: *Proceedings of the National Academy of Sciences* 111 (2014), Nr. 7, S. 2453–2458. <http://dx.doi.org/10.1073/pnas.1315147111>. – DOI 10.1073/pnas.1315147111
- [31] D. JANG, L.R. MEZA, F. GREER, J.R. GREER: Fabrication and deformation of three-dimensional hollow ceramic nanostructures. In: *Nature Materials* 12 (2013), S. 893–898. <http://dx.doi.org/10.1038/nmat3738>. – DOI 10.1038/nmat3738
- [32] NANOSCRIBE GMBH: *Data Sheet - Photonic Professional GT*. www.nanoscribe.de, . – Eggenstein-Leopoldshafen; Aufruf online 4. Januar 2016
- [33] J.J. DO ROSÁRIO, E.T. LILLEODDEN, M. WALECZEK, R. KUBRIN, A.YU. PETROV, P.N. DYACHENKO, J.E.C. SABISCH, K.

- NIELSCH, N. HUBER, M. EICH, G.A. SCHNEIDER: Self-Assembled Ultra High Strength, Ultra Stiff Mechanical Metamaterials Based on Inverse Opals. In: *Advanced Engineering Materials* 17 (2015), Nr. 10, S. 1420–1424. <http://dx.doi.org/10.1002/adem.201500118>. – DOI 10.1002/adem.201500118
- [34] R. FENG UND R.J. FARRIS: Influence of processing conditions on the thermal and mechanical properties of SU8 negative photoresist coatings. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 13 (2003), S. 80–88. <http://dx.doi.org/10.1088/0960-1317/13/1/312>. – DOI 10.1088/0960-1317/13/1/312
- [35] MICROCHEM CORP.: *MicroChem Negative Epoxy Resists*. http://microchem.com/Prod-SU8_KMPR.htm, . – Westborough, USA; Aufruf online 8. Oktober 2018
- [36] NANOSCRIBE GMBH: *Data Sheet - IP-Photoresists*. www.nanoscribe.de, . – Eggenstein-Leopoldshafen; Aufruf online 29. Juli 2015
- [37] JENS BAUER: *Mechanische Metamaterialien - Hohe Festigkeit und niedrige Dichte durch Mikroarchitektur und Materialdesign*, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Diss., 2015
- [38] J.S. OAKDALE, J. YE, W.L. SMITH, J. BIENER: Post-print UV curing method for improving the mechanical properties of prototypes derived from two-photon lithography. In: *Optics Express* 24 (2016), Nr. 24, S. 27077–27086. <http://dx.doi.org/10.1364/OE.24.027077>. – DOI 10.1364/OE.24.027077
- [39] J. BAUER, A. SCHROER, R. SCHWAIGER, O. KRAFT: The Impact of Size and Loading Direction on the Strength of Architected Lattice Materials. In: *Advanced Engineering Materials* 18 (2016), Nr. 9, S. 1537–1543. <http://dx.doi.org/10.1002/adem.201600235>. – DOI 10.1002/adem.201600235

- [40] J.J. DO ROSÁRIO, J.B. BERGER, E.T. LILLEODDEN, R.M. McMEEKING, G.A. SCHNEIDER: The stiffness and strength of metamaterials based on the inverse opal architecture. In: *Extreme Mechanics Letters* 12 (2017), S. 86–96. <http://dx.doi.org/10.1016/j.eml.2016.07.006>. – DOI 10.1016/j.eml.2016.07.006
- [41] L.R. MEZA, S. DAS, J.R. GREER: Strong, lightweight, and recoverable three-dimensional ceramic nanolattices. In: *Science* 345 (2014), Nr. 6202, S. 1322–1326. <http://dx.doi.org/10.1126/science.1255908>. – DOI 10.1126/science.1255908
- [42] K.J. MALONEY, C.S. ROPER, A.J. JACOBSEN, W.B. CARTER, L. VALDEVIT, T.A. SCHAEGLER: Microlattices as architected thin films: Analysis of mechanical properties and high strain elastic recovery. In: *APL Materials* 1 (2013), Nr. 2, S. 022106. <http://dx.doi.org/10.1063/1.4818168>. – DOI 10.1063/1.4818168
- [43] T.A. SCHAEGLER, A.J. JACOBSEN, A. TORRENTS, A.E. SORENSSEN, J. LIAN, J.R. GREER, L. VALDEVIT, W.B. CARTER: Ultralight Metallic Microlattices. In: *Science* 334 (2011), Nr. 6058, S. 962–965. <http://dx.doi.org/10.1126/science.1211649>. – DOI 10.1126/science.1211649
- [44] A. TORRENTS, T.A. SCHAEGLER, A.J. JACOBSEN, W.B. CARTER, L. VALDEVIT: Characterization of nickel-based microlattice materials with structural hierarchy from the nanometer to the millimeter scale. In: *Acta Materialia* 60 (2012), Nr. 8, S. 3511–3523. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2012.03.007>. – DOI 10.1016/j.actamat.2012.03.007
- [45] L.C. MONTEMAYOR, L.R. MEZA, J.R. GREER: Design and Fabrication of Hollow Rigid Nanolattices via Two-Photon Lithography. In: *Advanced Engineering Materials* 16 (2014), Nr. 2, S. 184–189. <http://dx.doi.org/10.1002/adem.201300254>. – DOI 10.1002/adem.201300254

- [46] J. RYS, L. VALDEVIT, T.A. SCHAEGLER, A.J. JACOBSEN, W.B. CARTER, J.R. GREER: Fabrication and Deformation of Metallic Glass Micro-Lattices. In: *Advanced Engineering Materials* 16 (2014), Nr. 7, S. 889–896. <http://dx.doi.org/10.1002/adem.201300454>. – DOI 10.1002/adem.201300454
- [47] R. LIONTAS UND J.R. GREER: 3D nano-architected metallic glass: Size effect suppresses catastrophic failure. In: *Acta Materialia* 133 (2017), S. 393–407. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.05.019>
- [48] M. MIESZALA, M. HASEGAWA, G. GUILLONNEAU, J. BAUER, R. RAGHAVAN, C. FRANTZ, O. KRAFT, S. MISCHLER, J. MICHLER, L. PHILIPPE: Micromechanics of Amorphous Metal/Polymer Hybrid Structures with 3D Cellular Architectures: Size Effects, Buckling Behavior, and Energy Absorption Capability. In: *Small* 13 (2017), Nr. 8, S. 1602514. <http://dx.doi.org/10.1002/smll.201602514>. – DOI 10.1002/smll.201602514
- [49] X. ZHANG, J. YAO, B. LIU, J. YAN, L. LU, Y. LI, H. GAO, X. LI: Three-Dimensional High-Entropy Alloy-Polymer Composite Nanolattices That Overcome the Strength-Recoverability Trade-off. In: *Nano Letters* 18 (2018), Nr. 7, S. 4247–4256. <https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.8b01241>
- [50] Z.C. ECKEL, C. ZHOU, J.H. MARTIN, A.J. JACOBSEN, W.B. CARTER, T.A. SCHAEGLER: Additive manufacturing of polymer-derived ceramics. In: *Science* 351 (2016), Nr. 6268, S. 58–62. <http://dx.doi.org/10.1126/science.aad2688>. – DOI 10.1126/science.aad2688
- [51] A. VYATSKIKH, S. DELALANDE, A. KUDO, X. ZHANG, C.M. PORTELA, J.R. GREER: Additive manufacturing of 3D nano-architected metals. In: *Nature Communications* 9 (2018), S. 593.

- <http://dx.doi.org/10.1038/s41467-018-03071-9>. – DOI 10.1038/s41467-018-03071-9
- [52] A.J. JACOBSEN, S. MAHONEY, W.B. CARTER, S. NUTT: Vitreous carbon micro-lattice structures. In: *Carbon* 49 (2011), Nr. 3, S. 1025–1032. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbon.2010.10.059>. – DOI 10.1016/j.carbon.2010.10.059
- [53] J. BAUER, A. SCHROER, R. SCHWAIGER, O. KRAFT: Approaching theoretical strength in glassy carbon nanolattices. In: *Nature Materials* 15 (2016), S. 438–443. <http://dx.doi.org/10.1038/NMAT4561>. – DOI 10.1038/NMAT4561
- [54] F.C. COWLARD UND J.C. LEWIS: Vitreous carbon - A new form of carbon. In: *Journal of Materials Science* 2 (1967), Nr. 6, S. 507–512. <http://dx.doi.org/10.1007/BF00752216>. – DOI 10.1007/BF00752216
- [55] O.J.A. SCHUELLER, S.T. BRITAIN, C. MARZOLIN, G.M. WHITESIDES: Fabrication and Characterization of Glassy Carbon MEMS. In: *Chemistry of Materials* 9 (1997), Nr. 6, S. 1399–1406. <http://dx.doi.org/10.1021/cm960639v>. – DOI 10.1021/cm960639v
- [56] J.X. ZHAO, R.C. BRADT, P.L. WALKER JR.: The fracture toughness of glassy carbons at elevated temperatures. In: *Carbon* 23 (1985), Nr. 1, S. 15–18. [http://dx.doi.org/10.1016/0008-6223\(85\)90190-3](http://dx.doi.org/10.1016/0008-6223(85)90190-3). – DOI 10.1016/0008-6223(85)90190-3
- [57] Y. LIM, J.-I. HEO, M. MADOU, H. SHIN: Monolithic carbon structures including suspended single nanowires and nanomeshes as a sensor platform. In: *Nanoscale Research Letters* 8 (2013), Nr. 1, S. 492. <http://dx.doi.org/10.1186/1556-276X-8-492>. – DOI 10.1186/1556-276X-8-492
- [58] L. VALDEVIT, A.J. JACOBSEN, J.R. GREER, W.B. CARTER: Protocols for the Optimal Design of Multi-Functional Cellular Structu-

- res: From Hypersonics to Micro-Architected Materials. In: *Journal of the American Ceramic Society* 94 (2011), Nr. S1, S. S15–S34. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1551-2916.2011.04599.x>. – DOI 10.1111/j.1551-2916.2011.04599.x
- [59] GRANTA DESIGN LIMITED: *CES EduPack 2017*. www.grantadesign.com, . – Cambridge, United Kingdom
- [60] L.R. MEZA, A.J. ZELHOFER, N. CLARKE, A.J. MATEOS, D.M. KOCHMANN, J.R. GREER: Resilient 3D hierarchical architected metamaterials. In: *Proceedings of the National Academy of Sciences* 112 (2015), Nr. 37, S. 11502–11507. <http://dx.doi.org/10.1073/pnas.1509120112>. – DOI 10.1073/pnas.1509120112
- [61] L. SALARI-SHARIF, T.A. SCHAEGLER, L. VALDEVIT: Energy dissipation mechanisms in hollow metallic microlattices. In: *Journal of Materials Research* 29 (2014), Nr. 16, S. 1755–1770. <http://dx.doi.org/10.1557/jmr.2014.226>. – DOI 10.1557/jmr.2014.226
- [62] T. FRENZEL, C. FINDEISEN, M. KADIC, P. GUMBSCH, M. WEGENER: Tailored Buckling Microlattices as Reusable Light-Weight Shock Absorbers. In: *Advanced Materials* 28 (2016), Nr. 28, S. 5865–5870. <http://dx.doi.org/10.1002/adma.201600610>. – DOI 10.1002/adma.201600610
- [63] B. HAGHPANAH, L. SALARI-SHARIF, P. POURRAJAB, J. HOPKINS, L. VALDEVIT: Multistable Shape-Reconfigurable Architected Materials. In: *Advanced Materials* 28 (2016), Nr. 36, S. 7915–7920. <http://dx.doi.org/10.1002/adma.201601650>. – DOI 10.1002/adma.201601650
- [64] S. SHAN, S.H. KANG, J.R. RANEY, P. WANG, L. FANG, F. CANDIDO, J.A. LEWIS, K. BERTOLDI: Multistable Architected Materials for Trapping Elastic Strain Energy. In: *Advanced Materials* 27

- (2015), Nr. 29, S. 4296–4301. <http://dx.doi.org/10.1002/adma.201501708>. – DOI 10.1002/adma.201501708
- [65] C.I. HAMMETTER, R.G. RINALDI, F.W. ZOK: Pyramidal Lattice Structures for High Strength and Energy Absorption. In: *Journal of Applied Mechanics* 80 (2013), Nr. 4, S. 041015. <http://dx.doi.org/10.1115/1.4007865>. – DOI 10.1115/1.4007865
- [66] L.R. MEZA, G.P. PHILIPOT, C.M. PORTELA, A. MAGGI, L.C. MONTEMAYOR, A. COMELLA, D.M. KOCHMANN, J.R. GREER: Reexamining the mechanical property space of three-dimensional lattice architectures. In: *Acta Materialia* 140 (2017), S. 424–432. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.08.052>
- [67] S. MARUO, O. NAKAMURA, S. KAWATA: Three-dimensional microfabrication with two-photon-absorbed photopolymerization. In: *Optics Letters* 22 (1997), Nr. 2, S. 132–134. <http://dx.doi.org/10.1364/OL.22.000132>. – DOI 10.1364/OL.22.000132
- [68] J.T. FOURKAS: Kapitel 1.3: Fundamentals of Two-Photon Fabrication. In: T. BALDACCHINI (Hrsg.): *Three-Dimensional Microfabrication Using Two-Photon Polymerization - Fundamentals, Technology, and Applications*. Oxford, UK : William Andrew Publishing, Elsevier Inc., 2016, S. 45–61
- [69] M. FARSARI, M. VAMVAKAKI, B.N. CHICHKOV: Multiphoton polymerization of hybrid materials. In: *Journal of Optics* 12 (2010), Nr. 12, S. 124001. <http://stacks.iop.org/2040-8986/12/i=12/a=124001>
- [70] NANOSCRIBE GMBH (HERSTELLER): *Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 (REACH) (geändert durch Verordnung (EU) Nr. 453/2010), IP-Dip Photolack*. – 29.04.2013, Version 1/12; Nanoscribe GmbH Eggenstein-Leopoldshafen

- [71] I. GIBSON, D. ROSEN, B. STUCKER: *Additive Manufacturing Technologies - 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing*. Zweite Auflage. New York, USA : Springer Science+Business Media, 2015. – 66–67 S. – Kapitel 4.2.1: UV-Curable Photopolymers
- [72] E. ANDRZEJEWSKA: Kapitel 2: Free Radical Photopolymerization of Multifunctional Monomers. In: T. BALDACCHINI (Hrsg.): *Three-Dimensional Microfabrication Using Two-Photon Polymerization - Fundamentals, Technology, and Applications*. Oxford, UK : William Andrew Publishing, Elsevier Inc., 2016, S. 62–81
- [73] L. VALDEVIT UND J. BAUER: Kapitel 13.1: Fabrication of 3D Micro-Architected/Nano-Architected Materials. In: T. BALDACCHINI (Hrsg.): *Three-Dimensional Microfabrication Using Two-Photon Polymerization: Fundamentals, Technology, and Applications*. Oxford, UK : William Andrew Publishing, Elsevier Inc., 2016, S. 345–373
- [74] LEICA MICROSYSTEMS GMBH: *Application Booklet - Leica EM CPD300 Automated Critical Point Dryer*. Wetzlar, 2014. – Version 05/14
- [75] A. SCHROER, J. BAUER, R. SCHWAIGER, O. KRAFT: Optimizing the mechanical properties of polymer resists for strong and light-weight micro-truss structures. In: *Extreme Mechanics Letters* 8 (2016), S. 283–291. <http://dx.doi.org/10.1016/j.eml.2016.04.014>. – DOI 10.1016/j.eml.2016.04.014
- [76] S.M. GEORGE: Atomic Layer Deposition: An Overview. In: *Chemical Reviews* 110 (2010), Nr. 1, S. 111–131. <http://dx.doi.org/10.1021/cr900056b>. – DOI 10.1021/cr900056b
- [77] K. TAPILY, J.E. JAKES, D.S. STONE, P. SHRESTHA, D. GU, H. BAUMGART, A.A. ELMUSTAFA: Nanoindentation Investigati-

- on of HfO₂ and Al₂O₃ Films Grown by Atomic Layer Deposition. In: *Journal of The Electrochemical Society* 155 (2008), Nr. 7, S. H545–H551. <http://dx.doi.org/10.1149/1.2919106>. – DOI 10.1149/1.2919106
- [78] ANDREAS MARKUS FRÖHLICH: *On tailored three-dimensional optical materials by atomic layer deposition*, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Diss., 2013
- [79] M. NICOLAUS UND M. SCHÄPERS: Fundamentals of Thin-film Technology. In: FR.-W. BACH, A. LAARMANN, T. WENZ (Hrsg.): *Modern Surface Technology*. Weinheim : Wiley-VCH GmbH & Co. KgaA, 2006, S. 31–50
- [80] H.A. JEHN UND H. KAPPL: PVD-Verfahren. In: K.W. MERTZ UND H.A. JEHN (Hrsg.): *Praxishandbuch moderne Beschichtungen*. München; Wien, Österreich : Carl Hanser Verlag, 2001, S. 153–165. – Kapitel 2.1: PVD-Verfahren
- [81] T. JUAREZ, A. SCHROER, R. SCHWAIGER, A.M. HODGE: Evaluating sputter deposited metal coatings on 3D printed polymer microtruss structures. In: *Materials & Design* 140 (2018), S. 442–450. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2017.12.005>. – DOI 10.1016/j.matdes.2017.12.005
- [82] AGILENT TECHNOLOGIES, INC.: *Agilent Technologies Nano Indenter G200, User's Guide*. Palo-Alto, USA, Mai 2013
- [83] R. GHISLENI, K. RZEPIEJEWSKA-MALYSKA, L. PHILIPPE, P. SCHWALLER, J. MICHLER: In Situ SEM Indentation Experiments: Instruments, Methodology, and Applications. In: *Microscopy Research and Technique* 72 (2009), Nr. 3, S. 242–249. <https://online.library.wiley.com/doi/abs/10.1002/jemt.20677>
- [84] J.M. WHEELER UND J. MICHLER: Elevated temperature, nano-mechanical testing in situ in the scanning electron microscope. In:

- Review of Scientific Instruments* 84 (2013), Nr. 4, S. 045103. <http://dx.doi.org/10.1063/1.4795829>. – DOI 10.1063/1.4795829
- [85] NANOMECHANICS, INC.: *InSEM HT*. <http://nanomechanicsinc.com/insem-systems-page/>, . – Oak Ridge, USA; Aufruf online 4. Oktober 2017
- [86] A.C. FISCHER-CRIPPS: *Nanoindentation*. New York, USA : Springer-Verlag New York, Inc., 2002. – 20–35 S. – Kapitel 2: Nanoindentation Testing
- [87] S. WEYAND, H. BLATTMANN, V. SCHIMPF, R. MÜLHAUPT, R. SCHWAIGER: Structure-property-glass transition relationships in non-isocyanate polyurethanes investigated by dynamic nanoindentation. In: *Materials Research Express* 3 (2016), Nr. 7, S. 075019. <http://dx.doi.org/10.1088/2053-1591/3/7/075019>. – DOI 10.1088/2053-1591/3/7/075019
- [88] J. HAY UND E. HERBERT: Measuring the Complex Modulus of Polymers by Instrumented Indentation Testing. In: *Experimental Techniques* 37 (2013), Nr. 3, S. 55–61. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1747-1567.2011.00732.x>. – DOI 10.1111/j.1747-1567.2011.00732.x
- [89] M.D. UCHIC UND D.M. DIMIDUK: A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing. In: *Materials Science and Engineering: A* 400-401 (2005), S. 268–278. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.03.082>
- [90] J.R. GREER, W.C. OLIVER, W.D. NIX: Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients. In: *Acta Materialia* 53 (2005), Nr. 6, S. 1821–1830. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.12.031>
- [91] H. FEI, A. ABRAHAM, N. CHAWLA, H. JIANG: Evaluation of Micro-Pillar Compression Tests for Accurate Determination of

- Elastic-Plastic Constitutive Relations. In: *Journal of Applied Mechanics* 79 (2012), Nr. 6, S. 061011. <http://dx.doi.org/10.1115/1.4006767>. – DOI 10.1115/1.4006767
- [92] W.C. OLIVER UND G.M. PHARR: An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. In: *Journal of Materials Research* 7 (1992), Nr. 6, S. 1564–1583. <http://dx.doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>. – DOI 10.1557/JMR.1992.1564
- [93] I.N. SNEDDON: The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. In: *International Journal of Engineering Science* 3 (1965), Nr. 1, S. 47–57. [http://dx.doi.org/10.1016/0020-7225\(65\)90019-4](http://dx.doi.org/10.1016/0020-7225(65)90019-4). – DOI 10.1016/0020-7225(65)90019-4
- [94] I. CHOI, Y. GAN, D. KAUFMANN, O. KRAFT, R. SCHWAIGER: Measurement of Young's modulus of anisotropic materials using micro-compression testing. In: *Journal of Materials Research* 27 (2012), Nr. 21, S. 2752–2759. <http://dx.doi.org/10.1557/jmr.2012.18>. – DOI 10.1557/jmr.2012.18
- [95] A. MASOLIN, P.-O. BOUCHARD, R. MARTINI, M. BERNACKI: Thermo-mechanical and fracture properties in single-crystal silicon. In: *Journal of Materials Science* 48 (2013), Nr. 3, S. 979–988. <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-012-6713-7>. – DOI 10.1007/s10853-012-6713-7
- [96] G. HLAWACEK, V. VELIGURA, R. VAN GASTEL, B. POELSEMA: Helium ion microscopy. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B* 32 (2014), Nr. 2, S. 020801. <http://dx.doi.org/10.1116/1.4863676>. – DOI 10.1116/1.4863676
- [97] M.D. GRONER, F.H. FABREGUETTE, J.W. ELAM, S.M. GEORGE: Low-Temperature Al₂O₃ Atomic Layer Deposition. In: *Chemistry of*

- Materials* 16 (2004), Nr. 4, S. 639–645. <http://dx.doi.org/10.1021/cm0304546>. – DOI 10.1021/cm0304546
- [98] J.R. DAVIS, DAVIS & ASSOCIATES (HRSG.): *ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys*. Materials Park, USA : ASM International, 1993. – 639–644 S. – Abschnitt: Properties of Pure Aluminum
- [99] J.R. DAVIS, DAVIS & ASSOCIATES (HRSG.): *ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys*. Materials Park, USA : ASM International, 2000. – 27–28 S. – Abschnitt: Inconel 600
- [100] G. TERLINDE, T. WITULSKI, G. FISCHER: Forging of Titanium. In: C. LEYENS UND M. PETERS (Hrsg.): *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*. Weinheim : Wiley-VCH GmbH & Co. KgaA, 2003, S. 294. – Tabelle 11.2: Properties of titanium alloys
- [101] W.E. MAY ET AL.: Chemical Composition - Infrared and Raman Microanalysis. In: H. CZICHOS, T. SAITO, L. SMITH (Hrsg.): *Springer Handbook of Materials Measurement Methods*. Berlin, Heidelberg : Springer Science+Business Media, Inc., 2006, S. 146–148. – Kapitel 4.2.5: Infrared and Raman Microanalysis
- [102] A.C. FERRARI UND J. ROBERTSON: Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon. In: *Physical Review B* 61 (2000), Nr. 20, S. 14095–14107. <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.61.14095>. – DOI 10.1103/PhysRevB.61.14095
- [103] ANSYS, INC.: *Command Reference*. <http://www.ansys.com>, 2009. – Release 12.1; ANSYS, Inc., Canonsburg, USA
- [104] R. SCHWAIGER, M. WEBER, B. MOSER, P. GUMBSCH, O. KRAFT: Mechanical assessment of ultrafine-grained nickel by microcompression experiment and finite element simulation. In: *Journal of Materials Research* 27 (2012), Nr. 1, S. 266–277. <http://dx.doi.org/10.1557/jmr.2011.248>. – DOI 10.1557/jmr.2011.248

- [105] A. SCHROER, J.M. WHEELER, R. SCHWAIGER: Deformation behavior and energy absorption capability of polymer and ceramic-polymer composite microlattices under cyclic loading. In: *Journal of Materials Research* 33 (2018), Nr. 3, S. 274–289. <http://dx.doi.org/10.1557/jmr.2017.485>. – DOI 10.1557/jmr.2017.485
- [106] M.A. MEYERS UND K.K. CHAWLA: *Mechanical Behavior of Materials*. Zweite Auflage. Cambridge, UK : Cambridge University Press, 2009. – 507–516 S. – Kapitel 8.4: Fracture in Polymers
- [107] J. BICERANO: *Prediction of Polymer Properties*. Dritte Auflage. New York, USA; Basel, Schweiz : Marcel Dekker, Inc., 2002. – 368–463 S. – Kapitel 11: Mechanical Properties
- [108] L. DOU, Y. ZHENG, X. SHEN, G. WU, K. FIELDS, W.-C. HSU, H. ZHOU, Y. YANG, F. WUDL: Single-Crystal Linear Polymers Through Visible Light-Triggered Topochemical Quantitative Polymerization. In: *Science* 343 (2014), Nr. 6168, S. 272–277. <http://dx.doi.org/10.1126/science.1245875>. – DOI 10.1126/science.1245875
- [109] P.I. VINCENT: A correlation between critical tensile strength and polymer cross-sectional area. In: *Polymer* 13 (1972), Nr. 12, S. 558–560. [http://dx.doi.org/10.1016/0032-3861\(72\)90116-4](http://dx.doi.org/10.1016/0032-3861(72)90116-4). – DOI 10.1016/0032-3861(72)90116-4
- [110] A.J. KINLOCH UND R.J. YOUNG: *Fracture Behaviour of Polymers*. Essex, England : Applied Science Publishers Ltd, 1983. – 32–37 S. – Kapitel 1.6: Fracture of Polymers
- [111] L.J. GIBSON UND M.F. ASHBY: *Cellular solids - Structure and properties*. Zweite Auflage. Cambridge, UK : Cambridge University Press, 2001. – 55–73 S. – Kapitel 3.2: Polymers and elastomers
- [112] A.E. MAYR, W.D. COOK, G.H. EDWARD: Yielding behaviour in model epoxy thermosets - I. Effect of strain rate and composition.

- In: *Polymer* 39 (1998), Nr. 16, S. 3719–3724. [http://dx.doi.org/10.1016/S0032-3861\(97\)10334-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0032-3861(97)10334-2). – DOI 10.1016/S0032-3861(97)10334-2
- [113] L.E. NIELSEN: Cross-Linking-Effect on Physical Properties of Polymers. In: *Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews* 3 (1969), Nr. 1, S. 69–103. <http://dx.doi.org/10.1080/15583726908545897>. – DOI 10.1080/15583726908545897
- [114] L.J. BROUTMAN UND F.J. MCGARRY: Fracture Surface Work Measurements on Glassy Polymers by a Cleavage Technique. II. Effects of Crosslinking and Preorientation. In: *Journal of Applied Polymer Science* 9 (1965), Nr. 2, S. 609–626. <http://dx.doi.org/10.1002/app.1965.070090222>. – DOI 10.1002/app.1965.070090222
- [115] J.A. SCHROEDER, P.A. MADSEN, R.T. FOISTER: Structure/property relationships for a series of crosslinked aromatic/aliphatic epoxy mixtures. In: *Polymer* 28 (1987), Nr. 6, S. 929–940. [http://dx.doi.org/10.1016/0032-3861\(87\)90165-0](http://dx.doi.org/10.1016/0032-3861(87)90165-0). – DOI 10.1016/0032-3861(87)90165-0
- [116] E.D. LEMMA, F. RIZZI, T. DATTOMA, B. SPAGNOLO, L. SILEO, A. QUALTIERI, M. DE VITTORIO, F. PISANELLO: Mechanical Properties Tunability of Three-Dimensional Polymeric Structures in Two-Photon Lithography. In: *IEEE Transactions on Nanotechnology* 16 (2017), Nr. 1, S. 23–31. <http://dx.doi.org/10.1109/TNANO.2016.2625820>. – DOI 10.1109/TNANO.2016.2625820
- [117] S. KRÖDEL, L. LI, A. CONSTANTINESCU, C. DARAIO: Stress relaxation in polymeric microlattice materials. In: *Materials & Design* 130 (2017), S. 433–441. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.05.060>
- [118] G.M. JENKINS, K. KAWAMURA, L.L. BAN: Formation and structure of polymeric carbons. In: *Proceedings of the Royal Society of*

- London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 327 (1972), Nr. 1571, S. 501–517. <http://dx.doi.org/10.1098/rspa.1972.0060>. – DOI 10.1098/rspa.1972.0060
- [119] C. MATTHECK: *Verborgene Gestaltgesetze der Natur*. Erste Auflage. Karlsruhe : Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, 2006
- [120] M.P. MANOHARAN, H. LEE, R. RAJAGOPALAN, H.C. FOLEY, M.A. HAQUE: Elastic Properties of 4-6 nm-thick Glassy Carbon Thin Films. In: *Nanoscale Research Letters* 5 (2010), S. 14–19. <http://dx.doi.org/10.1007/s11671-009-9435-2>. – DOI 10.1007/s11671-009-9435-2
- [121] K. KAWAMURA UND G.M. JENKINS: Mechanical properties of glassy carbon fibres derived from phenolic resin. In: *Journal of Materials Science* 7 (1972), Nr. 10, S. 1099–1112. <http://dx.doi.org/10.1007/BF00550191>. – DOI 10.1007/BF00550191
- [122] G.M. JENKINS UND K. KAWAMURA: *Polymeric carbons - carbon fibre, glass and char*. Cambridge, UK : Cambridge University Press, 1976. – 11–35 S. – Kapitel 2: Pyrolysis of Polymers
- [123] G.M. JENKINS UND K. KAWAMURA: *Polymeric carbons - carbon fibre, glass and char*. Cambridge, UK : Cambridge University Press, 1976. – 109–134 S. – Kapitel 6: Mechanical behaviour
- [124] RASMUS SCHRÖDER: *Fokussierte-Ionenstrahl-Tomografie an polymeren Strukturen, welche mit 3D direktem Laserschreiben hergestellt wurden*. Private Kommunikation, 2018. – Universität Heidelberg
- [125] D. JANG, C.T. GROSS, J.R. GREER: Effects of size on the strength and deformation mechanism in Zr-based metallic glasses. In: *International Journal of Plasticity* 27 (2011), Nr. 6, S. 858–867. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2010.09.010>

- [126] R.E. BULLOCK UND J.L. KAAE: Size effect on the strength of glassy carbon. In: *Journal of Materials Science* 14 (1979), Nr. 4, S. 920–930. <http://dx.doi.org/10.1007/BF00550723>. – DOI 10.1007/BF00550723
- [127] R.C. HIBBELER: *Technische Mechanik 2 - Festigkeitslehre*. Fünfte Auflage. München : Pearson Studium, 2006. – 149–151 S. – Kapitel 4.1: Saint-Venant’sches Prinzip
- [128] D.T. QUEHEILLALT, D.D. HASS, D.J. SYPECK, H.N.G. WADLEY: Synthesis of open-cell metal foams by templated directed vapor deposition. In: *Journal of Materials Research* 16 (2001), Nr. 4, S. 1028–1036. <http://dx.doi.org/10.1557/JMR.2001.0143>. – DOI 10.1557/JMR.2001.0143
- [129] L.C. MONTEMAYOR UND J.R. GREER: Mechanical Response of Hollow Metallic Nanolattices: Combining Structural and Material Size Effects. In: *Journal of Applied Mechanics* 82 (2015), Nr. 7, S. 071012–1–10. <http://dx.doi.org/10.1115/1.4030361>. – DOI 10.1115/1.4030361
- [130] D.A. GLOCKER, M.M. ROMACH, V.W. LINDBERG: Recent developments in inverted cylindrical magnetron sputtering. In: *Surface and Coatings Technology* 146–147 (2001), S. 457–462. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(01\)01487-6](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(01)01487-6)
- [131] S. TANG UND U. SCHULZ: Gas flow sputtering - An approach to coat complex geometries and Non Line of Sight areas. In: *Surface and Coatings Technology* 204 (2009), Nr. 6, S. 1087–1091. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.08.016>
- [132] D.D. HASS, Y. MARCIANO, H.N.G. WADLEY: Physical vapor deposition on cylindrical substrates. In: *Surface and Coatings Technology* 185 (2004), Nr. 2, S. 283–291. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2003.12.027>

- [133] L. VALDEVIT, S.W. GODFREY, T.A. SCHAEGLER, A.J. JACOBSEN, W.B. CARTER: Compressive strength of hollow microlattices: Experimental characterization, modeling, and optimal design. In: *Journal of Materials Research* 28 (2013), Nr. 17, S. 2461–2473. <http://dx.doi.org/10.1557/jmr.2013.160>. – DOI 10.1557/jmr.2013.160
- [134] E. ROOS, K. MAILE, M. SEIDENFUSS: *Werkstoffkunde für Ingenieure - Grundlagen, Anwendung, Prüfung*. Sechste Auflage. Berlin : Springer-Vieweg, Springer-Verlag GmbH Deutschland, 2017. – 281–302 S. – Kapitel 8: Kunststoffe
- [135] V.S. DESHPANDE UND N.A. FLECK: Collapse of truss core sandwich beams in 3-point bending. In: *International Journal of Solids and Structures* 38 (2001), Nr. 36, S. 6275–6305. [http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7683\(01\)00103-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7683(01)00103-2). – DOI 10.1016/S0020-7683(01)00103-2
- [136] H.N.G. WADLEY: Multifunctional periodic cellular metals. In: *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 364 (2006), Nr. 1838, S. 31–68. <http://dx.doi.org/10.1098/rsta.2005.1697>. – DOI 10.1098/rsta.2005.1697
- [137] J.-H. LEE, L. WANG, S. KOOI, M.C. BOYCE, E.L. THOMAS: Enhanced Energy Dissipation in Periodic Epoxy Nanoframes. In: *Nano Letters* 10 (2010), Nr. 7, S. 2592–2597. <http://dx.doi.org/10.1021/nl1012773>. – DOI 10.1021/nl1012773
- [138] J.-H. LEE, L. WANG, M.C. BOYCE, E.L. THOMAS: Periodic Bicontinuous Composites for High Specific Energy Absorption. In: *Nano Letters* 12 (2012), Nr. 8, S. 4392–4396. <http://dx.doi.org/10.1021/nl302234f>. – DOI 10.1021/nl302234f

- [139] R.C. HIBBELER: *Technische Mechanik I - Statik*. Zehnte Auflage. München : Pearson Studium, 2005. – 98 S. – Kapitel 3.2: Freikörperbild, Federn
- [140] A. SCHROER, H. BALE, R. SCHWAIGER: *In-situ compression testing of high-strength low-weight micro- and nanolattices using 3D nano-scale X-Ray imaging*. Unveröffentlichte Ergebnisse, 2016. – Karlsruher Institut für Technologie (KIT); Carl-Zeiss X-Ray Microscopy, Pleasanton, USA
- [141] T. FRENZEL, M. KADIC, M. WEGENER: Three-dimensional mechanical metamaterials with a twist. In: *Science* 358 (2017), Nr. 6366, S. 1072–1074. <http://dx.doi.org/10.1126/science.aao4640>. – DOI 10.1126/science.aao4640
- [142] Z.D. SHA, C.M. SHE, G.K. XU, Q.X. PEI, Z.S. LIU, T.J. WANG, H.J. GAO: Metallic glass-based chiral nanolattice: Light weight, asexicity, and superior mechanical properties. In: *Materials Today* 20 (2017), Nr. 10, S. 569–576. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2017.10.001>
- [143] X. ZHENG, W. SMITH, J. JACKSON, B. MORAN, H. CUI, D. CHEN, J. YE, N. FANG, N. RODRIGUEZ, T. WEISGRABER, C.M. SPADACCINI: Multiscale metallic metamaterials. In: *Nature Materials* 15 (2016), S. 1100–1106. <http://dx.doi.org/10.1038/nmat4694>. – DOI 10.1038/nmat4694
- [144] K.-H. GROTE UND J. FELDHUSEN: *Dubbel - Taschenbuch für den Maschinenbau*. 21. Auflage. Berlin, Heidelberg : Springer-Verlag, 2005. – C1–C3, C6 S. – Kapitel: 1.1.1 Spannungen, 1.3.3 Gestaltänderungsenergiehypothese
- [145] D. GROSS UND T. SEELIG: *Fracture Mechanics - With an Introduction to Micromechanics*. Dritte Auflage. Cham, Schweiz : Springer

International Publishing AG, 2018. – 7–10 S. – Kapitel 1.1.2: Stress tensor