

N. Ellendt, L. Mädler

High-Throughput Exploration of Evolutionary Structural Materials

Hochdurchsatzexploration evolutionärer Konstruktionswerkstoffe

Abstract/Kurzfassung

While experimental high-throughput and computational methods exist for the development of functional materials, structural materials are still being developed on the base of experience, stepwise prediction and punctual support of computational models. As a result, many major breakthroughs have been and still are achieved by coincidence under non-intuitive conditions. Experimental high throughput methods allow to explore large process windows where no prediction is possible due to lack of existent data. This work proposes the high throughput method "Farbige Zustände" as a novel approach for the experimental exploration of structural materials. New methods for sample synthesis, treatment and characterization are developed as well as computational methods for ad-hoc data analysis, search and experiment planning. ■

Keywords: High-Throughput, Framework, Structural Material, Machine Learning, Descriptor

Authors/Autoren: *Dr.-Ing. Nils Ellendt*, University of Bremen, Faculty of Production Engineering, Badgasteiner Straße 1, 28359 Bremen, Germany, and Leibniz Institute for Materials Engineering IWT, Badgasteiner Straße 3, 28359 Bremen, Germany, ellendt@iwt.uni-bremen.de (Corresponding author/Kontakt)

Prof. Dr.-Ing. habil. Lutz Mädler, University of Bremen, Faculty of Production Engineering, Bremen, Germany, and Leibniz Institute for Materials Engineering IWT, Bremen, Germany

Während neue Funktionswerkstoffe heutzutage mit experimentellen Hochdurchsatz- und Berechnungsmethoden entwickelt werden, findet die Suche nach neuen Konstruktionswerkstoffen auch heute noch auf der Basis von Erfahrung, schrittweiser Prädiktion und lokal unterstützenden Berechnungsmodellen statt. Folglich waren und sind immer noch viele Durchbrüche in der Werkstoffentwicklung Zufallsentdeckungen unter nicht-intuitiven Bedingungen. Experimentelle Hochdurchsatzmethoden erlauben die Exploration weiter Prozessfenster, in denen aufgrund fehlenden Wissens noch keine Vorhersagen für eine schrittweise Vorgehensweise möglich sind. Diese Arbeit schlägt die neuartige Methode „Farbige Zustände“ für die experimentelle Hochdurchsatz-Exploration von Konstruktionswerkstoffen vor, die ein spezifisches Anforderungsprofil erfüllen. Neue Methoden für die Probensynthese, deren thermische und mechanische Behandlung sowie deren Charakterisierung werden ebenso entwickelt wie Methoden zur Ad-hoc-Datenanalyse, Suche und Versuchsplanung. ■

Schlüsselwörter: Hochdurchsatz, Konzept, Konstruktionswerkstoff, Maschinelles Lernen, Deskriptor

HOW TO CITE THIS ARTICLE: N. Ellendt, L. Mädler: High-Throughput Exploration of Evolutionary Structural Materials. HTM J. Heat Treatm. Mat. 73 (2018) 1, pp. 3-12, DOI:10.3139/105.110345

1 Introduction

Novel applications in transport and power generation require metallic structural materials such as steels or aluminum alloys with specific performance profiles. As today, exact fulfillment of such performance profiles is limited by availability of such specific materials [1]. The development of tailored structural materials is a time consuming and resource intense process, because it requires large volumes of materials to be synthesized with successive mechanical, thermal or thermomechanical treatment [2]. Since the

1 Einleitung

Neuartige Anwendungen beim Transport und der Energieerzeugung erfordern metallische Strukturmaterialien wie etwa Stähle oder Aluminiumlegierungen mit spezifischen Anforderungsprofilen. Gegenwärtig ist die genaue Erfüllung dieser Anforderungsprofile durch die Verfügbarkeit solcher spezifischer Materialien eingeschränkt [1]. Die Entwicklung von maßgeschneiderten Konstruktionswerkstoffen ist ein zeitaufwendiger und ressourcenintensiver Prozess, da sie die Urformung großer Volumina an Materialien mit anschließender me-

degrees of freedom in alloy development are numerous, predictive and experience-based approaches are common to gradually improve properties of existing materials [3]. However, the history of materials development reports on many major breakthroughs as coincidental. Discoveries include stainless steels [4], precipitation hardening of Aluminum [5] and, recently, ultra-hard polymers [6]. In contrast, a high-throughput technique for the discovery of novel structural materials would allow to quickly scan a large number of compositions and treatments. Screening of non-intuitive or unknown parameters would become affordable with such a method.

In contrast to structural materials, the properties of functional are mainly governed by their atomic structure alone, enabling computational materials design by DFT models [7-9]. Today, thin film high throughput techniques are a common experimental tool for the development of functional materials [10-12]. Graded thin film techniques can evaluate whole ternary or quaternary alloy systems on a single substrate. This is not directly applicable to structural materials since their properties are governed by the interaction of microstructural features such as grains, grain boundaries, dislocations and precipitates which span scales much larger than the individual atomic structure. Furthermore, their microstructure is highly dependent on the processing route, such as thermal or mechanical treatment. For example, the heat treatment of steels has been and still is an intense field of research to correlate process conditions with mechanical properties.

In the past, only few approaches on high throughput methods for structural materials were reported. *Zhao and Zhang* [13-15] used multi diffusion couples to generate compositionally graded samples of whole binary and ternary alloys. These samples were mechanically characterized with nanoindentation for hardness and young's modulus. They demonstrated that this approach is predictive for the strength of a conventionally synthesized macroscopic sample. However, their multi diffusion couples were limited with respect to thermal treatment and mechanical testing. Only heat treatments of all alloy compositions at the same time were possible while posing the risk of further atomic diffusion and local composition changes. Recently, Springer and Raabe presented an accelerated combinatorial approach for macroscopic samples and conventional mechanical evaluation [16]. A multiple cast system of copper molds is used to produce a sample shape which can be quickly rolled and heat treated in a combinatorial way for different alloy compositions in one batch. They demonstrated that an evaluation of 45 samples by a tensile test and hardness within only 35 hours is possible.

In a previous work [17], we evaluated how existing characterization techniques can be applied to spherical particles with a diameter range of 100-460 μm . We also demonstrated a kinetic characterization using differential scanning calorimetry (DSC) and phase determination using X-ray diffraction (XRD) on these samples. A prediction of macroscopic hardness and young's modulus from

chanischer, thermischer oder thermomechanischer Behandlung erfordert [2]. Da die Freiheitsgrade in der Legierungsentwicklung zahlreich sind, gibt es viele prädiktive und erfahrungsbasierte Ansätze, um die Eigenschaften bestehender Materialien schrittweise zu verbessern [3]. Doch in der Geschichte der Materialentwicklung gab es häufig wichtige Durchbrüche, die sich zufällig ergaben. Zu den Entdeckungen zählen Edelmehle [4], die Ausscheidungshärtung von Aluminium [5] sowie – kürzlich – die ultra-harten Polymere [6]. Im Gegensatz dazu würde eine Hochdurchsatz-Technik für die Entdeckung neuartiger Konstruktionswerkstoffe das schnelle Scannen zahlreicher Zusammensetzungen und Behandlungen ermöglichen. Das Screening von nicht-intuitiven oder unbekanntem Parametern würde mit einer solchen Methode leistbar werden.

Im Gegensatz zu Konstruktionswerkstoffen werden die Eigenschaften von Funktionswerkstoffen zumeist alleine durch ihre atomare Struktur bestimmt. Dies ermöglicht computergestütztes Materialdesign mit DFT-Modellen [7-9]. Heute sind Dünnschicht-Hochdurchsatz-Techniken ein verbreitetes Versuchswerkzeug für die Entwicklung von Funktionswerkstoffen [10-12]. Gradierte Dünnschicht-Techniken können ganze ternäre oder quaternäre Legierungssysteme auf einem einzelnen Träger evaluieren. Dies ist nicht direkt bei Konstruktionswerkstoffen anwendbar, da deren Eigenschaften der Interaktion mikrostruktureller Elemente wie etwa Körnern, Korngrenzen, Versetzungen und Ausscheidungen unterliegen, welche viel mehr als die einzelne Atomstruktur umfassen. Zudem ist ihre Mikrostruktur in hohem Maße von der Prozesskette, wie etwa der thermischen oder mechanischen Behandlung, abhängig. So ist beispielsweise die Wärmebehandlung von Stählen nach wie vor ein intensives Forschungsfeld bezüglich des Zusammenhangs zwischen Prozessbedingungen und mechanischen Eigenschaften.

In der Vergangenheit wurde von nur wenigen Ansätzen bezüglich Hochdurchsatz-Methoden für Konstruktionswerkstoffe berichtet. *Zhao und Zhang* [13-15] nutzten Multi-Diffusionspaare, um kompositorisch abgestufte Proben ganzer binärer und ternärer Legierungen zu erstellen. Diese Proben wurden mechanisch mit Nanoindentierung bezüglich Härte und Elastizitätsmodul charakterisiert. Sie zeigten, dass dieser Ansatz Prognosen für die Stärke einer konventionell synthetisierten Makroprobe liefert. Ihre Multi-Diffusionspaare waren jedoch hinsichtlich thermischer Behandlung und mechanischer Tests eingeschränkt. Nur die gleichzeitigen Wärmebehandlungen aller Legierungszusammensetzungen waren möglich, wobei es dabei das Risiko einer weiteren Atomdiffusion und lokaler Veränderungen der Zusammensetzung gab. Vor kurzem stellten Springer und Raabe einen beschleunigten kombinatorischen Ansatz für Makroproben und konventionelle mechanische Charakterisierung vor [16]. Ein mehrfaches Guss-System mit Kupferkokillen wird dazu eingesetzt, eine Probenform herzustellen, welche rasch gewalzt und wärmebehandelt werden kann. Dies erfolgt kombinatorisch für verschiedene Legierungszusammensetzungen in einem Stapel. Sie zeigten, dass eine Evaluierung von 45 Proben durch Zugversuch und Härteprüfung innerhalb von nur 35 Stunden möglich ist.

In einer früheren Arbeit [17] evaluierten wir, wie bestehende Charakterisierungstechniken auf kugelförmige Partikel mit einem Durchmesser von 100-460 μm angewendet werden können. Wir zeigten auch eine kinetische Charakterisierung unter Einsatz von Dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) sowie eine Phasenbestimmung unter Einsatz von Röntgendiffraktion (XRD) bei diesen

nanoindentation measurements was possible as well. While we used the impulse atomization technique to produce a variety of droplet sizes in one experiment, almost mono modal spherical particles of adjustable size with a very high reproducibility can be obtained from single droplet generation processes [18, 19].

One example for a high-throughput method is the approach by Xia et al. [20] which aims at the determination of toxicology of nanomaterials. They determined a set of 2800 cell descriptors for different concentrations and exposition times. Relating this data to a small set of data points from animal models, they found that their data is predictive for toxicity. For structural materials, such an approach would be to determine descriptors in short time characterizations in order to predict material properties and to measure them only at specific validation points.

As today, different techniques for the synthesis and characterization of structural materials suited for high throughput are known. These techniques can possibly reveal the limitations of the multi diffusion couple approach which is the only successful experimental high-throughput approach for structural materials as yet. We develop a strongly interdisciplinary high-throughput approach for the exploration of structural materials based on available methods. Besides the methods presented before, novel high-throughput methods for thermal, mechanical and thermo-mechanical treatment, characterization, experiment planning, sample handling and smart search algorithms are being developed.

2 The method “Farbige Zustände”

As today, materials for a specific utilization are chosen based on requirements such as mechanical or corrosion properties. Using i. e. the finite element method, a set of necessary mechanical properties is calculated which we call the performance profile. The proposed method “Farbige Zustände” is designed to find a composition and processing route to produce a material which matches a given performance profile, Figure 1 (1). A performance profile is a set of specific material properties (i. e. yield strength, hardness, young’s modulus) which is given for a specific utilization of the material in the final application.

The synthesis and treatment (2) and descriptor measurements (3) of microscopic samples (Figure 1) are major elements of the method. The descriptors are mapped into macroscopic material properties (5) with a predictor function (4). The predicted material properties can then be compared to the performance profile (1). If both do not match, the residual of the comparison (6) and the predictor function (7) are used to propose new compositions and treatment parameters (8) in the next evolution step. To define the predictor function which maps microscopic descriptors to macroscopic material properties, a small number of macroscopic samples (9) is required. The macroscopic samples are synthesized and treated in

Proben. Eine Prognose von makroskopischer Härte und Elastizitätsmodul aus Nanoindentierungsmessungen war ebenfalls möglich. Während wir die Impulszerstäubung einsetzten, um mehrere Tropfengrößen in einem Experiment zu produzieren, können beinahe monomodale kugelförmige Partikel in anpassbarer Größe mit sehr hoher Reproduzierbarkeit aus Prozessen zur Einzeltropfenerzeugung gewonnen werden [18, 19].

Ein Beispiel für eine Hochdurchsatz-Methode ist der Ansatz von Xia et al. [20]. Dessen Ziel ist die Bestimmung der Toxikologie von Nanowerkstoffen. Sie bestimmten eine Reihe von 2800 Zell-Deskriptoren für unterschiedliche Konzentrationen und Expositionszeiten. Durch die Verbindung dieser Daten mit einer kleinen Reihe von Datenpunkten aus Tiermodellen kamen sie zu dem Ergebnis, dass ihre Daten Prognosen für die Toxizität liefern. Für Konstruktionswerkstoffe würde ein solcher Ansatz darin bestehen, Deskriptoren bei kurzfristigen Charakterisierungen zu bestimmen, um Werkstoffeigenschaften zu prognostizieren und sie nur bei spezifischen Validierungspunkten zu messen.

Heute sind verschiedene Techniken für die Synthese und Charakterisierung von Konstruktionswerkstoffen, die sich für den Hochdurchsatz eignen, bekannt. Diese Techniken können möglicherweise die Einschränkungen des Multi-Diffusionspaar-Ansatzes aufdecken, welcher bislang der einzige erfolgreiche, experimentelle Hochdurchsatz-Ansatz für Konstruktionswerkstoffe ist. Wir entwickeln einen stark interdisziplinären Hochdurchsatz-Ansatz für die Untersuchung von Konstruktionswerkstoffen auf Grundlage verfügbarer Methoden. Neben den zuvor vorgestellten Methoden werden neuartige Hochdurchsatz-Methoden für die thermische, mechanische und thermomechanische Behandlung, die Charakterisierung, die Versuchsplanung, die Probenhandhabung sowie intelligente Suchalgorithmen entwickelt.

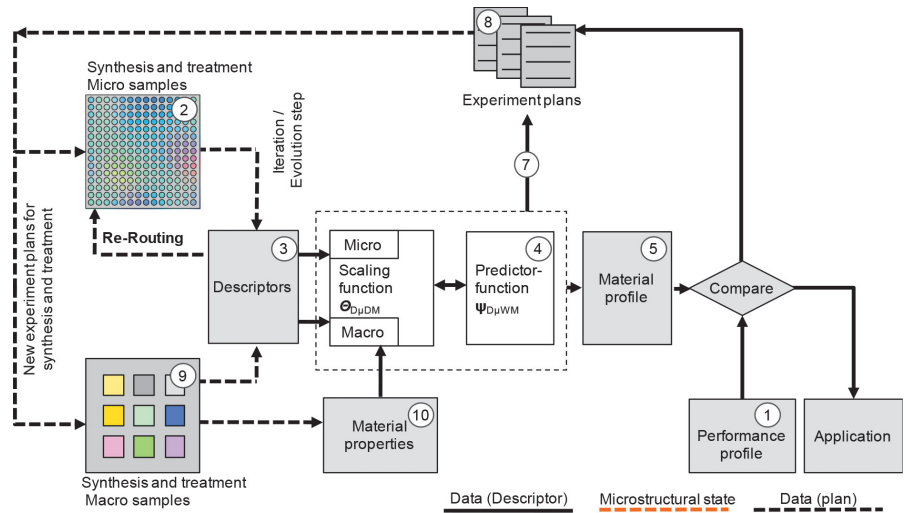
2 Die Methode „Farbige Zustände“

Heute werden Materialien für einen bestimmten Verwendungszweck auf Grundlage von Anforderungen wie z. B. mechanischer oder Korrosionseigenschaften ausgewählt. Bei Anwendung der Finite-Elemente-Methode wird eine Reihe erforderlicher mechanischer Eigenschaften berechnet, welche wir als Anforderungsprofil bezeichnen. Die vorgeschlagene Methode „Farbige Zustände“ wurde konzipiert, um eine Zusammensetzung und Prozesskette zu finden, um ein Material zu produzieren, das zu einem bestimmten Anforderungsprofil passt, Bild 1 (1). Ein Anforderungsprofil besteht aus mehreren spezifischen Werkstoffeigenschaften (d. h. Streckgrenze, Härte, Elastizitätsmodul), welche für einen bestimmten Einsatz des Materials in der Endanwendung vorliegen.

Die Synthese und Behandlung (2) sowie die Deskriptor-Messungen (3) von Mikroproben (Bild 1) sind die wichtigsten Elemente der Methode. Die Deskriptoren werden mit einer Prädiktorfunktion (4) auf die makroskopischen Werkstoffeigenschaften (5) abgebildet. Die prognostizierten Werkstoffeigenschaften können dann mit dem Anforderungsprofil verglichen werden (1). Sollten sie nicht zusammenpassen, werden das Residuum des Vergleichs (6) und die Prädiktorfunktion (7) verwendet, um neue Zusammensetzungen und Behandlungsparameter (8) in der nächsten Evolutionsstufe vorzuschlagen. Um die Prädiktorfunktion zu definieren, welche mikroskopische Deskriptoren auf makroskopischen Werk-

Fig. 1. Flow schematic of the method “Farbige Zustände”. (1) Finding a material matching a specific performance profile, (2) Micro samples are produced and treated, (3) characterized and their properties (5) are compared to the performance profile in a high-throughput loop until a matching composition and processing route is found

Bild 1. Fließschema der Methode “Farbige Zustände”. (1) Suche nach einem spezifischen Anforderungsprofil, (2) Mikroproben werden urgeformt und thermisch und mechanisch behandelt („Einfärbung“), (3) charakterisiert und ihre Eigenschaften (5) werden mit dem Anforderungsprofil in einer Hochdurchsatzschleife verglichen, bis eine passende Zusammensetzung und Herstellungsrute gefunden ist



a way to obtain a microstructure comparable to that of the microscopic samples. Conventional characterizations such as tensile or hardness tests are then conducted (10).

stoffeigenschaften abbildet, ist eine geringe Anzahl an Makroproben (9) erforderlich. Die Makroproben werden synthetisiert und behandelt, um eine Mikrostruktur zu erhalten, die mit jener der Mikroproben vergleichbar ist. Übliche Charakterisierungen wie Zugversuch oder Härteprüfung werden danach durchgeführt (10).

3 Synthesis and treatment of samples

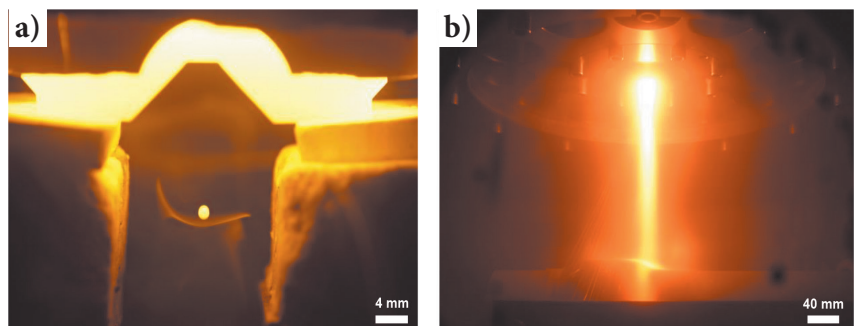
The synthesis techniques for microscopic samples require high flexibility with respect to composition and sample size. Sample size is crucial because critical scaling effects of the micro samples need to be considered in the prediction of macroscopic material properties. High temperature drop-on-demand generation of individual melt droplets and successively controlled solidification were chosen to produce microscopic samples (Figure 2a). This containerless cooling process offers the possibility of a simple size variation as well as rapid solidification. A consistent scale-up for macroscopic samples is the spray forming process [21] (Figure 2b), which also features very high cooling rates and a uniform microstructure free of macro segregations. To obtain macroscopic and microscopic samples of comparable microstructure, common process windows of synthesis and heat treatment on both scales need to be identified. A thermo-management model is developed which couples heat transfer to the phase field of microstructure evolution. This allows to identify suitable process windows of each process step (scaling function, Fig. 1).

3 Probensynthese und -behandlung

Die Synthesetechniken für Makroproben erfordern eine hohe Flexibilität hinsichtlich der Zusammensetzung und Probengröße. Die Probengröße ist entscheidend, da kritische Skalierungseffekte der Mikroproben bei der Prognose der makroskopischen Werkstoffeigenschaften berücksichtigt werden müssen. Die Hochtemperatur-Einzeltropfenerzeugung einzelner Schmelzetropfen und die anschließende kontrollierte Erstarrung wurden ausgewählt, um Mikroproben zu erzeugen (Bild 2a). Dieser kokillenfreie Abkühlprozess bietet die Möglichkeit einer einfachen Größenvariierung sowie eine rasche Erstarrung. Ein konsistentes Scale-up für Makroproben stellt der Prozess des Sprühkompaktierens dar [21] (Bild 2b), welcher auch sehr hohe Abkühlraten und eine homogene Mikrostruktur ohne Makro-Segregationen aufweist. Um Makro- und Mikroproben mit einer vergleichbaren Mikrostruktur zu erhalten, müssen gemeinsame Prozessfenster bei Synthese und Wärmebehandlung auf beiden Ebenen identifiziert werden. Hierfür wird ein Thermo-Management-Modell entwickelt, welches die Wärmeübertragung mit dem Phasenfeld der Entwicklung der Mikrostruktur koppelt. Dies ermöglicht die Identifizierung geeigneter Prozessfenster bei jedem Prozessschritt (Skalierungsfunktion, Bild 1).

Fig. 2. Synthesis techniques for AISI 52100 steel, (a) Drop on demand droplet generation. A single droplet is ejected and subsequently solidified to synthesize a spherical microscopic sample, (b) Spray deposition for synthesis of tubular macroscopic samples

Bild 2. Urformtechniken für den Stahl 100Cr6, (a) Einzeltropfenerzeugung: ein einzelner Tropfen wird erzeugt und als sphärische Mikroprobe während der Fallphase erstarrt, (b) Sprühkompaktieren als Urformverfahren für rohrförmige Makroproben



After synthesis, the samples require mechanical, thermal and/or thermo-mechanical treatment to develop a specific microstructure. While there are well-established processes available for macroscopic samples, novel processes for microscopic samples are needed which offer high throughput capabilities. For mechanical treatment, the samples are either deep-rolled in batches or individually compressed. A novel deformation dilatometry with automatic sample feeding is being developed for thermo-mechanical treatments. Alternatively, conventional heat treatments of individual batches are also possible.

4 Determination of descriptors and material properties

The original choice of descriptors was based on known and projected correlations between microscopic descriptors and macroscopic material properties. The descriptors are assessed with selected short time characterization techniques including different mechanical tests, differential scanning calorimetry (DSC), X-ray diffraction (XRD), micro magnetic characterization as well as electrochemical analyses. Descriptors obtained from these characterizations are descriptive for a variety of material properties [22] and vice versa. Such correlations are exemplarily shown in Figure 3 for the material property of macroscopic hardness. The most obvious descriptor for this case is a micro hardness measured with nanoindentation. Alternatively, the presence and amount of specific phases can also be descriptive [23, 24] as well as the shape of a micro sample after a shot-peening test. Furthermore, it is possible that a combination of descriptors is needed for a reliable prediction of a property. In this example, micro hardness is a proper descriptor for hardness; to map hardness to strength [25] it is necessary to know if the material is in the ductile or brittle regime, which can be estimated from a shot peening test. Lastly, XRD can deliver information on crystalline phases after heat treatment.

Cyclic nanoindentation will be carried out to provide a short-time characterization for the material properties of fatigue [26]. Since nanoindentation requires a time-consuming preparation of the samples (bisection and polishing) we replace single and cyclic nanoindentation with a compression test of the entire sample (Fig-

Nach der Synthese benötigen die Proben mechanische, thermische und/oder thermomechanische Behandlungen, um eine bestimmte Mikrostruktur zu entwickeln. Während für Makroproben bewährte Prozesse verfügbar sind, werden neuartige Prozesse für Mikroproben benötigt, welche das Potenzial zum Hochdurchsatz bieten. Für die mechanische Behandlung werden die Proben entweder in Losen festgewalzt oder einzeln komprimiert. Gegenwärtig wird eine neuartige Verformungs-Dilatometrie mit automatischer Probenzuführung für thermomechanische Behandlungen entwickelt. Alternativ sind auch konventionelle Wärmebehandlungen einzelner Lose möglich.

4 Bestimmung von Deskriptoren und Werkstoffeigenschaften

Die ursprüngliche Auswahl der Deskriptoren beruhte auf bekannten und prognostizierten Korrelationen zwischen mikroskopischen Deskriptoren und makroskopischen Werkstoffeigenschaften. Die Deskriptoren werden mit ausgewählten Kurzzeit-Charakterisierungstechniken ermittelt. Diese umfassen verschiedene mechanische Tests, Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC), Röntgendiffraktion (XRD), mikromagnetische Charakterisierung sowie elektrochemische Analysen. Aus diesen Charakterisierungen erhaltene Deskriptoren sind aussagekräftig für verschiedene Werkstoffeigenschaften [22] und umgekehrt. Solche Korrelationen sind beispielhaft in Bild 3 für die Werkstoffeigenschaft makroskopische Härte abgebildet. Der naheliegendste Deskriptor für diesen Fall ist eine Mikrohärtigkeit, die mit Nanoindentierung gemessen wird. Alternativ kann auch das Vorhandensein und die Menge spezifischer Phasen [23, 24] sowie die Form einer Mikroprobe nach einem Kugelstrahl-Test aussagekräftig sein. Zudem ist es möglich, dass eine Kombination von Deskriptoren für eine zuverlässige Prognose einer Eigenschaft erforderlich ist. In diesem Beispiel ist die Mikrohärtigkeit ein geeigneter Deskriptor für die Härte. Um Härte mit Festigkeit in Verbindung zu bringen [25], ist es erforderlich zu wissen, ob das Material duktil oder spröde ist – dies kann durch einen Kugelstrahl-Test ermittelt werden. Schließlich kann eine Röntgendiffraktion Informationen über die Kristallphasen nach der Wärmebehandlung liefern.

Es wird eine zyklische Nanoindentierung durchgeführt, um eine Kurzzeit-Charakterisierung für die Werkstoffeigenschaften der Ermüdung zu liefern [26]. Da die Nanoindentierung eine zeitaufwendige Vorbereitung der Proben erfordert (Halbierung und Schleifen), ersetzen wir die einfache und die zyklische Nanoinden-

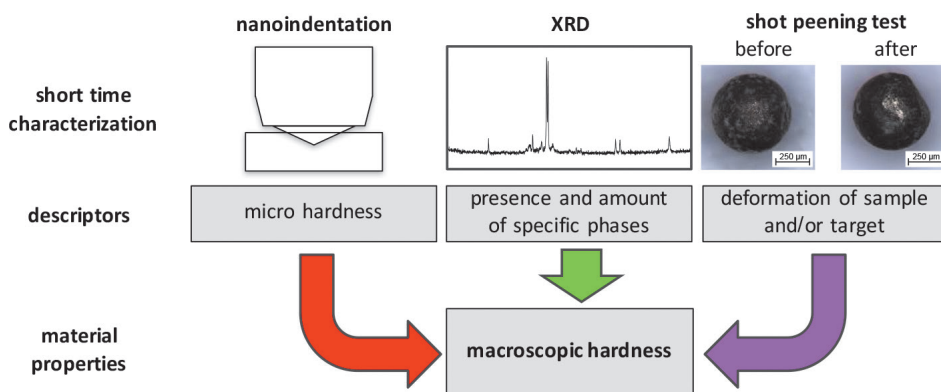


Fig. 3. Possible descriptors for the material property hardness, the combination of different descriptors provides a reliable prediction

Bild 3. Mögliche Deskriptoren für die Werkstoffeigenschaft "Härte", die Kombination verschiedener Deskriptoren erlaubt eine zuverlässige Prädiktion

ure 4). Shot peening of micro samples provides descriptors for highly dynamic deformation properties. Highly dynamic hardness measurements can also be achieved with spherical indentation driven by a laser shock process instead of conventional nanoindentation [27]. Machining processes such as turning or milling depend also on properties such as hardness, strength and elastic limit [28]. Hence, micro machining [29] of microscopic samples provides descriptors such as cutting forces.

X-ray diffraction (XRD) and differential scanning calorimetry (DSC) are further developed towards shorter characterization times while still being descriptive for the presence and thermal stability of specific crystalline phases, respectively. Micromagnetic characterization has proven to be predictive for a variety of mechanical properties such as strength and toughness [30]. An eddy current and Barkhausen noise microscope will be used for automated analysis. Electrochemical analysis is a common technique for quantitative analysis of corrosion resistance. However, corrosion itself depends on many microstructural features such as grain size or the presence of specific phases [31]. Microscopic samples will be analyzed in a continuous micro reactor by electrochemical impedance spectroscopy and electrochemical noise analysis. It was previously shown that high throughput electrochemical analysis is feasible [32].

Most short time characterization techniques can also be performed on macroscopic samples. Furthermore, conventional measurements such as Vickers hardness, tensile test, fatigue testing, compression test, impact test, salt spray test as well as macro machining provide data for the definition of the predictor function.

The performance profile is a set of required material properties for a specific utilization of the material. The predictor function maps measured descriptors to each of these material properties. As shown in Figure 3, it is possible that a combination of different descriptors provides a better mapping than a single descriptor. Figure 5 shows grouped descriptors and three known or projected correlations for each material property. This approach allows to compare descriptors from short time characterizations to the performance profile on the macro scale.

Die Röntgendiffraktion (XRD) und Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) wurden in Richtung kürzerer Charakterisierungszeiten weiterentwickelt, sind jedoch nach wie vor aussagekräftig bezüglich des Vorhandenseins bzw. der thermischen Stabilität spezifischer Kristallphasen. Die mikromagnetische Charakterisierung hat sich als aussagekräftig für eine Reihe von mechanischen Eigenschaften wie etwa Stärke und Zähigkeit erwiesen [30]. Für die automatisierte Analyse wird ein Barkhausenrausch- und Wirbelstrommikroskop eingesetzt. Die elektromagnetische Analyse ist eine verbreitete Technik für die quantitative Analyse der Korrosionsbeständigkeit. Die Korrosion selbst ist jedoch von mehreren mikrostrukturellen Eigenschaften wie der Korngröße oder dem Vorhandensein spezifischer Phasen abhängig [31]. Mikroproben werden in einem kontinuierlichen Mikroreaktor durch elektrochemische Impedanzspektroskopie und elektrochemische Rauschanalyse analysiert. Es wurde bereits gezeigt, dass die elektrochemische Analyse mit hohem Durchsatz durchführbar ist [32].

Meistens können Kurzzeit-Charakterisierungstechniken auch an Makroproben durchgeführt werden. Zudem liefern konventionelle Messungen wie Vickers-Härteprüfung, Zugversuch, Ermüdungsversuch, Druckversuch, Schlagversuch, Salzsprühnebelprüfung sowie Makrobearbeitung die gewünschten Daten für die Festlegung der Prädiktorfunktion.

Das Anforderungsprofil ist eine Reihe erforderlicher Werkstoffeigenschaften für eine bestimmte Anwendung des Materials. Die Prädiktorfunktion bringt gemessene Deskriptoren mit jeder dieser Werkstoffeigenschaften in Verbindung. Wie in Bild 3 zu sehen ist, ist es möglich, dass eine Kombination verschiedener Deskriptoren eine bessere Zuordnung liefert als ein einzelner Deskriptor. Bild 5 zeigt gruppierte Deskriptoren und drei bekannte oder prognostizierte Korrelationen für jede Werkstoffeigenschaft. Dieser Ansatz ermöglicht es, Deskriptoren von Kurzzeitcharakterisierungen mit dem Anforderungsprofil auf der Makro-Ebene zu vergleichen.

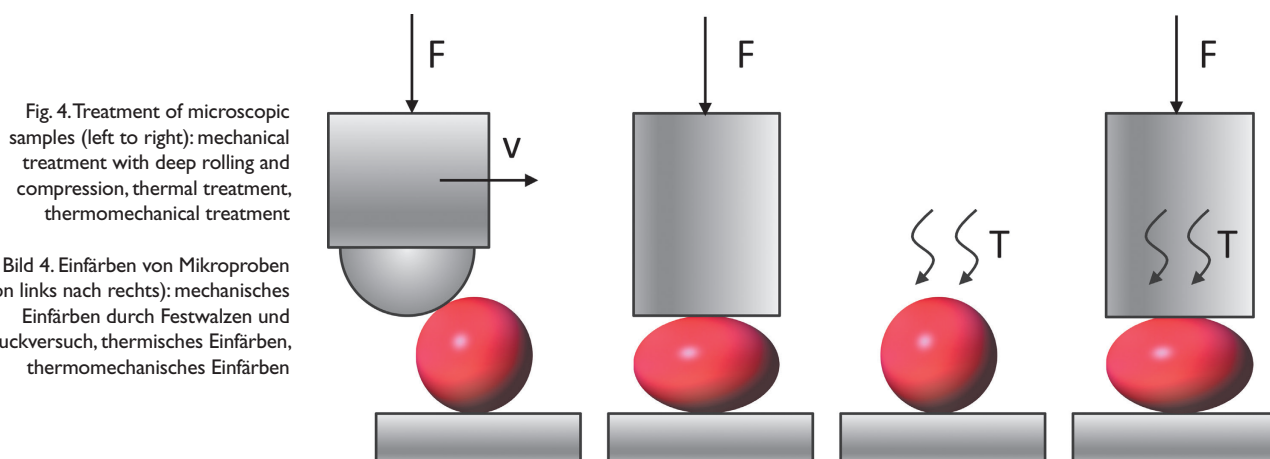


Fig. 4. Treatment of microscopic samples (left to right): mechanical treatment with deep rolling and compression, thermal treatment, thermomechanical treatment

Bild 4. Einfärben von Mikroproben (von links nach rechts): mechanisches Einfärben durch Festwalzen und Druckversuch, thermisches Einfärben, thermomechanisches Einfärben

Short time characterisations for the determination of descriptors (selection)

- shot peening
- dilatometry
- micro compression
- cyclic micro compression
- deep rolling
- laser hardness
- micromagnetic analysis
- micro machining
- nano indentation
- XRD

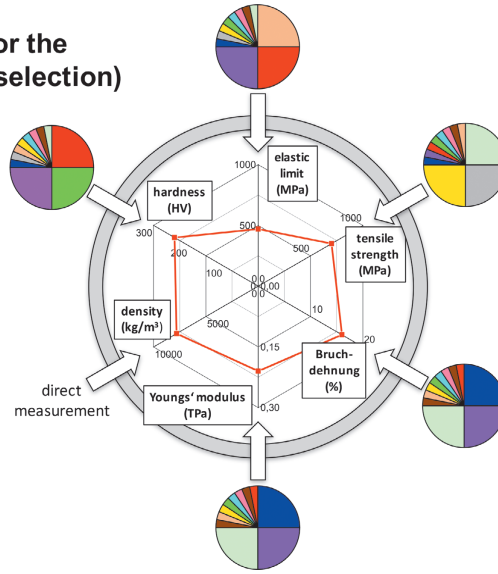


Fig. 5. Selection of short time characterizations and their mapping to material properties. For each material property, three known or projected correlations are highlighted. The set of material properties forms the performance profile

Bild 5. Auswahl von Kurzzeitcharakterisierungen und deren Abbildung auf Werkstoffeigenschaften. Für jede Werkstoffeigenschaft sind drei bekannte oder angenommene Korrelationen hervorgehoben. Die Kombination geforderter Werkstoffeigenschaften bildet das Anforderungsprofil

5 Predictor function

The predictor function maps combinations of descriptors from short-time characterizations to material properties (Figure 5). Since this bridges also microscopic and macroscopic scales, accounting for scaling effects is crucial. Microscopic and macroscopic samples require a comparable microstructure. The variation of microscopic sample size allows to determine the minimal size if microscopic samples which is still quantitatively predictive for the macro scale. The predictor function can then be defined of combinations of weighted descriptors on the microscopic scale and material properties at the macro scale. It has been shown that multi objective optimization and machine learning are suitable methods [33] for the optimization of a predictor function (Figure 6).

At the same time these techniques will also generate novel links between specific material properties. Such patterns have already been found in other scientific disciplines [20], but are not yet available for structural materials due to the limited amount of experimental data with comparable processing routes.

5 Prädiktorfunktion

Die Prädiktorfunktion verbindet Deskriptor-Kombinationen aus Kurzzeit-Charakterisierungen mit Werkstoffeigenschaften (Bild 5). Da dies auch die Brücke zwischen der mikroskopischen und der makroskopischen Ebene schlägt, ist die Berücksichtigung der Skalierungseffekte entscheidend. Mikroproben und Makroproben benötigen eine vergleichbare Mikrostruktur. Die Variation der Mikroproben-Größe ermöglicht es, die Mindestgröße von Mikroproben festzulegen, welche für die Makro-Ebene nach wie vor eine quantitative Prognose liefert. Die Prädiktorfunktion kann dann aus Kombinationen gewichteter Deskriptoren auf Mikro-Ebene sowie aus Werkstoffeigenschaften auf Makro-Ebene festgelegt werden. Es wurde gezeigt, dass Mehrzieloptimierung und Maschinelles Lernen geeignete Methoden [33] für die Optimierung einer Prädiktorfunktion sind (Bild 6).

Gleichzeitig schaffen diese Techniken auch neue Verbindungen zwischen bestimmten Werkstoffeigenschaften. Solche Muster wurden bereits in anderen wissenschaftlichen Disziplinen gefunden [20], sind jedoch aufgrund der begrenzten Menge an Experimentdaten mit vergleichbaren Prozessketten für Konstruktionswerkstoffe noch nicht verfügbar.

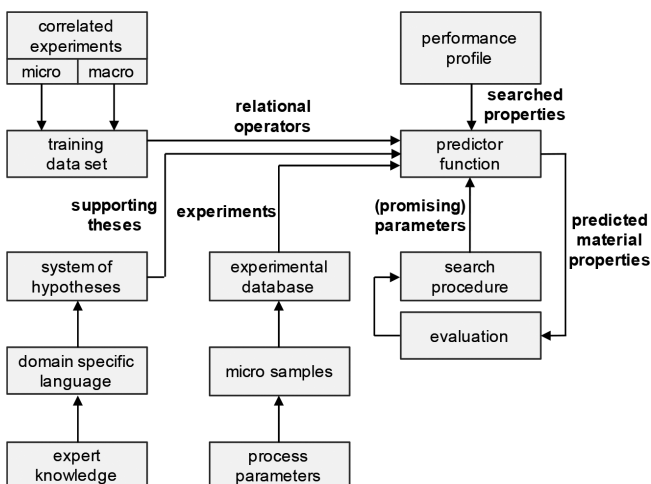


Fig. 6. Computational framework for the definition of the predictor function and search procedures, figure adapted from [34]

Bild 6. Ablauf der Definition der Prädiktorfunktion und der Suchalgorithmen, nach [34]

A domain-specific language allows for user interactions with a database which contains the synthesis and treatment parameters of micro and macro samples as well as their descriptors and material properties. For instance, hypotheses about links between descriptors, material properties and processing conditions can be formulated using this language. The algorithm will then either agree or falsify with a specific counter example. Furthermore, a large set of (also possibly unintuitive) hypotheses formulated with an automated hypothesis generator is evaluated. Results are used to improve the predictor function.

The established database will be made available to other researchers as a base for their own research such as model development or alternative data processing routines to find more links between processing, descriptors and material properties.

6 Experiment planning

The planning for efficient high throughput requires smart search algorithms for the selection of the next evolution steps [34] as well as the efficient scheduling of experiments [35] in a way that all synthesis and heat treatment processes as well as short-time-characterizations can operate close to full capacity [36]. This also requires an ad-hoc re-routing of single samples (Fig. 1) which allows samples to be sent to another treatment or characterization loop if this is promising for achieving the performance profile. Samples can also be taken out of the cycle any time based on the results of previous short-time-characterizations. Such scenarios are a challenge for today's planning and logistics algorithms.

The search for process parameters is a multi-objective assessment which evaluates the predictor function to find a set of synthesis and processing parameters to produce a microscopic sample which fulfills the performance profile.

7 Sample handling

High throughput also requires a fast and reproducible handling of samples [37]. The handling system must not thermally, mechanically or chemically change the samples. The different short-time characterization methods either require single samples (i. e. DSC or electrochemistry), bisected samples (i. e. nanoindentation, XRD), or fixed samples (i. e. compression test). When fixing multiple samples on a tray, an exact spatial placement is required. Finally, it is necessary to separate a previously fixed sample in order to subject it to the next treatment or characterization.

Vacuum gripping is well-suited technique for these tasks. From a batch of spherical samples, single samples can be picked and precisely placed or glued on a substrate. The type of glue depends on the characterization technique; while for compression tests, standard polymer materials are available [37], heat treatment of steels requires high temperature stability of the fixation.

Eine domänenspezifische Sprache ermöglicht die Benutzer-Interaktionen mit einer Datenbank, welche die Synthese- und Behandlungsparameter von Mikro- und Makroproben sowie deren Deskriptoren und Werkstoffeigenschaften enthält. Hypothesen über Verbindungen zwischen Deskriptoren, Werkstoffeigenschaften und Verarbeitungsbedingungen können mithilfe dieser Sprache formuliert werden. Der Algorithmus stimmt dann zu oder falsifiziert mit einem spezifischen Gegenbeispiel. Zudem wird eine große Reihe an (auch möglicherweise nicht intuitiven) Hypothesen, die mit einem automatisierten Hypothesen-Generator formuliert wurden, evaluiert. Die Ergebnisse werden dazu genutzt, die Prädiktorfunktion zu verbessern.

Die erstellte Datenbank wird anderen Forschern als Basis für deren eigene Forschung zugänglich gemacht. Dazu zählen etwa Modellentwicklung oder alternative Datenverarbeitungsverfahren, um weitere Verbindungen zwischen Verarbeitung, Deskriptoren und Werkstoffeigenschaften zu finden.

6 Versuchsplanung

Die Planung für effizienten Hochdurchsatz erfordert intelligente Such-Algorithmen für die Auswahl der nächsten Evolutionsstufen [34] sowie die effiziente Planung von Experimenten [35], sodass alle Synthese- und Wärmebehandlungsprozesse sowie Kurzzeitcharakterisierungen bei Auslastung der Kapazitäten durchgeführt werden können [36]. Dies erfordert auch eine Ad-hoc-Umleitung von Einzelproben (Bild 1), welche es ermöglicht, dass Proben zu einer anderen Behandlungs- oder Charakterisierungsschleife geschickt werden, wenn dies voraussichtlich dabei hilft, das Anforderungsprofil zu erfüllen. Proben können auch jederzeit aus dem Kreislauf genommen werden. Dies erfolgt auf Grundlage der Ergebnisse vorheriger Kurzzeitcharakterisierungen. Solche Szenarien sind eine Herausforderung für die aktuellen Planungs- und Logistikalgorithmen.

Die Suche nach Prozessparametern ist eine Bewertung mit mehreren Zielen, welche die Prädiktorfunktion evaluiert, um eine Reihe von Synthese- und Verarbeitungsparametern zu finden, um eine Mikroprobe zu erzeugen, die das Anforderungsprofil erfüllt.

7 Probenhandhabung

Hochdurchsatz erfordert auch eine schnelle und reproduzierbare Probenhandhabung [37]. Das Handhabungssystem darf die Proben weder thermisch, noch mechanisch oder chemisch verändern. Die verschiedenen kurzfristigen Charakterisierungsmethoden erfordern entweder einzelne Proben (DSC oder Elektrochemie), halbierte Proben (Nanoindentierung, XRD) oder feste Proben (Druckversuch). Bei der Fixierung mehrerer Proben auf einem Träger ist eine exakte räumliche Platzierung notwendig. Schließlich ist es erforderlich, eine zuvor fixierte Probe wieder abzutrennen, um sie der nächsten Behandlung oder Charakterisierung zu unterziehen.

Das Vakuumgreifen ist eine gut geeignete Technik für diese Aufgaben. Aus einer Reihe kugelförmiger Proben können einzelne Proben ausgewählt und präzise platziert oder auf einen Träger geklebt werden. Die Art von Klebstoff hängt von der Charakterisierungstechnik ab: Während für Druckversuche Standard-Polymermaterialien verfügbar sind [37], erfordert die Wärmebehandlung von Stählen eine hohe Temperaturbeständigkeit der Fixierung.

Sample handling includes also the tracking of sample histories in the form of processing and characterization parameters as well as ambient conditions (i. e. ambient temperature, time) of transport between the experiments.

8 Summary

„Farbige Zustände“ is an experimental high throughput method for the exploration of structural materials which follows a descriptor-predictor approach. In comparison to functional materials, larger sample volumes are necessary for structural materials since they need to represent all characteristic microstructural features. Only then a mechanical, thermal or thermomechanical treatment can result in microstructural states which are comparable to the macroscopic scale. High-throughput requires short-time characterizations on the microscopic scale (descriptors) that are predictive for conventional mechanical tests on the macroscopic scale (material properties).

Current literature provides many implications that many local and short-time characterizations are predictive for conventional, large-volume methods such as the tensile test. The choice and development of short time characterizations and obtained descriptors is one of the main aspects of this novel approach. Computational algorithms such as machine learning allow to quantify which descriptors are predictive for a specific material property. Besides, these methods are also available for local evaluation of material properties. For this purpose, non-destructive characterizations such as XRD or micro magnetic testing might be of special interest.

The method „Farbige Zustände“ is expected to reveal new process windows and material property combinations for structural materials. High-throughput screening of synthesis and treatment routes is a paradigm shift towards a resource efficient experimental material exploration. This allows to efficiently screen-processing conditions where no prediction is possible as yet.

Acknowledgement

Financial support of subproject U01 'Generation of spherical microscopic samples with single droplet solidification' of the Collaborative Research Center SFB 1232 „Farbige Zustände“ by the German Research Foundation (DFG) is gratefully acknowledged.

Die Probenhandhabung umfasst auch die Nachverfolgung der Probenhistorien in Form von Parametern für die Verarbeitung und Charakterisierung sowie von Umgebungsbedingungen (d. h. Umgebungstemperatur, Zeit) beim Transport zwischen den Experimenten.

8 Zusammenfassung

„Farbige Zustände“ ist eine experimentelle Hochdurchsatz-Methode für die Untersuchung von Konstruktionswerkstoffen, welche einem Deskriptor-Prädiktor-Ansatz folgt. Im Vergleich zu Funktionswerkstoffen sind für Konstruktionswerkstoffe größere Proben-Volumina erforderlich, da sie alle charakteristischen mikrostrukturellen Eigenschaften repräsentieren müssen. Nur dann kann eine mechanische, thermische oder thermomechanische Behandlung zu mikrostrukturellen Zuständen führen, die mit dem makroskopischen Bereich vergleichbar sind. Hochdurchsatz erfordert kurzfristige Charakterisierungen auf makroskopischer Ebene (Deskriptoren), welche Vorhersagen für konventionelle mechanische Tests im makroskopischen Bereich liefern (Werkstoffeigenschaften).

Die aktuelle Literatur zeigt viele Implikationen, dass zahlreiche lokale und Kurzzeit-Charakterisierungen Prognosen für konventionelle Methoden mit großen Volumina, wie z. B. den Zugversuch liefern. Die Auswahl und Entwicklung kurzfristiger Charakterisierungen und erhaltener Deskriptoren bilden einen der wichtigsten Aspekte dieses neuartigen Ansatzes. Computergestützte Algorithmen wie etwa Maschinelles Lernen ermöglichen es, zu quantifizieren, welche Deskriptoren für eine bestimmte Werkstoffeigenschaft Prognosen liefern. Zudem sind diese Methoden auch für die lokale Bewertung von Werkstoffeigenschaften verfügbar. Zu diesem Zweck könnten zerstörungsfreie Charakterisierungen wie XRD oder mikromagnetische Tests besonders interessant sein.

Die Methode „Farbige Zustände“ soll neue Prozessfenster und Kombinationen von Werkstoffeigenschaften für Konstruktionswerkstoffe zeigen. Das Hochdurchsatz-Screening von Prozessrouten der Synthese und der Behandlung stellt einen Paradigmenwechsel in Richtung einer ressourcenschonenden experimentellen Materialuntersuchung dar. Dies ermöglicht effiziente Screen-Verarbeitungsbedingungen, wo bislang noch keine Prognose möglich ist.

Danksagung

Die Autoren danken der Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Finanzierung der Forschungsarbeiten im Rahmen des Teilprojektes U01 „Erzeugung sphärischer Mikroproben durch Zertropfen“ des Sonderforschungsbereiches 1232 „Farbige Zustände“.

References

- Crane, F. A. A.; Charles, J. A.; Furness, J.: Selection and use of engineering materials. Butterworth-Heinemann, Oxford, UK, 1997
- Thehning, K.-E.: Steel and its heat treatment. Butterworth-Heinemann, Oxford, UK, 2013
- Hoddeson, L.; Braun, E.; Teichmann, J.; Weart, S.: Out of the crystal maze: chapters from the history of solid state physics. Oxford University Press, Oxford, UK, 1992
- Cobb, H. M.: The history of stainless steel. ASM Int., Materials Park, Ohio, USA, 2010
- Hornbogen, E.: Hundred years of precipitation hardening. *J. Light Metals 1* (2001), pp. 127–132, DOI:10.1016/s1471-5317(01)00006-2
- García, J. M.; Jones, G. O.; Virwani, K.; McCloskey, B. D.; Boday, D. J.; ter Huurne, G. M.; Horn, H. W.; Coady, D. J.; Bintealeb, A. M.; Alabdulrahman, A. M.: Recyclable, strong thermosets and organogels via paraformaldehyde condensation with diamines. *Science 344* (2014), pp. 732–735, DOI:10.1126/science.1251484
- Zhu, H.; Hautier, G.; Aydemir, U.; Gibbs, Z. M.; Li, G.; Bajaj, S.; Pöhls, J.-H.; Broberg, D.; Chen, W.; Jain, A.: Correction: Computational and experimental investigation of TmAgTe 2 and XYZ 2 compounds, a new group of thermoelectric materials identified by first-principles high-throughput screening. *J. Mater. Chem. C 4* (2016), pp. 4331–4331, DOI:10.1039/c6tc90077a
- Urban, A.; Seo, D.-H.; Ceder, G.: Computational understanding of Li-ion batteries. *Npj Comp. Mater. 2* (2016) 16002, DOI:10.1038/npjcompumats.2016.2
- Jain, A.; Hautier, G.; Moore, C. J.; Ong, S. P.; Fischer, C. C.; Mueller, T.; Persson, K. A.; Ceder, G.: A high-throughput infrastructure for density functional theory calculations. *Comp. Mater. Sci. 50* (2011), pp. 2295–2310, DOI:10.1016/j.commatsci.2011.02.023
- Cui, J.; Chu, Y. S.; Famodu, O. O.; Furuya, Y.; Hatrick-Simpers, J.; James, R. D.; Ludwig, A.; Thienhaus, S.; Wuttig, M.; Zhang, Z.: Combinatorial search of thermoelastic shape-memory alloys with extremely small hysteresis width. *Nature mater. 5* (2006), pp. 286–290, DOI:10.1038/nmat1593
- Ding, S.; Liu, Y.; Li, Y.; Liu, Z.; Sohn, S.; Walker, F. J.; Schroers, J.: Combinatorial development of bulk metallic glasses. *Nature mater. 13* (2014), pp. 494–500, DOI:10.1038/nmat3939
- Otani, M.; Itaka, K.; Wong-Ng, W.; Schenck, P.; Koinuma, H.: Development of a high-throughput thermoelectric screening tool for combinatorial thin film libraries. *Appl. Surf. Sci. 254* (2007), pp. 765–767, DOI:10.1016/j.apsusc.2007.05.091
- Zhao, J.-C.: The diffusion-multiple approach to designing alloys. *Annu. Rev. Mater. Res. 35* (2005), pp. 51–73, DOI:10.1146/annurev.matsci.35.100303.111314
- Zhao, J.-C.: Combinatorial approaches as effective tools in the study of phase diagrams and composition–structure–property relationships. *Progr. Mater. Sci. 51* (2006), pp. 557–631, DOI:10.1016/j.pmatsci.2005.10.001
- Zhao, J.-C.; Zheng, X.; Cahill, D. G.: High-throughput measurements of materials properties. *JOM 63* (2011), pp. 40–44, DOI:10.1007/s11837-011-0044-z
- Springer, H.; Raabe, D.: Rapid alloy prototyping: Compositional and thermo-mechanical high throughput bulk combinatorial design of structural materials based on the example of 30Mn–1.2 C–xAl triplex steels. *Acta Mat. 60* (2012), pp. 4950–4959, DOI:10.1016/j.actamat.2012.05.017
- Ciftci, N.; Ellendt, N.; von Barga, R.; Henein, H.; Mädler, L.; Uhlenwinkel, V.: Atomization and characterization of a glass forming alloy $\{(Fe_{0.6}Co_{0.4})_{0.75}B_{0.2}Si_{0.05}\}_{96}Nb_4$. *J. Non-Cryst. Solids 394* (2014), pp. 36–42, DOI:10.1016/j.jnoncrysol.2014.03.023
- Ellendt, N.; Ciftci, N.; Goodreau, C.; Uhlenwinkel, V.; Mädler, L.: Solidification of single droplets under combined cooling conditions. *IOP Conf. Ser.: Mat. Sci. Eng. 117* (2016), 012057, DOI:10.1088/1757-899X/117/1/012057
- Cheng, S.; Chandra, S.: A pneumatic droplet-on-demand generator. *Experiments in Fluids 34* (2003), pp. 755–762, DOI:10.1007/s00348-003-0629-6
- Xia, T.; Malasarn, D.; Lin, S.; Ji, Z.; Zhang, H.; Miller, R. J.; Keller, A. A.; Nisbet, R. M.; Harthorn, B. H.; Godwin, H. A.; Lenihan, H. S.; Liu, R.; Gardea-Torresdey, J.; Cohen, Y.; Mädler, L.; Holden, P. A.; Zink, J. I.; Nel, A. E.: Implementation of a multidisciplinary approach to solve complex nano EHS problems by the UC Center for the Environmental Implications of Nanotechnology. *Small 9* (2013), pp. 1428–1443, DOI:10.1002/sml.201201700
- Ellendt, N.; Uhlenwinkel, V.; Mädler, L.: High yield spray forming of small diameter tubes using pressure-gas-atomization. *Mat.-Wiss. u. Werkstofftech. 45* (2014), pp. 699–707, DOI:10.1002/mawe.201400306
- Pintaude, G.; di V. Cuppari, M. G.; Schön, C. G.; Sinatora, A.; Souza, R. M.: A review on the reverse analysis for the extraction of mechanical properties using instrumented Vickers indentation. *Z. f. Metallkd. 96* (2005), pp. 1252–1255, DOI:10.3139/146.101170
- Epp, J.; Surm, H.; Hirsch, T.; Hoffmann, F.: Residual stress relaxation during heating of bearing rings produced in two different manufacturing chains. *J. Mater. Process. Technol. 211* (2011), pp. 637–643, DOI:10.1016/j.jmatprotec.2010.11.022
- Vashista, M.; Yusufzai, M. Z. K.: Correlation between full width at half maximum (FWHM) of XRD peak with mechanical properties. *IJMA 1* (2015), pp. 15–23
- Zhang, P.; Li, S. X.; Zhang, Z. F.: General relationship between strength and hardness. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstruct. Process. 529* (2011), pp. 62–73, DOI:10.1016/j.msea.2011.08.061
- Kramer, H. S.; Starke, P.; Klein, M.; Eifler, D.: Cyclic hardness test PHYBAL_{CHT} – Short-time procedure to evaluate fatigue properties of metallic materials. *Int. J. Fatigue 63* (2014), pp. 78–84, DOI:10.1016/j.ijfatigue.2014.01.009
- Vollertsen, F.; Niehoff, H. S.; Wielage, H.: On the acting pressure in laser deep drawing. *Prod. Eng. 3* (2009), pp. 1–8, DOI:10.1007/s11740-008-0135-z
- Arrazola, P. J.; Özel, T.; Umbrello, D.; Davies, M.; Jawahir, I. S.: Recent advances in modelling of metal machining processes. *CIRP Ann. 62* (2013), pp. 695–718, DOI:10.1016/j.cirp.2013.05.006
- Brinksmeier, E.; Riemer, O.; Stern, R.: Machining of precision parts and microstructures. In: Initiatives of Precision Engineering at the Beginning of a Millennium, Inasaki, I. (eds), 2002, pp. 3–11, DOI:10.1007/0-306-47000-4_1
- Dobmann, G.; Kröning, M.; Theiner, W.; Willems, H.; Fiedler, U.: Nondestructive characterization of materials (ultrasonic and micromagnetic techniques) for strength and toughness prediction and the detection of early creep damage. *Nucl. Eng. Design 157* (1995), pp. 137–158, DOI:10.1016/0029-5493(95)00992-L
- Punct, C.; Bölscher, M.; Rotermund, H. H.; Mikhailov, A. S.; Organ, L.; Budiansky, N.; Scully, J. R.; Hudson, J. L.: Sudden onset of pitting corrosion on stainless steel as a critical phenomenon. *Science 305* (2004), pp. 1133–1136, DOI:10.1126/science.1101358
- Munkstell, S.; Nyholm, L.; Björefors, F.: Towards high throughput corrosion screening using arrays of bipolar electrodes. *J. Electroanal. Chem. 747* (2015), pp. 77–82, DOI:10.1016/j.jelechem.2015.04.008
- Ong, S. P.; Richards, W. D.; Jain, A.; Hautier, G.; Kocher, M.; Cholia, S.; Gunter, D.; Chevrier, V. L.; Persson, K. A.; Ceder, G.: Python Materials Genomics (pymatgen): A robust, open-source python library for materials analysis. *Comp. Mater. Sci. 68* (2013), pp. 314–319, DOI:10.1016/j.commatsci.2012.10.028
- Drechsler, R.; Eggersglüß, S.; Ellendt, N.; Huhn, S.; Mädler, L.: Exploring superior structural materials using multi-objective optimization and formal techniques. *Proc. 6th IEEE Int. Symp. on Embedded Computing & System Design (ISED)*, 15–17.12.16, Patna, India, IEEE (eds.), 2016, DOI:10.1109/ISED.2016.7977046
- Kusne, A. G.; Gao, T.; Mehta, A.; Ke, L.; Nguyen, M. C.; Ho, K.-M.; Antropov, V.; Wang, C.-Z.; Kramer, M. J.; Long, C.; Takeuchi, I.: On-the-fly machine-learning for high-throughput experiments: search for rare-earth-free permanent magnets. *Scientific Reports 4* (2014), 6367, DOI:10.1038/srep06367
- Onken, A.-K.; Bader, A.; Tracht, K.: Logistical Control of Flexible Processes in High-throughput Systems by Order Release and Sequence Planning. *Proc. CIRP 52* (2016), pp. 245–250, DOI:10.1016/j.procir.2016.07.060
- Meiners, F.; Hogreve, S.; Tracht, K.: Boundary Conditions in Handling of Microspheres Induced by Shape Deviation Constraints. *Proc. 2nd Congr. Montage Handhabung Industrieroboter*, Berlin, T. Schüppestuhl, J. Franke, K. Tracht (eds.), Springer, Heidelberg, 2017, pp. 125–133

Bibliography

DOI:10.3139/105.110345

HTM J. Heat Treatm. Mat.

73 (2018) 1; page 3–12

© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG

ISSN 1867-2493