Abschlussbericht Teil I

Kurzbericht MAG4INK, Teilvorhaben des Fraunhofer IKTS (FKZ: 03VP09092)

Magnetfeldsensoren werden in vielfältiger Weise eingesetzt, beispielsweise zur Erkennung von Verschiebungen, Drehungen oder Vibrationen. Darüber hinaus finden sie Verwendung in elektronischen Kompassen, magnetischen Festplatten oder bei Schaltanwendungen. Aktuell verfügbare Magnetfeldsensoren werden durch Dünnschichttechnologie auf starren Substraten realisiert und sind somit aufwendig, verbunden mit hohen Kosten und nicht auf flexiblen Substraten herzustellen. Für eine kostengünstige und effiziente Herstellung ist die gedruckte Elektronik eine vielversprechende Technologie. Elektronische Bauteile, die durch Drucken hergestellt werden, sind leicht und klein, dünn und flexibel, aufgrund des geringen Materialeinsatzes ökonomisch herstell- sowie recycelbar.

Das Projekt MAG4INK stützt sich auf die Vorarbeiten der Konsortiumspartner zu großflächiger Deposition, flexiblen magnetoresistive Sensoren mittels konventioneller PVD- und Lithographieverfahren sowie auf erste Demonstrationen von druckbaren Sensorstrukturen. Auf der Grundlage dieser Vorarbeit war es möglich, realistische Validierungsziele zu definieren, von denen wir erwarteten, dass sie uns helfen könnten, die Technologie vom Niveau TRL3 auf das Niveau TRL6 zu bringen und sie so für weitere Technologietransferaktivitäten attraktiv zu machen.

Das Schlüsselelement der Pasten bzw. Funktionstinten – die magnetische Komponente – wird in einem neuartigen Verfahren produziert. Um den Gesamtprozess wirtschaftlich zu gestalten, müssen wir die jährlich herstellbare Menge des pulverförmigen Ausgangsmaterials, die sogenannten anisotropen magnetoresistiven Materialien oder kurz AMR, vom bisherigen Milligramm- in den Kilogramm-Maßstab überführen. Nur so lassen sich die Produktionskosten soweit absenken, dass der Prozess für industrielle Anwendungen interessant wird.

Im Rahmen des Projekts MAG4INK war das Fraunhofer IKTS für die Forschungsarbeiten verantwortlich, welche für die Validierung der Prozessschritte erforderlich sind, die für die Herstellung von druckbaren flexiblen AMR-Sensoren entscheidend sind:

- Untersuchung der Opferschichtpräparation auf produktionsrelevanten Glasssubstraten 40 x 40 cm^2 ,
- Lift-Off der vom Fraunhofer FEP abgeschiedenen AMR-Schichten und Optimierung des Ultraschallmahlens,
- Formulierung der druckbaren Pasten auf Basis des gewonnenen Pulvermaterials,
- Optimierung des Drucks und der Nachbearbeitung der Sensorstrukturen und
- Erprobung von Kontaktierungs- und Verkapselungsansätzen für die Demonstratorpräparation.

Diese Arbeiten wurden in enger Zusammenarbeit und im Austausch mit den Konsortiumsmitgliedern Fraunhofer FEP und HZDR durchgeführt. Die folgenden Hauptergebnisse wurden am Fraunhofer IKTS im Rahmen des MAG4INK-Projekts erzielt:

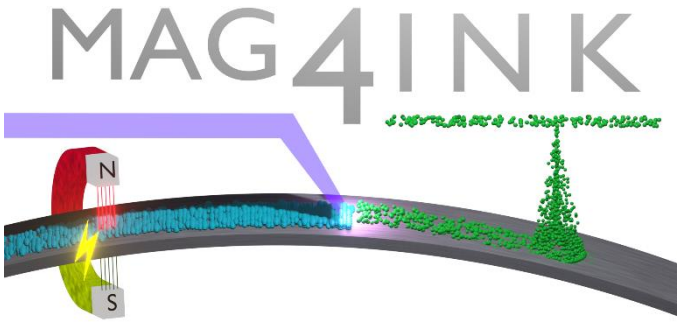
- Die Herstellung von PVB-basierten Polymerlösungen wurde für Chargen bis zu 1000 g als Grundlage für die Abscheidung von Opferschichten etabliert und reproduzierbar nachgewiesen. Die 15–25 µm dicken, in Ethanol löslichen Opferschichten wurden durch das Rakelverfahren realisiert. Die auf dieser Schicht abgeschiedenen Permalloy-Dünnfilme (Py, $Ni_{80}Fe_{20}$) zeigten den gleichen AMR-Effekt wie bei der Abscheidung auf höherpreisigen Fotolacken.
- Es wurde festgestellt, dass die Produktivität der AMR-Schichtabscheidung am Fraunhofer FEP und der Lift-off-Prozesse am Fraunhofer IKTS die Herstellung von ca. 2,7 g AMR-Pulvermaterial pro Tag mit Laboraggregaten ermöglichte, die direkt im Rahmen des MAG4INK-Projekts zur Verfügung standen. Dies zeigt, dass es möglich ist, innerhalb von ca. einem halben Jahr 500 g AMR-Pulver herzustellen, und erfüllt das Projektziel (Beitrag zum Meilenstein 1 „Nachweis der Produktivität der Prozesskette zur großvolumigen Herstellung von Pulvern mit magnetoresistiven Eigenschaften von 500 g Pulver pro Jahr“).

- Durch kontrolliertes Mahlen des AMR-Materials konnten Py-flockenartige Partikel mit einem durchschnittlichen Feret-Durchmesser von 8,9 bis 30 µm und einer Dicke von 0,1 µm hergestellt werden. Die Menge der Partikel mit einem Durchmesser im µm- oder Sub-µm-Bereich war vernachlässigbar. Dadurch waren sie für die Formulierung von hochviskosen Pasten geeignet, verhinderte jedoch ihre Verwendung für die Herstellung von niedrigviskosen Tinten.
- Die Herstellung und Skalierbarkeit von sieb- und dispenserdruckbaren hochviskosen Pasten (3–34 Pa s, 100 s^{-1}, Feststoffanteil 17–26 ma.-%) wurde unter Verwendung verschiedener Partikelgrößen und -formen validiert. Die Herstellung der tintenstrahldruckbaren, niedrigviskosen (7–8 mPa s, Feststoffanteil 10 ma.-%) AMR-Tinten auf der Basis von handelsüblichen Nanopartikeln aus Invar ($Fe_{65}Ni_{35}$) wurde nachgewiesen. Diese Ergebnisse zeigen, dass Meilenstein 3 „Druckbare AMR-Tinten und Pasten mit definierter Viskosität wurden realisiert“ vollständig erreicht ist.
- Es wurden optimale Parameter für den Sieb-, Dispenser- und Inkjetdruck ermittelt. Sie ermöglichten die Realisierung einer breiten Palette von AMR-Sensor-Strukturarten (Rechtecke, Mäander, Brückenstrukturen) mit hoher Qualität auf flexiblen Polymersubstraten.
- Es wurde der optimale Bereich der Nachbearbeitungsparameter für die Diodenlaserarrays ermittelt, der die elektrische Leitfähigkeit und die magnetoelektrische Funktionalität der gedruckten Strukturen auf Polymersubstraten ermöglicht. Bei einer Laserfluenz von 17,4 J/cm^2 und einer Verarbeitungsgeschwindigkeit von 0,7 m/min (Verweilzeit 8,6 ms) wurde der beste AMR-Effekt der Sieb- und Dispensergedruckten Strukturen erzielt. Bei den mit Inkjetdruck hergestellten Strukturen wurde der beste AMR-Effekt bei einer Laserfluenz von 7 J/cm^2 und einer Verarbeitungsgeschwindigkeit von 1,75 m/min (3,4 ms Verweilzeit) realisiert. Daher ist der Meilenstein 4 „Nachweis Verringerung des Sensorwiderstandes durch geeignete Nachbereitung der gedruckten Strukturen“ in vollem Umfang erreicht worden.
- Die Mikrostruktur der optimalen Py-basierten AMR-Sensoren, die durch die Kombination von Sieb-/Dispenserdruck und Diodenlaserbearbeitung auf Polymersubstraten hergestellt wurden, zeigte Anzeichen einer Sinterung zwischen den flockenförmigen Partikeln. Der AMR-Effekt dieser Schichten betrug 0,56–0,77 % für den Magnetfeldbereich ±15 mT. Die höchste Sensitivität konnte bei ± 3 mT gemessen und betrug 0,073 V/T bei 0,62 mA und 11 mV. Bei 0,62 mA und 11 mV zeigte ein typischer Sensor ein Spannungsdichterauschen von 37,7 nV/√Hz (0,1 Hz) und 10,2 nV/√Hz (5 Hz). Eine Auflösung von 520 nT/√Hz (0,1 Hz) und 135 nT/√Hz (5 Hz) bei 0,62 mA wurde berechnet.
- Nach der Laserbehandlung wurde das vollständige Sintern von Inkjetgedruckten Invar-Strukturen beobachtet, was zu einem AMR-Effekt von 0,33 % für den Magnetfeldbereich ±20 mT führte.
- Die Kontaktierungs- und Verkapselungsansätze der gedruckten Sensoren wurden validiert. Die gedruckten Referenzmäanderstrukturen zeigten eine gute Stabilität gegenüber Biegewechseln (Widerstandserhöhung um weniger als 4 % nach 30.000 Biegewechseln auf einen Radius von 2,5 cm). Die gedruckten Brückenstrukturen zeigten eine stabile Ansprechspannung im Temperaturbereich von -40 bis +60 °C und waren für die 180°-Winkelerfassung geeignet.

In Anbetracht des Aufwands für die Pulvervorbereitung einschließlich des großflächigen Magnetron-Sputterns der AMR-Schichten und unter Berücksichtigung der im Rahmen des MAG4INK-Projekts verfügbaren Anlagen wurden die Herstellungskosten auf 0,6-0,7 €/Sensor für die Brückensensoren und 1-2 Eurocent für kleine quadratische (2x2 mm^2) Sensorstrukturen geschätzt. Der Einsatz größerer Anlagen wird die Herstellungszeit und die Produktionskosten der Sensoren weiter senken. In dieser Hinsicht ist die MAG4INK-Technologie wettbewerbsfähig mit den aktuellen Preisen für kostengünstige kommerzielle Magnetfeldsensoren.

MAG4INK

Auslegung und Herstellung von gedruckten Magnetfeldsensoren für flexible Elektronik



– Abschlussbericht Teil II –

Teilvorhaben des Fraunhofer IKTS

01.04.2021 – 31.03.2024

Förderkennzeichen: 03VP09092

Ausführende Stelle: Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS / Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung

Antragsteller:

Antragstellende Einrichtung	Anschriften	Projektleiter	Kontaktdaten der Projektleitung
HZDR *	Bautzner Landstr. 400 01328 Dresden	Dr. Denys Makarov	0351 260 3273 d.makarov@hzdr.de
Fraunhofer FEP	Winterbergstr. 28 01277 Dresden	Thomas Preußner	0351 2586 126 thomas.preussner@fep.fraunhofer.de
Fraunhofer IKTS	Winterbergstr. 28 01277 Dresden	Dr. Mykola Vinnichenko	0351 2553 7282 mykola.vinnichenko@ikts.fraunhofer.de

* Verbundkoordinator

Abschlussbericht Teil II

1. Projektergebnisse

Das Fraunhofer IKTS war an vier MAG4INK-Arbeitspaketen beteiligt. Die wichtigsten Ergebnisse dieses Teilprojekts werden im Folgenden beschrieben und diskutiert.

AP1 - Aufskalierung der Prozesskette zur großvolumigen Pulvergenerierung durch den Nachweis der Produktivität für den industriellen Maßstab

T1.1: Untersuchungen zur Abscheidung der Opferschicht auf großflächigen Substraten

In AP1 war es die Aufgabe des IKTS, eine polymerbasierte Opferschicht für die Beschichtung von Glassubstraten herzustellen. Es wurde eine nach der Trocknung abziehbare Polymerschicht auf PVA-Basis (a), wie auch eine sich in Lösungsmittel (Ethanol) auflösende Variante auf PVB-Basis entwickelt (b). Die Variante (a) des Lacks wurde an den Projektpartner HZDR geliefert, wo sie erfolgreich für die Realisierung von intakten großflächigen AMR-Schichten durch ein einfaches Lift-off-Verfahren eingesetzt wurde und in unserem Bericht nicht weiter betrachtet wird. Das Fraunhofer IKTS hat sich auf die Entwicklung des PVB-Lacks als lösliche Opferschicht (b) konzentriert. Die Opferschicht sollte ursprünglich mittels Spray-Coating aufgebracht werden; als vorteilhafter erwies sich allerdings der Auftrag mittels Rakel. Nach der Literaturrecherche und in Zusammenarbeit mit dem HZDR wurden verschiedene Polymerlösungen auf der Basis von Polyvinylbutyral (PVB) hergestellt und zur Realisierung der Opferschichten bewertet. Für diese Variante (b) konnte die Skalierung von 50 g großen Chargen auf 1000 g erfolgreich umgesetzt werden, wie ein Vergleich der Viskositätsdaten in Tabelle 1 zeigt. Bei einer Skalierung bis 1000 g großen Chargen liegen die Viskositätswerte bei konstanten Scherraten auf dem gleichen Niveau wie bei den kleinen Chargen.

Tabelle 1: Vergleich der Viskositätsdaten verschiedener Chargen von der Opferschicht auf PVB-Basis, Variante (b)

Opferschicht, Variante (b), Charge	Chargenmenge, [g]	η (10 s^{-1}), [Pa s]	η (30 s^{-1}), [Pa s]	η (100 s^{-1}), [Pa s]
#01	50	17	16	14
#02	200	16	15	14
#05	500	16	15	14
#08	1000	17	16	15

Mit dieser Art des Opferlacks wurden Glassubstrate mit ansteigenden Abmessungen (10x10 und 40x40 cm²) beschichtet und an das Fraunhofer FEP geliefert, um anschließend Modell-Ta (5 nm)/ Fe (100 nm)/ Ta (5 nm) AMR-Schichten abzuscheiden (AP2). Die typische Dicke der PVB-Schicht nach der Trocknung betrug 15-25 µm. Insgesamt wurden über den gesamten Projektzeitraum über 60 große (40 x 40 cm² bzw. rund mit 30 cm Durchmesser) Glassubstrate mittels Rakeln beschichtet. Die Handhabung dieser Substrate erwies sich im Vergleich zu den ursprünglich geplanten Glassubstraten mit den Abmessungen 40 x 90 cm^2 als schneller, und ihre kleinere Fläche ermöglichte einen höheren Durchsatz bei der Rakelabscheidung der Opferschicht und den Trocknungsprozessen. Außerdem wurden die Opferlacke auf PVB-Basis mit unterschiedlicher Zusammensetzung und Viskosität hergestellt und an das HZDR geliefert, um Si-Wafer-Substrate zu beschichten, auf denen Permalloy-Schichten ($Ni_{80}Fe_{20}$) abgeschieden wurden.

T1.3: Untersuchungen zur Pulverherstellung

Die am FEP abgeschiedenen AMR-Schichten wurden anschließend in einem Ethanol-Bad abgelöst. Die Ausbeute dieses Prozesses wurde für mehrere Substrate auf 94 % oder 0,13 g pro 40 x 40 cm² Substrat ermittelt. Die Produktivität dieses Batchprozesses (manuelle Rakelabscheidung der Opferschicht und deren Trocknung) umfasste 20 Substrate von 40 x 40 cm² pro Arbeitstag während eines 8 Stunden Arbeitstages. Damit stehen ausreichend Substrate mit Opferschicht für die Abscheidung von ca. 2,7 g AMR-Pulver pro Tag, was die Herstellung von 1000 g des AMR-Pulvers in ca. einem Jahr (ca. ein halbes Jahr für 500 g) gewährleistet. Es besteht die Möglichkeit, die Produktivität des

Prozesses zu steigern, indem man die Rakelaufbauten parallelisiert und mehr technisches Personal einsetzt oder zu einem Inlineverfahren übergeht. Letzteres wäre im Falle einer Massenproduktion die bevorzugte Option.

Um die groben AMR-Partikel vom übrig gebliebenen Polymerfilm zu reinigen, wurden diese in einem Ethanol-Bad mit einem Ultraschallsystem UP400ST (Hielscher, Deutschland) und einer Sonotrode mit einer aktiven Fläche von 0,07 cm² und einer Leistungsdichte von 600 W/cm² behandelt. Die Frequenz des Ultraschalls betrug etwa 24 kHz. Die Amplitude wurde auf 30 % gesetzt, sodass die eingetragene Energie nur zum Rühren der Partikel und damit verstärkten Umspülung mit Ethanol geeignet war. Die ersten Experimente mit höheren Amplituden der Sonotrode wurden durchgeführt, um das Mahlen der Partikel zu testen. Die Ergebnisse sind in T3.1 zusammengefasst.

AP3 - Herstellung magnetoempfindlicher Tinten und Pasten

T3.1: Großvolumige Schicht Abscheidung und Ablösung

Eine der Hauptherausforderungen im **AP3** war die Herstellung Sieb- bzw. Dispenserdruckfähiger AMR-Pasten mit einem möglichst hohen Feststoffgehalt unter Verwendung der so hergestellten flockenförmigen Permalloy-Pulver (Py, $Ni_{80}Fe_{20}$). Für die Herstellung der Pasten und somit deren Anpassung der Viskosität an den Siebdruck war es wichtig, die Partikelgrößenverteilung der Py-Partikel nach der Ablösung einzustellen. Für die Charakterisierung der Partikel wurde die Rasterelektronenmikroskopie (Phenom, Thermofisher Scientific, USA) sowie das neuartige QICPIC Analyseverfahren (Sympatec, Deutschland) am FhG IKTS genutzt. Beim QICPIC Analyseverfahren strömte eine Suspension mit den Py-Partikel an einer Hochgeschwindigkeitskamera vorbei und von jedem Partikel wurde ein Bild aufgenommen und ausgewertet. QICPIC erlaubte die Charakterisierung von sehr flächigen Partikeln beziehungsweise Partikeln mit sehr hohen Aspektverhältnissen über 5 µm Kantenlänge. Daher eignete sich dieses Verfahren zur Auswertung der Partikelgrößenverteilung der flockenförmigen Partikel. Es konnten die maximalen und minimalen Feret-Durchmesser,[1] das heißt der längste und kürzeste Abstand von 2 Kanten eines Partikels, bestimmt und damit auch das Aspektverhältnis berechnet werden. Der Mittelwert des maximalen Feret-Durchmessers (FD_{50}) der nicht gemahlenen Partikel nach der Ablösung betrug etwa 40 µm.

Durch die Variation der Magnetron-Sputterparameter konnte das Fraunhofer FEP die mechanischen Eigenspannungen in den Schichten beeinflussen. In Tabelle 2 sind weitere Beschichtungsparameter und Eigenschaften der beiden Partikeltypen zusammengestellt. Es wurde festgestellt, dass dies einen Einfluss auf die Form der Partikel hat. Größere Eigenspannungen von +480 MPa führten zu den stark gekrümmten Partikeltyp A (Abb. 1a). Durch Verringerung der Eigenspannungen auf +224 MPa konnte die Krümmung der Partikel minimiert werden und dadurch hat sich der flache Partikeltyp B (Abb. 1b) stärker ausgeprägt. Der Einfluss der Partikelart auf die Eigenschaften der resultierenden Pasten wird in T3.2 dargestellt.

Tabelle 2: Magnetronsputtering-Parameter und Eigenschaften des resultierenden AMR-Dünnschichten

	Leistung [W]	Druck [mbar]	Vorbeifahrten	Spez. Widerstand [µOhm·m]	Eigenspannungen [MPa]
Partikeltyp A	120	$1{,}4 \cdot 10^{-3}$	25	0,26	+480
Partikeltyp B	500	$1{,}4 \cdot 10^{-3}$	1	0,23	+224

Um die Partikelgrößenverteilung der AMR-Partikel für die Pastenherstellung einzustellen, wurde die Ultraschallbehandlung in einer Suspension der Partikel in Ethanol analog zu dem im AP1 getesteten Prozess aber mit höherem Energieeintrag vorgenommen. Die Ultraschallimpulse mit einer Dauer von 0,5 s wurden alle 0,5 s verabreicht, um die erzeugte Wärme abzuführen. Die Leistung der Sonotrode wurde bei allen Mahlungen konstant gehalten und die Mahldauer zwischen 30 und 300 min variiert. So konnten die Pulver mit unterschiedlichem spezifischen Energieeintrag (0,72 - 3,24 kJ/ml)

[1] L. Theodon et al., Powder Technology 430 (2023) 119033

gemahlen werden, was zu unterschiedlichen Partikelgrößenverteilungen führte. Die Erhöhung des spezifischen Energieeintrags während der Ultraschallbehandlung führte zu einer Verringerung der Partikelgröße, wodurch sich die Kurven der Partikelgrößenverteilung nach links, zu kleineren Partikelgrößen verschoben (Abbildung 1c). Das Aspektverhältnis der Partikel sinkt mit der Verringerung der Partikelgröße (Abbildung 1d). Die kleinste Partikelgröße, welche zur Herstellung einer Paste genommen wurde, betrug 8,9 µm. Es wurden auch Vergleichsmahlungen mit einer Planetenkugelmühle durchgeführt. Dort zeigte sich der Vorteil der Ultraschallmahlung als schonende Behandlung, sodass die Partikel nicht beschädigt oder zusammengepresst werden. Ebenso wurden Röntgendiffraktrometrische Messungen vor und nach der Ultraschallbehandlung/ dem Planetenkugelmahlen durchgeführt, und dabei keine Veränderung an der Kristallstruktur der Py-Schichten festgestellt. Im Falle des Pulvers nach dem Planetenkugelmahlen waren geringfügige ZrO_2-Reflexe aus dem Abrieb der ZrO_2-Perlen sichtbar (siehe Bericht des Fraunhofer FEP).

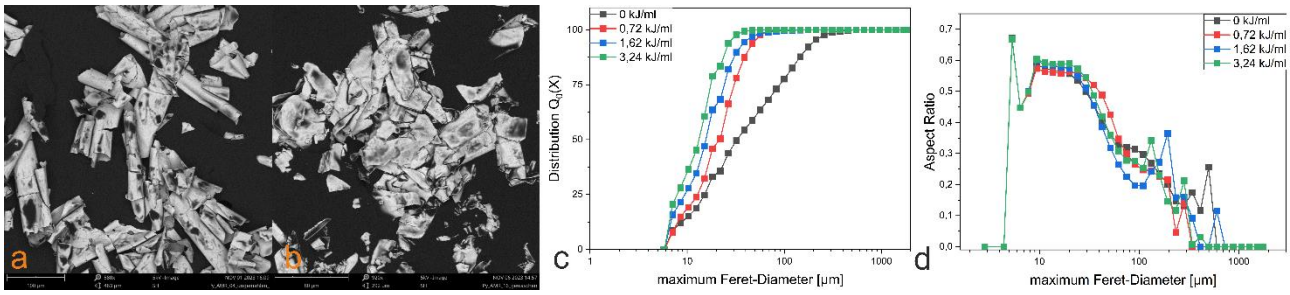


Abbildung 1: Ultraschallbehandlung der $Ni_{80}Fe_{20}$ (Py)-Pulver: REM-Aufnahmen eines nicht gemahlenen Pulvers des gekrümmten Partikeltyp A (a) und des flachen Partikeltyp B (b). Partikelgrößenverteilung vor und nach Ultraschallbehandlung (c) sowie Aspektverhältnis (d) bezogen auf den maximalen Feret-Durchmesser.

T3.2: Tinten/Pasten Formulierung

Wie Abbildung 1 zeigt, ergaben sich beim Ultraschallmahlen der delaminierten AMR-Schichten nahezu keine Partikel mit einem Durchmesser im Mikrometer- und Submikrometerbereich. Daher waren sie nicht für die Herstellung von Tinten für den Inkjet- oder Aerosoljet Verfahren geeignet, bei denen Partikel mit einem Durchmesser von weniger als 0,2 µm erforderlich sind, um die Druckbarkeit der Tinten zu ermöglichen. Die Arbeit in AP3 konzentrierte sich daher hauptsächlich auf die Entwicklung von AMR-Pasten (hochviskose Suspensionen). Eine niedrigviskose Testtintenformulierung wurde in der präfinalen Projektphase unter Verwendung des kommerziell erhältlichen, nanoskaligen $Fe_{65}Ni_{35}$ (Invar) AMR-Materials hergestellt.

Tabelle 3 verschafft einen Überblick über die für die Pastenvorbereitung verwendeten AMR-Materialien und die erzielten Pasteneigenschaften. Die Pasten 1 bis 5 wurden auf der Basis von gekrümmten (Typ A) Py-Partikeln hergestellt, deren FD_{50} von 8,9 bis 22,7 µm variiert.

Tabelle 3: Übersicht der hergestellten Py ($Ni_{80}Fe_{20}$) - Pasten im Projekt MAG4INK.

	Partikeltyp	Feststoffgehalt [ma.-%]	Mittelwert maximaler Feret-Durchmesser FD_{50} [µm]	Viskosität @ 10 s^{-1} [Pa*s]	Viskosität @ 30 s^{-1} [Pa*s]	Viskosität @ 100 s^{-1} [Pa*s]
Paste 1	A	17	8,9	12	11	9
Paste 2	A	25	8,9	101	63	22
Paste 3	A	17	13,9	13	10	7
Paste 4	A	21	13,9	262	67	16
Paste 5	A	22	22,7	134	19	3
Paste 6	B	26	30,5	465	119	34

Für Paste 6 wurden die flachen Partikel vom Typ B mit FD_{50}=30,5 µm verwendet. Die zerkleinerten Typ A Py-Partikel (FD_{50} 8,9 und 13,9 µm) ließen sich in Pasten mit 17 ma.-% (Pasten 1, 3) und 25 ma.-% (Paste 2) überführen, welche durch eine geeignete Pastenorganik Viskositätswerte

aufweisen, die im druckbaren Bereich für den Sieb-/Dispenserdruck liegen. Die relevanten Scherraten variieren je nach Layout und Druckgeschwindigkeit zwischen 10-10^2 s^{-1}.

Für einen hohen AMR-Effekt ist ein möglichst hoher Feststoffgehalt in der Paste notwendig. Die Pasten wurden daher in Hinblick auf ein Optimum zwischen druckbarer Viskosität und hohem Feststoffgehalt weiterentwickelt. Die Partikelgröße selbst hat nur einen geringen Einfluss auf die Viskosität der Paste. Es wurde festgestellt, dass schon eine kleine Erhöhung des Feststoffgehaltes zu einer signifikanten Erhöhung der Viskosität führte, wie in Abbildung 2 zu erkennen ist. Die Partikel in der Paste 3 und der Paste 4 haben den gleichen FD_{50}, aber die erstere hat eine deutlich höhere Viskosität bei nur 4 ma.-% mehr Feststoffgehalt im Vergleich zur letzteren. Durch die Optimierung des Polymersystems war es möglich, bei der Paste auf Basis der feinsten Py-Partikel (Paste 2 im Vergleich zu 1) einen um 8 ma.-% höheren Feststoffanteil einzustellen, wobei die Viskosität innerhalb des für den Druck geeigneten Bereichs blieb.

Eine weitere Anpassung der Organikzusammensetzung ermöglichte die Herstellung einer druckbaren Paste auf der Basis größerer Py-Partikel (FD_{50}=22,7 µm) mit einem Py-Feststoffanteil von 22 ma.-% (Paste 5). Wichtig ist, dass diese Paste die niedrigste Viskosität von 3 Pa·s bei einer Scherrate von 100 s^{-1} unter den Pasten 1 bis 6 aufweist, selbst im Vergleich zu den Pasten mit einem Feststoffanteil von 17 ma.-%. Schließlich ermöglichte die Verwendung der flachen Partikel vom Typ B zusammen mit dem optimierten Polymersystem die Herstellung der bedruckbaren Paste 6 mit dem höchsten Feststoffanteil (26 ma.-%), sogar im Falle der größten Py-Partikel (FD_{50}=30,5 µm). Diese Ergebnisse ebnen den Weg für eine weitere Verbesserung des Py-Feststoffanteils in dieser Art von Pasten ohne Verschlechterung ihrer Druckfähigkeit in den Folgeprojekten mit Beteiligung von Partnern aus der Industrie.

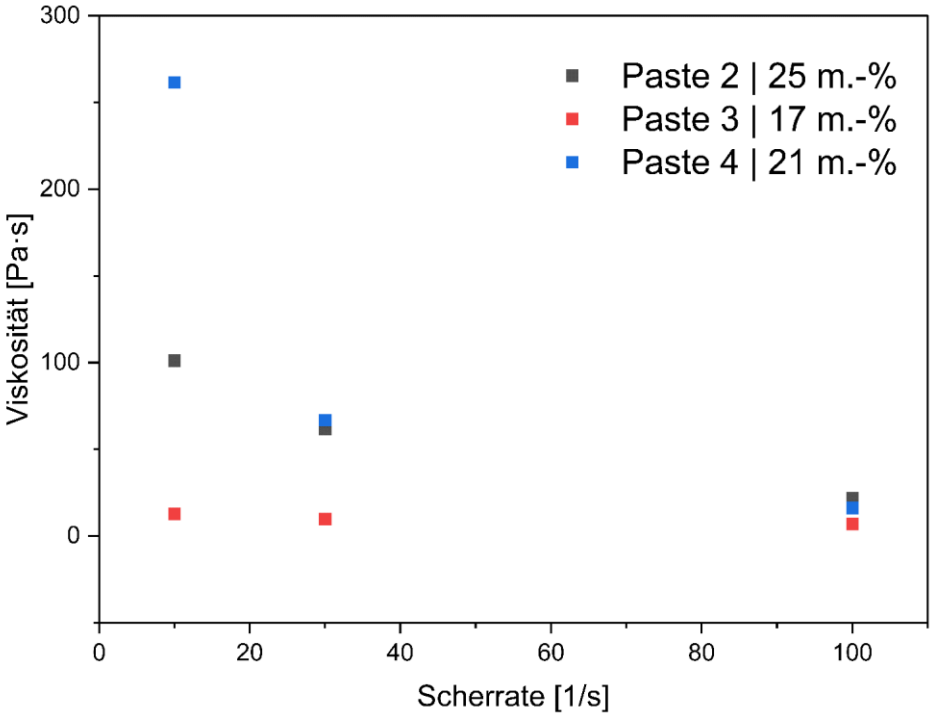


Abbildung 2: Viskosität von drei Pasten basierend auf Py-Partikeln des Typs A bei 10, 30 und 100 s^{-1}.

Für die Untersuchungen der magnetorheologischen Eigenschaften der Pasten wurden an einem Rheometer MCR302 (Anton Paar) 2 magnetosensitive Pasten mit gleichem Feststoffgehalt (17 ma.-%) und Partikelgröße, aber unterschiedlicher Partikelform (flach und gekrümmt) getestet. Es wurden Scherversuche sowie oszillatorische Messungen durchgeführt (Abbildung 3). Für die Paste mit den flachen Partikeln (Typ B) zeigten sich bereits ohne Magnetfeld[2] Relaxationseffekte. Dies ist am

[2] Diese Paste ist nicht in der Tabelle 3 aufgelistet, da sie nicht für den Probendruck verwendet wurde

Schnittpunkt des viskosen (Verlustmodul G‘‘) und des elastischen (Speichermodul G‘) Schubmoduls zu erkennen, der als Relaxationszeit definiert ist. Erst bei Zuschalten des Magnetfeldes (100, 200 und 300 mT) zeigten sich bei der Paste mit den gekrümmten Partikeln (Typ A) Relaxationszeiten.

Die Partikelform hat einen großen Einfluss auf das Verhalten der Paste und damit auf die Qualität der Druckversuche. Die flache Partikelform verursacht wahrscheinlich eine magnetische Wechselwirkung zwischen den einzelnen Partikeln in der Paste, sodass eine schnellere Relaxation nach der Belastung der Paste eintritt. Die Nivelliereigenschaften der Paste nach dem Durchtritt durch das Sieb sind gegenüber der Paste mit den gekrümmten Partikeln daher deutlich schlechter. Das bedeutet, dass die gedruckten Schichten mit den flachen Partikeln eine höhere Defektdichte von Löchern oder Schichtdickenschwankungen aufweisen können. Dennoch war es durch die Optimierung der organischen Komponente möglich, gleichzeitig den Feststoffanteil der flachen Partikel vom Typ B zu erhöhen und eine sehr gut bedruckbare Paste 6 herzustellen (Tabelle 3).

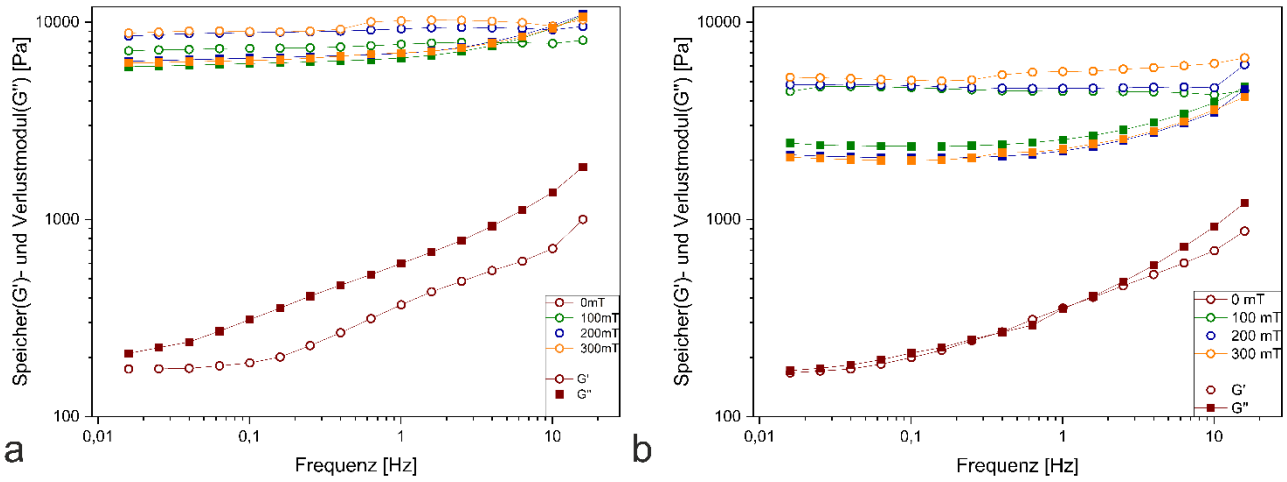


Abbildung 3: Oszillatorische, magnetorheologische Messungen an zwei Py-Pasten mit jeweils 17 m.-% Feststoffgehalt aber mit a) gekrümmten Partikeltyp A und b) flachen Partikeltyp B.

Das sehr empfindliche Verhalten der Paste mit den flachen Partikeln gegenüber dem Magnetfeld könnte auch dazu genutzt werden, die Partikel während des Drucks durch das Magnetfeld auszurichten. Eine Ausrichtung der Partikel im Magnetfeld würde eine bessere Perkolation und damit eine bessere magneto-elektrische Performance verursachen. Mit den magnetorheologischen Messungen wurden erste Schritte dahingehend unternommen und dieser Ansatz wird in den Folgeprojekten getestet, um die Qualität der gedruckten Sensoren zu optimieren. Die magnetoempfindlichen Pasten können auch über den ursprünglichen Projektrahmen hinaus als magnetorheologische Flüssigkeiten für mechanische Komponenten wie Dämpfer oder Ventile Anwendung finden. Dahingehend zeigt die Paste mit den flachen Partikeln besonders bei kleinen Scherraten und kleinen Magnetfeldern sehr gute Eigenschaften, die weiterentwickelt werden sollten: es konnte eine Viskositätsänderung von 650 % bei Anlegen eines Magnetfeldes von 0 mT auf 100 mT und bei 10 s^{-1} ermittelt werden.

Um niederviskose Tinten zu realisieren, wie es in AP3 ursprünglich geplant war, wurde eine Marktrecherche nach kommerziell erhältlichen AMR-Materialien in Nanopulverform mit für die Tintenherstellung geeigneten Partikelgrößenverteilungen durchgeführt. Da kein Permalloy-Nanopulver zur Verfügung stand, wurde ein ähnliches Material mit bekanntem AMR-Effekt ausgewählt: die Legierung Typ $Fe_{65}Ni_{35}$ (Invar) (Fa. Nanografi Nano Technology, Turkey) mit einer mittleren Partikelgröße d_{50} = 50 nm (Abb.4). Für die Aufbereitung als Drucktinte erfolgte die Pulverdispergierung in einer nicht wässrigen Rezeptur. Die Tintenrezeptur wurde so angepasst, dass wichtige Parameter, die für die Kompatibilität mit dem Inkjetdruck (u.a. Tropfenformung, Druckstabilität) wichtig sind, erfolgreich eingestellt werden konnten (Tabelle 4). Es wurden Tinten mit einem Feststoffgehalt von 10 ma.-% realisiert. Abbildung 5 zeigt die Fließkurve einer entwickelten Inkjettinte. Der anfänglich leichte Viskositätsabfall bis 100 s^{-1} ist häufig zu beobachten und auf organische Komponenten der Tinte zurückzuführen. Wichtig ist, dass oberhalb von 100 s^{-1} das Viskositätsniveau bei ca. 7 bis 8 mPa·s

konstant bleibt, was einer Newtonsches Flüssigkeit nahekommt. Dies entspricht genau den Vorgaben des Anlagenherstellers des Inkjetdruckers.

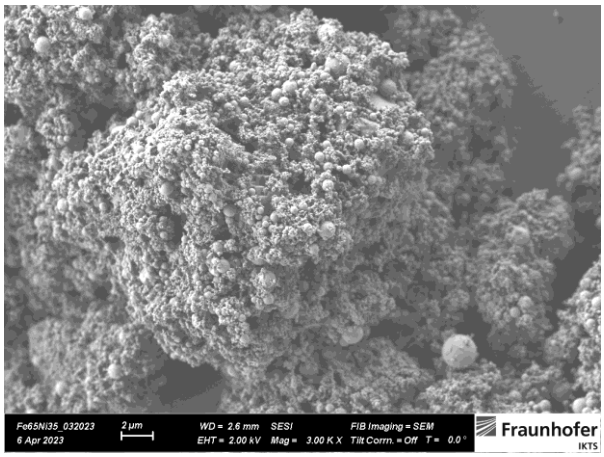


Abbildung 4: REM-Aufnahme des verwendeten Nanopulvers für die Inkjet-Tinten.

Tabelle 4: Eigenschaften der entwickelten $Fe_{65}Ni_{35}$-Nanotinte für den Inkjetdruck.

Parameter	**$Fe_{65}Ni_{35}$-Nanotinte**
Lösemittelbasis	wasserfrei
Feststoffgehalt	10 ma.-%
Viskosität, 1000 s^{-1}, 22 °C	7,6 mPas
Oberflächenspannung, 22 °C	32,1 mN/m
pH Wert, 22 °C	6,3
Leitfähigkeit, 22 °C	210 µS/m

Im Laufe des Projekts konnte die anfänglich zu beobachtende Sedimentation der Tinte wesentlich verbessert werden. Die finalen Druckversuche wurden mit einer deutlich sedimentationsstabileren Tinte durchgeführt werden. Um dies zu erreichen, wurden organische Dispergatoren und deren Wirkung auf die Partikelstabilisierung untersucht.

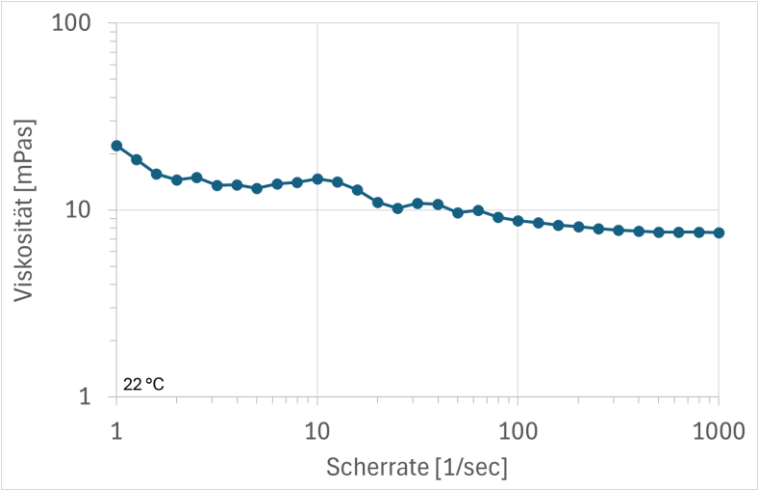


Abbildung 5: Viskosität der $Fe_{65}Ni_{35}$-Inkjettinte in Abhängigkeit der Scherrate.

Durch die Demonstration der Inkjet-bedruckbaren, niedrigviskosen (7-8 mPa s) AMR-Tinten und der sieb- und dispenserbedruckbaren hochviskosen Pasten (3-34 Pa s, 100 s^{-1}) wurde der Meilenstein 3 „Druckbare AMR-Tinten und Pasten mit definierter Viskosität wurden realisiert“ vollständig und fristgerecht erreicht.

T3.3: Validierung der Aufskalierung magnetoempfindlicher Tinten und Pasten

Im Rahmen des T3.3 hat das Fraunhofer IKTS skalierbare und kosteneffiziente Technologien validiert. Diese beinhalteten die Opferschichtabscheidung, das Lift-Off der abgeschiedenen AMR (Py)-Schicht, das Ultraschallmahlen des resultierenden Materials, die Pastenformulierung und -aufbereitung. Diese technologischen Prozesse wurden im intensiven Austausch von Materialien und Forschungsdaten zwischen allen Forschungspartnern erfolgreich validiert. Die Pasten wurden mit einer guten Reproduzierbarkeit ihrer rheologischen Eigenschaften in skalierbaren Chargen hergestellt. Es konnte dabei gezeigt werden, dass für die AMR-Pasten eine Mengenskalierung bei gleichbleibenden Eigenschaften möglich ist. Die Herstellung von Py-Pasten-Chargen mit dem doppelten Gewicht (bis zu 5,6 g) im Vergleich zu den zu Beginn des Projekts getesteten Chargen wurde erfolgreich validiert.

Tabelle 5: Der Aufwand für die Herstellung unterschiedlicher Mengen an Py-Pulver unter Verwendung der Laborausrüstung, die im Rahmen des MAG4INK-Projekts verfügbar waren (Fall 1) und mit minimaler Erweiterung der Trocknungsmöglichkeiten für die Opferschicht (Fall 2).

Fall/Parameter/Materialmengen		1000 g Paste (185 g Py-Pulver)	2700 g Paste (500 g Py-Pulver)	5400 g Paste (1000 g Py-Pulver)
Fall 1: Herstellung unter Verwendung der Laborausrüstung aus dem Projekt	Opferlack Abscheidung	69 Tage	185 Tage	370 Tage
	Schicht Lift-Off & Ultraschallmahlen	69 Tage	185 Tage	370 Tage
	Pastenherstellung	2 Tage	2 Tage	4 Tage
	Gesamt (Fall 1)	**140 Tage**	**372 Tage**	**744 Tage**
Fall 2: Erhöhung der Anzahl von Öfen zum Trocknen der Opferschicht (4 statt 1).	Opferlack Abscheidung	20 Tage	53 Tage	106 Tage
	Schicht Lift-Off & Ultraschallmahlen	20 Tage	53 Tage	106 Tage
	Pastenherstellung	2 Tage	2 Tage	4 Tage
	Gesamt (Fall 2)	**44 Tage**	**108 Tage**	**216 Tage**

Tabelle 5 gibt einen Überblick über den Aufwand für die einzelnen Prozessschritte der Pastenherstellung und den Gesamtaufwand für die Herstellung der verschiedenen Pastenmengen in den verschiedenen Produktionsfällen. Die Ausbeute an Py-Pulver pro 40 x 40 cm^2 (0,16 m^2) Substrat, der Schlüsselparameter für diese Berechnungen, wurde mit 0,13 g/Substrat bzw. 0,81 g/m^2 bestimmt (siehe T1.3). Mit der verfügbaren Laborausrüstung konnten durchschnittlich 20 Substrate/Tag verarbeitet werden, was ~2,7 g/Tag Py-Pulver ergab. Bei allen Berechnungen werden 17 ma.-% Feststoffanteil für die Py-Pasten angenommen. In diesem Fall werden für die Herstellung von Pulvermaterial und dessen Verarbeitung zu 1 kg Paste maximal 140 Tage benötigt. Für die Herstellung von 2,7 kg und 5,4 kg Paste werden 372 bzw. 744 Tage benötigt. Die Zeit für die Abscheidung der AMR-Schicht auf der industrietauglichen Magnetron-Sputteranlage wurde vom Fraunhofer FEP-Team separat abgeschätzt und berichtet. Wenn man dieselbe Anlage verwendet, aber nur die Anzahl der Öfen zum Trocknen der Opferschicht von 1 auf 4 erhöht, reduziert sich die Zeit für die Pastenherstellung auf 44 (1 kg), 108 (2,7 kg) bzw. 216 Tage (5,4 kg Paste). Die Pastenherstellung selbst erfordert nur wenig Zeit im Vergleich zu der Zeit, die für das Aufbringen der Opferschicht, das Trocknen, Lift-Off der AMR-Schicht und das Mahlen der Paste benötigt wird. Durch eine Parallelisierung und Automatisierung dieser Prozesse wird die Prozessdauer noch weiter reduziert. Diese Hochrechnungen auf der Grundlage der experimentellen Daten zeigen, dass die Pastenherstellung auf die für die Industrie relevanten Mengen hochskaliert werden kann.

AP4 - Schichtdruck und Nachbehandlung

T4.1: Auswahl der Druckmethode und Optimierung des Druckprozesses

Der Schichtdruck und die Nachbehandlung der gedruckten Schichten mittels Laminierung und Diodenlasernachbearbeitung waren Bestandteil von **AP4**. Für den Schichtapplikation wurden verschiedene Druckmethoden ausgewählt und getestet. Die im Rahmen des Projekts hergestellten Pasten auf Basis der flockenförmigen Py-Partikel wurden im Sieb- und Dispenserdruck auf Substrate aufgebracht. Der Inkjetdruck wurde nur zum Bedrucken der mit handelsüblichem $Fe_{65}Ni_{35}$-Nanopulver formulierten Testtinten verwendet. Beim Dispensen werden Pasten mit einem sehr breiten Viskositätsbereich verarbeitet, wodurch Pasten mit sehr hohen Feststoffgehalten, die nicht für den Siebdruck geeignet sind, abgeschieden werden können. Zudem ist eine schnelle Layoutanpassung mittels Dispenserdruck möglich. Beim Siebdruck ist der Viskositätsbereich der Pasten eingeschränkter, aber das Verfahren ist ein stark hochskalierbarer Herstellungsprozess und stand somit im Fokus der Arbeiten. Die im Siebdruckverfahren hergestellten Sensoren mit verschiedenen Layouts sind in Abbildung 6 dargestellt.

Es wurden ein kleines Rechtecklayout 1 x 10 mm² (Abb. 6a), ein Mäanderlayout 17 x 11 mm² mit 3 Windungen (Abb. 6b), eine volle Brückenschaltung 18,5 x 18,5 mm² aus 4 Mäanderstrukturen mit 3

Windungen (Abb. 6c) und ein Array mit insgesamt 96 sehr kleinen Sensoren als Layouts (Abb. 6d) ausgewählt und getestet.

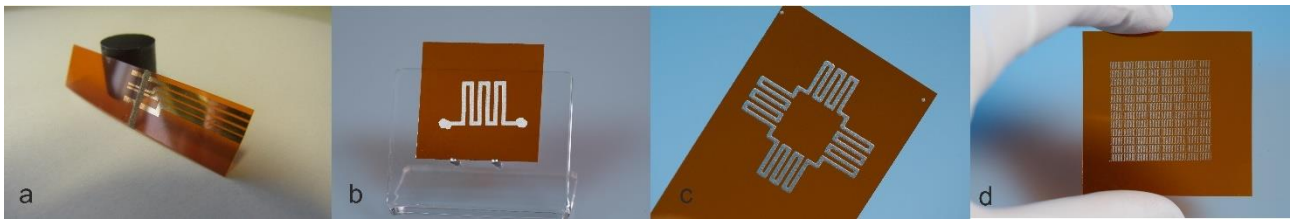


Abbildung 6: Verschiedene Sensor-Layouts realisiert durch Siebdruck auf Kapton-Substrat.

Zuerst wurden sehr feine Siebe mit 230 mesh Geweben getestet, um möglichst niedrige Schichtdicken zu erreichen (~ 20 µm). Diese Siebe führten jedoch zu Defekten wie sog. Pinholes in der Schicht, da die Paste nicht ausreichende Nivelliereigenschaften aufgrund der zu großen Partikel aufwies. Daher wurden diese Layouts dann mit Siebgeweben von 80 mesh gedruckt, wodurch die Defekte ausgeschlossen wurden. Die Schichtdicken betrugen nach der Trocknung etwa 50 - 100 µm. Um die Anwendbarkeit des innovativen Ansatzes des Druckens von AMR-Sensoren zu untersuchen und zu unterstreichen, wurden die folgenden Substrate getestet: keramische Al_2O_3, polymere PET- und Kapton-Folien, Spezialpapier type 3 (Felix Schöller AG, Deutschland) und das dehnbare TPU Beyolex (Panasonic, Japan). Auf allen Substraten konnten per Siebdruck AMR-Strukturen abgeschieden und durch Nachbehandlungsschritte leitfähig gemacht werden. Im Projektzeitraum wurden bis zu 800 AMR-Sensoren hergestellt.

Die Tinte aus dem Nanopulver wurde mittels Inkjet auf Kapton und Spezialpapier type 3 gedruckt. Dabei wurde als erster Schritt eine passende Waveform für die Ausbildung von Tropfen im Druckkopf gefunden, wie sie in Abbildung 7a zu sehen ist. Es wurden einfache 4-Leiter-Widerstandslayouts wie in Abbildung 7b gewählt sowie miniaturisierte AMR-Sensor-Arrays (Abbildung 7c), um die Vorteile des Inkjetdrucks hervorzuheben.

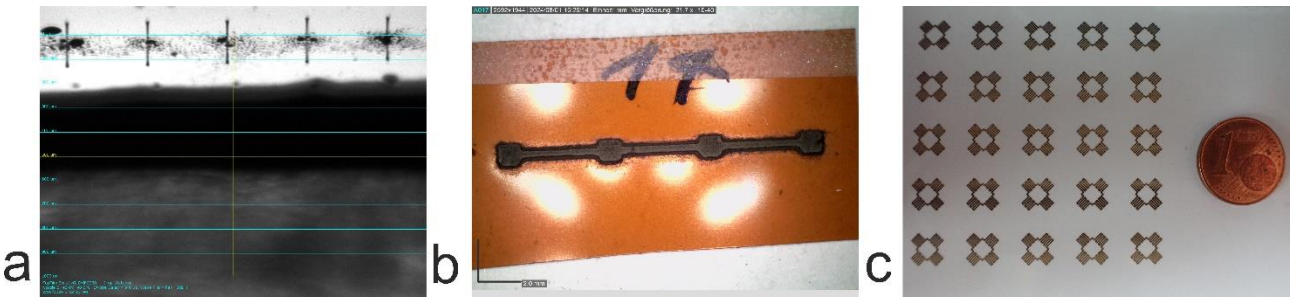


Abbildung 7: Inkjetdruck von magnetosensitiven Nanotinten (auf Basis von $Fe_{65}Ni_{35}$): (a) DropWatcher-Aufnahme der Tropfenformung der Nanotinte. (b) 4-Leiter-Widerstandslayout gedruckt auf Kapton-Folie. (c) AMR-Widerstandsbrücken-Array gedruckt auf Spezialpapier.

T4.2: Nachbearbeitung der gedruckten Strukturen

Der erste Nachbearbeitungsschritt für die siebgedruckten Schichten war das Laminieren. Hier wurde sich auf das isostatische Pressen mit einem Isostatic Laminator System IL4012PC (PTC, USA) konzentriert. Die eingeschweißten Proben wurden in einem Warmwasserbad bei 70 °C für 10 min unterschiedlichen Drücken von 50 – 200 bar ausgesetzt. Dabei wurden 200 bar als optimaler Druck für die Nachbearbeitung evaluiert und es kam zu einer Erhöhung der Packungsdichte. Nach der Laminierung entstand eine elektrische Perkolation und die Schichten wurden elektrisch leitfähig. Der resultierende ohmsche Widerstand kann in Tabelle 6 nachgeschlagen werden und hängt von dem Feststoffgehalt und der Partikelgröße in der Paste ab. Hohe Feststoffgehalte und große Partikelgrößen führen zu geringen ohmschen Widerständen und damit zu einer guten elektrischen Leitfähigkeit. Der beste ohmsche Widerstand mit 500 Ω nach der Laminierung konnte für Paste 6 ermittelt werden. Zusätzlich zu den großen Partikeln (30,5 µm) und hohem Feststoffgehalt (26 ma.-%) wurden in Paste

6 auch der Partikeltyp B mit geringeren Eigenspannungen und damit einer flacheren Form verwendet, welche zu einer noch besseren elektrischen Perkolation führten.

Im Anschluss an die Laminierung der Schichten wurde die Diodenlasernachbearbeitung als zweiter Nachbehandlungsschritt durchgeführt. Hierzu wurde ein cw-Diodenlaser LIMO900 Line Laser (Focuslight/LIMO GmbH, Germany) mit einem linienförmigen Strahl mit einer Wellenlänge von 980 nm verwendet. Der Laserstrahl hat einen Querschnitt von 30 × 0,1 mm² in der Probenebene. Die Lasernachbearbeitung konnte an Luft durchgeführt werden und als optimale Intensität wurden 2033 W/cm² ermittelt. Für die Lasernachbearbeitung und damit die Sinterung der gedruckten Schichten wurde dann die Verweilzeit variiert, um den Einfluss des Energieeintrages in die Schicht auf die Sinterung zu untersuchen. Die optimale Verweilzeit und Fluenz der Laserbestrahlung für diese Art von Schichten lag bei ca. 8,6 ms bzw. 17,4 J/cm^2 (Abb. 8). Es wurde festgestellt, dass die Lasernachbearbeitung einen sehr großen Einfluss auf die magneto-elektrischen Eigenschaft hat, und eine Verbesserung des elektrischen Widerstandes verglichen mit dem laminierten Zustand bis zum Faktor 600 erreicht werden konnte (siehe Tabelle 6, Paste 1). Wenn im nur laminierten Zustand ein AMR-Effekt bis zu höchstens 0,1 % gemessen werden konnte, so wurde im gesinterten Zustand ein AMR-Effekt bis zu 0,77 % im Magnetfeldbereich von ±15 mT gemessen (Tabelle 6, Paste 6).

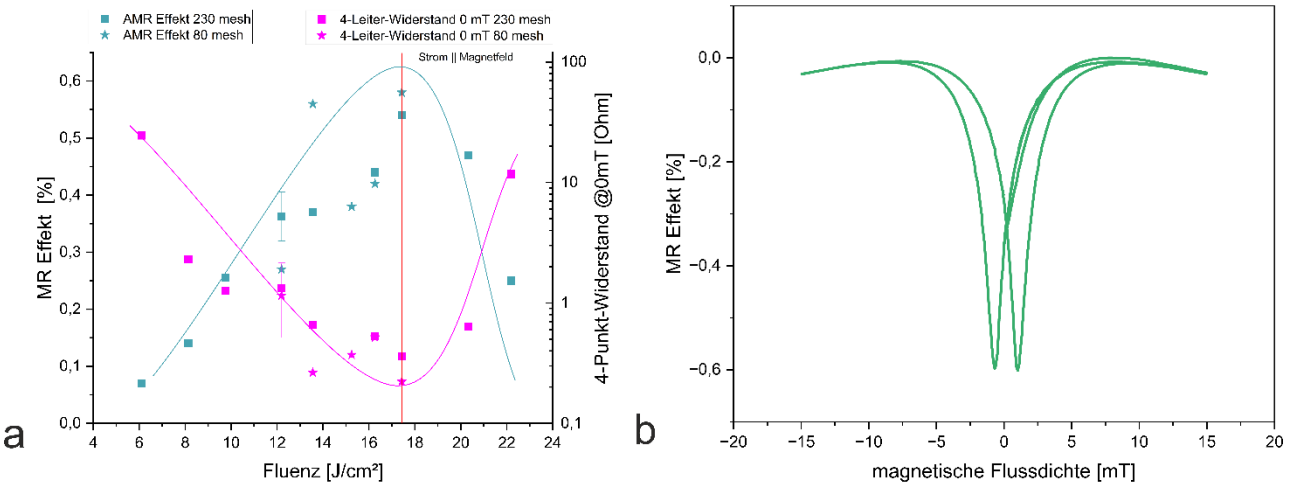


Abbildung 8: Magneto-elektrische Charakterisierung der Sensoren, wenn Strom parallel zur Magnetfeldrichtung anliegt: (a) Typische Abhängigkeit des AMR-Effekts und des elektrischen Widerstands der Sensoren mit Rechtecklayout (Abbildung 6a) von der Laserfluenz. Mit rot ist die optimale Fluenz dieser Paste markiert. (b) Typische AMR-Hysterese eines Sensors gesintert mit der optimalen Fluenz von 17,4 J/cm².

Tabelle 6: Vergleich der Sensorstrukturen, die durch die Kombination von Siebdruck, Laminierung und Lasernachbearbeitung realisiert wurden, in Bezug auf den elektrischen Widerstand und AMR-Effekte.

Paste	Ohmscher Widerstand nach Laminierung [kΩ]	Ohmscher Widerstand nach Laminierung und Lasernachbearbeitung [Ω]	AMR-Effekt [%]
Paste 1	66,3 ± 20,2	107	0,59
Paste 2	4,1 ± 0,5	28	0,63
Paste 3	3,0 ± 0,8	53	0,56
Paste 4	7,0 ± 2,1	24	0,73
Paste 5	4,0 ± 1,0	19	0,65
Paste 6	0,5 ± 0,1	18	0,77

Der Energieeintrag über den Laser in die Schicht führt zur Verdampfung der organischen Binderanteile und zu einer Vernetzung/Sinterung der Partikel. Bei niedrigen Fluenzen kam es noch zu keiner Versinterung. Deswegen ist der ohmsche Widerstand hoch und der AMR-Effekt gering (Abb. 8). Mit steigender Fluenz kommt es zum Verdampfen des organischen Binders und zum steigenden Sinterungsgrad. Damit fällt der ohmsche Widerstand immer weiter ab und der AMR-Effekt steigt bis zur

einer optimalen Fluenz von 17,4 J/cm² für Paste 3. Hier ist der AMR-Effekt mit 0,56 % am höchsten. Wird die Fluenz weiter erhöht, so kommt es zum Schmelzen der Partikel und zur Zerstörung des Substrates. Dann steigt wieder der ohmsche Widerstand und der AMR-Effekt sinkt. Die optimale Fluenz hängt vom Feststoffgehalt und der Partikelgröße in der Paste ab. Mit steigendem Feststoffgehalt beziehungsweise steigender Partikelgröße nimmt die optimale Fluenz zu, da die sich entwickelnde Wärme in der Schicht besser abgeführt wird und somit geringe Sintertemperaturen bei gleicher Fluenz erreicht werden.

Die im Inkjet-Verfahren gedruckten Sensorstrukturen (Abb. 7b, c) auf Basis der Invar-Legierung ($Fe_{65}Ni_{35}$) mit einer Dicke von 2-3 µm wurden direkt nach dem Drucken und Trocknen ohne Laminierungsschritt einer Laserbehandlung unterzogen. Der optimale elektrische Widerstand und die optimale Reaktion auf das Magnetfeld wurden bei der gleichen Laserintensität von 2033 W/cm^2 wie bei den siebgedruckten Strukturen erreicht, allerdings bei einer kürzeren Verweilzeit (3,4 ms) und einer geringeren Laserfluenz (ca. 7 J/cm^2). Dieser Unterschied kann vor allem auf die viel geringere Dicke der mittels Inkjetdruck erzeugten Schichten im Vergleich zu den im Siebdruckverfahren hergestellten Schichten zurückgeführt werden. Der AMR-Effekt von bis zu 0,33 % wurde im Magnetfeldbereich von ±20 mT erreicht, obwohl das Nanopulver nicht die optimale Legierungszusammensetzung von Permalloy ($Ni_{80}Fe_{20}$) besaß. Dennoch wurde gezeigt, dass mittels Layoutanpassung und Nachbehandlung eine ausreichende Sensitivität und Auflösung erreicht werden konnte, damit die gedruckten Sensoren in Anwendung in Form von Brückenschaltungen gebracht werden können (Abb. 7c).

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass die Lasernachbearbeitung in Kombination mit einer Laminierung nach dem Druck bei siebgedruckten Schichten und bei inkjetgedruckten Strukturen (ohne Laminierung) einen elektrischen Widerstand der gedruckten Strukturen im Bereich von 20-100 Ω ermöglichte. Die Laserbearbeitung selbst bewirkte eine Verringerung des elektrischen Widerstands um mindestens ein bis zwei Größenordnungen bei den siebgedruckten Schichten. Daher ist der Meilenstein 4 „Nachweis Verringerung des Sensorwiderstandes durch geeignete Nachbereitung der gedruckten Strukturen“ in vollem Umfang und rechtzeitig erreicht worden.

T4.3: Charakterisierung

Die Nachbearbeitungsschritte wurden iterativ mittels magneto-elektrischen Charakterisierungen wie oben beschrieben begleitet. Die Berechnung der Sensitivität aus der Hysteresekurve, wie in Abbildung 8b gezeigt, ist für diese gedruckten und gesinterten Strukturen komplex, da diese keine leichte Achse der Magnetisierung und eine Kombination von AMR- und PHE- Effekt in der Hysteresekurve aufweisen. Auch ist der Verlauf der Sensitivität aufgrund der „Schmetterlings“ - Hysteresekurve um 0 mT nicht linear und sehr gering. Die höchste Sensitivität konnte bei ± 3 mT gemessen und betrug 0,073 V/T bei 0,62 mA und 11 mV.

Des Weiteren wurden elektrische Rauschmessungen durchgeführt, um die Auflösung der gedruckten AMR-Sensoren zu bestimmen. Der „Noise Index“ als logarithmisches Verhältnis von Rauschspannung zur Eingangsspannung dient dabei der Charakterisierung und wurde hier für alle Sinterungsstadien der AMR-Sensoren bestimmt. Die rauschärmsten Sensoren wurden mittels der optimalen Laserfluenz der jeweiligen Paste hergestellt. Diese Sensoren zeigten einen sehr guten Noise Index für Dickschichtsensoren von < - 10 dB, was unterhalb des Noise Levels des Messgerätes liegt und somit nicht mehr im Standardmodus des Messgerätes (RTM1, Tensorinstruments, Dresden) aufgelöst werden konnte. Als Kompromiss wurde eine niedrige Stromstärke für einen optimal gesinterten Sensor aus Paste 5 zur Berechnung der Auflösung / Detektivität verwendet. Bei 0,62 mA und 11 mV zeigte dieser Sensor ein Spannungsdichterauschen bei 0,1 Hz von 37,7 nV/√Hz und bei 5 Hz 10,2 nV/√Hz. Somit konnte eine Auflösung bei 0,1 Hz von 520 nT/√Hz und von 135 nT/√Hz bei 5 Hz und 0,62 mA berechnet werden.

Um den Einfluss der Nachbearbeitungsschritte auf das Gefüge besser zu verstehen, wurden Querschnitte von Sensoren in verschiedenen Sinterstadien mittels FIB (Focused Ion Beam) hergestellt, mittels FESEM untersucht und diese Gefügeaufnahmen (Abb. 9) mit den anderen Charakterisierungen korreliert. Die Aufnahmen in Abbildung 9a (oben und unten) zeigen das Gefüge einer

Sensorschicht, welche nur wenig gesintert worden ist. Es ist noch organisches Bindemittel zu erkennen und es sind keine Sinterhälse zu sehen. Die Aufnahmen in Abbildung 9b zeigen das Gefüge einer Sensorschicht, die mit optimaler Fluenz gesintert wurde. Es ist kein organischer Binder mehr vorhanden und Sinterhälse sind zwischen den einzelnen Partikeln zu erkennen. Diese Mikrostruktur ist typisch für die optimalen AMR-Sensoren, die mit Paste 3 hergestellt wurden. Die Probenparameter sind in den Tabellen 3 und 6 angegeben. In den Aufnahmen in Abbildung 9c ist das Gefüge einer Sensorschicht zu sehen, die deutlich oberhalb der optimalen Fluenz gesintert wurde. Es kam zum Schmelzen der Partikel und zur Zerstörung des Substrates. Diese hohen Fluenzen sind somit nicht für die Herstellung von gedruckten AMR-Sensoren geeignet.

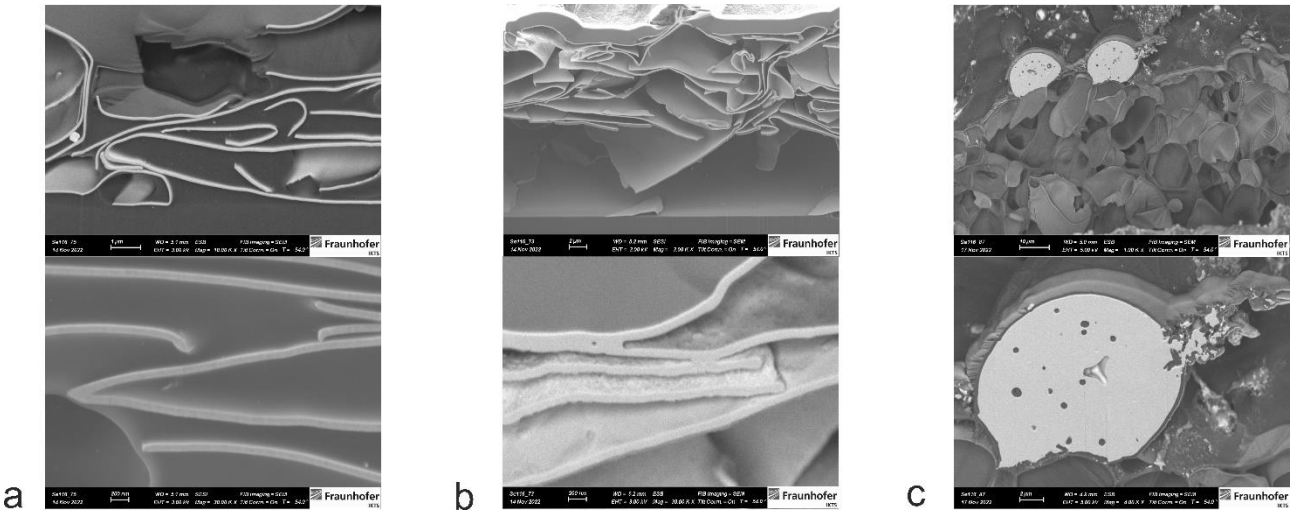


Abbildung 9: FESEM Gefügeaufnahmen von FIB-Querschnitten von Sensoren gesintert mit unterschiedlichen Fluenzen: (a) 6,1 J/cm², (b) 17,4 J/cm² und (c) 24,4 J/cm².

Auf der Grundlage der Experimente in T4.1 und T4.2 wurde die Produktivität des Siebdrucks und der Diodenlaser-Nachbearbeitung abgeschätzt. Ausgehend von einer Pastenmenge von 5,4 kg (1 kg AMR-Pulver, Tabelle 5) und unter Verwendung von 30 x 30 cm^2 großen Polyimidsubstraten kann der Siebdruck 770.000 Brückenstrukturen (bedruckte Sensorfläche 162,2 mm^2, Abb. 6c, ca. 1,3 mg AMR-Pulver pro Sensor) innerhalb von 39 Tagen oder 31.000.000 2x2 mm² große quadratische Strukturen (Sensorfläche 4 mm^2, nicht gezeigt) innerhalb von ca. 32 Tagen herstellen. Um die Lasernachbearbeitung dieser Sensoren mit einer Geschwindigkeit von 0,7 m/min durchzuführen, wären einschließlich des Substrat-Handlings ca. 109 Arbeitstage erforderlich. Unter Berücksichtigung des Aufwands für die Pulverpräparation einschließlich des großflächigen Magnetron-Sputterns der AMR-Schichten und unter der Annahme, dass für diese Produktionsschritte ein EG6-gleichwertiger Techniker eingesetzt wird, wurden die Herstellungskosten auf 0,6-0,7 €/Sensor für die Brückensensoren und 1-2 Eurocents für kleine quadratische Sensorstrukturen geschätzt. Es sollte erwähnt werden, dass diese Schätzungen für die im Rahmen des MAG4INK-Projekts verfügbaren Anlagen vorgenommen wurden. Die Nutzung größerer Anlagen wird die Herstellungszeit und die Produktionskosten der Sensoren weiter reduzieren. Insofern sind wir mit der MAG4INK-Technologie konkurrenzfähig zu den aktuellen Preisen für die kostengünstigen kommerziellen Magnetfeldsensoren.

AP5 - Validierung der Bedruckung und Nachbearbeitung, Erstellung der Demonstratoren

T5.1: Untersuchungen zum Druck unterschiedlicher AMR-Sensor-Layouts (Einzelsensoren, Array)

Im Rahmen der Vorbereitung des Demonstrators testete das IKTS das Drucken von Sensorstrukturen und deren Kontaktierung und Verkapselung (Abbildung 10). Die vereinfachten Demonstratoren wurden auf Polyimid-Substraten hergestellt. Die Herstellung der AMR-Mäanderstrukturen folgte den in den vorherigen Abschnitten (AP1, 3, 4) beschriebenen Prozessschritten. Die Kontakte wurden durch Dispenserdruck von kommerziell erhältlicher Silberpaste hergestellt. Die Verkapselung wurde

entweder durch Siebdruck (Abb. 10a) oder durch Sprühen (Abb. 10b) mit handelsüblichen Polymermischungen realisiert. Die Sprühbeschichtung scheint im Vergleich zum Siebdruck eine bessere Qualität der Verkapselungsschicht (ohne Lufthohlräume) zu gewährleisten. Die Machbarkeit des Lötens des Adapters an die gedruckten Ag-Kontakte auf dem Polymersubstrat zur Messung der elektrischen Eigenschaften wurde ebenfalls validiert (a). Alle Sensoren blieben nach den Kontaktierungs- und Verkapselungsschritten voll funktionsfähig und zeigten einen AMR-Effekt von ca. 0,6 % für das Magnetfeld im Bereich von ±15 mT. Diese Strukturen werden als vereinfachte Verifikationsmuster verwendet, die nach Abschluss des Projekts an potenzielle Kunden geliefert werden können.

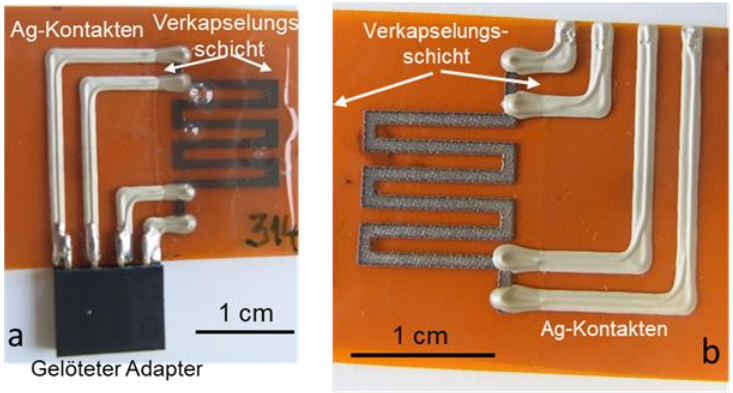


Abbildung 10: Demonstration der Kontaktierungs- und Verkapselungsmethoden ((a) Siebdruck, (b) Sprühbeschichtung) für AMR-Sensoren.

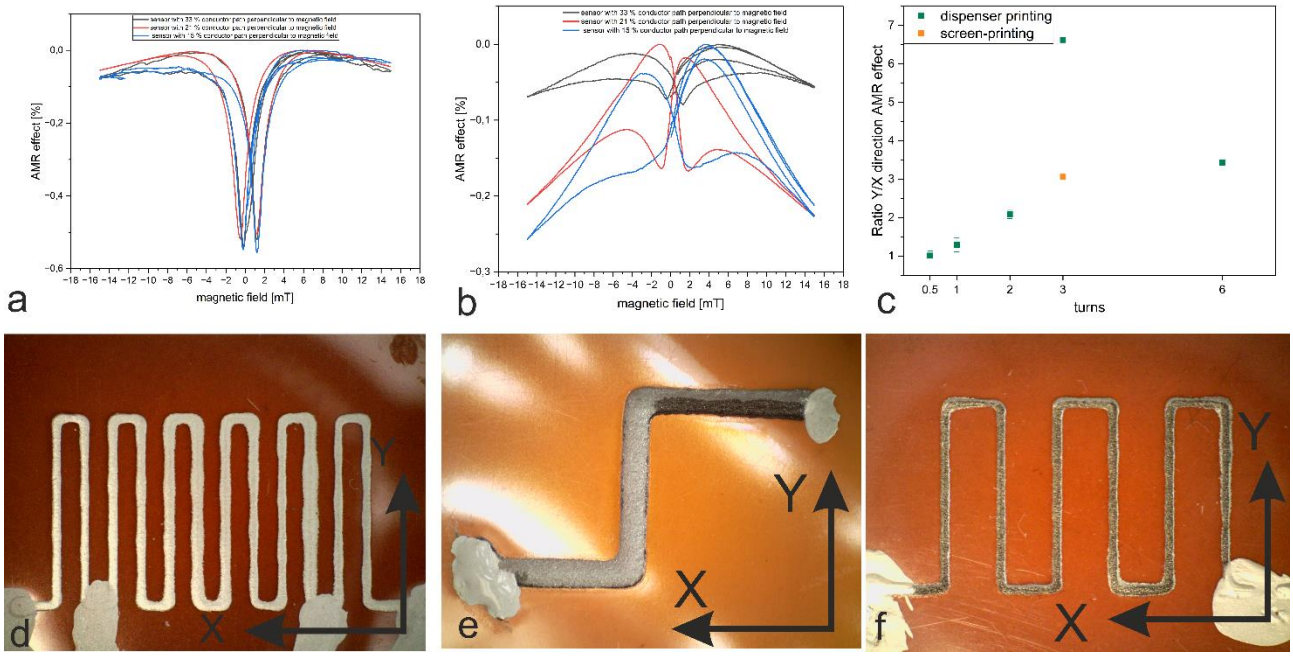


Abbildung 11: Layoutanpassung (Dispenserdruck) zur Einstellung einer Winkelabhängigkeit im AMR-Sensor. Hysteresekurven verschiedener AMR-Sensoren wenn das Magnetfeld parallel (a, Y-Richtung) und senkrecht (b, X-Richtung) zu den langen Leiterbahnen ist. Winkelabhängigkeit der AMR-Reaktion von verschiedenen Mäanderstrukturen mit 6 (d), 1/2 (e) und 3 (f) Windungen.

Es wurde gezeigt, dass es durch Anpassung des Layouts nicht nur möglich ist, die AMR-Sensoren zu miniaturisieren, sondern auch ihre magneto-elektrische Reaktion anzupassen. Abbildung 11 zeigt Mäanderstrukturen mit einer variablen Anzahl von Windungen und ihre Hysteresekurve, die mittels Dispenserdruck hergestellt wurden. Mit Anpassung der Windungsanzahl wird der Anteil von Leiterbahnen der AMR-Sensoren parallel bzw. senkrecht zum Magnetfeld verändert. Da der AMR Effekt stark abhängig von der Lage der Magnetisierung zum Stromfluss im Sensor ist, konnte so eine Winkelabhängigkeit in den Sensor eingeprägt werden. So ist in Abbildung 11a zu erkennen, dass für alle Layouts die Hysteresekurve gleich ist, wenn das äußere Magnetfeld entlang der langen

Leiterbahnen angelegt wird (Y-Richtung). Die Hysteresekurven sind unterschiedlich, wenn das äußere Magnetfeld senkrecht zu den langen Leiterbahnen wird (X-Richtung). Eine Erhöhung der Windungsanzahl im AMR-Sensor verstärkt die Winkelabhängigkeit des AMR-Effektes. Ab einer Windungsanzahl von drei Windungen ist das Verhältnis des AMR-Effektes von Y-Richtung zu X-Richtung > 3. Damit war es möglich, eine volle AMR-Brückenschaltung herzustellen, die eine 180° Winkeldetektion besitzt.

T5.2: Charakterisierung der Sensoreigenschaften der AMR-Sensoren (Demonstrator 1)

Im Rahmen des Projektes wurde die Auslegung der gedruckten AMR-Sensoren als Brückenschaltung ähnlich zu bereits kommerziell erhältlichen AMR-Sensoren untersucht. Das Layout der vollständigen AMR-Brückenschaltung ist in Abbildung 6c dargestellt. Durch Einbringung einer Mäanderstruktur in die einzelnen Teilsensoren in der Brückenschaltung war es möglich, eine 180 ° Winkeldetektion zu implementieren. In Abbildung 12a ist die Brückenspannung und der AMR-Effekt bei Drehung eines Permanentmagneten um die Brückenschaltung in-plane zu sehen. Ähnlich zu kommerziell erhältlichen Sensoren zeigte die Brückenschaltung eine 180 ° Winkeldetektion und kann somit für Rotationsmessungen eingesetzt werden. Ein weiterer Vorteil von der vollen AMR-Brückenschaltung war die Temperaturkompensation. So zeigte die Brückenschaltung im Temperaturbereich von -40 °C bis 60 °C einen stabile und konstante Brückenspannung (Abb. 12b). Gleichzeitig stieg der Gesamtwiderstand des Sensors mit einem positiven TCR von 3700 ppm/K. Außerdem wurde eine gekapselte Brückenschaltung nacheinander für jeweils 2 Stunden 60 °C und 85 °C bei 100 % relativer Luftfeuchtigkeit ausgesetzt. Danach zeigte diese Brückenschaltung eine Widerstandserhöhung von 23 %.

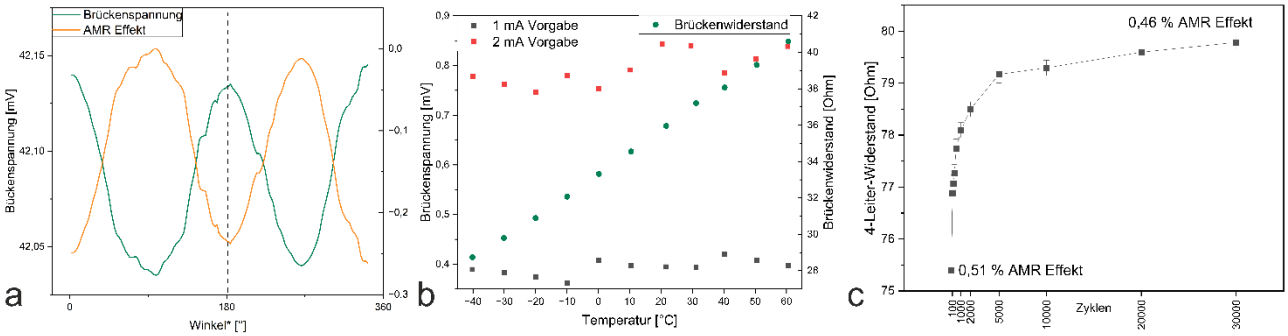


Abbildung 12: (a) Winkelabhängigkeit der Brückenspannung der AMR-Brückenschaltung bei Drehung eines Permanentmagneten um den AMR-Sensor um 360 °. (b) Temperaturkompensation der Brückenschaltung gegenüber des Gesamtwiderstandes des Sensors mit einem TCR von 3700 ppm/K. (c) Anstieg des elektrischen Widerstands eines Mäander-Sensors während des dynamischen Biegetests.

Zur Charakterisierung der Flexibilität der Sensoren wurde ein Sensor mit Mäanderlayout (Abb. 6b) mit einem Biegeradius von 2,5 cm und 30.000 Zyklen dynamisch am Fraunhofer FEP gebogen (Abb. 12c). Diese mechanische Belastung führte zu einer Erhöhung des elektrischen Widerstands des Sensors um ~4 %, was für die erwarteten Anwendungen akzeptabel ist.

T5.3: Untersuchungen zum Druck unterschiedlicher PHE-Sensor-Layouts (Einzelsensoren, Array)

Es wurden verschiedene Druckversuche mit den magnetoresistiven Pasten (Py, $Ni_{80}Fe_{20}$) und Tinten (Invar, $Fe_{65}Ni_{35}$) unternommen, um einen PHE-Sensor herzustellen. Für die siebgedruckten Pasten konnte leider kein PHE-Effekt gemessen werden. Aufgrund der mikroskopischen Netzwerkstruktur aus zusammenhängenden, aber regellos angeordneten anisotropen Py-Partikel, ist immer eine Kombination aus PHE- und AMR-Effekt messbar.

Eine für den PHE-Effekt passendere Mikrostruktur wurde per Inkjetdruck von $Fe_{65}Ni_{35}$ zu realisiert. Es wurde angenommen, dass die verminderte Schichtdicke der Inkjetgedruckten Schichten eine Optimierung des PHE-Effektes darstellen könnte. Dies gelang auf Kapton-Folie und Spezialpapier Type 3 von Fa. Felix Schöller AG. Es wurden das in Abbildung 7b gezeigte Layout und das elliptische Layout (Abb. 13) gedruckt. Das elliptische Layout ist das bevorzugte Layout für PHE-Sensoren. Es

war jedoch nicht möglich, mit der Kombination aus Inkjetdruck und Lasernachbearbeitung leitfähige Invar-Schichten mit einer Dicke von unter 1 µm und diesem Layout auf dem Substrat herzustellen.

Abbildung 13: AMR-Struktur, die durch Inkjet-Druck von Invar-Nano-Tinte auf Spezialpapier Typ 3 der Felix Schöller AG als Ellipse für den PHE-Sensor hergestellt wurde.

Hierzu sollten die Oberflächenspannung sowie die Druckeigenschaften der Nanotinte weiter angepasst, sowie thermisch stabilere Substrate wie Keramik für die Laser-Nachbearbeitung eingesetzt werden. Weitere Arbeiten zur Vorbereitung eines PHE-Demonstrators wurden am HZDR durchgeführt, siehe den entsprechenden Bericht.

T5.4: Charakterisierung der Sensoreigenschaften der PHE-Sensoren (Demonstrator 2)

Die magnetoresistive Reaktion der Inkjetgedruckten Struktur wurde als Teil der Vorbereitung der PHE-Sensorstruktur untersucht. Die in Abbildung 7b gezeigte Struktur weist einen AMR-Effekt bis zu 0,33 % auf (Abb. 14a), obwohl die Oberflächenqualität der gedruckten und lasergesinterten Schichten nicht optimal ist (Abb. 14b). Die Analyse des FESEM-Querschnitts der Schichten ergab, dass sie nach dem Lasersintern eine Dicke von weniger als 1 µm aufwiesen (vgl. Abb. 14c). Das Kapton-Substrat zeigte Anzeichen einer thermischen Schädigung an der Grenzfläche zur Invar-Schicht, was darauf hindeutet, dass letztere während der Laserbehandlung Temperaturen von deutlich über 400 °C erreichte. Diese Überhitzung scheint der Hauptfaktor zu sein, der die Fertigung größerer Strukturen (vgl. Abb. 13), die für die Messung des PHE-Effekts geeignet sind, behindert.

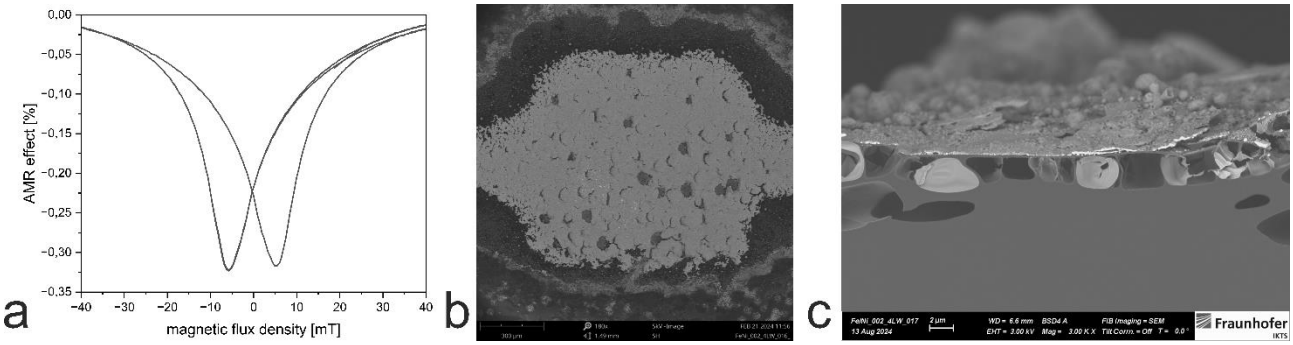


Abbildung 14: Vorarbeiten zum PHE-Effekt. AMR-Hysterese (a), Aufsicht auf ein Pad (b) und Querschnitt (c) eines Inkjetgeduckten Sensors mit 4-Leiter-Widerstand-Layout nach der Lasersinterung.

Das Layout des 4-Leiter-Widerstands wurde zwar erfolgreich durch die Kombination von Inkjetdruck und Laserbearbeitung realisiert (vgl. Abb. 14), ist jedoch für die Messung des PHE-Effekts ungeeignet. Diese Tests zeigen das Potenzial des Inkjetdrucks für die Herstellung von PHE-Sensoren und dieser Ansatz sollte in nachfolgenden Projekten genauer untersucht werden.

2. Die Wichtigsten Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

In dem zahlenmäßigen Nachweis wurden Personalkosten (wissenschaftliche Mitarbeiter und Techniker), Materialien und Dienstreisen abgerechnet. Für das Fraunhofer IKTS fallen im Rahmen dieses Projekts keine Investitions- oder Fremdleistungskosten an. Ein zahlenmäßiger Nachweis der durch das Projekt entstandenen Kosten wurde von der Fraunhofer Zentralverwaltung gesondert eingereicht. Weitere Einzelheiten entnehmen Sie bitte dem entsprechenden Dokument.

3. Die Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Projektarbeiten

Im Rahmen des Projekts MAG4INK war das Fraunhofer IKTS für die Validierung der Prozessschritte verantwortlich, die für die Herstellung der druckbaren flexiblen AMR-Sensoren kritisch sind. Diese Arbeiten wurden in enger Zusammenarbeit und im Austausch mit den Konsortiumsmitgliedern Fraunhofer FEP und HZDR durchgeführt. Die vom Fraunhofer IKTS geleistete Arbeiten waren für den Fortschritt des Projekts notwendig und umfassten die Leitung der APs 3 und 4 sowie Beiträge zu den APs 1 und 5.

Im AP1 wurde die Polymerzusammensetzung für die Abscheidung der Opferschicht festgelegt und ihre Abscheidung mit der einfach zu skalierenden Rakelmethode validiert. Die Vorbereitung der Opferschicht sowie das Lift-off und Ultraschallmahlen wurden mit der großflächigen Abscheidung von AMR-Schichten am Fraunhofer FEP synchronisiert. Diese Arbeiten waren notwendig und angemessen, um die Herstellbarkeitszeit von 500 g AMR-Pulver zu validieren (siehe T1.3 und T4.3). Die in AP3 durchgeführten Arbeiten waren notwendig und angemessen, um die Herstellbarkeit und Skalierbarkeit der AMR-Pulver-basierten Paste zu validieren. In diesem Fall wurde die Viskosität der Pasten mit dem Feststoffanteil des AMR-Pulvers sowie der Partikelgröße und -form („gekrümmt“ oder „flach“) in Zusammenhang gebracht. Auf der Grundlage der Experimente zur Pastenherstellung wurde die Produktivität der Herstellungsmethode bewertet (T4.3). Aufgrund des geringen Anteils an flockigen AMR-Partikeln mit Abmessungen im sub-µm-Bereich in dem Pulver, das nach den in AP1 beschriebenen Verfahren hergestellt wurde, war es nicht möglich, es für die Herstellung von Inkjetgeeigneten Tinten zu verwenden. Stattdessen wurden solche Tinten mit handelsüblichen Invar-Legierungsnanopulvern formuliert.

Die notwendige Optimierung der Druckprozesse (Paste: Sieb-, Dispenserdruck, Tinte: Tintenstrahldruck) wurde in AP4 iterativ mit innovativer Diodenlaser-Array-Nachbearbeitung durchgeführt. Aus Gründen der Skalierbarkeit und Produktivität konzentrierte sich die Arbeit auf den Siebdruck der Sensorstrukturen. Um die Möglichkeit einer einfachen Änderung des Layouts zu überprüfen, wurden auch der Dispenser und der Inkjetdruck getestet. Die Nachbearbeitung mit dem Diodenlaser-Array ermöglichte die erforderliche Verringerung des elektrischen Widerstands der Sensorstrukturen nach dem Druck und der Laminierung vom kΩ- in den 20-100 Ω-Bereich. Diese Arbeiten waren angemessen, um funktionale AMR-Sensoren auf Permalloy-Basis mit anwendungsrelevanter Leistung zu realisieren. Die Produktivität der am Fraunhofer IKTS vorhandenen Siebdrucker und der Laseranlage wurde evaluiert (siehe T4.3) und die Herstellungskosten pro Sensor wurden abgeschätzt, um eine effiziente Kommunikation mit potenziellen Kunden nach dem Projektende zu ermöglichen. Die durchgeführten Arbeiten waren auch notwendig, um die Mikrostruktur der resultierenden Schichten mit den Parametern der Laserbearbeitung zu korrelieren. Der Beitrag des Projektpartners HZDR zur Charakterisierung der AMR-Sensoren war entscheidend für das Verständnis des Zusammenhangs zwischen ihren Eigenschaften und der Mikrostruktur. Schließlich war der Beitrag des Fraunhofer IKTS zu AP5 notwendig und angemessen, um die Kontaktierungs- und Verkapselungsansätze für die gedruckten AMR-Sensoren zu validieren sowie die Stabilität der Sensoren bei Temperaturen von -40 bis +60 °C zu charakterisieren. Die Flexibilität der Sensoren wurde vom Fraunhofer FEP in Biegezyklentests validiert. Die notwendigen ersten Schritte zur Demonstration von PHE-Sensoren durch Tintenstrahldruck in Kombination mit Lasernachbearbeitung wurden durchgeführt.

Die geleisteten Arbeiten entsprachen im vollen Umfang dem begutachteten und bewilligten Antrag und waren daher für die Durchführung des Vorhabens notwendig und angemessen.

4. Der voraussichtliche Nutzen, insbesondere die Verwertbarkeit des Ergebnisses - auch konkrete Planungen für die nähere Zukunft - im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans

Da die Verwertbarkeit der MAG4INK-Technologie auf den synergetischen Aktivitäten aller Konsortialpartner basiert, wird in diesem Abschnitt die Nutzung für das gesamte Konsortium beschrieben, wobei die Nutzungsaspekte für die berichtende Einrichtung hervorgehoben werden.

An dieser Stelle sollte angemerkt werden, dass das Ziel von 1 kg druckbarer Paste bereits innerhalb von etwa 140 Tagen erreicht werden kann, was weniger als ein Jahr ist, der Wert, der ursprünglich bei der Vorbereitung des Antrags geschätzt wurde. Dies ermöglicht es dem Fraunhofer IKTS in Zusammenarbeit mit dem HZDR und dem Fraunhofer FEP, potenziellen Kunden die Vorbereitung der Py-basierten Pasten für den AMR-Sensordruck direkt nach Projektende als separate Dienstleistung anzubieten. Weitere Anwendungen als magnetisch schaltbare Ventile oder Dämpfer lässt sich potenziell über die magnetorheologischen Eigenschaften der Py-basierten Pasten erschließen.

Die Umstellung von Batch-Prozessen auf Inline-Prozesse bei der Pulveraufbereitung, insbesondere bei der Abscheidung der Opferschicht, Abscheidung der AMR-Schicht, Trocknung und auch Ablösen der AMR-Schichten, würde die Gesamtkosten der Technologie weiter senken und ihre Wettbewerbsfähigkeit für potenzielle Kunden erhöhen. Dies wird in den geplanten Anträgen für Technologietransferprojekte innerhalb von 2–3 Jahren nach Projektende weiterverfolgt.

Ebenso bieten Technologien zur effizienten Sensorfertigung Potential für die Kostenreduktion der Sensoren. Diese beinhalten zu einem Druckverfahren, aber auch Nachbehandlungsverfahren wie Hochleistungsdiodenlaserarrays (HPDL) und Flash-Lamp-Annealing (FLA). Im Rahmen dieses Projektes haben wir auf solche Technologien zurückgegriffen, die sich gut skalieren lassen und somit einen einfachen Technologietransfer erlauben. Die Evaluierung bzw. Skalierung mit Hilfe der oben beschriebenen Verfahren zu inline-Prozessierung mit resultierender Kostenreduktion sollen in Projekten mit Industriebeteiligung nächste 2-3 Jahren erfolgen.

Zu den nächsten Schritten nach Projektende gehören:

1) Drittmittelakquise, z.B. über BMBF und EU (direkt im Anschluss an MAG4INK).

- Diesbezüglich sind wir bereits erfolgreich mit der Finanzierung des BMBF DATIpilot Innovationscommunities-Projekts „Senscubator“, das sich unter anderem mit Entwicklungs- und Validierungsthemen rund um Sensorik auf flexiblen Substraten befassen wird.

2) Akquise von bilateralen Projekten mit industriellen Partnern (mittelfristig: 1-2 Jahre). Die Firmen aus dem Beirat sind an den Projektergebnissen interessiert, wodurch dieser Weg die Ergebnisse zu verwerten, auszuloten ist. Inwiefern der erreichte TRL dafür ausreichend ist, wird Ergebnis weiterer Gespräche im Anschluss an das Projekt sein.

- Die Firma Kundisch GmbH & Co. KG hat sich mit dem MAG4INK-Team in Verbindung gesetzt und zeigt Interesse, die Magnetfeldsensoren für ihre berührungslosen Tastaturen für „Human Maschine Interfaces“ (HMI) einzusetzen. In Zusammenarbeit mit Herrn Sebastian Gepp von der Firma Kundisch (Mitglied des Beirats des MAG4INK-Projekts) sehen wir darin große Chancen, unsere Technologie weiterzuentwickeln und näher an die Markterfordernisse anzupassen. Auch die FESTO GmbH & Co. KG ist Teil des Beirats des MAG4INK-Projekts und hat bereits Interesse an der Technologie bekundet zur Messung von Abständen. Für beide Kooperationen stellt der MAG4INK-Demonstrator (Meilenstein MS5) der Schlüsselfaktor dar. Diese Aktivitäten mit den Firmen Kundisch und FESTO werden unmittelbar nach Projektende beginnen.
- Wir werden nach Möglichkeiten der Übertragung der Projektergebnisse einschließlich der Herstellungstechnologie sowie der Bauteilauslegung auf andere Anwendungsfelder (z.B. der Luft- und Raumfahrt) suchen. Im ersten Schritt können diese Aktivitäten auch im Rahmen gemeinsamer Drittmittelprojekte durchgeführt werden.

3) Lizenzierung des Know-hows: Zusammenarbeit mit der Industrie auch außerhalb des Beirats.

4) IP-Schutz: Zusätzlich zu der bereits eingereichten Patentanmeldung zur Konditionierung gedruckter Sensoren wird das MAG4INK-Team weitere wichtige technologische Schritte für die Patentierung in Betracht ziehen.

5) Produktentwicklung basierend auf gedruckten Magnetfeldschaltern und linearen Sensoren (ab 3 Jahre nach Projektende). Dies erfordert einen Übergang von TRL6 (aktueller Stand) zu TRL8, der

die folgenden Aufgaben umfasst: (i) Mechanische Langzeitstabilitätsprüfung, (ii) Betrieb bei verschiedenen Temperaturen und Feuchtigkeitsbedingungen, (iii) Erstellung von Datenblättern für gedruckte Sensoren.

- Für diese Aktivitäten betrachten wir den Aufbau einer Pilotlinie mit Automatisierung zur großvolumigen Fertigung von Magnetfeldsensoren. Die Pilotlinie kann auf interessierte Industriepartner übertragen werden (z. B. Unternehmen, die Magnetfeldsensoren (Sensitec) oder die Systeme mit Magnetfeldsensoren (Littelfuse) herstellen.
- Alternativ oder ergänzend besteht die Möglichkeit, die Pilotlinie an unser Spin-off (siehe nächsten Punkt in der Liste) zu übertragen.

6) Ausgründungen von MAG4INK: Junge Forscher aus dem MAG4INK-Team könnten den Kern der potenziellen Ausgründungen bilden. Die ersten Schritte für diese Ausgründungsaktivitäten werden beispielsweise über das Programm EXIST finanziert. Folgende Nachwuchswissenschaftler/innen wurden im Rahmen des Projektes ausgebildet:

- Dr. Eduardo Sergio Oliveros-Mata (HZDR): hat im März 2024 seine Promotion zum Thema “gedruckte Magnetfeldsensoren” erfolgreich verteidigt.
- Herr Clemens Vogt (Fraunhofer IKTS): plant, seine Doktorarbeit bis Ende 2024 abzuschließen.
- Frau Regina Fust (Fraunhofer IKTS): hat ihre Bachelorarbeit “Behandlung und Charakterisierung von AMR-Pulver und ihr Einfluss auf die Viskosität von Fluiden” an der HTW Dresden im August 2024 erfolgreich verteidigt.

Die mögliche Transferstrategie der MAG4INK-Technologien für Fraunhofer IKTS wird wie folgt betrachtet:

1) Anbieten von Upscaling und Transfer der Technologie der Opferschichtabscheidung, AMR-Schichtdelaminierung und deren Ultraschallmahlung an Industriekunden. Dies ist erforderlich, um das Fraunhofer FEP bei der Hochskalierung der AMR-Materialabscheidung und dem Technologietransfer an potenzielle Industriekunden zu unterstützen.

2) Anbieten magnetosensitiver Pasten und Verifikationsmuster der Sensoren über FhG-IKTS und HZDR. Dazu gehören die Skalierung, der Transfer und die Lizenzierung der Druck- und Nachbearbeitungstechnologie sowie die Bereitstellung von Pilotserien gedruckter Magnetfeldsensoren. Die Informationen zu diesen Möglichkeiten werden nach Projektende auf der Webseite der Fraunhofer IKTS verfügbar sein.[3],[4] Die erste Version der Datenblätter für die gedruckten Magnetfeldsensoren ist erstellt. Diese Datenblätter werden auch über die Webseiten der teilnehmenden Konsortiumspartnern bereitgestellt.

5. Der während der Durchführung des Vorhabens dem Zuwendungsempfänger bekannt gewordenen Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Der Stand der Technik wird kontinuierlich in der wissenschaftlichen Literatur und bei den Patentanmeldungen verfolgt. Wir haben keine Ergebnisse von Drittanbietern festgestellt, die die Implementierung der MAG4INK-Technologie behindern oder unseren Handlungsspielraum einschränken könnten.

Dennoch freuen wir uns sehr, dass es eine aktive Entwicklung im Forschungsbereich gedruckter Magnetfeldsensoren gibt. Dies zeigt deutlich, dass das im MAG4INK-Projekt behandelte Thema neuartig und aktuell ist. Die Veröffentlichungen beziehen sich auf Magnetfeldsensoren, die auf anderen physikalischen Effekten beruhen als die im MAG4INK-Projekt verwendeten, oder

[3] https://www.ikts.fraunhofer.de/de/abteilungen/energiesysteme/werkstoffe_komponenten/werkstoffe_gedruckte_systeme/fa_tinten_pasten_fuer_funktionsschichten.html

[4] https://www.ikts.fraunhofer.de/de/abteilungen/energiesysteme/werkstoffe_komponenten/hochtemperatur-elektrochemie_funktionalisierte_oberflaechen/diodenlaserarray_nachbearbeitung_inkjet-gedruckter_schichten.html

demonstrieren grundlegende Prinzipien der gedruckten Magnetfeldsensoren. Die entsprechenden Publikationen sind im Bericht des HZDR als Koordinator des Projekts aufgeführt.

6. Die erfolgten oder geplanten Veröffentlichungen des Ergebnisses nach Nr. 5 der NKBF/NABF

Die Ergebnisse des Projekts wurden den Mitgliedern des Beirats präsentiert, dem unter anderem die Firmen Kundisch und FESTO angehören. Darüber hinaus wurde das Projekt den Mitgliedern des OES-Netzwerks vorgestellt, dem mehr als 50 Unternehmen angehören, die im Bereich der flexiblen und gedruckten Elektronik tätig sind. Um die Sichtbarkeit des Vorhabens zu steigern, wurden folgende Aktivitäten geschaltet:

(A) Internetauftritte:

- Projektbeschreibung [https://www.fep.fraunhofer.de/de/ueber-uns/projekte/MAG4INK.html#1]
- News-Mitteilungen:

[https://www.ikts.fraunhofer.de/de/presse/pressemitteilungen/2021_8_27_n_gedruckte_magnetfeldsensoren_fuer_das_internet_der_dinge.html]
[https://www.hzdr.de/db/Cms?pOid=63895&pNid=0&pLang=de]
[https://www.validierungsfoerderung.de/aktuelles/aktuelles/wie-lassen-sich-gedrucktemagnetfeldsensoren-in-industrierelevanten-groessenordnungen-herstellen]

- Das MAG4INK-Projekt mit entsprechenden Informationen wird auf der VDI/VDEHomepage angekündigt.
- Die Projektwebseite [https://www.mag4ink.com/] wurde erstellt und gepflegt.
- Der Flyer des MAG4INK-Projekts wurde erarbeitet und an Konsortiumspartnern übergeben. Der Flyer haben wir bei Messen und/oder Konferenzen und/oder Besuchen von Industrie- und Forschungspartnern verwendet (PDF-Datei beigefügt).
- Powerpoint-Folien mit allgemeinen Informationen zu den Projektzielen und einer Zusammenfassung der Kompetenzen des Konsortiums wurden erstellt und zwischen den Konsortiumspartnern ausgetauscht, z.B. für Präsentationen auf Konferenzen.
- Interview des MAG4INK-Teams für das BMBF [https://www.validierungsfoerderung.de/aktuelles/aktuelles/wie-lassen-sich-gedruckte-magnetfeldsensoren-in-industrierelevantengroessenordnungen-herstellen].

(B) Außerdem wurden Projektaktivitäten bei den folgenden Konferenzen/Messen/ Veranstaltungen angesprochen und präsentiert:

- LOPEC 2024 [06.03. – 07.03.2024], München. Vortrag von Clemens Voigt (Fraunhofer IKTS) zum Thema “Screen-printing of magnetic field sensors on flexible polymer foils for the detection of low to high magnetic fields”.
- MRS Fall Meeting [26.11. – 01.12.2023], Boston, USA. Vortrag von Dr. Mykola Vinnichenko (Fraunhofer IKTS) zum Thema “High-Throughput Printing and Post-Processing Approaches for Realization of Novel Flexible Magnetoresistive Sensors” [https://www.mrs.org/meetingsevents/fall-meetings-exhibits/2023-mrs-fall-meeting/symposium-sessions/presentations/detail/2023_mrs_fall_meeting/2023_mrs_fall_meeting-3954252].
- V2023 – Vacuum & Plasma [18.09. – 21.09.2023], Dresden. Poster von Morris Ott (Fraunhofer FEP)
- Eurosensors 2023 [10.09. – 13.09.2023], Lecce, Italien. Vortrag von Clemens Voigt (Fraunhofer IKTS) zum Thema “Printed Anisotropic Magnetoresistive Sensors on Flexible Polymer Foils” [https://www.eurosensors2023.eu/conference-program/].
- Konferenz "Building Bridges for the Next Generations” [17.05.2023], Dresden: eingeladener Vortrag von Denys Makarov (HZDR) zum Thema “Responsible magnetoelectronics”

- SVC 2023 [08.05. – 11.05.2023], Maryland, USA. Vortrag von Morris Ott (Fraunhofer FEP): „Synthesis of magnetic particles for printable inks by sputtering for sensor applications“
- LOPEC 2023 [28.02. – 02.03.2023], München. Vortrag von Dr. Mykola Vinnichenko (Fraunhofer IKTS) zum Thema „Scalable printing of anisotropic magnetoresistive sensors on flexible substrates“
- Jahrestreffen des OES am HZDR [23.11.2022], Dresden. Präsentation der Aktivitäten des MAG4INK-Projekts vor den Mitgliedern des OES-Netzwerks.
- Electronica 2022 [15.11. – 18.11.2022], München (Demo):
    - Interview: Dr. Sindy Mosch [https://www.linkedin.com/posts/fraunhoferikts_electronicsmanufacturing-sensors-printedelectronicsactivity-6995635256317911040-Bn55/?utm_source=share&utm_medium=member_desktop]
- Sensor:Disrupt [28.09.2022], Chemnitz [https://sensorxdisrupt.de/]:
    - Dr. Denys Makarov: Vortrag “Flexible und druckbare Sensoren und Aktoren”
    - Dr. Mykola Vinnichenko: Vortrag: “Gedruckte Magnetfeldsensoren auf Bi-Basis, hergestellt mit skalierbaren Methoden von industrieller Relevanz"
- Automatica 2022 [21.06. – 24.06.2022], München (Demo)
- 8. Dresdner Werkstoffsymposium [02.06. – 03.06.2022], Dresden: eingeladener Vortrag von Denys Makarov (HZDR) zum Thema “Druckbare Hochleistungs-Magnetoelektronik”
- LOPEC 2022 [22.03. – 24.03.2022], München (Demo) [https://lopec.com]
- Jahrestreffen der scia Systems GmbH [16.03.2022], Chemnitz: eingeladener Vortrag von Denys Makarov (HZDR) zum Thema “FlexiSens: smart magnetic field sensor technologies”

(C) Verbreitung der Projektergebnisse an die breite Öffentlichkeit:

- Wissenschaftsfestival SPIN 2030 [08.03. – 09.03.2024], Technische Sammlungen Dresden: Ausstellung
- Zukunftsmesse, Deutsches Museum Nürnberg [16.09. – 17.09.2023], Nürnberg: Ausstellung
- Dresdner Lange Nacht der Wissenschaften [30.06.2023]

(D) Beiträge im Tagungsband

- Artikel in SVC-Bulletin, Fall/Winter 2023, "Synthesis of magnetic particles for printable inks by sputtering for sensor applications”, S. 66 [https://www.flipsnack.com/svcdigitalpublications/2023-fall-winter-bulletin/full-view.html] (PDF-Datei beigefügt).
- C. Voigt, S. Mosch, E.S. Oliveros-Mata, D. Makarov, C. Schubert, M. Ott, T. Preußner, M. Vinnichenko: Printed Anisotropic Magnetoresistive Sensors on Flexible Polymer Foils. Proceedings 97, 177 (2024); [https://doi.org/10.3390/proceedings2024097177] (PDF-Datei beigefügt).
- C. Voigt, M. Fritsch, M. Vinnichenko, M. Kusnezoff: Tintenstrahlgedruckte AMR Sensoren und AMR Sensorarrays auf polymeren Substraten. J. Sens. Sens. Syst. (eingereicht November 2024).

(E) Veranstaltungen für Studierende und Nachwuchswissenschaftler

- PETASPIN 2023 School on “Spintronics" [12.12. – 15.12.2023], Messina, Italien. Vorlesung von Denys Makarov über magnetische Verbundwerkstoffe
- Seminar des Graduiertenkollegs LokoAssist “Seamless integration of assistance systems for natural locomotion of humans” [20.04.2023], TU Darmstadt, Darmstadt: eingeladener Vortrag von Denys Makarov (HZDR) zum Thema “Flexible, printable and self-healable magnetic field sensors for soft robotics and human-machine interfaces”
- Seminar des Graduiertenkollegs 2340 “Interactive fiber rubber composites” [06.12.2022], TU Dresden, Dresden: eingeladener Vortrag von Denys Makarov (HZDR) zum Thema “Flexible, printed and self-healable high-performance magnetoelectronics for humanmachine interfaces and soft robotics”

(F) geplante Veröffentlichungen

- C. Voigt, E.S. Oliveros-Mata, P.T. Das, S. Mosch, Y. Zabila, M. Ott, M. Fritsch, T. Preußner, D. Makarov, M. Vinnichenko, D. Borin, I. Soldatov, R. Schäfer, and A. Michaelis: Scalable printing of anisotropic magnetoresistive sensors on flexible substrates. Adv. Mater. Technol. (in Vorbereitung, Einreichung geplant Januar-Februar 2025).