



Lasereinstitut
Hochschule Mittweida

Wissenschaftliche Berichte

SCIENTIFIC REPORTS

11. Mittweidaer Lasertagung

13./14. November 2019 an der Hochschule Mittweida

Nr. 1, 2019

11. MITTWEIDAER LASERTAGUNG NOVEMBER 13-14, 2019



Tagungsband zur 11. Mittweidaer Lasertagung an der Hochschule Mittweida

Impressum

Herausgeber:

Hochschule Mittweida
University of Applied Sciences

Der Rektor

Prof. Dr. phil. Ludwig Hilmer

Der Prorektor Forschung

Prof. Dr.-Ing. Uwe Mahn

Redaktion dieser Ausgabe:

Hochschule Mittweida
University of Applied Sciences

Tagungsleiter:

Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. Horst Exner

Postanschrift:

Hochschule Mittweida
University of Applied Sciences
Referat Forschung
Postfach 1457
D-09644 Mittweida

Erscheinungsweise:

unregelmäßig

Schutzgebühr:

50 Euro

Die Scientific Reports/Wissenschaftliche Berichte als Wissenschaftliche Zeitschrift der Hochschule Mittweida - University of Applied Sciences lösen die bisherigen Scientific Reports mit allen Volume I-III ab und erscheinen mit Nr.1, 1998 ab November 1998 in neuem Layout und in neuer Zählung.

Für den Inhalt der Beiträge sind die Autoren verantwortlich.

INHALTSVERZEICHNIS

KEYNOTE-VORTRAG

The Future of Digital Photonic Production	001
Reinhart Poprawe RWTH-Aachen University	

SESSION 1: HOCHRATE-LASERBEARBEITUNG / MAKRO

Produktivitätssteigerung beim gepulsten Laserstrahlauftragschweißen von Nickelbasis-Superlegierungen durch Entkopplung der Wärmeanteile	003
Christian Kästner, Leander Schmidt, Robert Leinhoß, Anna Behr, Klaus Schrickner, Jean Pierre Bergmann Technische Universität Ilmenau	

Potenzial des Laser-MAG-Tandem-Hybrid-Schweißens für industrielle Anwendungen	009
Herbert Staufer Fronius international, Österreich	

Strahlschweißen am Baustahl S355 – 10kW Monomode Faserlaser und 15kW Elektronenstrahl im Vergleich	013
Jan Drechsel ² , Paul Hollmann ¹ , Udo Löschner ² , Rolf Zenker ^{1,3} , Horst Biermann ¹ 1: TU Bergakademie Freiberg; 2: Laserinstitut Hochschule Mittweida; 3: Zenker Consult	

Charakterisierung des Laserstrahlschockhärtens zur Randschichtverfestigung am Beispiel einer Al-Si-Gusslegierung	017
Michael Güpner, Daniel Hörig, Robert Pätzold, Jens Bliedtner Ernst-Abbe-Hochschule Jena	

SESSION 2: MIKRO/NANOLASERBEARBEITUNG

Micro-structuring of multi-layered a-C:H/W/a-C:H coatings using ultrashort laser pulses	021
Yang Lu ¹ , Henning Hasselbruch ² , Hamza Messaoudi ¹ , Andreas Mehner ² , Christian Werner ¹ , Frank Vollertsen ^{1,3} 1: Bremer Institut für angewandte Strahltechnik GmbH; 2: IWT - Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien; 3: Universität Bremen	

Micromachining with Ultrafast Fiber Lasers	025
Tim Westphäling IPG Laser GmbH	

Potential of aberration correction with a piezoelectric deformable mirror integrated into a closed loop setup for laser material processing	027
Matthias Lautenschläger, Marco Smarra Laser Center of the University of Applied Sciences Muenster	

Herstellung von Mikrozyylinderlinsen und Mikrozyylinderlinsenarrays in dielektrischen Materialien mittels Fluorlasermikrostrukturierung	031
Sebastian Büttner, Michael Pfeifer, Steffen Weißmantel Laserinstitut Hochschule Mittweida	

Laserstrukturierung von Keramiksubstraten zur Verbesserung der elektrischen Kontaktierung	038
Michael Seiler, Klemens Reichelt, Oliver Elies, Jens Bliedtner Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Deutschland	

Quo vadis LIPSS? – Applications of Laser-Induced Periodic Surface Structures	041
Camilo Florian, Sabrina V. Kirner, Jörg Krüger, Jörn Bonse Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)	

SESSION 3: GRUNDLAGEN DER LASERMIKROBEARBEITUNG

Modellierung und zeitaufgelöste Messung des Abtrages von Goldschichten unterschiedlicher Schichtdicke durch ultrakurz gepulster Laserstrahlung	045
Markus Olbrich, Theo Pflug, Philipp Lungwitz, Alexander Horn Laserinstitut Hochschule Mittweida	

**The Understanding Of The Incubation Factor In Ultra-short Pulse Laser Ablation050
And Beam Shaping**

Marco Smarra, Matthias Lautenschläger, Jens Hildenhagen,
Laser Center of the University of Applied Sciences Muenster

**Einfluss eines Atmosphärendruckplasmas auf die Femtosekunden-Laserstrukturierung.....054
von AIMg3**

Daniel Tasche¹, Christoph Gerhard¹, Stephan Brückner¹, Stephan Wieneke¹, Thomas Gimpel^{2,3},
Günter Flachenecker³, Wolfgang Schade³, Wolfgang Viöl¹

1: HAWK Hochschule für angewandte Wissenschaft und Kunst; 2: Technische Universität Clausthal;
3: Fraunhofer Heinrich Hertz Institut, Energie Campus

**Influence of surface modifications on submicron bubble formation in the surface.....059
of soda-lime glass induced by a single ultrashort laser pulse**

Shengying Lai^{1,2}, Martin Ehrhardt², Pierre Lorenz², Bing Han¹, Klaus Zimmer²

1: Nanjing University of Science & Technology, China, 2: Leibniz Institute of Surface Engineering (IOM)

**Untersuchung der Anregungsmechanismen von PMMA mit ultrakurz gepulster062
mid-IR Laserstrahlung**

Philipp Lungwitz, Theo Pflug, Markus Olbrich, Alexander Horn
Lasereinstitut Hochschule Mittweida

Nano-3D-Profilometrie auf Basis dispersionskodierter Kurzkohärenzinterferometrie066

Christopher Taudt^{1,2,3}, Tobias Baselt^{1,2,3}, Bryan Nelsen^{1,2}, Edmund Koch³, Peter Hartmann^{1,2}

1: Westsächsische Hochschule Zwickau; 2: Fraunhofer IWS / AZOM; 3: Technische Universität Dresden

KEYNOTE-VORTRAG

**New challenges for direct laser interference patterning surface functionalization070
at high throughput**

Andrés Fabián Lasagni^{1,2}, Bogdan Voisiat¹, Sabri Alamri², Christoph Zwahr^{1,2}, Valentin Lang^{1,2}, Tim Kunze²

1: Institute for Manufacturing Technology, Technische Universität Dresden
2: Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS

SESSION 4: HOCHRATE-LASERBEARBEITUNG / MIKRO

Lasergeschweißte Elektroden für kristalline Siliziumsolarzellen074

Jan Nekarda, Oliver John, Jan Paschen, Andreas Brand
Fraunhofer Institut für Solare Energie Systems ISE

**Strahlformung und zeitliche Parameteranpassung für die Ultrakurzpulsbearbeitung078
transparenter Materialien**

Malte Kumkar¹, Michael Jenne^{1,2}, Daniel Grossmann¹, Daniel Flamm¹, Jonas Kleiner¹, Felix Zimmermann¹,
Myriam Kaiser¹, Marcel Schäfer¹, Stefan Nolte²

1: TRUMPF Laser- und Systemtechnik GmbH;
2: Institut für Angewandte Physik, Friedrich-Schiller-Universität Jena;

Hochgeschwindigkeits UV-Femtosekundenbearbeitung082

Benjamin Schöps, Clemens Hönninger, Martin Delaigue, Eric Audouard, Eric Mottay
Amplitude Laser, Frankreich

Strahlformung und -teilung an Hochleistungs-Ultrakurzpuls-Lasern.....084

Martin Kahle, Dirk Nodop, Jan Rücker

ifw Jena - Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH

**New Features Enable Advanced Ultra Short Pulse Micro Processing088
Within Large Field Of View**

Holger Schlüter, Susanne Abl, John Flemmer
SCANLAB GmbH

Herstellung strömungsoptimierter Oberflächentopografien mittels Hochrate-Laserverfahren.....091

Udo Löschner¹, Stefan Mauersberger¹, Alexander Bock¹, Kristian Kujawa¹, Konrad Hartung²,
Christoph Million², Karsten Oehlert², Jörg Schille¹,

1: Lasereinstitut Hochschule Mittweida; 2: Arbeitsgruppe für Fluidenergiemaschinen, Jade Hochschule Wilhelmshaven

SESSION 5: PROZESSMONITORING

Sicherstellen von reproduzierbaren Laserstrahlparametern im Selective Laser Manufacturing (SLM)	098
Sven Schipper Ophir Spiricon Europe GmbH	
Transient Investigations of Spatter Behavior during Laser Beam Melting	101
Andreas Wimmer, Adrian Schuler, Michael F. Zäh Technical University of Munich, TUM Department of Mechanical Engineering, Institute for Machine Tools and Industrial Management	
Laserstrahlvermessung für hohe Leistungsdichten	105
Stephan Holesch, Stefan Wolf, Otto Märten, Reinhard Kramer PRIMES GmbH	
Sekundäremissionen bei der Ultrakurzpulslaserbearbeitung	107
Roswitha Giedl-Wagner, Michael Prasser, Markus Brand GFH GmbH	

SESSION 6: LASERANWENDUNG IN DER MEDIZINTECHNIK

Ultrashort pulsed laser surgery for colorectal cancer treatment	110
Rainer Beck ¹ , Thomas Maisey ² , Mike Shires ³ , David Jayne ² , Duncan Hand ¹ , Jonathan Shephard ¹ 1: Institute of Photonics and Quantum Sciences, Heriot-Watt University, United Kingdom; 2: Leeds Institute of Medical Research, University of Leeds, United Kingdom; 3: Leeds Institute of Cancer and Pathology, University of Leeds, United Kingdom	
Lasermikrobearbeitung für medizintechnische Produkte	113
Peter Leipe SITEC Industrietechnologie GmbH	
Femtosecond pulse laser structuring of plasma polymerized functional coating for biomaterial applications	115
Marie Yang, Holger Testrich, Antje Quade, Klaus-Dieter Weltmann, Katja Fricke Leibniz Institute for Plasma Science and Technology e.V.	
Mikroporen auf Implantat-Material mit ultrakurzen Pulsen im Burst Modus	118
Daniel Metzner, Peter Lickschat, Steffen Weißmantel Hochschule Mittweida	

POSTERBEITRÄGE

Pulver- und Prozessuntersuchung für die generative Fertigung von Edelstahlbauteilen mittels Mikro-SLM	125
Julian Drechsel, Martin Erler, Robby Ebert, Horst Exner Hochschule Mittweida	
Hochrate-Bohren von Mikrolöchern in Silizium mittels UKP-Laserstrahlung	130
Andreas Gruner, Lucas Naumann, Jörg Schille, Udo Löschner Hochschule Mittweida	
Entwicklung neuer applikationsspezifischer Laserfertigungsverfahren für kleine und mittlere Unternehmen	136
Jens Hildenhagen, Sven Krause Laserzentrum Fachhochschule Münster	
Charakterisierung von Keramik-Polymer-Mischungen für die individualisierte Implantatherstellung mittels Stereolithografie	138
Andreas Hopf, Michel Layher, Denis Just, Jens Bliedtner Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Deutschland	
Zeitaufgelöste Visualisierung von Ultrakurzpuls-Laserprozessen mit schneller Strahlableitung	142
Sebastian Kraft, Jörg Schille, Stefan Mauersberger, Lutz Schneider, Udo Löschner Laserinstitut Hochschule Mittweida	

Laser safety training needs analysis in VET	146
Lyubomir Lazov, Erika Teirumnieka, Edmunds Teirumnieks, Antons Pacejs, Mihails Kijasko Faculty of Engineering, Rezekne Academy of Technologies	
Ablation von Metallen und Silizium mit ultrakurzen Laserpulsen:	151
Einfluss der Pulsdauer und der Wellenlänge	
Peter Lickschat, Jörg Schille, Steffen Weißmantel Hochschule Mittweida	
Untersuchung von laserpulsablatierten Tantal als Haftvermittler für den Einsatz	155
von superharten Kohlenstoffschichten auf biomedizinischem Implantatmaterial	
Johannes Maus ¹ , Simon Rupp ¹ , Patrick Matthes ² , Hagen Grüttner ¹ , René Bertram ¹ , Steffen Weißmantel ¹ 1: Laserinstitut Hochschule Mittweida; 2: Fraunhofer-Institut für Elektronische Nanosysteme ENAS	
Modifizierte Aluminium-Oxidschichten	161
Jeannette Grüning, Uwe Gieland, Peter Scheffler, Andreas Sedner, Silke Mücklich Westfälische Hochschule Zwickau	
Simulation der optischen Antwort aufgrund von Höhenänderungen von angeregten	164
Goldschichten nach Bestrahlung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung	
Markus Olbrich, Theo Pflug, Philipp Lungwitz, Alexander Horn Laserinstitut Hochschule Mittweida	
Comparison between film and rear side ablation of thin nickel chromium	170
alloy films on transparent substrate using femtosecond laser radiation	
Linda Pabst, Robby Ebert, Horst Exner Laserinstitut Hochschule Mittweida	
Dynamik des komplexen Brechungsindex von Gold nach Anregung mit	177
ultrakurz gepulster Laserstrahlung	
Theo Pflug, Markus Olbrich, Alexander Horn Laserinstitut Hochschule Mittweida	
Hochtemperatur- Laserstrahlsintern von Glaspulverwerkstoffen	181
Anne-Marie Schwager ¹ , Jan Dellith ² , Armin Bruder ¹ , Hardy Baier ¹ , Patricia Lasch ¹ , Andrea Barz ¹ , Jens Bliedtner ¹ , Volker Reichel ¹ , Edda Rädlein ³ 1: Ernst-Abbe-Hochschule Jena; 2: Leibniz-Institut für Photonische Technologien; 3: Technische Universität Ilmenau	
Frei formbare Ausgangsimpulsmuster im GHz-Bereich bei Durchschnittsleistungen >1kW	185
Fabian Stutzki ¹ , Christian Gaida ¹ , Florian Just ¹ , Arno Klenke ^{2,3} , Armin Hoffmann ¹ , Sven Breitkopf ¹ , Tino Eidam ¹ , Marco Kienel ¹ , Jens Limpert ^{1,2,3,4} 1: Active Fiber Systems GmbH; 2: Institut für Angewandte Physik, Abbe Center of Photonics, Friedrich-Schiller-Universität Jena; 3: Helmholtz-Institut Jena; 4: Fraunhofer Institut für Angewandte Optik und Feinmechanik	
Untersuchungen zur Pulsanordnung beim Lasermikrosintern	187
Frank Ullmann, Martin Erler, Robby Ebert, Horst Exner Laserinstitut Hochschule Mittweida	
Laserbasierte Herstellung von 3D Körpern aus Polylactid	191
Tina Viertel, Linda Pabst, Robby Ebert, Horst Exner Laserinstitut Hochschule Mittweida	
Laserinnenbearbeitung von Galliumarsenid	197
Sebastian Weinhold, Jana Nissel, Robby Ebert, Horst Exner Laserinstitut Hochschule Mittweida	
Die nächste Generation der Polygonscannertechnik in der Lasermaterialbearbeitung	201
Marcel Wolf, Mathias Müller, André Streek Hochschule Mittweida	
Untersuchung der Wechselwirkung von gepulster Laserstrahlung mit	205
nanoskaligem Wolframpulver	
Jens Woytkowiak, Robby Ebert, Frank Ullmann, Ole Peters, Andre Streek, Horst Exner Hochschule Mittweida	

THE FUTURE OF DIGITAL PHOTONIC PRODUCTION

Reinhart Poprawe

RWTH-Aachen University, Steinbachstraße 15, D-52074 Aachen

Present and future Laser Applications with high societal impact are summarized by “Digital Photonics”. The combination of the advancements of Information/ Internet Technologies and Data processing with the highest quality of energy available in the universe, i.e. Laser energy, opens a new level of innovation in our life. The applications reach out from *high performance cutting, polishing, joining of dissimilar materials, additive manufacturing, ultrafast ablation* to new areas like *material analysis for recycling* and *space born lasers for environmental control of greenhouse gases* and weather forecast.

1. Introduction

Digital Photonic Production, „DPP” is explained easily: From a totally free design in a computer („digital”), a product is generated on a virtual basis. Then the data are processed and translated into a machine language depending on the laser process (“photonic”), which can be any laser process, e.g. cutting, joining, additive manufacturing like LPBF [1] or LAM [2], an ablative process like ablation by ultrafast Lasers [3] up to processes like surface functionalization, ripple formation [4], heat treatment or laser polishing [5]. Then the product will be generated without further tools directly from the data by the corresponding beam and product handling system (“production”). The unique characteristic of this strategy is extreme flexibility (to first order *no dependence of the part cost on the lot size*) and extreme complexity (again to first order *no dependence of the cost on the part complexity*). With these characteristics, DPP is very well suited to be combined and integrates in Industrie 4.0 [6].

2. General Characteristics of DPP

In classical production the cost per part decreases with increasing lot size of the production. The reason is mainly relatively high tool costs and other investments specific for the individual product. Of course, the more parts of a kind get manufactured, the higher the denominator, which determines the cost per part.

However, using laser processing, of course there is considerable cost for the production system, however, negligible cost for the product specific tools or inventory costs. This can be seen easily by the example of 2-D-laser metal cutting, where it is obvious, that it is just a matter of programming what changes the geometry of resulting cuts and thus the product. As a consequence, laser processes have no dependence of cost per part on the lot size (Fig.1). Because there are of course changes in the software, which again can be featured and thus more or less be considered machine investment, this strong statement is relativized by “first order”. Compared to classical production processes, thus there is a systematically different characteristic, which explains the use of laser processes in their beginnings mainly at small lot sizes or in Rapid Prototyping.

However, with increasing productivity the cross over between laser-based manufacturing and classical manufacturing shifts to higher lot sizes. This is why the laser markets grow constantly and new processes starting in the high cost domain make their way to scale production with time needed to scale the productivity.

A similar, but inverse behavior is observed in respect to complexity of the products.

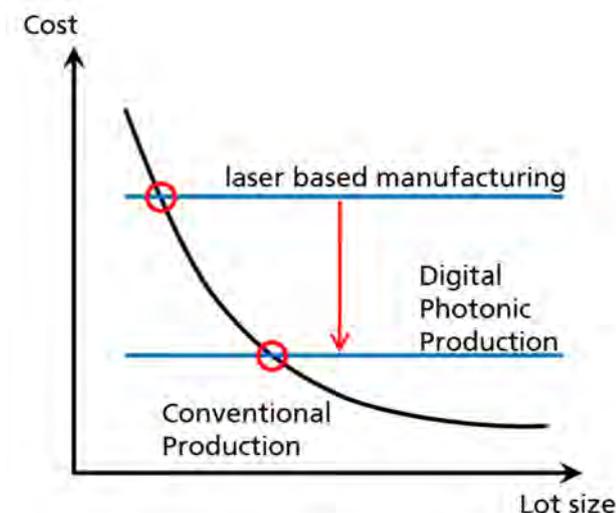


Fig. 1: In Laser based production there is to first order no dependence of the cost per part on the part lot size

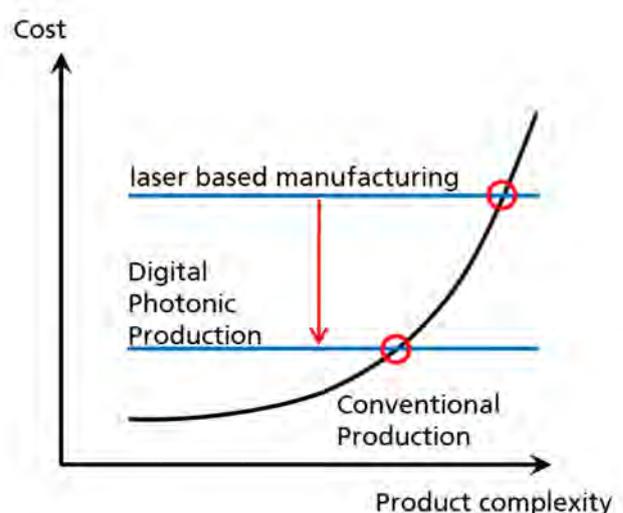


Fig. 2: In Laser based production there is to first order no dependence of the part cost on the part complexity

Usually cost increases with complexity, but laser based processes can be performed fully automated, which results in the famous phrase “complexity for free” [7].

One example for the application of DPP is Direct Metal Deposition. In this process conventionally powder of the deposition layer is deposited into a laser-molten pool of the substrate. In the picture below however, a new process called EHLA “Extreme High Speed Laser Auftragschweissen” is shown. The powder is molten ABOVE the substrate, leading to much thinner and faster deposited layers. Thus the deposition rate can be increased by a factor of 250 compared to conventional deposition [6].

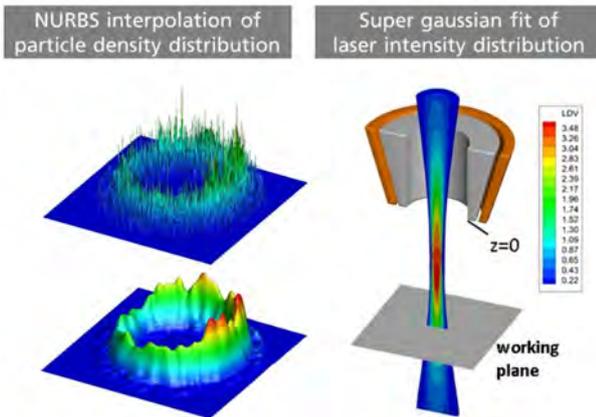
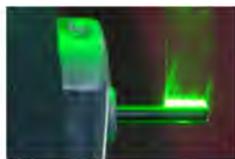


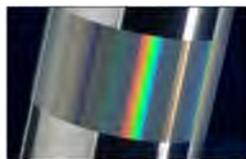
Fig. 3: Simulation of WHLA, in which the deposition powder is molten above the surface of the substrate, which leads to 250x deposition rates.

Besides Laser Additive Manufacturing, Laser Cutting and Marking, maybe the most obvious advances of Digital Photonic Production can be seen in Laser Ablation by Ultrafast Lasers. Fig. 4 shows in summary the characteristics of the process.



Flexible tool with no material dependance

- Wide bandgap materials (Glass, Sapphire, Diamond)
- Semiconductors (Silicon, GaAs, SiC)
- Metals (WC, Steel, Copper)
- Polymers
- Biological materials



High Accuracy

- Sub 100 nm precision in ablation depth
- Material selective processing
- In volume processing

Fig.4: Characteristics of ultrafast laser materials processing, most important are flexibility, capability of all materials and sub- μm -accuracy.

Presently the accuracy used in micro applications like eye-surgery (Laser in situ keratectomy LASIK [8]) is expected also to be applicable in macroscopic domains. Hence, research is focused on the projection of μm -accuracy to the domain of multi kW-Lasers. Recent results show demonstrated average powers of sub-ps-Lasers to approximately 2 kW [3]. One of the most prominent potential applications is the drilling of

sub-100 μm diameter holes in a second layer airfoil skin of an airplane. Such a pattern of holes at a density of about 10^6 holes/ m^2 will lead to a reduction of the resulting drag by app. 20% resulting in fuel savings of app. 10%.

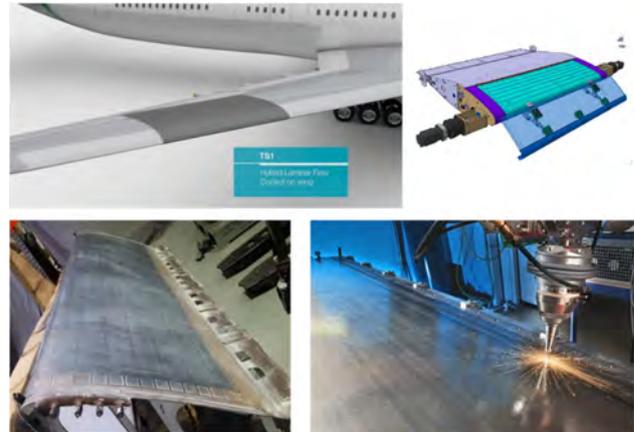


Fig. 5: Laser drilled airfoils can reduce drag by 20% and fuel consumption by 10% [9].

An Airbus 380 has about 500 m^2 wing surface, so up to 1 billion holes would be needed for each plane. Lasers with average powers of several kW with corresponding beam handling systems are expected to be able to produce such grids in acceptable production times.

Literature

- [1] Klocke, F.; Poprawe, R.; Schmitt, R. et al: Investigation and assessment of a laser additive manufacturing based process chain; Fraunhofer Verlag, 2016, 5 S.
- [2] Pirch, N et al.: Temperature field and residual stress distribution for laser metal deposition. ICALEO Orlando, FL.: LIA, 2017, 5 S.
- [3] Russbuehdt, P., Mans, T., Hoffmann, D., Schipfel, S., High-average power ultrafast Yb: Innoslab amplifier- in Ultrashort Pulse Laser Technology: Laser Sources and Applications, Eds.: Nolte, S [u.a.]: Springer 117-134 (2016)
- [4] Reininghaus et al.: Nanophotonic applications of fs-laser radiation induced nanostructures in: Optically Induced Nanostructures : Biomedical and Technical Applications, Berlin: De Gruyter, 2015, S.25-46
- [5] Weingarten et al: Laser polishing and laser shape correction of optical glass, JLA 29 (2017), Nr.1, Art. 011702, 10 S.
- [6] R.Poprawe et al.: Digital photonic production along the lines of industry 4.0 SPIE LASE, 2018, San Francisco, California, United States, 2 - 7 February 2018. Proc. SPIE 10519, Laser Applications in Microelectronic and Optoelectronic Manufacturing (LAMOM) XXIII, 051907, (17 S.)
- [7] www.technologieforum.ch/documents/technologieforum/0_03_konrad_wegener.pdf
- [8] https://www.smileeyes.de/femto-lasik/
- [9] Laser World of Photonics 2019 Munich, Fraunhofer ILT-SONACA exhibit

PRODUKTIVITÄTSSTEIGERUNG BEIM GEPULSTEN LASERSTRAHLAUFTRAGSCHWEIßEN VON NICKELBASIS-SUPERLEGIERUNGEN DURCH ENTKOPPLUNG DER WÄRMEANTEILE

Christian Kästner, Leander Schmidt, Robert Leinhoß, Anna Behr, Klaus Schrickler,
Jean Pierre Bergmann

Technische Universität Ilmenau, Fertigungstechnik, Gustav-Kirchhoff-Platz 2, 98693 Ilmenau

Ein neuer Reparaturansatz auf Grundlage entkoppelter Wärmeanteile zur Produktivitätssteigerung des gepulsten Laserstrahlaufragschweißens von γ' -ausscheidungshärtenden Nickelbasis-Superlegierungen (IN 738 LC, HS 282) wird vorgestellt. Hierbei wird der Laserstrahlschweißprozess durch den Einsatz der Heißdrahttechnik oder einer lokalen Vorwärmung des Grundwerkstoffs ($< 430^{\circ}\text{C}$) unterstützt. Dadurch wird die zum Aufschmelzen benötigte Energie von Grundwerkstoff und Zusatzwerkstoff nicht ausschließlich durch den Laserstrahl eingetragen, wodurch es möglich ist, die Schweißgeschwindigkeit bzw. die Abschmelzleistung deutlich zu erhöhen. Gleichzeitig stellt der Einsatz der Pulsmodulation im Laserstrahlprozess eine artgleiche, heißarme Schweißung von hochfestigen Nickelbasislegierungen (IN 738 LC, HS 282) sicher. Begleitende Untersuchungen mittels metallographischer Analysen und Temperaturmessungen lassen verallgemeinerte Aussagen zum Einfluss des angepassten Wärmemanagements auf die resultierende Nahtgeometrie und Anbindung von Grund- und Zusatzwerkstoff zu.

1. Einleitung

Nickelbasis-Superlegierungen sind aufgrund ihrer herausragenden Hochtemperatur-, Kriech- und Ermüdungsfestigkeit sowie Zähigkeit, Schlagbeständigkeit und Widerstand gegen Heißgaskorrosion der bevorzugte Werkstoff für Leit- und Laufschaufeln in stationären Gasturbinen und Flugzeugtriebwerken, insbesondere da sie ihre Festigkeit auch bis 90 % ihrer Schmelztemperatur bewahren.[1,2] Aufgrund der besonders hohen Werkstoff- und Herstellungskosten liegt ein hohes wirtschaftliches Interesse in der Instandsetzung bzw. Reparatur anstatt dem Austausch betriebsbeanspruchter Bauteile.[3,4] Dabei hat sich das Laserstrahlaufragschweißen als etabliertes Reparaturverfahren durchgesetzt. Die bedingte Schweißneigung γ' -gehärteter Nickelbasis-Superlegierungen bei Raumtemperatur bedarf jedoch besonderer technischer Anstrengung um eine Heißrissbildung in der Wärmeeinflusszone und im Schweißgut sowie Verzug und Eigenspannungen zu vermeiden bzw. zu minimieren, wenn artgleiche γ' -gehärtete Zusatzwerkstoffe eingesetzt werden sollen. Durch den Einsatz sequentieller Laserpulse von ca. 1 bis 50 ms Pulslänge bei Frequenzen von 1 bis 25 Hz kann das Schmelzbad in den Pulspausen erstarren und der mittlere Wärmeeintrag in das Bauteil reduziert werden. Durch eine dynamische Pulsformung kann des Weiteren eine transiente Beeinflussung der Schmelzbadtemperatur bewirkt werden, was wiederum einen direkten Eingriff in die Erstarrungsgeschwindigkeit sowie die Temperaturgradienten zur Folge hat. Damit können die resultierenden Spannungsgradienten in rissfreie bzw. rissarme Regime überführt werden.[5,6] Aufgrund der begrenzten Produktivität, d.h. der geringen Auftragsrate bzw. Drahtabschmelzleistung wird der Prozess industriell bisher nur für die Reparatur individueller Schäden am Schaufelblatt umgesetzt. Das Einstellen eines lokalen werkstoffspezifischen Temperatur-Zeit-Regimes und die simultane Erhöhung der Produktivität unterliegen dabei wirtschaftlichen und technologischen Grenzen. Einerseits resultieren

geringe Aufbauraten aus der erforderlichen Frequenz bzw. Pulsüberdeckung. Andererseits liegt ein gegensätzliches Verhalten von Aufschmelzgrad und Benetzungswinkel (siehe Abbildung 1) sowie eine steigende Heißrissneigung bei größerem Aufschmelzgrad des Grundwerkstoffes vor.[7] Damit kann trotz vollständig ausgenutzter Pulsenergie bzw. mittlerer Leistung einer Laserstrahlquelle die Abschmelzleistung nicht weiter erhöht werden.

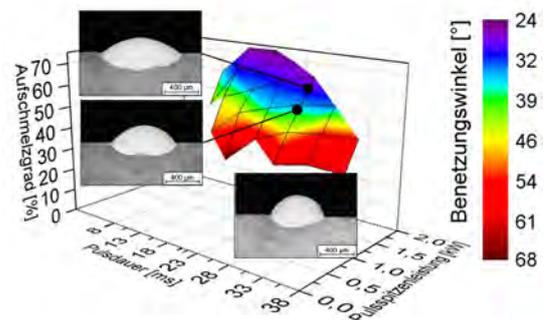


Abb. 1: Gegenläufiges Verhalten von Aufschmelzgrad und Benetzungswinkel, d. h. ein geringer Aufschmelzgrad hat einen hohen Benetzungswinkel zur Folge und umgekehrt (IN 625 auf IN 738 LC).[7]

Gelingt es, Wärmeanteile aus dem gepulsten Laserstrahlschweißprozess gezielt auszukoppeln und in den Zusatz- bzw. Grundwerkstoff zu verlagern, werden gegenüber dem konventionellen Prozess Steigerungsmöglichkeiten von Abschmelzleistung und Schweißgeschwindigkeit bei gleichbleibender/niedrigerer Aufmischung des Grundwerkstoffes ermöglicht. Die Vorteile der gepulsten Prozessführung und dem sich einstellenden Temperatur-Zeit-Regime bleiben dabei erhalten. Hierzu können im Wesentlichen zwei Ansätze zur Wärmeentkopplung umgesetzt werden. Einerseits die Entkopplung von Wärmeanteilen in den Zusatzwerkstoff durch Einsatz der Heißdrahttechnik und andererseits die Entkopplung von Wärmeanteilen in den Grundwerkstoff durch eine lokale bzw. globale Substraterwärmung mit Vorwärmtemperaturen

bis 430°C. Der Sachverhalt ist schematisch in Abbildung 2 dargestellt.

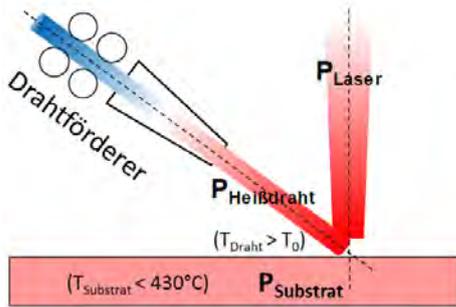


Abb. 2: Strategien zur Entkopplung der Wärmeanteile: Heißdraht und Substratvorwärmung.

2. Durchführung

In der vorliegenden Studie wurde vorerst die Strategie der Wärmeentkopplung durch den Ansatz der Heißdrahttechnologie umgesetzt. Die elektrische Widerstandsheizung des Zusatzwerkstoffes erfolgte durch Anlegen einer Spannung zwischen Substrat (Katode) und Drahtförderlanze (Anode). Die maximale Heißdrahtleistung von 12 W wurde so gewählt, dass die Temperatur der Drahtspitze ca. 900°C betrug. Des Weiteren wurde der Einfluss der Heißdrahtleistung in äquidistanten Abstufungen zur maximalen Heißdrahtleistung, d.h. für 70 % (8 W) und 40 % (5 W) untersucht. Die zusätzliche Heißdrahtleistung wurde in der Energiebilanz mit dem Laserstrahl berücksichtigt, und betrug im Maximalfall 12 W Heißdrahtleistung. Die Stabilität der Laserleistung lag bei ca. ± 2 W (Messung mit Coherent Power Max Pro HP). Zunächst wurde jedoch in einem Vorversuch das Prozessfenster für möglichst heißrissfreie Schweißnähte für Pulsspitzenleistungen von 400 W bis 1200 Watt untersucht. Rissfreiheit wurde entsprechend der Anwenderkriterien für Risslängen kleiner als 10 µm festgelegt. Die Pulsformung erfolgte wie in Abbildung 3 dargestellt. Diese Pulsform hat sich bereits in früheren Untersuchungen als vorteilhaft zur Minimierung von Heißrissen bewährt.[7] Das Pulsplateau betrug immer 50 % der Pulsspitzenleistung und die Pulsdauern wurden zwischen 20 ms, 30 ms und 40 ms variiert, wobei die Form der Pulsspitze konstant gehalten wurde. Die Pulsspitze dient zur Einkopplung des Laserstrahls in den Werkstoff und zusammen mit dem anschließenden Plateau zum Aufschmelzen von Grund- und Zusatzwerkstoff.

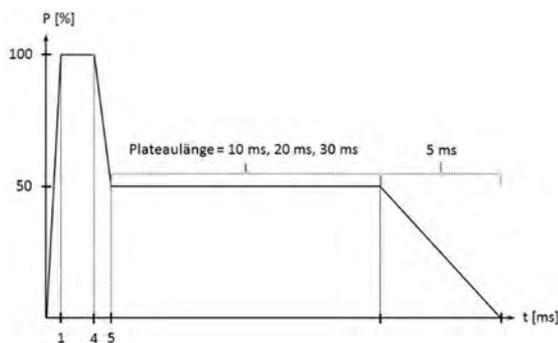


Abb. 3: Schematische Darstellung der Pulsform.

Es wurde eine Schweißgeschwindigkeit vom 1,8 mm/s untersucht. Die Drahtvorschubgeschwindigkeit wurde zu 2 mm/s festgelegt, so dass das Verhältnis von Schweiß- zu Drahtvorschubgeschwindigkeit 0,9 betrug. Die Pulsfrequenz betrug 14 Hz. Niedrigere Schweißgeschwindigkeiten wurden unter dem Gesichtspunkt hoher Produktivität nicht berücksichtigt. Höhere Schweißgeschwindigkeiten ohne Entkopplung der Wärmeanteile waren bedingt durch die eingesetzte Laserstrahlquelle technisch nicht umsetzbar.

Für die Heißdrahtuntersuchung kam als Strahlquelle ein IPG YLM-450/4500-QCW Faserlaser zum Einsatz. In Verbindung mit der Faseroptik und der 200 mm Fokussierlinse lag ein Tophat-Profil mit einem Fokussdurchmesser von 470 µm vor. Des Weiteren wurde die für Untersuchungen zur Substratvorwärmung ein LASAG SLS 200 CL60 HP mit der Laseroptik LASAG LLBK60 HP eingesetzt. Hier lag ein Gaußprofil bei 400 µm Fokussdurchmesser vor. Geschweißt wurde stechend unter einem lotrechten Einfallswinkel von 10°. Die Drahtzufuhr erfolgte schleppend mit einem Drahtförderer Elmotec DVS 1490 ALSTOM unter einem Winkel von 20° relativ zum Substrat. Die Schutzgasanströmung erfolgte stechend mit Argon 4.6 unter einen Anströmwinkel von 40° relativ zum Substrat und einer Flussrate von 10 l/min. Die Parameter des Setups orientieren sich an entsprechenden Voruntersuchungen.[7] Die gesamte Steuerung erfolgte über eine CNC 3-Achs-Portalanlage ILZ Ilmenau Laserportal.

Als Grundwerkstoff kam Inconel 738 low carbon (IN 738 LC) in Form sogenannter Cover Plates und als Zusatzwerkstoff Haynes 282 (HS 282) mit einem Drahtdurchmesser von 400 µm zum Einsatz. Der Grundwerkstoff lag lösungsgeglüht vor und wurde vor dem Schweißprozess überfräst und mit Isopropanol gereinigt.

Die gefertigten Schweißnähte wurden mittels metallographischer Schlißbilder hinsichtlich Bindefehler, Heißrissbildung und Nahtgeometrie, d.h. Aufmischungsgrad, Benetzungswinkel sowie Aspektverhältnis, untersucht. Der Aufmischungsgrad ist als das Verhältnis der Querschnittsfläche A_E des Einbrandes und der Gesamtquerschnittsfläche $A_G = A_E + A_S$ der Schweißnaht und das Aspektverhältnis als das Verhältnis aus Höhe H und Breite B des Schweißnahtquerschnittes definiert, siehe Abbildung 4.[8]

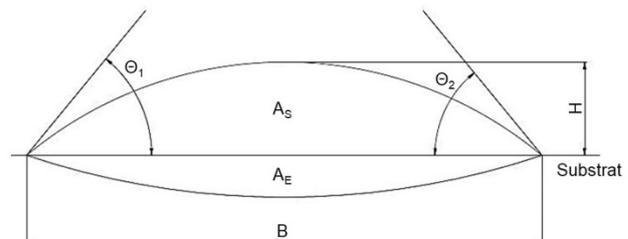


Abb. 4: Geometrische Größen zur quantitativen Beurteilung der Schweißnaht.[8]

3. Ergebnisse

Der im Vorfeld untersuchte Parameterbereich von 400 W bis 1200 W Pulsspitzenleistung lieferte nach qualitativer Analyse der Schweißprozesse hinsichtlich Heißriss-, Poren- und Spritzerbildung das Prozessfenster für den Hauptversuch, siehe Abbildung 5. Das Kriterium einer erfolgreichen Schweißung liegt bei Heißrisslängen kleiner 10 μm . [7]

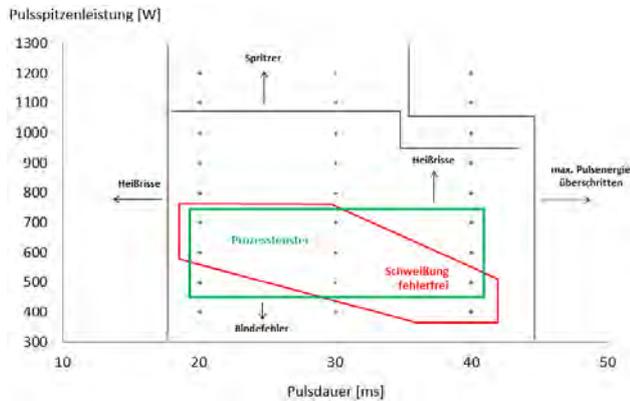


Abb. 5: Qualitative Beurteilung der Vorversuche und Ableitung des Prozessfensters für die Hauptversuche.

Die Abgrenzung des Prozessfensters (grün) von dem Bereich der fehlerfreien Schweißung (rot) beruht auf der Annahme, dass durch die Heißdrahttechnik aktiv in die Temperaturverläufe innerhalb der Schweißzone eingegriffen wird, so dass Wärme durch den Heißdraht substituiert bzw. additiv eingetragen und folglich auf die Entstehung von Heißrissen bzw. Bindefehlern eingewirkt werden kann. Für die potentiell höheren Abschmelzraten hinsichtlich einer angestrebten Produktivitätssteigerung wurde die Pulsspitzenleistung auf maximal 700 W begrenzt um Leistungsreserven der Laserstrahlquelle vorzuhalten. Abbildung 6 verdeutlicht die dem Prozessfenster zugrundeliegenden Analyse der Heißrissanfälligkeit.

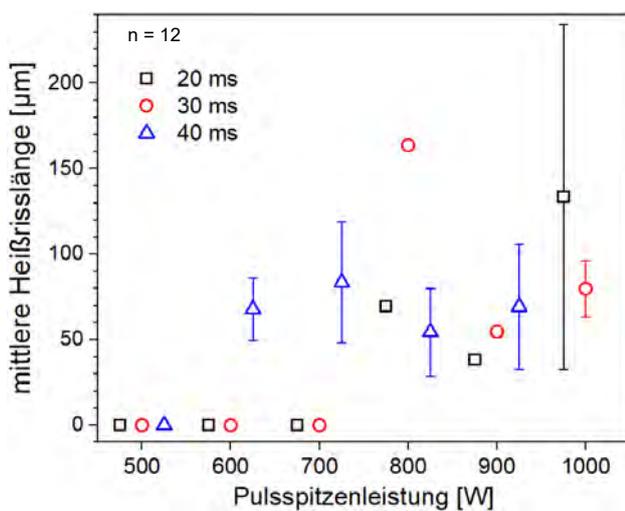


Abb. 6: mittlere Heißrisslänge als Funktion der untersuchten Prozessparameter im Vorversuch.

Die Schlibfbilder in Abbildung 7 zeigen exemplarisch die Grenzen des Parameterbereiches auf. Während es bei 400 W Pulsspitzenleistung zu Bindefehlern

kommt, weist der Schliff der Schweißprobe bei 800 W Pulsspitzenleistung einen deutlich sichtbaren Heißriss auf. Darüber hinaus ist bei 800 W schon ein deutlich sichtbares Einkoppeln des Laserstrahls, und der damit verbundene Übergang in das Tiefschweißregime, zu erkennen. Die vorhandene Leistungsreserve der Laserstrahlquelle kann somit potentiell zum Aufschmelzen weiteren Zusatzwerkstoffes, und folglich zur Produktivitätssteigerung, genutzt werden.

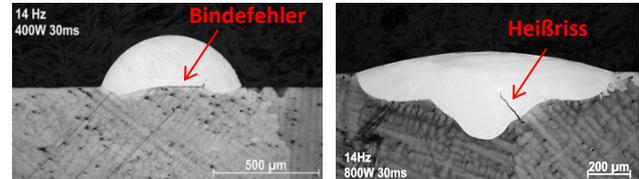


Abb. 7: Exemplarische Schlibfbilder zur Entstehung von Bindefehlern bei zu niedriger Laserleistung von 400 W (links) und zur Entstehung von Heißrissen bei zu hoher Laserleistung (rechts).

Die qualitative Untersuchung der Schlibfbilder aus dem Hauptversuch lieferte hinsichtlich der Heißrissbildung die in Abbildung 8 dargestellten Ergebnisse. Um die Signifikanz der Ergebnisse zu erhöhen, wurden pro Parametersatz insgesamt zwölf Schlibfbilder untersucht. Ein signifikanter Einfluss der Heißdrahttechnik lässt sich aus der qualitativen Beurteilung der Schlibfbilder jedoch nicht ableiten.

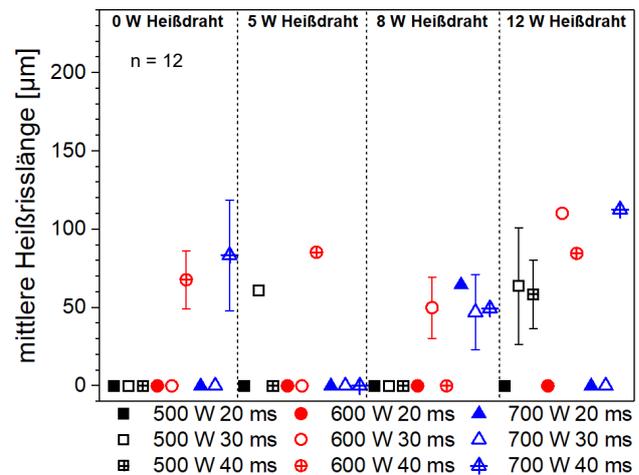


Abb. 8: Mittlere Heißrisslänge für die untersuchten Parameterkombinationen im Hauptversuch.

Um eine quantitative Aussage hinsichtlich des Einflusses der Heißdrahttechnik zu treffen, wurden die Schlibfbilder geometrisch untersucht. Abbildung 9 zeigt die geometrischen Messgrößen als Funktion der Pulsdauer und Pulsspitzenleistung sowie der Heißdrahtleistung. Unabhängig von der Heißdrahtleistung nimmt der Aufmischungsgrad mit zunehmender Pulsspitzenleistung und zunehmender Pulsdauer kontinuierlich zu. Für das Aspektverhältnis und den Benetzungswinkel zeigt sich ein inverses Verhalten. Dieser Zusammenhang liegt darin begründet, dass die mittlere eingebrachte Leistung mit zunehmender Pulsdauer und Pulsspitzenleistung zunimmt. Betrachtet man jedoch die Abhängigkeit der Bezugsgrößen in

Abhängigkeit von der Heißdrahtleistung für die einzelnen Wertepaare von Pulsspitzenleistung und Pulsdauer, so ergibt sich ein entgegengesetztes Bild.

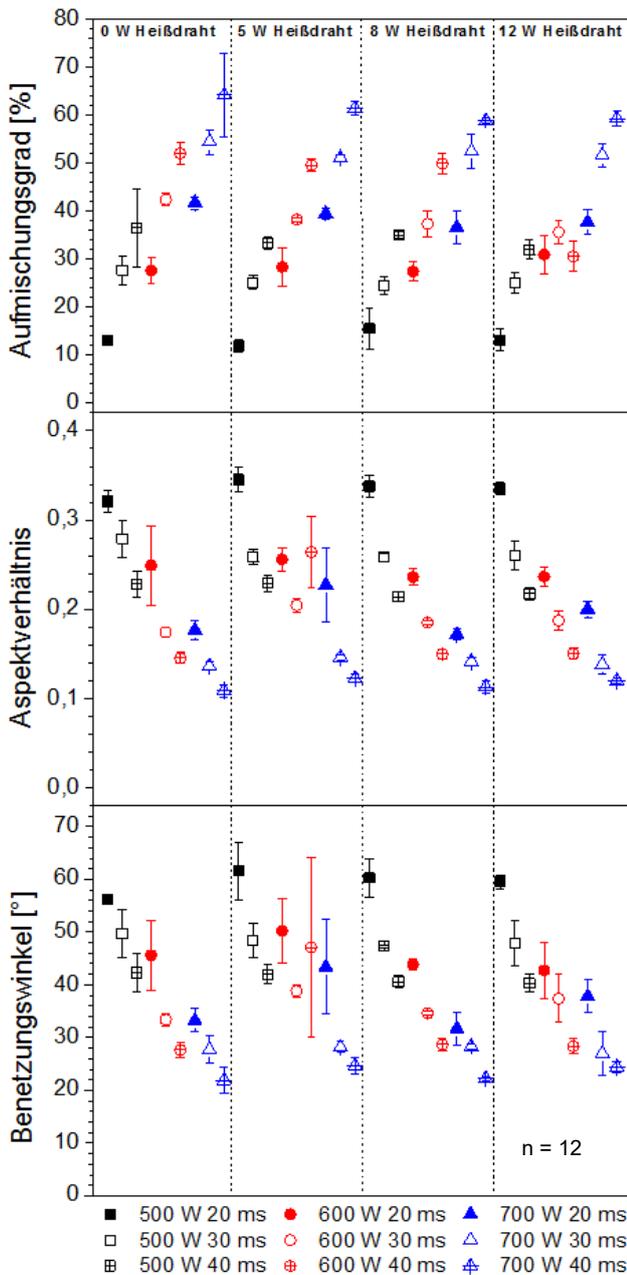


Abb. 9: Qualitative Beurteilung der Schweißergebnisse: Aufmischungsgrad (a), Aspektverhältnis (b) und Benetzungswinkel (c).

Der generelle Trend zeigt keine prinzipielle Abnahme des Aufmischungsgrades mit zunehmender Heißdrahtleistung, das Aspektverhältnis und der Benetzungswinkel nehmen hingegen zu. Mit zunehmenden Energieeintrag in den Werkstoff steigt die Größe des Schmelzbades und dementsprechend die Nahtbreite. Das führt zu einer Abnahme der Auftragshöhe, da sich die abgeschmolzene Materialmenge über die Nahtbreite verteilt. Der Einbrand im Grundwerkstoff sollte beim Auftragschweißen prinzipiell so gering wie möglich sein, um die thermische Beeinflussung des Grundwerkstoffes herabzusetzen und damit die Ge-

fahr von Verzug und Heißrissbildung im Grundwerkstoff zu reduzieren. Ein minimaler Aufmischungsgrad ist jedoch notwendig um eine ausreichende Anbindung zwischen Grundwerkstoff und Zusatzwerkstoff zu garantieren. Der Aufmischungsgrad nimmt folgerichtig mit steigender Pulsspitzenleistung zu, da mit zunehmendem Energieeintrag der Grundwerkstoff stärker aufschmilzt. D.h., dass eine Vergrößerung der Nahtbreite führt zwangsläufig zu einer Reduzierung der Auftragshöhe. Das bedingt zugleich die Ausbildung eines geringeren Benetzungswinkels. Der Benetzungswinkel und das Aspektverhältnis hängen somit voneinander ab. Ein abnehmendes Aspektverhältnis ist mit einem abnehmenden Benetzungswinkel verbunden. Für flächige Auftragschweißungen mit definierter Nahtüberdeckung ist der Benetzungswinkel eine wesentliche Kenngröße, die den Überlappungsgrad bestimmt und möglichst klein sein soll. Bei geringen Benetzungswinkeln unter 40° liegen hohe Aufmischungsgrade des Grundwerkstoffes vor, die die Gefahr der Heißrissbildung und des Verzugs erhöhen. Für flächige Auftragschweißungen muss somit ein Kompromiss zwischen geringem Aufmischungsgrad im Grundwerkstoff und geringem Benetzungswinkel gewählt werden.[7]

Um den generellen Einfluss der Heißdrahtleistung P_h besser zu verdeutlichen, wurden die relativen Änderungen der geometrischen Messgrößen $\Delta M(P_h)$ über alle Pulsdauern (Laufindex i mit $N_1 = N = 3$) und Pulsspitzenleistungen (Laufindex j mit $N_2 = N = 3$) aus den Mittelwerten $\overline{M(P_h)}$ und den Standardabweichungen $\delta M(P_h)$ für jede Heizdrahtleistung bestimmt:

$$\Delta M(P_h) = \frac{M(P_0) - \overline{M(P_h)}}{M(P_0)} \pm \delta M(P_h)$$

$$\overline{M(P_h)} = \frac{1}{N^2} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^N \frac{M(P_0) - M_{ij}(P_h)}{M(P_0)}$$

$$\delta M(P_h) = \frac{1}{N^2(N^2-1)} \sqrt{\sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^N \left(\frac{M(P_0) - M_{ij}(P_h)}{M(P_0)} - \overline{M(P_h)} \right)^2}$$

Die relativen Änderungen $\Delta M(P_h)$ der geometrischen Beurteilungsgrößen bezogen auf die Ausgangswerte ohne Heißdrahttechnik, d.h. $P_h = P_0$, sind in Abbildung 10 dargestellt. Die exponentiellen Trendlinien dienen zur Veranschaulichung der Ergebnisgrößen. Hier zeigen sich noch deutlicher die bereits gefundenen Zusammenhänge, wobei zu berücksichtigen ist, dass die aufgezeigten Trends nicht der Heißdrahtleistung, sondern der Erniedrigung der mittleren Gesamtleistung zuzuschreiben sind. Die durchgeführte Korrektur der Laserleistung um die angelegte Heißdrahtleistung führt zu einer Abweichung, derart, dass nicht die gesamte Heißdrahtleistung in die Schmelzzone eingeleitet wird, sondern vielmehr ein Teil der Heißdrahtleistung über Wärmeleitung in den Zusatzwerkstoff und die Drahtförderlanze dissipiert. Damit nimmt die relative Abweichung der mittleren Gesamtleistung mit zunehmender Heißdrahtleistung stetig zu.

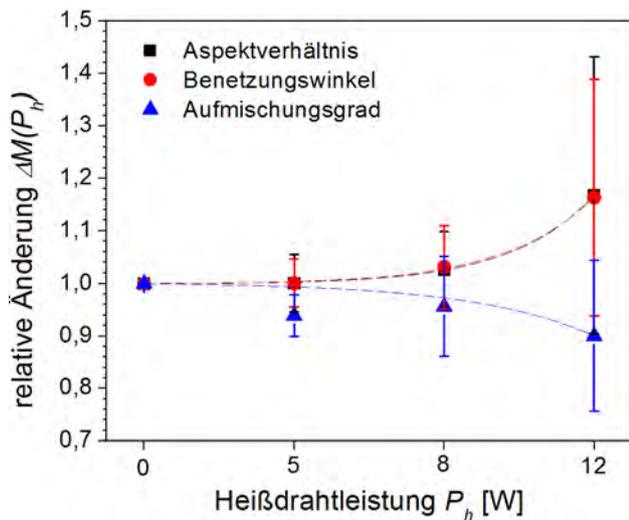


Abb. 10: Relative Änderung der geometrischen Beurteilungsgrößen als Funktion der Heißdrahtleistung. Die exponentiellen Trendlinien dienen ausschließlich der Veranschaulichung.

In einer weiteren Studie zum Einfluss der Grundwerkstofftemperatur konnten mit der LASAG Strahlquelle vielversprechende Ergebnisse erzielt werden und sollen im nächsten Schritt mit dem IPG System übertragen werden. Die verwendete LASAG Laserstrahlquelle hatte eine abweichende Pulsform und eine Pulsdauer von lediglich 15 ms, was die abweichenden Ergebnisse für den Referenzprozess bei Raumtemperatur und ohne Heißdraht erklärt. Zur Veranschaulichung sind in Abbildung 11 der Aufmischungsgrad, das Aspektverhältnis und der Benetzungswinkel in Abhängigkeit der Pulsspitzenleistung und der Grundwerkstofftemperatur dargestellt. Insbesondere für eine hohe Grundwerkstofftemperatur von 420°C zeigt sich ab 1000 W ein deutlicher Sprung in den Kurven. Dies ist auf das Erreichen des Tiefschweißregimes zurückzuführen, und damit auf die verstärkte Leistungseinkopplung des Laserstrahls in den Grundwerkstoff. Darüber hinaus hat die Temperatur des Grundwerkstoffes einen Einfluss auf die Schweißnahtanbindung. Mit steigender Temperatur treten die Bindefehler erst bei zum Teil deutlich niedrigerer Pulsspitzenleistung auf. Die in Abbildung 12 für eine Pulsspitzenleistung von 1400 W gezeigten Schlibfbilder verdeutlichen den signifikanten Unterschied in der Leistungseinkopplung bei 420°C im Vergleich zu den restlichen untersuchten Grundwerkstofftemperaturen. Die Einbrandtiefe bei ist in der Mitte aufgrund des erreichten Tiefschweißregimes deutlich stärker ausgeprägt. Das verdeutlicht, dass durch die Vorwärmung des Grundwerkstoffes ab einer bestimmten Temperatur deutlich mehr Laserleistung eingekoppelt und diese potentiell zum Aufschmelzen von weiterem Zusatzwerkstoff genutzt werden kann. Die Ergebnisse verdeutlichen das Potential, die Abschmelzleistung des Zusatzwerkstoffes deutlich zu erhöhen und eine Produktivitätssteigerung in Form höherer Aufbauraten zu ermöglichen.

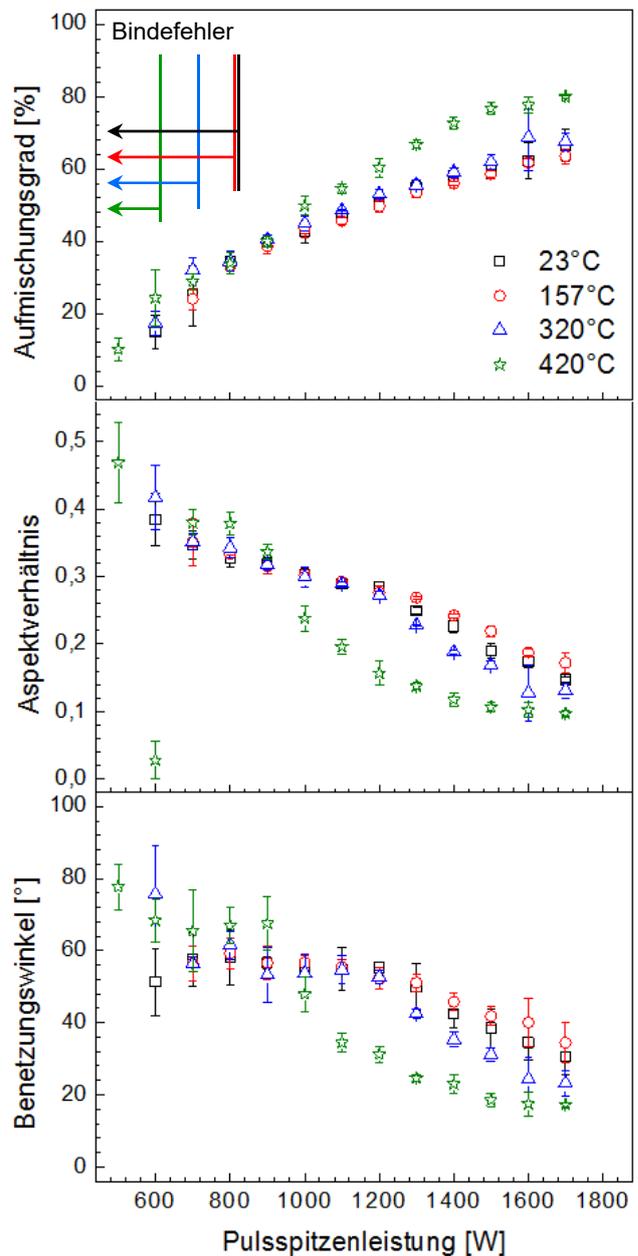


Abb. 11: Aufmischungsgrad, Aspektverhältnis und Benetzungswinkel als Funktion der Pulsspitzenleistung und der Grundwerkstofftemperatur.

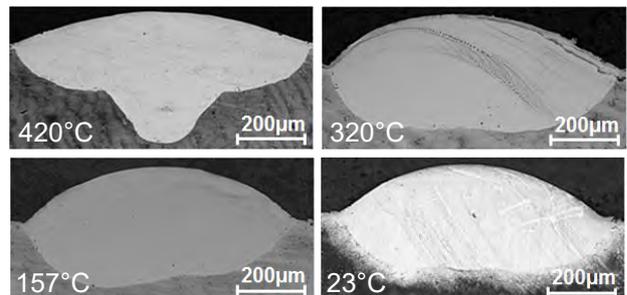


Abb. 12: Schlibfbilder für unterschiedliche Grundwerkstofftemperaturen bei einer Pulsspitzenleistung von 1400 W und einer Pulsdauer von 15 ms.

4. Zusammenfassung und Ausblick

Die Heißdrahttechnik sowie die Grundwerkstoffvorwärmung konnten erfolgreich umgesetzt werden. Die Ergebnisse der Heißdrahttechnik zeigten keinen signifikanten Einfluss auf die Heißrissentstehung, also den aktiven Eingriff in das Temperaturmanagement. Ebenso zeigten die Voruntersuchungen zur Grundwerkstoffvorwärmung deutliches Potential zur Erhöhung der Schweißnahtqualität hinsichtlich Bindefehlern, sowie Steigerung der Abschmelzrate durch Freisetzung von Leistungsreserven der Laserstrahlquelle.

Weitere Untersuchungen, insbesondere der Übertrag der Ergebnisse der Grundwerkstoffvorwärmung von der LASAG Laserstrahlquelle auf die IPG Laserstrahlquelle, als auch die Kombination aus Grundwerkstoffvorwärmung sowie Heißdrahttechnik, werden zeigen wieviel Potential freigesetzt werden kann um deutlich mehr Zusatzwerkstoff aufzuschmelzen und die Produktivität zu steigern. Hier werden zwei Strategien verfolgt, zum einen die Erhöhung der zugeführten Drahtmenge pro Zeiteinheit und zum anderen die Erhöhung des Drahtquerschnittes bei gleichbleibendem Vorschub, unter dem Vorbehalt einer stabilen Prozessführung und heißrissfreier Schweißnähte.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Zuwendung der AiF *Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen* im Rahmen des Forschungsvorhaben 20.023 B / DVS-Nr. 06.119 der IGF *Industrielle Gemeinschaftsforschung* „Strategien zur Wärmeentkopplung beim gepulsten Laserstrahl-auftragschweißen von Nickelbasisbauteilen zur Steigerung der Produktivität“.

Literaturverzeichnis

- [1] Bürgel R.: „Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen“, Springer (2011).
- [2] Burbaum B.: „Verfahrenstechnische Grundlagen für das Laserstrahl-Umschmelzen einkristalliner Nickelbasis-Superlegierungen.“ Dissertation, Aachen (2010).
- [3] „Turbinenschaufelfertigung“ Maschine + Werkzeug (2005).
- [4] Arjakine N., Piegert S., Slyvinsky O.: „Ni-Basis Superlegierungen im Turbomaschinenbau und deren Besonderheiten bei der schweißtechnischen Bearbeitung; 14. Sommerkurs Werkstoffe und Fügen am Institut für Werkstoff- und Füge-technik (2011)
- [5] Zhang J., Weckmann D.C., Zhou Y.: „Effects of Temporal pulse Shaping on Cracking Susceptibility of 6061-T6 Aluminum Nd:YAG Laser Welds“, *Welding Journal* (2008), 18-30.
- [6] Wilden J., Bergmann J.P., Holtz R.: “Modification of solidification conditions through the set of pulsed Nd:YAG Lasers”, XVI. International Symposium on Gas Flow and Chemical Lasers & High Power Lasers Conference (2006).
- [7] Bielenin M., Bergmann J.P.: Abschlussbericht „Prozessstrategie zum Reparieren von Nickelbasisbauteilen mittels Laserstrahl“ (2016).
- [8] Günther K.: “Werkstofftechnische Betrachtung zum Heißdraht unterstützten MSG-Auftragschweißen hartstoffverstärkter Verschleißschutzlegierungen“, Dissertation, Universitätsverlag Ilmenau (2017)

POTENZIAL DES LASER-MAG-TANDEM-HYBRID-SCHWEIßENS FÜR INDUSTRIELLE ANWENDUNGEN

Herbert Staufer

Fronius international, Günter Fronius Strasse 1, 4600 Wels

Geringere Wanddicken und Bauteiltoleranzen, insbesondere Spalte, schränkt die Produktivität beim Lichtbogenschweißen ein. Dieser Beitrag beschäftigt sich mit dem weiterentwickelten Laser-MAG-Tandem Hybrid (LaserHybrid Twin) Schweißprozess, bei dem ein neuartiges Konzept mit zwei Drähten zum Einsatz kommt und die Schweißleistung über variable Drahtelektrorendurchmesser angepasst wird. Für den führenden Lichtbogen wurde ein Draht mit einem Durchmesser von 1,2 mm und für den nachlaufenden Lichtbogen ein Draht mit einem Durchmesser von 1,0 mm verwendet, wobei die Drähte dem Prozess mit identischer Drahtvorschubgeschwindigkeit zugeführt wurden. Unter den gegebenen Versuchsbedingungen, das heißt dem Einsatz des Verfahrens zur Verbindung von spaltbehafteten Überlappstößen bei Blechen mit geringer Wanddicke und kleinem Flansch, stellte sich heraus, dass dieses neuartige LaserHybrid Twin-Konzept die industriellen Anforderungen ohne Probleme erfüllen kann. Der Laserstrahl sorgt für einen sicheren Einbrand, während das MAG-Tandem-Verfahren den vorhandenen Spalt gut überbrückt. Die erzielten Ergebnisse werden erörtert, und es werden daraus Anwendungsperspektiven für industriellen Applikationen abgeleitet.

1 Einleitung

Verwendet man den konventionellen MAG Prozess bei höheren Schweißgeschwindigkeiten, dann können durchaus Unregelmäßigkeiten, insbesondere Einbrandkerben in der Schweißnaht auftreten. Um diese Problematik zu verbessern und gleichzeitig auch die Produktivität zu erhöhen wird in [1,2] die Verwendung von zwei Lichtbögen empfohlen. In der Literatur findet man sehr frühzeitig, beschrieben durch Hackl [3] eine Synchronisation beider Lichtbögen beim gepulsten MAG-Tandem Schweißverfahren, um die Prozessstabilität zu verbessern. Darüber hinaus haben weitere Autoren [4-9] über zusätzliche kontrollierte Prozessparameter berichtet, wobei diese auch erwähnt haben, dass die Konstruktion des Schweißbrenners von entscheidender Bedeutung ist, um negative Einflüsse auf die Nahtqualität und Effizienz zu verringern.

Hedegård et al. [4], Andersson et al. [5] und Motta und Dudra [6] haben unterschiedliche Kontaktröhrenwinkel und -abstände untersucht, und deren Einflüsse dargestellt. Goecke et al. [7] berichtet von einer einstellbaren Anpassung der Elektroden als auch von einstellbaren Lichtbogenparametern, um die Synchronisation zu verbessern, um ein gewünschtes Schmelzbad zu erhalten.

Andersson et al. konnte eine enge Beziehung zwischen der Zusammensetzung des Grundwerkstoffes und des Elektrodenabstandes, als auch der Elektrodenwinkel herstellen, so dass beide Lichtbögen optimal in einer gemeinsamen Prozesszone agieren, um die Instabilitäten des Prozesses zu minimieren.

Chen et al. [10], Scotti et al. [11] und Ueyama et al. [12,13] untersuchten die Interferenz zwischen beiden Lichtbögen, wie sie bereits von Hackl [3] empfohlen wurden. Ueyama [14] führte diese Untersuchung insbesondere und Berücksichtigung der Synchronisation mit geringer Zeitverzögerung zwischen Ende des ersten Pulses und Beginn des

zweiten Pulses an Eisenbasiswerkstoffen durch, und erreichte dadurch eine geringe Instabilität als auch eine hohe Schweißgeschwindigkeit. Scotti et al.

zeigte, dass es auch möglich ist, mit nicht gepulsten Schweißmaschinen qualitativ hochwertige Schweißnähte zu erzeugen. Letztendlich hat auch Schnick et al. [15] in seiner Arbeit über ein numerisches Modell berichtet, indem die Einflüsse der Schutzgaszusammensetzung die Interferenz der Lichtbögen beeinflussen. Er hat dabei festgestellt, dass bei zunehmendem CO₂ Anteil die Lichtbogenstabilität erhöht werden kann.

2 Prozessbeschreibung und Anforderungen an den Schweißkopf

Beim Schmelzschweißen sind in hohem Maße sowohl hohe Schweißgeschwindigkeiten als auch eine gute Spaltüberbrückbarkeit erwünscht. Die physikalischen Einschränkungen herkömmlicher Schweißverfahren, wie zum Beispiel des Metall-Aktivgas-Schweißens (MAG), machen es sehr oft schwierig, beide genannte Kriterien gleichzeitig zu erfüllen. Aktuell hat sich das LaserHybrid (LH)-Eindraht-MAG-Verfahren als auch das MAG-Tandemschweißen als industriell eingesetztes Schweißverfahren gut etabliert. Die Bündelung zweier Lichtbögen mit einem Laserstrahl kann jedoch hinsichtlich Leistung und Qualität als Quantensprung beim Schmelzschweißen angesehen werden. Kombiniert man das Laser Schweißverfahren mit dem MAG-Tandemschweißverfahren, so ergeben sich eine Reihe offensichtlicher Vorteile, die von einer schmalen Wärmeeinflusszone über ein hohes Tiefe-zu-Breite-Verhältnis beim Laser Schweißverfahren bis zu hohen Abschmelzleistungen beim MAG-Tandemschweißverfahren zum Auffüllen des verbliebenen Fugenquerschnitts reichen.

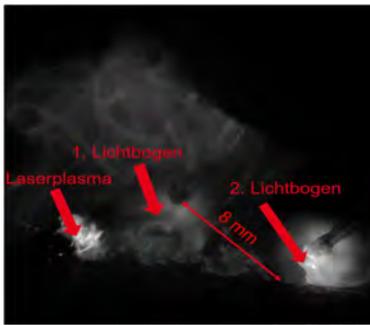


Bild 1: Schematische Darstellung: LaserHybrid Twin-Schweißen

Bei den Überlegungen zur Gestaltung und Entwicklung des neuen Schweißkopfes mussten folgende Anforderungen berücksichtigt werden:

- Modularer Aufbau des Schweißkopfes
- Kompakte Abmessungen (Zugänglichkeit zum Fügebereich)
- Schutz des optischen Systems (geeignete CrossJet Einheit)
- Höchste Genauigkeit und Reproduzierbarkeit durch skalierte x, y, z Verstellung
- Zuführung des Schutzgases über MAG-Tandem-Schutzgasdüse

Durch das Zusammenführen der beiden Lichtbögen mit dem Laserstrahl lassen sich folgende Vorteile erzielen: hohe Spaltüberbrückbarkeit, breiterer und tieferer Einbrand, deutlich größeres Anwendungsspektrum, niedrigere Investitionskosten durch Einsparung von Laserleistung.

Vorteile von LaserHybrid Twin im Vergleich zu MAG-Tandem: höhere Schweißgeschwindigkeiten, tieferer Einbrand, geringere Wärmeeinbringung, höhere Festigkeit, schmalere Schweißnaht.

3 Schweißsystem und Versuchsdurchführung

Für diese Untersuchung kam eine MIG/MAG-Tandemschweißkonfiguration bestehend aus zwei digitalen Inverter-Stromquellen FRONIUS TPS 5000, ausgestattet mit FRONIUS FK 9000-R-Kühlsystemen und FRONIUS RCU 5000i-RCUs zum Einsatz.

An dieser Stelle sei speziell darauf hingewiesen, dass für das LH-Twin-Verfahren ein neuartiges Drahtförderkonzept entwickelt und im Rahmen dieser Studie erstmalig angewendet wurde, das wie folgt funktioniert: Die Drahtelektroden wurden aus zwei Drahtfäsern über eine Vorschubeinheit mit der Bezeichnung FRONIUS WF 25i Reel SA gezogen und dem LH Twin-Schweißkopf zugeführt, der einen Vorschubrolnenmotor enthält.

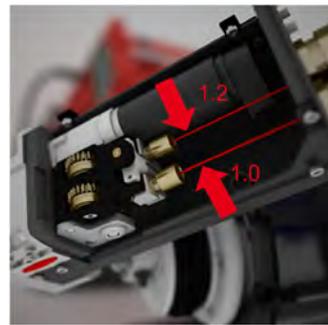


Bild 2: Für den LH Twin-Schweißkopf entwickeltes Drahtzuführungs-konzept

Die Neuheit bei diesem LH Twin-Verfahren besteht faktisch darin, dass der Motor beide Drahtelektroden mit derselben Vorschubgeschwindigkeit fördert. Daraus ergeben sich Vorteile hinsichtlich der Reduktion von Gewicht und Volumen des Schweißkopfes.

Der dafür entwickelte Schweißkopf ist bei bis zu ≤ 6 kW Laserleistung und 2×250 Ampere Schweißstrom (100 % Einschaltdauer) einsetzbar. Der Lichtbogen kann in Vertikal- und Querrichtung um ± 3 mm bzw. ± 2 mm horizontal zum Laser positioniert werden. Für die Brennermanipulation wurde ein 6-Achsen-Knickarmroboter vom Typ KUKA KR 30 eingesetzt. Beim verwendeten Laser handelte es sich um einen 10 kW diodengepumpten Laser vom Typ TRUMPF TRUDISK 10002 mit einem Faserdurchmesser von 0,2 mm. Als Bearbeitungsoptik wurde eine BEO D35 mit einer Kollimierlänge von 100mm und einer Brennweite von 300 mm verwendet, um einen Fokusbereich von 0,6 mm zu erhalten.

Da die von der Stromquelle bereitgestellten Schweißparameter vom jeweiligen Drahtdurchmesser abhängen, lässt sich die Schweißleistung einfach durch die Verwendung unterschiedlicher Drahtdurchmesser steuern. Bei dieser Untersuchung wurden Drahtelektroden mit einem Drahtdurchmesser von 1,2 mm für den führenden Lichtbogen und von 1,0 mm für den nachlaufenden Lichtbogen verwendet und es wurde im Impulslichtbogenmodus geschweißt. Durch die Verwendung unterschiedlicher Kennlinien für beide Durchmesser konnte die Schweißleistung an die konkreten Versuchsbedingungen angepasst werden. Gleichzeitig war es möglich, für beide Versuchsreihen maximale Schweißgeschwindigkeiten bei 10° fallend zu erzielen (siehe Tabelle 1).

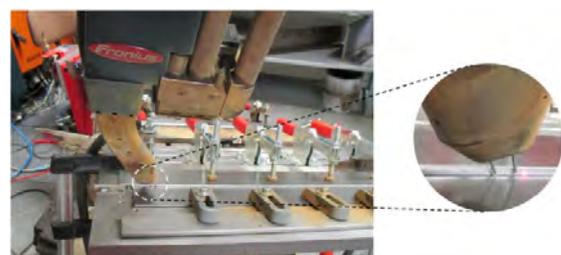


Bild 3: Experimenteller Versuchsaufbau mit eingespannten Stahlblechen und LaserHybrid Twin-Brenner mit Detailansicht der Brenneranstellung relativ zum Werkstück [16].

Als Grundwerkstoff wurde ein S 355 JR (EN 10025-1:2005-02) mit einer Materialdicke von 1,8 mm und 3,0 mm verwendet, wobei die Versuche jeweils ohne Spalt und mit 1,0 mm Spalt durchgeführt wurden. Als Zusatzwerkstoff wurde ein G3Si 1 (EN ISO 14341:2008), welcher mit einer Schutzgaszusammensetzung von 96Ar/4O₂ (EN ISO 14175:2008 - M22) geschweißt wurde. Sämtliche Schweißversuche wurden in der Position PB (EN ISO 6947) durchgeführt. Die eingestellten Parameter sind aus der Tabelle 1 zu entnehmen.

Tabelle 1: Schweißparameter für die Proben mit 1,8 mm und 3,0 mm Materialdicke

t	I _{lead}	U _{lead}	I _{tail}	U _{tail}	P _L	V ₀	V _s
[mm]	[A]	[V]	[A]	[V]	[kW]	[mmmin ⁻¹]	[mmmin ⁻¹]
1,8	235	22	150	21,5	5,3	8,7	7,0
3,0	290	23	195	22,5	6,0	12,0	6,0

4 Ergebnisse und Anwendungen:

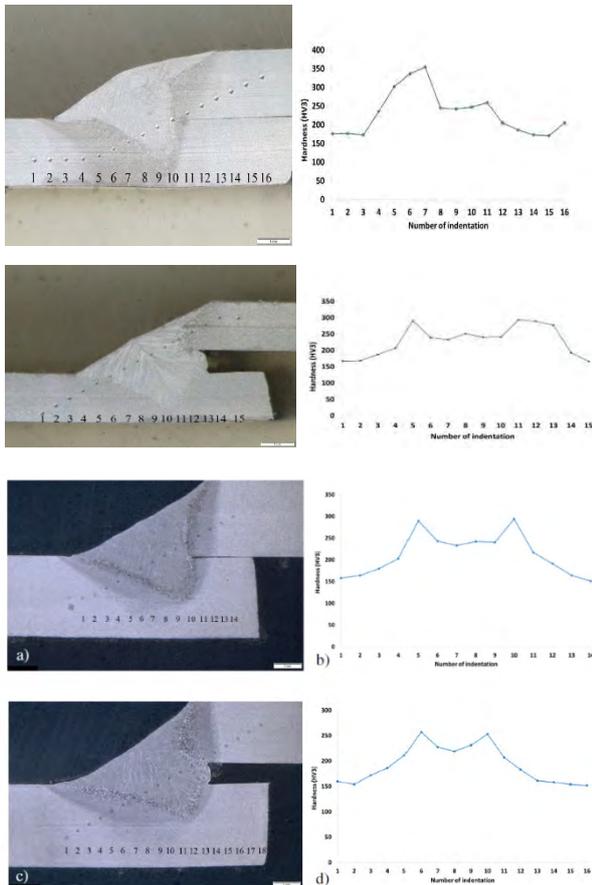


Bild 4: Makroschliffe und Härteprofile

Bei allen Proben wurde eine sichere Einbrandtiefe in das untere Blech mit kerbfreiem Übergang zwischen Schweißgut und Grundwerkstoff erreicht. Die Verbindung zeigte eine schmale Wärmeinflusszone.

Bild 4 (a–d) zeigt je einen Makroschliff bei einer Wanddicke von 1,8 mm und 3,0 mm bei null und

1,0 mm Spaltbreite sowie das Härteprofil für den jeweiligen Prüfkörper.

Die höchste Scherzugfestigkeit konnte bei der Probe mit 1,8 mm Materialdicke und keinem Spalt erreicht werden, hingegen weist die Probe mit 3,0 mm bei 1,0 mm Spalt den geringsten Wert auf [16].

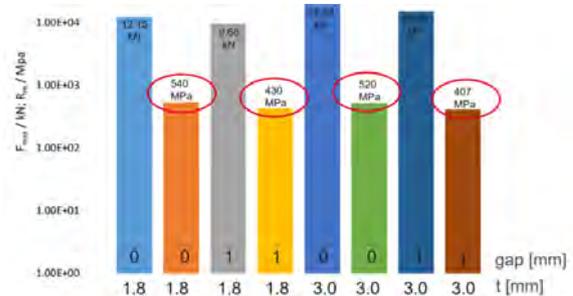


Bild 5: Ergebnisse des Scherzugversuches (Zugfestigkeit) für die Materialdicken von 1,8 mm und 3,0 mm bei keinem Spalt und einem Spalt von 1,0 mm [16]

Betrachtet man die Bruchdehnung so konnte man bei der Probe mit 1,8 mm Materialdicke ohne Spalt den höchsten Wert von 18,3 % feststellen, hingegen fällt dieser Wert bei einem Spalt von 1,0 mm auf 8,5% ab. Ähnliches Verhalten konnte bei der Probe mit 3,0 mm festgestellt werden. Hier beträgt die Bruchdehnung ohne Spalt 16,3 % und bei einem Spalt von 1,0 mm lediglich 5,0%.

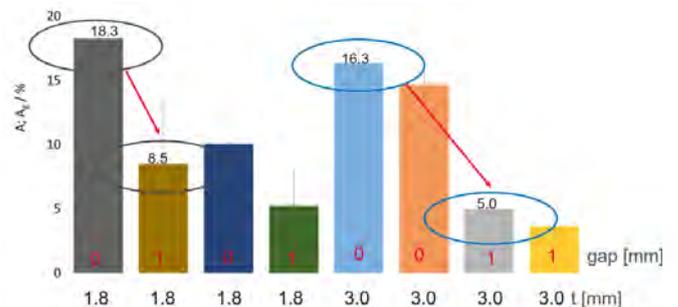


Bild 6: Ergebnisse des Scherzugversuches (Bruchrechnung) für die Materialdicken von 1,8 mm und 3,0 mm bei keinem Spalt und einem Spalt von 1,0 mm [16]

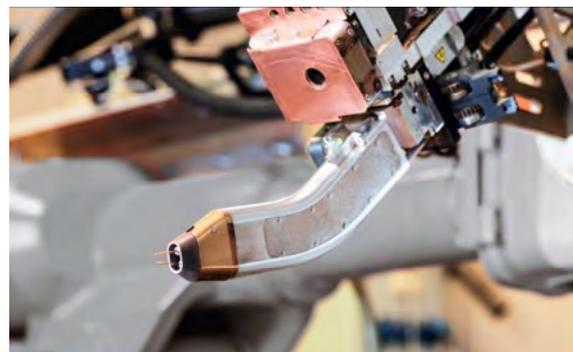


Bild 7: LaserHybrid Twin-Schweißkopf im Einsatz an einem Achsträger für die Automobilindustrie

Zusammenfassung

Aus der durchgeführten Untersuchung können wir folgende Schlussfolgerungen ziehen:

Es wurde ein innovatives LaserHybrid Twin-Verfahren entwickelt, bei dem zwei Drahtelektroden mit unterschiedlichen Durchmesser mit derselben Drahtvorschubgeschwindigkeit, aber gleichzeitig unterschiedlicher Schweißleistung zum Einsatz kommen.

Es wurde festgestellt, dass die neuartige LH Twin-Variante beim Verbindungsschweißen von spaltbehafteten Dünnschichtüberlappungen zuverlässig angewendet werden kann.

Die Vorschubgeschwindigkeit konnte beinahe verdreifacht werden, während sich gleichzeitig die

Flanschbreite des unteren Blechs im Vergleich zum herkömmlichen MAG-Tandemschweißen um ca. 40 % reduzieren ließ.

Bei beiden Wanddicken in der Versuchsreihe mit 0 mm- und 1,0 mm Spalt konnten solide Wurzelersparungsprofile ohne übermäßigen Einbrand in das untere Blech erzielt werden.

Die Härtehöchstwerte lagen bei den spaltbehafteten Bauteilen ca. 50 HV3 niedriger als bei den Prüfstücken ohne Spalte.

Beim Scherzugtest hat sich gezeigt, dass bei spaltbehafteten Proben die Zugfestigkeit als auch die Bruchdehnung merklich geringer ist.

Schriftum:

- [1] Persson JA (1956) High-speed tandem arc working. USA Patent
- [2] Diez FM, Stump KS, Ludewig HW, Kilty AL, Robinson MM, Eglund KM (2009) Dual wire welding torch and method. USA Patent
- [3] Hackl H (1996) TIME twin-a novel double wire process for joining aluminium (IIW Doc. No. XII-1439-36). Paper presented at the C-XII Session of the 49th IIW Annual Assembly, Budapest
- [4] Hedegard J, Andersson J, Tolf E, Weman K, Lundin M (2004) Enhanced Prospects for Tandem-MIG/MAG Welding. Paper presented at the C-XII Session of the 57th IIW Annual Assembly Osaka, Japan
- [5] Andersson J, Tolf E, Hedegard J The fundamental stability mechanism in TANDEM MIG/MAG welding, and how to perform implementation. In: Proceedings of the IIW International Conference. Quebec City, Canada, 2006. International Institute of Welding,
- [6] Motta M, Dutra J (2006) Effects of the variables of the double wire MIG/MAG process with insulated potentials on the weld bead geometry. *Weld Int* 20 (10):785-793
- [7] Goecke S, Hedegård J (2001) Tandem MIG/MAG Welding. *A Welding Review* Published by Esab 56 (2-3):24-28
- [8] Yudodibroto B, Hermans M, Richardson I The influence of pulse synchronisation on the process stability during TANDEM wire Arc welding. In: C-XII Session of the 59th IIW Annual Assembly 2006, Quebec City, Canada, 2006. vol IIW Doc. XII-1910-06
- [9] Yudodibroto BYB, Hermans MJA, Richardson IM Process stability analysis during tandem wire arc welding. In: C-XII Session of the 59th IIW Annual Assembly 2006, Quebec City, Canada, 2008
- [10] Chen D, Chen M, Wu C (2015) Effects of phase difference on the behavior of arc and weld pool in tandem P-GMAW. *J Mater Process Tech* 225:45-55
- [11] Scotti A, Morais CO, Vilarinho LO (2006) The effect of out-of-phase pulsing on metal transfer in twin-wire GMA welding at high current level. *Weld J* 85 (10):225-s-230-s 104.
- [12] Ueyama T, Ohnawa T, Uezono T, Tanaka M, Ushio M, Nakata K (2005) Solution to problem of arc interruption and stable arc length control in tandem pulsed GMA welding - Study of arc stability in tandem pulsed GMA welding (report 2). *Q J Jpn Weld Soc* 23 (4):526- 535
- [13] Ueyama T, Ohnawa T, Yamazaki K, Tanaka M, Ushio M, Nakata K (2005) High-speed welding of steel sheets by the tandem pulsed gas metal arc welding system. *Trans JWRI* 34 (1)
- [14] Ueyama T (2010) Welding power sources. *Weld Int* 24 (9):699-705
- [15] Schnick M, Wilhelm G, Lohse M, Füssel U, Murphy AB (2011) Three-dimensional modelling of arc behaviour and gas shield quality in tandem gas-metal arc welding using antiphase pulse synchronization. *J Phys D: Appl Phys* 44 (18):185205
- [16] Egerland, S., Staufer, H., Ruehrnoessl, M., Schorn, M. (2018). Investigation of advanced laser-MAG tandem hybrid welding for joining gap-flawed thin sheet metal parts. *Welding in the World*, 62(1), 95-

STRAHLSCHWEIßEN AM BAUSTAHL S355 – 10KW MONOMODE FASERLASER UND 15KW ELEKTRONENSTRAHL IM VERGLEICH

Jan Drechsel², Paul Hollmann¹, Udo Löschner², Rolf Zenker^{1,3}, Horst Biermann¹

1) TU Bergakademie Freiberg - Institut für Werkstofftechnik, Gustav-Zeuner-Straße 5, D-09599 Freiberg

2) Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

3) Zenker Consult, Johann-Sebastian-Bach-Str. 12, D-09648 Mittweida

Es werden Blind- und Stumpfstoßschweißversuche am Baustahl S355 dargestellt, die mittels Laser- und vergleichsweise auch mit dem Elektronenstrahl durchgeführt wurden. Als Blindschweißung konnte mit maximaler Laserstrahlleistung von 10 kW und einer Schweißgeschwindigkeit von 2 m/min sowie einer Fokusslage auf der Werkstückoberfläche eine max. Einschweißtiefe von 19,5 mm erzielt werden. Dieselbe Einschweißtiefe wurde mit einer EB-Strahlleistung von 8,8 kW erreicht, wobei die hier erzeugten Schweißnähte mit 1,1 mm in etwa doppelt so breit waren im Vergleich zu den LB Schweißungen. Bei den durchgeführten Zugversuchen lagen die Schweißnahtfestigkeiten beider Fügeverfahren etwa auf dem Niveau des Grundmaterials.

1. Einleitung

Der Einsatz von Monomode Faserlasern zum Laserschweißen (LB) ermöglicht trotz Verwendung großer Brennweiten in der Bearbeitungsoptik sehr kleine Foki auf dem Werkstück, so dass mit der hier zur Verfügung stehenden Laserstrahlleistung von 10 kW auf der Materialoberfläche im Fokus Intensitäten von mehr als 10^8 W/cm² erreicht wurden. Für vergleichende Untersuchungen wurde ein 15 kW Elektronenstrahl (EB) genutzt. Problem der hohen Leistungsdichte beider Strahlschweißverfahren kann dabei, in Kombination mit einer hohen Vorschubgeschwindigkeit, eine Erhöhung der Humpingneigung, Spritzerbildung sowie Heißrissanfälligkeit sein [1-4]. Ziel der Untersuchungen war eine Bewertung der Auswirkungen der guten Fokussierbarkeit respektive Leistungsdichte der jeweiligen Energiestrahlfverfahren auf den Schweißprozess im Hinblick auf die maximal erreichbare Einschweißtiefe sowie in Bezug auf die Vorschubgeschwindigkeit, die Nahtfestigkeit und Nahtinperfektionen.

2. Material und Versuchsdurchführung

Der S355 ist ein unlegierter Baustahl mit einer genormten Mindeststreckgrenze von 345 MPa (im Dickenbereich von ≤40 mm lt. DIN EN 10025-2). Er wird im allgemeinen Maschinen- und Anlagenbau eingesetzt und ist gut zerspan- sowie gut schweißbar. Die Materialzusammensetzung nach Herstellerangaben ist in Tab. 1 zusammengestellt.

Tab. 1: Probenmaterial - Materialzusammensetzung

S355	C	P	S	Si	Mn	Ni	Cr	Fe
[Gew.-%]	0.2	<0.03	<0.03	0.2	1.4	<0.1	0.2	Rest

Je nach zu erwartender Einschweißtiefe wurden unterschiedliche Materialdicken von bis zu 25 mm verwendet. Es wurden verschiedene Fokusslagen (FL) im Geschwindigkeitsbereich von 0,6 bzw. 1,2 m/min bis 10 m/min untersucht (vgl. Tab. 2).

Für die LB-Schweißversuche wurde ein 10 kW Monomode Faserlaser vom Typ YLS-10000-SM verwendet. Der Versuchsaufbau ist in Bild 1 dargestellt.

Tab. 2: Strahlquelle und untersuchter Parameterbereich

	LB	EB
Strahlquelle	YLS-10000-SM	15 kW EB-Anlage Typ K26-80/15
Strahlleistung	1 .. 10 kW	8 .. 14 kW
Brennweite (der Optik)	F500	Ca. 600mm
Schweißgeschwindigkeit	1,2..10 m/min	0.6 .. 10 m/min
Schutzgas	kein	kein, da Vakuum
Fokusslage	WSO, -3, -6, -9, -12	WSO, -12,5 mm, -25 mm

Die Elektronenstrahl-(EB-) Schweißversuche wurden an einer EB-Universalanlage K26/80-15 der Firma probeam-systems (Bild 2) durchgeführt. Für die Vergleichsproben zur mechanischen Prüfung wurden 25 mm dicke Blöcke aus S355 im Stumpfstoß gefügt. Hierzu wurde eine Strahlleistung von 14 kW bei einer v_s von 1,2 m/min verwendet.

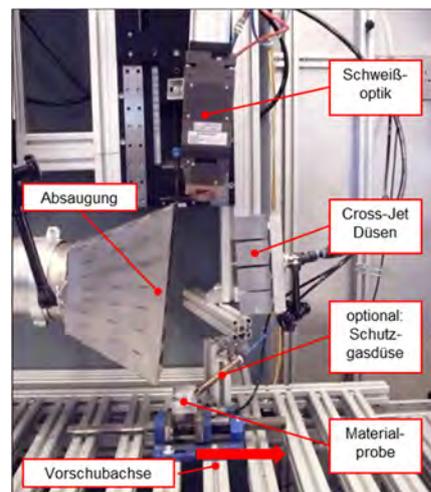


Bild 1: Versuchsaufbau zum LB-Schweißen

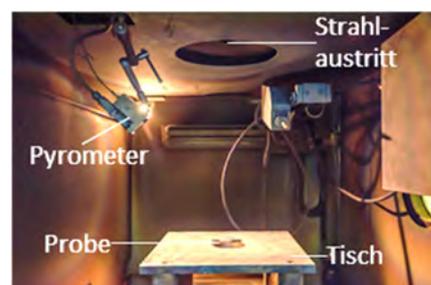


Bild 2: Arbeitsraum der EB-Schweißanlage

Die Vorschubbewegung beim Schweißen erfolgte bei beiden Schweißverfahren durch eine lineare Bewegung der Materialprobe mit einer CNC-Achse unter dem stehenden LB- bzw. EB-Strahl.

3. Ergebnisse und Diskussion

Beim LB-Blindnahtschweißen wurde bei der Fokusslage auf der Werkstückoberfläche (WSO) und 9 kW Laserleistung sowie 1,5 m/min Vorschubgeschwindigkeit bzw. mit 10 kW und 2 m/min Vorschubgeschwindigkeit ein Durchschweißen der verwendeten 19,5 mm dicken Materialproben erreicht. Mit steigender Vorschubgeschwindigkeit nahm die Einschweißtiefe (ET) entsprechend hyperbolisch ab (Bild 3). Die entstandenen Schweißnähte weisen im Kopfbereich Nahtbreiten von 0,7 mm bis 1,5 mm mit unregelmäßiger Nahtoberraupe auf (Bild 4). Mit zunehmender Streckenenergie auf bis zu 60 kJ/m nahmen im Schweißprozess die Spritzerbildung sowie die Humpingneigung zu (Bild 4, Spur 1-7). Über 120 kJ/m war eine unvollständige Nahtoberraupe bis hin zu zunehmenden Nahteinfall festzustellen (Bild 4, Spur 8-17). Mit minimaler Schweißgeschwindigkeit von 1,2 m/min und 10 kW Laserstrahlleistung konnte schließlich mit FL WSO eine maximale Einschweißtiefe 22,5 mm erreicht werden (vgl. Bild 5).

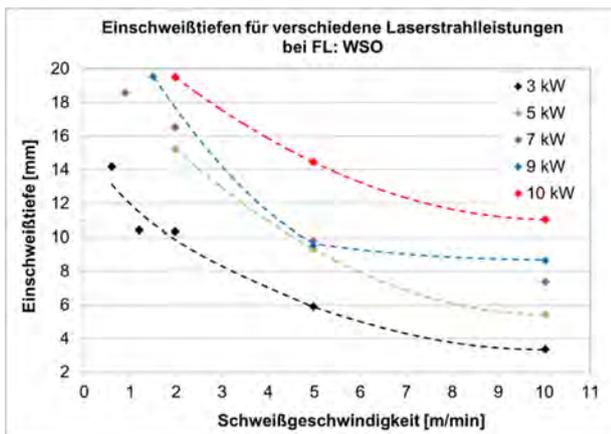


Bild 3: Abhängigkeit der ET von der Vorschubgeschwindigkeit beim LB-Blindnahtschweißen für verschiedene P_L



Bild 4: LB-Blindnaht; Spur1-7: 10m/min @ $P_L = 1-10$ kW, Spur 8-12: 5 m/min @ $P_L = 3, 5, 7, 9, 10$ kW, Spur 8-12: 2 m/min @ $P_L = 3, 5, 7, 9, 10$ kW

Aus der Literatur ist bekannt, dass mit einer Verschiebung der Fokusslage (FL) in das Material hinein, eine Erhöhung der Einschweißtiefe (ET) erreicht werden kann. Dementsprechende Versuche zeigen, dass mit

dem Schweißvorschub von 1,2 m/min und einer FL von -6 mm eine max. ET von 24,5 mm (Durchschweißung) erreicht werden konnte. Dieser Effekt nahm jedoch mit Erhöhung der Schweißgeschwindigkeit wieder deutlich ab, so dass schon bei 3 m/min kein Vorteil gegenüber einer FL WSO zu verzeichnen war. Eine Erhöhung der FL auf -9 bzw. -12 mm führte generell zu einer Reduzierung der Einschweißtiefe. Dies erklärt sich aus der Tatsache, dass durch die Fokusslagenverschiebung unter die Materialoberfläche die Intensität auf der WSO auf Grund der Laserstrahlkaustik deutlicher abnahm, was sich nachteilig auf den Tiefschweißeffekt auswirkte und auch mit einer Verbreiterung der Naht im Kopfbereich verbunden war.

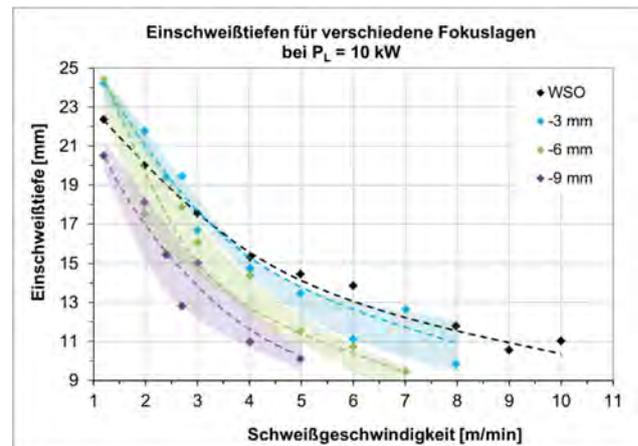


Bild 5: Einschweißtiefen beim LB-Blindschweißen mit unterschiedlichen Fokusslagen bei $P_L = 10$ kW



Bild 6: Blindnahtquerschliff: 10kW, FL - 3mm, $v_s = 3; 2; 2,5$ m/min (v.l.nr)

Die entstandenen Schweißnähte wiesen allgemein einen sehr schlanken Nahtquerschnitt mit nadelförmiger Kontur und leichtem Nahteinfall auf (Bild 6).

In Längsschliffen konnte eine Fluktuation der ET über die Nahtlänge nachgewiesen werden. Diese nahm mit Vergrößern der Fokusslagenverschiebung ins Material hinein deutlich zu (Bild 7). Der deutlichste Unterschied

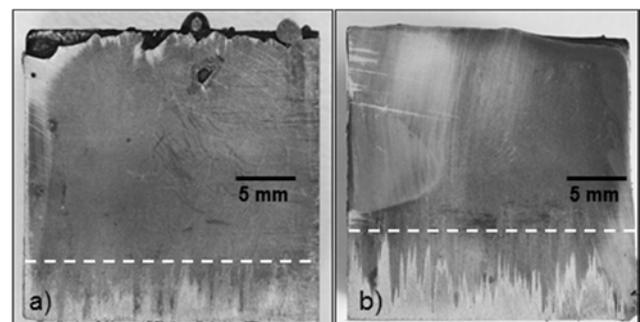


Bild 7: Fluktuation der Einschweißtiefe von Blindnahtschweißungen im Längsschliff: a) mit Fokusposition -3 mm und b) Fokusposition -6 mm (Parameter: $P_L = 10$ kW, $v_s = 1,2$ m/min)

im Vergleich zum Blindnahtschweißen ist bei

I-Nähten (Stumpfstoß) die Ausprägung einer homogenen Nahtoberraupe, während bei vergleichbaren Prozessparametern beim Blindnahtschweißen Naht-einfall festzustellen war (Bild 8).

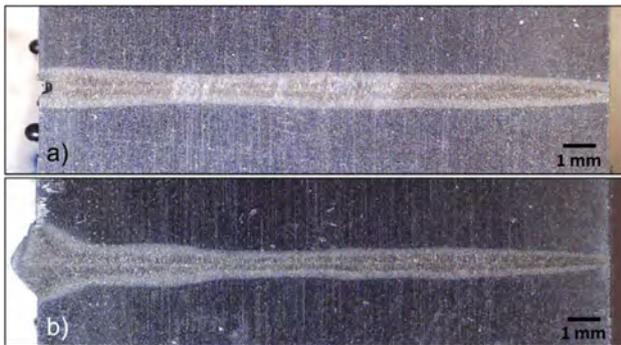


Bild 8: Vergleich der Nahtquerschnitte: a) Blindnaht und b) I-Naht (Parameter: $P_L = 10 \text{ kW}$, $v_s = 2 \text{ m/min}$)

Bei der Härtemessung (HV0,5) war im Allgemeinen im Schweißgut eine deutliche Härtezunahme von bis zu 75% in Bezug auf die Grundhärte festzustellen. Exemplarisch ist in Bild 9 der Vergleich von Blind- und I-Nahtschweißen für den Parametersatz $P_L = 10 \text{ kW}$, $v_s = 2 \text{ m/min}$ dargestellt. Beim I-Nahtschweißen liegt die gemessene Härte von 395 HV0,5 im vergleichbaren Bereich zur Blindschweißung mit 372 HV0,5. Die gemessene Abweichung kann mit der etwas veränderten Messposition, die bei der I-Nahtschweißung mehr im Materialvolumen lag, erklärt werden. Somit ist von einer stärkeren Wärmeableitung in das umgebende Material auszugehen, was einen größeren Bereich der Aufhärtung bewirken kann.

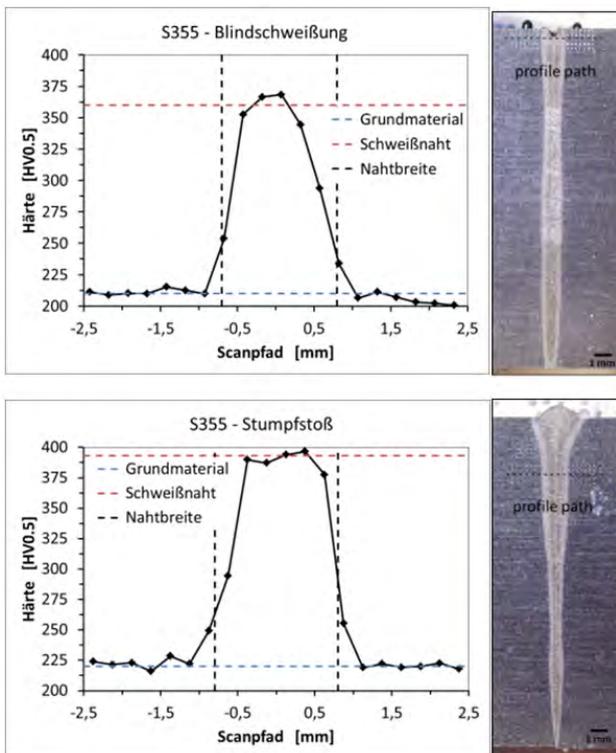


Bild 9: Härtemessung und Nahtquerschliff beim LB-Schweißen im Vergleich, oben: Blindnaht; unten: Stumpfstoßschweißnaht

Im Vergleich der I-Nahtquerschliffe von LB- und EB-Schweißen bildete sich beim LB-Schweißen ein

etwas unregelmäßiger Schweißnahtkopf (vgl. Bild 10 a und f). An der EB-Naht sind im Querschliff keine Schweißfehler festzustellen. Aufgrund der hohen Abkühlraten entsteht bei beiden Schweißverfahren Martensit im Schmelzvolumen. Bedingt durch den C-Gehalt des S355 (vgl. Tab. 1) zeigt die WEZ einen vom Grundwerkstoff (GW) ausgehend kontinuierlichen Übergang von grobem zu feinem Perlit bis hin zur martensitischen Schweißnaht (vgl. Bild 10b, d).

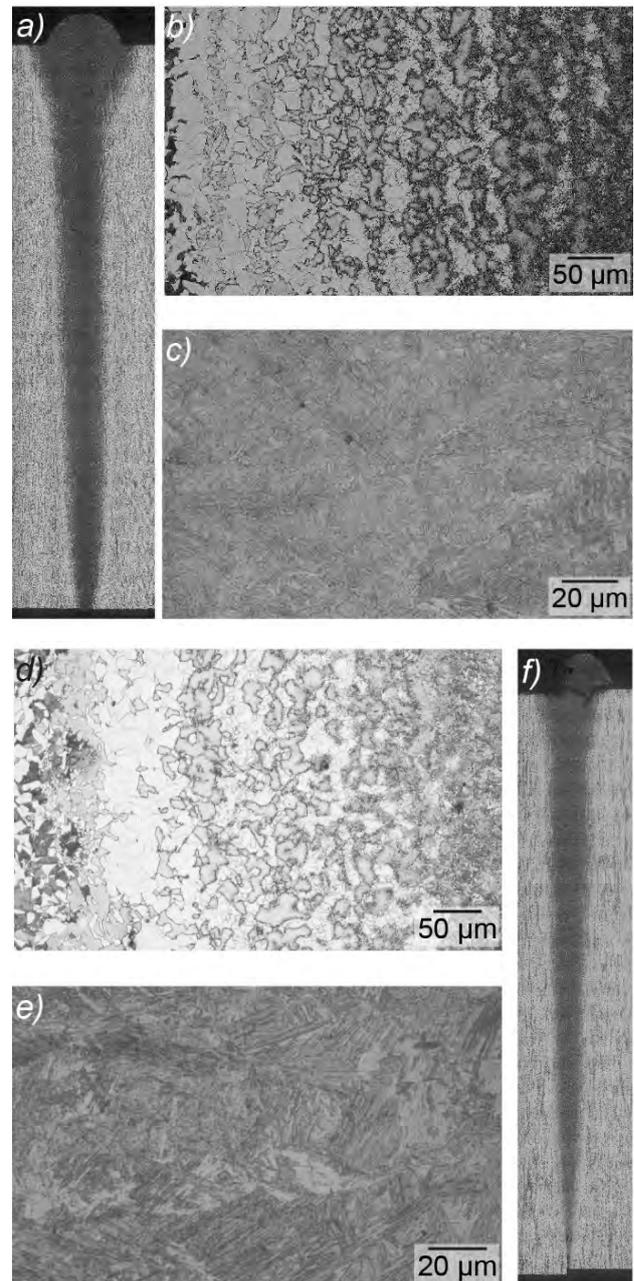


Bild 10: Vergleich der Mikrostruktur S355: a) Übersichtsaufnahme EB, b) WEZ-EB, c) SN-EB, d) WEZ-LB, e) SN-LB, f) Übersichtsaufnahme LB; a, f) Blechdicke: 25 mm [5]

Die Härteverläufe anhand der Querschliffe (siehe Bild 11) ergänzen und bestätigen die mikrostrukturellen Ergebnisse. Der kleinere Spotdurchmesser des LB führt zu einer geringeren Schweißnahtbreite sowie zu einer schmalen WEZ. Der Härteverlauf von der Schweißnaht über die WEZ zum Grundwerkstoff zeigt beim LB-Schweißen einen deutlich diskontinuierlichen Übergang während beim EB-Schweißen ein

kontinuierlicher Übergang auf das Niveau des Grundwerkstoffs festzustellen ist. Dies ist auf einen steileren Temperaturgradienten während der Abkühlphase nach dem LB-Schweißen zurückzuführen. Dieser resultiert wiederum aus dem kleineren Laserspotdurchmesser respektive dem Schmelzvolumen bei der Erwärmung.

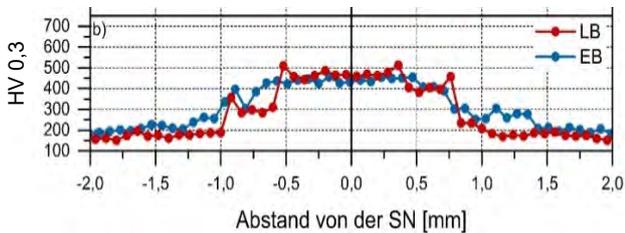


Bild 11: Vergleich der Härteverläufe über den Nahtquerschnitt von LB und EB [5]

Die statische Zugfestigkeitsprüfung an den geschweißten Proben zeigt einen leichten Rückgang von Zugfestigkeit R_M und Streckgrenze R_{eH} bzw. $R_{p0,2}$, der auf Anlasseffekte in der Wärmeeinflusszone (WEZ) zurückzuführen ist. Der Großteil der Proben versagte im Grundwerkstoff (GW) bzw. an dessen Übergang zur WEZ (Bild 12), so dass von einem Overmatching der Schweißverbindungen auszugehen ist. Das bedeutet, dass die Festigkeit der Schweißnaht die des GW übersteigt, weshalb unter statischer Belastung die Fügeverbindung keine Schwächung eines geschweißten Bauteils darstellt.

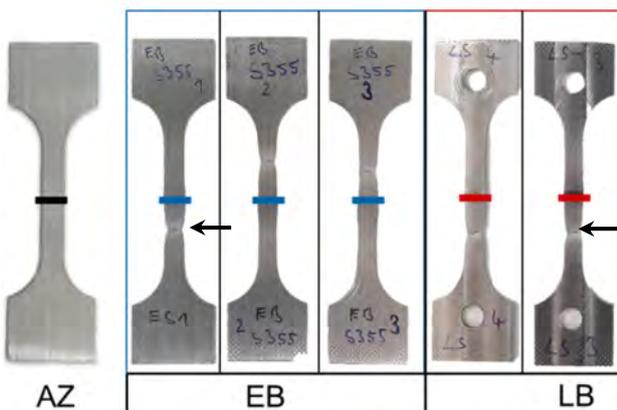


Bild 12: Proben Zugversuch; links: Ausgangszustand-AZ, EB- und LB-Proben nach dem Zugversuch: --Fügestelle, ←Bruchstelle

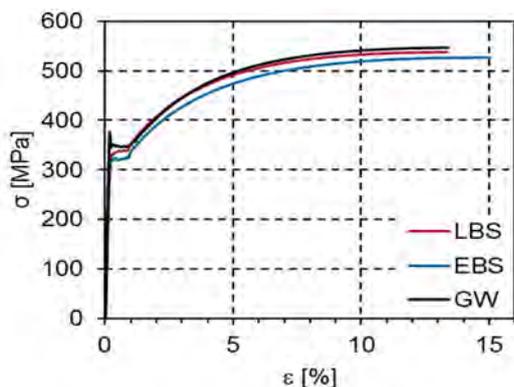


Bild 13: Spannungs-Dehnungsdiagramm der LB- und EB-I-Nahtschweißnähte im Vergleich zum GW [5]

4. Zusammenfassung

LB- und EB-Schweißen brachte grundsätzlich vergleichbare Ergebnisse. Die Blindschweißnähte wiesen einen sehr schlanken Nahtquerschnitt mit nadel-förmiger Kontur und leichtem Nahteinfall auf.

Es wurden maximale Einschweißstiefen von bis zu 24,5 mm (Durchschweißung der Proben) erzielt. Es war eine deutliche Aufhärtung der Schweißnaht festzustellen. Im Zugversuch versagten die I-Nähte im Grundwerkstoff (Overmatching).

Danksagung

Diese Untersuchungen wurden in einem Kooperationsprojekt zusammen mit der TU Bergakademie Freiberg und Förderung aus Mitteln des Freistaats Sachsen (Förderkennzeichen: 100284645/3392 sowie 100285081/3392) ermöglicht.

STAATSMINISTERIUM
FÜR WISSENSCHAFT
UND KUNST



Literaturverzeichnis

- [1] Drechsel, J., Loeschner, U., Wagner, M., Barth, J. & Schille, J. (2015) High-speed laser welding of different steel grades with a 3 kW single-mode cw fiber laser, Proc. of LAMP2015, May 26-29, 2015, Kytakyushu, Japan, 254.
- [2] Li, S., Chen, G., Zhang, M, Zhou, Y. & Zhang, Y. (2014) Dynamic keyhole profile during high-power deep-penetration laser welding, Journal of Materials Processing Technology, Volume 214, Issue 3, 565-570.
- [3] Zhang, M., Zhang, Z., Tang, K., Mao, C., Hua, Y. & Chen, G. (2018) Analysis of mechanisms of underfill in full penetration laser welding of thick stainless steel with a 10 kW fiber laser, Optics and Laser Technology, Volume 98, 97-105.
- [4] Hollmann, P.; Moritz, E.; Zenker, R. (2018) EB-Hochrateschweißen – Herausforderungen und Lösungsansätze. Proc. of 4. Kolloquium Thermische Elektronenstrahltechnologien, 24.-25.01.2018; Freiberg.
- [5] Hollmann, P. et.al. (2019) Vergleichende Untersuchungen zum Elektronen- und Laserstrahlschweißen von Vergütungs- und Baustahl. HTM Journal of Heat Treatment and Materials (eingereicht).
- [6] Drechsel, J., et.al. (2013) Highspeed laser welding of steel using a high-power single-mode continuous-wave fiber laser, in Proc. of SPIE Vol. 8603: Photonics West 2013, February 2-7, 2013, San Francisco, California, USA, 86030L-1-L-10.
- [7] Drechsel, J., Loeschner, U., Schwind, S., Hartwig, L., Schille, J., Exner, H., Huebner, P. & Eysert, A. (2015) Hochgeschwindigkeits-Laserstrahlschweißen von Stahl mit einem 3 kW Monomode-Faserlaser, Scientific Reports, Journal of the University of Applied Sciences Mittweida 4/2015, 152-157.
- [8] Loeschner, U., Drechsel, J. & Hanelt, K. (2018) Laser welding of AISi12 and S355 with a 10 kW single mode fiber laser, in Proc. of 10th Intern. Laser Symposium, February 27 – 28, 2018, Dresden, Germany, 74.

CHARAKTERISIERUNG DES LASERSTRAHLSCHOCKHÄRTENS ZUR RANDSCHICHTVERFESTIGUNG AM BEISPIEL EINER AL-SI-GUSSLEGIERUNG

Michael Güpner, Daniel Hörig, Robert Pätzold, Jens Bliedtner
Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Carl-Zeiss-Promenade 2, D-07745 Jena

Mittels Laserstrahlschockhärten ist es möglich die mechanischen Eigenschaften, wie beispielsweise die Härte, um ca. 30 % zu steigern und die Eigenspannungen derart zu ändern, dass die Ermüdungsbeständigkeit von Metallen signifikant erhöht wird. Dazu wird auf der Werkstückoberfläche, mittels eines gepulsten Nd:YAG-Lasers, ein Plasma erzeugt. Die Ausbreitungsenergie dieser Gaswolke überträgt einen Impuls auf die Werkstückoberfläche. In der Randzone des Werkstücks breitet sich eine Schockwelle aus, wodurch die Versetzungsdichte steigt. Im vorliegenden Paper erfolgte eine umfassende Charakterisierung des innovativen Härteverfahrens zur Erarbeitung eines grundlegenden Prozessverständnisses. Die gewonnenen Erkenntnisse wurden anschließend auf industriell relevante Applikationen übertragen. Ein Anwendungsbeispiel stellen aus Al-Si-Legierungen gefertigte Hubkolben dar. Werden die hochbelasteten Bereiche (bspw. Kolbenmulde) selektiv mittels Laserstrahlschockhärten bearbeitet, können im Vergleich zu konventionellen Härteverfahren gleiche Härtewerte bei einer deutlich höheren Wärmeleitung im Bauteil erzielt werden.

1. Einleitung und Grundlagen des Laserstrahlschockhärten

Das Laserstrahlschockhärten stellt ein alternatives Fertigungsverfahren zur Oberflächenmodifikation von metallischen Werkstoffen dar. Die Verfahrensgrundlagen weisen Parallelen zum Wirkmechanismus des Kugelstrahlens auf. Die Einkopplung hochenergetischer Laserpulse bewirkt eine Plasmaausbildung an der Oberfläche der metallischen Probe. Durch die Expansion des Plasmas wird ein Impuls auf die Werkstückoberfläche übertragen. Die oberflächennahen Schichten erfahren eine elastisch-plastische Verformung und die Ausbreitung einer Schockwelle im Material wird induziert. Die Steigerung der Versetzungsdichte führt zur Ausbildung von Druckeigenspannungen, welche eine Kaltverfestigung in der Wechselwirkungszone bewirkt.[1]

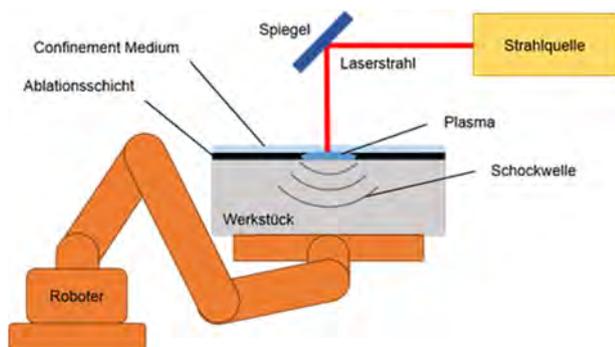


Bild 1: Verfahrensprinzip des Laserstrahlschockhärten

Abb.1 illustriert das Verfahrensprinzip des Laserstrahlschockhärten. Zur Steigerung der Eindringtiefe der Schockwelle wird die Expansion des Plasmas durch ein Abdeckmedium begrenzt, wodurch die kinetische Energie des Impulses gesteigert wird. Zumeist finden hier Wasser oder silicatische Werkstoffe Anwendung. Als Absorptionsmedium werden dünne Folien, Lacke oder Isolierband zwischen die Werkstückoberfläche und die Abdeckschicht positioniert. Dies bewirkt die Steigerung der Absorption der Laserstrahlung und schützt die Werkstückoberfläche vor

Verletzungen und Verfärbungen. Bei optimaler Prozessführung wird ausschließlich die Oberfläche des Absorptionsmediums ablatiert. Nach dem Entfernen der Absorptionsschicht sollte eine leicht deformierte, metallisch blanke Oberfläche zu sehen sein.

Die Berechnung des an der Werkstückoberfläche wirksamen Druckes ist in [1] beschrieben und hängt neben der verwendeten Deckschicht von der Strahlungsintensität ab. Die Einflussgrößen dabei bilden die Pulsspitzenleistung und der auf der Werkstückoberfläche abgebildete Strahldurchmesser.

2. Stand der Technik und Motivation

Zur Plasmabildung kommen gemeinhin gepulste Festkörperlaser mit Pulslängen im Bereich von einigen Nanosekunden und Pulsenergien im Bereich von einigen Joule, bei geringen Repetitionsraten (ca. 10 Hz), zum Einsatz. Die Strahldurchmesser auf der Werkstückoberfläche liegen im Bereich weniger Millimeter.

Das Laserstrahlschockhärten kommt bevorzugt zum Einsatz, um die Dauerfestigkeit von Bauteilen zu steigern oder einer oberflächennahen Rissbildung und –ausbreitung entgegen zu wirken. Ein weiteres Einsatzgebiet stellt das selektive Randschichthärten von metallischen Werkstoffen dar. Im Vergleich zum martensitischen Randschichthärten kann eine flexible, überlappende Bearbeitung ohne einen Härteabfall in der überlappenden Zone der einzelnen Härtespuren realisiert werden. Weiterhin können auch nichtumwandlungsfähige, metallische Werkstoffe prozessiert werden.

Typische Aluminiumgusserzeugnisse im Automobilbau, wie bspw. Hubkolben, Zylinderköpfe oder Motorblöcke werden meist einem Kalt- oder Warmauscheidungshärteprozess unterzogen. Dabei erfährt das gesamte Bauteil eine Härtesteigerung, obwohl zum Teil eine oberflächennahe Erhöhung der Härte im Bereich von Funktionsflächen genügen würde. Hubkolben für Verbrennungsmotoren werden bspw. häufig aus übereutektischen Al-Si-Legierungen zur Härtesteigerung gefertigt [2]. Alternativ werden Legierungselemente wie Cu, Ni oder Mg beigemischt,

um einen Kaltausscheidungsprozess zu bewirken [3]. Die genannten Legierungselemente führen dabei je nach Gehalt zu einer Verminderung der Wärmeleitfähigkeit, welche einen gewichtigen Einfluss auf die Abfuhr der Wärme vom Brenraum beziehungsweise der Kolbenmulde hat. Resultierend daraus sind mögliche thermische Spannungen oder überproportional heiße, lokale Zonen während des Verdichtungsprozesses, welche die Lebensdauer herabsetzen können. Das Laserstrahlschockhärten könnte eine geeignete Verfahrensalternative zur konventionellen Nachbehandlung der Kolbenmulden darstellen, da der erforderliche zonale Härteanstieg auch bei eutektischen, niedrig legierten AlSi-Werkstoffen bewirkt werden kann, was die Wärmeabfuhr im Kolben in Folge einer verbesserten Wärmeleitfähigkeit begünstigt.

3. Versuchsaufbau

Abb. 2 zeigt den Aufbau des Versuchsstandes zum Prozessieren mit Wasser als Abdeckmedium. Laser Strahlquelle kam der lampengepumpte Festkörperlaser Quanta Ray 350 Pro von der Firma Spectra Physics zum Einsatz. Das System verfügt über eine Wellenlänge von 1064 nm, eine Repetitionsrate von 10 Hz und Pulslängen von 8 bis 12 ns. Die maximale Pulsenergie ist mit 2,5 J spezifiziert. 2,4 J konnten messtechnisch nachgewiesen werden.

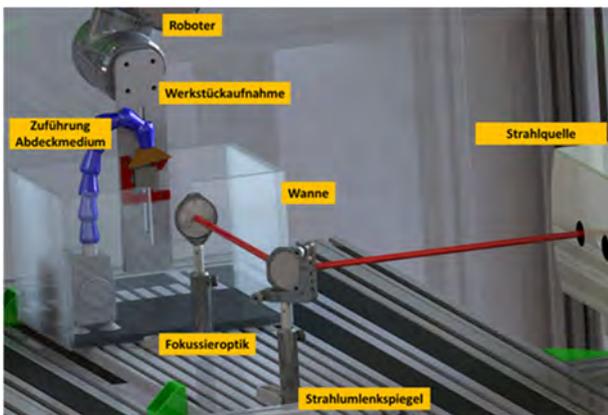


Bild 2: Versuchsstand für das Prozessieren mit Wasser als Abdeckmedium

Um einen simplen optischen Aufbau zu ermöglichen wurde das Prinzip der inversen Kinematik beim roboterbasierten Versuchstand realisiert.

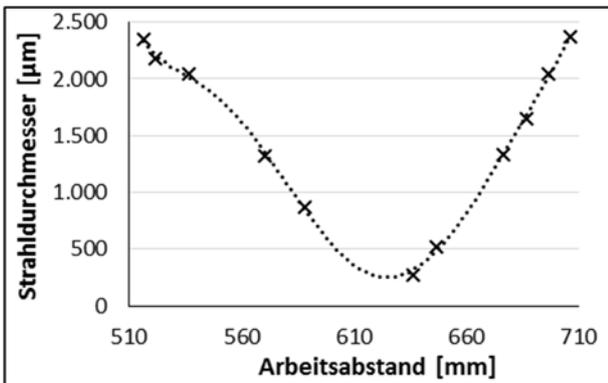


Bild 3: Durchmesser der Laserstrahlung in Abhängigkeit des Arbeitsabstandes

Die Strahlkaustik wurde wegen der sehr hohen Pulsenergien mittels eines Eigenaufbaus messtechnisch qualifiziert und ist in Abb. 3 dargestellt.

Die Mikrohärtemessung erfolgte nach Vickers [4] an werkstofftechnisch präparierten Proben im Querschliff. Dazu wurde zuerst in einer Tiefe von 135 μm der horizontale Härteverlauf ermittelt und somit die Mitte der Wechselwirkungszone bestimmt [5]. Anschließend erfolgte zur Bestimmung der Einhärtetiefe, ausgehend von der Mitte der Wechselwirkungszone, die vertikale Härtemessung. In einem Abstand von 135 μm wurden Messpunkte bis zum Erreichen der Grundhärte gesetzt. Die Grundhärte des Materials wurde über einen Probenumfang von 102 Beobachtungen auf 91,4 HV 0,1 mit einer Standardabweichung von ± 5,1 HV 0,1 ermittelt.

4. Ergebnisse und Diskussion

4.1 Prozessfenster Einzelpulse

Zu Beginn der experimentellen Untersuchungen wurde ein Prozessfenster an Hand von Einzelpulsen bestimmt. Dazu wurde der Druck an der Bauteiloberfläche durch die Anpassung des Strahldurchmessers und der Pulsenergie zwischen 0,6 und 5 GPa variiert. Als Deck- und Absorptionsschicht fanden Wasser und Isolierband Anwendung.

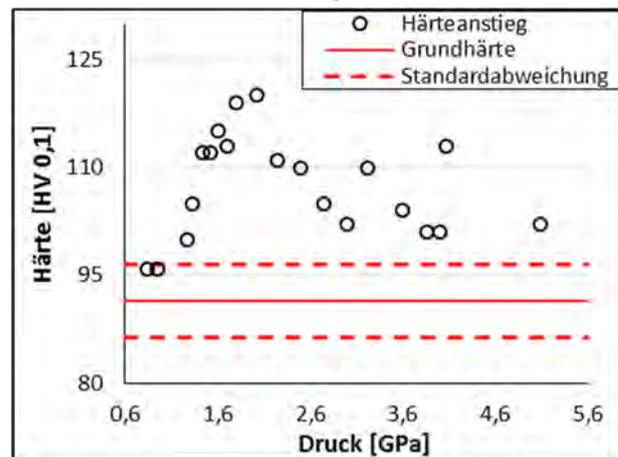


Bild 4: Härte in Abhängigkeit des kalkulierten Drucks bei einer konstanten Tiefe von 135 μm

Die Härte steigt ab einem Druck von ca. 1 GPa an. Durch die Steigerung des Druckes wurden innerhalb des Prozessfensters Maximaldrücke von ca. 115 HV 0,1 erreicht (Abb. 4). Ab einem Druck von 2,5 GPa sinken die Härtewerte wieder auf ca. 100 HV 0,1 ab. Die Ursache hierfür ist in [1] und [6] beschrieben.

Bei Drücken größer 2,5 GPa treten Messpunkte erhöhter Härte auf. Diese sind als Ausreißer zu betrachten und können durch unterschiedliche Ursachen hervorgerufen werden. Beispielsweise können die Messungen stochastisch im Bereich von Korngrenzen erfolgen, die zumeist eine erhöhte Härte aufweisen, oder in Zonen von intermetallischen Phasen, die sich bei Al-Si-Legierungen ausbilden können [7].

Als Arbeitspunkt für die weiteren Untersuchungen wurden ein Strahldurchmesser von 2 mm und eine

Pulsenergie von 1 J ausgewählt, woraus ein kalkulierter Druck von ca. 2 GPa resultiert.

4.2 Einfluss Absorptions- und Abdeckmedium

Nach der Bestimmung des Prozessfensters wurde der Einfluss des Abdeckmediums untersucht. Glas als Festkörper kann die Ausbreitung des Plasmas effektiver einschränken im Vergleich zu Wasser. Allerdings können ausschließlich planare Oberflächen prozessiert werden. Damit das Glas nicht durch die Wechselwirkung reißt, sind Materialstärken größer 5 mm notwendig. Allerdings weisen auch größere Materialstärken schon nach dem ersten Puls Verletzungen und Ausplatzungen auf (Abb. 5), sodass eine flächige, überlappende Bearbeitung kaum möglich ist, da mit jedem neuen Puls das Deckglas erneuert werden muss.

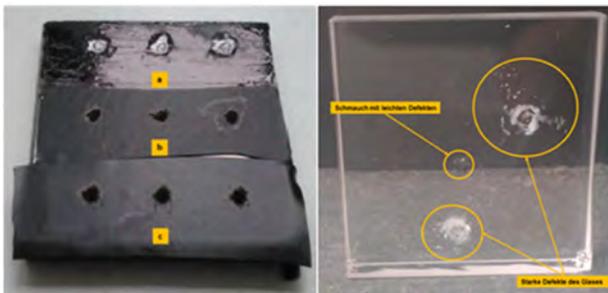


Bild 5: Links: Verschiedene Absorptionsmedien a) Lack (ca. 50 µm dick) b) Isolierband (100 µm dick) c) Isolierband (230 µm dick); Rechts: defektbehaftetes Glas als Abdeckmedium nach dem Prozessieren

Wasser als Abdeckmedium unterstützt den Härteprozess im Vergleich zu dem Prozessieren ohne Abdeckmedium und gewährleistet die Bearbeitung dreidimensionaler Strukturen. Allerdings zeigten Wasserfilmdicken von 1, 2 und 4 mm bei Einzelpulsuntersuchungen stets eine maximale Härte von ca. 115 HV_{0,1} und eine Einhärtetiefe von ca. 1,2 mm. Die Dicke des Wasserfilms zeigt im untersuchten Parameterfeld keinen signifikanten Einfluss auf das Härteergebnis, was als positiv zu bewerten ist, da Schwankungen des Wasserfilms beim Prozessieren zulässig sind und somit ein simples Wasserzufuhrkonzept ausreichend ist.

Die Dicke des Absorptionsmediums zeigt einen Einfluss auf das Härteergebnis. In Abb. 6 ist die Tiefenverfestigung für einen Lack der Dicke von ca. 50 µm und Isolierbänder der Materialstärke von 100 und 230 µm dargestellt. Der Lack und das 100 µm starke Isolierband zeigten grundsätzlich ein vergleichbares Härteergebnis. Wegen der geringen Dicke wurde der Lack im Bereich der Wechselwirkungszone vollständig ablatiert, woraus Verletzungen an der Probenoberfläche resultierten (Abb. 5). Weiterhin ist der Lack aufwendiger nach dem Prozessieren zu entfernen im Vergleich zum Isolierband. Nach dem simplen manuellen Abziehen des Isolierbandes waren metallisch blanke Oberflächen mit den für das Laserstrahlschockhärten charakteristischen, leichten Oberflächenverformungen (Tiefe einige Mikrometer) zu beobachten.

Die Materialstärke von 230 µm zeigt im Trend eine geringere Maximalhärte und einen stärkeren Abfall der Härte mit zunehmender Tiefe (Abb. 6). Die Ursache hierfür könnte in der vergleichsweise hohen Materialstärke und der Elastizität des Isolierbandes begründet sein. Ein erhöhter Anteil der durch das Plasma bereitgestellten kinetischen Energie muss zur elastischen Verformung des Isolierbandes aufgewendet werden und trägt somit nicht zur elastisch-plastischen Verformung des Grundmaterials bei.

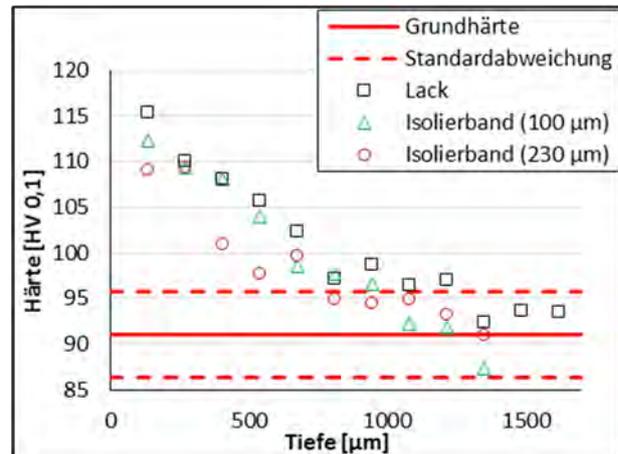


Bild 6: Die Härte in Abhängigkeit von der Tiefe und des Absorptionsmediums.

Aufgrund der gewonnen Erkenntnisse wurden alle weiteren experimentellen Untersuchungen mit 100 µm starkem Isolierband und Wasser durchgeführt.

4.3 Flächige Bearbeitung

Die Erkenntnisse aus den Einzelpulsversuchen wurden im nächsten Schritt auf die flächige Bearbeitung transferiert. Dazu wurden Quadrate mit einer Kantenlänge von 7 mm mit Überlappungsgraden zwischen 20 und 90 % untersucht. Der Überlappungsgrad ist in x und y-Richtung identisch gewählt worden.

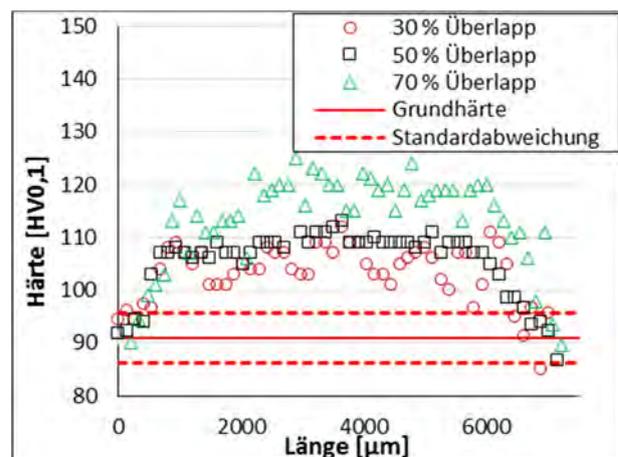


Bild 7: Der horizontale Härteverlauf in einer Tiefe von 135 µm bei flächigen Bearbeitungen in Abhängigkeit des Pulsüberlappungsgrades

Abb. 7 illustriert den horizontalen Härteverlauf in einer Tiefe von 135 µm parallel zur Werkstückoberseite im

Querschleiff. Exemplarisch dargestellt sind Überlappungsgrade von 30, 50 und 70 %. Die Überlappungsgrade von 30 zeigen einen alternierenden horizontalen Härteverlauf mit Werten zwischen 100 und 110 HV 0,1. Die Anzahl der Peaks im Härteprofil entspricht der Anzahl der applizierten Pulse. Im Randbereich der jeweiligen Pulse kommt es zu einem Härteabfall. Dieser kann durch die Erhöhung des Überlappungsgrades eliminiert werden. Ab Überlappungsgraden von 50 %, bezogen auf den genannten Arbeitspunkt, bildet sich ein merklich homogenerer horizontaler Härteverlauf aus mit Härtewerten im Bereich von 110 HV 0,1.

Wird der Überlappungsgrad auf Werte größer-gleich 70 % gesteigert, werden höhere Maximalhärten von bis zu 125 HV 0,1 erreicht. Dies entspricht dem Maximalwert, der ebenfalls bei herkömmlichen Verfestigungsverfahren wie dem Kalt- oder Warmausscheidungshärten erreicht werden kann. Überlappungsgrade größer 70 % führen folglich zu keiner weiteren Steigerung der Härte. Da via Laserstrahlschockhärten gleiche Härtewerte wie beim Ausscheidungshärten nachgewiesen werden konnten, bildet das Verfahren eine Alternative zu den genannten herkömmlichen Härteverfahren und ist somit geeignet um die beschriebenen Al-Si-Kolbenmulden selektiv zu härten.

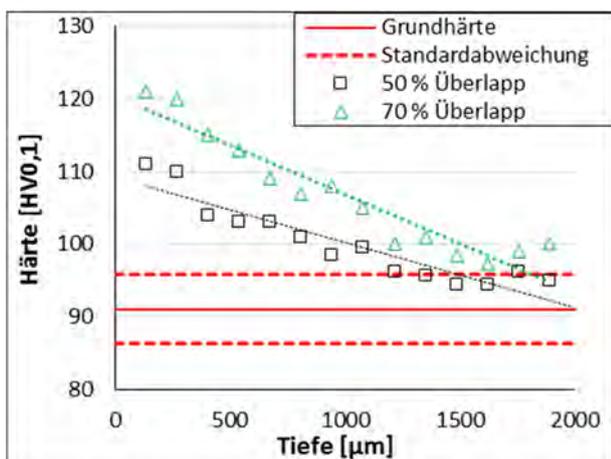


Bild 8: Die Härte in Abhängigkeit von der Tiefe und des Überlappungsgrads.

Abb. 8 zeigt die Tiefenverfestigung der Überlappungsgrade von 50 und 70 %. Wegen des inhomogenen horizontalen Härteverlaufs, wurde bei Überlappungsgraden kleiner 50 % keine Tiefenverfestigung gemessen. Der Überlappungsgrad von 50 % liegt mit einer maximalen Einhärtetiefe von 1,5 mm auf dem Niveau der Einzelpulscharakteristik. Die Steigerung des Überlappungsgrades auf 70 % bewirkt eine Erhöhung der Einhärtetiefe auf ca. 2 mm. Die Steigerung der Härte in einer Tiefe von 135 µm mit wachsendem Überlappungsgrad verhält sich proportional zur Erhöhung der Einhärtetiefe.

5. Zusammenfassung

Das Laserstrahlschockhärten ist ein geeignetes Verfahren zur selektiven, oberflächennahen Verfestigung von Aluminiumdruckgusserzeugnissen. Aus

dem ermittelten Prozessfenster konnte ein Arbeitspunkt von 2 J bei einem Strahldurchmesser von 2 mm für den Einzelpulsbetrieb abgeleitet werden. Ein Wasserfilm als Abdeckmedium steigert die Maximalhärte. Die Variation der Dicke des Wasserfilms zeigt im untersuchten Parameterraum keinen Einfluss auf das Härteergebnis. Im Gegenzug dazu sollte das Absorptionsmedium eine Mindestdicke von ca. 100 µm aufweisen, um die Bauteiloberfläche vor Verletzungen zu schützen. Steigt die Dicke auf 200 µm, treten Dämpfungseffekte auf, welche die erreichbare Maximalhärte reduzieren. Homogene EinhärtEZonen wurden bei der flächigen Bearbeitung ab einem Überlappungsgrad von 50 % eingestellt. Die maximale Einhärtetiefe von 2 mm konnte ab einem Überlappungsgrad von 70 % erreicht werden. Dabei konnte eine Maximalhärte, in der Tiefe von 135 µm unterhalb der Werkstückoberfläche, von ca. 125 HV gemessen werden. Dieser Wert entspricht dem Maximum, dass bei herkömmlichen Verfestigungsverfahren wie dem Kalt- oder Warmausscheidungshärten erreicht werden kann.

Danksagung

Die Forschungsergebnisse wurden im Rahmen eines vom Freistaat Thüringen geförderten Vorhabens erarbeitet, welches durch Mittel der Europäischen Union im Rahmen des Europäischen Fonds für regionale Entwicklung (EFRE) kofinanziert wurde (Projekt-Nr.: 2016 VF 0018).

Literaturverzeichnis

- [1] R. Fabbro, J. Fournier, P. Ballard, D. Devaux J. Virmont, Physical study of laser-produced plasma in confined geometry, Journal of Applied Physics Band 68 Nr. 2 (1990).
- [2] Mahle GmbH, Kolben und motorische Erprobung, Stuttgart: Springer Vieweg, 2010.
- [3] F. Stadler, L. Antrekowitsch, W. Fragner, H. Kaufmann, P. J. Uggowitzer, Einfluss der Hauptlegierungselemente auf wichtige physikalische Eigenschaften warmfester AlSi-Gusslegierungen. Giesserei, Band 99 Nr. 10, (2012) 100-108.
- [4] DIN EN ISO 14577, Metallische Werkstoffe-Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter, (2018).
- [5] DIN EN ISO 6507, Metallische Werkstoffe-Härteprüfung nach Vickers, (2006).
- [6] P. Peyre, R. Fabbro, L. Berthe und C. Dubouchet, „Laser shock processing of materials, physical processes involved and example of applications,“ Journal of Laser Applications, Band. 8 Nr. 3, (1996) 135-141.
- [7] M. Rosefort, C. Matthies, H. Buck, Bestimmung von α - und β -AlFeSi-Phasen in Aluminium-Knetlegierungen, Essen: TRIMET ALUMINIUM AG.

MICRO-STRUCTURING OF MULTI-LAYERED a-C:H:W/a-C:H COATINGS USING ULTRASHORT LASER PULSES

Yang Lu¹, Henning Hasselbruch², Hamza Messaoudi¹, Andreas Mehner²,
Christian Werner¹, Frank Vollertsen^{1,3}

¹BIAS - Bremer Institut für angewandte Strahltechnik GmbH, Klagenfurter Str. 5, D-28359 Bremen

²IWT - Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien, Badgasteiner Str. 3, D-28359 Bremen

³Universität Bremen, Bibliothekstr. 1, D-28359 Bremen

The reduction of wear in tribological systems is important for numerous engineering applications. On the one hand, hard coatings such as hydrogenated amorphous carbon (a-C:H) coatings exhibit a positive effect on tool wear due to their high hardness and low tendency to adhesion against different metallic materials. On the other hand, laser micro-structuring of functional surfaces has been proved to increase the tribological performance. To combine the advantages of both technologies, the micro-structuring of a multilayered a-C:H:W/a-C:H coating system using ultrashort pulse laser is presented. The coatings were firstly deposited by reactive magnetron sputtering on hardened 1.2379 steel substrates and subsequently textured by using < 10 ps pulses at a wavelength of 1030 nm. The evolution of the surface micro-topography in dependence of the pulse energy and the pulse repetition was examined by confocal laser scanning microscopy and Raman spectroscopy. The laser treatment of the a-C:H:W/a-C:H coating started with a surface swelling due to the effect of graphitization, while that of the CrN_x layer proceeded with a homogeneous removal and occurrence of LIPPS-structures.

1. Introduction

In recent years great efforts have been made to reduce the friction and wear for numerous tribological systems, such as forming tools. Notable methods are the application of protective coatings such as diamond like carbon (DLC) film [1] and surface structuring [2] or a combination of both [3].

Using laser perforated metallic masks, micro-textured DLC coatings with different interspace distances (25 μm to 75 μm) and structure diameters (10 μm to 150 μm) were applied on a tungsten carbide-cobalt hard alloy and tribologically evaluated under dry sliding conditions using ball-on-disc friction tests. Thereby it has been shown that a low and stable coefficient of friction (COF) can be achieved by understanding the correlation between the geometrical DLC-pattern design and the related friction conditions, which include the ejection of wear debris from the contact interface and the stress concentration on the DLC structure [4]. Similar results have also been achieved by applying a direct laser texturing of an a-C:H(:W) multi-layered coating system. With increasing the diameter of circular dimple patterns from 50 μm to 150 μm, the COF under dry conditions could be gradually reduced from 0.25 to 0.1 after a sliding distance of approx. 1.5 km (20.000 cycles) [5]. The as-mentioned investigations exhibit the high potential of a small functionalized DLC surface to control and reduce friction and wear for various tribological applications. However, the chemical related influence of laser induced energy on the graphitization and the corresponding tribological behavior of multi-layered a-C:H(:W) coating system is not fully understood. To investigate the friction conditions in dependence of the different DLC compound layers, it is required to control the laser ablation depth with aim to enable a direct contact with the test ball or pin.

In this study a systematic approach is conducted for investigating the removal behavior and evolution along the different single layers of the same multi-layered a-C:H(:W) coating system tribologically tested in

Hasselbruch et al. [5] by using a static ps-pulsed laser irradiation. The pulse energy E_p and the pulse repetition n_p are considered as the main process parameters and are varied during the experimental investigation. The resulting surface modifications mainly spot depth and diameter are evaluated using confocal laser scanning microscopy. In addition, Raman spectroscopy is applied to define whether a graphitization occurs and how strong the conversion is from sp³ bonded carbon (diamond-like) to sp² bonded carbon (graphite-like).

2. Experimentals

2.1. Deposition of the multi-layered a-C:H(:W) coating system

The deposition of the multi-layered amorphous carbon coating system according to [6] was carried out by means of reactive magnetron sputtering. A configuration of chromium (Cr), tungsten (W) and two graphite (C) targets was applied to deposit different layers of CrN_x/(Cr, W)C_y/a-C:H:W/a-C:H coating system on mirror polished steel substrate made of the working steel X153CrMoV12 (mat.-no. 1.2379). The different single coating layers distribute from bottom to the surface, which thickness is around 0.5 μm, 1.2 μm and 0.5 μm, as shown in Figure 1.

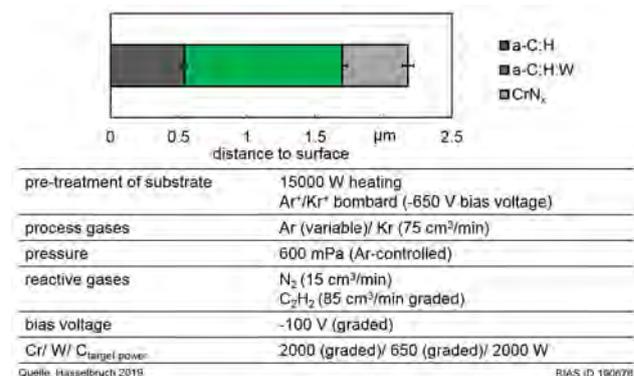


Figure 1: Schematic figure of the Cr/CrN_x/(Cr,W)C_y/a-C:H:W/a-C:H multilayer coating system with the PVD process parameters from [5]

2.2. Picosecond laser ablation of a-C:H(:W) coating system

The ablation of a-C:H(:W) coated disc was carried out using a picosecond laser system (Trumpf TruMicro 5050). The TEM₀₀-mode laser operates at a wavelength of 1030 nm with beam quality of $M^2 < 1.3$. It delivers pulses with a duration less than 10 ps and pulse energies between 5 μ J and 250 μ J. The output collimated beam was coupled into a programmable galvanometer scanner (ScanLab HurriScan 14), and focused by an F-Theta lens with a focal length of 160 mm. This enables a focus diameter of about 44 μ m ($2 \cdot w_{1/e^2}$) at normal incidence. To adjust the focal position as well as the processing area, the workpiece is mounted on a xyz-positioning system.

In this work a detailed study is conducted to identify the influence of pulse energy E_p and pulse repetition n_p on the ablation process through the different layers of the a-C:H(:W) coating system. For this purpose, the focal position and pulse repetition rate were kept constant at 0 mm and 2 kHz, respectively. The pulse energy E_p was varied between 5 μ J and 10 μ J and the pulse repetition n_p from 1 to 15. Each parameter combination of E_p and n_p was performed 16 times in order to enable a statistical analysis. Moreover, ablated material was removed by compressed air and an external exhaust.

2.3. Analysis methods

The laser modified spots were evaluated using different methods. Confocal laser scanning microscopy (Keyence VK-X1000) was used to characterize the geometrical quantities such as the diameter and depth from the resulting spot modifications at the a-C:H(:W) surface.

In addition, Raman spectroscopy (Renishaw RM1000) was applied to determine the different carbon bonding states and its content variation. The graded a-C:H(:W) coating system consists of different amounts of tetragonal sp^3 hybridized bonded carbon (diamond-like) and sp^2 hybridized bonded carbon (graphite-like). The characteristic Raman peak of the D band ("disorder") is generally located at 1300 cm^{-1} to 1380 cm^{-1} . The G band ("graphitic") is located at 1520 cm^{-1} to 1580 cm^{-1} [7]. For this purpose, an excitation laser with a wavelength of 514 nm and a power of 25 mW was used. The focal spot amounted 5 μ m and the spectral resolution was fixed at 1.7 cm^{-1} , whereas the acquisition time was set at 300 s. The measured regime was between 1000 cm^{-1} and 1870 cm^{-1} . To filter out two characteristic peaks of carbon the measured Raman spectra were deconvoluted by a customized Matlab program (Mathworks Matlab R2018a) and a Peakfit function [8]. It should be mentioned that, sp^3 content in a-C:H consists of C-C and C-H bonds. However, here C-H bonds can be neglected due to either their signals being out of the measured regime or not resonantly enhanced [9]. Thus in this study only C-C bonded sp^3 content is estimated.

3. Results

3.1 Qualitative and quantitative characterization of laser modified surfaces

Figure 2 shows the characteristic modifications obtained at laser fluences between 0.68 J/cm² and 1.35 J/cm² and with pulse repetitions between 1 and 15. With a single pulse a surface expansion of the irradiated area was observed only at a fluence of 0.68 J/cm². With increasing the pulse energy which corresponds to the laser fluence, a material removal at the center of the modified spot area occurs.

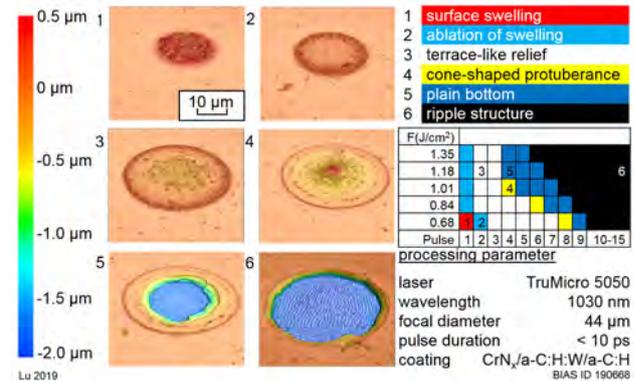


Figure 2: 3D views of the laser induced modifications depending on the laser fluence and pulse repetition

As can be seen in Figure 3, a swelling remains at the edges while the removal area at the spot center increases with the laser fluence. Moreover, with increasing the pulse repetitions, it is observed that the swelling vanishes and other types of modifications occur. These types are mainly a terrace-like relief and a plain bottom, which can be seen in image 3 and 5 of Figure 2. However, the plain bottom could be further covered with so-called laser induced periodic surface structures (LIPSS), which can be found in image 6 of Figure 2. From microscopic records the average period of the LIPSS-structures was found to be 933 nm.

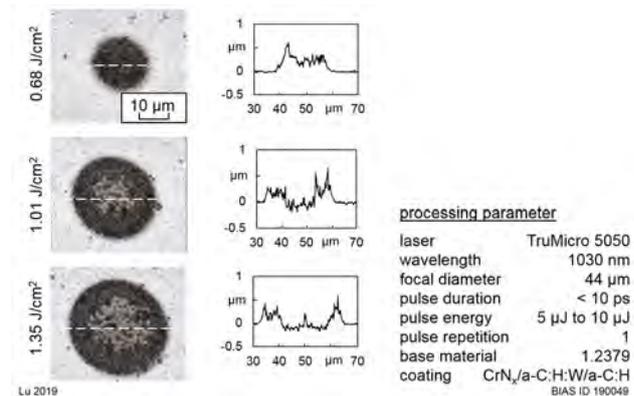


Figure 3: Top views and the resulting profile lines of the single-pulse treated spots

Figure 4 shows progressive change of the depth and diameter of the laser induced spots depending on the laser fluence and pulse repetition. The spot diameter is primary affected by the laser fluence, while the pulse repetition is of a subordinate influence.

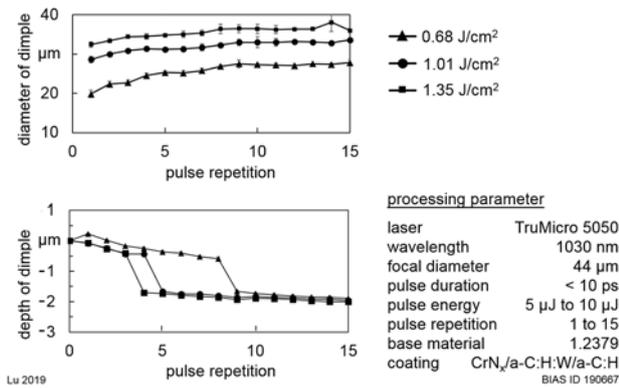


Figure 4: Evolution of the ablated a-C:H(:W) coating system at different fluence and pulse repetition

Considering the removal depth, it can be stated based on the a-C:H(:W) system composition shown in Figure 1, that following modifications occur: surface swelling, ablation of swelling, terrace-like relief as well as cone-shaped bump take place in the first a-C:H layer, as the determined ablation depths were below 0.5 μm . Once the first a-C:H layer is removed, a sudden increase of the depth from $\sim 0.5 \mu\text{m}$ to $\sim 1.7 \mu\text{m}$ is observed. This means that the removal of the second a-C:H:W layer is expeditious. With further increasing pulse repetitions the removal is observed to be more homogeneous, which is characterized as the plain bottom modification in image 5 and 6 of Figure 2. Within the CrN_x layer and in the transition to the substrate material, the removal depth tends to be saturated at a constant laser fluence and LIPSS-structures are formed and become more distinctive with increased laser fluence.

3.2 Spectroscopic Raman Analysis

For a better understanding of the influence of laser processing on the bonding states of hydrogenated amorphous carbon, Raman spectroscopy was performed on different laser induced modifications along the multi-layered a-C:H(:W) coatings.

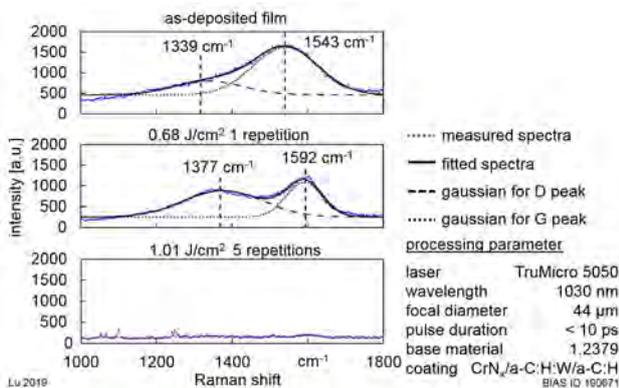


Figure 5: Raman spectrum and gaussian-deconvoluted D and G peaks of the original and ablated a-C:H(:W) coatings

Figure 5 shows the obtained Raman spectra and the associated gaussian-based deconvolution process, which was performed to distinguish between the D and G bands. As can be seen, the fitted D and G lines were found to be at 1339 cm^{-1} and 1543 cm^{-1} , respec-

tively for the as-deposited a-C:H(:W) surface. Average upshifts of both lines to 1377 cm^{-1} and 1592 cm^{-1} were observed, when the laser surface modification starts. Once the a-C:H/a-C:H:W layers are removed, as is the case at a laser fluence of 1.01 J/cm^2 , the deconvolution fails and no peaks could be detected.

Table 1: Parameters from deconvolution process of experimental Raman spectra

	D line		G line		$\frac{A(D)}{A(G)}$	processing parameter	
	Peak (cm^{-1})	FWHM (cm^{-1})	Peak (cm^{-1})	FWHM (cm^{-1})			
As-deposited film	1339	213.1	1543	201.8	0.30	laser	TruMicro 5050
After 1 pulse	1377	246.9	1592	111.8	1.67	wavelength	1030 nm
After 2 pulses	1376	242.7	1595	114.4	1.78	focal diameter	44 μm
After 4 pulses	1377	230.6	1592	112.5	1.52	pulse duration	< 10 ps
After 6 pulses	1379	244.3	1592	111.0	1.58	fluence	0.68 J/cm^2
After 8 pulses	1387	252.7	1590	109.5	1.51	base material	1.2379
						coating	$\text{CrN}_x/\text{a-C:H:W/a-C:H}$

Table 1 summarizes the spectral information e.g. peak position and peak area ratio $A(D)/A(G)$ that have been determined in dependence of the applied laser parameters, which can be used to estimate the sp^3 content in the a-C:H(:W) coating. As the graphitization and ablation of the coating proceeds, both D and G peak shifts to maximal 1387 cm^{-1} and 1595 cm^{-1} respectively. In terms of Full Width at Half-Maximum (FWHM), two factors show the opposite variation but without clear trends. The $A(D)/A(G)$ arose from 0.3 for the as deposited a-C:H(:W) coating to > 1.5 for the laser modified areas.

4. Discussion

The surface modifications resulting from the ps-pulsed laser irradiation in dependence of pulse energy and pulse repetitions have shown that it is possible to precisely control the removal behavior along the multi-layered a-C:H(:W) coating system, especially within the first a-C:H layer for depths up to $0.5 \mu\text{m}$. As shown in Figure 2 and Figure 4, the observed continuous changes of the micro-topography can be addressed to an occurring graphitization with a structural change from sp^3 -bonded to sp^2 -bonded carbon within this top layer. The graphitization process starts with a swelling and a related volume increase. In previous works similar effects have been observed. Herein, it was reported that the swelling takes place at laser fluences beyond both the damage and ablation threshold [11] and can be explained by the graphitization of the laser-processed films and phase transformation associated with a mass density decrease [3]. With increased laser fluences and pulse repetitions the ablation process is initiated at the center of the incident laser beam. The mechanism of graphitization has been demonstrated by the spectroscopic Raman analysis. In accordance to [9], the peak area ratio $A(D)/A(G)$ and the G peak position can be used to predict the changes of the sp^3 content of one a-C:H(:W) coating system.

As aforementioned, the $A(D)/A(G)$ of the a-C:H(:W) coating arose from 0.3 to > 1.5 after the laser modification. Taking into account the work of Ferrari et al. [9], the content of sp^3 -bonded carbon is expected to amount between 60 % and 80 %, while it decreases

after the laser irradiation down to about 20 %. In addition, the detected upshift of the G line is in good agreement with the estimated sp^3 content in [9].

As the $A(D)/A(G)$ quotient is increasing the content of sp^2 -bonded carbon increases and the structure becomes graphite-like. Graphite-like and diamond-like carbon have different optical bandgaps, which means that the laser absorption behavior changes with occurring graphitization, as the amorphous carbon structure changes increasingly to sp^2 -bonding and thereby the diamond-like character diminishes. In a-C:H, for diamond-like carbon at high H content, the related bandgap E_{sp^3} is above 1.8 eV, while the bandgap for the graphite-like carbon E_{sp^2} is lower and often below 1 eV [9]. Based on this it can be stated that the laser absorption within the first pulse is mainly a non-linear one, because photon energy at 1030 nm is 1.2 eV, and at least two photons are needed to overcome the bandgap energy of the sp^3 -dominated diamond-like surface, which is over 1.8 eV. With occurring surface graphitization, the bandgap decreases below 1 eV. Thus, one-photon absorption is possible and the energy coupling increases. This graphitization-related switch in absorption behavior is suggested to be the mechanism to explain the sudden increase in removal depth from 0.5 μm to 1.7 μm as shown in Figure 4.

The controllability of the removal process is given again, once the adhesive CrN_x layer is achieved. Within this layer the removal homogeneity increases clearly. The related 3D heightmaps in Figure 2 have shown a plain bottom at depths between 1.7 μm and 2.1 μm . With increased laser fluences the removal depth does not change significantly, and the formation of laser induced periodic surface structures was observed. The determined LIPSS-period of 933 nm, which is smaller compared to the laser wavelength of 1030 nm, is in accordance to the so-called low spatial frequency LIPSS (LSFL). These are perpendicular to the dominating polarization direction of the incident laser beam and can be obtained, when the pulse energy is close to or above the ablation threshold of the related material [10].

5. Conclusion

The single layers of a $\text{CrN}_x/(\text{Cr}, \text{W})\text{C}_y/a\text{-C:H:W/a-C:H}$ multi-layered coating system can be precisely machined by picosecond laser pulses by varying the pulse energy and repetitions. With the used wavelength of 1030 nm graphitization occurs and the removal depth within the a-C:H:W layer increases in

sudden, as the energy coupling switches from a two-photon to a single-photon absorption after the first laser pulse. The CrN_x acts as blocking layer which increases the removal homogeneity. The given irradiation of this layer leads primary not to ablation but to laser induced periodic surface structures with a period of 933 nm.

Acknowledgement

The authors would like to thank the German Research Foundation (DFG, Deutsche Forschungsgemeinschaft) for funding this work in the Collaborative Research Center SFB 747 "Micro Cold Forming - Processes, Characterization and Optimization" and within the sub-project "Potentials of Dry Rotary Swaging" ZO140/13-3 within the priority program SPP 1676 "Dry metal forming - sustainable production through dry processing in metal forming". A further acknowledgement is addressed to the Research Association for Combustion Engines (FVV Forschungsvereinigung Verbrennungskraftmaschinen) supported by the Industrial Collective Research (IGF Industrielle Gemeinschaftsforschung) for the IGF-project 18202N "Turbosteel" which was funded by the Federal Ministry of Economics and Energy (BMWi).

References

- [1] Prieske, M.; Hasselbruch, H., et al. (2019). *Surface and Coatings Technology*. 357. 1048–1059.
- [2] Etsion, I. (2005). *Applied Physics A Materials Science & Processing*. 127. 248.
- [3] Donnet, Christophe; Erdemir, A. (2008). Springer. New York.
- [4] Shimizu, T.; Kan, H., et al. (2019). *Manufacturing Review*. 6. 18.
- [5] Hasselbruch, H.; Lu, Y., et al. (2019). *Key Engineering Materials*. 809. 439–444.
- [6] Hasselbruch, H.; Herrmann, M., et al. (2015). *MATEC Web of Conferences*. 21. 8012.
- [7] Irmer, G.; Dorner-Reisel, A. (2005). *Advanced Engineering Materials*. 7. 694–705.
- [8] Tom O'Haver. peakfit.m. Version 9.0. January 2018. https://www.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/23611-peakfit-m?s_tid=prof_contriblnk.
- [9] Ferrari, A.; Robertson, J. (2000). *Physical Review B*. 61. 14095–14107.
- [10] Gnilitskyi, I.; Derrien, T., et al. (2017). *Scientific reports*. 7. 8485.
- [11] Kononenko, T.; Pimenov, S., et al. (2004). *Applied Physics A*. 79. 543–549.

MICROMACHINING WITH ULTRAFAST FIBER LASERS

Tim Westphäling

IPG Laser GmbH, Carl-Benz-Straße 28, D-57299 Burbach

Mit den Ultrakurzpulslasern wurden neue Felder erschlossen. Zum Beispiel die Feinbearbeitung spröder Materialien und das Strukturieren für Werkzeuge konnten stark optimiert werden. Jedoch waren Faserlaser in diesem Bereich bislang noch unterrepräsentiert und Festkörperlaser mit Freistrahloptiken dominieren den Markt. Aber mit dem neuen Ultrakurzpulslaser (UKP-Laser) der YLPP-Reihe erweitert die IPG Laser GmbH ihr Produktspektrum. Auch der YLPP setzt auf die bewährte Faserlasertechnologie, die durch ihre Eigenschaften wie Robustheit, Flexibilität und Kompaktheit in vielen Bereichen seit langem den Markt überzeugt hat. Dadurch lässt sich der YLPP sehr einfach in vorhandene Maschinen integrieren und steht für zahlreiche Anwendungen in der Mikrobearbeitung zur Verfügung.

1. Introduction

So far, fiber lasers have gained popularity because of their high optical power, reliability and compactness. Now they are ready to conquer the area of materials processing with ultrashort pulses as well, which up until now has been the dominion of solid-state lasers with free space optics.

Many emerging advanced applications require lasers with short pulse durations. These lasers are also known as ultrafast lasers and operate in the picosecond and femtosecond range. IPG's YLPP is a versatile ultrashort fiber laser with pulses in the picosecond range that can be used for many different materials as well as for a broad range of applications.

2. Ultrashort pulses combined with the benefits of fiber laser technology

An ultrafast fiber laser offers several advantages compared to traditional ultrafast lasers. Traditional ultrafast lasers are usually rather complex because their optical elements need to be aligned and adjusted frequently. On one hand, these systems deliver high pulse powers because they do not use fiber elements for light transport. But on the other hand, these systems are extremely vulnerable to contamination and maladjustment. Additionally, even more optical elements that need to be precisely adjusted are necessary to deliver the laser beam to the processing optic in the machine or setup.

In contrast, fiber lasers are maintenance-free and do not have any mirrors or other optical elements that need to be adjusted. Because of the low costs of such a fiber laser system, new application areas can be discovered and already established areas can be intensified. IPG's fiber technology, included in the YLPP, goes hand in hand with simple integration in present machines, standardized interface and robust handling. This is why IPG's engineers have invested countless hours of research and development to make the benefits of fiber lasers available to the industry for ultrafast materials processing.

IPG was capable of developing and producing all key components for the ultrafast fiber laser by themselves thanks to its vertical integration. When searching for novel concepts to develop a fiber suitable for short pulses with several megawatts peak power, IPG's engineers could rely on their experience with

delivering 10kW single mode lasers that still remain to be unique in the industry today.

The result of this development is IPG's new ultrafast laser, the YLPP-25-1-50-R. It is raising the bar in terms of compactness, robustness and flexibility. For example, the external optical head of the YLPP has a size of only 216 mm x 70 mm x 65 mm and is thus very small. Additionally, it is very light because it only weighs 1.5 kg. The whole system is robust and it will not come out of alignment when moved or shaken, for example by vibrations from other machine parts. Cold starting takes up less than one minute, warm starting only takes up a few seconds and processes can be set up or resumed quickly.

3. The YLPP - A Versatile Tool

Its special characteristics turn the YLPP into a truly versatile tool. The YLPP delivers pulses with pulse duration between one and three picoseconds, with a pulse energy of 25 μ J and 50 W average power. This means that in this short time period, the material is confronted with a peak power of more than 10 MW. These pulses are extremely short and in consequence, the material is vaporized rather than being melted. This process is called cold ablation because of the heat-affected zone (HAZ) remains very small. This effect can be used with almost any materials, which turns the ultrafast laser into an all-round tool for ablating processes. It also opens up new potentials for glass processing.

The high absorption makes it possible to process a broad range of materials such as steel, copper, brass, ceramic as well as many polymers. Depending on the material and process parameters, a color change of a mark or an ablating process can be realized. For polymer marking via color change, one can in many cases even do without adding the otherwise obligatory additives for laser marking to the polymer. Furthermore, materials which are hard to process mechanically, like for example diamond layers on a hard metal substrate, can be processed with pulse duration in the picosecond range with extreme precision and excellent ablation rates. The ultrashort pulses also allow for exact processing of various types of glass. Even though glass is transparent at the 1 μ m wavelength of the laser, it can still be processed with the YLPP due to nonlinear effects.

The crucial mechanism is called multi photon absorption which is made possible by the high temporal and spatial photon density in the picosecond pulse. With specific adjustment of the process parameters, not only conventional engravings, but even diffractive structures with a rainbow effect can be produced in the glass surface. The same laser can also be used for selective laser ablation of functional layers from the glass surface without causing damage to the glass.

Another example for the diverse applications of the YLPP is black marking of UDI codes for device tracking. Especially in the area of medicine technology, the marking of for example surgical instruments is becoming increasingly important. Repeated heat exposure, for example during sterilization in autoclaves, can cause markings to fade if they have been made with conventional lasers. These markings then become illegible and tracking is impossible. This problem can be eliminated with ultrafast lasers like the YLPP. Ultrafast lasers generate black markings on stainless steel that are resistant to corrosion and that can still be read after many sterilization cycles. Thus, they allow for tracking as long as the product is in use.



Image 1: The new ultrafast YLPP laser with 2-3ps pulse duration, 25 μ J pulse energy and 50 W average power.

4. Conclusion & Outlook

With the YLPP-25-1-50-R, IPG has developed an ultrafast laser suitable for the industry with a completely novel performance. This laser is defined by a compact, robust and flexible design. It has already been successfully applied in industrial processes. The ultrashort pulses open up new possibilities in many areas of materials processing with lasers, the most important areas being the precise processing of metal, semiconductors, polymer, ceramic and glass. As process time is becoming increasingly important in applications with ultrafast lasers as well, IPG is already looking forward today to creating YLPP lasers with several 100 W of power with the help of polygon scanning technology. To effectively minimize process time, higher repetition rates and higher average powers are needed and IPG is more than prepared to develop the next generation of ultrafast lasers.

POTENTIAL OF ABERRATION CORRECTION WITH A PIEZOELECTRIC DEFORMABLE MIRROR INTEGRATED INTO A CLOSED-LOOP SETUP FOR LASER MATERIAL PROCESSING

Matthias Lautenschläger, Marco Smarra

Laser Center of the University of Applied Sciences Muenster, Stegerwaldstr. 39, 48565 Steinfurt

Recent developments enable the application of piezoelectric deformable mirrors (PDM) in laser material processing. These piezoelectric deformable mirrors can be manufactured with continuous mirror substrates, allowing a high damage threshold. This study presents a PDM integrated into an ultra-short pulse laser system with resonator external wavefront correction. The wavefront at the PDM surface is evaluated with a Shack-Hartmann sensor through 4f-imaging. The PDM is controlled with a closed-loop setup and the wavefront can be manipulated on demand.

1. Introduction

Deformable mirrors are well-established in astronomy [1–3] and ophthalmology [4]. In laser physics, deformable mirrors are used to correct aberration inside the cavity to increase laser efficiency and beam quality [5–7]. Recent studies consider the application of deformable mirrors resonator externally. Possible applications are the enhancement of laser trapping force for optical tweezers [8], increased coupling efficiency into a fiber [9] or improved laser ablation efficiency [10]. This study shows the potential in using a deformable mirror to influence the initial aberration from a laser source.

2. Experimental setup

The experimental setup includes a piezoelectric deformable mirror (PDM) combined with a Shack-Hartmann wavefront sensor integrated into a closed-loop setup. The vital feature in this experimental setup is to work with an unknown wavefront, induce deformation to an unknown PDM surface, measure the resulting wavefront and control a closed-loop with a metaheuristic optimization algorithm to gain the desired wavefront.

2.1 Laser source

The laser source for this experimental setup is a Trumpf TruMicro 5050, see table 1. The laser source was installed in 2008 and maintained adequately. Nevertheless, wavefront aberration caused by beam misalignment inside the laser source is detected.

Table 1: Laser source Trumpf TruMicro 5050

Power	W	50
Pulse energy	μJ	62,5
Pulse duration	ps	8
Repetition rate	kHz	800
Wavelength	nm	1030

2.2 Wavefront sensor

The wavefront sensor for this experimental setup is a Shack-Hartmann sensor with a large aperture (WFS40-5C, Thorlabs), see table 2. This wavefront

sensor is equipped with a chrome mask microlens array. Enabling the sensor to operate in a wavelength range from 300 – 1100 nm.

Table 2: Shack-Hartman wavefront sensor WFS40-5C

Camera resolution	2048 x 2048
Microlenses	73 x 73
Aperture	11.26 x 11.26 mm ²
Wavefront accuracy	$< \lambda/25$
Accuracy	$< 41 \text{ nm}$

2.3 Piezoelectric deformable mirror (PDM)

The piezoelectric deformable mirror for this experimental setup is a state-of-the-art product made by the Photonics Laboratory at the University of Applied Sciences in Münster. The PDM is a laminate including a mirror substrate, an adhesive layer, a piezoelectric substrate, and electric wiring, see table 3. The mirror substrate (BK10, 200 μm) is a super polished glass substrate coated with a high reflective dielectric multilayer at the front and an anti-reflective coating at the back [11].

Table 3: Piezoelectric deformable mirror DM 35-01

Mirror type	Bimorph
Mirror aperture diameter	10 mm
Piezoelectric substrate	PIC-181
Mirror substrate	BK10
Mirror coating	Dielectric HR-AR
Number of actuators	35
Control voltage range	-160 V to +160 V

The piezoelectric substrate (PIC-181, 200 μm) is divided into 35 segments. Each segment can be controlled individually and the specific electrode pattern is a result of extensive simulations and experimental testing [12], see figure 1.

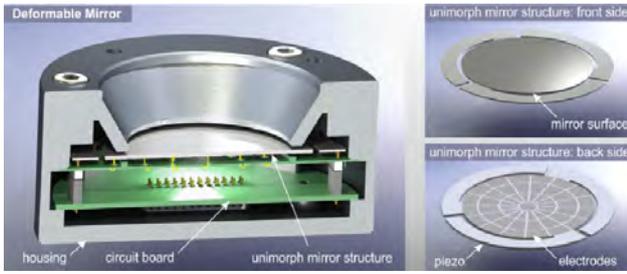


Figure 1: Cross-sectional view of an assembled mirror (left) and the laminated mirror structure (right) [13].

The PDM can generate surface structures corresponding to low order Zernike polynomials. A demonstration of the deformation capabilities of a related small aperture PDM is shown in figure 2.

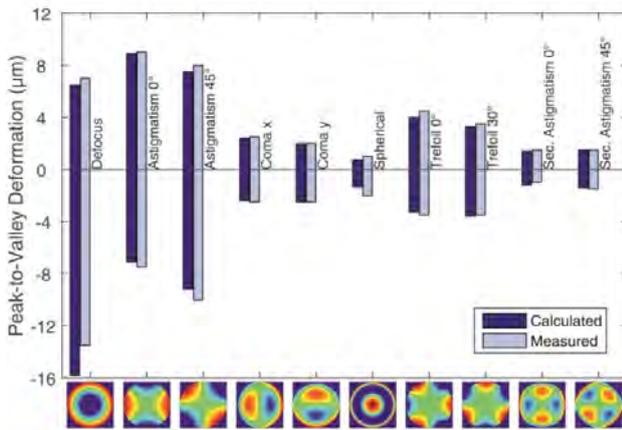


Figure 2: Measured and calculated Zernike amplitudes for a small aperture piezoelectric deformable mirror [14].

The power handling capability was tested repeatedly with an intensity of up to $1,56 \text{ MW/cm}^2$, and no induced surface deformation was detectable as well as no significant temperature rise [13] [14] [15].

The operating lifetime was investigated, with a sinusoidal Voltage in a 15 Hz frequency and the maximum voltage was applied. After approximately 11 million cycles, the maximum amplitude reduces to 94% compared to the original amplitude with a standard deviation of 7.3% [3].

2.4 Setup

At first, an initially aberrated wavefront is reflected onto the piezoelectric deformable mirror. The 90° polarization rotation, caused by passing two times through a quarter-wave retarder, leads to transmittance through the polarizing beam splitter (PBS) towards a beam sampler (BS). At the beam sampler, 4% of the initial beam is reflected towards a 4f relay telescope (L1+L2). Enabling the Shack-Hartmann wavefront sensor (WFS) to determine the present wavefront aberration. Another 96% of the initial beam is transmitted towards the lens L3. Then the beam is focused, and the beam profile is captured with a camera, see figure 3.

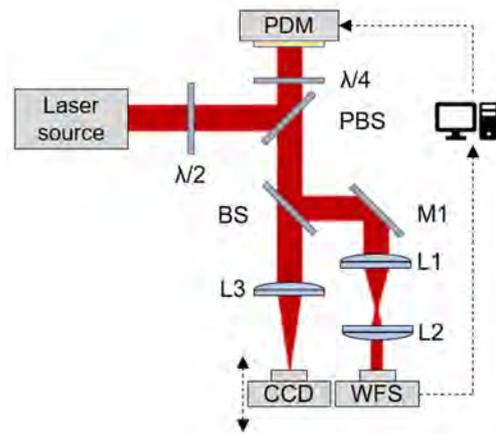


Figure 3: Optical setup for closed-loop wavefront aberration correction.

The measured wavefront is fitted with a set of Zernike polynomials, the difference, compared to the desired wavefront, is calculated and enables to adapt the voltage pattern at the PDM, resulting in a closed-loop setup.

2.5 Optimization algorithm

The optimization function used here is a genetic algorithm (GA). It is a type of evolutionary algorithm (EA) that is inspired by biological evolution. The genetic algorithm is a population-based metaheuristic.

In terms of the genetic algorithm, the dataset, including a specific voltage paired with the electrode number, is called a gene. A set of genes is called a chromosome, alternatively an individual. The applied voltage on each electrode can be varied, leading to variable genes. The merit function to determine the outcome is called fitness function. Here, the fitness function is defined as the difference between the present Zernike vector and the targeted Zernike vector. The resulting fitness parameter value ranges between minus infinity and zero.

In the beginning, a targeted Zernike vector has to be defined, for example, a flat wavefront or specific Zernike values. Then, a first population is created, by randomly initialized individuals, including unique chromosomes with random genes. This initial population is evaluated to determine the individuals with the highest fitness values. The best individuals are selected to be partially mutated, recombined, and cloned, to replace the last generation. The next generation is re-evaluated and if the target fitness is not reached, then selection, reproduction, replacement, and evaluation, is repeated. The loop stops as soon as the desired wavefront is reached, see figure 4.

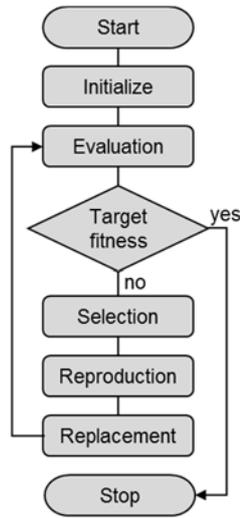


Figure 4: Program flowchart for the genetic algorithm (GA).

3. Results

The initial wavefront aberration has been measured for comparison. After setting up the optical system, the wavefront has been measured again. Finally, the optimization algorithm starts working and validates proper algorithm functionality.

3.1 Initial wavefront aberration

The initial wavefront aberration is captured before the optical setup. A reconstructed wavefront is shown in figure 5. The initial peak-to-valley deformation is in the range of $\lambda/10$.

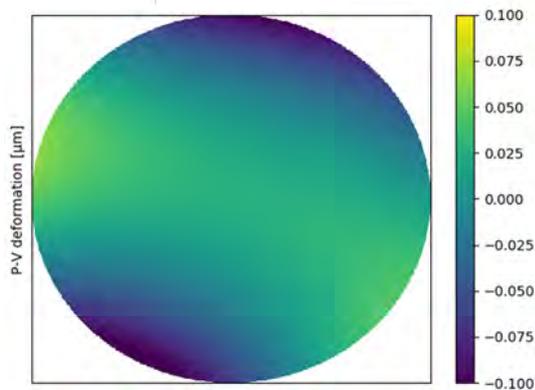


Figure 5: Peak-to-valley deformation of the initial wavefront. The wavefront is dominated by astigmatic aberration.

After setting up the optical system, the resulting wavefront is measured again, see figure 6. A wavefront reconstruction reveals a decrease in defocus as well as astigmatism. Though, higher-order Zernike polynomials like coma are induced by passing through the optical setup.

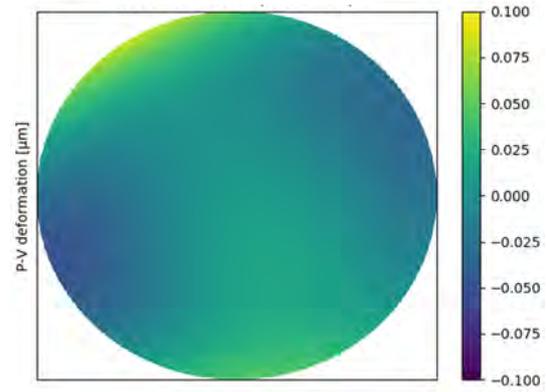


Figure 6: Peak-to-valley deformation of the wavefront after the optical setup. The wavefront shows reduced defocus but increased coma.

3.2 Genetic algorithm

A graphical user interface enables to control the genetic algorithm parameters, see figure 7. In section (A), the fitness value is plotted over an increasing number of individuals. In section (B), the corresponding normalized wavefront is shown. In section (C), the genetic algorithm parameters can be manipulated.

The plotted fitness shows scattered values at the beginning. This is the randomly created first set of individuals (initialize). Here, the first population consists of 500 individuals, followed by smaller generations of 80 individuals. After approximately three generations, the fitness function converges for this specific set of algorithm parameters. The convergence of the fitness parameter verifies an appropriate behavior of the genetic algorithm.

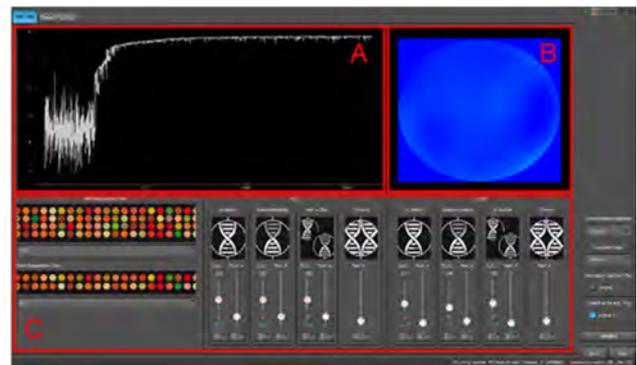


Figure 7: Graphical user interface to operate the closed-loop wavefront aberration correction with a genetic algorithm (GA) based optimization.

3.3 Resulting wavefront aberration

After running the genetic algorithm, the resulting wavefront is measured again, see figure 8. The genetic algorithm increases the fitness step by step but converges to a maximum value. Ideally, the fitness parameter converges to zero, corresponding to a complete match between the present wavefront and the targeted wavefront.

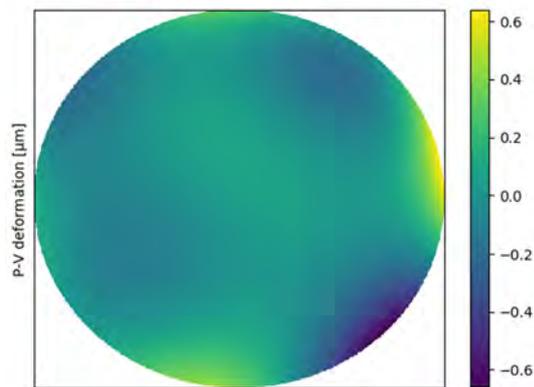


Figure 8: Peak-to-valley deformation of the resulting wavefront. The PV deformation increased by factor 6 compared to the initial wavefront.

Unfortunately, the resulting wavefront has a peak-to-valley deformation increased by factor 6 compared to the initial wavefront deformation. This malfunction has been investigated, and a defect hardware component was identified.

4. Conclusion and Outlook

A closed-loop setup including a piezoelectric deformable mirror and a Shack-Hartmann wavefront sensor for aberration correction have been presented. Using a genetic algorithm enables wavefront correction with only one wavefront sensor.

Unfortunately, the desired aberration correction could not be reached. Based on a hardware defect, the piezoelectric deformable mirror was not able to perform correctly. New measurements, with a properly functioning setup, will be presented as soon as possible.

Acknowledgment

The authors gratefully acknowledge the Photonics Laboratory at the University of Applied Sciences in Muenster.

References

[1] D. Alaluf, R. Bastaits, K. Wang, M. Horodina, G. Martic, B. Mokrani, and A. Preumont, "Unimorph mirror for adaptive optics in space telescopes," *Applied optics* 57, 3629–3638 (2018).

[2] N. Devaney, F. Kenny, A. V. Goncharov, M. Goy, and C. Reinlein, "Development of a prototype active optics system for future space telescopes," *Applied optics* 57, E101-E106 (2018).

[3] P. Rausch, S. Verpoort, and U. Wittrock, "Unimorph deformable mirror for space telescopes: environmental testing," *Optics express* 24, 1528–1542 (2016).

[4] M. Georgiou, A. Kalitzeos, E. J. Patterson, A. Dubra, J. Carroll, and M. Michaelides, "Adaptive optics imaging of inherited retinal diseases," *The British journal of ophthalmology* 102, 1028–1035 (2018).

[5] V. Samarkin, A. Alexandrov, G. Borsoni, T. Jitsuno, P. Romanov, A. Rukosuev, and A. Kudryashov, "Wide aperture piezoceramic deformable

mirrors for aberration correction in high-power lasers," *High Pow Laser Sci Eng* 4, 427 (2016).

[6] R. R. Stephens, and R. C. Lind, "Experimental study of an adaptive-laser resonator," *Optical Society of America* 3, 79–81 (1978).

[7] P. Welp, H.-M. Heuck, and U. Wittrock, "Intracavity adaptive optics optimization of an end-pumped Nd:YVO₄ Laser (2007).

[8] Taisuke Ota, Tadao Sugiura, Satoshi Kawata, Martin J. Booth, Mark A. A. Neil, Rimantas Jukaitis, and Tony Wilson, "Enhancement of Laser Trapping Force by Spherical Aberration Correction Using a Deformable Mirror," *Japanese Journal of Applied Physics* 2003.

[9] A. N. Nikitin, I. Galaktionov, J. V. Sheldakova, A. Kudryashov, V. Samarkin, and A. Rukosuev, "Focusing laser beam through pinhole using bimorph deformable mirror," in *Laser Resonators, Microresonators, and Beam Control XXI*, A. V. Kudryashov, A. H. Paxton, V. S. Ilchenko, eds. (SPIE, 02.02.2019 - 07.02.2019), p. 52.

[10] M. Smarra, M. Janitzki, and K. Dickmann, "Beam Shaping in Ultra-short Pulse Laser Processing for Enhancing the Ablation Efficiency," *Physics Procedia* 83, 1145–1152 (2016).

[11] S. Verpoort, and U. Wittrock, "Miniaturized adaptive mirror for solid state laser resonators (2010).

[12] S. Verpoort, and U. Wittrock, "Actuator patterns for unimorph and bimorph deformable mirrors," *Optical Society of America*, 37–46 (2010).

[13] P. Rausch, S. Verpoort, and U. Wittrock, "Novel unimorph adaptive mirrors for astronomy applications," in *Adaptive Optics Systems III*, B. L. Ellerbroek, E. Marchetti, J.-P. Véran, eds. (SPIE, 2012), 844764-844764-8.

[14] P. Rausch, S. Verpoort, and U. Wittrock, "Small aperture unimorph deformable mirror for laser application (2015).

[15] S. Verpoort, P. Rausch, and U. Wittrock, "Characterization of a miniaturized unimorph deformable mirror for high power CW-solid state lasers," in *MEMS Adaptive Optics VI*, S. S. Olivier, T. G. Bifano, J. Kubby, eds. (SPIE, 2012), p. 825309.

HERSTELLUNG VON MIKROZYLINDERLINSEN UND MIKROZYLINDERLINSENARRAYS IN DIELEKTRISCHEN MATERIALIEN MITTELS FLUORLASERMIKROSTRUKTURIERUNG

Sebastian Büttner, Michael Pfeifer, Steffen Weißmantel
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Die Fluorlasermikrostrukturierung ermöglicht die Herstellung von Mikrozylinderlinsen und Mikrozylinderlinsenarrays mit hoher Qualität durch direkte Strukturierung in dielektrischen Materialien inkl. Materialien mit hoher Energiebandlücke. Der Einsatz spezieller Strukturierungsmasken bei der Maskenprojektion ermöglicht die Herstellung nahezu optimal gekrümmter Linsenoberflächen. Die erzielbaren Krümmungsradien der Linsen sind abhängig von den Material- und Strukturierungsparametern und können in bestimmten Grenzen frei eingestellt werden. Dies wird am Beispiel von in Quarzglas, Borosilikatglas und Calciumfluorid eingebrachten Zylinderlinsen gezeigt. Die Linsenoberflächen weisen direkt nach der Strukturierung im Allgemeinen eine Rauheit im Bereich von 50 bis 100 nm auf. Durch eine Nachbehandlung der hergestellten Strukturen, kann die Rauheit der Oberfläche jedoch auf wenige Nanometer reduziert und dadurch deren optische Eigenschaften verbessert werden.

1. Einleitung

Mikrooptiken gewinnen zunehmend an Bedeutung für die Lösung technischer Probleme. So kommen sie z.B. in der optischen Datenübertragung oder in der Lasertechnik als Strahlformungselemente zum Einsatz. In den vergangenen Jahren wurden immer mehr Verfahren entwickelt, um Mikrooptiken herzustellen. Viele dieser Verfahren nutzen Druck-, Präge- oder Umschmelztechniken und sind teilweise nur auf Polymerwerkstoffe anwendbar [1-3]. Für die Herstellung mikrooptischer Elemente in hochreinen Quarzgläsern und kristallinen Materialien stehen hingegen nur wenige Verfahren zur Verfügung. Dazu zählen vorwiegend lithografische und laserbasierte Verfahren [4,5]. Eines dieser laserbasierten Verfahren ist die Fluorlasermikrostrukturierung, die eine einfachere Fertigung derartiger Strukturen ermöglicht. Basierend auf den Untersuchungen zur Herstellung von Blaze-Gittern, diffraktiven optischen Elementen und Fresnel-Linsen wurde das Verfahren für die Herstellung von Zylinderlinsen und Zylinderlinsenarrays weiterentwickelt [6-8].

2. Mikrostrukturierungsanlage

Die Herstellung der Mikrozylinderlinsen und Zylinderlinsenarrays erfolgt mit der Mikrostrukturierungsanlage EX-157 der Fa. 3D-Micromac AG. Der darin integrierte Fluorlaser LPF220i der Fa. Coherent Laser-Systems GmbH & Co. KG emittiert mit einer Wellenlänge von 157 nm. Dies entspricht einer Photonenenergie von 7,9 eV. Der Laser hat eine maximale Pulsenergie von 30 mJ, eine Pulsdauer von 25 ns und kann mit bis zu 200 Hz Pulswiederholfrequenz betrieben werden. Aufgrund der kurzen Wellenlänge, erfolgt die Strahlformung und die Bearbeitung in zwei voneinander getrennten Vakuumkammern. Diese werden vor der Bearbeitung evakuiert und mit Stickstoff hoher Reinheit (5.0) gefüllt. Das Strukturierungsverfahren nutzt das Prinzip der Maskenprojektion. Das dafür eingesetzte Objektiv hat ein Auflösungsvermögen von $< 1 \mu\text{m}$ und einen Abbildungsmaßstab von 26,67 : 1. Dadurch kann auf dem Werkstück eine

Fluenz von bis zu 7 J/cm^2 in einem Bereich von maximal $225 \times 225 \mu\text{m}^2$ erreicht werden. Die Positionierung und Bewegung der Substrate erfolgt durch ein hochpräzises 4-Achs-Positioniersystem (X,Y,Z,φ) , welches zusätzlich über einen positionssynchronen Ausgang zur Lasersteuerung verfügt.

3. Experimentelle Durchführung

3.1. Methode zur Herstellung von Zylinderlinsen

Der auf dem Maskenprojektionsverfahren basierende Strukturierungsprozess erfordert die Homogenisierung des Laserstrahls. Durch das Einbringen einer Maske in den homogenisierten Laserstrahl und deren Abbildung durch das Objektiv, kann die Geometrie des Abtragsbereichs beeinflusst werden. Die Abtragtiefe ist, aufgrund der Homogenisierung, in diesem Bereich gleich. Die Erzeugung dreidimensionaler Strukturen, wie z.B. Zylinderlinsen, erfordert jedoch eine orts aufgelöste Steuerung der Abtragtiefe. Dies kann im Allgemeinen über die laterale Steuerung der Pulsanzahl erfolgen. Für die Erzeugung von Zylinderlinsen kann dies über eine speziell ausgeformte Maske in Verbindung mit einer linearen Bewegung des Werkstücks realisiert werden. Die Maskenöffnung muss dabei proportional zur Strukturierungstiefe $h(r)$ sein und kann über den Krümmungsradius R und die Apertur r der zu erzeugenden Linse nach

$$h(r) = R \cdot \left(1 - \cos\left(\arcsin\left(\frac{r}{R}\right)\right)\right) \quad (1)$$

berechnet werden. Für die Berechnung der Maske wurde der Krümmungsradius durch einen Skalierungsfaktor ersetzt. Durch die Verwendung einer derartigen Maske kann bei einem überlappenden aneinandersetzen von Einzellabträgen die Anzahl der Pulse quer zur Vorschubrichtung eingestellt werden. Die Puls-zu-Puls Überlappung (PÜLP) bezieht sich dabei prozentual auf die maximale Maskenausdehnung in Vorschubrichtung. In Bild 1 ist eine auf diese Weise berechnete Maske für die Herstellung einer $85 \mu\text{m}$ breiten Zylinderlinse mit $125 \mu\text{m}$ Krümmungsradius dargestellt.



Bild 1: Mikroskopaufnahme einer Maske für die Herstellung einer 85 µm breiten Zylinderlinse.

3.2. Nachbehandlung mittels CO₂-Laserglättung

Die Glättung von Quarzglas mittels CO₂-Laser wurde von Richmann et al. für das Polieren von makroskopischen Linsen entwickelt [9]. Das Verfahren kann aber auch für die Glättung von Mikrostrukturen eingesetzt werden [10]. Der Prozess basiert auf der Umverteilung von Material aufgrund der im geschmolzenen Material wirkenden Oberflächenspannung. Dabei hängt die Glättungswirkung von der maximalen Temperatur, deren lateraler Verteilung und von der Haltezeit ab. Glas weist keinen Phasenübergang, sondern eine sich mit der Temperatur kontinuierlich ändernde Viskosität auf. Um den Glättungseffekt ausnutzen zu können, ist eine Erwärmung des Materials über die Erweichungstemperatur (z.B. für Corning 7980 $T_E = 1.585 \text{ °C}$) hinaus notwendig. Aufgrund des großen Absorptionskoeffizienten des Materials für die Wellenlänge des CO₂-Lasers ($\lambda = 10,6 \text{ µm}$) wird die Strahlung in einer wenige Mikrometer dicken Schicht absorbiert. Durch eine schnelle Ablenkung des Laserstrahls mittels Scanner wird entlang einer Linie ein Temperaturfeld aufgebaut. Die Bewegung des Substrates quer zur Scann-Richtung führt zu einer Bewegung des Temperaturfeldes über die Werkstückoberfläche. Dabei erfolgt die Messung der Temperatur über ein Pyrometer, dessen Messwerte zur Regelung der Laserleistung genutzt werden. Das benötigte Referenzsignal wird anhand der Messdaten mittels einer speicherprogrammierbaren Steuerung (SPS) über einen implementierten PID-Algorithmus berechnet und zur Verfügung gestellt. Zur Reduzierung thermischer Spannungen wird das Substrat auf eine Temperatur von $T > 400 \text{ °C}$ vorgeheizt.

4. Strukturierung von Zylinderlinsen

Die Herstellung von Zylinderlinsen mit einem definierten Krümmungsradius erfordert die Kenntnis des Absorptionskoeffizienten α und der Schwellfluenz H_s des jeweiligen Materials. Diese wurden für Quarzglas, Borosilikatglas und Calciumfluorid auf Basis des Lambert-Beer'schen Gesetzes ermittelt (siehe Tab. 1).

Tabelle 1: Ermittelte Schwellfluenz H_s und Absorptionskoeffizient α für Quarzglas Corning 7980, Borosilikatglas D263T und Calciumfluorid.

Material	H_s in J/cm ²	α in cm ⁻¹
Corning 7980	0,56	$12,98 \cdot 10^4$
Schott D263T	0,39	$11,09 \cdot 10^4$
Calciumfluorid	1,06	$7,86 \cdot 10^4$

Für jedes Material wurde im Anschluss eine Parameterstudie durchgeführt, um den Einfluss der Fluenz

und der PÜLP auf den Krümmungsradius und die Oberflächenrauheit zu ermitteln. Die Fluenz wurde dabei im Bereich von 1,5 bis 5 J/cm² und die PÜLP von 90 bis 99 % variiert. Die Herstellung der in Bild 2 dargestellten Zylinderlinsen erfolgte mit einer Fluenz von 3 J/cm² und verschiedenen PÜLPs. Im Allgemeinen wiesen die Linsen in Quarz- und Borosilikatglas eine nahezu optimale Krümmung auf (siehe Bild 3). Linsen, deren Radius kleiner ist als der Designradius von 125 µm, weichen jedoch mit kleiner werdendem Radius zunehmend von der optimalen Form ab. Wie in Bild 4 und 5 erkennbar, hängt der Radius von der Fluenz und von der PÜLP ab.

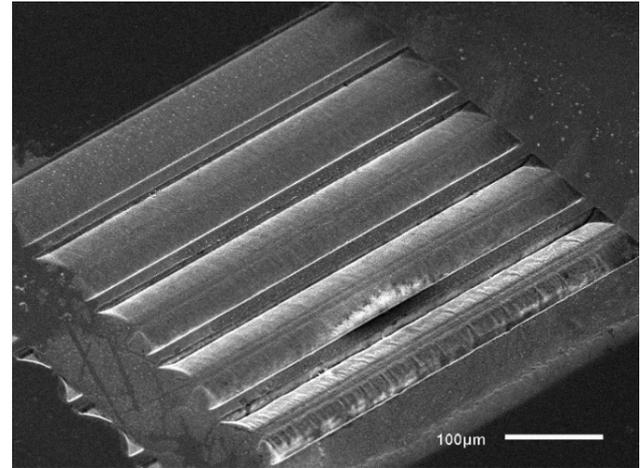


Bild 2: Rasterelektronenmikroskop(REM)-Aufnahme von 85 µm breiten Zylinderlinsen, hergestellt in Quarzglas Corning 7980 ($H = 3 \text{ J/cm}^2$, PÜLP: 90, 95, 97, 98 und 99 %).

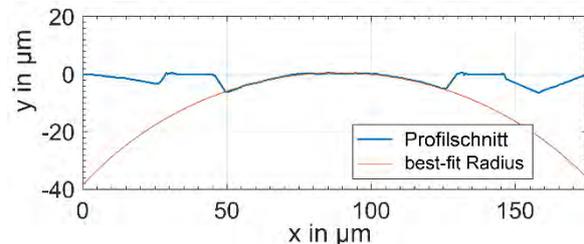


Bild 3: Profilschnitt einer 85 µm breiten Zylinderlinsen in Quarzglas Corning 7980 ($H = 3 \text{ J/cm}^2$, PÜLP: 98%).

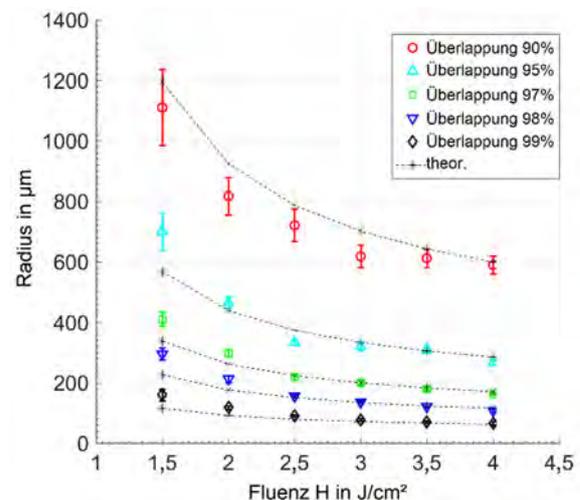


Bild 4: Radien der in Quarzglas Corning 7980 hergestellten Zylinderlinsen in Abhängigkeit der Fluenz für unterschiedliche PÜLPs.

Mit der Erhöhung der Fluenz (siehe Bild 4) und zunehmender PÜLP (siehe Bild 5) verringert sich der Krümmungsradius der Linsen. Die gemessenen und aus Schwellfluenz, Absorptionskoeffizient und Maskeengeometrie berechneten Krümmungsradien stimmen für Quarzglas im Allgemeinen gut überein.

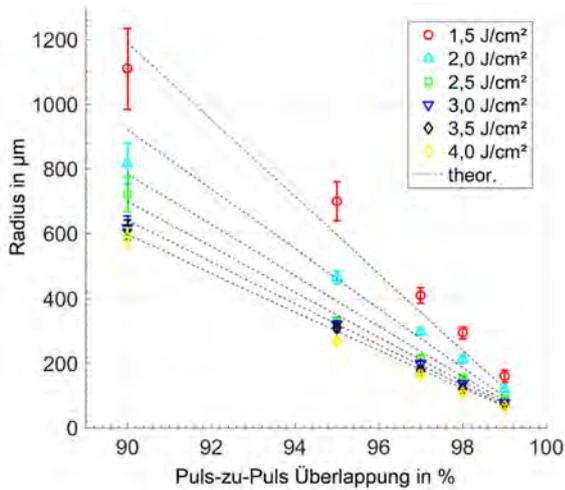


Bild 5: Radien der in Quarzglas Corning 7980 hergestellten Zylinderlinsen in Abhängigkeit von der PÜLP für verschiedene Fluenzen.

Der Krümmungsradius kann über beide Parameter im Bereich von 100 bis 1.100 µm eingestellt werden. Für die in Borosilikatglas D263T hergestellten Linsen wurden die gleichen Abhängigkeiten ermittelt. Der Einfluss der PÜLP wurde im Bereich von 95 bis 99 % und der Einfluss der Fluenzen im Bereich von 1,5 - 5 J/cm² untersucht. Die Radien der erzeugten Linsen liegen im Bereich von 50 bis 350 µm. Durch eine entsprechende Erweiterung des Parameterfeldes können auch Linsen mit größeren Radien erzeugt werden.

Die Untersuchungen an Calciumfluorid zeigen ein deutlich anderes Verhalten der Radien in Abhängigkeit von den Prozessparametern. Im Allgemeinen ist für die Herstellung von Zylinderlinsen in diesem Material eine Fluenz von mindestens 3,5 J/cm² erforderlich. Die Linsen weisen im Profilschnitt ebenfalls eine gute Übereinstimmung mit der zirkularen Form auf (vgl. Bild 6). Durch die ungünstigen Abtragbedingungen und die große Rauheit der Oberfläche sind jedoch deutlich größere Abweichungen zu erkennen.

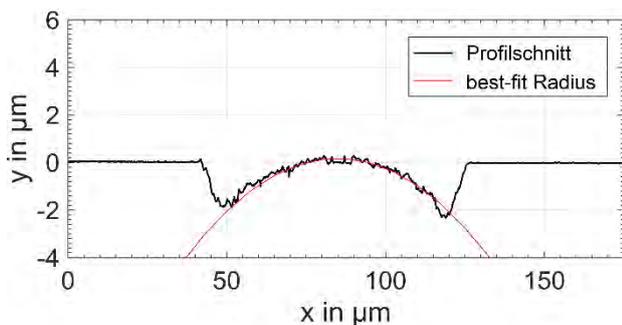


Bild 6: Profilschnitt einer in Calciumfluorid hergestellten Zylinderlinse (H = 3,5 J/cm, PÜLP: 98 %).

Bei Fluenzen von weniger als 3,5 J/cm² ist der Abtrag nicht homogen und die Maske wird nicht zuverlässig abgebildet. Dies ist mit der geringen Maskenapertur im Bereich des Scheitelpunktes und der hohen Schwellfluenz zu begründen. Des Weiteren ist eine PÜLP von mindestens 95 % erforderlich, um ein zirkulares Profil zu generieren. Zur Erweiterung des Parameterfeldes wurde eine neue Maske berechnet und angefertigt (siehe Bild 7). Die Maske weist eine vergrößerte Apertur im Bereich des Scheitelpunktes auf und zusätzliche Maskenbereiche an den Rändern für die Array-Strukturierung.

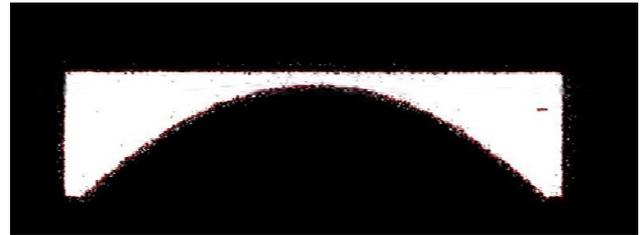


Bild 7: Mikroskopaufnahme der optimierten Maske.

In Bild 8 sind die Krümmungsradien der mit der neuen Maske hergestellten Zylinderlinsen in Abhängigkeit von der PÜLP dargestellt. Aus der Abbildung geht hervor, dass unterhalb von 95 % PÜLP keine definierte Krümmung erzeugt werden kann. Im Bereich von 95 % bis 99 % hängt der Krümmungsradius nahezu linear von dieser ab. Des Weiteren konnte das Parameterfeld in Richtung von Fluenzen < 3,5 J/cm² nicht erweitert werden. Linsen, die mit einer kleineren Fluenz hergestellt wurden, weisen im Profil enorme Abweichungen von der zirkularen Form auf.

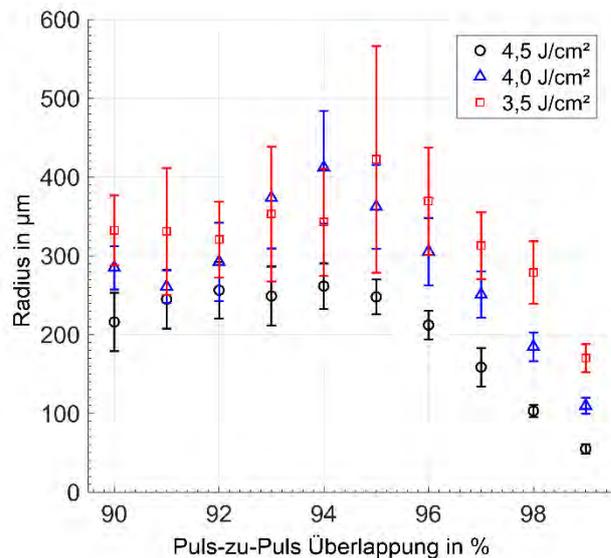


Bild 8: Radien der in Calciumfluorid hergestellten Zylinderlinsen in Abhängigkeit von der PÜLP, hergestellt mit einer Fluenz von 3,5 J/cm², 4,0 J/cm² und 4,5 J/cm².

Des Weiteren können die Radien bei diesem Material nicht im Voraus berechnet werden. Der Grund dafür liegt im Absorptionsverhalten des Materials und der damit einhergehenden Änderung der Abtragtiefe. Die Ergebnisse decken sich diesbezüglich qualitativ mit dem von Göring et al. ermittelten Einfluss der Fluenz

und der Oberflächenrauheit auf die Absorption [11]. Die herkömmliche Methode zur Ermittlung der Schwellfluenz und des Absorptionskoeffizienten kann bei diesem Material nicht eingesetzt werden, da die Mittelung der Messwerte über unterschiedliche Pulszahlen in diesem Fall zu einer Verfälschung der Parameter führt. Nachträgliche Untersuchungen zeigen, dass der Abtrag pro Puls in Calciumfluorid mit steigender Anzahl an Pulsen abnimmt und sich einem fluenzabhängigen Grenzwert annähert (siehe Bild 9). Im Vergleich dazu ist der Abtrag pro Puls in Corning 7980 relativ konstant.

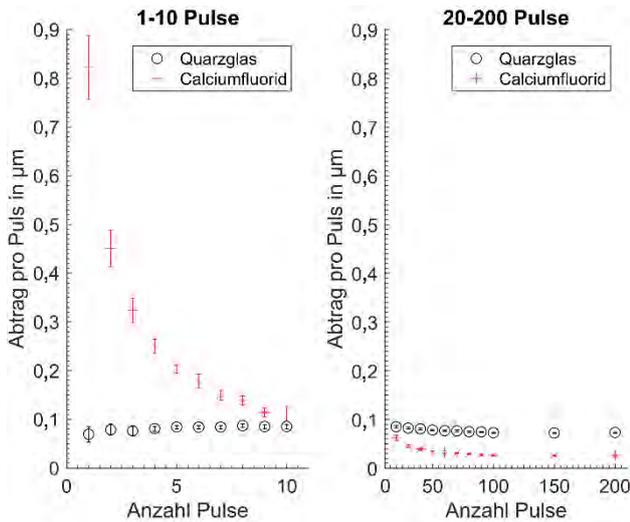


Bild 9: Abtrag pro Puls in Calciumfluorid und Corning 7980 in Abhängigkeit von der Pulszahl ($H = 2 \text{ J/cm}^2$).

Des Weiteren wurde die Rauheit der Linsen vermessen. In Bild 10 und Bild 11 sind die gemessenen Werte der in Quarzglas und Calciumfluorid hergestellten Zylinderlinsen dargestellt.

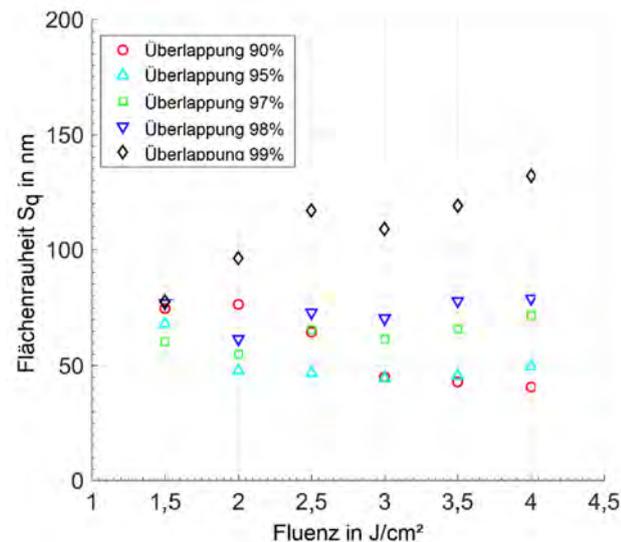


Bild 10: Flächenrauheit S_q der in Quarzglas hergestellten Zylinderlinsen ($\lambda_c = 8 \text{ µm}$).

Der Vergleich der Abbildungen zeigt, dass die Rauheit der in Quarzglas hergestellten Linsen im Wesentlichen von der PÜLP abhängt. Der Einfluss der Fluenz ist, mit Ausnahme von 99 % PÜLP, gering. Im

Gegensatz dazu, zeigt sich bei den Linsen in Calciumfluorid eine deutliche Abhängigkeit der Rauheit von beiden Parametern (siehe Bild 11). In Quarzglas können Linsen mit einer Rauheit von $S_q < 50 \text{ nm}$ hergestellt werden. Für Calciumfluorid liegt die derzeit erreichbare minimale Rauheit bei $S_q = 128 \text{ nm}$. Eine Verringerung der Rauheit könnte durch die Verringerung der Fluenz und der PÜLP realisiert werden. Dies steht jedoch im Widerspruch zu den Ergebnissen bzgl. der zuverlässig erzeugbaren Radien.

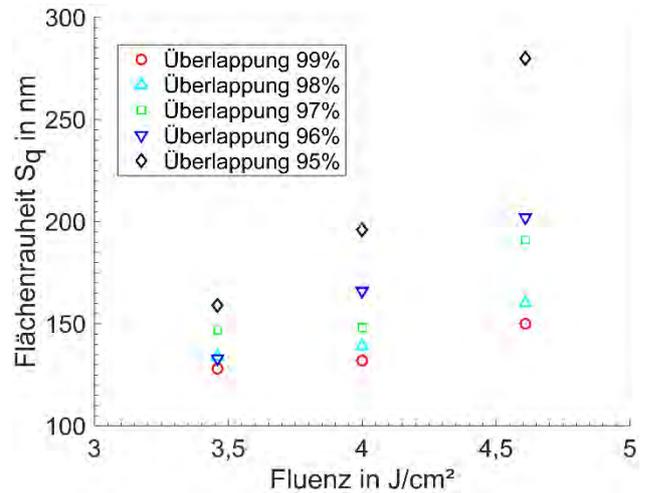


Bild 11: Flächenrauheit S_q der in Calciumfluorid hergestellten Zylinderlinsen in Abhängigkeit von der Fluenz ($\lambda_c = 8 \text{ µm}$).

5. Strukturierung von Zylinderlinsenarrays

Die Herstellung von Zylinderlinsenarrays erfolgt durch das Aneinandersetzen einzelner Zylinderlinsen. Die sich im Allgemeinen schräg ausbildenden Strukturflanken am Rand des Abtragsbereichs führen dazu, dass zwischen den Linsen Stege verbleiben. Diese verringern den Füllfaktor des Linsenarrays und können zur Beeinträchtigung dessen Funktion führen. Die nutzbare Apertur der Linsen verringert sich somit beidseitig um die Breite der Flanke. Unter der Annahme eines konstanten Flankenwinkels ist die nutzbare Apertur damit abhängig vom Radius und der damit einhergehenden Strukturtiefe. Zur Beseitigung der Stege wurde der Linsenabstand in Schritten von 1 µm von 85 µm auf 75 µm reduziert. Wie in Bild 12 erkennbar ist, werden die Stege durch die Verringerung des Abstandes auf 81 µm nahezu vollständig beseitigt.

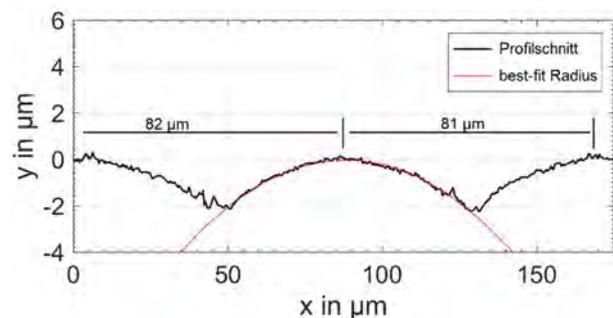


Bild 12: Profilschnitt eines Mikrolinsenarrays mit reduziertem Linsenabstand von 82 µm bzw. 81 µm ($R = 374 \text{ µm}$).

Die Strukturierung der Linsenarrays in Calciumfluorid erfolgte mit der angepassten Maske. Durch die zusätzlichen Maskenbereiche kann der Linsenabstand auf die Sollapertur von $85\ \mu\text{m}$ eingestellt werden. In Bild 13 ist der Profilschnitt eines Linsenarrays in Calciumfluorid mit von Linse zu Linse konstant in $1\ \mu\text{m}$ Schritten verringertem Abstand beginnend bei $90\ \mu\text{m}$ dargestellt. Aus dem gemittelten Profil ist deutlich erkennbar, dass ab $85\ \mu\text{m}$ Linsenabstand kein Material im Übergangsbereich verbleibt.

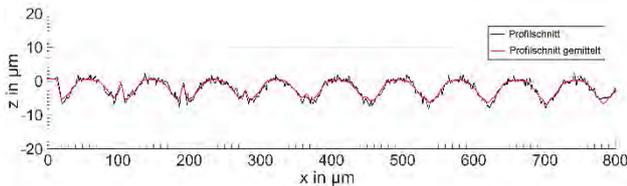


Bild 13: Profilschnitt eines Linsenarrays in Calciumfluorid mit von Linse zu Linse konstant in $1\ \mu\text{m}$ Schritten reduziertem Linsenabstand beginnend bei $90\ \mu\text{m}$ unter Verwendung der neuen Maske.

6. CO₂-Laserglättung

Das in Bild 14 dargestellte Linsenarray wurde mit einer Fluenz von $3\ \text{J}/\text{cm}^2$ und einer PÜLP von 97 % hergestellt. Die Ausgangsrauheit der Linsenoberfläche betrug $S_q = 44,1 \pm 2,8\ \text{nm}$. Die Nachbehandlung des Arrays erfolgte bei einer Temperatur von $1.600\ \text{°C}$ und einer Vorschubgeschwindigkeit von $0,5\ \text{m/s}$. Durch die einmalige Glättung der Oberfläche konnte die Rauheit auf $S_q = 10,3 \pm 0,6\ \text{nm}$ reduziert werden.

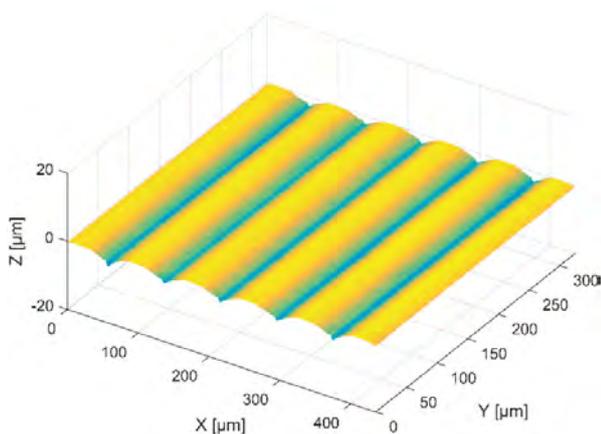


Bild 14: Konfokalmikroskopaufnahme eines Linsenarrays in Corning 7980 ($H = 3\ \text{J}/\text{cm}^2$, PÜLP: 97 %).

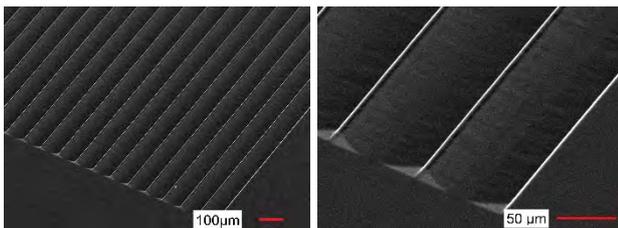


Bild 15: REM-Aufnahme eines geglätteten Linsenarrays in Corning 7980 ($H = 3\ \text{J}/\text{cm}^2$, PÜLP: 97 %, $T = 1.600\ \text{°C}$).

In Bild 15 sind REM-Aufnahmen eines bei $1.600\ \text{°C}$ geglätteten Linsenarrays dargestellt. Im Vergleich zu

Bild 2 weisen die geglätteten Linsenoberflächen eine deutlich geringere Streuung auf und sind vergleichbar mit der unbearbeiteten Oberfläche. Die REM-Aufnahmen zeigen jedoch auch, dass auf den Linsen eine Welligkeit verbleibt. Diese ist auf Schwankungen der Laserleistung zurückzuführen. Die Reduktion der Rauheit wirkt sich unmittelbar auf die optische Funktion des Linsenarrays aus. Dies kann durch die wellenoptische Simulation der Strahlungsausbreitung durch die entsprechende Linsenoberfläche gezeigt werden. Auf Basis des Fresnel-Kirchhoff'schen Beugungsintegrals wurde die Verteilung der elektrischen Feldstärke $|E|^2$ einer ebenen, sich ausbreitenden elektromagnetischen Welle berechnet. Der Vergleich der in Bild 16 dargestellten Verteilungen zeigt, dass eine Verringerung der Rauheit zur Verringerung der Streuung führt. Des Weiteren ist zu erkennen, dass Defekte am Rand der Linsen, die zu einer asymmetrischen Verteilung der elektrischen Feldstärke führen, bei einer Glättungstemperatur von $1.600\ \text{°C}$ nicht beseitigt werden können.

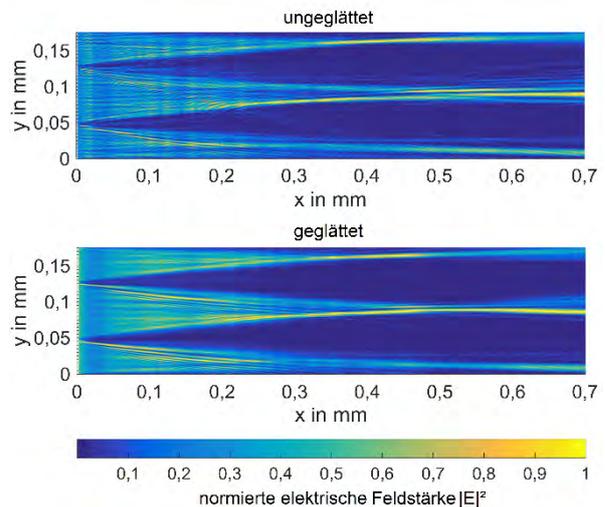


Bild 16: Betragsquadrat $|E|^2$ der elektrischen Feldstärkeverteilung (normiert auf 1) einer sich durch eine ungeglättete (oben) und eine geglättete Linsenoberfläche (unten) ausbreitenden elektromagn. Welle ($\lambda = 532\ \text{nm}$, $n = 1,460$).

In Bild 17 ist der Profilschnitt eines Linsenarrays dargestellt, das bei einer Temperatur von $1.700\ \text{°C}$ geglättet wurde. Durch die hohe Glättungstemperatur konnte die Rauheit von $S_q = 79,4\ \text{nm}$ auf $S_q = 4,6 \pm 0,8\ \text{nm}$ reduziert und nahezu alle weiteren Strukturfehler, wie Asymmetrien und die Welligkeit beseitigt werden.

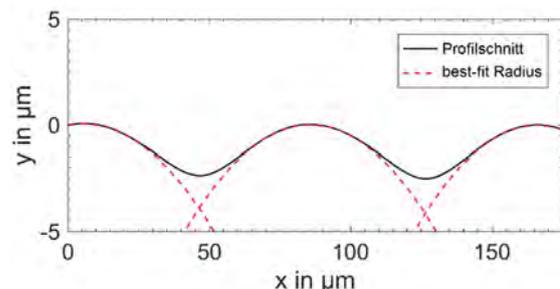


Bild 17: Profilschnitt eines bei $T = 1.700\ \text{°C}$ geglätteten Linsenarrays in Quarzglas.

Der Nachteil bei der Verwendung höherer Glättungstemperaturen ist das starke Umschmelzen der Struktur in den Übergangsbereichen. Dies führt zu Abweichungen von der idealen Linsenform, was gleichzeitig den Füllfaktor des Arrays mindert und sich auf die Funktion des Arrays auswirkt (siehe Bild 18).

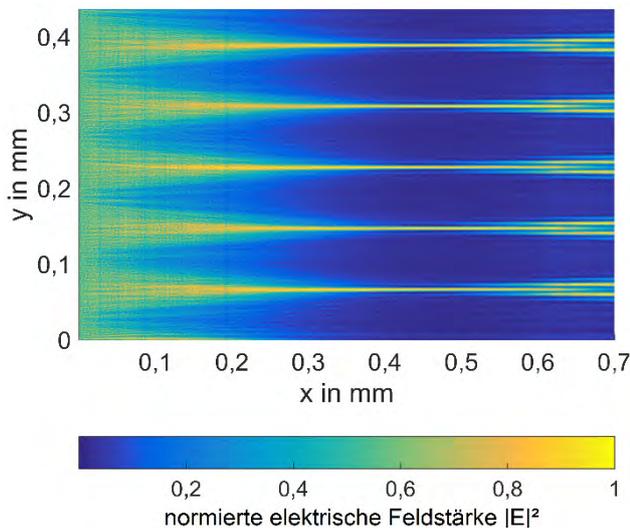


Bild 18: Betragsquadrat $|E|^2$ der elektrischen Feldstärkeverteilung (normiert auf 1) einer sich durch ein geglättetes Linsenarray ausbreitenden elektromagnetischen Welle ($T = 1.700 \text{ }^\circ\text{C}$, $\lambda = 532 \text{ nm}$, $n = 1,460$).

Für die Herstellung von Freiformlinsen kann dies jedoch auch gezielt genutzt werden. Durch die Ermittlung einer temperaturabhängigen Glättungsfunktion, mit der der Prozess hinreichend gut beschrieben werden kann, kann die Struktur im Vorhinein so ausgelegt werden, dass erst durch die Glättung das Zielprofil erreicht wird.

7. Zusammenfassung

Die Herstellung von Zylinderlinsen in Quarzglas, Borosilikatglas und Calciumfluorid ist mit der Fluorlasermikrostrukturierung unter Verwendung spezieller Masken möglich. Der Radius der erzeugbaren Linsen hängt von der Fluenz und der Puls-zu-Puls Überlappung ab und kann über diese gesteuert werden. Für Quarzglas und Borosilikatglas stimmen die berechneten Radien gut mit den gemessenen überein. Dies ermöglicht eine gezielte Herstellung von Linsen mit einem definierten Radius. Die herstellbaren Radien liegen für Quarzglas im Bereich von 100 bis 1.100 μm , für Borosilikatglas im Bereich von 50 bis 350 μm und für Calciumfluorid in Bereich von 50 bis 430 μm . Die Herstellung von Zylinderlinsen in Calciumfluorid erfordert eine minimale Fluenz von 3,5 J/cm^2 und eine Puls-zu-Puls Überlappung von mindestens 95 %. Für Quarz- und Borosilikatglas kann der Radius der Linsen durch die Kenntnis der Schwellfluenz, des Absorptionskoeffizienten und der Maskengeometrie berechnet werden. Calciumfluorid weist hingegen einen von der Fluenz und der Pulsanzahl abhängigen Abtrag pro Puls auf. Dies muss bei zukünftigen Untersuchungen berücksichtigt werden.

Die Rauheit der in Quarz- und Borosilikatglas hergestellten Linsen liegt im Allgemeinen im Bereich von $S_q = 50 - 100 \text{ nm}$. Die Rauheit hängt im Wesentlichen von der PÜLP ab, mit Ausnahme von den Linsen die bei 99 % PÜLP hergestellt wurden. Sowohl bei Quarzglas als auch bei Borosilikatglas ist eine starke Abhängigkeit von der Fluenz erkennbar. Die in Calciumfluorid hergestellten Linsen weisen bzgl. der Oberflächenrauheit eine starke Abhängigkeit von beiden Parametern auf. Für dieses Material liegt die erreichbare Rauheit bei $S_q = 120 \text{ nm}$.

Die Herstellung von Zylinderlinsenarrays ist in allen drei Materialien möglich. Durch zusätzliche Maskenbereiche können Arrays mit einem Linsenabstand von 85 μm hergestellt werden, ohne das Material im Übergangsbereich verbleibt. Der Abstand der Linsen im Array entspricht somit der Linsenapertur, was einem sehr hohen Füllfaktor entspricht. Die Nachbehandlung der in Quarzglas hergestellten Zylinderlinsen führt im Allgemeinen zu einer deutlichen Verbesserung der Linsenoberfläche. Bei einer Glättungstemperatur von 1.600 $^\circ\text{C}$ kann eine Rauheit von 10 nm erreicht werden, ohne dass sich die Form der Linsen signifikant ändert. Die Verbesserung der Oberfläche führt durch die Verringerung der Streuung zu einer Verbesserung der Funktion der optischen Elemente. Die Erhöhung der Glättungstemperatur auf 1.700 $^\circ\text{C}$ führt zu einer weiteren Reduktion der Rauheit auf 4,6 nm. Dabei werden jedoch die Übergangsbereiche zwischen den Linsen stark umgeschmolzen, sodass diese Bereiche nicht zur Funktion des Arrays beitragen. Bei Kenntnis der Glättungsfunktion kann diese Formänderung im Vorhinein bei der Strukturierung berücksichtigt und z.B. für die Herstellung von Freiformlinsen gezielt einberechnet werden.

Literaturverzeichnis

- [1] J. Xing, W. Rong, D. Sun, L. Wang, L. Sun: Extrusion printing for fabrication of spherical and cylindrical microlens arrays, *Applied Optics* **55** (2016), S. 6947-6952.
- [2] S. Huang, M. Li, L. Shen, J. Qiu, Y. Zhou: Fabrication of high quality aspheric microlens array by dose-modulated lithography and surface thermal reflow, *Optics & Laser Technology* **100** (2018), S. 298-303.
- [3] J. Qiu, M. Li, H. Ye, C. Yang, C. Shi: Fabrication of high fill factor cylindrical microlens array with isolated thermal reflow, *Applied Optics* **57** (2018), Nr. 25, S. 7296-7302.
- [4] Z. Luo, K. Yin, X. Dong, J. Duan: Fabrication of parabolic cylindrical microlens array by shaped femtosecond laser, *Optical Materials* **78** (2018), S. 465-470.
- [5] K.H. Choi, J. Meijer, T. Masuzawa, D. Kim: Excimer laser micromachining for 3D microstructure, *Journal of Materials Processing Technology* **149** (2004), S. 561-566.
- [6] M. Pfeifer, S. Weissmantel, G. Reisse: Direct laser fabrication of blaze gratings in fused silica, *Applied Physics A* **112** (2013), Nr. 1, S. 61-64.

- [7] M. Pfeifer, F. Jahn, A. Kratsch, B. Steiger, S. Weissmantel: F₂-Laser Microfabrication of Diffractive Optical Elements, Proceedings of PHOTOPTICS (2014), S. 91-96.
- [8] M. Pfeifer, S. Büttner, R. Zhang, M. Serbay, S. Weißmantel: F₂-Lasermikrostrukturierung von Mikro-Fresnel-Linsen, Scientific Reports, Journal of the University of Applied Sciences Mittweida (2017), Nr. 2, S. 127-130.
- [9] A. Richmann, E. Willenborg, K. Wissenbach: Laser polishing of lenses of fused silica and BK7, Imaging and Applied Optics Technical Papers (2012).
- [10] M. Pfeifer, S. Büttner, S. Weissmantel: CO₂-Laserglättung von diffraktiven Phasenelementen in Quarzglas, Scientific Reports, Journal of the University of Applied Sciences Mittweida (2015), Nr. 4, S. 187-191.
- [11] Ch. Görling, U. Leinhos, K. Mann: Surface and bulk absorption in CaF₂, Optics Communications **249** (2005), S. 319-328.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Unterstützung durch den Freistaat Sachsen und die Europäische Union.



Europäische Union

Europa fördert Sachsen.



Europäischer Sozialfonds



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

LASERSTRUKTURIERUNG VON KERAMIKSUBSTRATEN ZUR VERBESSERUNG DER ELEKTRISCHEN KONTAKTIERUNG

Michael Seiler, Klemens Reichelt, Oliver Elies, Jens Bliedtner
Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Carl-Zeiss-Promenade 2, 07745 Jena

In der Aufbau- und Verbindungstechnik ist die Dickschichtfertigung zur Herstellung von elektronischen Schaltungen auf Keramiksubstraten verbreitet. Auftretende Verschmutzungen der Kontaktflächen durch Kleberrückstände führen beim Bonden und Löten zu Problemen bei der Kontaktierung diskreter Bauteile. Als Lösungsansatz wird eine Technologie auf Basis von ultrakurzen Laserpulsen (7 ps) vorgestellt. Durch eine scannende Strahlableitung werden gezielt Oberflächenstrukturierungen durchgeführt, die im Anschluss auf ihre tribologischen Eigenschaften ausgewertet werden. Für die Strukturen werden quadratische Säulen- und Lochstrukturen, die in Abstand, Größe und Tiefe variieren, untersucht. Die Korrelation der gemessenen, statischen Kontaktwinkel mit dest. Wasser bei unterschiedlichen Lasergrößen lässt sich sehr gut auf die Bondflächen übertragen. Im Ergebnis kann die bestehende Kontaktstelle vollfächig für eine Kontaktierung genutzt werden.

1. Einleitung

Für elektronische Schaltungsträger werden, aufgrund ihrer Eigenschaften, bevorzugt keramische Hochleistungsmaterialien verwendet. Wachsende Anforderungen und die Integration neuer Funktionalitäten auf Leiterplatten treiben die Entwicklung voran. Um gezielt Eigenschaften auf Oberflächen zu ändern, können verschiedene Strukturierungsmöglichkeiten angewendet werden. Bei der direkten Strukturierung mittels kontinuierlicher oder kurz gepulster Laserstrahlung treten störende Effekte, wie Schmelze, Grat, etc., bei der Bearbeitung auf. Hier bildet der Ultrakurzpulslaser (UKPL), durch seine quasi athermische Wechselwirkung mit dem Material, eine Alternative zu herkömmlichen Systemen. Im Detail wird über die Veränderung des Benetzungsverhaltens der Kontaktwinkel zur Oberfläche variiert. Durch die Ausnutzung verschiedener Strukturen können u.a. Fließzonenengrenzen geschaffen werden, die spezielle Zonen auf der Leiterplatte schützen sollen. Eine Applikation bildet der Schutz von Bondkontaktflächen gegen Kleber, der bei der Bestückung ausbluten kann.

2. Grundlagen und Motivation

Für die Herstellung von Oberflächenstrukturen kommen Maskenverfahren und direkte Schreibverfahren zum Einsatz. Diese werden je nach Stückzahl, Flexibilität und Applikation ausgewählt. Bei geringen Stückzahlen und hohen Anforderungen an die Flexibilität sind direkte Schreibverfahren mittels Laser oder anderer elektromagnetischer Strahlung geeignet. Hier ist der Laser ein weitverbreitetes Werkzeug. Er zeichnet sich durch seine präzise Energieeinbringung und sein kontaktloses Verhalten aus. Bei hohen Anforderungen an Qualität und Präzision werden UKPL verwendet. Die nicht lineare Absorption und Wechselwirkung mit dem Substratmaterial führt zu Strukturgrößen im Mikrometerbereich [1-5], welche für die Änderung des Benetzungsverhaltens gut geeignet sind.

In der Literatur sind zwei Theorien zur Beschreibung des Kontaktwinkels auf rauen Oberflächen etabliert.

[6, 7] Hierzu werden die Ausgangsmodelle von *Wenzel* und *Cassie-Baxter* verwendet und für die verwendeten Strukturen angepasst. Somit ergeben sich zwei unterschiedliche Gleichungen, welche folgend beschrieben werden,

$$\begin{aligned} & \text{nach Wenzel} \\ & \cos \theta_{WE} = r \cdot \cos \theta \\ \text{mit} \quad & r = \frac{A_{real}}{A_{projiziert}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{nach Cassie-Baxter} \\ & \cos \theta_{CB} = \varphi (\cos \theta + 1) - 1 \\ \text{mit} \quad & \varphi = \frac{1}{(b/a + 1)^2} \end{aligned}$$

dabei steht A für das Flächenverhältnis von realer Oberfläche zu projizierter Fläche. Hier enthalten sind die Strukturgröße a sowie der Strukturabstand b . In den Formeln wird die Höhe der Strukturen, die der Abtragtiefe entspricht, mit H bezeichnet.

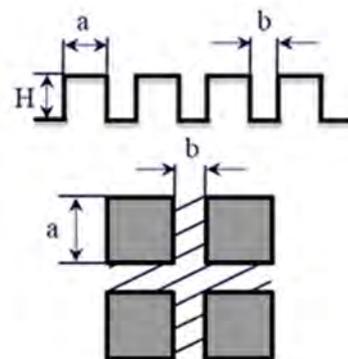


Bild 1: Schematische Ansichten am Beispiel einer Säulenstruktur

Zur Verdeutlichung sind in der Bild 1 Querschnittsskizze (oben) und die Draufsicht (unten) anhand einer Säulenstruktur dargestellt. Die Schraffur innerhalb der Draufsicht verdeutlicht den gelaserten Bereich.

Ziel dieser Arbeit ist es hydrophobe und hydrophile

Kontaktwinkel auf unbehandelten technischen Keramiken herzustellen. Das heißt es gibt keine Vor- und Nachbearbeitung der Struktur in Anschluss an den Laserprozess.

3. Experimenteller Aufbau und Methoden

Für die experimentellen Untersuchungen wird ein Ultrakurzpulslaser (7 ps) in Kombination mit einem Galvometerscanner und Kreuztisch verwendet. Die Spezifikationen sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Lasertyp	TruMicro 5050
Hersteller	Trumpf Laser GmbH
Wellenlänge	1030 nm
Max. Ausgangsleistung	50 W
Strahlableinheit	HurrySCAN II 14
Hersteller	Scanlab GmbH
Max. Scangeschwindigkeit	2 m·s ⁻¹
Brennweite	100 mm
Rayleighlänge (berechnet)	600 µm
Fokusbereich (gemessen)	30 µm

Tabelle 1: Spezifikationen des verwendeten UKPL-Systems

Die Strahlprofilmessung und die Fokusbereichbestimmung werden einer CCD-Kamera *Spiricon SP620U* von *Ophir* umgesetzt. Beim Probenmaterial handelt es sich um die technischen Keramiken Aluminiumnitrid AlN und Aluminiumoxid Al₂O₃. Beide zeichnen sich durch hohe thermische Stabilität sowie einen hohen spezifischen elektrischen Widerstand aus. Diese weisen eine Abmessung (H x B x T) von 101 mm x 101 mm x 0,63 mm auf. Die Ausgangsrauheit Ra beträgt für beide Substrate 0,32 µm. Die Feldgröße für die Laserstrukturierung hat eine Fläche von 13 mm x 13 mm bei den Säulen und 8 mm x 8 mm bei den Lochstrukturen. Durch diese Größe können mehrere Kontaktwinkel pro Feld appliziert und mit dem Messgerät *OCA 15* von *dataphysics* ausgewertet werden. Für die phänomenologische Betrachtung wird das Digitalmikroskop *VHX-2000* der Firma *Keyence* und für die Messung der Abtragtiefe das Laserscanningmikroskop (LSM) *VKX-100* von *Keyence* verwendet.

Der Versuchsplan dieser Arbeit ist zweigeteilt. In einem ersten Schritt werden Schwellfluenzuntersuchungen nach *Liu* [8] durchgeführt. Diese haben das Ziel Laser- und Scanparameter in Abhängigkeit der Abtragtiefe zu finden. Sie bilden die Grundlage, um für gewünschte Applikationen eine Abtragsgrenze nicht zu überschreiten. Es werden Fluenz *F*, Pulsabstand *d_p* und Anzahl an Überfahrten *N* für beide Materialien untersucht.

Im Anschluss werden Parameterkombination ausgewählt, um bei konstanter Tiefe *H*, zusätzlich den Einfluss der Laserkenngrößen auf den gemessenen

Kontaktwinkel zu untersuchen. Diese sind im Versuchsplan zur Oberflächenstrukturierung (in Tabelle 2) integriert.

AlN		Al ₂ O ₃	
Säulenstruktur		Lochstruktur	
<i>a</i> = 50 µm	<i>a</i> = 100 µm	<i>a</i> = 200 µm	
<i>b</i> = 30 µm	<i>b</i> = 60 µm	<i>b</i> = 90 µm	
<i>N</i> = low, <i>d_p</i> = low	<i>N</i> = high, <i>d_p</i> = low	<i>N</i> = low, <i>d_p</i> = high	<i>N</i> = high, <i>d_p</i> = high

Tabelle 2: Versuchsplan für die Strukturierung

4. Ergebnisse und Diskussion

Vor der Messung der Kontaktwinkel werden die theoretischen Strukturgrößen auf ihre Maßhaltigkeit geprüft. Die Abweichungen bei der Laserstrukturierung liegen über den Versuchsumfang verteilt im Mikrometerbereich, wie in Bild 2 zu erkennen ist.

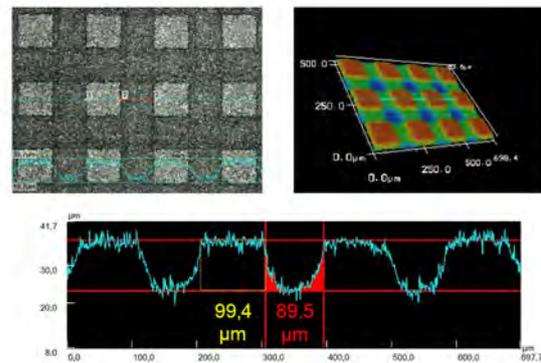


Bild 2: Kontrolle der Strukturierungsgrößen anhand der LSM-Messung am Beispiel einer Säulenstruktur (AlN)

Während der Kontaktwinkelmessung werden pro Feld drei Messungen durchgeführt. Die Mittelwerte sind in den folgenden Diagrammen als Messpunkte dargestellt.

Der theoretische Vergleich der Kontaktwinkelberechnung nach *Wenzel* und *Cassie-Baxter* zeigt für beide Keramiken ein eindeutiges Ergebnis. In Bild 3 werden beide Modelle mit den Ergebnissen von Aluminiumoxid bei der Säulenstruktur verglichen.

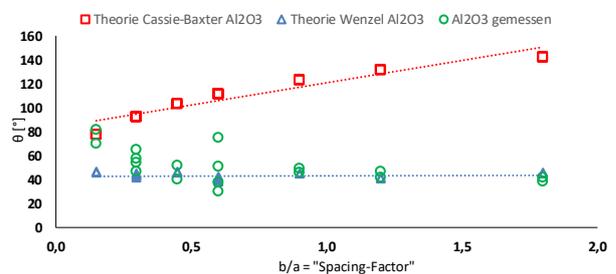


Bild 3: Vergleich der beiden theoretischen Modelle mit gemessenen KW für Al₂O₃

Unabhängig von Material, Strukturierungsgrößen (*a*, *b*, *H*) und Laserparameter folgen die experimentellen Daten dem Trend des Modells nach *Wenzel*. Aus diesem Grund wird die Theorie nach *Cassie-Baxter* aus den Betrachtungen ausgeschlossen. Die Kontaktwin-

kel von Aluminiumoxid weisen ein hydrophiles Verhalten auf und folgen dem Modell nach *Wenzel* in guter Näherung.

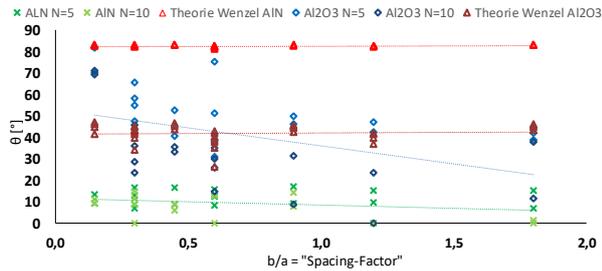


Bild 4: Experimentelle Messergebnisse beider Keramiken im Vergleich mit *Wenzel* Modell für Lochstrukturen

Bei Laserstrukturierung über Löcher kann für Aluminiumoxid ein ähnlicher Trend zur Theorie von *Wenzel* erkannt werden. Für das Material entstehen ebenso hydrophile Kontaktwinkel wie bei der Säulenstruktur.

Die Kontaktwinkel von Aluminiumnitrid sind hydrophiler im Vergleich zu Al_2O_3 . Weiterhin ist ein Offset zu den theoretischen Werten erkennbar. Dieser kann durch die Bildung einer Oxidschicht bei AlN erklärt werden. Die Werte sind direkt nach der Laserprozessierung aufgenommen. Mit wachsender Oxidschicht über Zeit kann sich der Offset verringern und es erfolgt eine Übereinstimmung mit der Theorie.

5. Zusammenfassung

Mittels UKPL wurde eine Mikrostrukturierung auf den beiden technischen Keramiken umgesetzt. Die Änderung des Benetzungsverhaltens auf der Oberfläche ist deutlich erkennbar. Die Messdaten beider Materialien folgen im Trend dem theoretischen Modell von *Wenzel*. Der Variantenvergleich zwischen Säulen und Löchern führt je Material zu ähnlichen Kontaktwinkeln. Die Strukturvariation als auch die Kennwerte (a , b , H) haben einen geringen Einfluss auf den Kontaktwinkel. Mit dem vorhandenen Versuchsplan können im Rahmen der Untersuchungen keine superhydrophoben Strukturen erreicht werden.

Die gewonnenen Erkenntnisse sind in Bild 5 in eine ausgewählte Applikation überführt. Als Anwendungsbeispiel ist ein Chiplayout (links) zu sehen.

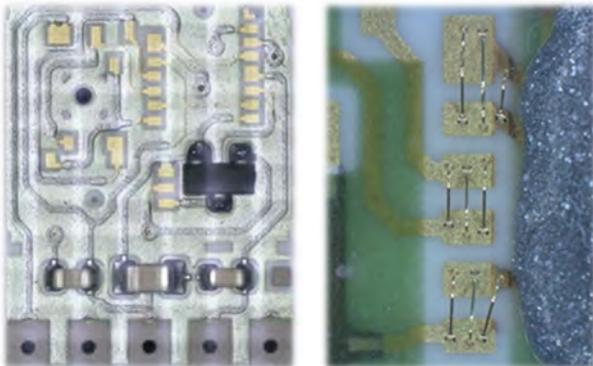


Bild 5: Applikationsbeispiel Fließzonengrenze für Bondkontakte

Die in der oberen linken Ecke (linkes Bild) zu erkennenden goldenen 12 Flächen dienen der späteren Kontaktierung zum Chip. Im Zentrum der Kontakte wird dieser platziert und über einen Kleber fixiert. Beim Ausbluten des Klebers werden die Bondflächen verschmutzt und verhindern eine Kontaktierung. Die Strukturierung dieser Zone ermöglicht die Schaffung einer Fließzonengrenze, wie sie in Bild 5 (rechts) dargestellt ist. Der Grenze verhindert, dass sich der Kleber (grau dargestellt) auf die Goldkontakte ausbreitet.

Danksagung

Wir danken dem Freistaat Thüringen für die Förderung im Rahmen des Verbundprojekts „ProFunk“ (2015 VF 0021).

Freistaat
Thüringen



Literaturverzeichnis

- [1] H. Zhao, K.-C. Park und K.-Y. Law, „Effect of Surface Texturing on Superoleophobicity, Contact Angle Hysteresis, and “Robustness”,“ *Langmuir*, Bd. 28, pp. 14925-14934, 2012.
- [2] L. Zhu, Y. Feng, X. Ye und Z. Zhou, „Tuning wettability and getting superhydrophobic surface by controlling surface roughness with well-designed microstructures“, *Sensors and Actuators A: Physical*, Bde. %1 von %2130-131, pp. 595-600, 2006.
- [3] B. Bhushan und Y. C. Jung, „Wetting study of patterned surfaces for superhydrophobicity“, *Ultramicroscopy*, Bd. 107, pp. 1033-1041, 2007.
- [4] R. Jagdheesh, „Fabrication of a Superhydrophobic Al_2O_3 Surface Using Picosecond Laser Pulses“, *Langmuir*, Bd. 30, pp. 12067-12073, 2014.
- [5] L. Qin, P. Lin, Y. Zhang, G. Dong und Q. Zeng, „Influence of surface wettability on the tribological properties of laser textured“, *Applied Surface Science*, Nr. 268, pp. 79-86, 2013.
- [6] N. A. Patankar, „On the Modeling of Hydrophobic Contact Angles on Rough Surfaces“, *Langmuir*, Bd. 19, pp. 1249-1253, 2003.
- [7] N. A. Patankar, „Mimicking the Lotus Effect: Influence of Double Roughness Structures and Slender Pillars“, *Langmuir*, Bd. 20, pp. 8209-8213, 2004.
- [8] J. Liu, „Simple technique for measurements of pulsed Gaussian-beam spot sizes“, *Optics Letters*, Nr. 7, No. 5, pp. 196-198, 1981.

QUO VADIS LIPSS? – APPLICATIONS OF LASER-INDUCED PERIODIC SURFACE STRUCTURES

Camilo Florian, Sabrina V. Kirner, Jörg Krüger, Jörn Bonse*

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Unter den Eichen 87, D-12205 Berlin, Germany

*joern.bonse@bam.de

Laser-induced periodic surface structures (LIPSS, ripples) are a universal phenomenon that can be observed on almost any material after the irradiation by linearly polarized laser beams, particularly when using ultrashort laser pulses with durations in the femtosecond to picosecond range. During the past years significantly increasing industrial and research activities have been reported in the field of LIPSS, since their generation in a single-step process provides a simple way of nanostructuring and surface functionalization towards the control of optical, mechanical or chemical surface properties. In this contribution the mechanisms of formation and current trends and applications of LIPSS are reviewed, including the colorization of technical surfaces, the control of surface wetting properties, the mimicry of the natural texture of animals, the tailoring of surface colonization by bacterial biofilms, the advancement of leadless medical pacemakers, and the improvement of the tribological performance of nanostructured metal surfaces.

1. Introduction

Laser-induced periodic surface structures can be produced on metals, semiconductors and dielectrics when irradiated with linearly polarized high intensity femtosecond laser pulses [1]. After the laser irradiation and with no further treatments, the material undergoes a process resulting in the formation of parallel lines with an orientation strongly dependent on the laser polarization. The periodicity of the structures is usually used to classify the structures in two general groups, high-spatial frequency LIPSS (HSFL) for periods significantly smaller than the laser wavelength and low-spatial frequency LIPSS (LSFL) for periods close to the laser wavelength [2]. Currently, the latest explanations on the origin of such structures are based on the interference of a linearly polarized incident laser beam with electromagnetic surface waves propagating on the surface or scattering due to the present sample roughness, leading to a modulation of the fluence that is finally deposited on the material. This mechanism is sketched in Figure 1.

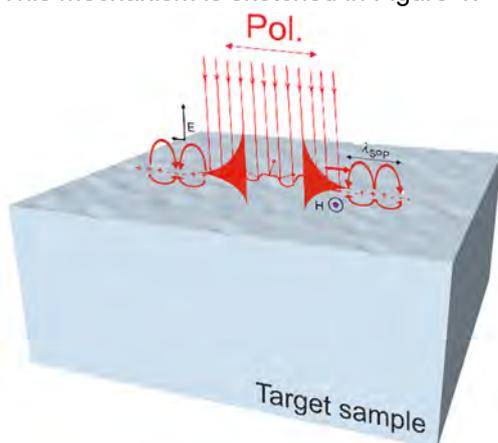


Figure 1: Representation of the formation mechanism that gives origin to LIPSS when a solid target sample is irradiated by linearly polarized laser irradiation.

There are several parameters to consider for the formation of LIPSS that can be classified in material dependent (optical, thermal and chemical properties)

[3–5], processing parameters (laser fluence, wavelength, polarization, number of effective pulses per spot unit, repetition rate, beam incident angle) [6–12] and processing media (gaseous, liquid or vacuum) [13–15]. Due to this wide “rainbow” of possibilities, a single model that describes the complete dynamics is not completed yet, however, recent publications show advancements in the understanding of ablative LSFL in dielectrics, semiconductors, and metals irradiated by femtosecond laser pulses in air. These investigations have been performed very recently by Rudenko et. al. and were published in Refs. [16–19]. The research includes numerical solutions for electromagnetic fields scattered from isolated dipoles including the formation of nanovoids required for the formation of plasmons at the surface. The latest publication includes a combined finite difference time domain (FDTD) model with a two temperature model (TTM) for accounting also hydrodynamic processes and phase transitions present under femtosecond laser irradiation [19]. The results allow the determination of the periodicity of LIPSS under real irradiation conditions on semiconductors, which could be extrapolated to other types of materials.

Thanks to the versatility to produce LIPSS on different materials, the potential for functionalization of surfaces is manifold.

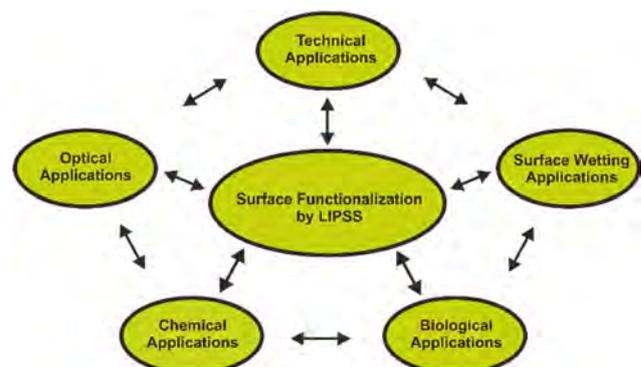


Figure 2: General scheme of the potential applications that can be derived from the surface functionalization through LIPSS [21].

Indeed, the available range of applications that include LIPSS is increasing with time, comprising applications in optics, chemistry, surface wetting, biology and different technical applications, which will be described in the following. These areas are summarized in the scheme depicted in Fig. 2. One of the main reasons to find suitable applications based on LIPSS are the advantages over traditional laser direct-write methods, where the micro- and nanofabrication with tightly focused beams over large areas could take a long time due to the need of irradiating line-by-line or spot-by-spot until the desired machining process is completed. In contrast, LIPSS can be fabricated typically under loosely focusing conditions (large beam spots) and at relatively high processing speeds when using high repetition rate femtosecond lasers and fast laser scanning heads. Importantly, most of the developed applications consider irradiation in air at room temperature, which is compatible with already existing strategies where LIPSS can be used.

In the following, some real and well established applications based on LIPSS in the mentioned fields are discussed.

2. Results and discussion

Optical applications

One of the most common applications of LIPSS consists in the use of LSFL on the surface of a material. These structures typically present periods in the wavelength range of visible light. If that is the case, the structures will behave as an optical grating and light diffraction will be present featuring different colors according to the white light angle of incidence. The first publications on this subject were done by Vorobyev and Guo on aluminum samples [20]. Previously, we followed a similar laser irradiation strategy using different peak fluences and numbers of effective pulses per spot unit to produce coloring of the surface of a titanium-alloy sample (Ti6Al4V) with a femtosecond laser (30 fs, 800 nm, repetition rate 1 kHz) in air environment and room temperature, as it can be seen in Fig. 3.

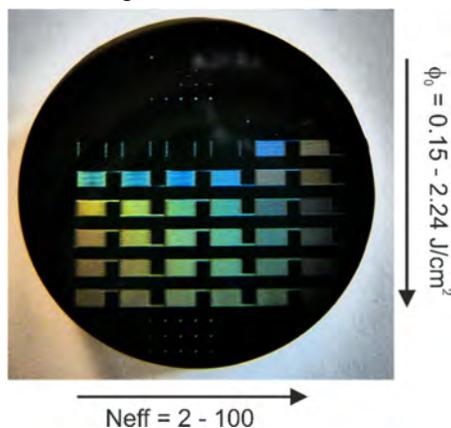


Figure 3: Ti6Al4V polished sample ($\varnothing = 24$ mm) showing laser irradiated areas (30 fs, 800 nm, 1 kHz) at different fluences (ϕ_0) and effective number of pulses (N_{eff}) increasing in the direction of the arrows. The changing colors are produced due to optical diffraction and wavelength dependent absorption of white light at the laser-generated LSFL. This figure has been adapted from Ref. [21].

It is possible to see different colors depending on the structure period produced in each area and the angle of incidence of the white light.

Surface wetting by mimicking nature

Bio-mimicking is a multidisciplinary research branch that usually overlaps biology, mathematics, engineering and physics to translate functionalities found in nature into practical applications. For surface functionalization, the typical example is the lotus leaf and the hierarchical structures that allows it to self-clean by producing a super-hydrophobic surface [22]. Figure 4 shows a selection of results obtained when mimicking similar micro- and nanostructures. LSFL are produced on the surface of a steel sample. Using the master steel sample, it is possible to replicate the structures and even the light diffraction as seen in Fig. 4A on thin polymer samples. Insets of the measured contact angle with water show the presence of different surface wetting regimes depending on the substrate, covering superhydrophobic for steel (Fig. 4B), hydrophobic for the negative polymer replica (Fig. 4C) and hydrophilic for the positive replica (Fig. 4D) [23].

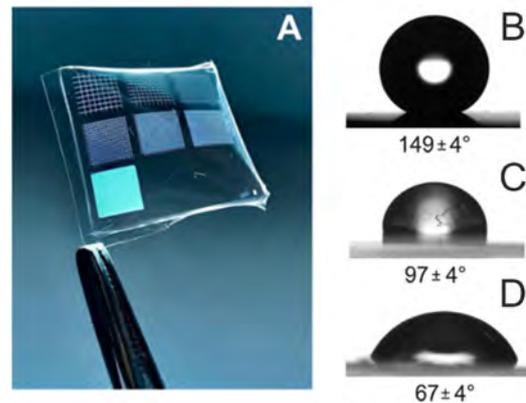


Figure 4: (A) Polymer replica out of a master sample of steel 16MnCr5 with periodic structures and grids. The contact angle with water over different surfaces is shown as insets, including (B) laser-processed steel 16MnCr5, (C) negative polymer replica and (D) positive polymer replica. Details can be found in Ref. [23].

Following this approach, LIPSS can be fabricated via femtosecond laser irradiation to modulate the wetting behavior tuning the wettability of a given surface.

Another application that requires the modulation of the wetting, requires the mimicking of natural surfaces found for lizards and bugs with potential fluid transport applications. In this case, the patterns fabricated by laser where hierarchical structures including the micromachining of materials to mimic structures such as dimples or tiles from the actual animals, to nanometric features thanks to the overlapping of LSFL on the micrometric scale. It has been demonstrated that unidirectional fluid transport can be achieved through ultrashort laser pulse processing for water and certain lubricant oils [24,25].

Biological applications

The material topography has been demonstrated to induce changes on how biological cells grow when

being in contact with a surface [26]. Recently, hierarchical spike-like structures superimposed with LSFL were fabricated on relevant materials for medicine such as biocompatible titanium-alloys (Ti6Al4V). Miniaturized pacemakers have been irradiated selectively to avoid the unwanted growth of fibroblast cells on some parts over its surface [27]. Figure 5 shows scanning electron micrographs (SEMs) of a sample before and after exposition to fibroblasts. It can be seen that the presence of cells is higher on the free non-irradiated polished surface (left) than on the surface with the laser treatment (right). The same principle of changing the material topography through laser irradiation can be applied to produce antibiotic surfaces that inhibit the growth of bacterial films, as it has been demonstrated for *E. Coli* strains on fs-laser processed steel in Ref. [28].

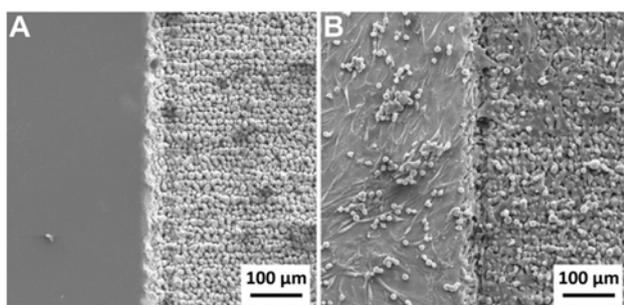


Figure 5: SEM micrographs of a Ti6Al4V sample picturing the surface of a sample (A) before and (B) after 1-week immersion in a culture of murine fibroblast cells. The figure has been adapted from [27].

Technical applications

One application with the potential to be applied to moving parts, aims for the reduction of the friction coefficient by the fabrication of LIPSS on the contacting surface. An example of such application is detailed in Ref. [29], where grade 5 titanium alloy (Ti6Al4V) has been irradiated to produce LIPSS of ~600 nm periods and with vertical modulation depths of a few hundreds of nanometers. The plot of Fig. 6 contains the friction coefficient during 1000 cycles of a reciprocating sliding tribological test against a hardened 100Cr6 steel ball of 10 mm diameter.

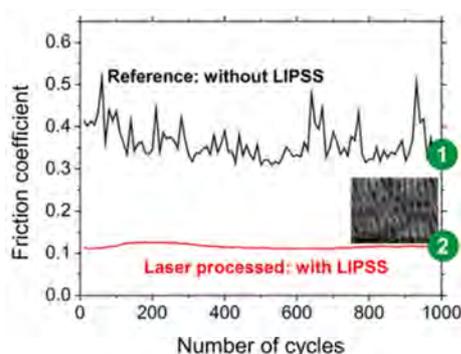


Figure 6: Plot of the friction coefficient vs number of cycles using a reciprocating sliding tribological test on polished Ti6Al4V (black curve) and on a LIPSS area (red curve) using commercial engine oil as lubricant. The figure has been adapted from Ref. [29].

3. Conclusions

The present report has briefly summarized some of the emerging applications covering the main areas where LIPSS are currently exploited to change the material responses including optical, chemical, biological and tribological performances. A selection of recent publications is presented where the proper processing parameters to fabricate LIPSS on different materials were identified.

Acknowledgements

The authors would like to thank S. Benemann (BAM 6.1) for SEM characterizations, S. Binkowski (BAM 6.3) for polishing the metal samples, R. Koter (BAM 6.4) for support with the fs-laser system, S. Pentzien (BAM 6.4) for sample characterizations, and N. Slachciak, D. Spaltmann, and M. Hartelt (all BAM 6.3) for their support with the tribological tests. This work was supported through the European Horizon 2020 FETOPEN programme by the project “CellFreeImplant” (Grant Agreement No. 800832) and by the project “LiNaBioFluid” (Grant Agreement No. 665337).

References

- [1] J. Bonse, S. Höhm, S. V. Kirner, A. Rosenfeld, J. Krüger, IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics, 23 (2017), 9000615.
- [2] J. Bonse, J. Krüger, S. Höhm, A. Rosenfeld, Journal of Laser Applications, 24 (2012), 042006.
- [3] J.E. Sipe, J.F. Young, J.S. Preston, H.M. van Driel, Physical Review B, 27 (1983), 1141–1154.
- [4] J. Bonse, A. Rosenfeld, J. Krüger, Journal of Applied Physics, 106 (2009), 104910.
- [5] S. Gräf, C. Kunz, S. Engel, T.J.Y. Derrien, F. Müller, Materials, 11 (2018), 1340.
- [6] J. Bonse, S. Baudach, J. Krüger, W. Kautek, M. Lenzner, Applied Physics A, 74 (2002), 19–25.
- [7] I. Gnilitzkyi, T.J.Y. Derrien, Y. Levy, N.M. Bulgakova, T. Mocek, L. Orazi, Scientific Reports, 7 (2017), 8485.
- [8] O. Varlamova, J. Reif, S. Varlamov, M. Bestehorn, Applied Surface Science, 257 (2011), 5465–5469.
- [9] X. Sedao, M. Lenci, A. Rudenko, N. Faure, A. Pascale-Hamri, J.-P. Colombier, C. Mauclair, Optics and Lasers in Engineering, 116 (2019), 68–74.
- [10] Y. Fuentes-Edfuf, J.A. Sánchez-Gil, C. Florian, V. Giannini, J. Solis, J. Siegel, ACS Omega, 4 (2019), 6939–6946.
- [11] A. Aguilar, C. Mauclair, N. Faure, J.-P. Colombier, R. Stoian, Scientific Reports, 7 (2017), 16509.
- [12] F. Fraggelakis, E. Stratakis, P.A. Loukakos, Applied Surface Science, 444 (2018), 154–160.
- [13] F. Gesuele, J.J.J. Nivas, R. Fittipaldi, C. Altucci, R. Bruzzese, P. Maddalena, S. Amoroso, Applied Physics A, 124 (2018), 204.

- [14] T.J.Y. Derrien, R. Koter, J. Krüger, S. Höhm, A. Rosenfeld, J. Bonse, *Journal of Applied Physics*, 116 (2014), 074902.
- [15] R. Kuladeep, M.H. Dar, K.L.N. Deepak, D.N. Rao, *Journal of Applied Physics*, 116 (2014), 113107.
- [16] A. Rudenko, J.-P. Colombier, S. Höhm, A. Rosenfeld, J. Krüger, J. Bonse, T.E. Itina, *Scientific Reports*, 7 (2017), 12306.
- [17] A. Rudenko, C. Mauchair, F. Garrelie, R. Stoian, J.-P. Colombier, *Nanophotonics*, 8 (2019), 459–465.
- [18] A. Rudenko, C. Mauchair, F. Garrelie, R. Stoian, J.-P. Colombier, *Applied Surface Science*, 470 (2019), 228–233.
- [19] A. Rudenko, C. Mauchair, F. Garrelie, R. Stoian, J.-P. Colombier, *Physical Review B*, 99 (2019), 235412.
- [20] A.Y. Vorobyev, C. Guo, *Applied Physics Letters*, 92 (2008), 041914.
- [21] J. Bonse, S.V. Kirner, S. Höhm, N. Epperlein, D. Spaltmann, A. Rosenfeld, J. Krüger, *Proc. SPIE*, 10092 (2017), p. 100920N.
- [22] V. Zorba, E. Stratakis, M. Barberoglou, E. Spanakis, P. Tzanetakis, S.H. Anastasiadis, C. Fotakis, *Advanced Materials*, 20 (2008), 4049–4054.
- [23] C. Florian, E. Skoulas, D. Puerto, A. Mimidis, E. Stratakis, J. Solis, J. Siegel, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 10 (2018), 36564–36571.
- [24] U. Hermens, S.V. Kirner, C. Emonts, P. Comanns, E. Skoulas, A. Mimidis, H. Mescheder, K. Winands, J. Krüger, E. Stratakis, J. Bonse, *Applied Surface Science*, 418 (2017), 499–507.
- [25] S.V. Kirner, U. Hermens, A. Mimidis, E. Skoulas, C. Florian, F. Hischen, C. Plamadeala, W. Baumgartner, K. Winands, H. Mescheder, J. Krüger, J. Solis, J. Siegel, E. Stratakis, J. Bonse, *Applied Physics A*, 123 (2017), 754.
- [26] A. Cunha, A.M. Elie, L. Plawinski, A.P. Serro, A.M. Botelho Do Rego, A. Almeida, M.C. Urdaci, M.C. Durrieu, R. Vilar, *Applied Surface Science*, 360 (2016), 485–493.
- [27] J. Heitz, C. Plamadeala, M. Muck, O. Armbruster, W. Baumgartner, A. Weth, C. Steinwender, H. Blessberger, J. Kellermair, S.V. Kirner, J. Krüger, J. Bonse, A.S. Guntner, A.W. Hassel, *Applied Physics A*, 123 (2017), 734.
- [28] N. Epperlein, F. Menzel, K. Schwibbert, R. Koter, J. Bonse, J. Sameith, J. Krüger, J. Toepel, *Applied Surface Science*, 418 (2017), 420–424.
- [29] J. Bonse, R. Koter, M. Hartelt, D. Spaltmann, S. Pentzien, S. Höhm, A. Rosenfeld, J. Krüger, *Applied Physics A*, 117 (2014), 103–110.

MODELLIERUNG UND ZEITAUFGELÖSTE MESSUNG DES ABTRAGES VON GOLDSCHICHTEN UNTERSCHIEDLICHER SCHICHTDICKE DURCH ULTRAKURZ GEPULSTE LASERSTRAHLUNG

Markus Olbrich, Theo Pflug, Philipp Lungwitz und Alexander Horn
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, 09648, Mittweida

Die Bestrahlung von Goldschichten unterschiedlicher Schichtdicke ($d_z = 100 \text{ nm} - 7000 \text{ nm}$, auf Glasssubstrat, hergestellt mittels PLD) mit ultrakurz gepulster Pump-Laserstrahlung ($\tau_H = 40 \text{ fs}$, $\lambda = 800 \text{ nm}$) führt, bei gleicher Spitzenfluenz der Laserstrahlung von 5 J/cm^2 und in Abhängigkeit von der Schichtdicke, zu unterschiedlichen Abtragsergebnisse. Durch die Anwendung eines kombinierten Ansatzes aus experimentellen Ergebnissen, der Modellierung der Dynamik des Abtrages, sowie der Anwendung von orts- und zeitaufgelöster ultraschneller Messtechnik können die erhaltenen Abtragsstrukturen qualitativ erklärt und somit der Materialabtrag theoretisch beschrieben werden.

1 Einleitung

Die Materialbearbeitung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung ist vor allem für die Erzeugung hochpräziser Strukturen oder den präzisen Abtrag von Schichten von großer Bedeutung und findet, z. B. in der Solarindustrie oder der 3D-Strukturierung mit hoher Genauigkeit der abgetragenen Strukturformen und Qualität der Strukturkanten, Anwendung [1]. Die Bestrahlung von dünnen metallischen auf einem Glas- oder Siliziumsubstrat mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung resultiert, in Abhängigkeit von der verwendeten Fluenz, in Abtragsstrukturen der metallischen Schichten mit zwei verschiedenen Bereichen, dem Gentle- und Strong-Abtragsbereich [2–4]. Zur Erklärung der beiden Abtragsbereiche stellt der Vergleich der experimentell erhaltenen Abtragsstrukturen den Ergebnissen der ultraschnellen Pump-Probe-Messmethode [4–7] in Kombination mit numerischer Modellierung [8–10] die ideale Methode dar. Die dabei gewonnenen Erkenntnisse ermöglichen das Verständnis der Ablation von Material durch ultrakurz gepulste Laserstrahlung.

In dieser Arbeit werden daher zunächst der experimentelle Aufbau sowie die theoretischen Grundlagen der Wechselwirkung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung kurz dargelegt. Anschließend werden die experimentell erhaltenen Abtragsstrukturen diskutiert und mit Hilfe der Modellierung erklärt. Der dabei aufgestellte Vergleich stellt jedoch einen Vergleich von *ex situ* Ergebnissen dar. Um die Modellierung umfassend zu validieren wird daher ein Vergleich mit *in situ* zeit- und aufgelöster Reflektometrie durchgeführt. Abschließend werden die wichtigsten Ergebnisse dieser Arbeit zusammengefasst.

2 Material und Methoden

Dünne Goldschichten ($d_z = 100 \text{ nm} - 7000 \text{ nm}$), welche mittels Pulsed-Laser-Deposition (PLD)-Verfahren auf einem Glasssubstrat abgeschieden wurden, sind mit Einzelpulsen von ultrakurz gepulster Laserstrahlung (Pump-Strahlung: Wellenlänge $\lambda_{pump} = 800 \text{ nm}$, Pulsdauer $\tau_{H,pump} = 40 \text{ fs}$, Einfallswinkel $\theta_{pump} = 90^\circ$) mit einer räumlich gaußförmig verteilten Fluenzverteilung mit einer Spitzenfluenz $H_0 = \frac{2Q_p}{\pi w^2} = 5 \text{ J/cm}^2$ bestrahlt worden, wobei Q_p die

Pulsenergie und w den Strahlradius der Laserstrahlung, ermittelt nach der Methode des quadratischen Durchmessers in Abhängigkeit des natürlichen Logarithmus der Pulsenergie [11] darstellt. Die Schicht mit einer Schichtdicke von 7000 nm repräsentiert ein Bulk-Material in diesen Untersuchungen.

Die Strukturen wurden nach der Bestrahlung mittels Laserscanning-Mikroskopie (Olympus, Lext 3D OLS4100) vermessen und digitalisiert.

Zur Bestimmung der optischen Antwort der bestrahlten Goldschichten wurde ultraschnelle Reflektometrie mit einer maximalen Verzögerungszeit von $3,8 \text{ ns}$ zwischen Pump- und Probe-Laserstrahlung (Wellenlänge $\lambda_{probe} = 440 \text{ nm}$, Pulsdauer $\tau_{H,probe} = 60 \text{ fs}$) unter einem Einfallswinkel θ_{probe} von 56° durchgeführt [4].

3 Theoretische Grundlagen

Trifft Laserstrahlung auf eine Materialoberfläche wird ein Teil der Strahlung reflektiert, transmittiert oder absorbiert. Die Absorption erfolgt durch das Elektronensystem, wodurch die Energie des Elektronensystems erhöht wird. Die zeitliche Energieverteilung des Elektronensystems, sowie die Energieabgabe an das Phononensystem und dessen zeitliche Entwicklung, kann mit dem Zwei-Temperatur-Modell (engl. Two-Temperature Model TTM) beschrieben werden. Das TTM beinhaltet eine Wärmeleitungsgleichung für das Elektronensystem

$$\frac{\partial e_e}{\partial t} = -p_e \frac{\partial u_z}{\partial m} + \frac{\partial}{\partial m} \left(\rho \lambda_{th} \frac{\partial T_e}{\partial m} \right) - \frac{G}{\rho} (T_e - T_{ph}) + \frac{\dot{q}_v}{\rho}, \quad (1)$$

und eine Wärmeleitungsgleichung für das Phononensystem

$$\frac{\partial e_{ph}}{\partial t} = -p_{ph} \frac{\partial u_z}{\partial m} + \frac{G}{\rho} (T_e - T_{ph}). \quad (2)$$

Die Indizes e und ph bezeichnen das Elektronen- bzw. das Phononensystem; e repräsentiert die spezifische innere Energie, p den Druck, u_z die Geschwindigkeit, m die Masse, ρ die Dichte, λ_{th} die Wärmeleitfähigkeit, T die Temperatur, G den Elektron-Phonon-Kopplungsfaktor und \dot{q}_v die volumetrische Wärmestromdichte. Da das Gleichungssystem eindimensional in z -Richtung in Lagrange-Koordinaten mit

$dm = \rho dz$ für ein bewegliches Fluid gelöst wird, müssen zusätzlich die Kontinuitätsgleichungen

$$\frac{\partial(1/\rho)}{\partial t} = -\frac{\partial u_z}{\partial m}, \quad (3)$$

und die Impulsgleichung

$$\frac{\partial u_z}{\partial t} = -\frac{\partial(p_e + p_{ph})}{\partial m} \quad (4)$$

gelöst werden [8–10]. Die Erweiterung des TTM um die Hydrodynamik HD wird als TTMHD bezeichnet. Das Gleichungssystem wird zusätzlich über eine empirische Zustandsgleichung für p_{ph} und p_e geschlossen [12]. Die volumetrische Wärmestromdichte wird mit Hilfe des Transfermatrixformalismus mit temperatur- und dichteabhängiger dielektrischer Funktion $\epsilon_r = \epsilon_r(T_e, T_{ph}, \rho)$ berechnet [8, 10].

3 Experimentelle Ergebnisse

Durch Bestrahlung der dünnen Goldschichten ($d_z = 100 \text{ nm} - 7000 \text{ nm}$) mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung bei einer konstanten Fluenz von 5 J/cm^2 wurden unterschiedliche Abtragsstrukturen in Abhängigkeit von der Schichtdicke erhalten und mittels Laserscanning-Mikroskopie vermessen und digitalisiert (Bild 1, die Höhe der unbestrahlten Oberfläche wurde dabei mit $z = 0$ festgelegt).

Für sehr dünne Schichten mit einer Dicke von 100 nm und 200 nm wurde die komplette Schicht abgetragen, wobei an den Rändern der Abtragsstruktur eine Erhöhung von bis zu $2 \mu\text{m}$ gemessen wurde. Die Goldschicht mit einer Schichtdicke von 450 nm wurde in der Mitte ebenfalls komplett abgetragen, jedoch besitzt der ringförmige Aufwurf am Rand der Struktur eine größere Breite von ca. $5 \mu\text{m}$ und erreicht eine maximale Höhe von ca. $5 \mu\text{m}$. Für eine Schichtdicke von 800 nm konnte hingegen kein vollständiger Abtrag der Schicht beobachtet werden. In der Mitte wurde ein Aufwurf mit einer maximalen Höhe von $8 \mu\text{m}$ ermittelt, welcher kontinuierlich bis zu einer Breite von $10 \mu\text{m}$ bis auf $z = 0$ absinkt. Die Erhöhung in der Mitte ist von einer ringförmigen Struktur mit unregelmäßiger Höhe mit einem maximalen Durchmesser von ca. $30 \mu\text{m}$ umschlossen. Die Höhenänderung im Bereich des Ringes beträgt ca. $\pm 100 \text{ nm}$, wobei der Randbereich eine Höhenänderung von $+100 \text{ nm}$ aufweist. Die Goldschicht mit einer Schichtdicke von 1200 nm weist keine Überhöhung in der Mitte auf. Im

Abtragsbereich mit einem Durchmesser von ca. $30 \mu\text{m}$ wurde eine Struktur mit unregelmäßigen Höhe, vergleichbar mit der Topologie der Ringstruktur der Schichtdicke 800 nm , erhalten. Die Abtragsstruktur weist für Gold als Bulk-Material im Gegensatz zu den Goldschichten eine kontinuierliche Zunahme der Abtragtiefe bis zu $z = -300 \text{ nm}$ auf und auch der Randbereich weist keine Erhöhung auf. Weiterhin wurde für das Bulk-Material ein geringerer Durchmesser der Abtragsstruktur als für die Goldschichten gemessen.

Mit zunehmender Schichtdicke nimmt, bedingt durch den Herstellungsprozess des PLD, die Anzahl von in der Schicht eingelagerten Partikeln zu, weshalb die Topologie der Strukturen sehr unregelmäßig erscheint.

4 Diskussion

Durch das Heizen mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung wird im Material, s. Bild 2, eine Verdichtungswelle (Com1) und eine Verdünnungswelle (Rar1) induziert.

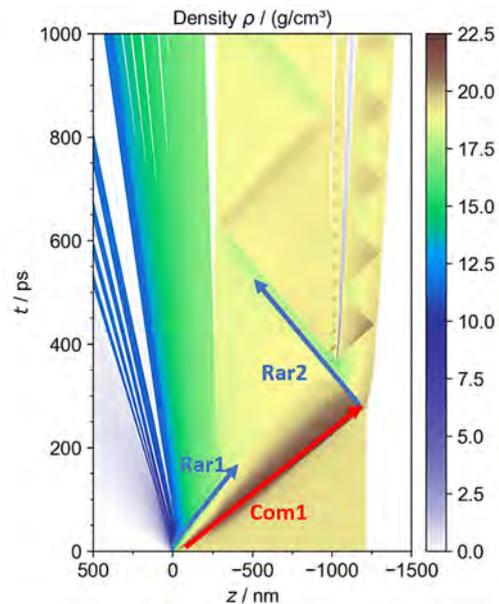


Bild 2: Simuliertes Orts-Zeit-Diagramm der Dichte einer Goldschicht ($d_z = 1200 \text{ nm}$, Ort $r = 0$) nach Anregung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung ($\lambda = 800 \text{ nm}$, $\tau_H = 40 \text{ fs}$, $H_0 = 2.5 \text{ J/cm}^2$). Das Substrat ist zur verbesserten Visualisierung nicht dargestellt.

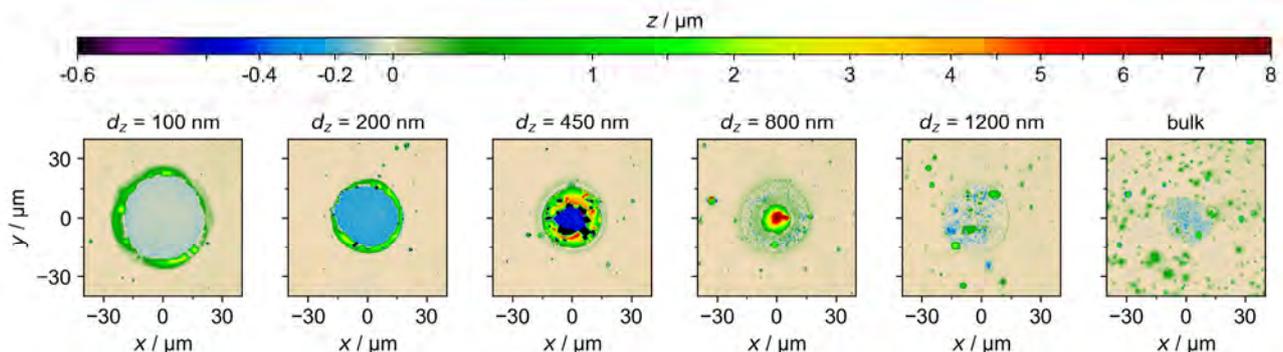


Bild 1: Experimentell ermittelte Abtragsstrukturen verschiedener Goldschichten durch Bestrahlung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung ($\lambda = 800 \text{ nm}$, $\tau_H = 40 \text{ fs}$, $H_0 = 5 \text{ J/cm}^2$), aufgenommen mittels Laserscanning-Mikroskopie.

Die Verdichtungs- und Verdünnungswelle propagieren als Wellenpaar in das Materialinnere, wobei die Verdünnungswelle stets direkt der Verdichtungswelle folgt. Die Verdünnungswelle Rar1 induziert für die gewählte Fluenz von $2,5 \text{ J/cm}^2$ die Spallation von Material. Sobald Spallation an einer Position z stattfindet, erhöht sich an dieser Stelle der Druck bis zum Sättigungsdampfdruck bei der jeweils vorherrschenden Temperatur. Diese lokale Druckänderung überlagert sich mit der Verdünnungswelle Rar1 und erhöht daher den Druck, sodass der Betrag der Amplitude von Com1 deutlich größer als der Betrag der Amplitude der Welle Rar1 ist. Für eine noch höhere Fluenz der Laserstrahlung von 5 J/cm^2 tritt neben der Spallation an der Oberfläche auch Phasenexplosion auf (Bild 3). Der Abtrag an der Materialoberfläche wird als vorderseitiger Abtrag bezeichnet.

Trifft Com1 nach der Propagation durch die Schicht auf die Grenzfläche Schicht-Substrat, erfolgt eine partielle Reflexion von Com1 entsprechend der Unterschiede in den Schallimpedanzen der Schicht und des Substrates. Bei der Reflexion an der Grenzfläche Schicht-Substrat erfolgt ein Phasensprung des reflektierten Anteiles von Com1, wodurch dieser reflektierte Anteil zur Verdünnungswelle Rar2 wird und in die entgegen gesetzte Richtung propagiert (Bild 2). Als Folge können die gleichen Abtragsmechanismen wie an der Vorderseite der Schicht, Spallation und Phasenexplosion, hervorgerufen werden und der Abtrag wird als rückseitiger Abtrag bezeichnet.

Den dominierende Abtragsmechanismus an der Oberfläche der Goldschicht stellt für eine Fluenz von 5 J/cm^2 die Phasenexplosion dar. Phasenexplosion tritt nur bei sehr hohen Fluenzen der Laserstrahlung und folglich sehr hohen induzierten Temperaturen und damit Drücken im Material auf. Die dabei entstehende Verdichtungswelle besitzt folglich eine sehr hohe Amplitude von mehr als 100 GPa und ermöglicht somit, zusätzlich zur Phasenexplosion an der Oberfläche, einen rückseitigen Abtrag.

Das Zusammenspiel von vorder- und rückseitiger Abtragsmechanismen bestimmt die verschiedenen Abtragsstrukturen bei Bestrahlung von Goldschichten unterschiedlicher Schichtdicke auf einem Glassubstrat mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung (Bild 3). Die Bestrahlung von dünne Schichten ($d_z \leq 200 \text{ nm}$) führt zu einem kompletten Abtrag der Schicht bei der verwendeten Fluenz von 5 J/cm^2 aufgrund von Wärmestau in der Schicht und daher homogenen Aufschmelzens der gesamten Schicht, sowie einer direkten Überlagerung der Verdünnungswellen Rar1 und Rar2 nahe der Mitte der Schicht, weshalb fast in der kompletten Schicht Spallation und Phasenexplosion auftritt. Die Schicht mit einer Schichtdicke von 100 nm entweicht bereits innerhalb der simulierten Zeitspanne von 600 ps fast vollständig als Gas-Flüssigkeits-Gemisch aus der Wechselwirkungszone. Weiterhin wird die Grenzfläche Schicht-Substrat in Richtung des Substrates elastisch deformiert und induziert daher wahrscheinlich eine Schwingung, welche schlussendlich den Abtrag der noch nicht abgetragenen flüssigen Schicht, besonders deutlich sichtbar für eine Schichtdicke von 200 nm , bewirkt.

Für eine Schichtdicke von 450 nm wird die komplette Schicht ebenfalls aufgeschmolzen, jedoch weist die verbleibende Schmelzschicht eine größere Dicke als für eine Schicht mit einer Schichtdicke von 200 nm auf. Ebenso wird eine geringere elastische Verformung des Substrates berechnet. Aufgrund der dickeren verbleibenden Schmelzschicht und der geringeren Verformung des Substrates, wird die Schmelzschicht bei der induzierten Schwingung der Oberfläche des Substrates wahrscheinlich mit einer geringeren Amplitude und Geschwindigkeit bewegt, weshalb letztlich die Schicht nur in der Mitte komplett abgetragen wird und sich eine große Erhöhung von wiedererstarter Schmelze um den Abtragsbereich ausbildet.

Für eine Schichtdicke von 800 nm findet der Abtrag an der Rückseite räumlich separiert vom Abtrag an der Vorderseite statt. Das Material an der Rückseite

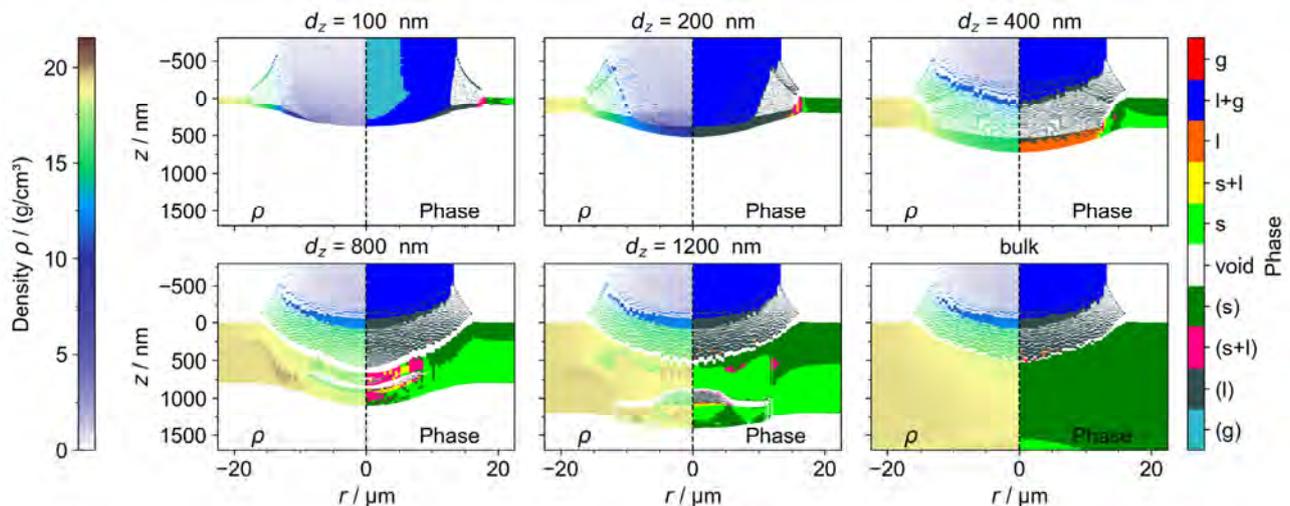


Bild 3: Simulierte quasi-zweidimensionale Verteilung der Dichte (jeweils links) und des Aggregatzustandes (jeweils rechts) verschiedener Goldschichten durch Bestrahlung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung ($\lambda = 800 \text{ nm}$, $\tau_H = 40 \text{ fs}$, $H_0 = 5 \text{ J/cm}^2$). Das Substrat wurde aufgrund einer übersichtlicheren Darstellung entfernt.

befindet sich vorwiegend im festen Zustand und wird nur aufgrund des geringen Druckes der Verdünnungswelle bei niedriger Temperatur aufgeschmolzen. Die Deformation der Grenzfläche Schicht-Substrat reicht daher nicht mehr aus, um das verbleibende Material abzutragen und kann nur noch einen Aufwurf in der Mitte bewirken. Für eine Schichtdicke von 1200 nm befindet sich hingegen fast ausschließlich festes Material zwischen Abtrag an der Vorder- und Rückseite, weshalb das Material nur wenig verformt wird und sich dadurch eine geringere Abtragstiefe als für das Bulk-Material ergibt. Für Bulk-Materialien findet kein Abtrag an der Rückseite statt, da sich die Form der ausbreitenden Wellen bis zur Rückseite von einer ebenen Welle in eine Kugelwelle gewandelt hat und demnach der wirkende Druck deutlich gegenüber dem wirkenden Druck bei einer dünnen und dicken Schicht an der Rückseite reduziert wird. Weiterhin findet auch eine Streuung der Druckwellen an eingeschlossenen Partikeln und Versetzungen statt. Die größere Abtragstiefe des Bulk-Materials folgt daher aus dem fehlenden rückseitigen Abtrag im Vergleich zur dicken Schicht mit 1200 nm Schichtdicke.

Die bisherigen Vergleiche der Modellierung mit dem Experiment wurden lediglich *ex situ* anhand den experimentell bestimmten Abtragsstrukturen durchgeführt. Um das Modell mit weiteren experimentellen Ergebnissen zu validieren, wurde ultraschnelle orts- und zeitaufgelöste Pump-Probe-Reflektometrie [4] durchgeführt (Bild 4).

Die gemessene orts- und zeitaufgelöste relative Änderung des Reflexionsgrades $\Delta R_p/R_p$ weist für eine Fluenz der Pump-Strahlung von $H_0 = 5 \text{ J/cm}^2$ nur geringe Änderungen in Abhängigkeit von der Schichtdicke auf. Lediglich für das Bulk-Material ergeben sich größere Unterschiede, welche durch die hohe Anzahl an Partikeln in der Schicht und somit erhöhter Streuung der Probe-Strahlung erklärt werden.

Direkt nach der Anregung mit ultrakurz gepulster Pump-Strahlung steigt $\Delta R_p/R_p$ bis zu einer Zeit von ca. 200 fs auf einen Wert von ca. 0,9 in der Mitte und an den Rändern der Strukturen bis ca. 1,1 an. Anschließend sinkt $\Delta R_p/R_p$ in der Mitte monoton bis auf -0,5 zum Zeitpunkt von 1 ps, wohingegen $\Delta R_p/R_p$ am Rand bis zu einer Zeit von ca. 5 ps nahezu konstant bleibt. In der Mitte der Struktur kann hingegen für $\Delta R_p/R_p$ ein monotoner Anstieg bis ca. 3 ps und ein abschließender monotoner Abfall beobachtet werden, wobei ab ca. 50 ps ein Minimum von $\Delta R_p/R_p$ ca. -0,8 erreicht wurde und keine Änderung von $\Delta R_p/R_p$ für größere Zeiten festgestellt werden kann. Der Bereich in der Mitte mit $\Delta R_p/R_p = -0,8$ verbreitert sich mit zunehmender Zeit.

Anhand des Vergleiches mit der Simulation (Bild 3) kann die von der Schichtdicke unabhängige räumliche und zeitliche Verteilung von $\Delta R_p/R_p$ damit erklärt werden, dass mit der Probe-Strahlung nur die optische Antwort des Materials an der Oberfläche der Wechselwirkungszone der Pump-Strahlung mit dem Material bestimmt werden kann. An der Oberfläche

sind nur minimale Unterschiede in den optischen Eigenschaften zwischen den einzelnen Schichtdicken nachweisbar. An der Rückseite existieren hingegen größere Unterschiede, welche schlussendlich die erhaltenen Abtragsstrukturen (Bild 1) bestimmen. Diese lassen sich aber mit der verwendeten Messtechnik nicht erfassen. Im Bereich der Phasenexplosion an der Oberfläche wird die Probe-Strahlung am Gas-Flüssigkeits-Gemisch und der sich bildenden Partikel und Nanopartikel gestreut, weshalb immer eine negative Änderung von $\Delta R_p/R_p$ gemessen werden kann.

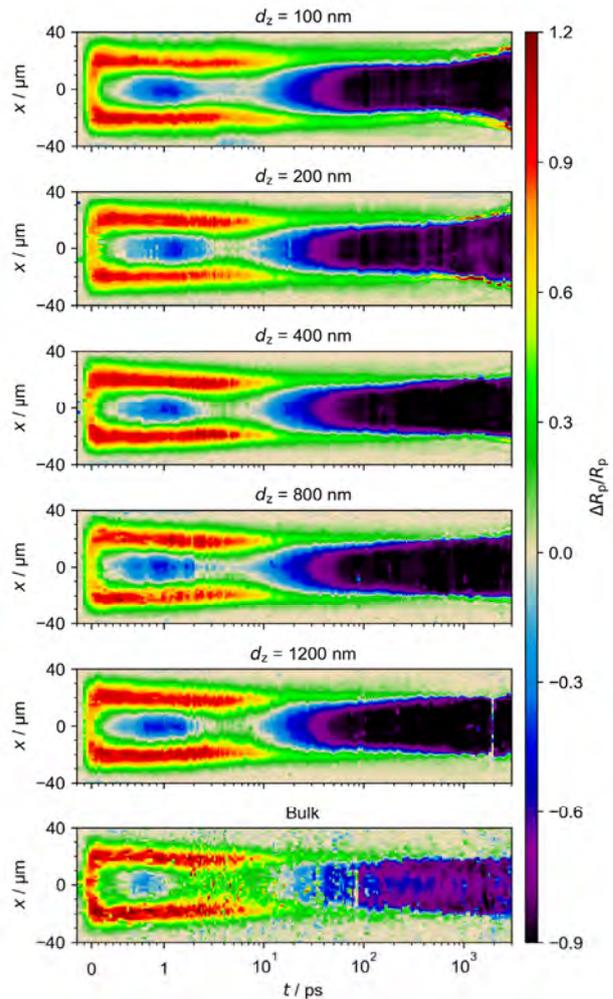


Bild 4 Orts- und zeitaufgelöste Messung der relativen Änderung des Reflexionsgrades $\Delta R_p/R_p$ für parallele Polarisation der Probe-Laserstrahlung ($\lambda = 440 \text{ nm}$, $\tau_H = 60 \text{ fs}$, $\theta = 56^\circ$) nach Anregung mit ultrakurz gepulster Pump-Laserstrahlung ($\lambda = 800 \text{ nm}$, $\tau_H = 40 \text{ fs}$, $H_0 = 5 \text{ J/cm}^2$, $\theta = 90^\circ$)

5 Zusammenfassung

Durch Bestrahlung von Goldschichten unterschiedlicher Schichtdicke (100 – 7000 nm) mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung ($\lambda = 800 \text{ nm}$, $\tau_H = 40 \text{ fs}$, $\theta = 90^\circ$) mit einer konstanten Fluenz von 5 J/cm^2 wurden unterschiedliche Abtragsstrukturen in Abhängigkeit von der Schichtdicke erhalten. Für die Schichtdicke von 100 nm und 200 nm wurde die Schicht komplett angetragen, wohingegen für eine Schichtdi-

cke von 450 nm und 800 nm hohe Aufwürfe mit Höhen von bis zu 8 μm gemessen wurde. Für eine Schichtdicke von 1200 nm wurde keine Erhöhung festgestellt, jedoch wurde eine geringere Abtragstiefe als für eine Schichtdicke von 7000 nm (Bulk-Material) gemessen.

Die unterschiedlichen Abtragsstrukturen können durch die Überlagerung von vorder- und rückseitigen Abtrag erklärt werden. Die Dicke der nach dem vorderseitigen Abtrag verbleibenden Schmelzschicht wird mit zunehmender Schichtdicke geringer wodurch die an der Rückseite wirkenden Kräfte nicht mehr ausreichen, um eine Erhöhung in der Mitte der Schicht zu erzeugen. Für eine Schichtdicke von 1200 nm findet lediglich eine leichte Erhöhung statt, weshalb sich eine geringere Abtragstiefe als für das Bulk-Material ergibt.

Die durchgeführte ultraschnelle zeit- und orts aufgelöste Pump-Probe-Reflektometrie ergab eine zeitlich und räumliche Verteilung der relativen Änderung des Reflexionsgrades $\Delta R_p/R_p$ der Probe-Strahlung ($\lambda = 440 \text{ nm}$, $\tau_H = 60 \text{ fs}$, $\theta = 56^\circ$, parallele Polarisation) unabhängig von der Schichtdicke. Die von der Schichtdicke unabhängigen Werte von $\Delta R_p/R_p$ können mit dem nahezu identischen Abtrag von an der Vorderseite für jede Schichtdicke begründet werden. Die stattfindende Phasenexplosion führt zu einer Streuung der Probe-Strahlung an entstehenden Gas-Flüssigkeits-Gemisch, weshalb für Verzögerungszeiten größer als 10 ps nur negative Werte von $\Delta R_p/R_p$ gemessen werden können.

Danksagung

Die Autoren danken dem Staatsministerium für Wissenschaft und Kunst (SMWK) für die Finanzierung des Gemeinschaftsprojektes mit der Projektnummer 100315981, dem Europäischen Sozialfonds für Deutschland (ESF) für die Finanzierung der Projekte ULTRALAS II mit der Projektnummer 100339513 und EilaSax mit der Projektnummer 100339506 und der Deutschen Forschungsgemeinschaft mit der Vertragsnummer INST 522/14-1 FUGG.



Europäische Union

Europa fördert Sachsen.



Europäischer Sozialfonds



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Gefördert durch

DFG Deutsche
Forschungsgemeinschaft

Literaturverzeichnis

- [1] K. Sugioka, Y. Cheng, Ultrafast laser processing: From micro- to nanoscale: From micro- to nanoscale (CRC Press; Pan Stanford Pub, Boca Raton, Fla., 2013)
- [2] M. Olbrich, E. Punzel, P. Lickschat, S. Weißmantel, A. Horn, Physics Procedia 83, 93 (2016)
- [3] M. Olbrich, E. Punzel, R. Roesch, R. Oetting, B. Muhsin, H. Hoppe, A. Horn, Appl. Phys. A 122, 648 (2016)
- [4] T. Pflug, J. Wang, M. Olbrich, M. Frank, A. Horn, Appl Phys A 124, 17572 (2018)
- [5] A. Horn, Ultra-fast material metrology (Wiley-VCH, Weinheim, 2009)
- [6] I. Mingareev, A. Horn, J. Appl. Phys. 106, 13513 (2009)
- [7] T. Pflug, M. Olbrich, R. Roesch, U.S. Schubert, H. Hoppe, A. Horn, Optics and Lasers in Engineering 111, 130 (2018)
- [8] M.E. Povarnitsyn, N.E. Andreev, P.R. Levashov, K.V. Khishchenko, O.N. Rosmej, Physics of Plasmas 19, 23110 (2012)
- [9] M.E. Povarnitsyn, V.B. Fokin, P.R. Levashov, Appl. Surf. Sci. 357, 1150 (2015)
- [10] M.E. Povarnitsyn, N.E. Andreev, E.M. Apfelbaum, T.E. Itina, K.V. Khishchenko, O.F. Kostenko, P.R. Levashov, M.E. Veysman, Appl. Surf. Sci. 258, 9480 (2012)
- [11] J.M. Liu, Opt. Lett. 7, 196 (1982)
- [12] I.V. Lomonosov, Laser Part. Beams 25, 4 (2007)

THE UNDERSTANDING OF THE INCUBATION FACTOR IN ULTRA-SHORT PULSE LASER ABLATION AND BEAM SHAPING

Marco Smarra, Matthias Lautenschläger, Jens Hildenhagen

Laser Center of the University of Applied Sciences Muenster, Stegerwaldstr. 39, 48565 Steinfurt, Germany

In der Materialbearbeitung mit ultrakurzen Laserpulsen spielt die Ablationsschwelle des Prozesses eine entscheidende Rolle: Sie bestimmt die optimale Fluenz für den maximalen Volumenabtrag pro Puls, die bei dem e^2 -fachen der Schwellfluenz liegt. Die Schwellfluenz selbst ist einerseits abhängig vom verwendeten Material und dessen Eigenschaften, wie Rauheit oder Temperatur und andererseits vom Laserprozess, respektive der Pulsdauer oder der Wellenlänge des Lasers. Es konnte gezeigt werden, dass auch die Anzahl der Laserpulse auf dieselbe Stelle einen Einfluss haben. Dies ist unter dem Begriff Inkubationseffekt bekannt. Für Metalle bspw. zeigt sich eine Reduzierung der Schwellfluenz bei steigender Anzahl an Laserpulsen auf dieselbe Stelle. Diese Studie zeigt den Zusammenhang zwischen Strahlformung, Ablationsschwelle und Inkubationseffekt und ist damit eine Grundlegende Arbeit zum Verständnis der Ablationseffizienz. Dieses Verständnis ist notwendig für die Weiterentwicklung von Laserstrahlquellen und -prozessen.

In ultra-short pulse laser ablation, the ablation threshold is a key factor of the process: it indicates the optimal fluence for the highest volume ablation per pulse, which is e^2 -times the ablation threshold. The ablation threshold itself is a function of the material on the one hand and the laserprocess on the other hand. It has been shown, that multiple laser spots on the same volume element influences the ablation threshold. This is known as the incubation effect. For metals e.g. it was shown, that the ablation threshold decreases for increasing laser spots on the same volume element. This study presents the influence of laser beam shaping to the ablation threshold and the incubation factor. It is basic work for the understanding of the ablation efficiency which is necessary for the further development of laser sources and laser material processes.

1. Einleitung

Die Verwendung von ultrakurzen Laserpulsen zur Bearbeitung diverser Materialien bietet die Bekannten Vorteile, wie

- Reduzierung des thermischen Einflusses und
- geringe Einschränkungen bei den zu bearbeitenden Materialien, aufgrund der Multiphotonenabsorption.

Für die Gestaltung effizienter Laserablationsprozesse tritt die sogenannte Ablationseffizienz in den Mittelpunkt [1]. Diese beschreibt das ablatierte Volumen pro Zeit und eingestrahelter mittlerer Leistung und kann in der einfachsten Form durch

$$\eta = \frac{dV}{dt \cdot dP} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\delta_{op}}{F_0} \cdot \ln^2 \left(\frac{F_0}{F_{th}} \right) \quad (1)$$

ausgedrückt werden. Dabei ist Ablationseffizienz lediglich von der eingestrahelten Peakfluenz F_0 , der optischen Eindringtiefe δ_{op} und der Schwellfluenz des Materials F_{th} abhängig [2]. Von besonderem Interesse ist das Maximum dieser Funktion, welches sich bei dem e^2 -fachen der Schwellfluenz befindet.

Zur Bestimmung der Schwellfluenz hat J. M. Liu [3] ein Verfahren vorgestellt, bei dem das Quadrat des Kraterdurchmessers d^2 in Abhängigkeit des Logarithmus der Peakfluenz aufgetragen wird. Es ergibt sich eine Funktion in der Form

$$2w_0^2 \cdot (\ln F_0 - \ln F_{th}) = d^2 \quad (2)$$

Durch die logarithmische Auftragung erhält man eine Geradengleichung, in der die Steigung dem Taillendurchmesser w_0 zum Quadrat und der Schnittpunkt mit der Abszisse der Schwellfluenz entspricht. Ähnlich verhält sich dies bei der Betrachtung der Ablationstiefe Δz über die logarithmische aufgetragene Fluenz. In diesem Fall erhält man neben der

Schwellfluenz die optische Eindringtiefe als Wert für die Steigung [8].

$$\delta_{op} \cdot (\ln F_0 - \ln F_{th}) = \Delta z \quad (3)$$

Je nach Material und verwendetem Laser kann es sein, dass zwischen einem moderaten und stark ausgeprägten Ablationsverhalten unterschieden werden muss. Dies ist anhand des Kurvenverlaufs durch zwei verschieden starke Steigungen zu ermitteln.

Untersuchungen haben gezeigt, dass die Schwellfluenz von der Anzahl N miteinander interagierender Pulse mit demselben Volumenelement abhängig ist [4–6].

$$F_{th,N} = F_{th,1} \cdot N^{S-1} \quad (4)$$

Dies wird als Inkubationseffekt bezeichnet und durch den Akkumulationsfaktor S beschrieben. In der Regel wird für S der Wertebereich von $[0 < S < 1]$ angenommen.

Die vorliegende Untersuchung zeigt den Einfluss der Taillenlage auf den Inkubationsfaktor. Durch die Variation der Taillenlage ändert sich der Strahldurchmesser. In der Folge reduziert sich die Peakfluenz auf der Werkstückoberfläche aber die Anzahl miteinander wirkender Pulse steigt an.

2. Versuchsaufbau

Für die Untersuchungen zum Einfluss der Taillenlage auf den Inkubationsfaktor, wurde ein Pikosekundenlaser der Fa. Trumpf (*TruMicro 5050*) genutzt. Die Kenndaten des Lasersystems sind in Tab. 1 aufgelistet.

Mit Hilfe eines Scanners (*Scanlab Hurriscan II-14*, $f\theta = 100 \text{ mm}$) wurden Nöpfchen mit Außenabmessungen von etwa $2 \times 2 \text{ mm}^2$ strukturiert. Der Puls zu Pulsabstand wurde dabei konstant gehalten. Die

erzeugten Nöpfchen wurden unter Verwendung eines chromatischen Sensors (CHRcodile S, 3 mm Messbereich) vermessen. Aus den ermittelten Topographiedaten kann unter anderem die Gesamttiefe des Nöpfchens und das ablatierte Volumen ermittelt werden. Dieser rückgekoppelte Aufbau wurde in [7] gezeigt.

Tab 1: Kenndaten des Lasersystems

Parameter	Wert
Mittlere Leistung P [W]	50
Max. Pulsfolgefrequenz f_{rep} [kHz]	800
Max. Pulsenergie $E_{p,max}$ [μ J]	62,5
Pulsdauer τ [ps]	7-8
Wellenlänge λ [nm]	1030

Zur Strahlanalyse wurde der Strahl entlang seiner Propagation auf eine CCD-Kamera abgebildet. Mit Hilfe einer geeigneten Software wurde der Strahldurchmesser ermittelt.

In dieser Studie werden die Ergebnisse für Stahlproben (1.4301) im Detail vorgestellt.

3. Ergebnisse

Zur Ermittlung des Einflusses der Tailenlage auf den Inkubationseffekt, wird zunächst für jede untersuchte Tailenlage die mittlere Ablationstiefe pro Puls (t_{pulse}) in Abhängigkeit der eingestrahlt Peakfluenz F_0 aufgetragen. Einen Auszug ausgewählter Tailenlagen zeigt Abb. 1. Es lassen sich dabei zwei Ablationsregime unterscheiden: Zunächst das moderate Regime, bei dem die optische Eindringtiefe (δ) und die Schwellfluenz für den moderaten Ablationsbereich (F_{th}^{α}) bestimmt wird. Der ausgeprägte Ablationsbereich wird durch die thermische Eindringtiefe (γ) und eine entsprechende Schwellfluenz (F_{th}^{γ}) charakterisiert. Mit steigender Peakfluenz steigt die Ablationstiefe pro Puls an. Dieser Anstieg ist von der Tailenlage abhängig und folgt dem logarithmischen Zusammenhang aus [8]

$$\Delta t_{pulse} = \delta(\ln F_0 - \ln F_{th}^{\alpha}) \quad (5)$$

$$\Delta t_{pulse} \approx \gamma(\ln F_0 - \ln F_{th}^{\gamma}) \quad (6)$$

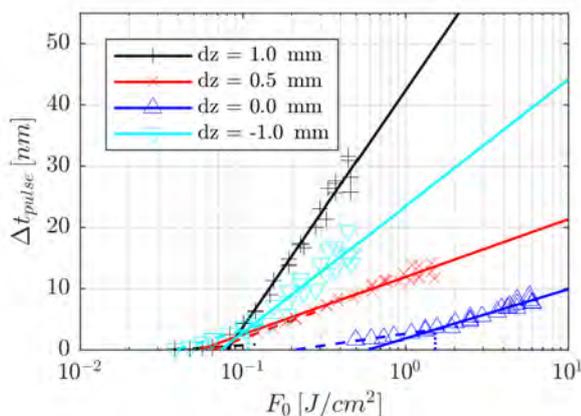


Abb. 1: Ablationstiefe in Abhängigkeit der eingestrahlt Peakfluenz für ausgewählte Tailenlagen.

Bei einer Strahltaile auf der Werkstückoberfläche (blaue Dreiecke) steigt die Ablationstiefe zunächst moderat an, bis die Schwelle für die thermische Ablation überschritten wird. Danach steigt die Ablationstiefe stärker an. Liegt die Taile nicht auf der Werkstückoberfläche, so sinken die Ablationsschwellen: Eine Taile innerhalb des Werkstücks (positiver Wert für dz) führt zu einer geringeren Schwellfluenz, als bei einem vergleichbaren Abstand oberhalb der Probe. In Abb. 1 zeigt sich zudem, dass die optische und thermische Eindringtiefe ansteigt. Auch hier zeigt sich, dass beide Eindringtiefen vergleichsweise höher sind, wenn die Taile im Werkstück liegt.

Die für jede Tailenlage aus der Ablationstiefe pro Puls über die Fluenz ermittelten Schwellfluenzen für den moderaten und ausgeprägten Ablationsbereich sowie die korrespondierenden optischen und thermischen Eindringtiefen sind in Abb. 2 dargestellt. Die Tailenlagen wurden im Bereich von $[-2\text{ mm}; 2\text{ mm}]$ variiert. Anhand des Verlaufs der Messdaten zeigt sich das oben angesprochene Verhalten: Die Schwellfluenzen sinken mit zunehmenden Abstand der Tailenlage zur Werkstückoberfläche, wobei für eine Taile innerhalb der Probe geringere Ablationsschwellen erzielt werden, als für Tailenlagen im selben Abstand oberhalb der Probenoberfläche. Je stärker die Tailenlage sich von der Werkstückoberfläche entfernt, desto schwieriger wird eine Unterscheidung des moderaten und ausgeprägten Ablationsbereichs. Hierfür kann es zwei Erklärungen geben: Einerseits reicht die Pulsenergie nicht aus, um den ausgeprägten Ablationsbereich zu erreichen oder andererseits wird der moderate Ablationsbereich durch den thermischen Ablationsbereich bei starker Defokussierung unterdrückt. Ein Grund hierfür könnte in der steigenden Anzahl der Pulse durch die Defokussierung liegen, welche die Oberflächen und damit die Absorption der auftreffenden Laserstrahlung beeinflussen.

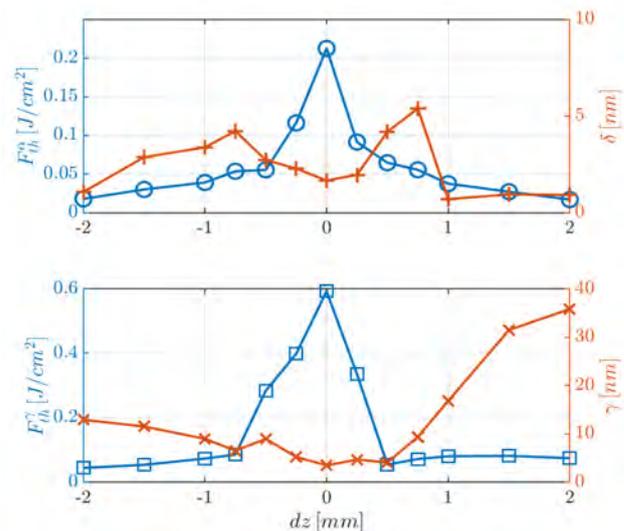


Abb. 2: Schwellfluenzen und Eindringtiefen der Strahlung für den moderaten und ausgeprägten Ablationsbereich in Abhängigkeit der Tailenlage

Bei der Betrachtung der Eindringtiefe in Abhängigkeit der Tailenlage, zeigt sich für die optische Eindringtiefe zunächst ein Anstieg auf ein lokales Maximum sowie ein anschließender Abfall. Bei der thermischen Eindringtiefe steigen die Werte mit steigendem absoluten Tailenabstand innerhalb des Messbereichs an. Das Verhalten außerhalb des Messbereichs konnte noch nicht charakterisiert werden. Für beide Eindringtiefen lässt sich feststellen, dass eine Taille im Material zu einer höheren Eindringtiefe führt, als derselbe absolute Abstand der Taille vor der Probenoberfläche.

Bei großen Abständen der Taille zur Werkstückoberfläche wird auch die Unterscheidung der Eindringtiefen erschwert: Wie oben angedeutet kann nicht sichergestellt werden, ob es sich bei den Bereichen um moderate oder starke Ablationsregime handelt. Einen Hinweis kann der Verlauf der Messdaten liefern: Die Abnahme der optischen Eindringtiefe bei gleichzeitigem Anstieg der thermischen Eindringtiefe führt zu der Vermutung, dass das moderate Ablationsregime durch das starke Regime abgelöst wird, wenn der Abstand der Taille zur Werkstückoberfläche vergrößert wird. Ein möglicher Grund hierfür kann der Anstieg des Pulsüberlapps sein.

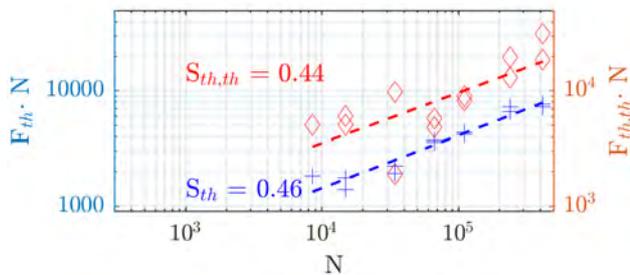


Abb. 3: Inkubationsfaktor bei der Variation der Tailenlage

Unter der Kenntnis der Strahlkenndaten entlang der Tailenlagenverschiebung und der Prozessparameter wie die Anzahl an Scanwiederholungen, kann der Akkumulationsfaktor des Inkubationseffektes ermittelt werden. Dazu werden die ermittelten Schwellfluenzen multipliziert mit der Anzahl der Laserpulse pro infinitesimalen Punkt der bearbeiteten Oberfläche und über die Anzahl der Pulse aufgetragen, vgl. Abb. 3. Je größer der Abstand der Taille zur Werkstückoberfläche, desto mehr Pulse wirken auf denselben infinitesimalen Punkt der Oberfläche. Die Steigung der logarithmisch aufgetragenen Messpunkte ergibt den Akkumulationsfaktor. Bei der Variation der Tailenlage ergeben sich für die beiden Ablationsregime die in Tab. 2 dargestellten Akkumulationsfaktoren

Tab 2: Zusammenfassung des Akkumulationsfaktors

Regime	Akkumulationsfaktor S
moderat	0,46
ausgeprägt	0,44

Die Akkumulationsfaktoren ergeben sich zu 0,46 für den moderaten und 0,44 für den ausgeprägten Be-

reich. Akkumulationsfaktoren $S < 1$ deuten an, dass mit steigender Pulsanzahl die Schwellfluenz reduziert wird. Im Falle der Variation der Strahltaille und der damit verbundenen Steigerung der Anzahl der Pulse pro Spot reduziert sich also die Schwellfluenz.

3. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird der Einfluss der Tailenlage auf das Ablationsverhalten von Stahlproben (1.4301) aufgezeigt. Mit Blick auf die Ablationseffizienz sind die entscheidenden Parameter die Schwellfluenz und die optische Eindringtiefe der Strahlung. Aus den vorliegenden Daten wurde der Einfluss der Tailenlage auf diese Parameter untersucht. Es konnte gezeigt werden, dass durch die Variation der Tailenlage

- die Schwellfluenz reduziert und
- die optische und thermische Eindringtiefe

in Grenzen erhöht werden kann. Durch die Verschiebung der Taille relativ zur Oberfläche wird der Pulsüberlapp erhöht und es wird ein Einfluss auf den Inkubationseffekt ausgeübt. Dies zeigt sich auch durch den Akkumulationsfaktor, der mit 0,44-0,46 liegt.

Für die Materialbearbeitung ist von Stahl ist dies eine wichtige Erkenntnis: Die Reduzierung der Ablationsschwelle und Erhöhung der optischen Eindringtiefe wirken sich positiv auf die Ablationseffizienz aus: Die Verringerung der Ablationsschwelle führt zu einer niedrigeren optimalen Fluenz für die maximale Ablation. Gleichzeitig erhöht sich die maximale Ablation durch eine Erhöhung der optischen Eindringtiefe.

Die Grenzen dieses Verhaltens, insbesondere der Eindringtiefen konnte aufgrund des limitierten Messbereichs nicht ermittelt werden. Das Verhalten außerhalb des Messbereichs und eine detaillierte Untersuchung des Auftretens des moderaten und ausgeprägten Ablationsregimes sind Gegenstand aktueller und zukünftiger Untersuchungen.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die Unterstützung bei der EUREGIO für die Förderung des MOVERO Projekts, in dessen Rahmen diese Untersuchungen stattgefunden haben.

Literaturverzeichnis

- [1] Raciukaitis, G.: Use of High Repetition Rate and High Power Lasers in Microfabrication. How to Keep the Efficiency High? JLMN (2009). <https://doi.org/10.2961/jlmn.2009.03.0008>
- [2] Neuenschwander, B., Jaeggi, B., Schmid, M., Hennig, G.: Surface Structuring with Ultra-short Laser Pulses. Basics, Limitations and Needs for High Throughput. Physics Procedia (2014). <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2014.08.017>
- [3] Liu, J.M.: Simple technique for measurements of pulsed Gaussian-beam spot sizes. Opt. Lett. (1982). <https://doi.org/10.1364/OL.7.000196>

- [4] Mannion, P.T., Magee, J., Coyne, E., O'Connor, G.M., Glynn, T.J.: The effect of damage accumulation behaviour on ablation thresholds and damage morphology in ultrafast laser micro-machining of common metals in air. *Applied Surface Science* (2004). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2004.03.229>
- [5] Di Niso, F., Gaudiuso, C., Sibillano, T., Mezzapesa, F.P., Ancona, A., Lugarà, P.M.: Influence of the Repetition Rate and Pulse Duration on the Incubation Effect in Multiple-Shots Ultrafast Laser Ablation of Steel. *Physics Procedia* (2013). <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2013.03.136>
- [6] Raciukaitis, G., Brikas, M., Gecys, P., Gedvilas, M.: Accumulation effects in laser ablation of metals with high-repetition-rate lasers. In: Phipps, C.R. (ed.) *High-Power Laser Ablation 2008*, Taos, NM, Sunday 20 April 2008, p. 70052. *SPIE* (2008). <https://doi.org/10.1117/12.782937>
- [7] Smarra, M., Hildenhagen, J., Dickmann, K.: INLINE PROCESS ANALYSIS AND CONTROL USING OPTICAL MEASUREMENT FOR THE ULTRA-SHORT PULSE LASER ABLATION OF CAD DESIGNED MICROSTRUCTURES. In: *Laser Institute of America LIA (ed.) ICALEO 2015, 34th International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics. Conference Proceedings : October 18-22, 2015. Atlanta, Ga., USA. ICALEO 2015, Atlanta, October 18-22, pp. 172–177 (2015)*
- [8] Nolte, S., Momma, C., Jacobs, H., Tünnermann, A., Chichkov, B.N., Wellegehausen, B., Welling, H.: Ablation of metals by ultrashort laser pulses. *J. Opt. Soc. Am. B* (1997). <https://doi.org/10.1364/JOSAB.14.002716>

EINFLUSS EINES ATMOSPHÄRENDRUCKPLASMAS AUF DIE FEMTOSEKUNDEN-LASERSTRUKTURIERUNG VON ALMG3

Daniel Tasche¹, Christoph Gerhard¹, Stephan Brückner¹, Stephan Wieneke¹, Thomas Gimpel^{2,3}, Günter Flachenecker³, Wolfgang Schade³, Wolfgang Viöl¹

¹HAWK Hochschule für angewandte Wissenschaft und Kunst, Von-Ossietzky-Straße 99, 37085 Göttingen

²Technische Universität Clausthal, Adolph-Roemer-Straße 2A, 38678 Clausthal-Zellerfeld

³Fraunhofer Heinrich Hertz Institut, Energie Campus, Am Stollen 19H, 38640 Goslar

In diesem Beitrag berichten wir über den Einfluss einer direkten dielektrischen Atmosphärendruckplasmaentladung auf die Femtosekundenlaserbearbeitung einer Aluminiumlegierung. Es wird gezeigt, dass das unterstützende Plasma die für diese Art der Laserbearbeitung typischen Oberflächenstrukturen beeinflusst und zudem das abgetragene Volumen signifikant erhöht. Die Zunahme der Ablationstiefe lässt sich beispielweise durch die plasmainduzierte Mobilisierung von ablatiertem Material und dem erhöhten Energieeintrag durch metastabile und angeregte Plasmaspezies erklären.

1. Einleitung

Die Unterstützung der Lasermaterialbearbeitung durch ein Atmosphärendruckplasma ist in den letzten Jahren in einigen Forschungsarbeiten untersucht worden. Das Ziel der Kopplung von Plasma und Laserstrahlung ist es, die Effizienz und Qualität der Lasermaterialbearbeitung zu steigern. Zu diesem Zweck werden abhängig von der jeweiligen Entladungsart und den elektrischen Betriebsparametern entweder plasma-chemische oder plasma-physikalische Mechanismen genutzt. Das Plasma kann durch den verwendeten Arbeitsabstand, Arbeitsgas, Entladungsspannung und -frequenz an den jeweiligen Prozess angepasst werden. Diese Vielseitigkeit eröffnet ein breites Anwendungsspektrum. In Bezug auf der Kopplung von Laserstrahlung und Plasma können zwei verschiedene Ansätze gewählt werden; die sequentielle und simultane Laser-Plasmabearbeitung.

Die sequentielle Bearbeitung basiert auf der Plasmavorbehandlung einer Werkstückoberfläche vor der Laserbearbeitung, um eine Modifikation der optischen Eigenschaften und insbesondere eine Erhöhung der Absorption zu erreichen [1–4]. Bei der simultanen Laser-Plasmabearbeitung werden Wechselwirkungen zwischen Laserbestrahlung, Plasma und Werkstückoberfläche ausgenutzt. Beispielsweise liefert das Atmosphärendruckplasma eine beträchtliche Menge an freien Elektronen, welche in der Lage sind, durch Elektronenstöße auf der Oberfläche befindliche Moleküle wie z. B. Kohlenwasserstoffe anzuregen. Solche elektroneninduzierten Anregungen führen zu einer Verringerung der zum Aufbrechen einer Bindung benötigten Energie. Ein unterstützendes Plasma zur Lasermaterialbearbeitung wurde bereits zur Entfernung von Lackschichten [5], Parylene C-Beschichtungen [6] und zum Reinigen von Kunstwerken [7] verwendet. Ein weiterer technisch nutzbarer Effekt ist die plasmainduzierte Reduktion von Ablationsprodukten bei der Laserablation. Hierzu werden stickstoff- und wasserstoffhaltige Prozessgase verwendet. Basierend auf diesem Mechanismus kann die Qualität von Ablationsstellen in Edelstahl durch Verminderung des laserinduzierten Materialniederschlags gesteigert werden [8]. Darüber hinaus haben sich Entladungskonzepte mit direkter dielektrischer

Barriereentladung, bei denen das Werkstück einen wesentlichen Teil der Entladungsgeometrie darstellt, als geeignet erwiesen, die Effizienz verschiedener Laserprozesse zu steigern. Durch diese simultane Laser-Plasmabearbeitung wird beispielsweise eine Erhöhung der Kristallisationseffizienz von amorphem Silizium zu polykristallinem Silizium um einen Faktor von bis zu 1,95 erreicht, wenn eine direkte Plasmaentladung mit Argon als Prozessgas in das Excimer-Laser-Temporn (ELA) eingebracht wird [9]. Es wurde auch gezeigt, dass dieser Ansatz geeignet ist, die Ablationsrate beim Laserbohren verschiedener Medien wie optischer Gläser [10], Keramik [11] und Aluminium [12] zu erhöhen.

Ein Großteil der Experimente zur Kombination von Atmosphärendruckplasmen und Laserstrahlung wurde lediglich mit Nanosekundenlaserquellen durchgeführt. Die Materialbearbeitung mit ultrakurzen Laserpulsen bietet jedoch einzigartige Vorteile im Vergleich zu herkömmlichen Nanosekundenlaserbearbeitungstechniken [13, 14]. Die thermische Einflusszone wird beispielsweise bei der Lasermaterialbearbeitung mit ultrakurzen Pulsen vermindert, wodurch ein präziserer Energieeintrag in das Material möglich ist. Bisher wurden Femtosekunden-Laserpulse bei der Materialbearbeitung zur Strukturierung [15, 16], Dotierung [17, 18], Mikrobearbeitung [19] und Oberflächenfunktionalisierung wie Hydrophobizität [20, 21] eingesetzt. Basierend auf den vielversprechenden Ergebnissen, die durch die Kombination von Plasmen und Nanosekundenlaserstrahlung erhalten wurden, und den vorteilhaften Eigenschaften der Materialbearbeitung mit Femtosekundenlaserpulsen, wird in dieser Arbeit der Einfluss einer atmosphärischen dielektrischen Barriereentladung auf die Femtosekundenlaserbearbeitung einer Aluminiumlegierung untersucht.

2. Versuchsdurchführung

Zur simultanen Atmosphärendruckplasma-gestützten Femtosekundenlaserbearbeitung wird eine konische rotationssymmetrische Plasmaquelle verwendet, wie in [22] näher beschrieben. Diese Plasmaquelle besteht aus einer Hochspannungskupferelektrode, die ein zentrales Durchgangsloch mit einem Durchmesser von 3 mm aufweist. Diese spezielle Konfiguration ermöglicht die Realisierung einer gemeinsamen

Achse von Plasma und fokussiertem Laserstrahl, wie in Abbildung 1 dargestellt. Die Hochspannungselektrode ist in ein Gehäuse aus Polyoxymethylen (POM) eingebettet, in dem sich der Prozessgaskanal befindet. In der vorliegenden Arbeit wurde Argon (Ar 5.0, Linde Gas AG) als Prozessgas eingesetzt. Ein stabiler Plasmastrahl mit einem Durchmesser von ca. 200 μm und einer maximalen Länge von 20 mm bildet sich zwischen Plasmaquelle und Aluminiumoberfläche. Die plane Probe aus AlMg3 wird in den entstehenden Entladungsspalt positioniert. Der Arbeitsabstand zwischen Plasmaaustrittsdüse und Werkstückoberfläche beträgt ca. 10 mm. Das resultierende Plasma ist somit eine direkte dielektrisch behinderte Atmosphärendruckentladung, welches primär die Oberfläche der Proben beeinflusst. Die Plasmaquelle wird durch eine gepulste Stromversorgung mit einer Spannung $U_{HV-Puls} = 11 \text{ kV}$ und einer Puls-Wiederholungsrate von $f_{HV-Puls} = 7 \text{ kHz}$ betrieben. Die Pulsdauer jedes Hochspannungspulses beträgt $t_{HV-Puls} = 80 \mu\text{s}$. Innerhalb dieser Pulsdauer finden fünf Plasmazündungen statt, sodass sich eine effektive Wiederholrate von $f_{eff} = 35 \text{ kHz}$ ergibt. In dieser Betriebsart ist die gemittelte Plasmaleistung $P_{plasma} = 1,19 \text{ W}$ und die Pulsenergie jedes Pulses $E_{HV-Puls} = 0,17 \text{ mJ}$, bestimmt mittels Lissajous-Methode [23, 24]. Unter Berücksichtigung des Plasmastrahldurchmessers ergibt sich die Plasmafluenz $F_{plasma} = 0.54 \text{ J/cm}^2$ [10, 25]. Bei den resultierenden Betriebsparametern beträgt die Plasmagastemperatur 88°C , wie in früheren Arbeiten ermittelt [9].

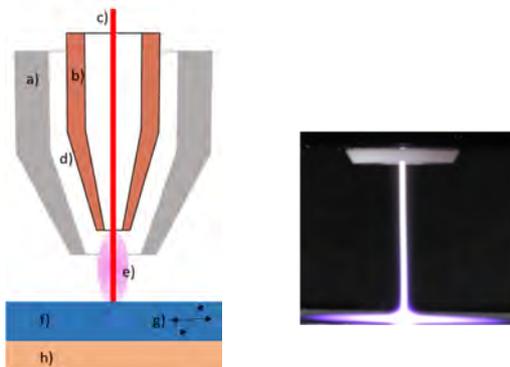


Abbildung 1: links: schematische Darstellung der simultanen Laser-Plasmabehandlung: a) POM-Gehäuse, b) Hochspannungselektrode, c) Laserstrahl, d) Gaskanal, e) Plasmazone, f) AlMg3-Probe, g) Positioniereinheit, h) Erdungselektrode; rechts: Plasmaentladung

Als Laserquelle dient ein regeneratives Verstärkersystem auf Ti:Saphir-Basis (Mantis-Seed-Laser von Coherent und Spitfire Amplifier von Spectra Physics) mit einer zentralen Wellenlänge $\lambda_{laser} = 800 \text{ nm}$, einer Laserpulsdauer $t_{laser} = 60 \text{ fs}$ und einer Pulsfrequenz $f_{laser} = 10 \text{ kHz}$. Der Laserstrahl wird durch eine Linse mit einer Brennweite $f_{linse} = 500 \text{ mm}$ fokussiert und koaxial zum Plasmastrahl geführt. Der Strahlendurchmesser beträgt $2w_0 = 80 \mu\text{m}$, was zu einer Rayleigh-Länge $z_R = 6,3 \text{ mm}$ führt.

Für die Ablationsexperimente werden die Aluminiumproben senkrecht zum Laserfokus durch einen motorisierten xy-Tisch bewegt. Der Laserfokus befindet

sich auf der Probenoberfläche. Durch parallelen Linien mit einem Versatz von $70 \mu\text{m}$ wird eine Fläche mit einer Gesamtabmessung von $10 \times 10 \text{ mm}^2$ ins Aluminium graviert. Die Strahlungsexposition H des Materials ist gegeben durch

$$H = N \cdot E_{laser} / (\pi \cdot w_0^2). \quad (1)$$

Mit der Anzahl der Laserpulse pro Punkt

$$N = f_{laser} \cdot 2 \cdot r / v \quad (2)$$

und der Abtastgeschwindigkeit v ergibt sich die Strahlungsexposition damit zu

$$H = 2 \cdot f_{laser} \cdot E_{laser} / (\pi \cdot w_0^2 \cdot v). \quad (3)$$

Für Ablationsexperimente werden zwei verschiedene Laserparametersätze mit einer fixierten Pulsenergie des Lasers von $E_{laser} = 100 \mu\text{J}$ verwendet: Zum einen eine Strahlenexposition $H = 943 \text{ J/cm}^2$ ($N = 500$ Impulse pro Punkt, $f_{laser} = 3,3 \text{ kHz}$), zum anderen eine Strahlenexposition $H = 8952 \text{ J/cm}^2$ ($N = 1600$ Impulse pro Punkt, $f_{laser} = 10 \text{ kHz}$). Die Ablationsexperimente werden mit und ohne Plasmaunterstützung durchgeführt, um den Einfluss des Plasmas auf den Ablationsprozess zu identifizieren. Als Probenmaterial dient die Aluminiumlegierung AlMg3 (EN AW-5754 gemäß DIN EN 573-3) mit einer Dicke von 1 mm und einer Seitengröße von $20 \times 20 \text{ mm}^2$.

Zur visuellen Analyse der lasergravierten Strukturen und zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von laserinduzierten Ablagerungen auf der Oberfläche wird ein Rasterelektronenmikroskop (EVO MA10 von Zeiss) mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie verwendet. Zur Bildgebung wird zusätzlich ein Laser-Scanning-Mikroskops (LSM 700 von Zeiss) genutzt.

3. Ergebnisse

Die Ablationstiefe und das abgetragene Volumen nimmt durch das unterstützende Plasma erheblich zu, siehe Abbildung 2 und 3. Bei einer reinen Laserbehandlung führt keine verwendete Strahlenexposition H zu einem signifikanten Abtrag von Material. Die Aluminiumoberfläche war lediglich in einem Tiefenbereich von einigen Mikrometern aufgeraut. Beim Einbringen des Plasmas in den Ablationsprozess wird die Gesamtablationstiefe erhöht. Bezogen auf die unbehandelte Probenoberfläche beträgt die Ablationstiefe im Mittel ungefähr $20 \mu\text{m}$ bei einer Strahlungsexposition $H = 943 \text{ J/cm}^2$ und $250 \mu\text{m}$ bei $H = 8952 \text{ J/cm}^2$.

Zusätzlich zu einer Zunahme der Gesamtablationstiefe hat das Plasma die Struktur am Boden der abgetragenen Muster stark beeinflusst. Bei der mit einer Strahlenexposition $H = 943 \text{ J/cm}^2$ bestrahlten Probe beträgt sowohl für die reine Laserablation als auch für plasmaunterstützte Laserbearbeitung die Peak-to-Valley-Höhe ca. $10 \mu\text{m}$. Eine statistisch verteilte Oberflächenaufrauung mit Strukturgrößen im Bereich von wenigen Mikrometern resultierte aus der reinen

Laserstrukturierung mittels einer Strahlenexposition $H = 8952 \text{ J/cm}^2$. Bei der plasmaunterstützten Strukturierung entstehen einige Mikrometer große separierte steile Spitzen mit einer Peak-to-Valley Höhe von circa $100 \text{ }\mu\text{m}$.

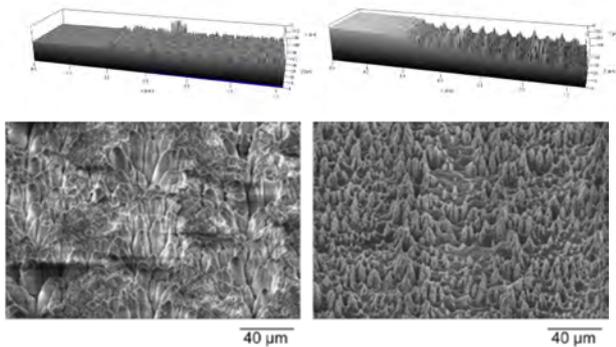


Abbildung 2: Bearbeitungsergebnis mit einer Strahlungsexposition $H = 943 \text{ J/cm}^2$; links: ohne Plasmaunterstützung; rechts: mit Plasmaunterstützung

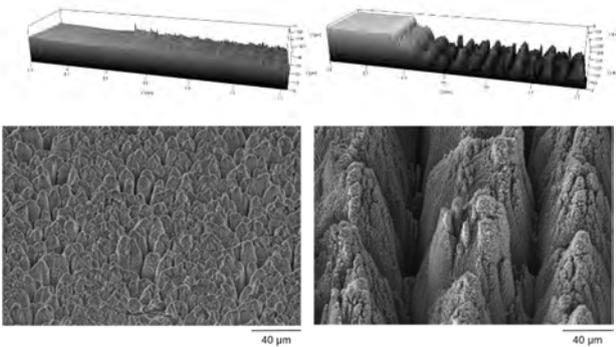


Abbildung 3: Bearbeitungsergebnis mit einer Strahlungsexposition $H = 8952 \text{ J/cm}^2$; links: ohne Plasmaunterstützung; rechts: mit Plasmaunterstützung

Während der plasmaunterstützten Ablation bildete sich auf der Probenoberfläche ein Film aus pulverförmigen, weißlichen Partikeln. Dieser Film konnte leicht abgewischt werden und haftete daher nicht auf der Oberfläche. Wie durch EDX-Messungen festgestellt, enthält der beobachtete Partikelfilm auf der Probenoberfläche, der nur bei plasmaunterstützter Ablation auftrat, eine erhebliche Menge an Kohlenstoff (9,7 at%), Aluminium (68,8 at%), Magnesium (2,9 at%) und Sauerstoff (18,5 at%), was auf eine plasmainduzierte Bildung von Aluminiumoxid hinweist.

4. Diskussion

Es wird angenommen, dass sich die plasmabedingte prozessbegleitende Verringerung der Partikeldichte über der Ablationsstelle direkt auf die Ablationseffizienz auswirkt. Bei dichten Partikelwolken wird der Laserstrahl an Partikeln gestreut und von diesen absorbiert. Diese Verlustmechanismen verursachen eine Abschattung der einfallenden Laserstrahlstrahlung und verringern die Bearbeitungseffizienz bzw. wirksame Fluenz auf der Probenoberfläche. Zhang et al. berichten von diesem Abschattungsmechanismus bei der Femtosekundenlaserbearbeitung von Aluminium

bei Laserfluenzen, die mit den in dieser Arbeit verwendeten vergleichbar sind [26]. Okano et al. haben gezeigt, dass während der Femtosekundenlaserbearbeitung von Aluminium die Expansionsgeschwindigkeit von verdampftem Aluminium und kondensierten Aluminiumpartikeln 10^4 m/s bzw. 10^3 m/s beträgt. Ohne Unterstützung des Plasmas verlangsamten sich abgetragene Aluminiumpartikel innerhalb von einigen zehn Nanosekunden [29] und verbleiben in unmittelbarer Nähe der Ablationsstelle, wo sie die Effizienz der Laserbearbeitung durch Streuung und Absorption vermindern. Im Gegensatz dazu werden die Partikel durch das unterstützende Plasma entfernt und befinden sich erkennbar in einem Abstand von mehreren Zentimetern von der Ablationsstelle in Form eines Films aus pulverförmigen abgetragenen Partikeln. Dieses Verhalten wurde auch qualitativ in früheren Arbeiten beobachtet, in denen die plasmaunterstützte UV-Nanosekunden-Laserablation von Aluminium untersucht wurde [12]. Darüber hinaus wurde kürzlich durch Messungen der Partikelgrößenverteilung gezeigt, dass die Verwendung eines unterstützenden Plasmas während der Pikosekundenlaserablation von Titan zu einer signifikanten Abnahme der Partikelgröße führt [27]. Dies führt zur Verminderung der Verluste in der Ablationswolke durch Streuung, Absorption und Reflexion. So wurde beispielsweise in früheren Arbeiten eine Verringerung der Ablationstiefe um einen Faktor von bis zu 14 bei der Ablation von Quarzglas beobachtet [28]. Damit ist plasmainduzierte Zunahme der Gesamtablationstiefe, die für lasergravierte Strukturen beobachtet wird, höchstwahrscheinlich auf eine verbesserte Entfernung von Aluminiumpartikeln aufgrund des elektrischen Feldes des Plasmas zurückzuführen. Dieser plasmainduzierte Entfernungseffekt kann wie folgt erklärt werden: Da sich die Probe innerhalb des Entladungspalts befindet, bildet sich eine Debye-Mantelschicht auf der Probenoberfläche bzw. am Boden des abgetragenen Bereichs. Die Oberflächenladung der Probe ist daher aufgrund der höheren Beweglichkeit der Elektronen im Vergleich zu schweren Partikeln wie Ionen negativ. Das elektrische Feld der Hülle bewirkt außerdem die Bildung eines Dipolfeldes auf den Partikeln [30, 31] und eine negative Aufladung. Die Oberflächenladung der Probe führt zu einer Abstoßung von negativ geladenen Aluminiumpartikeln, wodurch diese Partikel von der Ablationsstelle entfernt werden. Dieser Effekt wird durch die Tatsache unterstützt, dass die effektive Wiederholungsrate des Plasmas mit $f_{\text{plasma}} = 35 \text{ kHz}$ 3,5-mal höher ist als die Wiederholungsrate des Lasers $f_{\text{laser}} = 10 \text{ kHz}$, was zu mehreren periodischen Plasmazündungen zwischen zwei Laserpulsen führt.

Neben der Bildung eines Dipolfeldes kann die Oxidation der Partikel zu Abstoßungsprozessen beitragen. Eine solche Oxidation und die Bildung einer natürlichen Oxidschicht auf der Partikeloberfläche wird durch das Vorhandensein von Sauerstoff innerhalb des abgetragenen Materials angedeutet. Für die gebildete Partikelschicht wurde eine deutlich größere Sauerstoffmenge in Bezug auf die Aluminiumoberfläche gefunden (ca. 4,7-fach höher). Ferner lässt sich

ein bestimmter Prozentsatz an Kohlenstoff nachweisen. Dies kann durch eine Vermischung von Aluminiumpartikeln mit Kohlenwasserstoffen aus der Umgebungsluft erklärt werden. Anscheinend überträgt das Plasma Energie in die entfernten Aluminiumpartikel und induziert chemische Reaktionen wie Oxidation oder Carbonisierung dieser Partikel. Infolge der Passivierung von Partikel durch Oxidation ist der Einfluss elektrostatischer Effekte, die sich aus der Plasmazündung ergeben, bei oxidierten Partikeln höher. Diese Tatsache könnte ebenfalls zur Entfernung von Partikeln durch das elektrische Wechselfeld innerhalb des Entladungsspalts beitragen. Darüber hinaus könnten eine Verringerung der Dichte und eine Änderung der Oberflächenspannung der Partikel diesen Mechanismus unterstützen.

Ein weiterer Effekt, der möglicherweise zu einer Erhöhung der Ablationstiefe beiträgt, ist der Energieübertrag von Argonmetastabilen. Die Verwendung von Argon als Plasmazustandgas führt zur Bildung von angeregten Argonatomen und metastabilen Argonspezies innerhalb des Plasmavolumens. Metastabile Argonspezies haben eine Energie von ca. 11,5 eV, welche durch Stoßprozesse übertragen werden kann [32]. Der resultierende Energietransfer in das Werkstück könnte erheblich zur Effizienzsteigerung beitragen [10–12, 33].

Neben einer Erhöhung der Ablationstiefe wird die Oberflächengeometrie stark vom Plasma beeinflusst. Die Oberflächengeometrie der plasmaunterstützten Bearbeitung entspricht recht gut der erwarteten Struktur, die sich aus den Scanparametern (Strahlillendurchmesser $2w_0 = 80 \mu\text{m}$ und ein Linienabstand von $70 \mu\text{m}$) ergeben sollte, wie in Abbildung 3 dargestellt. Im Gegensatz dazu resultierte aus der reinen Laserablation eine zufällig verteilte Oberflächenstruktur. Die hohen Peaks und tiefen Täler, die sich bei der plasmaunterstützten Laserablation bilden, könnten zu Mehrfachreflexionen der einfallenden Laserstrahlung führen. Mehrfachreflexionen führen zu einer besseren Einkopplung der Laserenergie in das Material.

5. Zusammenfassung

Die in diesem Beitrag vorgestellten Versuchsergebnisse zeigen, dass die Effizienz der Femosekundenmaterialbearbeitung von AlMg3 durch ein unterstützendes Atmosphärendruckplasma merklich erhöht wird. Es werden mehrere mögliche Wirkmechanismen vorgestellt: I) die Entfernung von abgetragenen Partikel von der Ablationsstelle, II) ein zusätzlicher Energieeintrag durch die Abregung von metastabilen Plasmaspezies und III) Mehrfachreflexionen in der erzeugten Oberflächenstruktur. Die Entfernung von abgetragenen Partikeln über der Ablationsstelle durch das Plasma kann als Hauptmechanismus verstanden werden und führt zu einer beobachteten Zunahme der Ablationstiefe um einen Faktor von bis zu 250. Die Zunahme der gesamten Ablationstiefe birgt ein deutliches Potenzial für die Verbesserung der Effizienz und Bearbeitungsgeschwindigkeit von Materialbearbeitungs- und Strukturierungsprozessen auf

Femtosekundenlaserbasis und wurde bereits zum Patent angemeldet [34].

Danksagung

Diese Arbeit wurde aus Mitteln des Europäischen Fonds für regionale Entwicklung (Projekt „SNIFF“), des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF, Projekt „FH-Impuls“), des niedersächsischen Ministeriums für Wissenschaft und Kultur (MWK, Pilotstudie „LUPS“) und aus Mitteln des niedersächsischen Vorab (Projekt „Motor der Region“) gefördert, denen wir unseren Dank ausdrücken möchten.

Literaturverzeichnis

- [1] S. Brückner, J. Hoffmeister, J. Ihlemann, C. Gerhard, S. Wieneke, W. Viöl, J. Laser Micro/Nanoeng. 7 (2012), 73–6
- [2] C. Gerhard, D. Tasche, S. Brückner, S. Wieneke, W. Viöl, Opt. Lett. 37 (2012), 566–8
- [3] C. Gerhard, T. Weihs, D. Tasche, S. Brückner, S. Wieneke, W. Viöl, Plasma Chem. Plasma Process. 33 (2013), 895–905
- [4] D. Tasche, C. Gerhard, J. Ihlemann, S. Wieneke, W. Viöl, J. Eur. Opt. Soc. Rapid Publ. 9 (2014), 14026
- [5] N. Mainusch, C. Pflugfelder, J. Ihlemann, W. Viöl, Plasma Process. Polym. 4 (2007) S33–8
- [6] C. Schmiedel, A. Schmiedel, W. Viöl, Proc. 19th Int. Symp. on Plasma Chemistry (IPCS19) (2009), pp 239–43
- [7] C. Pflugfelder, N. Mainusch, J. Ihlemann, W. Viöl, Proc. 7th Int. Conf. on Lasers in the Conservation of Artworks (LACONA VII) (2008), pp 55–8
- [8] V. Le Meur, L. Loewenthal, C. Gerhard, W. Viöl, Laser Ablation: Fundamentals, Methods and Applications (Hauppauge: Nova Science Publishers) (2015), pp 165–77
- [9] A. Gredner, C. Gerhard, S. Wieneke, K. Schmidt, W. Viöl, J. Mater. Sci. Eng. B 3 (2013), 346–51
- [10] C. Gerhard, S. Roux, S. Brückner, S. Wieneke, W. Viöl, Appl. Opt. 51 (2012), 3847–52
- [11] C. Gerhard, S. Roux, F. Peters, S. Brückner, S. Wieneke, W. Viöl, J. Ceram. Sci. Technol. 4 (2013) 19–24
- [12] C. Gerhard, S. Roux, S. Brückner, S. Wieneke, W. Viöl, Appl. Phys. A 108 (2012) 107–12
- [13] K. Sugioka, Y. Cheng, Light Sci. Appl. 3 (2014) e149
- [14] E. G. Gamaly, Femtosecond Laser-Matter Interaction: Theory, Experiments And Applications (Boca Raton, FL: CRC Press) (2011)
- [15] S. He, J. J. Nivas, A. Vecchione, M. Hu, A. Amoroso, Opt. Express 24 (2016) 3238–47
- [16] A. Y. Vorobyev, C. Guo, J. Appl. Phys. 117 (2015) 33103
- [17] T. Gimpel, K.-M. Guenther, S. Kontermann, W. Schade, Appl. Phys. Lett. 105 (2014) 053504
- [18] C. H. Crouch, J. E. Carey, M. Shen, E. Mazur, F. Y. Génin, Appl. Phys. A 79 (2004) 1635–41
- [19] F. Korte, S. Nolte, B. N. Chichkov, T. Bauer, G. Kamlage, T. Wagner, C. Fallnich, H. Welling,

- Appl. Phys. A 69 (1999) S7–11
- [20] B. Wu, M. Zhou, J. Li, X. Ye, G. Li, L. Cai, Appl. Surf. Sci. 256 (2009) 61–6
- [21] T. Baldacchini, J.E. Carey, M. Zhou, E. Mazur, Langmuir 22 (2006) 4917–9
- [22] S. Brückner, S. Rösner, C. Gerhard, S. Wieneke, W: Viöl, Mater. Test. 53 (2011) 639–42
- [23] T. C. Manley, ECS Trans. 84 (1943) 83–96
- [24] A. Helmke, D. Hoffmeister, N. Mertens, S. Emmert, J. Schuette, W. Viöl New J. Phys. 11 (2009) 115025
- [25] C. Gerhard, T. Weihs, A. Luca, S. Wieneke, W. Viöl, J. Eur. Opt. Soc. Rapid Publ. 8 (2013) 13081
- [26] N. Zhang, X. Zhu, J. Yang, X. Wang, M. Wang, Phys. Rev. Lett. 99 (2007) 167602
- [27] S. Grottker, W. Viöl, C. Gerhard, Appl. Opt. 56 (2017) 3365–71
- [28] J. Hoffmeister, C. Gerhard, S. Brückner, J. Ihlemann, S. Wieneke, W. Viöl, Phys. Procedia 39 (2012) 613–20
- [29] Y. Okano, K. Oguri, T. Nishikawa, H. Nakano Appl. Phys. Lett. 89 (2006) 221502
- [30] H. C. Lee, D. Y. Chen, B. Rosenstein Phys. Rev. E 56 (1997) 4596–607
- [31] G. Lapenta, Phys. Plasmas 6 (1999) 1442–7
- [32] A. Bogaerts, R. Gijbels Spectrochim. Acta B 52 (1997) 553–65
- [33] C. Gerhard, T. Gimpel, D. Tasche, J. Koch née Hoffmeister, S. Brückner, G. Flachenecker, S. Wieneke, W. Schade, W. Viöl, J. Phys. D: Appl. Phys. 51 (2018) 175201
- [34] W. Viöl, C. Gerhard, D. Tasche, W. Schade, G. Flachenecker, T. Gimpel: Vorrichtung und Verfahren zur Bearbeitung einer Oberfläche, Deutsche Patentanmeldung DE 10 2017 210 167.9 vom 19.06.2017, PCT Anmeldung PCT/EP2018/065985 vom 15.06.2018

INFLUENCE OF SURFACE MODIFICATIONS ON SUBMICRON BUBBLE FORMATION IN THE SURFACE OF SODA-LIME GLASS INDUCED BY A SINGLE ULTRASHORT LASER PULSE

Shengying Lai^{1,2}, Martin Ehrhardt², Pierre Lorenz², Bing Han¹, Klaus Zimmer²
1 Nanjing University of Science & Technology, Xiaolingwei 200, 210094 Nanjing, China
2 Leibniz Institute of Surface Engineering (IOM), Permoserstr. 15, 04318 Leipzig, Germany

Submicron bubble formation in the subsurface range of soda-lime glass is investigated. The bubbles are induced by single femtosecond laser pulse irradiation (wavelength $\lambda = 775$ nm, pulse duration $t_p = 150$ fs). It was found that bubbles could be formed only in a rather narrow energy range. The microbubbles size ranges from 0.3 to 3 μm , which is much smaller than the laser beam diameter of ~ 12 μm . The experimental results show that the material composition gradient of the soda-lime glass near surface is a key parameter for the bubble formation process; it determines the creation of bubbles in the transition region between the modified glass surface and the bulk material. In the presented work, we study the effect of different treatments of the glass surface such as water cleaning, ion beam sputtering, and chemical etching on bubble formation. It is suggested that the bubble forming mechanism is related to nonlinear processes of laser photon absorption, material heating and thermally driven, viscoplastic-mechanical processes.

Keywords: fs laser, bubbles, soda-lime glass, surface modification, voids

1. Introduction

Technical glasses are widely used for industrial applications due to their unique properties, such as chemical stability, electronic insulation and optical transparency. Femtosecond laser irradiation allows surface machining, as well as the modification inside transparent dielectrics like glass, based on the nonlinear absorption at high photon densities for the fabrication of waveguides, microchannels, microlens or glass dicing [2-4]. Some studies report laser-induced formation of bubbles of sub-micrometer size inside transparent dielectric materials by ultrashort pulse laser [5-8]. The material properties such as density, Young's modulus, refractive index, surface tension, and chemical composition near the bubbles could be altered due to the laser irradiation [5]. The bubbles are formed due to processes of material decomposition or the coalescence of the dissolved gas in the material due to the electronic excitation in combination with high temperatures generated by the absorbed laser pulse energy [9]. Similar bubble-like structures are also achieved by single fs laser irradiation on layered systems deposited on dielectric substrates [10-11].

In this paper, single ultrashort laser pulse irradiation of soda-lime glass near the threshold for laser ablation is reported. Different surface treatments are introduced to change the material composition/structure in the near surface allowing study of the impact to glass modification / bubble formation. Hence, such treatments can enable or disable the bubble formation process. The results can enhance the understanding of near ablation processes like laser spallation, but can also provide new opportunities of micro/nano patterning.

2. Experimental set-up

Fig.1 shows the schematic view of the experimental

setup in this work. A linear polarized femtosecond laser with a wavelength of 775 nm, a pulse duration of 150 fs, and a pulse repetition of 1 kHz is used in this study. The laser beam with a Gaussian profile is focused on the surface of the glass with a single lens having a focal length of 60 mm. The laser spot radius was determined to be $r_g = 6.5 \pm 0.5$ μm . The samples are irradiated with single laser pulses arranged in a line and a spacing of more than 20 μm to avoid multi-pulse irradiation. The laser pulse energy was varied in a range of $E = 3.00 \sim 20$ μJ .

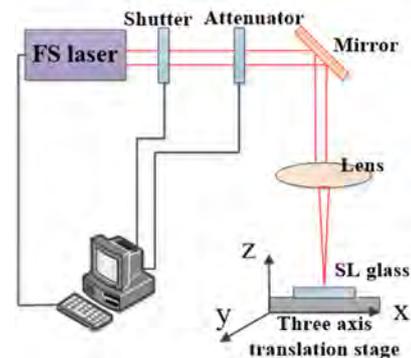


Fig. 1: Schematic view of the experimental setup

The samples used in this work are microscope slides (extra white soda-lime glass, Menzel Thermo Scientific) with a thickness of 1 ± 0.1 mm. The composition of the glass is 72% SiO_2 , 14% Na_2O , 6% CaO , 4% MgO , 1% Al_2O_3 , 1% K_2O and further additives in small amounts. All sample used are cleaned in an ultrasonic bath with isopropanol. After the cleaning step, different sets of samples are produced by treating the samples' surfaces as follows: (1): no further treatment; (2): sputtered with argon ion beam (700 eV, 0.15 mA/cm^2); (3): etched with buffered hydrofluoric acid (BHF) for one minute with an etching rate of 100 nm/min ; (4): treated like sample (3) with subsequent corrosion in distilled water for three days; (5): short immersion in $\text{H}_2\text{SO}_4 / \text{H}_2\text{O}_2$ and subsequently rinsed

with flowing distilled water. These samples were laser irradiated with the same procedure and parameter set.

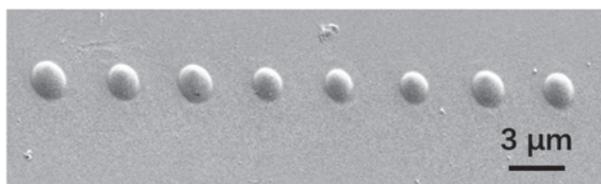


Fig. 2: SEM image of exemplary bubbles generated in a soda-lime glass surface (type 1 sample), each of the bubbles are irradiated with a single ultrashort laser pulse.

The surface morphologies of the samples are analyzed by optical microscopy (OM) and scanning electron microscope (SEM). For SEM imaging, a thin gold film was deposited by magnetron sputtering. The surface topography and the height of the bubbles are measured by the white light interference microscopy (WLIM) and the atomic force microscopy (AFM) to confirm the WLIM measurements and to study the morphology at nano scale.

3. Results

Fig. 2 shows an SEM image of bubbles generated on the surface of type 1 sample. The average energy of the incident laser beam was $5.32 \mu\text{J}$, which is between the found thresholds for surface modification ($5.07 \mu\text{J}$) and ablation ($5.4 \mu\text{J}$). By systematic variation of the pulse energy between the modification and ablation threshold, bubbles range in size between 300 nm to $3 \mu\text{m}$ have been found. It was found that the bubbles' appearance and size depend on the incident laser pulse energy as well as on the characteristics of the glass surface.

3.1 Bubbles controlled by laser pulse energy

In Fig. 3, SEM images of the surface of type 1 sample after radiation with laser pulses having different pulse energies are shown. It was found that the size of the bubbles increases with higher pulse energies. However, with exceeding the certain energy (for example $5.40 \mu\text{J}$ in Fig.3 (d)), the bubble disappears and the glass shows ablation features such as melt splashes, ridges, and ablation craters.

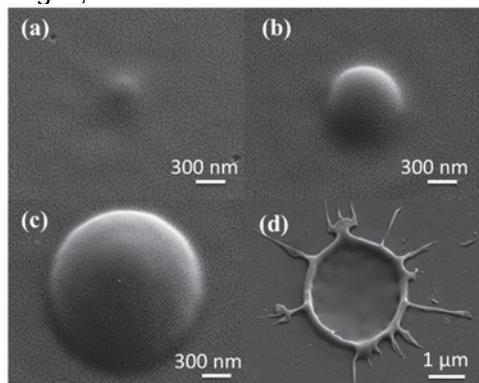


Fig. 3: SEM images of the bubbles made with different laser pulse energies. The pulse energies are: (a) $E_a=5.32$, (b) $E_b= 5.34$ (c) $E_c= 5.37$ and (d) $E_d= 5.44 \mu\text{J}$, respectively.

The bubbles are usually very small in the case of near

threshold fluence and increase with increasing fluence. The smallest bubbles' diameter is found to be about 300 nm (see Fig.3 (a)). This is more than one order of magnitude less than the Gaussian radius. The measured height of the bubbles (by AFM) in Fig.3 are a) $64 \pm 2 \text{ nm}$, b) $252 \pm 3 \text{ nm}$ and c) $420 \pm 4 \text{ nm}$ and the width are a) $0.3 \pm 0.05 \mu\text{m}$, b) $0.86 \pm 0.05 \mu\text{m}$, c) $1.9 \pm 0.05 \mu\text{m}$ and d) $3.5 \pm 0.05 \mu\text{m}$, respectively.

Some irregular/extraordinary structures are also observed when the incident laser energy is near the ablation threshold, as shown in Fig. 4, which shows a bubble with an opened, partially cracked shell. The thickness of this bubble shell is about $90 \pm 10 \text{ nm}$. Further, inside the bubble is melted and resolidified glass, which is an indication of involved thermal process.

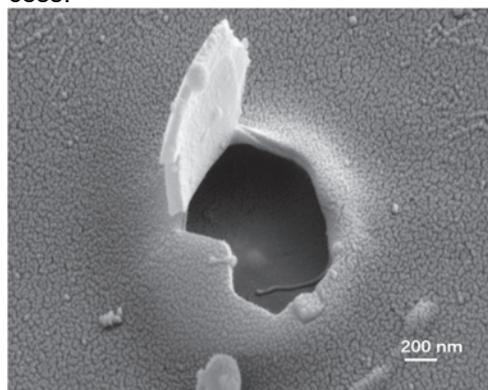


Fig. 4: SEM images of a damaged bubble with the incident pulse energy close but a slightly less than the ablation threshold ($5.4 \mu\text{J}$).

3.2 Microstructures of different treated glass samples

The particular sets of samples (type 1 – 5) feature different near surface characteristics according to the processing [1]. It was found that the different surface treatments enable or prevent bubbles' generation and determine the morphology of the bubbles. Fig. 5 shows the laser irradiated surfaces of the type 1 – 5 samples. These samples were irradiated with single laser pulse having a pulse energy of $5.31 \mu\text{J}$. Typical, bubbles can be generated in type 1 samples (see a). When the top surface layer of the pristine glass is removed by either argon sputtering (type 2 samples) or BHF etching (type 3 samples), no bubble formation could be observed (see b and c). However, bubbles can be generated again after corrosion of BHF-etched samples in the distilled water for some days (type 4 samples; see d). For the type 5 samples, which were immersed in H_2SO_4 and H_2O_2 , only a few bubble-like structures could be observed, as shown in Fig. 5 e. In this case, however, the bubble shell features several cracks, as seen in the inserted image.

4. Discussion

Across all experiments, unimpaired bubbles with a size in the range of 0.3 to $3.0 \mu\text{m}$ are observed in the laser pulse energy range of ~ 5.1 to $\sim 5.4 \mu\text{J}$. With increasing laser pulse energy the probabilities of bubbles formation and laser ablation increase.

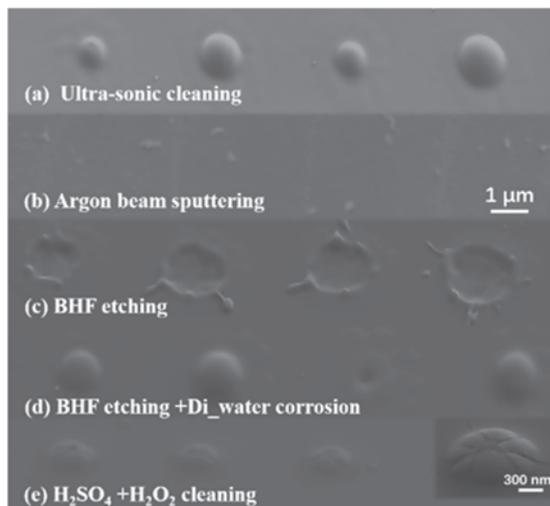


Fig. 5: SEM images of characteristic surface morphologies after single pulse laser irradiation of glass samples with different surface modifications. The five images from (a) to (e) are corresponding to the samples types (1) to (5)). The incident laser pulse energy was $5.31 \pm 0.1 \mu\text{J}$.

The bubble size is almost one order of magnitude smaller than the laser beam diameter. Consequently, nonlinear absorption processes must be considered, as the band gap energy of the soda-lime glass is with 3.9 eV more than two times higher compared to the laser photon energy with 1.66 eV. In addition to nonlinear absorption process, thermal process also needs to be considered since the thermal process features like melt splashes are observed around the bubbles (see Fig. 3 b).

Soda-lime glass has a hydrolytic class 3. Therefore, it can be expected that the material composition of the soda-lime glass surface differs strongly from that of the bulk material due to the sensitivity of the surface for chemical interaction with humid air, water or chemicals. This different material composition can cause alterations of optical, thermal, as well as mechanical properties near the surface. In addition to absorption, the viscosity and melting point can be affected. This modified surface layer seems to be an important point for the bubble formation because removing this modified layer with argon sputtering (sample (2)) or BHF etching (sample (3)), effectively prevents bubble generation. Further, by re-establishing the modified layer by corrosion of the sample in e.g. water (sample (4)), the new modified layer again permits bubble formation.

From Fig. 4 it can be observed that the flipped shell from the bubble is about $90 \pm 10 \text{ nm}$. This shell thickness is in the range of the expected thickness of the modified surface layer, estimated from the depth of material removal in type 3 samples. For bubble formation the following mechanism is suggested: (I) The absorbed laser energy causes material heating, thermomechanical stress, and partial evaporation of the glass beneath the modified surface layer which can result in spallation; (II) The decomposition products of the glass form a vapor beneath the surface of the glass; (III) This causes a stress which bulks up the

modified surface layer that has a higher thermomechanical stability than the bulk glass. This bulking of the surface layer is supported by the laser heating of the modified layer which causes a softening of this layer.

5. Conclusion

The submicron bubbles are generated in the soda-lime glass by single femtosecond laser pulse. The bubbles are much smaller than the laser beam diameter and the formation energy is limited in a rather narrow range. The mechanisms of the bubbles' formation are related to the laser nonlinear absorption and the surface modification conditions of the samples.

Hence, the modified surface layer has an impact to the laser ablation processes with laser pulse energies near the threshold. This may have implications for ultraprecision machining by laser processing as surface characteristics influence the mechanism and the material removal mechanism.

Acknowledgment

The authors wish to acknowledge the help with the experiments of Ms. I. Haferkorn, Ms. Ohndorf and Mr. Liebeskind. This work was financially supported in part by the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG; ZI660/17-1), the Deutscher Akademischer Austauschdienst (DAAD; 57488722), and the "National Natural Science Foundation of China for International (Regional) Cooperation Research Project (No.11761131015)". Further, the National Natural Science Foundation of China (No. 11774176) and the China Scholarship Council provide financial support.

Reference

- [1] N. V. Toan, N. Inomata, M. Toda et al., in *Advances in Glass Science and Technology*, edited by Vincenzo Maria Sglavo (IntechOpen, 2018).
- [2] V. P. Veiko, S. I. Kudryashov, M. M. Sergeev et al., *Laser Phys. Lett.* 13 (2016) 5.
- [3] G. Y. Chen, F. Piantedosi, D. Otten et al., *Sci Rep* 8 (2018) 7.
- [4] S. N. C. Santos, J. M. P. Almeida, G. F. B. Almeida et al., *Opt. Commun.* 427 (2018) 33.
- [5] T. Hashimoto, S. Juodkazis, H. Misawa, *New J. Phys.* 9 (2007).
- [6] E. G. Gamaly, S. Juodkazis, H. Misawa et al., *Current Applied Physics* 8 (2008) 412.
- [7] S. Juodkazis, H. Misawa, T. Hashimoto et al., *Appl. Phys. Lett.* 88 (2006).
- [8] L. Bressel, D. de Ligny, C. Sonnevile et al., *Opt Mater Express* 1 (2011) 605.
- [9] F. T. Zhang, M. Gecevicius, Q. Q. Chen et al., *Opt. Express* 24 (2016) 21353.
- [10] N. A. Inogamov, V. V. Zhakhovskii, V. A. Khokhlov, *J Exp Theor Phys+* 120 (2015) 15.
- [11] P. A. Danilov, D. A. Zayarny, A. A. Ionin et al., *Jetp Lett.* 103 (2016) 549.
- [12] J. P. Moening, S. S. Thanawala, D. G. Georgiev, *Appl. Phys. A* 95 (2009) 635.

UNTERSUCHUNGEN DER ANREGUNGSMECHANISMEN VON PMMA MIT ULTRAKURZ GEPULSTER MID-IR LASERSTRAHLUNG

Philipp Lungwitz, Theo Pflug, Markus Olbrich und Alexander Horn
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, 09648, Mittweida

Die Verwendung organischer Materialien hat in den letzten Jahren vor allem im Bereich der Halbleiterindustrie immer mehr an Bedeutung gewonnen. Bei der Herstellung von Photovoltaikanlagen, wie Solarmodulen, bietet die Verwendung von Laserstrahlung viele Vorteile hinsichtlich Bearbeitungsgeschwindigkeit, Strukturgrößen und Selektivität. Gegenwärtig wird Laserstrahlung mit Photonenenergien im eV-Bereich zur Strukturierung organischer Schichten verwendet, wobei dabei das Elektronensystem der Moleküle angeregt wird und die Molekülstruktur innerhalb des bestrahlten Volumens zerstört werden kann. Die Verwendung von mid-IR Laserstrahlung ermöglicht die resonante Anregung der Vibrationsmoden innerhalb der Moleküle, wodurch ein Abtrag erfolgen kann, ohne die chemische Struktur des Materials zu verändern. Bei der Verwendung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung kann jedoch neben der resonanten Anregung der Moleküle auch eine nichtlineare Anregung des Elektronensystems erfolgen. Ziel der Untersuchungen ist daher ein Vergleich der resultierenden Abtragsstrukturen in PMMA nach Bestrahlung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung im Femtosekundenbereich bei verschiedenen resonanten und nicht resonanten Wellenlängen. Die Änderung der optischen Eigenschaften von PMMA während der Bestrahlung wird mittels Pump-Probe Reflektometrie detektiert, wodurch Aufschluss über den dominierenden Anregungsmechanismus gegeben wird.

1 Einleitung

Organische elektronische Bauteile wurden innerhalb der letzten Jahrzehnte zu einer wichtigen Alternative zur herkömmlichen anorganischen Photovoltaik, da organische Halbleiter die mechanischen und chemischen Eigenschaften, wie ihre Flexibilität, mit den elektrischen Eigenschaften der anorganischen Halbleiter vereinen [1]. Um die für die Photovoltaik notwendigen integrierten Schaltkreise mit ausreichender Präzision zu fertigen wird vermehrt Laserstrahlung eingesetzt. Herkömmlicherweise zerstört dabei hochenergetische Laserstrahlung einiger eV im UV-VIS die chemischen Bindungen der Materialien und führt so zu einer Materialablation [2]. Mit Laserstrahlung niedriger Energie im mid-IR Bereich können ganze Moleküle in Schwingung versetzt werden, wenn die Laserstrahlungsfrequenz der Resonanzfrequenz einer Molekülschwingung entspricht [3]. Diese Anregung kann zu einer photothermischen Ablation führen, wobei weniger chemische Bindungen aufgebrochen werden und somit weniger Radikale im Material zurückbleiben. Diese verringerte Radikalbildung könnte Reaktivität organischer Bauteile verringern und somit die Lebensdauer erhöhen. Dieser Artikel vergleicht die Anregung von PMMA mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung im UV, VIS und mid-IR Bereich. Dafür werden die erzeugten Ablationsstrukturen und die Änderung der optischen Eigenschaften während der Bestrahlung verglichen.

2 Material und Methoden

Ein Ti:Saphir Laser (1, Coherent Inc. Astrella, 800 nm, 35 fs, 7,5 mJ, 1 kHz) emittiert Strahlung mit einer gaußähnlichen zeitlichen und räumlichen Intensitätsverteilung. Alle Experimente werden mit Einzelpulsen durchgeführt. Ein optisch parametrischer Verstärker (2, Light Conversion Inc., TOPAS Prime, $240 \text{ nm} \leq \lambda \leq 20 \text{ }\mu\text{m}$) wird zur Frequenzkonversion der verwendeten Laserstrahlung benutzt.

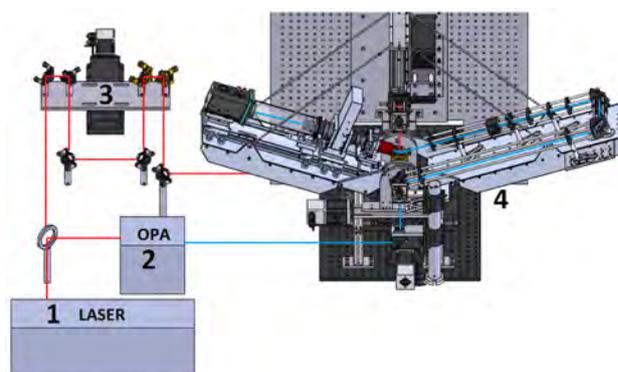


Bild 1: Pump-Probe-Aufbau bestehend aus Laserstrahlungsquelle 1, optisch parametrischem Verstärker 2, Verzögerungsstrecke 3 und entwickeltem Ellipsometer 4.

Die Einzelpulse der ultrakurz gepulsten Laserstrahlung werden in Pump- (260 nm bis 3800 nm) und Probestrahlung (800 nm) geteilt. Mittels Verzögerungsstrecke (3) können die optischen Weglängen von Pump- und Probestrahlung relativ zueinander variiert werden. Die Pumpstrahlung wird auf die Probenoberfläche fokussiert (Parabolspiegel, 12,5 mm Brennweite), wodurch das Material angeregt, erhitzt und modifiziert werden kann. Die Änderung des Reflexionsvermögens der Probelaserstrahlung an der angeregten Probenoberfläche wird zeitaufgelöst und polarisationsabhängig im reflektometrischen Aufbau (4) detektiert. Die zeitliche und örtliche Auflösung beträgt $\Delta t \approx 40 \text{ fs}$ und $\Delta x < 1,5 \text{ }\mu\text{m}$ [4].

Das Probenmaterial besteht aus 4mm dickem Polymethylmethacrylat (PMMA). PMMA ist ein amorphes organisches Dielektrikum mit einer Energiebandlücke von $E_{\text{gap}} \approx 4.7 \text{ eV}$ [5]. Die Energiebandlücke wurde über das Modell von Tauc anhand des experimentell bestimmten Absorptionsspektrums bestimmt (Bild 2). Das Absorptionsspektrum lässt sich in drei Bereiche unterteilen:

- UV, $\lambda < 400$ nm: lineare Anregung von Elektronen in Zwischenstufen und erweiterte Leitungszustände mit dem genannten Bandgap von 4.7 eV
- VIS - NIR, $400 \text{ nm} < \lambda < 2000$ nm: keine detektierbare Absorption
- Mid-IR, $\lambda > 2000$ nm: lineare Anregung von Molekülschwingungen

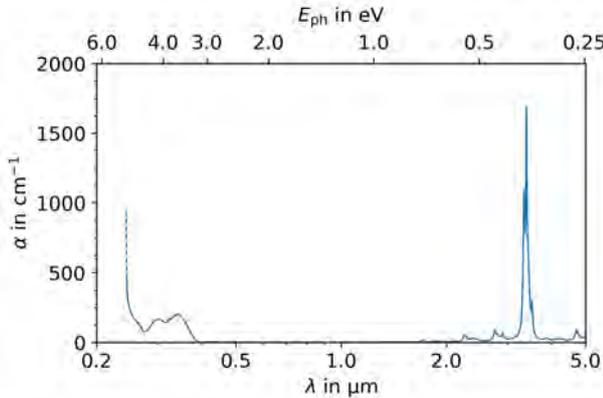


Bild 2: Mittels Lorentz-Drude Modell und FTIR Transmissionsmessungen rekonstruiertes Absorptionsspektrum von PMMA.

Die Experimente werden mit Pumpulaserstrahlung der Wellenlängen $\lambda = 260, 475, 700, 3000, 3400$ und 3800 nm durchgeführt, um Unterschiede zwischen elektronischer Anregung und molekularer Schwingungsanregung herauszustellen. Die Resonanz bei 3400 nm entspricht einer C-H Streckschwingung. Die

jeweiligen Schwellfluenzen werden mit der Methode nach Liu bestimmt [6] (Tabelle 1).

3 Experimentelle Ergebnisse

Topologie

Obwohl der Absorptionsgrad bei 3400 nm wesentlich höher ist als bei 3000 nm und 3800 nm sind die Schwellfluenzen annähernd gleich (Tabelle 1). Dies deutet darauf hin, dass bei der Verwendung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung im Femtosekundenbereich nicht lineare Anregungsprozesse der Elektronen induziert werden [7]. Zur genaueren Untersuchung wird das Probenmaterial PMMA mit Einzelpulsen ultrakurz gepulster Pumpulaserstrahlung verschiedener Wellenlängen (Tabelle 1) und Fluenzen $0 < H_0 < 2 \cdot H_{thr}$ bestrahlt und die Topologie der resultierenden Strukturen mittels Konfokalmikroskopie vermessen (Bild 3).

Tabelle 1: Wellenlängen, Pulsdauern der verwendeten Pumpulaserstrahlung und die dazugehörigen experimentell bestimmten Schwellfluenzen von PMMA.

λ/nm	τ_H/fs	$H_{thr}/(\text{J}/\text{cm}^2)$
260	40	0.29 ± 0.01
475	40	0.73 ± 0.02
700	40	1.24 ± 0.03
3000	40	2.34 ± 0.26
3400	40	2.17 ± 0.20
3800	50	2.15 ± 0.12

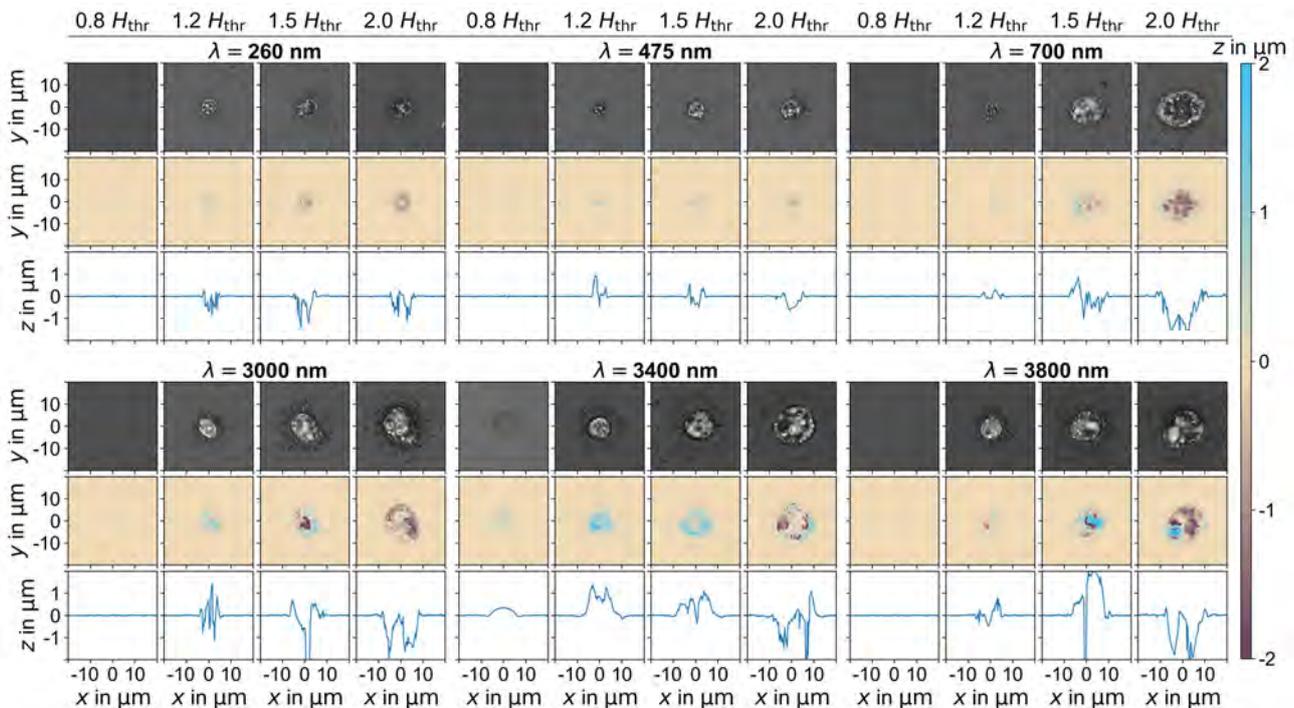


Bild 3: Vergleich der durch Pumpulaserstrahlung verschiedener Wellenlängen und Fluenzen induzierten Strukturen; 1. und 4. Zeile: mittels Lichtmikroskopie detektierte Materialoberfläche von PMMA nach Bestrahlung; 2. und 5. Zeile: mittels Konfokalmikroskopie detektierte Strukturtopologien; 3. und 6. Zeile : Querschnitte der mittels Konfokalmikroskopie detektierten Topologien am Ort $y = 0$

Die erzeugten Strukturen zeigen keine signifikante Abhängigkeit von der Wellenlänge der verwendeten Pump laserstrahlung und weisen ein unregelmäßiges Höhenprofil auf. Dies ist ein weiterer Beleg für eine dominierende wellenlängenunabhängige nicht lineare Anregung der Elektronen aufgrund der hohen Intensitäten bei der Verwendung von Pulsdauern im Femtosekundenbereich. Der einzige Unterschied ist eine detektierbare Aufwölbung der Materialoberfläche ohne Ablation nach der Bestrahlung mit Pump laserstrahlung bei der resonanten Wellenlänge 3400 nm unterhalb der Schwellfluenz.

Reflektometrie

Mittels Pump-Probe Reflektometrie wird die Änderung der relativen Reflektivität $\Delta R/R$ von PMMA während und nach der Bestrahlung mit Pump laserstrahlung verschiedener Wellenlängen (Tabelle 1) und der Fluenz $H_0 = 2 \cdot H_{\text{thr}}$ detektiert [4] (Bild 4). Die Probe strahlung hat eine Wellenlänge von $\lambda = 800$ nm und eine Pulsdauer von $\tau_H \approx 40$ fs.

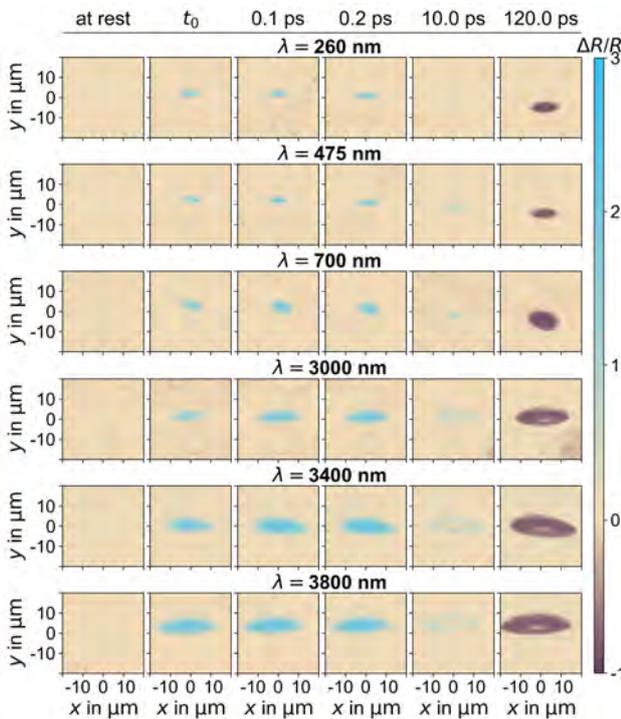


Bild 4: Mittels Pump-Probe Reflektometrie gemessene zeit- und orts aufgelöste Änderung der relativen Reflektivität $\Delta R/R$ in Abhängigkeit verschiedener Wellenlängen der Pump laserstrahlung (Tabelle 1) und einer Probewellenlänge von 800 nm

Unabhängig von der Wellenlänge der verwendeten Pump laserstrahlung steigt $\Delta R/R$ nahezu instantan nach Anregung an und bleibt einige Pikosekunden konstant. Nach etwa 10 ps sinkt $\Delta R/R$ und erreicht schließlich $\Delta R/R < 0$. Ein Unterschied zwischen resonanter und nicht resonanter Wellenlängen ist nicht zu erkennen.

4 Diskussion

Die nahezu identischen und von der Wellenlänge der Pump laserstrahlung unabhängigen Topologien der induzierten Materialmodifikationen lassen auf eine dominierende nicht lineare elektronische Anregung bei der Verwendung von Pump laserstrahlung im Femtosekundenbereich schließen. Die Resultate der *in situ* Pump-Probe Experimente bestätigen diese Annahme. Da PMMA im Grundzustand keine Resonanzen bei der Wellenlänge 800 nm der Prob laserstrahlung aufweist und auch keine höheren Schwingungszustände molekularer Schwingungen bei dieser Wellenlänge möglich sind, ist die erhöhte relative Reflektivität auf die Wechselwirkung der Prob laserstrahlung mit induzierten angeregten Elektronen zurückzuführen [8, 9]. Die Plasmafrequenz der angeregten Elektronen muss demzufolge in der Größenordnung der Laserfrequenz liegen. Dies bedeutet, dass PMMA nach der Anregung durch Pump laserstrahlung einen transienten metallischen Charakter aufweist. Da keine freien elektronischen Zustände im VIS Bereich detektiert wurden (Bild 2), müssen die angeregten Elektronen über nicht lineare Prozesse induziert worden sein. Mit Hilfe der Methode nach Keldysh lässt sich der dominierende Anregungsprozess abschätzen [10, 11], wobei für die Wellenlängen 475 und 700 nm Multiphotonenionisation und für 3000 bis 3800 nm Tunnelionisation dominiert. Die wellenlängenabhängige Aufwölbung der Materialoberfläche nach der Bestrahlung mit Pump laserstrahlung bei der resonanten Wellenlänge 3400 nm unterhalb der Schwellfluenz H_{thr} zeigt, dass eine Materialmodifikation durch resonante Anregung von Molekülschwingungen mit Laserstrahlung im Femtosekundenbereich möglich ist. Eine wellenlängenselektive resonante Ablation ist jedoch nicht möglich.

4 Zusammenfassung

Das Probenmaterial PMMA wurde mit Pump laserstrahlung im Femtosekundenbereich verschiedener Wellenlängen ($260 \text{ nm} < \lambda < 3800 \text{ nm}$) und Fluenzen bestrahlt. Die resultierenden Ablationsstrukturen weisen nahezu keine Wellenlängenabhängigkeit auf. Entspricht die Wellenlänge der Pump laserstrahlung einer Resonanz der C-H Streckschwingung von PMMA ist unterhalb der Ablationsschwellfluenz eine Materialmodifikation in Form einer Aufwölbung möglich.

Die Änderung der relativen Reflektivität während und nach der Anregung mit Pump laserstrahlung im Femtosekundenbereich zeigt abermals keine Wellenlängenabhängigkeit und steigt direkt nach der Anregung. Aus den *ex situ* und *in situ* Experimenten folgt, dass bei der Bearbeitung mit Laserstrahlung im Femtosekundenbereich die nicht lineare elektronische Anregung über die lineare Anregung von Molekülschwingungen dominiert.

Danksagung

Die Autoren danken dem Staatsministerium für Wissenschaft und Kunst (SMWK) für die Finanzierung des Gemeinschaftsprojektes mit der Projektnummer 8222501, dem Europäischen Sozialfonds für Deutschland (ESF) für die Finanzierung der Projekte ULTRALAS II mit der Projektnummer 8222503 und EilaSax mit der Projektnummer 8222504 und der Deutschen Forschungsgemeinschaft mit der Vertragsnummer INST 522/14-1 FUGG.

STAATSMINISTERIUM
FÜR WISSENSCHAFT
UND KUNST



Europäische Union

Europa fördert Sachsen.



Europäischer Sozialfonds



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Gefördert durch

DFG Deutsche
Forschungsgemeinschaft

Literaturverzeichnis

- [1] M. Kaltenbrunner, M.S. White, E.D. Głowacki, T. Sekitani, T. Someya, N.S. Sariciftci, S. Bauer, Nature communications 3, 770 (2012)
- [2] P. Kubis, J. Winter, A. Gavrilova, M. Hennel, S. Schlosser, I. Richter, A. Distler, M. Heyder, S. Kery, P. Lenk, S. Geiger, C.J. Brabec, H.P. Huber, H.-J. Egelhaaf, Prog. Photovolt: Res. Appl. 15, 36 (2019)
- [3] S.L. Johnson, Resonant-infrared laser ablation of polymers. Dissertation (Vanderbilt University, 2008)
- [4] T. Pflug, J. Wang, M. Olbrich, M. Frank, A. Horn, Appl Phys A 124, 17572 (2018)
- [5] V. Švorčík, O. Lyutakov, I. Huttel, J Mater Sci: Mater Electron 19, 363 (2008)
- [6] J.M. Liu, Opt. Lett. 7, 196 (1982)
- [7] A. Kaiser, B. Rethfeld, M. Vicanek, G. Simon, Phys. Rev. B 61, 11437 (2000)
- [8] H. Fujiwara, Spectroscopic ellipsometry: Principles and applications (John Wiley and Sons, Chichester, Hoboken, 2009)
- [9] C. Kittel, Introduction to solid state physics (Wiley, Hoboken, NJ, 2011)
- [10] L.V. Keldysh, Jetp Lett. 20, 1307 (1965)
- [11] L.V. Keldysh, Jetp Lett. 6, 763 (1958)

NANO-3D-PROFILOMETRIE AUF BASIS DISPERSIONSKODierter KURZKOHÄRENZINTERFEROMETRIE

Christopher Taudt^{1,2,3}, Tobias Baselt^{1,2,3}, Bryan Nelsen^{1,2}, Edmund Koch³ und Peter Hartmann^{1,2}

¹Westsächsische Hochschule Zwickau, Dr. Friedrichs-Ring 2a, 08056 Zwickau; ²Fraunhofer IWS / AZOM, Keplerstraße 2, 08056 Zwickau; ³Technische Universität Dresden, Helmholtzstr. 10, 01069 Dresden

Im Rahmen moderner Produktionsprozesse ist die Qualitätssicherung von hochauflösenden Nanostrukturen essentiell. Dieser Beitrag stellt eine Messmethode der Lasermesstechnik vor, welche auf dem Prinzip der Kurzkohärenzinterferometrie aufbaut. Insbesondere wird ein Ansatz vorgestellt, welcher es durch ein kontrolliertes Dispersionsmanagement ermöglicht, Höhenauflösungen im Bereich von < 1 nm zu erreichen. Gleichzeitig wird das Messsystem derart gestaltet, dass eine scan-freie Aufzeichnung von zweidimensionalen Profildaten sowie die dreidimensionale Erfassung in hoher Geschwindigkeit möglich sind. Dabei wird auf den Aufbau, die Datenaufnahme sowie -auswertung eingegangen. Anhand von Referenzproben werden zunächst wesentliche Parameter wie Auflösung und Messbereiche ermittelt. Durch die Charakterisierung von Proben aus der Halbleiterfertigung wird die Anwendbarkeit des Verfahrens für Fertigungszwecke beleuchtet.

1. Einleitung

Modernste Fertigungsverfahren erfordern ein hohes Maß an Präzision und somit die Nutzung präziser, prozessbegleitender Messtechnik, um eine hohe Qualität zu erreichen, [1]. In diesem Rahmen gelten optische Technologien wie die konfokale Lasermikroskopie und die optische Kohärenztomographie (OCT) als relevante Werkzeuge, [2,3]. Moderne Ansätze stellen scan-freie Methoden zur Profilometrie durch abbildende Spektroskopie vor, [4]. Ein typischer Nachteil dieser Verfahren ist der geringe Dynamikumfang als Verhältnis von messbarer Höhe zur Auflösung. Der Anspruch dieser Arbeit ist es, durch Dispersionskodierung der Höheninformation einen deutlich höheren Dynamikbereich (Messbereich $\sim 80\mu\text{m}$, Auflösung < 1 nm) in der flächenaufgelösten Messung von Oberflächenprofilen zu erzielen.

2. Experimenteller Ansatz

Zur experimentellen Umsetzung orts aufgelöster, dispersionskodierter Profilometrie (DE-LCI) wurde ein Interferometerkern in Kombination mit einem abbildenden Spektrometer umgesetzt, Bild 1.

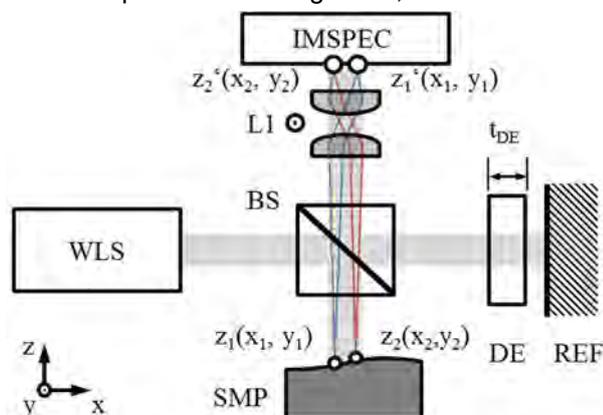


Bild 1: Experimenteller Ansatz mit WLS-Weißlichtquelle, BS-Strahlteiler, SMP-Probe (Punkte $z_1(x_1, y_1)$ & $z_2(x_2, y_2)$), DE-dispersives Element (Dicke t_{DE}), REF-Referenzspiegel, L1-Optik zur Abbildung auf das IMSPEC-abbildende Spektrometer (Punkte $z_1'(x_1, y_1)$ & $z_2'(x_2, y_2)$)

Dabei wird Licht eines Superkontinuums in einem breiten Spektralbereich eingestrahlt und durch den Strahlteiler in Proben- und Referenzstrahl aufgeteilt. Im Referenzarm transmittiert der Strahl durch ein dispersives Element mit definierter Dicke t_{DE} (hier N-BK7 mit $t_{DE} = 2\text{mm}$) und wird danach vom Referenzspiegel reflektiert. Analog dazu wird das Licht im Probenarm an der Probenoberfläche, die ein Höhenprofil beispielsweise mit den Punkten $z_1(x_1, y_1)$ und $z_2(x_2, y_2)$ besitzt, reflektiert. Nach der Zusammenführung beider Strahlanteile wird eine Abbildung durch die optische Anordnung L1 auf den Spalt eines abbildenden Spektrometers realisiert. Die Einführung des dispersiven Elements dient in Verbindung mit der spektral-selektiven Detektion der hochauflösenden Kodierung des Höhenprofils der Probe. Während bei vergleichbaren interferometrischen Verfahren, wie der OCT, die Höheninformation in einer kontinuierlichen Phase kodiert ist

$$I(\lambda, x) = I_0[1 + \cos \varphi(\lambda, x)] \quad (1)$$

$$\varphi(\lambda, x) = \frac{2\pi \cdot \delta}{\lambda}, \quad (2)$$

wird im DE-LCI Verfahren die Phase durch die Einbringung eines dispersiven Elements modifiziert, [5],

$$\varphi(\lambda, x) = \frac{2\pi [n(\lambda)^{DE} - 1] t_{DE} - \delta(x)}{\lambda}. \quad (3)$$

Hierbei ist $I(\lambda, x)$ die gemessene spektrale Intensität, welche zusammengesetzt ist aus der ausgestrahlten Intensität I_0 und der orts- sowie spektralabhängigen Phase $\varphi(\lambda, x)$. Die Phase wird im Fall von Glg. (2) nur durch den optischen Weglängenunterschied δ in Abhängigkeit der Wellenlänge bestimmt. Im hier betrachteten Fall von Glg. (3) wird die Phase außerdem noch durch die Eigenschaften des dispersiven Elements, speziell durch dessen wellenlängenabhängige Brechzahl $n^{DE}(\lambda)$ und Dicke t_{DE} bestimmt. Diese Abhängigkeit führt dazu, dass sich für jeden Weglängenunterschied der beiden Interferometerarme δ diskrete Abgleichpunkte λ_{eq} bestimmen lassen, Bild 2.

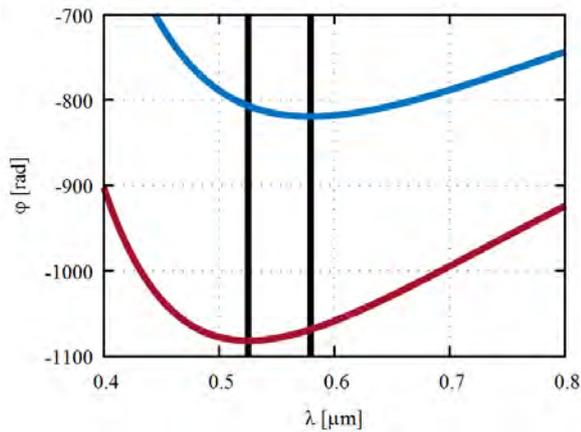


Bild 2: Simulierte Phasenverläufe für zwei unterschiedliche Höhenpunkte $z_1(x_1, y_1)$ & $z_2(x_2, y_2)$ mit den dazugehörigen Abgleichwellenlängen λ_{eq1} & λ_{eq2} nach Glg. (3)

Zur Auswertung eines aufgezeichneten Spektrums hinsichtlich der kodierten Höheninformation kann im einfachsten Fall die Messung der Abgleichwellenlänge dienen. In diesem Fall wird der Messbereich $z(\lambda_{eq})$ durch den detektierten Spektralbereich sowie den wellenlängenabhängigen Gruppenbrechzahlverlauf des dispresiven Elements $n_g^{DE}(\lambda_{eq})$ bestimmt

$$z(\lambda_{eq}) = n_g^{DE}(\lambda_{eq}) \cdot \frac{t_{DE}}{2}. \quad (4)$$

Bei alleiniger Nutzung von λ_{eq} als Messinformation für den Profilverlauf einer Probe ist die erreichbare Auflösung durch die spektrale Auflösung des Detektors gegeben. In einem typischen Fall kann bei einem Spektralbereich von 415 bis 770 nm und einem dispresiven Element aus N-BK7 mit einer Dicke von 2 mm ein Messbereich von 79,91 µm realisiert werden. Bei einer spektralen Auflösung des Detektors von 0,2 nm ergibt sich eine mögliche axiale Auflösung von 48 nm. Bei genauerer Betrachtung des Signalverhaltens nach Gleichung (3) kann festgestellt werden, dass nicht nur die Position von λ_{eq} sondern auch die spektrale Intensität an dieser Position abhängig vom Weglängenunterschied und damit von der Profilhöhe der Probe ist. Dadurch ergibt sich eine weitere Messinformation zur Steigerung der axialen Auflösung. Unter der Annahme, dass das abbildende Spektrometer mit einer 12-bit auflösenden Kamera ausgestattet ist, welche den spektralen Intensitätsverlauf als Verhältnis von detektierter Intensität I zu ausgestrahlter Intensität I_0 in % detektiert, kann eine Intensitätsauflösung von 0,025 % erreicht werden. Durch eine entsprechende Simulation wurde ermittelt, dass unter den genannten Rahmenbedingungen eine Intensitätsänderung von 0,195 % / nm zu erwarten ist. Daraus kann eine erreichbare Auflösung von $\sigma_h = 0,13$ nm errechnet werden. Unter der Voraussetzung, dass statt einer punktuellen Analyse bei λ_{eq} ein Fit der über einen Bereich von beispielsweise $n = 50$ Punkten durchgeführt wird, kann eine weitere Steigerung der Auflösung über die Beziehung

$$\sigma_{fit} = \sqrt{\frac{\sigma_h^2}{n}} \quad (4)$$

erreicht werden, Bild 3.

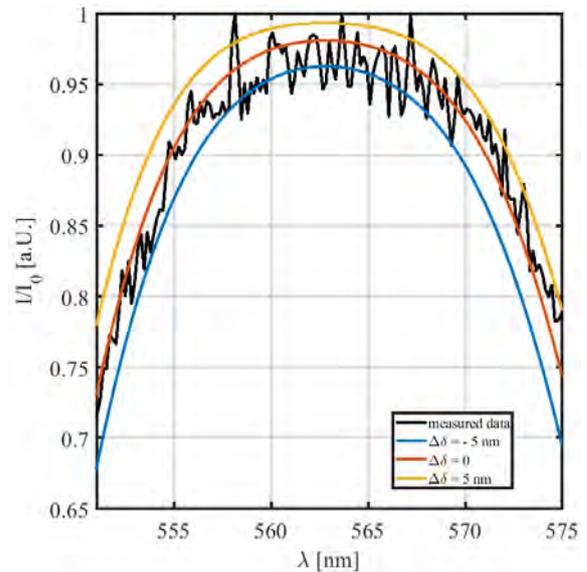


Bild 3: Darstellung eines exemplarisch gemessenen Spektrums im Bereich von λ_{eq} mit einer Auswahl an Fitkurven mit unterschiedlich variierten Weglängenunterschieden δ zur Minimierung des Anpassungsfehlers

Durch die Minimierung des Anpassungsfehlers eines Fits gemäß Gleichung (3) wird dabei die Bestimmung der Höhe eines Profils an einem Punkt mit einer errechneten Auflösung von $\sigma_{fit} = 0,018$ nm durchgeführt. Durch die Nutzung eines abbildenden Spektrometers wird die Erfassung von Informationen eines Höhenprofils entlang einer Raumrichtung (hier in der x-Dimension) möglich. Dabei entfällt die Notwendigkeit der mechanischen Bewegung eines der Interferometerarme. Die Erfassung erfolgt entsprechend der Belichtungszeit des Spektrometers, sodass für jede Messung zweidimensionale Spektren erfasst werden. Zur Erfassung dreidimensionaler Höheninformationen kann die abbildende Anordnung LI, Bild 1, in einer zweiten Raumrichtung (hier y-Dimension) verschoben werden.

3. Ergebnisse und Diskussion

Die Qualifizierung des Messsystems erfolgte durch die Charakterisierung eines Silizium-basierten Höhenstandards mit einer Nominalhöhe von 100 ± 7 nm (VS0.1, Simetrics GmbH), Bild 4.

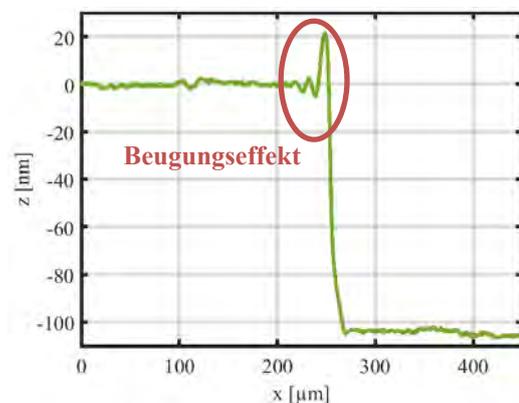


Bild 4: Gemitteltes Höhenprofil eines Si-basierten Höhenstandards (VS0.1, Simetrics GmbH) mit einer Nominalhöhe von 100 ± 7 nm mit markierten Beugungseffekten an der scharfen Kante (rote Ellipse)

Es ist zu erkennen, dass die Höhenstufe sehr deutlich abgebildet werden kann. Daneben sind in den jeweils flachen Teilen der Probe Welligkeits- bzw. Rauheits-eigenschaften zu erkennen. Weiterhin ist zu erkennen, dass die Bereiche um die Höhenstufe starke Spitzenwerte aufweisen. Diese sind auf einen Beugungseffekt zurückzuführen, der dafür sorgt, dass das resultierende Profil sogenannte Bat-Wing-Effekte zeigt, [7]. Diese Profilüberhöhungen zeigen Spitzenwerte von bis zu 20 nm und einer Welligkeit mit Amplituden von 5 nm. Im Sinne einer Kalibrierung können diese Abweichungen durch die Modellierung einer Fourierfilterung in Folge der numerischen Aperturbegrenzung der aufzeichnenden Optik LI korrektgerechnet werden. Durch die Auswertung der Daten von zehn aufeinanderfolgenden Messungen konnte eine mittlere Stufenhöhe von $(104,4 \pm 0,2)$ nm ermittelt werden. Bezogen auf den Nominalwert ergab dies einen RMS-Fehler von 2,5 nm. Die ermittelten Werte liegen innerhalb der vom Hersteller angegebenen Toleranzgrenzen. Durch die Analyse der Abweichung von Messung zu Messung konnte die Auflösung aus der Rauschgrenze mit 0,2 nm bestimmt werden.

Zusätzlich wurde die Oberflächenrauheit auf einem Teil der polierten Probe untersucht. Hierbei wurde durch die Wahl einer entsprechenden Vergrößerung der abbildenden Optik LI , Bild 1, eine Messstrecke von $480 \mu\text{m}$ realisiert. Somit war die normgerechte Auswertung nach [6] mit einer Auswertestrecke von $400 \mu\text{m}$ und einem Gaußfilter der cut-off Wellenlänge $\lambda_c = 80 \mu\text{m}$ möglich, Bild 5.

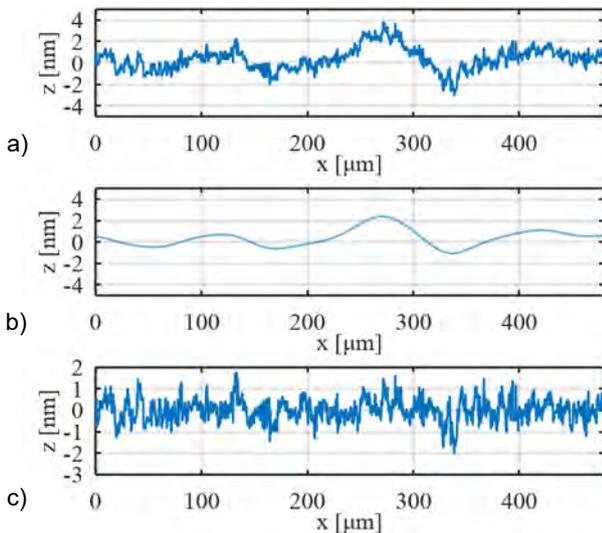


Bild 5: Ermitteltes Oberflächenprofil der Si-Oberfläche des Standards mit a) Rohprofil, b) Tiefpass-gefiltertes Welligkeitsprofil nach [6] und c) Hochpass-gefiltertes Rauheitsprofil nach [6]

Diese Auswertemethodik schließt mögliche Randeffekte durch die Anwendung des Filters aus. Die Anwendung der Filter ermöglichte die Separierung der Welligkeitskomponente (Tiefpassfilter, Bild 5 b)) und der Rauheitskomponente (Hochpassfilter, Bild 5 c)) vom ursprünglichen Oberflächenprofil, Bild 5 a). Entsprechend der Norm konnten Rauheitswerte von R_a

$= (0,40 \pm 0,01)$ nm und $R_q = (0,51 \pm 0,01)$ nm ermittelt werden.

Zur Erfassung von dreidimensionalen Höheninformationen wurde der Aufbau um die Möglichkeit erweitert, die abbildende Optik LI in der lateralen Dimension y zu verschieben, Bild 1. Der Vorteil dieser Methode besteht darin, dass die einzelnen Arme des Interferometers weiterhin nicht bewegt werden müssen. Demzufolge ergeben sich keine Einflüsse des Aufbaus auf die Höhenprofilermittlung. Die Bewegung nach der Strahlrekombination führt zu einer sukzessiven Aufnahme von Linienprofilen der x -Dimension, welche zu einer Fläche des Oberflächenprofils kombiniert werden können. Zur Evaluierung dieses Ansatzes wurde ein PTB-kalibriertes Tiefeneinstellnormal mit den Nominaltiefen 1, 5 und $20 \mu\text{m}$ charakterisiert, Bild 6.

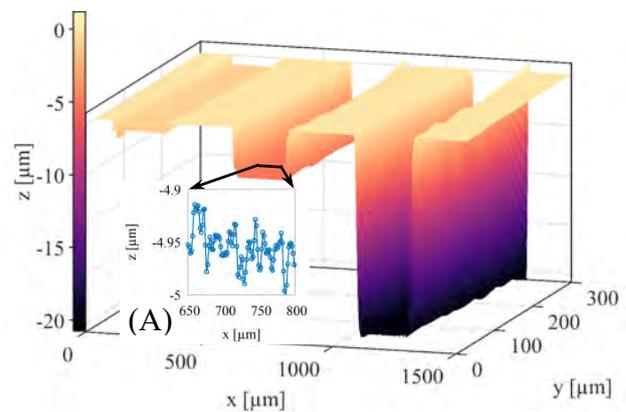


Bild 6: 3D-Oberflächenprofil eines PTB-kalibrierten Tiefeneinstellnormals mit den Nominaltiefen 1, 5 und $20 \mu\text{m}$ (gemittelt aus 10 Messungen) welches die Ermittlung von Rauheitsparametern mit nm-Auflösung ermöglicht, siehe Ausschnittsvergrößerung (A) an der Position $y = 100 \mu\text{m}$

Es konnte die Topographie des Tiefeneinstellnormals in einem lateralen Messbereich von $1500 \times 250 \mu\text{m}^2$ untersucht werden. Bei der Analyse der Daten wurden die Stufentiefen mit als gemittelte Werte von 10 Messungen in einem lateralen Messbereich von $x = 150 \mu\text{m}$ mit $973,2$, $4955,6$ und $19921,4 \pm 1,2$ nm berechnet. Gleichzeitig wurde das Oberflächenprofil der einzelnen Stufen mit nm-Präzision erfasst und analysiert, Bild 6 Ausschnittsvergrößerung (A). Hierbei konnte eine regelmäßige Oberflächenstruktur festgestellt werden, die auf den Herstellungsprozess des Drehens zurückzuführen ist. Eine Analyse des Rauheitsprofils an dieser Stelle der Probe ergab einen Wert von $R_q = 26,7$ nm.

4. Zusammenfassung

Diese Arbeit stellt einen alternativen Ansatz zur schnellen, flächigen Profilometrie auf Basis von dispersionskodierter Interferometrie vor. Es wurde insbesondere gezeigt, dass das Verfahren durch die Wahl des dispersiven Elements die Möglichkeit zur Steuerung des axialen Messbereichs bietet, wobei die Auflösung vom Messbereich entkoppelt werden kann. Durch diesen Ansatz kann ein Messverfahren mit sehr hohem Dynamikbereich realisiert werden, dass bei einem Messbereich von $79,91 \mu\text{m}$ eine Auf-

lösung von 0,2 nm erreicht. Dabei erfolgt die Aufzeichnung der Messinformationen in Form von Spektren entlang einer Raumkoordinate mittels abbildenden Spektrometers in hoher Geschwindigkeit. Die Untersuchungen mit diesem Ansatz haben gezeigt, dass Messungen von Höhenunterschieden von wenigen Nanometer bis zu mehreren 10- μ m mit hoher Auflösung und Wiederholgenauigkeit erfolgen können während gleichzeitig Rauheitsinformationen aufgelöst werden können. Dabei liegt der laterale Messbereich im Bereich von bis zu 1,5 mm. Abschließend wurde die Fähigkeit zur dreidimensionalen Profilometrie mit den gleichen Auflösungs- und Messbereichseigenschaften demonstriert.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Unterstützung der Arbeiten durch Mittel des Sächsischen Staatsministeriums für Wissenschaft und Kunst unter der Fördernummer 4-7544.10/7/3 sowie des Sächsischen Staatsministeriums für Wirtschaft, Arbeit und Verkehr / EFRE unter der Fördernummer 100316880 sowie den Mitarbeitern der Arbeitsgruppe Optische Technologien der Westsächsischen Hochschule Zwickau sowie des Fraunhofer Anwendungszentrums für Optische Messtechnik und Oberflächentechnologien AZOM für die passende fachliche Diskussionen sowie Unterstützung bei der Vorbereitung experimenteller Arbeiten.

Literaturverzeichnis

- [1] R. Leach et al., Surface Topography: Metrology and Properties 3, 013001 (2015).
- [2] J. Buajarn, et al. Surface Topography: Metrology and Properties 2, 014003 (2014).
- [3] E. Koch et al., Vol. 5861 of Proc. SPIE (Optical Society of America, 2005)
- [4] P. D. Ruiz and J. M. Huntley, Opt. Express 25, 8801–8815 (2017).
- [5] H. Delbarre, C. Przygodzki, M. Tassou, and D. Boucher, "High-precision index measurement in anisotropic crystals using white-light spectral interferometry," Appl. Phys. B 70, 45–51 (2000).
- [6] ISO4288-1996 "Geometrical product specifications (gps) – surface texture: Profile method – rules and procedures for the assessment of surface texture," Tech. Rep. 4288, International Standards Organization (1996).
- [7] W. Xie, S. Hagemeyer, C. Woidt, H. Hillmer, and P. Lehmann, "Influences of edges and steep slopes in 3d interference and confocal microscopy," Proc. SPIE 9890, 98900X–98900X–13 (2016).

NEW CHALLENGES FOR DIRECT LASER INTERFERENCE PATTERNING: SURFACE FUNCTIONALIZATION AT HIGH THROUGHPUT

Andrés Fabián Lasagni^{1,2}, Bogdan Voisiat¹, Sabri Alamri², Christoph Zwahr^{1,2}, Valentin Lang^{1,2}, Tim Kunze²

¹ Institute for Manufacturing Technology, Technische Universität Dresden, George-Bähr-Straße 3c, 01069 Dresden, Germany

² Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik (IWS), Winterbergstraße 28, 01277 Dresden, Germany

Fabricating two- and/or three-dimensional structures with features in the nanometer or micrometer ranges, it is possible to design material surface properties and thus obtain superior product functionalities. Laser-based technologies can provide the required technological and economical aspects to reproduce such textures using a top-down approach. One of these methods is Direct Laser Interference Patterning, which have shown in the last years not only to be able to produce high-quality surface patterns but also to obtain advanced surface properties at high throughputs. This study describes the different capabilities of DLIP for producing functional surfaces. The selected examples, are not only limited to patterns presenting isotropic characteristics or constant spatial periods but also with inclined geometries or gradient structures, as well as the combination of different methods for obtaining multifunctional surfaces. In particular, for high-throughput applications, two different concepts are described, including a recently new developed optical configuration as well as the possibility of treating metallic sleeves for their use in roll-to-roll hot embossing.

1. Introduction

Surfaces with controlled topographic characteristics can provide enhanced properties in comparison to surfaces with a random roughness [1]. This kind of topographies can be found in natural examples, which are associated with remarkable functionalities such as super hydrophilic or hydrophobic properties, low or high friction/wear, as well as optical and anti-bacterial functions [2].

Among the techniques able to create microstructures, different technologies can be utilized such as two-photon polymerization and micro stereo-lithography (for photoresist materials) [3, 4]. Among the mask-free fabrication methods, laser micromachining has achieved a dominant position in several industry-oriented fields [5]. The conventional laser fabrication technique, known as Direct Laser Writing (DLW), is frequently used in the production of functional surfaces both on metals and polymers employing ultra-short laser pulses. If coupled with scanning devices, DLW can achieve high performances in terms of scanning speed, in particular, when polygon scanners are used (e.g. up to 2 km/s scanning speeds) [6].

An innovative technique that allows the fabrication of periodic microstructures on different materials is Direct Laser Interference Patterning (DLIP) [2]. In this case, interference patterns produced by overlapping two or more coherent laser beams on the sample, permit to create a periodic structure in a one-step process, if sufficient laser energy density is applied. Furthermore, numerical simulations have permitted to determine the most relevant variables that can be used to control the shape and size of the patterns, including laser light polarization, number of beams, relative intensity and incidence angle [7]. For example, using a two-beam setup, line-like geometries can be produced with a spatial period (Λ) defined by Eq. 1:

$$\Lambda = \lambda / 2 \sin(\theta) \quad (1)$$

where λ is the laser wavelength and θ is the half-angle between the two incident beams. As it can be observed from Eq. 1, the minimum achievable spatial period is half of the used laser wavelength.

The most important requirement to produce a periodic structure using DLIP is that the material to be processed must absorb the energy of the laser at the selected wavelength. The laser must provide also sufficient pulse energy (from tens of μJ to some J) to be capable of ablating or modifying the material directly [2].

In this article, the capabilities of the DLIP method for producing functional surfaces are presented. Different possibilities for obtaining periodic structures with complex morphologies on several materials are described. The examples are not only limited to patterns presenting isotropic characteristics or constant spatial periods but also with inclined geometries or gradient structures, as well as the combination of different methods for obtaining multifunctional surfaces. In particular, for high-throughput applications, two different concepts are introduced, including a recently new developed optical configuration as well as the possibility of treating metallic sleeves for their use in roll-to-roll hot embossing is introduced.

2. Results and discussion

2.1. Diffraction based color effects using periodic patterns with constant and variable spatial periods

Using DLIP, the fabrication of periodic patterns for obtaining structural colors for instance in metals and polymers has been demonstrated. The concept consists of producing spots ("pixels" ~ 25 to $80 \mu\text{m}$ in diameter) containing the interference patterns, which are used to produce the periodic gratings. Using special DLIP optical modules, which permit a fully automatized variation of the spatial period and geometry, it is possible to control the pitch of the gratings within the holo-

graphic pixels, and thus different colors can be obtained at different positions. However, due to the nature of the diffraction phenomena and especially for large areas, periodic patterns under real illumination conditions exhibit rainbow colors making it difficult to produce decorative elements with a homogenous structural color [8]. An example of a treated stainless steel sample, using a four-beam interference setup is shown in Fig. 1a. In this case, the spatial period was 1.8 μm . The number of laser pulses applied per spot was varied between 1 and 5 pulses. In Fig. 1b it can be seen that the material was selectively ablated at the interference maxima positions obtaining a characteristic hole-like geometry.

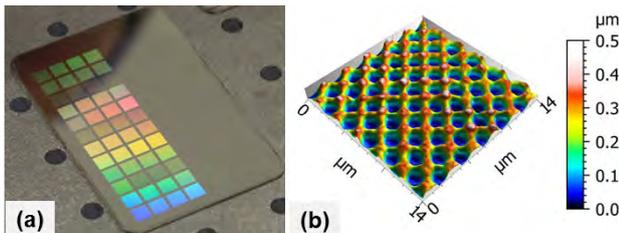


Figure 1: (a) Photograph of a stainless steel surface treated with a four beam setup, showing the rainbow color effect. (b) Hole-like pattern with a spatial period of 1.8 μm and a structure depth of 0.3 μm [8]

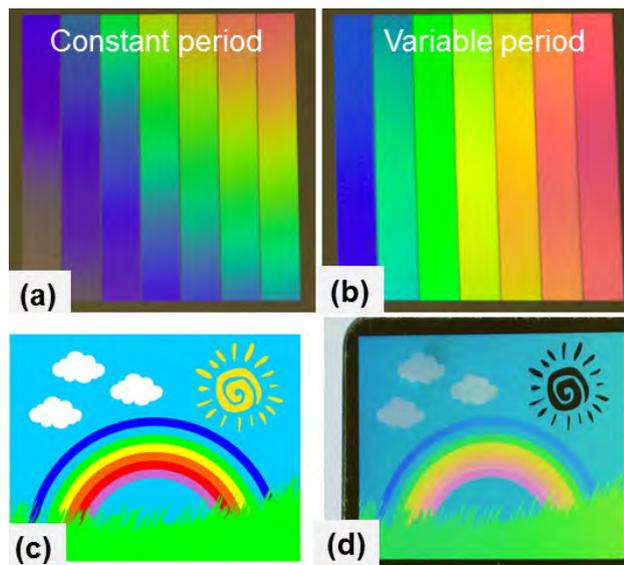


Figure 2: (a) Stainless steel samples treated with (a) constant and (b) variable spatial periods. (c) Target picture and (d) observed structural colours in stainless steel with out typical rainbow effect [8].

To determine the relation between the structural color intensity and the fabricated periodic structure depth, quantitative measurements of the diffraction efficiency for the first diffraction orders can be performed [8]. In this way, it is possible to determine the adequate structure heights for enhancing the intensity of the colors. Using the strategy described recently in [8], it is possible to determine the spatial period needed for observing a specific color under certain illumination conditions. However, as it can be observed in Fig. 2a, although it is possible to match the target color (from left to right: blue, light blue, green,

yellow, orange-yellow, orange red) at the upper position of the sample (stainless steel), if the spatial period is kept constant, the colors vary as function of the vertical position.

On the other hand, if the spatial period is varied along the structured area (for example from 1.7 to 2.1 μm for the blue color), the obtained colors are homogeneous and almost do not differ as a function of the observation distance, as shown in Fig. 2b. Finally, a decorative image on stainless steel (rainbow) has been produced using variable spatial periods (see target image in Fig. 2c). Seven different colors could be reproduced. The size of the produced image was 40 mm by 30 mm. As it can be seen in Fig. 2d, the obtained image is very similar to the target image. Furthermore, the gradual variation of the colors could be satisfactory eliminated for the target viewing angle.

2.2. Fabrication of inclined non-symmetrical periodic microstructures

The direct fabrication of microstructures, having a non-symmetrical morphology with controllable inclination, presents nowadays a challenging task. In particular, surfaces having a non-symmetrical topography, e.g. with a determined inclination angle can be used for instance to produce gecko-like synthetic adhesives, as recently demonstrated in [9].

These geometries can be also produced by DLIP, using the procedure showed in [5]. In this case, a conventional two-beam DLIP setup was used for structuring Polyimide (PI) foils with a laser wavelength of 266 nm (see Fig. 3a). However in this case, the sample is inclined at a certain angle ϕ before irradiation. For example, using a laser fluence of 1.32 J/cm² and 20 pulses, the inclined pattern shown in Fig. 3b and c was obtained, corresponding to an inclination angle of 75°.

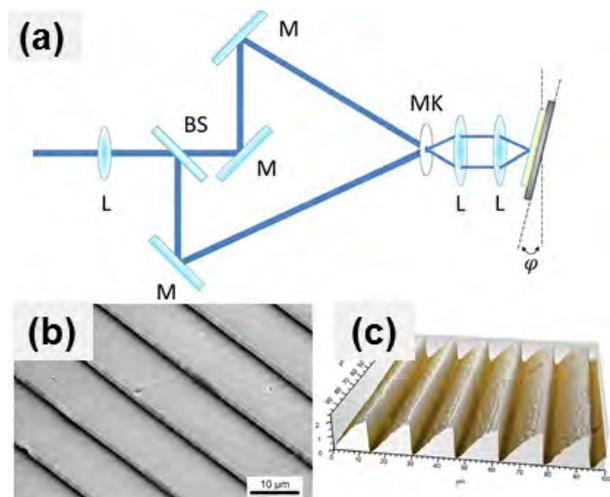


Figure 3: (a) Experimental setup used to irradiate the polymer samples with a two-beam interference pattern under an inclination angle ϕ . (b) SEM and (c) confocal microscope images of a PI sample irradiated at 75° [5].

As it can be easily recognized, the tilt in the shape of the line-like structures is significantly visible. The SEM image also shows the presence of an undercut

of the inclined walls, which cannot be evaluated by confocal microscopy because of the top-view approach of the optical measurement itself [5].

The evaluation of the optical properties of the structured samples showed that it was possible to obtain diffraction gratings with asymmetrical diffraction orders efficiencies. For instance, inclined structures showing more than 70% of efficiency for the diffracted light in the negative orders was observed. [5].

2.3. Multifunctional Ti-surfaces produced using DLW and DLIP

Titanium and its alloys are one of the most used materials in dental implant industry [10]. This is due to their good tolerance by living tissues as well as their capability of promoting osseointegration. However, the successful integration of the implant with the surrounding bone tissue is determined also by physical and chemical properties of its surface [11].

Although it has been shown that surface topographies can be used for reducing the adherence of bacteria, which is fundamental on implants, there is still a necessity to produce multifunctional surface patterns capable to provide both, bacteria repellence as well as mechanical stability to mechanical damaging. In this frame, hierarchical patterns have been recently produced on Ti substrates, by combining DLW and four-beam DLIP. The main idea, was to protect the small features (produced by DLIP and providing the antibacterial function) from wear with larger features, produced by DLW and providing an enhanced mechanical stability.

Hierarchical surface patterns, obtained by combining DLW and DLIP are shown in Fig. 4. The DLW crater-like structures were fabricated using a fluence of 5.9 J/cm^2 and a single laser pulse per crater. After that, the DLIP structures were produced, using a fluence 0.93 J/cm^2 and 5 pulses per spot. The resulting hole-like DLIP pattern had a spatial period of $5 \mu\text{m}$ and a structure height of $0.9 \pm 0.1 \mu\text{m}$, measured in the DLW craters. The topography of the Ti samples shows also that the DLIP pattern is visible inside the craters as well as on their corona and between them. It can be also seen that the DLW pattern was neither destroyed nor damaged by the DLIP treatment [11].

Fig. 4b shows the measurement of the normalized bacterial surface. In the box-whisker plots it is shown that the average bacterial adhesion (*E. coli*) on the DLW-DLIP combined pattern was reduced by about 30%.

Moreover, the capability of the DLW pattern to protect the smaller features fabricated by four-beam DLIP was evaluated. As it can be seen in Fig. 4c and d, the DLIP structures produced into the DLW craters were not affected by the wear test. In this case, the ball only affected the coronas of the craters produced by DLW, which denotes the absence of mechanical contact between the ball and the DLIP pattern. The average structure height of the crater coronas was reduced from $6.4 \pm 0.6 \mu\text{m}$ to $5.1 \pm 0.9 \mu\text{m}$ due to the abrasive wear [11].

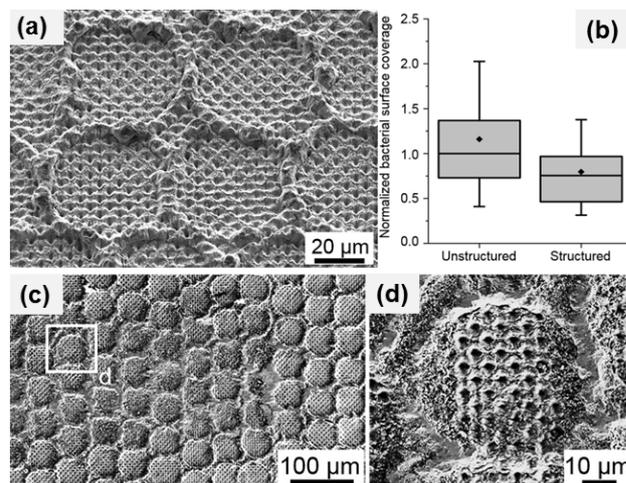


Figure 4: (a) SEM image of a hierarchical surface structure of a DLW-DLIP treated Ti-surface. The DLW craters were produced using a pulse duration of 200 ns and a fluence of 5.9 J/cm^2 . For the DLIP features a pulse duration of 70 ps and a cumulated fluence was 4.7 J/cm^2 were used. (b) Normalized bacterial surface coverage for *E. coli* cells after 24 h. (c, d) SEM images of hierarchical patterns after tribological tests [11].

2.4. High-throughput DLIP processing

A relevant parameter for the industrialization of laser texturing methods is the processing speed (or throughput). Recently, several concepts of optics for DLIP have been developed. For high speed processing, optical modules have been developed, which consist in a combination of prisms to split the main laser beam followed by cylindrical lenses that permit to reshape the area where the individual sub-beams overlap to a very stretched region (e.g. $\sim 15 \text{ mm}$ long and $50 \mu\text{m}$ wide). This optical module has already achieved impressive fabrication speeds of $0.36 \text{ m}^2/\text{min}$ on steel and $0.90 \text{ m}^2/\text{min}$ on polycarbonate (PC) substrates [12].

Very recently, extruded aluminum substrates (EN AW-5754 AlMg3) have been processed also using these DLIP optical modules, producing patterns with spatial periods of 8.0 and $19.0 \mu\text{m}$ [13]. In general, it was found that samples treated with high pulse to pulse overlaps presented relevant higher structures compared to those processed at low values. For example, Figure 5a shows a high aspect-ratio structure produced using an overlap of 99% (corresponding to 100 pulses) at a laser fluence of 3.2 J/cm^2 . The structure height in this case was approximately $30 \mu\text{m}$.

In addition, numerical calculations of the surface temperature as function of the repetition rate (from 0.1 to 5 KHz) permitted to calculate significant heat accumulation effects, even for repetition rates of only 1 KHz. The obtained high-aspect ratio surface patterns also have shown super hydrophobic behavior, with water contact angles up to 160° [13].

Another possibility for high throughput processing consist on the treatment of molds (such as sleeves for R2R processing) using DLIP optical modules. For instance, the 3D-DLIP system shown in Figure 6a, permits both the treatment of planar surfaces, up to $900 \text{ mm} \times 300 \text{ mm}$, as well as cylinders (or sleeves) up to

600 mm in length and 300 mm in diameter. The processed sleeves are later used in roll-to-roll embossing systems for high-speed treatment of polymer foils. Up to now, throughputs of 15 m²/min have been achieved (corresponding to web-speeds of 50 m/min) with resolutions down to the submicrometer level [14]. Also large area decorative elements have been produced in these sleeves, with a total of 553 million of individual pixels (spots) with 3 different spatial periods (image size: 117 mm × 68 mm, see Figure 6b).

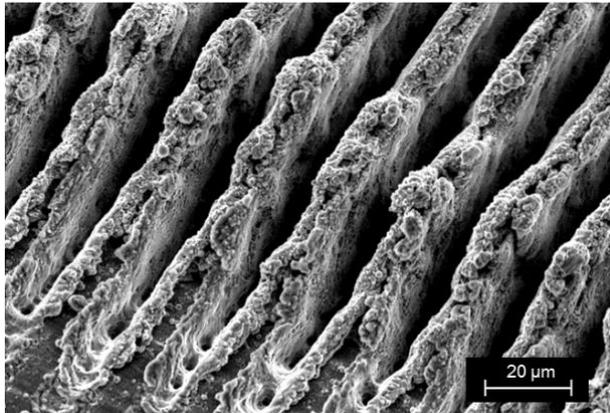


Figure 5: SEM images of DLIP structured aluminum surfaces with a interference period of 19 μm, produced with 99% of pulse overlap at 3.2 J/cm² [13].

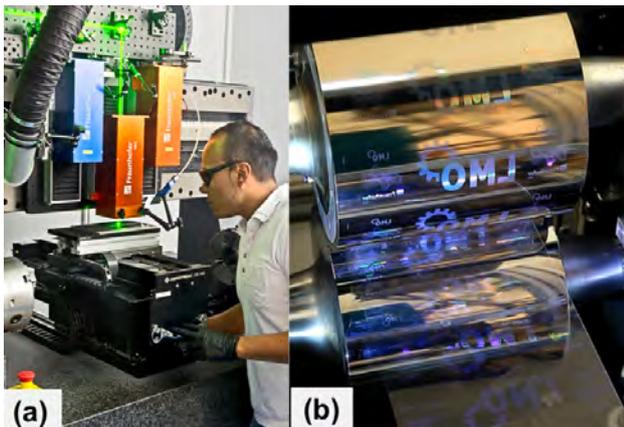


Figure 6: 3D-DLIP systems for the treatment of planar surfaces as well as cylinders for roll to roll UV and hot embossing (TU Dresden, Fraunhofer IWS). (b) Treated Ni sleeve using ps-DLIP mounted on R2R system for processing PET foils up to 50 m/min web speed.

3. Conclusions and outlook

It was shown that Direct Laser Interference Patterning is a very promising technology for fabricating defect-free periodic surface patterns with micrometer and submicrometer resolution on a large variety of materials. Also, different processing systems and configurations using the interference principle have been described, demonstrating the possibility for a fast and precise tailoring of surface microstructures and topographies on industrial relevant scales. In the future, the DLIP method will be combined with polygon scanner optics to combine the advantages of both technologies, which offer high resolution and complexity of surface structures (DLIP) with impressive scanning

speeds, allowing, in combination with high power ultra-short pulse laser sources, to increase the throughput of the DLIP technology at least in one order of magnitude.

Acknowledgements

This work was partially carried out in the framework of a Reinhart-Koselleck project (LA2513 7-1), which has received funding from the German Research Foundation. It was also partially funded by the European Regional Development Fund (ERDF) and co-financed under taxation on the basis of the budget adopted by the members of the Saxon State Parliament. This project has received funding also from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under Grant Agreement No. 825132. It is an initiative of the Photonics Public Private Partnership (www.photonics21.org). The document reflects only the author's view and the Commission is not responsible for any use that may be made of the information it contains.

References

- [1] E. Favret, N. Fuentes, in *Functional Properties of Bio-Inspired Surfaces*, World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., Singapore, 2009).
- [2] A.F. Lasagni, *Adv. Opt. Technol.* 6 (2017), 265–275.
- [3] S. Wu, J. Serbin, M. Gu, *J. Photochem. Photobiol. A Chem.* 181 (2006), 1–11.
- [4] K. Ikuta, S. Maruo, S. Kojima, *Proceedings MEMS 98. IEEE. Eleventh Annual International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems, MEMSY (1998)*, 659770.
- [5] S. Alamri, M. El-Khoury, A.I. Aguilar-Morales, S. Storm, T. Kunze, A.F. Lasagni, *Scientific Reports*, 9 (2019), 5455.
- [6] U. Loeschner, J. Schille, A. Streek, T. Knebel, L. Hartwig, R. Hillmann, C. Endisch, *J. of Laser Applications*, 27 (2015), S29303.
- [7] B. Voisiat, M. Gedvilas, S. Indrišiūnas, G. Račiukaitis, *Phys. Procedia* 12 (2011), 116–124.
- [8] B. Voisiat, W. Wang, M. Holzhey, A.F. Lasagni, *Scientific Reports*, 9 (2019), 7801.
- [9] A. Parness, D. Soto, N. Esparza, N. Gravish, M. Wilkinson, K. Autumn, M. Cutkosky, *J. R. Soc. Interface* 6, 1223–1232 (2009).
- [10] *Global Titanium Dental Implants Market Report 2018* (2018).
- [11] C. Zwahr, R. Helbig, C. Werner, A.F. Lasagni, *Scientific Reports*, 9 (2019), 6721.
- [12] V. Lang, T. Roch, A. F. Lasagni, *Adv. Eng. Mater.* 18 (2016), 1342–1348.
- [13] V. Lang, B. Voisiat, A.F. Lasagni, *Materials*, 12 (2019), 1484.
- [14] A. Rank, V. Lang, A.F. Lasagni, *Advanced Eng. Mater.*, 19 (2017), 1700201.

LASERGESCHWEIßTE ELEKTRODEN FÜR KRISTALLINE SILIZIUMSOLARZELLEN

Jan Nekarda, Oliver John, Jan Paschen, Andreas Brand

Fraunhofer Institut für Solare Energie Systems ISE, Heidenhofstrasse 2, D-79110 Freiburg

In diesem Beitrag wird eine neuartige Rückseitenmetallisierungstechnologie FoilMet[®]-Connect für kristalline Silizium-solarzellen auf Basis von Aluminiumfolie vorgestellt. Diese Technologie kombiniert die optischen Vorteile der bekannten FoilMet[®]-Classic Technologie mit den qualitativ hochwertigen, lokalen Kontaktstrukturen der klassischen Zellherstellung mittels gedruckter und gefeuerter Siebdruckpaste. Das in der FoilMet[®]-Connect-Technologie eingesetzte Pastenvolumen wird dabei reduziert, was sich nachweislich positiv auf die Kontaktbildung auswirkt. Die Technologie führt bei der bekannten „PERC“-Zelle (Passivated Emitter and Rear Cell) zu einer Verbesserung des Wirkungsgrads von $\Delta\eta=(0.25\pm 0.15)\%_{\text{abs}}$ gegenüber einer monofazialen siebgedruckten Referenz und stellt eine substantielle Verbesserungsmöglichkeit für unterschiedliche Zellkonzepte dar.

In this contribution the novel aluminum foil based rear metallization technology FoilMet[®]-Connect is introduced. With this technology we combine the optical advantages of a foil metallized rear known from FoilMet[®]-Classic and the high open circuit voltages of screen printed and furnace fired contacts usually applied in industrial PERC (passivated emitter and rear cell). The in the FoilMet[®]-Connect technology applied paste volume is reduced. The paper shows that this comes with benefits in contacts formation during the furnace firing process. With this technology an improvement in cell efficiency by $\Delta\eta=(0.25\pm 0.15)\%_{\text{abs}}$ over a mono facial screen printed PERC is reported. Therefore it is a potentially high efficiency upgrade for all monofacial cell concepts based on screen printed metallization.

1. Einleitung

Im Jahr 2005 wurde erstmals versucht handelsübliche Aluminiumfolie für die Herstellung von Elektroden für kristalline Silizium-solarzellen zu verwenden.

Dabei wurde mittels einem angepassten Laser Fired Contact (LFC) Prozess erstmals eine substantielle Haftung der Folie auf dem Siliziumwafer erzielt [1]. Mehrere einzelne Laserpulse schmelzen lokal die Aluminiumfolie, welche daraufhin die rückseitige Passivierschicht aus Aluminiumoxid Al₂O₃ und Siliziumnitrid SiN_x durchdringt und das darunterliegende Silizium kontaktiert. (Abb. 1 (a)). Zwischen der Aluminiumfolie und dem Wafer bildet sich dabei ein nur wenige Mikrometer schmaler Luftspalt aus. Das Verfahren bietet ein sehr hohes Kosteneinsparpotential von bis zu 50% für die Passivierung und Metallisierung der Zell-Rückseite und ermöglicht gleichzeitig höhere Zellwirkungsgrade [3-5]. Die Technologie wurde erstmals 2007 vorgestellt, 2008 zum Patent angemeldet und seit dem kontinuierlich weiterentwickelt [6-11].

Während des Folienschweißprozesses werden im Kontaktbereich Defekte im Siliziumkristall generiert, welche den Wirkungsgrad der Zelle senken. Die in diesem Beitrag vorgestellte „FoilMet[®]-Connect“ Technologie soll die Vorteile von im Siebdruckverfahren (engl. Screen Printing „SP“) gefertigten Kontakten erhalten und mit den optischen Vorteilen der FoilMet[®]-Classic Technologie kombinieren.

2. Optische Vorteile einer Metall-Folie auf der Zell-Rückseite

Ein Teil der optischen Verluste einer Solarzelle resultiert aus der Reflektion an ihren Grenzflächen (Abb. 1 (a)). Da der Fokus hier auf der Rückseite der Solarzelle liegt, werden optische Verluste an der Vorderseite nicht berücksichtigt. Die optische Weglänge im Silizium ist abhängig von der Wellenlänge. Beim Durchqueren des Bulk wird ein großer Teil des sichtbaren Lichts umgewandelt. Licht im Infrarotbereich hat jedoch eine große optische Eindringtiefe und passiert größtenteils die Zelle, ohne absorbiert zu werden [12,13].

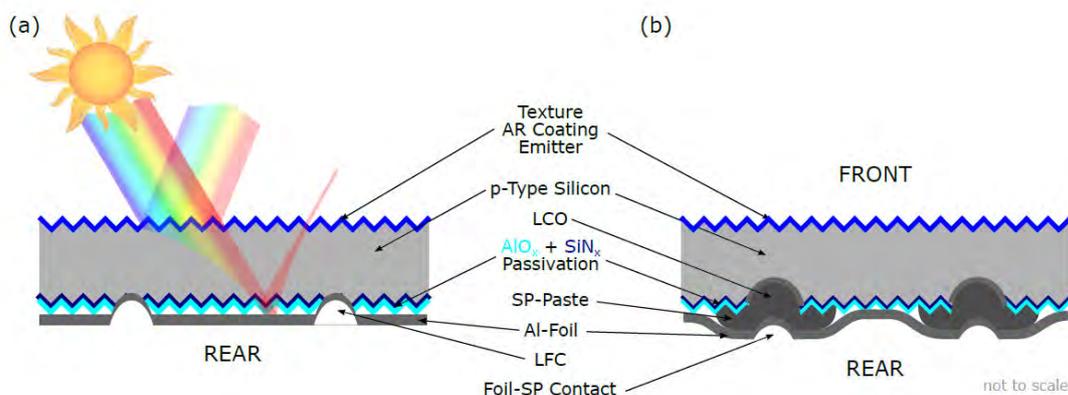


Abb. 1 (a): Querschnitt einer klassische FoilMet[®]-Zelle mit Laser gefeuerten Kontakten auf der Rückseite.

b) FoilMet[®]-Connect Zelle mit siebgedruckten und gefeuerten Kontakten und mittels Laser angeschweißte Folie.

PERC (passivated Emitter and Rear cell) Solarzellen haben daher eine SiN_x -Schicht an der Rückseite, um die interne Reflexion zu verbessern und das Licht zurück in die Solarzelle zu reflektieren. Im Gegensatz zu einer industriellen Siebgeruckten PERC Rückseite, bei der sich die SiN_x Schicht zwischen Silizium und gedrucktem Aluminium befindet, befindet sich hinter der SiN_x -Schicht der FoilMet® Solarzelle ein Luftspalt und eine hochreflektierende Aluminiumfolie.

Um den optischen Vorteil der Folienmetallisierung zu demonstrieren, wurden Wafer mit rückseitigen Teststrukturen hergestellt. Auf der Rückseite dieser Wafer wurde Aluminiumpaste in Form von kleinen Scheiben, die homogene Muster bilden, im Siebdruckverfahren bedruckt. Der Radius der Scheiben wurde verändert und somit eine Variation des Bedeckungsgrades der Aluminiumpaste von 0% bis 100% erreicht. Eine Aluminiumfolie, die mittels Laser auf den SP-Scheiben befestigt wurde, vervollständigte die Rückseite. Eine Messung der internen Reflexion R dieser Wafer zeigt einen Rückgang mit zunehmendem Bedeckungsgrad von SP-Aluminium (Abb. 2 (a)) und belegt die besseren optischen Eigenschaften der FoilMet®-Rückseite von fast 20% bei einer Wellenlänge von $\lambda=1200\text{nm}$.

Simulationen zeigen, dass ein Luftspalt größer als 100nm stark zur Reflexion auf Zellenebene beiträgt [14]. Dies wurde in einem Experiment bestätigt, bei dem die Reflexion von Zellen mit Luftspalt (Luftspalt) und ohne Luftspalt (kein Luftspalt) für verschiedene SiN_x -Dicken verglichen wurde (Abb. 2 (b)) [5]. Um eine folienartige Rückseite ohne Luftspalt zu erzeugen, wurde eine aufgedampfte Aluminiumschicht verwendet. Wie bisher ist die interne Reflexion der Foliengruppe (Luftspalt) im langwelligen Bereich höher. Darüber hinaus gibt es, wie in der Simulation vorhergesagt, in der Foliengruppe fast keine Veränderung der internen Reflexion in Abhängigkeit der SiN_x -Dicke und somit kann die SiN_x -Schichtdicke substantiell reduziert werden.

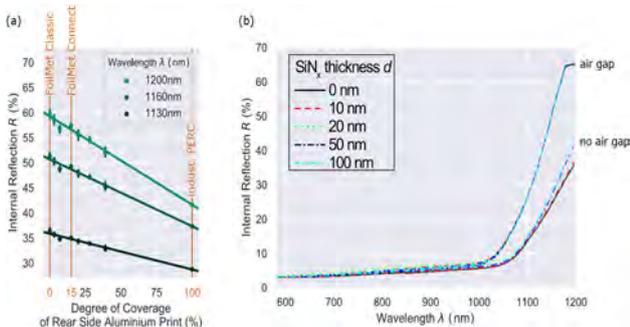


Abb. 2: (a) Interne Reflexion in Abhängigkeit des Bedeckungsgrades siebgedruckter Scheibchen für verschiedene relevante Wellenlängen.

(b) Interne Reflexion im Bereich von 600nm-1200nm in Abhängigkeit von der SiN_x -Schichtdicke für den Fall mit/ohne Luftspalt [4].

3. Ergebnisse:

a) FoilMet®-Connect-Ansatz

In den letzten Jahren hat sich PERC als Industriestandard etabliert [15, 16], nicht zuletzt aufgrund der enormen Fortschritte bei der Kontaktqualität durch die Verbesserung von SP-Pasten und Bandofenfeuerprozessen. Während des Feuerprozesses bei Temperaturen über 660°C löst Aluminium Silizium an der Aluminium-Silizium-Grenzfläche in den zuvor mittels Laser geöffneten Bereichen der Passivierungsschicht (Laser Contact Opening LCO) auf und es entsteht ein mit Aluminium-Silizium-Schmelze gefüllter Hohlraum [17]. Gleichzeitig findet eine Diffusion von Silizium in die Aluminiumschmelze der Paste statt. Beim Abkühlen rekristallisiert Silizium an der festen Siliziumoberfläche und bildet ein lokal sehr hoch mit Aluminium dotierten Siliziumbereich aus.

Bei der Herstellung Laser legierter lokaler Kontaktstrukturen, wie sie auch bei der klassischen FoilMet® Technologie eingesetzt werden, werden Laserpulse mit mehreren zehn bis mehreren 100 Nanosekunden Pulsdauer verwendet, so dass die Kontaktbildung in einem Bruchteil der Zeit eines Ofenfeuerprozesses stattfindet. Die Zeitspanne ist zu kurz, als dass sich hochdotierte Aluminiumbereiche mit hervorragender Kristallqualität ausbilden können. Die dabei entstehenden Defekte reduzieren die Offenklemmspannung der Solarzelle und senken den Wirkungsgrad.

Die FoilMet®-Connect Technologie soll die Vorteile von ofengefeuerten SP-Kontakten mit denen der FoilMet®-Classic Technologie verbinden. Ähnlich wie bei der FoilMet®-Classic Zelle befindet sich auf der Rückseite der FoilMet®-Connect Zelle eine Aluminiumfolie. Darunter befindet sich jedoch eine Schicht mit SP-Scheiben, mit der die Aluminiumfolie mittels Laser verschweißt und damit ein mechanischer und elektrischer Kontakt hergestellt wird (Abb. 1 (b)). Wie bei herkömmlichen LCOs bilden diese SP-Scheiben einen hochwertigen und gut abgeschirmten Kontakt mit dem Silizium während des Ofenfeuerprozesses. Darüber hinaus bringt FoilMet®-Connect Kostenvorteile in der Fertigung mit sich: i) der Wegfall der Silberpads durch den Einsatz einer lötbaren Aluminiumfolie, ii) die Reduzierung der SP-Aluminiummenge, die auch für den Feuerprozess Vorteile mit sich bringt und darüber hinaus iii) das Scheibenmuster mit einer Schablone anstelle eines Siebes bedruckt werden kann und iv) die Reduzierung des SiN_x für die Rückseitenpassivierung.

b) Kontaktausbildung während des Ofenfeuerprozesses

Ausgehend von industriell im Siebdruckverfahren hergestellten PERC-Zellen wurde beobachtet, dass sich auf der Rückseite an den Laser geöffneten Stellen Hohlräume unter den eigentlichen Kontakten ausbilden können [18, 19, 20]. Eine gängige Praxis zur Reduzierung der Hohlräumbildung ist es, Silizium vorher der Paste beizumischen [18], was jedoch die Leitfähigkeit verringert. Ein weiterer Ansatz ist

die Reduzierung des Volumens des Pastenkörpers, der über die Scheibengröße des FoilMet®-Connect hinten einfach verändert werden kann [21].

Ein Experiment, bei dem der Radius der SP-Scheiben auf dem LCO für drei Pasten mit niedrigem (Low Si Paste) und einer Paste mit hohem Siliziumanteil (High Si Paste) variiert wurde, veranschaulicht den Vorteil kleiner Pastenvolumina. Zu diesem Zweck wurde ein spezielles Bild erstellt, das Testfelder mit unterschiedlichen Scheibenradien und zugehörigen leeren Referenzfeldern enthält. Für jede Probe wurde die Dunkelsättigungsstromdichte j_0 als Maß der Kontaktqualität gemessen. Werden die Prüffelder mit ihren Referenzfeldern verglichen, kann die Differenz der Dunkelsättigungsstromdichte Δj_0 berechnet werden. Die Verringerung der Scheibengröße auf einen Radius von $70\mu\text{m}$ führt zu einer Reduzierung von Δj_0 für niedrige Si-Pasten A, B und C (Abb. 3). Die hohe Si-Paste D zeigt jedoch kleinere Δj_0 -Werte, und wird folglich von der Variation des Scheibendurchmessers weniger stark beeinflusst. Da SP-Pasten mit niedrigem und hohem Siliziumanteil bei kleinen Scheibengrößen die gleichen Δj_0 -Werte aufweisen, ist es nicht notwendig, Silizium in die Aluminiumpaste einzumischen.

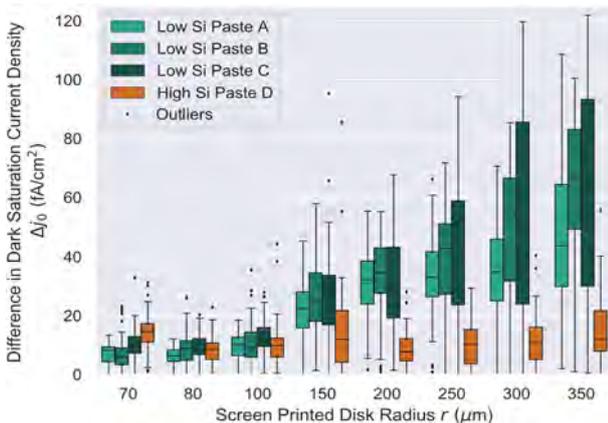


Abb. 3: Unterschiede im Dunkelsättigungsstrom Δj_0 in Abhängigkeit des Scheibenradius für drei Pasten mit niedrigem Siliziumgehalt (Si) (grün) und eine mit hohem Si-Gehalt (orange) aufgetragen.

c) Solarzellenwirkungsgrade mit FoilMet®-Connect und Siebdruck PERC

Als Proof of Concept werden aus zwei unterschiedlichen Wafertypen Monofaciale Solarzellen mit $156,75\text{ mm}$ Kantenlänge hergestellt, um die FoilMet®-Connect Zelle mit dem bekannten Standard zu vergleichen. Der erste Wafertyp wurde von Solar World Innovations hergestellt und zeichnet sich durch eine SiO_xN_y -Rückseitenpassivierung aus [23]. Der zweite Wafertyp verfügt auf der Rückseite über einen Standard- $\text{AlO}_x/\text{SiN}_x$ Passivierung.

Das Experiment wurde in zwei Gruppen durchgeführt, mit identischer Vorderseitenmetallisierung und den gleichen LCO-Parametern und Layout.

Eine Gruppe wurde mit dem FoilMet®-Connect Ansatz mit einem Scheibenradius von $100\mu\text{m}$ und einem Bedeckungsgrad von 15% (Abb. 2 (a)) und

einer Aluminiumpaste mit geringem Si-Anteil gefertigt. Die zweite Gruppe wurde mit dem bekannten Industriestandard unter Verwendung einer Paste mit hoher Si-Konzentration und ohne die obligatorischen Lötverbindungsstellen hergestellt.

Die folienmetallisierte Gruppe übertrifft ihren SP-Konkurrenten für beide Wafertypen in Bezug auf den Wirkungsgrad um durchschnittlich $\Delta\eta = (0,25 \pm 0,15)\%_{\text{abs}}$ (Abb. 4 (a)). Der bemerkenswerte Gewinn in Kurzschlussstromdichte J_{sc} von $(0,27 \pm 0,13)\text{ mA/cm}^2$ wurde aufgrund der bekannten überlegenen optischen Eigenschaften der folienbeschichteten Rückseite erzielt (Abb. 4 (b)). Aufgrund der hervorragenden Leitfähigkeit der Al-Folie im Vergleich zu SP-Aluminium reduzieren sich die Serienwiderstände um $\Delta\text{RS} = (0,05 \pm 0,02)\Omega\text{cm}^2$, während der FF unbeeinflusst ist (Abb. 4 (c)). Im Gegensatz zur FoilMet®-Classic Technologie profitieren die Kontakte der hier vorgestellten Technologie vom SP- und Feuerprozess - auch bei siliziumarmer Paste - und erreichen gleich hohe Offenklemmspannungen V_{oc} -Wert wie der LCO-Konkurrent bei siliziumreicher Paste (Abb. 4 (d)).

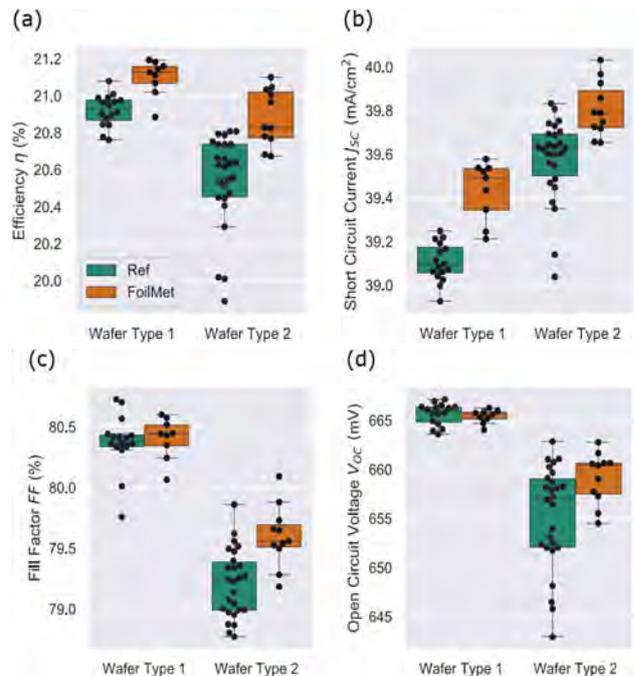


Abb. 4: I-V-Messergebnisse von $156,75 \times 156,75\text{ mm}^2$ großen Cz PERC-Zellen mit identisch verarbeiteter Vorderseite mit FoilMet®-Connect Rückseitenmetallisierung und einer LCO-Referenz.

Schlussfolgerung

Dieser Beitrag stellt mit der FoilMet®-Connect Technologie einen innovativen Ansatz zur Herstellung von Rückseitenelektroden moderner Solarzellen dar. Die Technologie verbindet die optischen Vorteile einer folienmetallisierten Rückseite mit der hohen Kontaktqualität klassisch gedruckter und gefeuerter Zellen.

Durch die Herstellung von Solarzellen mit verbessertem Wirkungsgrad konnte nachgewiesen werden, dass der FoilMet®-Connect Ansatz ein vielversprechendes

Upgrade speziell für den PERC Solarzellen darstellt und möglicherweise auch für weitere hocheffiziente, monofaziale Zell-Konzepte ist.

Danksagung

Das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie wird für die finanzielle Unterstützung dieser Arbeit im Rahmen des Projekts FolMet-Modul (Vertragsnummer 0325574) dankbar gewürdigt. Die Autoren danken auch allen Kollegen am Fraunhofer ISE, die zu diesen Ergebnissen beigetragen haben.

Literaturverweis

- [1] E. Schneiderlochner, R. Preu, R. Lüdemann, S. Glunz und G. Willeke, "Laser fired contacts (lfc)", in: Proceedings of the 17th European Photovoltaic Solar Energy Conference (2001), S. 1303-1306.
- [2] A. W. Blakers, A. Wang, A. M. Milne, J. Zhao und M. A. Green, Applied Physics Letters 55, 1363-1365 (1989).
- [3] J. Nekarda, "Laser fired contacts", PhD Thesis, Universität Konstanz 2012.
- [4] M. Graf, J. Nekarda, D. Eberlein, N. Wohrle, R. Preu, R. Böhme und T. Grosse, "Progress in laser based foil metallization for industrial PERC solar cells", 29. European PV Solar Energy Conference and Exhibition (2014).
- [5] J. Nekarda, M. Graf, O. John, S. Nold, H. Nagel, D. Eberlein, A. Kraft, R. Boehme, A. Streek und R. Preu, Photovoltaics International 32, 57-66 (2016).
- [6] J. Nekarda, A. Grohe, O. Schultz und R. Preu, "Aluminium foil as rear side metallization of lfc-cells", in den Proceedings of the 22nd European Photovoltaic Solar Energy Conference (2007), S. 1499-501.
- [7] G. A., A process for the metallization of solar cells and the use thereof, 2007, dE102006044936B4.
- [8] J. Nekarda, M. Graf, A. Rodofili, R. Preu, R. Bohme und D. Sontag, "Laser based foil metallization for industrial PERC cells", 28. European Photovoltaic Solar Energy Conference and Exhibition; Paris (2013).
- [9] M. Graf, J. Nekarda, F. L. Tognny, A. Streek, R. Bohme und R. Preu, Energie Procedia 77, 694-700 (2015).
- [10] A. De Rose, A. Kraft, S. Gledhill, M. T. Ali, T. Kroyer, C. Pscherer, M. Graf, J. Nekarda und U. Eitner, "Solder interconnection of aluminium foil rear side metallization for passivated emitter and rear cells", im 7. Workshop on metallization and interconnection of cryszalline silicon solar cells (2017).
- [11] A. De Rose, A. Kraft, U. Eitner und M. Nowotnick, "Solder joint analysis on coated aluminium for silicon solar cell interconnection", 2018 41. International spring Seminar on Electronic technology (ISSE) (IEEE, 2018), S. 1-6.
- [12] T. Tiedje, E. Yablonovitch, G. D. Cody und B. G. Brooks, IEEE-Transactions on electronic devices 31, 711- 716 (1984).
- [13] Material thickness, April 2019, pVEducation <https://www.pveducation.org/pvcdrom/design-of-siliconcells/material-thickness>.
- [14] J. Nekarda, M. Graf, A. Rodofili, A. Wolf und R. Preu, " Laser-based foil rear side metallization for crystalline silicon solar cells", in Laser Material Processing for Solar Energy, Vol. 8473 (International Society for Optics and Photonics, 2012) S. 847307.
- [15] A. Blakers, IEEE Journal of Photovoltaics PP, 1-702 (2019).
- [16] Internationale Technology-Roadmap for Photovoltaic (itrpv), 2018, <http://www.ITRPV.net>.
- [17] J. Murray und A. McAlister, Bulletin of alloy phase diagramms 5, S. 74 (1984).
- [18] E. Urrejola, K. Peter, H. Plagwitz und G. Schubert, Energy Procedia 8, 331-336 (2011).
- [19] K. Dressler, M. Kratt, P. A. Voss, S. Ebert, A. Herguth und G. Hahn, IEEE Journal of Photovoltaics 6, 68-73 (2015).
- [20] C. Kranz, U. Baumann, B. Wolpensinger, F. Lottspeich, M. Muller, P. Palinginis, R. Brendel und T. Dull- weber, Solar Energy Materials and Solar Cells 158, 11-18 (2016).
- [21] E. Urrejola, K. Peter, H. Plagwitz und G. Schubert, Journal of Applied Physics 107, S. 124516 (2010).

STRAHLFORMUNG UND ZEITLICHE PARAMETERANPASSUNG FÜR DIE ULTRAKURZPULSBEARBEITUNG TRANSPARENTER MATERIALIEN

Malte Kumkar¹, Michael Jenne^{1,2}, Daniel Grossmann¹, Daniel Flamm¹, Jonas Kleiner¹, Felix Zimmermann¹, Myriam Kaiser¹, Marcel Schäfer¹, Stefan Nolte²

¹TRUMPF Laser- und Systemtechnik GmbH, LAC, Johann -Maus-Str. 2, 71254 Ditzingen

²Institut für Angewandte Physik, Friedrich-Schiller-Universität Jena

Durch die hohe Spitzenleistung ultrakurzer Laser-Pulse ist es möglich sogar transparente Werkstoffe zu bearbeiten. Längst sind viele Anwendungen basierend auf induzierter Volumen- oder Oberflächenabsorption etabliert. Neue und verbesserte Bearbeitungsverfahren zielen auf eine breitere Umsetzung. Inzwischen verfügbare Industrielaser bieten gesteigerte Pulsenergie und/oder Repetitionsfrequenz und somit eine Skalierung sowohl über die Größe der Wechselwirkungszone als auch über deren pro Zeiteinheit eingebrachte Anzahl. Bei den typischerweise sprödharten Werkstoffen muss die Erwärmung kontrolliert werden, insbesondere wenn eine Steigerung des Durchsatzes angestrebt wird. Hier wird dargestellt, wie sich zeitliche Parameter wie Pulsdauer, Repetitionsfrequenz, Burst und räumliche Strahlformung sowie Strahlversatz nutzen lassen, um über die Ausbildung der räumlich-zeitlichen Gradienten verschiedene Bearbeitungsprozesse zu adressieren. Mit dem Trennen und dem Fügen von Glas wird exemplarisch auf Verfahren eingegangen, bei denen die Wärmeakkumulation vermieden oder gezielt eingesetzt wird.

1. Einleitung

Die Bearbeitung transparenter Materialien durch kontrollierte – insbesondere auch im Inneren des Werkstücks lokalisierte – Energieeinbringung mittels fokussierter ultrakurzer Laserpulse ermöglicht beispielsweise den Einsatz von Gläsern für neuartige Anwendungen als Werkstoff mit erweitertem Potenzial hinsichtlich Design, Funktion und Konstruktion [1,2]. Durch die kurzen Pulse und deren starke Fokussierung in Verbindung mit der nichtlinear induzierten Absorption resultieren bei Einzelpulsapplikationen Wechselwirkungen mit starken Gradienten, die außergewöhnliche Materialänderungen erlauben, welche aber auch zu Druckwellen und Rissbildung führen können [3,5]. Bei Multipulsanwendung beeinflussen die Vorgängerpulse typischerweise die Energieeinbringung der Folgepulse, die Wirkung wird sich daher von der von Einzelpulsen unterscheiden [4,5].

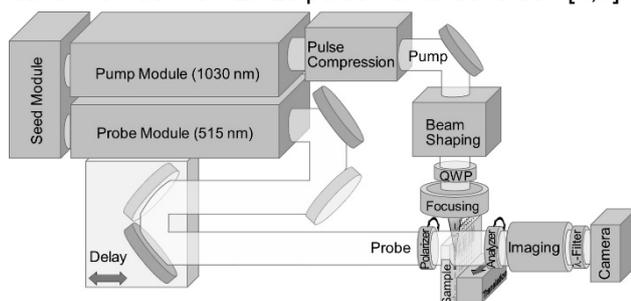


Bild 1: Experimenteller Aufbau zur transversalen Pump-Probe-Diagnostik. [6]

Die dabei auf unterschiedlichen räumlichen und zeitlichen Skalen wirksamen Effekte und deren komplexe Zusammenhänge erschweren eine Simulation des Bearbeitungsprozesses. Für die Entwicklung durchsatzgesteigerter, verbesserter und neuer Bearbeitungsverfahren ist deshalb ergänzend eine Prozessdiagnostik vorteilhaft, die das grundlegende Verständnis wesentlicher Auswirkungen unter Variation der Bearbeitungsparameter erlaubt. Dies fördert die breitere Umsetzung unter Verwendung der zwischenzeitlich verfügbaren leistungs- und energiegesteigerten

ten Laser in Verbindung mit räumlich und zeitlich angepassten Prozessparametern [3].

In diesem Beitrag werden beispielhafte Ergebnisse zur optischen In-Situ-Diagnostik mittels Pump-Probe-Technologie und Hochgeschwindigkeitskamera-Aufnahmen bei der Prozessierung transparenter Materialien vorgestellt. Daran werden Einflüsse von Strahlformung, Mehrfachpulsen, Puls- sowie weiteren Prozessparametern angesprochen. Darauf basierende Resultate zum Fügen und Trennen von Gläsern werden im Weiteren kurz vorgestellt.

2. Experimente mit In-Situ-Diagnostik

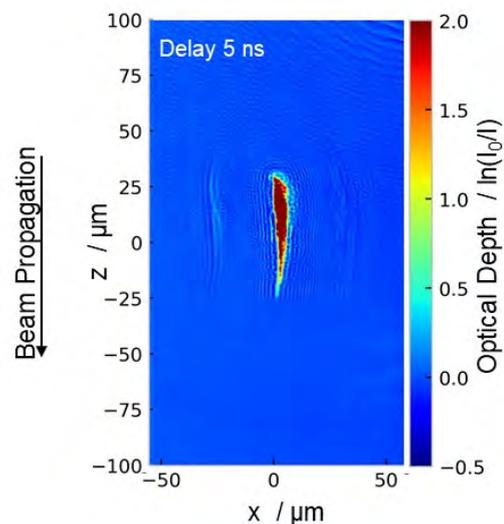


Bild 2: Optische Dichte resultierend aus Einzelpuls von 10 ps Dauer bei 13 µJ Energie 5 ns nach Bestrahlung. Fokussierung mit Brennweite 10 mm in ungehärtetes Corning Gorilla®. [3]

Die hier vorgestellten Ergebnisse wurden in einer Bearbeitungsstation mit einem integrierten Pump-Probe Lasersystem unter Verwendung von Modulen basierend auf den TruMicro Serien 2000 und 5000 erzielt. Der variable Kompressor des TruMicro 2030 erlaubt Laser-Pulsdauern von 300 fs bis 20 ps bei einer Wellenlänge von 1030 nm. Die dazu synchronisierten

Probe-Pulse bei 515 nm weisen eine Pulsdauer von ca. 200 fs auf. In der Aufbauskizze ist die optionale Erweiterung zur polarisationsmikroskopischen Analyse angedeutet [6].

Eine durch den in Glas fokussierten Pump-Puls induzierte Extinktion ist in dem in Bild 2 dargestellten Profil der Optischen Dichte erkennbar. Dieses wurde aus zwei Schattenbildern berechnet, aufgenommen mit einem Probe-Puls vor bzw. ca. 5 ns nach dem Pump-Puls [7]. Weiterhin sind lateral in einem Abstand von ca. 25 μm Strukturen erkennbar, die als Druckwellen ausgehend von der Absorptionszone zu deuten sind.

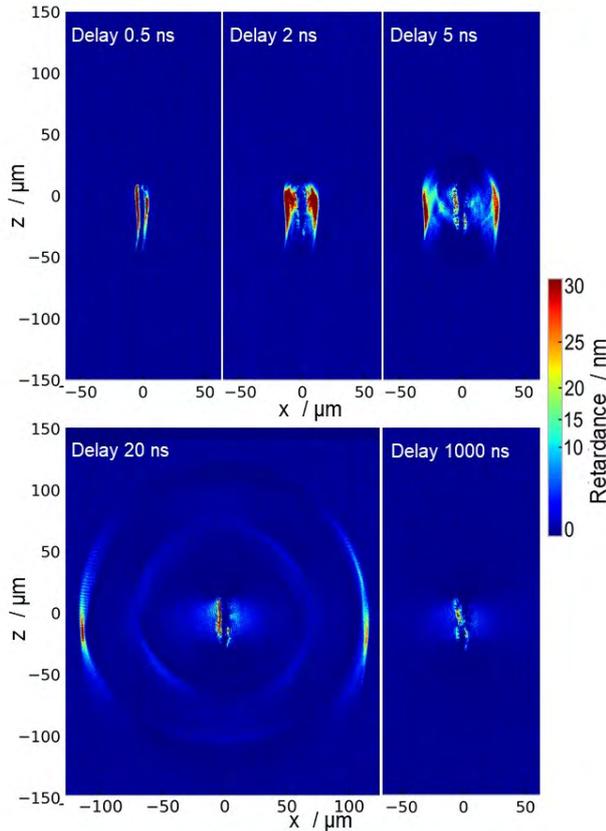


Bild 3: Polarisationmikroskopische Aufnahmen für die Fokussierung von Pulsen mit 13 μJ Energie und 10 ps Dauer in ungehärtetes Corning Gorilla[®]. Die Verzögerungszeit des Probe-Pulses ist in den jeweiligen Bildern angegeben. [3]

Derartige propagierende Druckwellen sind bei polarisationsmikroskopischer Pump-Probe-Analyse deutlich als optische Verzögerung erkennbar (Bild 3). Dieses weist auf mit den Druckwellen verbundene Spannungen hin. Bei der Aufnahme für einen ca. 20 ns verzögerten Probe-Puls ist neben der Kompressions- auch die für eine Rissbildung relevante Scherwelle [5] erkennbar. Beide Wellen befinden sich nach 1 μs nicht mehr im Bildfeld, die Signatur um den Fokus und im darüberliegenden Absorptionsbereich dominieren.

Wie in Bild 4 erkennbar, resultiert aus der Fokussierung einer Folge von 50 Pulsen bei einer Repetitionsfrequenz von 400 kHz eine deutlich stärkere optische Verzögerung. Dies ist ein Indiz für einen wesentlich durch Akkumulation bedingten Beitrag zu den überlagerten Spannungen. Für die gewählten Parameter ergeben sich geringere Spannungen für eine Pulsdauer

von 300 fs als für 1 ps. Bei 5 ps Pulsdauer treten im Prozessverlauf offensichtlich Bedingungen auf, die eine Bildung und Ausbreitung von Rissen fördern.

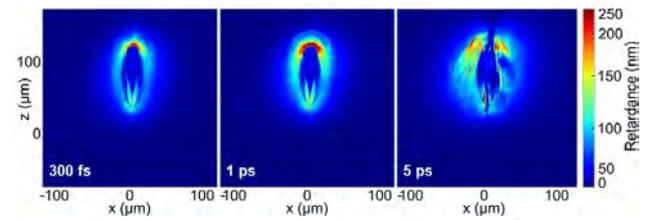


Bild 4: Polarisationmikroskopische Bilder, aufgenommen 2 ns nach dem letzten von 50 Pulsen bei 400 kHz. [3]

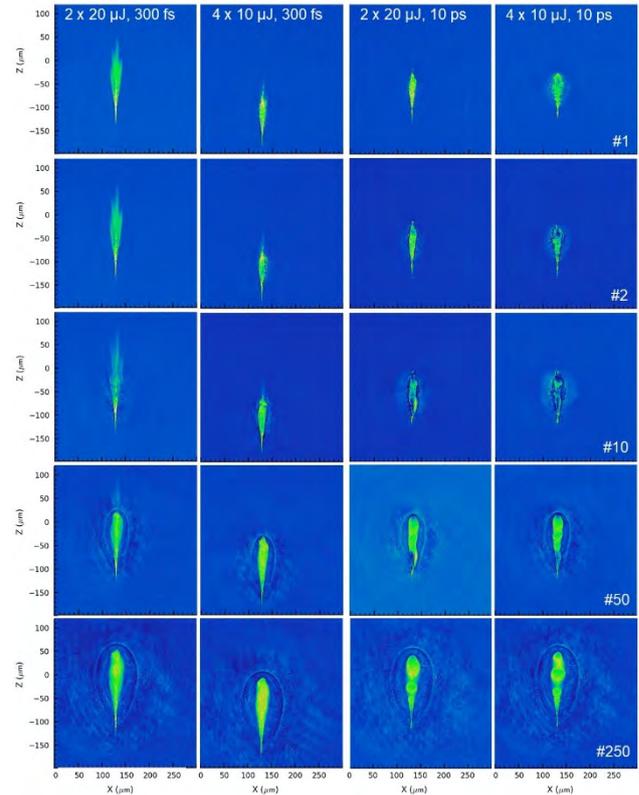


Bild 5: Entwicklung der optischen Dichte mit steigender Pulszahl bei einer Repetitionsfrequenz von 50 kHz im Burstmode. Burstzahl sowie Energie und Dauer der Einzelpulse sind in der ersten Zeile angegeben, in der rechten Spalte die Nummer des jeweiligen Pulszuges. [3]

Es zeigt sich, dass die Rissbildung nicht vollständig deterministisch erfolgt. Die Kombination von Pump-Probe-Diagnostik mit einer Hochgeschwindigkeitskamera zur Aufnahme für jeden einzelnen der aufeinanderfolgenden Pulse bietet Einblick in die Entwicklung der Effekte und Wirkung auch im Akkumulationsregime. Die in Bild 5 dargestellte Serie von Profilen der optischen Dichte zeigt den Einfluss unterschiedlicher Laserparameter. Die Repetitionsfrequenz von 50 kHz sowie die mittlere Leistung ist für alle Serien identisch. Für die höchste Spitzenleistung, erzielt bei 300 fs im Doppelpuls, weist das Profil die größte Länge auf. Bei Vierfachpulsen deuten die starke Strukturierung bereits im ersten Pulszug auf Mikroexplosionen hin. Für die Folgepulse werden bei 10 ps Pulsdauer verstärkte Signaturen außerhalb der Strahlkaustik sichtbar, hindeutend auf Rissbildung. Bei 50 und mehr Pulsen ist in allen Fällen ein die Ab-

sorptionszone umhüllendes Schmelzvolumen zu erkennen. Bei 250 Pulsen erreicht das Schmelzvolumen für alle gewählten Parameter eine vergleichbare Ausdehnung, umschließend auch die zwischenzeitlichen Risszonen. Eine hier nicht dargestellte Betrachtung der zeitlichen Entwicklung offenbart die für 10 ps Pulsdauer auftretende Modulation der Absorptionszone als Mehrzahl von sich unten bildenden und oben auflösenden, aufsteigenden Bereichen erhöhter Absorption [8]. Offensichtlich ist in jedem Fall die bei dieser Art der Fokussierung in Verbindung mit Akkumulationseffekten räumlich zeitlich variierende Energieeinkopplung. Diese erschwert in vielen Fällen die Entwicklung industrieller Bearbeitungsprozesse, kann jedoch beispielweise durch zeitliche Modulation der Pulsenergie beeinflusst werden [8].

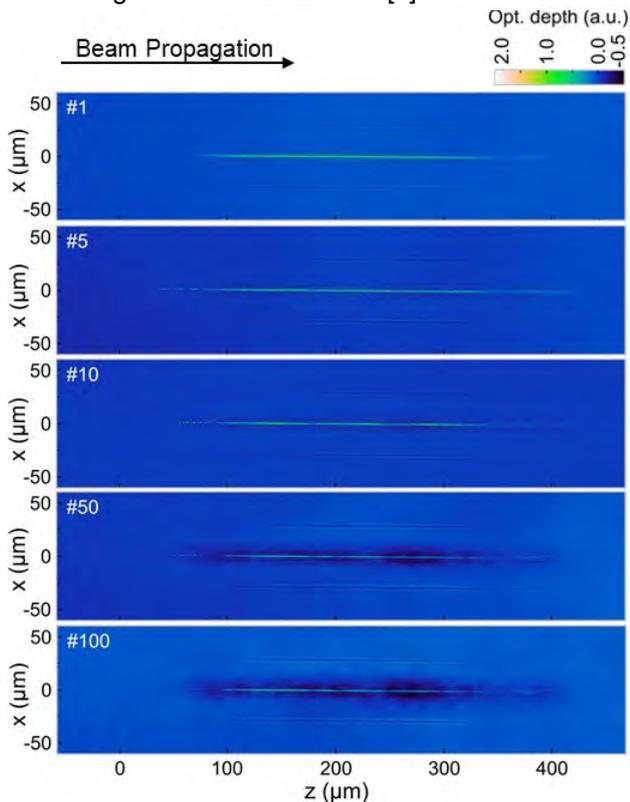


Bild 6: Optische Dichte einer Sequenz aus von links nach rechts in Glas fokussierten Gauss-Bessel-Profilen mit 13 μJ Energie, 5 ps Pulsdauer bei 400 kHz Repetitionsfrequenz für einen um 5 ns verzögerten Pump-Strahl. [3]

Wird hingegen durch Strahlformung ein Bessel-ähnlicher Strahl in das Glas abgebildet, so ergibt sich ein langgezogenes Extinktionsprofil, umgeben von einer zylinderförmigen Druckwelle mit gut 25 μm Radius (Bild 6). Die Form des Extinktionsprofils ändert sich mit steigender Pulszahl auch bei 400 kHz Repetitionsfrequenz kaum, abgesehen von Abbildungsfehlern, welche durch sich ausdehnende Bereiche erhöhter Temperatur entstehen. Diese lokale Erwärmung führt auch zu verstärkter optischer Verzögerung, welche jedoch weit unter den Werten bei Standardfokussierung liegt (Bild 7, vergl. Bild 4). Auch die bei 100 Pulsen immer noch sichtbare zylindrische Druckwelle deutet auf eine räumlich und zeitlich stabile Absorptionszone und ein gegenüber Standardfokussierung geändertes Akkumulationsverhalten hin.

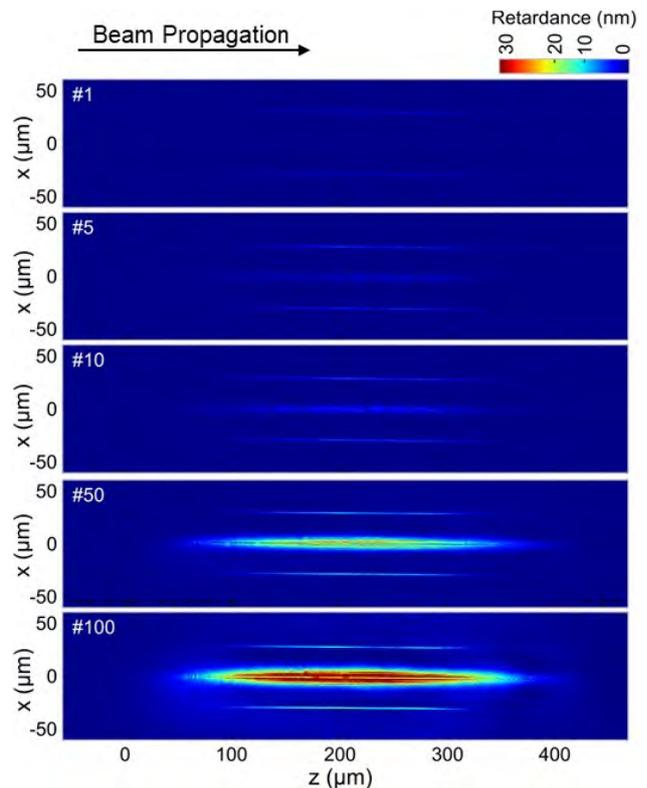


Bild 7: Polarisationsmikroskopische Bilder zugehörig zu den in Bild 6 angegebenen Parametern [3]

3. Schneiden und Fügen von Glas

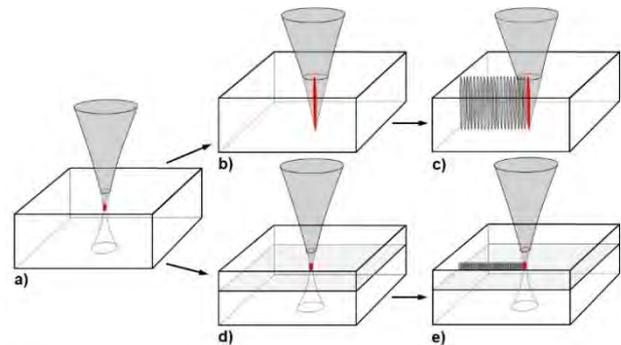


Bild 8: Entwicklung Schneiden und Fügen aus kontrollierter Einkopplung von ultrakurzen Laserpuls zur Modifikation über die gesamte Materialstärke und Schmelzen in der Grenzschicht unter Vorschub.

Basierend auf dem Verständnis zur Kontrolle und Wirkung der mittels ultrakurzen Pulsen in das Volumen transparenter Werkstoffe deponierten Energieverteilungen (Bild 8a) lassen sich Bearbeitungsverfahren wie das Trennen durch langgezogene Modifikationen (Bild 8b,c) oder Fügen durch Schmelzzonen in verdeckten Grenzflächen (Bild 8d,e) entwickeln.

Durch angepasste Strahlformung und Bearbeitungsparameter lassen sich in einer einzelnen Überfahrt Modifikationen über die gesamte Materialstärke einbringen und so anordnen (Bild 8b,c), dass sich entlang dieser Modifikation auch dickes Glas trennen lässt (Bild 9). Während Materialstärken bis zu ca. 2 mm bereits jetzt mit den aktuellen Lasern der TruMicro 2000 und 5000 Serien unter Nutzung modularer TOP Cleave Optiken (Bild 10) trennbar sind, wird durch künftige TruMicro Laser das Trennen bis 8 mm Stärke möglich sein.

Das Fügen sprödharter transparenter Werkstoffe wird durch die Erzeugung kleiner Schmelzvolumina innerhalb der Grenzschicht ermöglicht, wobei der erforderliche Anbindungsquerschnitt typisch unter Vorschub langgezogene, ggf. einer Vielzahl in der Grenzschicht verteilter Schweißnähte erreicht wird (Bild 8d,e).



Bild 9: Beispiel für mittels langgezogener Modifikation mit TOP Cleave getrennter Gläser.



Bild 10: Modular aufgebaute TOP Cleave Optik zum Trennen transparenter Materialien.

Bild 11 zeigt eine Umsetzung des UKP-Fügens am Beispiel der Schutzhülse für die Hochleistungs-LLK zur Führung von Laserstrahlung [9]. Das linke Bild zeigt einen Stecker mit Schutzhülse. Im mittleren sind die sechs parallelen Schweißnähte erkennbar, mit der das AR-beschichtete Schutzglas auf das Glasrohr geschweißt wurde. Das rechte Bild zeigt eine TOP Weld Optik, die typisch in Kombination mit Lasern der TruMicro 2000 Serie zum UKP-Laserfügen eingesetzt wird. Flexibilität bei der Programmierung der Laserparameter und in der Auswahl des eingesetzten Strahlprofils erlauben die Adaption an die jeweilige Bearbeitungsaufgabe.

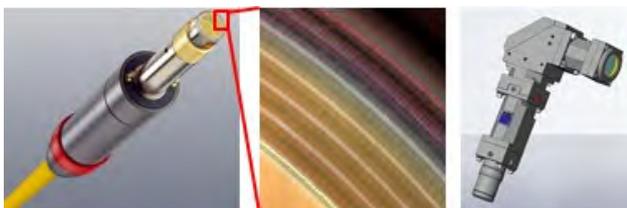


Bild 11: Lasergefügte Schutzhülse auf LLK-Stecker (links), Detail der Schweißverbindung (mittig) und modulare TOP Weld Optik

4. Zusammenfassung und Ausblick

Die Verfügbarkeit industrieller Ultrakurzpuls-Laser in einem breiten Leistungsspektrum, mit erweiterter Auswahl an programmierbaren Pulsparametern, Burst- und Synchronisationsoptionen bietet hohes Potenzial für die Umsetzung verbesserter und neuer Bearbeitungsverfahren transparenter Werkstoffe. Die Pump-Probe-Diagnostik bietet sich als Werkzeug für die Entwicklung und Umsetzung der Bearbeitungsverfahren an, erlaubt einen tiefen Einblick in komplexe Prozessdetails, eine zielgerichtete Optimierung

und potenziell auch die Prozesskontrolle. Durch die Integration dieser Diagnostik basierend auf Industrielasern der TruMicro Serien in eine Bearbeitungsstation konnte gezeigt werden, dass die dedizierte Strahlformung in Kombination der geeigneten Laser- und Prozessparameter einen wesentlichen Hebel darstellt. Zwischenzeitlich etabliert sich diese Strahlformung bereits, beispielsweise bei Applikationen zum Trennen und Schweißen. Darauf basierend werden Applikationen mit komplexeren Anforderungen adressierbar, wie beispielsweise beim Trennen mit angestellter Kante aufgezeigt wurde [10,11].

Danksagung

Teile dieser Arbeit wurden durch das BMBF im Rahmen des EFFILAS-Verbundes ScULP³T gefördert (FKZ 13N13927, 13N13930).

Literaturverzeichnis

- [1] K. Sugioka et al., "Progress in ultrafast laser processing and future prospects", *Nanophotonics* 5, 17 (2016).
- [2] J. Lapointe et al., "Making smartphones smarter with photonics", *Optics Express* 22, 15473 (2014).
- [3] M. Jenne et al., "In-situ diagnostic supported tailoring of spatial and temporal pulse shaping for materials processing", *Proc. SPIE 10906, Laser-based Micro- and Nanoprocessing XIII*, 1090616 (2019)
- [4] M. Jenne et al., "Multi Pulse Pump-Probe Diagnostics for Development of Advanced Transparent Materials Processing", *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* 13(3), 273-279 (2018).
- [5] F. Hendricks et al., "Time-resolved study of femtosecond laser induced micro-modifications inside transparent brittle materials", *Proc. SPIE 97401A* (2016)
- [6] M. Kumkar et al., "Beam shaping and in-situ diagnostics for development of transparent materials processing", *Proc. SPIE 10522, Frontiers in Ultrafast Optics: Biomedical, Scientific, and Industrial Applications XVIII*, 105220H (2018)
- [7] D. Grossmann et al., "Transverse pump-probe microscopy of moving breakdown, filamentation and self-organized absorption in alkali aluminosilicate glass using ultrashort pulse laser", *Optics Express* 24(20), 23221 (2016)
- [8] F. Zimmermann et al., "Towards industrial usage of ultrashort pulse welding", *LIM 2019*
- [9] E. Kaiser, "Laser Welding of Glass Replaces Glueing Procedure", *Laser Technik Journal* 13(3), 22 (2016)
- [10] M. Jenne et al., "High-quality tailored-edge cleaving using aberration-corrected Bessel-like beams", *Optics Letters* 43 (13), 3164 (2018)
- [11] M. Jenne et al., "Glass cutting optimization with pump-probe microscopy and Bessel beam profiles", *Proc. SPIE 10522, Frontiers in Ultrafast Optics: Biomedical, Scientific, and Industrial Applications XVIII*, 1052216 (2018)

HOCHGESCHWINDIGKEITS UV-FEMTOSEKUNDENBEARBEITUNG

B. Schöps, C. Hönninger, M. Delaigue, E. Audouard, E. Mottay
Amplitude Laser, 11, avenue de Canteranne, 33600 Pessac, Frankreich

Hochleistungs-Femtosekunden-UV-Laser bis 40 W tragen dazu bei, den Anwendungsbereich der ultraschnellen Laserbearbeitung auf neue Materialien wie funktionalisierte Polymere oder organische Materialien zu erweitern. Aus Anwendersicht erfordert der effiziente Umgang mit hohen Durchschnittsleistungen und hohen Impulswiederholraten, z.B. bei Hochgeschwindigkeitsscannern, eine Erhöhung der Pulsmodulationsgeschwindigkeit sowie eine freie Ansteuerung, um die Laserimpulse mit der Anwendung zu synchronisieren (über Scanner oder Achsen-positionierung). Die Herausforderung bei Femtosekundenlasern besteht darin, den Inversionsgrad über die gesamte Verstärkernetz und damit die Ausgangspulsenenergie für jedes Benutzerprofil konstant zu halten. Nachdem dieses Problem gelöst ist, kann der Benutzer die Laserpulsenperiode oder die Wiederholfrequenz an die Geschwindigkeitsänderung bei komplexen Bewegungen anpassen, um eine konstante Fluenz auf der Probe zu erhalten.

High power femtosecond UV lasers up to 40 W contribute to increase the application range of ultrafast laser processing towards new materials such as functionalized polymers or organic materials. From the user perspective, dealing efficiently with high average power levels and high pulse repetition rates, e.g. in high speed scanners, requires an increase in the pulse modulation speed as well as free triggering in order to synchronize the laser pulses with the application (via scanner or axes positioning). The challenge in femtosecond lasers is to maintain the inversion level constant through the entire amplifier chain, and hence the output pulse energy, constant for any user profile. With this issue solved, the user can adapt the laser pulse period or repetition rate frequency to the variation of speed in case of complex movements, in order to maintain a constant fluence on the sample.

Keywords: pulse-on-demand, UV-Femtosekundenlaser, free triggering, femtoTRIG

1. Einleitung

Kommerziell erhältliche Femtosekundenlaser erreichen mittlere Leistungen von mehr als 100W. Um mit solchen Leistungen noch dieselbe Bearbeitungsqualität zu erzielen, wie sie von den Prozessentwicklungen mit niedrigerer Leistung bekannt ist bedarf es einer Möglichkeit einzelne Laserpulse zu nahezu beliebigen Zeitpunkten anzufordern. Im vorliegenden Paper beschreiben wir ein Verfahren zum freien Triggern, welches wir an einer ausgewählten Anwendung inklusive Konvertierung in UV praktisch demonstrieren.

2. Die Laserplattform

Die Frequenzumwandlung in den ultravioletten Spektralbereich ist typischerweise erforderlich, um die Laserbearbeitung von organischen Materialien oder Materialzusammensetzungen zu verbessern, wie z.B. bei der Bearbeitung von OLED-basierte Displays. Hochleistungs-UV-Femtosekundenlaser sind daher äußerst vielversprechend für eine hocheffiziente und qualitativ hochwertige Laserbearbeitung von polymerbasierten Materialien, bei denen nur sehr

geringe Wärmeeinflusszonen toleriert werden kann. Femtosekundenlaser liefern heute Ausgangsleistungen von mehr als 100 W in IR und ermöglichen somit den Einsatz von bis zu 50 W UV fs-Lasern im industriellen Umfeld (Beispiel siehe Bild 1).

Die Laserarchitektur basiert auf leistungsstarken Hybridfaser-/Kristall-Femtosekundenlasern [1] und besteht aus einem faserbasierten Seed-Modul mit einem 40-MHz-Breitband-Mode-locked-Oszillator, einem Pulspicker und Faserverstärkerstufen. Die Faserbasis ermöglicht dank ihrer großen Emissionsbandbreite eine ultrakurze Erzeugung von Femtosekundenpulsen. Die Impulse aus dem Seedmodul können auf eine Impulsdauer in der Größenordnung von 250 fs komprimiert werden. Bei den Hochleistungslaserplattformen folgt darauf ein Yb:YAG-Kristallen in einer Slab-Geometrie für ein überlegenes Wärmemanagement. Diese Hybrid-Verstärkerplattform wurde auf eine durchschnittliche Leistung von 200 W skaliert, wobei Pulsdauern bis zu 350 fs generierbar sind (Bild 2).



Bild 1: Laser Tangor mit UV-Frequenzkonversionsmodul

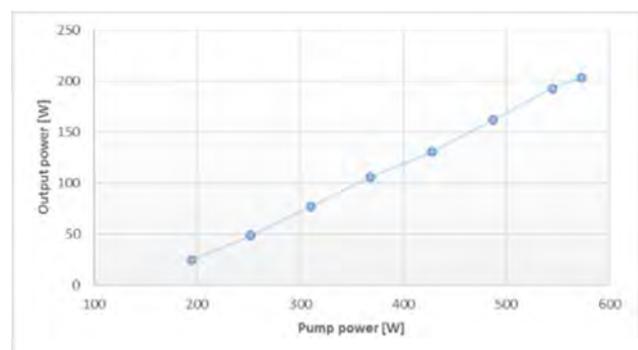


Bild 2: Laser Tangor mit UV-Frequenzkonversionsmodul

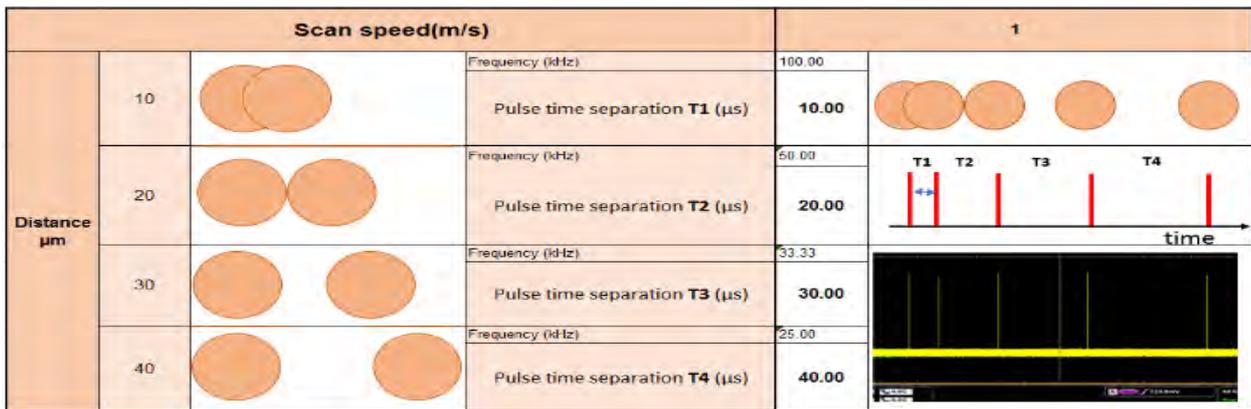


Bild 3: benutzerdefiniertes Muster von 5 Punkten (Durchmesser 20 μm) kombiniert mit einer linearen Strahlbewegung (Scangeschwindigkeit 1 m/s). Der gemessene Screenshot (gelb) entspricht dem gewünschten Lasersteuerbild (rot).

3. Die Herausforderung

Die größte Herausforderung besteht darin, die verfügbare Leistung in die Hochdurchsatzbearbeitung zu übertragen und dabei die hohe Qualität und Präzision beizubehalten, die die Femtosekunden-Laserbearbeitung so einzigartig macht. Die Kombination des leistungsstarken Femtosekundenlasers mit schnellen Scansystemen oder Strahlformungssystemen sind zwei vielversprechende Strategien zur Steigerung der Produktivität. Eine wesentliche Verbesserung für die Hochgeschwindigkeitsbearbeitung wird die Reduzierung von Totzeiten während der Bearbeitung durch Beschleunigungs- und Verzögerungsphasen von Bewegungsachsen oder Scannerspiegeln sein. Um diese Phasen für die Laserbearbeitung nutzen zu können, ist eine freie Anforderung der Laserpulse erforderlich, was wahrscheinlicher ist als der Betrieb des Lasers mit einer konstanten Pulsperiode oder Wiederholrate. Die Realisierung komplexerer Formen, z.B. gekrümmter Formen, erfordert auch solche freien Triggermöglichkeiten, um die konstante Pulsüberlappung aufrechtzuerhalten und beste Verarbeitungsqualität zu erzielen.

4. Die Lösung

Wir haben einen Femtosekundenlaser entwickelt, der dem Anwender ein freies Triggern mit einem Timing-Jitter von nur einer Oszillatorperiode (FemtoTrig®) ermöglicht. Dieser geringe Timing-Jitter führt bei typischen Ablenkgeschwindigkeiten zu einer Positioniergenauigkeit von weniger als 1 μm. Bezogen auf typischerweise verwendete Fokussierbedingungen mit Spotgrößen im Bereich von 10 bis 30 μm ist dies ein hervorragender Wert. Eine Herausforderung in diesem Zusammenhang des "freien Triggers" besteht darin, die Ausgangspulsenergie auf dem gewünschten Niveau konstant zu halten, da die Laserverstärker kontinuierlich gepumpt werden und somit die gespeicherte Energie variieren kann, wenn sich die Zeitabstände zwischen den verstärkten Impulsen ändern.

Dieser Herausforderung haben wir uns mit einem innovativen Laserkonzept gestellt. Als Beispiel zeigen wir in Abb. 2 einen Anwendungsfall, bei dem die Impulsdauer nach jedem Schuss über die Strahlbewegung verändert wird. Das Lasersteuerungssystem folgt dem benutzerdefinierten Muster und die durchschnittliche Energie jedes Punktes wird beibehalten.

Als Beispiel wird das in Bild 3 dargestellte Muster zur Bearbeitung eines Polymers (PET-Folie) mit unterschiedlichen Scangeschwindigkeiten (1 m/s, 3 m/s und 5 m/s) angewendet. Bild 4 zeigt, dass die Position und Form des Punktes erhalten bleibt.

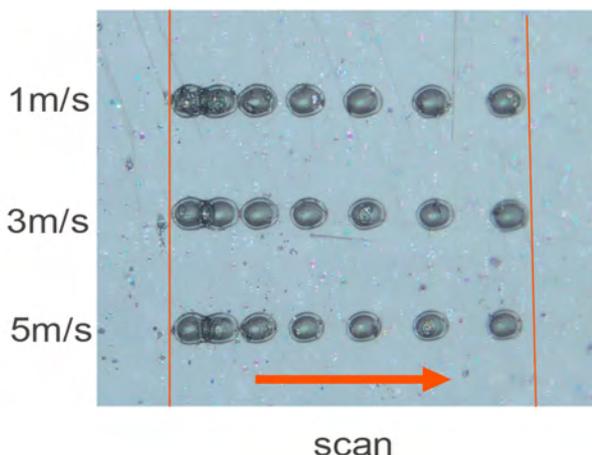


Bild 4: Beispiel für die Verwendung der FemtoTrig®-Funktion, um identische räumliche Muster von Punkten bei unterschiedlichen Scangeschwindigkeiten zu schreiben.

Literaturverzeichnis

- [1] C. Hönninger and E. Audouard, "Multi 100 W Femtosecond Laser Perspectives", LTJ, 2, 50–53 (2018)

STRAHLFORMUNG UND -TEILUNG AN HOCHLEISTUNGS-ULTRAKURZPULS-LASERN

Martin Kahle, Dirk Nodop, Jan Rücker

ifw Jena – Günther-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH,
Otto-Schott-Straße 13, 07745 Jena

Industrietaugliche Ultrakurzpuls-Laser sind zunehmend mit Leistungen von mehreren hundert Watt verfügbar. Da für die Mikrobearbeitung ein einzelner Strahl von mehr als 10 W kaum sinnvoll verwendet werden kann, sind flexible Strahlteilungs- und -formungskonzepte nötig. In dieser Arbeit wird einerseits die Möglichkeit aufgezeigt, mit einem spatial light modulator einen Strahl von 100 W Durchschnittsleistung flexibel zu formen bzw. zu teilen. Andererseits wird auf die Minimierung von Störungen eingegangen, die in Abhängigkeit von der gewählten Berechnungsmethode für die benötigte Phasenmaske auftreten können. Auf mögliche Anwendungen und die Wirtschaftlichkeit der Technik werden Ausblicke gegeben.

Industrial ultra-short pulse lasers are increasingly available with powers of several hundred watts. Since a single beam of more than 10 W can hardly be used for micromachining, flexible beam splitting and shaping concepts are necessary. It will be shown how a spatial light modulator can flexibly shape or divide a 100 W average power beam. Also, the avoidance of disturbances will be discussed that will occur depending on the calculation method for the required phase masks. An outlook on possible application and the economic efficiency of the technology will be given.

1. Einleitung

Die vergleichsweise geringe Abtragsrate von Ultrakurzpulslasern führt zu einer geringen Produktivität bzw. geringem Durchsatz bei industriellen Prozessen und erschwert ihren Einsatz als Produktionswerkzeug. Gleichzeitig sind UKP-Laser mit Durchschnittsleistungen bis in den kW-Bereich kommerziell erhältlich. Bedingt durch die Arbeit mit einem kleinen Fokus und die Abhängigkeit der optimalen Prozessintensität von den Materialparametern, können mehr als 10 W Laserleistung aber in einem einzelnen Strahl nicht sinnvoll zur Mikromaterialbearbeitung eingesetzt werden.

Dieses Problem kann im Falle von Lasern mit sehr hohen Pulsrepetitionraten im MHz-Bereich und Anwendungen in der Oberflächenbearbeitung durch die räumlich sehr schnelle Ablenkung mittels Polygonscannern gelöst werden.

Auf Grund der eingeschränkten Flexibilität dieses Verfahrens ist es für die Mikromaterialbearbeitung jedoch sinnvoller, den Laserstrahl zu teilen bzw. die Energieverteilung im Fokus der Anwendung anzupassen. Ein Flüssigkristall-spatial-light-modulator (SLM) stellt hierzu ein flexibles und leistungsstarkes Werkzeug dar.

Durch einen SLM wird es beispielsweise möglich, anstelle von zehn 10 W-Lasern einen 100 W-Laser effektiv für die Materialbearbeitung einzusetzen. Durch die nichtlineare Preisabhängigkeit der Leistung von Lasersystemen kostet ein 100 W-System nur etwa das doppelte eines 10 W-Systems, wodurch mit diesem die gleiche Effektivität für ein Fünftel der Investitionskosten erreicht werden kann.

2. Strahlformung mit dem SLM

Der hier verwendete Modulator ist ein liquid crystal on silicon - SLM und beeinflusst lediglich die Phase des Laserstrahls, indem anisotrope Flüssigkristalle pixelweise die optische Weglänge im Strahlprofil ändern;

ähnlich einem LCD-Display, schaltbar mit 50Hz. Wie in Abbildung 1 gezeigt, wird der Laserstrahl in seiner Größe auf den SLM angepasst und dann als kollimierter Strahl vom SLM reflektiert. Anschließend wird der phasenmodulierte Laserstrahl wie üblich zur Materialbearbeitung fokussiert. Im Fokus tritt durch konstruktive und destruktive Interferenzen eine Veränderung des Strahlprofils auf. Verbunden sind die Intensitäts- und Phasenverteilung vor der Fokussierlinse und die Intensitäts- und Phasenverteilung im Fokus über die Fourier-Transformation.

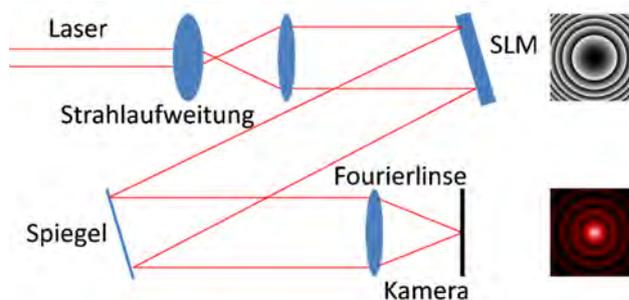


Abbildung 1: Strahlengang zur Formung des Laserfokus.

Da die Fourier-Transformation Phase und Intensität zur komplexen Amplitude A^* vermischt, ist es i. A. nicht *direkt* möglich, für einen bekannten Laserstrahl und ein gewünschtes Fokusprofil (beides Intensitäten) die nötige Phase zu berechnen.

3. Einfache Fokusprofile

In einfachen Spezialfällen sind analytische Lösungen für die Konversion des Intensitätsprofils bekannt. Wenn z. B. ein Gaußstrahl in einen Top-Hat-Strahl umgewandelt werden soll, kann die Phase Θ durch numerische Berechnung eines Integrals erfolgen [1]:

$$\theta(a_1, a_2, x) = \frac{1}{\lambda f} \left(\sqrt{2\pi} a_1 a_2 e^{-2\left(\frac{x}{a_1}\right)^2} + 2\pi a_2 x \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{\sqrt{2}}{a_1} x\right) \right)$$

Gleichung 1: Lösung für die Umwandlung eines Gauß-Strahls in einen Top-Hat-Fokus; aus [1].

Hierbei sind $a_{1/2}$ die Breiten des Ein- bzw. Ausgangsstrahls und x die Ortskoordinate im eindimensionalen Fall. erf ist die Fehlerfunktion, das Integral der Gaußfunktion. In zwei Dimensionen lässt sich die Formel analog anwenden. Für diese einfachen Fälle konnte von uns gezeigt werden [2], dass sich die Fehlerfunktion in obiger Gleichung durch eine sehr einfache analytische Funktion annähern lässt:

$$\theta(a_1, a_2, x) = \frac{1}{\lambda f} 4a_1 a_2 \sqrt{\left(\frac{x}{0,35a_1}\right)^2 + 1}$$

Gleichung 2: Näherungslösung aus [2]

Diese Hyperbel erlaubt eine deutlich schnellere rechen-technische Verarbeitung in der Anwendung und das Weiterrechnen mit analytischen Ausdrücken für wissenschaftliche Untersuchungen. Mit dieser vereinfachten Berechnung konnten störungsfreie Top-Hat-Foki erzeugt werden, siehe Abbildung 2.

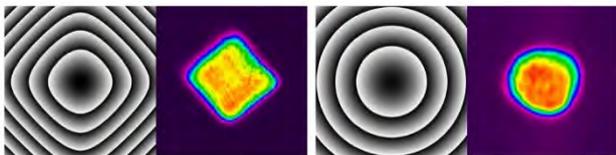


Abbildung 2: Phasenmasken und gemessene Top-Hat-Fokusprofile der Näherungsformel, ca. 300 μm Durchmesser.

4. Beliebige Fokusprofile

Aus der Optiktheorie ist jedoch bekannt, dass sich aus einer gegebenen Quellintensität bei korrekter Wahl der Phasenmaske jede beliebige Ziel-Intensität einstellen lässt. Im Allgemeinen ist zur Berechnung der Phasenmaske aus Start- und Zielintensität jedoch ein iterativer Algorithmus notwendig. Gerchberg und Saxton haben schon 1972 einen solchen vorgestellt [3], siehe Abbildung 3.

Bei diesem sog. Gerchberg-Saxton-Algorithmus (GSA) wird zur Quellintensität zunächst eine Startphase gewählt, dann die Fourier-Transformation der komplexen Amplitude A^* in die Zielebene durchgeführt und dort die Intensität mit dem gewünschten Ergebnis verglichen. Wenn die Übereinstimmung noch

nicht ausreichend ist, wird die Annäherung an die Zielintensität durch die Zielintensität ersetzt, die Fourier-Transformation zurückgerechnet und wiederum die berechnete Intensität durch die der Strahlquelle ersetzt, womit der Kreislauf von vorn beginnt. Die berechneten Phasen werden dabei jeweils beibehalten und mit jeder Iteration verfeinert bis die Annäherung an die Ziel-Intensität ausreichend ist.

5. Das Problem

Hierbei ist anzumerken, dass es zu einem Satz aus Quell- und Zielintensität durchaus mehrere Lösungen gibt. Unterschiedliche Lösungen kann man finden, indem man den GSA mit unterschiedlichen Startphasen beginnt.

Da außerdem der SLM keine perfekte Phasenmaske bereitstellt, sondern durch seinen Aufbau eine diskrete Darstellungsweise bedingt und beispielsweise die Pixel einen begrenzten Füllfaktor besitzen, werden verschiedene Lösungen in der realen Anwendung verschiedene qualitative Ergebnisse liefern. In der Praxis treten z. B. häufig sog. Speckle auf (siehe Abbildung 4 rechts), helle und dunkle Punkte die durch Interferenz von Phasenstörungen entstehen. Da die Phasenmodulation am SLM den Strahl über Beugung beeinflusst, wird außerdem die Beugungseffizienz verschiedener Phasenmasken verschieden hoch sein, also mehr oder weniger Laserleistung in das gewünschte Strahlprofil lenken.

Um diese Probleme zu studieren, ließen wir den GSA zunächst einen Gaußstrahl in einen Gaußstrahl umwandeln. Das Ergebnis ist in Abbildung 4 zu sehen.

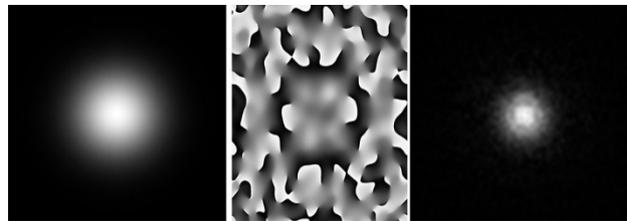


Abbildung 4: Links: Zielverteilung für den GSA, Mitte: errechnete Phasenmaske, Rechts: errechnete Annäherung an die Zielintensität.

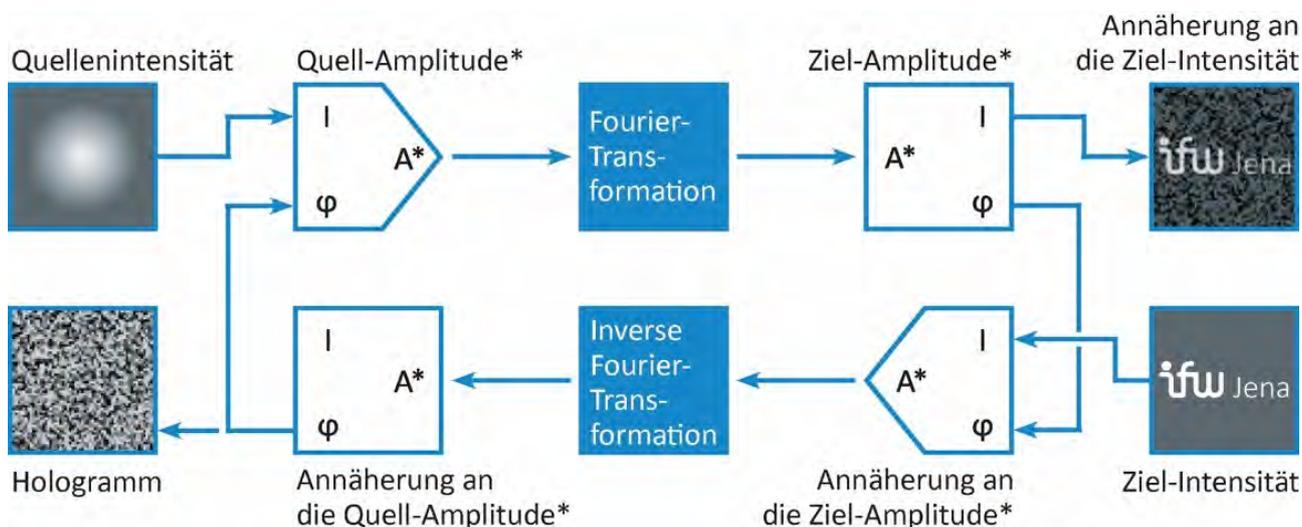


Abbildung 3: Schema des Gerchberg-Saxton-Algorithmus.

Die Phasenmaske ist hier schwarz-weiß dargestellt. Schwarz ist ein Phasenversatz von null, Weiß eine Phase von 2π und die Grauwerte stellen entsprechende Anteile von 2π dar. Durch die 2π -Periodizität der Lichtwellen sind die scharfen Übergänge von weiß zu schwarz im Bild für das Licht nicht „spürbar“. Praktisch sind auch Phasenmasken von mehr als 2π Phasenhub anwendbar, werden für die Darstellung auf dem SLM aber analog zum Prinzip einer Fresnell-Linse in Bereiche mit jeweils 2π zerteilt.

Schon die berechnete Annäherung an die Zielintensität zeigt die beschriebenen Speckle. Grund dafür sind vermutlich Singularitäten in der Phasenmaske: jene Stellen, an denen ein schwarz-weiß-Übergang endet. Um eine solche Stelle herum ändert sich die Phase von 0 nach 2π auf sehr kleinem Raum. Durch die diskrete Darstellung der Phasenmaske mit 1280×1024 8-bit-Pixeln können diese steilen Übergänge aber nicht korrekt abgebildet werden, so dass die Speckle in der Zielintensität entstehen.

6. Der Lösungsansatz

Eine mögliche Lösung für obiges Problem von Gauß zu Gauß wäre eine Phase von 0, also den SLM nicht zu benutzen: Ein Gaußstrahl bleibt nach einer Linse ein Gaußstrahl. Bemerkenswerter Weise findet der GSA dieses Ergebnis zunächst nicht. Das liegt daran, dass eine flache Phase in Kombination mit der obligatorischen Fokusslinse zu einem Gaußstrahl von viel kleinerer Größe führen würde, dem eigentlichen Fokus.

Die Lösung besteht daher darin, die Zielverteilung zunächst so in der Größe zu verändern, dass der GSA die Ähnlichkeiten zwischen Quell- und Zielverteilung erkennt und eine stetige Phase berechnet. Nachdem die Phasenmaske durch den GSA fertig berechnet ist, kann diese anschließend problemlos in ihrer Größe skaliert werden, um in der Abbildung die gewünschte Zielgröße zu erreichen.

7. Einfache Anwendungsbeispiele

Dieser optimierte GSA wurde zunächst an einem einfachen Profil getestet, für das eine analytische Lösung existiert: An der Teilung des Gaußstrahls in fünf Strahlen. In Abbildung 5 ist das Ergebnis zu sehen.

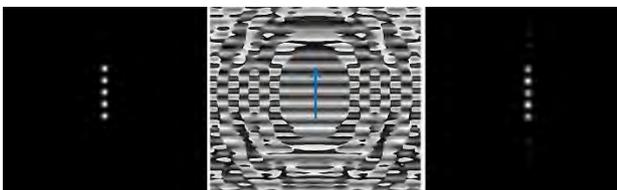


Abbildung 5: Links: Zielverteilung für den GSA, Mitte: errechnete Phasenmaske, Rechts: errechnete Annäherung an die Zielintensität.

Durch die Anpassung der Gauß-Strahlgrößen fand der GSA selbstständig die analytische Lösung des Problems: ein moduliertes Sinus-Gitter, welches entlang des blauen Pfeils in Abbildung 5 verläuft. Dieses Gitter bedeckt das gesamte Gebiet, in dem eine Quellintensität vorhanden ist, die Phasenmaske außerhalb dieses Gebietes ist ohne Belang und ergibt

sich aus der Numerik des GSA. Diese Phasenmaske in Form eines stetig modulierten Sinusgitters ähnelt stark der analytischen Lösung, die bereits von Damman et al. berechnet und zur Strahlteilung vorgeschlagen [4] wurde.

Auch die in Abbildung 2 gezeigten analytischen Lösungen für Top-Hat-Strahlen wurden vom Algorithmus gefunden und als stetige Phasenmaske ausgegeben.

8. Kompliziertere Anwendungsbeispiele

Außerdem war zu überprüfen, ob der optimierte GSA auch bei Zielverteilungen funktioniert, für die ohne intensive Recherche der theoretischen Literatur keine Phasenverteilung bekannt ist, oder für die es keine analytischen Lösungen gibt, beispielsweise asymmetrische Anordnungen mehrerer Strahlen, Abbildung 6 zeigt je ein Beispiel dafür.

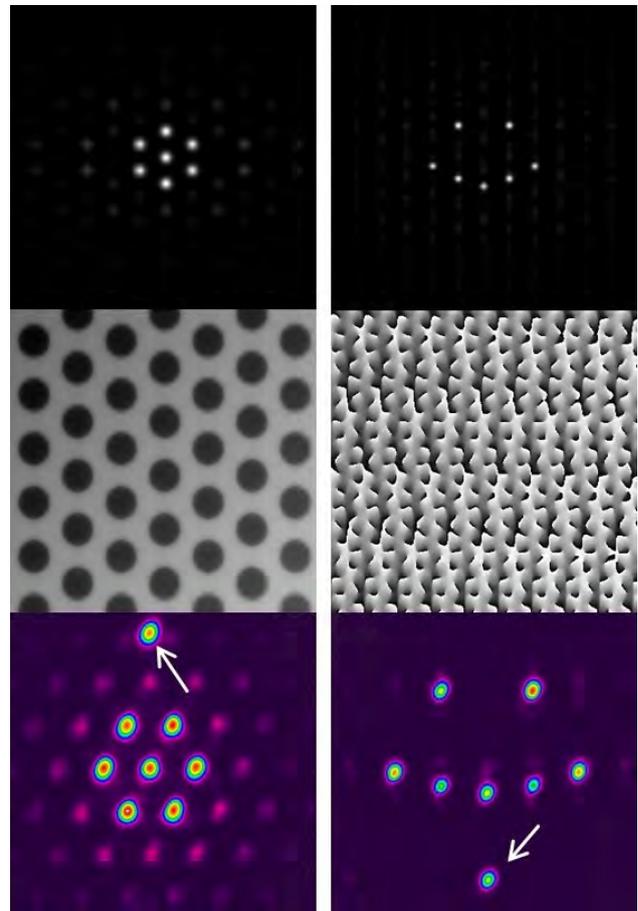


Abbildung 6: Oben: Zielverteilungen für den GSA, Mitte: errechnete Phasenmasken, Unten: gemessene Zielintensität, der Pfeil zeigt auf den ungebeugten Strahl; Links jeweils Muster aus sieben Strahlen, Rechts jeweils asymmetrisches Muster.

Bezüglich der linken Seite der Abbildung (regelmäßiges Sechseck) ist zu sagen, dass die Phasenmaske die gleiche Symmetrie aufweist wie die Zielverteilung. Vermutlich gibt es einen analytischen Ausdruck für die Phasenmaske, dieser ist den Autoren jedoch nicht bekannt. Allerdings ist auch zu beobachten, dass in der gemessenen Zielintensität Nebenmaxima deutlich sichtbar sind, auch wenn sie in unseren Applikationen keinen Abtrag bewirken.

Auf der rechten Seite von Abbildung 6, also für das asymmetrische Strahlmuster ist zu sagen, dass sich eine Phasenmaske ergibt, die nicht aussieht, als gäbe es eine analytische Entsprechung. Die vermessene Intensitätsverteilung zeigt eine gute Übereinstimmung mit der Zielintensität und jeder einzelne Strahl weist die charakteristische Gauß-Kaustik auf (wie auch die Strahlen des Sechsecks). Leider sind die Strahlen nicht alle gleich stark. Zurzeit ist noch unklar, woher diese unterschiedlichen Stärken kommen. Numerische Effekte im GSA könnten dafür verantwortlich sein.

In jedem Fall ist es durchaus möglich, den ungebeugten Strahl (Mit weißem Pfeil in Abbildung 6 markiert) mit in die Zielmuster einzubeziehen. Zugunsten der Einfachheit der Untersuchungen wurde aber zunächst darauf verzichtet.

9. Zusammenfassung und Ausblick

Für die wirtschaftliche Anwendung von leistungsstarken Ultrakurzpulslasern sind flexible Strahlteilungs- und -formungssysteme notwendig. Hier wurde gezeigt, wie die nötigen Phasenmasken dafür berechnet werden können.

Für die typischste Anwendung einer Konversion von Gauß- zu Top-Hat-Strahl wurde eine analytische Näherung für die bekannte numerische Integration vorgeschlagen, die auf Grund ihrer Einfachheit eine deutlich schnellere Berechnung ermöglicht.

Für beliebige Zielverteilungen wurden eine Optimierung des Gerchberg-Saxton-Algorithmus und deren Ergebnisse vorgestellt, welche es erlauben, Lösungen zu finden, die nahe an den stetigen Lösungen liegen, welche für analytisch lösbare Fälle bekannt sind. Dadurch lassen sich die Störungen in der Zielintensität drastisch verringern.

Die sichtbaren Nebenmaxima und die teilweise ungleichen Intensitäten bei der Strahlteilung werden Gegenstand zukünftiger Arbeiten sein.

Danksagung

Diese Arbeit wurde vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie unter dem Kennzeichen 49MF180063 gefördert.

Wir danken Dr. Stephan Eifel von der Pulsar Photonics GmbH für die hilfreiche Diskussion.

Literatur

- [1] H. Aagedal, M. Schmid, S. Egner, J. Müller-Quade, T. Beth, and F. Wyrowski „Analytical beam shaping with application to laser-diode arrays“, JOSA A, 7, 1549-1553 (1997).
- [2] D. Nodop et. al., Optics Letters 44(9), 2169-2172 (2019)
- [3] R. W. Gerchberg and W. O. Saxton, "A practical algorithm for the determination of the phase from image and diffraction plane pictures," Optik 35, 237 (1972)
- [4] H. Dammann, K. Görtler, "High-efficiency in-line multiple imaging by means of multiple phase holograms", Opt. Comm. 3, 312-315 (1971)

NEW FEATURES ENABLE ADVANCED ULTRA SHORT PULSE MICRO PROCESSING WITHIN LARGE FIELD OF VIEW

Holger Schlüter, Susanne Abl, John Flemmer
SCANLAB GmbH, Siemensstraße 2a, 82178 Puchheim

XL SCAN ermöglicht die simultane Steuerung eines excelliSCAN und eines XY-Achssystem. Damit können beliebig große Werkstücke bearbeitet werden. Die Genauigkeit der Applikation ist einzig durch die Genauigkeit der Achs- sowie der Scannergenauigkeit gegeben – die Steuerung selbst fügt keinen Schleppfehler hinzu. Eine neuartige Trajektorienplanung ermöglicht die exakte Steuerung von bis zu zwei Laserparametern im Zusammenspiel mit frei triggerbaren UKP Lasern.

XL SCAN enables simultaneous control of an excelliSCAN scan head and a mechanical XY stage with two servo axes. This allows the processing of arbitrary large workpieces. The application's precision is limited solely by the stage's and scanner's precision – the control itself introduces no additional error. A new trajectory planner enables exact control of two laser parameters in conjunction with triggerable USP lasers.

1. Einleitung

Viele Anwendungen im Bereich der Mikrobearbeitung benötigen eine hohe Präzision bei gleichzeitig großer Bearbeitungsfläche. Ein Scan-System mit hoher Genauigkeit erfordert klassischerweise den Einsatz kurzer Brennweiten, die wiederum zu einem kleinen Bildfeld führen. Um diesen kontroversen Anforderungen entgegenzuwirken, hat SCANLAB gemeinsam mit ACS Motion Control das Scan-Konzept XL SCAN zur synchronen Steuerung von Scan-Köpfen und XY-Tischen für schnelle und hochpräzise Bewegungen entwickelt. Die Bearbeitungsfläche wird dabei allein von dem Verfahrensweg der mechanischen Achsen begrenzt und kann somit nahezu beliebig erweitert werden. Die Bearbeitung durch synchrone Bewegung von Scan-Kopf und XY-Tisch steigert nachweislich der Durchsatz [1].

2. Neuartige Regelung ermöglicht höhere Präzision

Bei konventionellen Systemen mit simultaner Steuerung von Scan-Kopf und XY-Tisch werden die Positionsabweichungen des Tisches durch den im Vergleich dynamischeren Scan-Kopf in Echtzeit ausgeglichen. Durch die Massenträgheit und den Aufbau der Regelungskreise in den jeweiligen Systemen kommt es allerdings zu einem sogenannten ‚Schleppverzug‘. Dieser bedeutet, dass die Ist-Position zur Soll-Position zeitlich verschoben ist. Die gewünschte Position wird also erst nach einer gewissen Zeit erreicht und das System muss sich zunächst einschwingen. Dadurch ergibt sich, physikalisch bedingt, eine begrenzte Präzision, da auf Abweichungen nur verzögert reagiert werden kann. In der Praxis wird versucht das Verhalten des trägeren XY-Tisches durch Schätzwerte zeitlich zu extrapolieren. Dieses Verfahren funktioniert allerdings nur bei geringen Geschwindigkeiten und nicht-ruckartigen Bewegungen zuverlässig. Insbesondere bei Ecken kann es bei dieser Herangehensweise zu erheblichen Positionsabweichungen kommen.

Beim XL SCAN kommt ein völlig neuartiges Steuerungskonzept zum Einsatz, das gemeinsam von SCANLAB und ACS Motion Control entwickelt wurde.

Scan-Kopf und XY-Tisch werden durch intelligente Filter über die syncAXIS control Software derartig gesteuert, dass die physikalischen Grenzen der jeweiligen Systeme von Anfang an in der integrierten Trajektorienplanung berücksichtigt werden. Dank dieser kann die Position beider Systeme mikrometeregenau in kürzester Zykluszeit (10 μ s) aufeinander abgestimmt werden. Dadurch ist die Präzision des XL SCAN vor allem bei hohen Geschwindigkeiten einzigartig. Vibrationen des Gesamtsystems werden unterdrückt, somit ist die Genauigkeit des XL SCAN nur durch die Präzision der Einzelsysteme begrenzt.

3. Erweiterte Laser-Steuerung

Zusätzlich zur erhöhten Genauigkeit der synchronen Steuerung ermöglicht die Trajektorienplanung der syncAXIS control Software eine genauere Kontrolle und Justierung moderner Ultrakurzpuls-(UKP)-Laser. Die genaue Ausführung von Bearbeitungsmustern ist in hohem Maß vom Anwender konfigurierbar. Der Bediener kann zum Beispiel über Trajektorien-Parameter den Pulsabstand, die Fluenz des einzelnen Laserspots und die tolerierbare Abrundung von Ecken im Bearbeitungsbild bestimmen.

Mit Hilfe der Spot Distance Control (SDC) erhält der Anwender einen konstanten und steuerbaren Laserpulsabstand auf dem Werkstück. Bei herkömmlichen Systemen zur Pulssteuerung wird die Position durch Schätzungen extrapoliert, eine physikalisch begrenzte Auflösung ist die Folge. Die Trajektorienplanung hingegen bietet hier Vorteile: Durch den entfallenden Schleppverzug können Laserpulse präzise entlang des Scan-Pfades platziert werden, um den gewünschten Pulsabstand einzuhalten.

Die Genauigkeit liegt bei einer Auflösung von 64 MHz. Das bedeutet für Laser mit einer Frequenz zwischen 200 und 800 kHz eine maximale Abweichung des Pulsabstandes von 2,5 Prozent bei optimalen Systemkonditionen. In Abbildung 1 erkennen Sie den Bearbeitungsverlauf mit einem konventionellen System, in Abbildung 2 sehen Sie im Unterschied dazu eine Bearbeitung mit SDC unterstützt von der Trajektorienplanung.

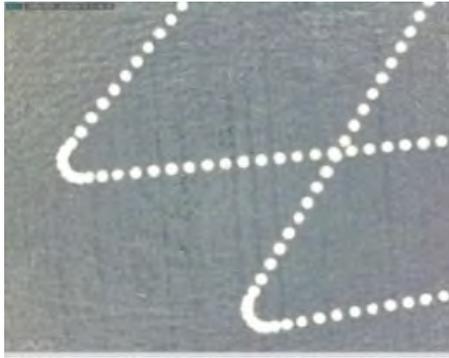


Abb. 1: Bearbeitungsverlauf ohne Trajektorienplanung

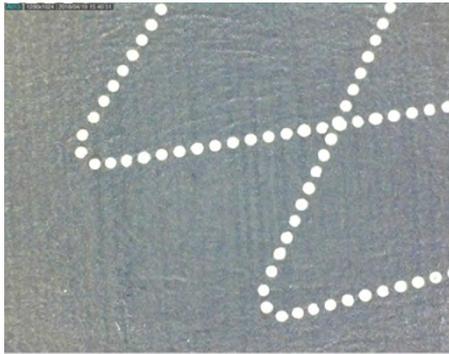


Abb. 2: Konstanter Laserpulsabstand dank SDC (Scan Distance Control) und Trajektorienplanung

4. Exakte Kanten und gleichmäßige Bearbeitung

Gerade bei Schneidanwendungen ist ein konstanter Pulsabstand essentiell für das Bearbeitungsergebnis und die Schnittkante. Bei vielen Laser-Systemen mit Pulssteuerung kann nur der Abstand zwischen zwei Pulsen, bezogen auf deren Mittelpunkt, definiert und gesteuert werden. Für den XL SCAN wurde eine speziell auf Präzision ausgelegte Pulssteuerung entwickelt. Dabei kann nicht nur der Pulsabstand auf die Mittellinie der Laserspurs ausgerichtet werden, sondern auch auf die Innen- oder Außenkontur bezogen definiert werden.

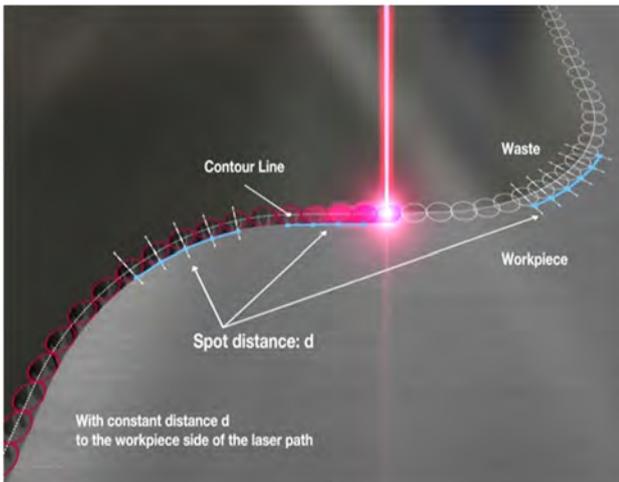


Abb. 3: Die SDC führt zu äquidistanten Laserpulsen entlang der Werkstückkante

So kann werkstückseitig ein gleichmäßiger Energieeintrag gewährleistet und die Werkstückkante präzise bearbeitet werden. In Abbildung 3 wird diese Funktion

veranschaulicht und der konstante Pulsabstand entlang der Werkstückkante (blaue Linie) dargestellt. Bei empfindlichen Werkstoffen, wie Folien, können auf diese Weise Einbrände und Inhomogenitäten vermieden werden.

Die Spotgröße des Lasers auf dem Werkstück ist abhängig vom Ablenkwinkel des Laserstrahls durch den Scan-Kopf, wenngleich telezentrische Objektive diesen Effekt minimieren. Über die Trajektorienplanung können nun Laserparameter abhängig vom Ablenkwinkel gesteuert werden. Damit kann zum Beispiel die Energiedichte des Spots konstant gehalten werden, obwohl die Spotgröße auf dem Laserpfad variiert (Vgl. Abbildung 4). Diese Funktion ist beispielsweise bei der gleichmäßigen Bearbeitung von dünnen Schichten und Materialien hilfreich.

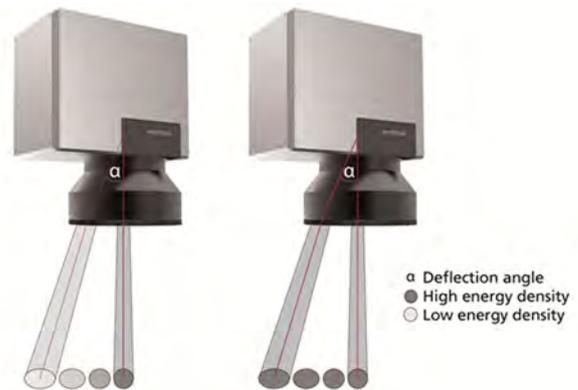


Abb. 4: Zusammenhang zwischen Ablenkwinkel und Spotgröße

5. Durchsatzoptimierung und Parallelisierung

Die vorausschauende Trajektorienplanung sorgt nicht nur für eine präzise und schleppverzugsfreie Bearbeitung, sondern nutzt die maximale Dynamik des Systems – kombiniert mit den vom Nutzer spezifizierten Toleranzgrenzen. Auch Nebenzeiten werden hierbei minimiert. Konventionelle Systeme sehen beim ‚Skywriting‘ Beschleunigungsstrecken bei ausgeschaltetem Laser vor, um eine konstante Geschwindigkeit während der Bearbeitung zu gewährleisten. Beim XL SCAN hingegen wird die Nutzung von Skywriting, unter Berücksichtigung der Systemgrenzen und der eingestellten Toleranzen, reduziert. So kann bei komplexen Laserpfaden der effektive Durchsatz gesteigert werden indem unnötige Beschleunigungszeiten vermieden werden.

Die Parallelisierung von Bearbeitungsschritten steigert den effektiven Durchsatz und spart Kosten. Mit einer einzigen XL SCAN Steuerung können derzeit bis zu vier Scan-Köpfe gleichzeitig verwendet werden; eine Erweiterung um zusätzliche Scan-Köpfe ist geplant.

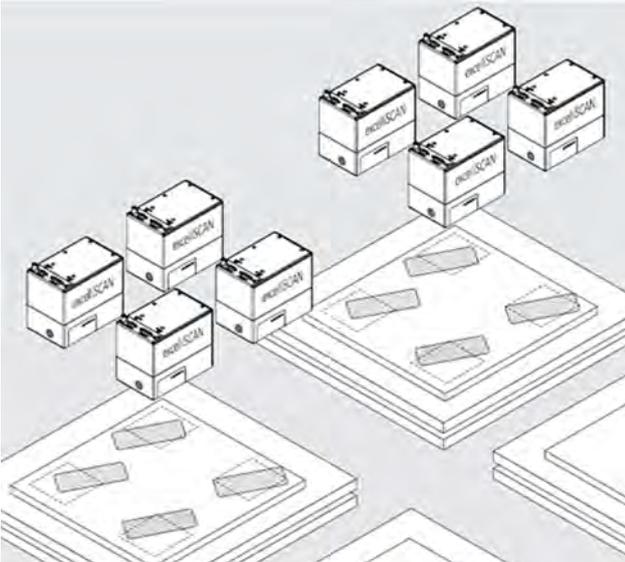


Abb. 5: Frei konfigurierbare XL SCAN Mehrkopfanlage

Die Anordnung der Scanner ist dabei flexibel konfigurierbar. Neben der Positionierung, wie in Abbildung 5 gezeigt, ist auch eine Montage von vier Scan-Köpfen nebeneinander an einer Brücke denkbar. Die Scan-Köpfe werden dabei exakt miteinander synchronisiert und die Präzision des Gesamtsystems bleibt unberührt. Mit einem solchen Aufbau können mehrere Werkstücke parallel bearbeitet werden. Dabei bietet der XL SCAN dem Nutzer die Freiheit die Lage der Werkstücke für jeden Scan-Kopf individuell einzustellen. So ist es beispielsweise auch möglich, die Lage der Werkstücke automatisiert (beispielsweise über Bilderkennung) zu erfassen und zu hinterlegen. Unter Verwendung weiterer mechanischer Achsen kann auch der Abstand zwischen den Scan-Köpfen variiert werden.

Systemkonfigurationen mit mehreren Scan-Köpfen sind interessant für die Bearbeitung von großformatigen Materialien, wie beispielsweise bei der Fertigung von Touch-Displays. Hier vollzieht sich gerade ein Technologiewandel von Flüssigkristallanzeigen (LCD) auf organische Leuchtdioden (OLED), der neue Anforderungen für Fertigungsverfahren mit sich zieht. Das Laserschneiden bringt hier diverse Vorteile. Einerseits können Schneidekanten mit hoher Genauigkeit erstellt werden, andererseits stellt der XL SCAN eine Lösung für die Bearbeitung mit hohem Durchsatz bei gleichzeitig flexibler Produktgröße dar.

Literaturverzeichnis

- [1] H. Schlüter, Ze'ev Kirshenboim: „Large field scanning solution enables precision for large processing areas“; Lane 2018; Published by Bayrisches Laserzentrum GmbH

HERSTELLUNG STRÖMUNGSOPTIMIERTER OBERFLÄCHENTOPOGRAFIEN MITTELS HOCHRATE-LASERVERFAHREN

Udo Löschner¹, Stefan Mauersberger¹, Alexander Bock¹, Kristian Kujawa¹,
Konrad Hartung², Christoph A. Million², Karsten Oehlert², Jörg Schille¹

¹) Laserinstitut Hochschule Mittweida, University of Applied Sciences Mittweida, Technikumplatz 17,
D-09648 Mittweida

²) Arbeitsgruppe für Fluidenergiemaschinen, Jade Hochschule Wilhelmshaven, Friedrich-Paffrath-Str. 101,
D-26389 Wilhelmshaven

In dieser Arbeit werden Ergebnisse zur oberflächenfunktionalisierenden Mikroprofilierung von Metalloberflächen unter dem Einsatz von Hochrate-Laserverfahren vorgestellt. Die auch als strömungswiderstandreduzierende Riblets bezeichneten Mikroformationen sind aus der Natur von der Oberflächenstruktur der Haifisch-Haut bekannt. Ihre Abmessungen liegen in Abhängigkeit des umströmenden Mediums und der Strömungsgeschwindigkeit beispielsweise für Luft bei einigen 10 bis wenigen 100 Mikrometern, einer idealen Strukturgröße für die Lasermikrobearbeitung. Dieser vielversprechende Ansatz wird durch großflächige Mikrofabrikation mit hohen Durchsätzen unter Nutzung der am Laserinstitut Hochschule Mittweida entwickelten leistungsfähigen Hochrate-Lasertechnologie möglich [1,2]. Kernpunkt der Hochrate-Laserbearbeitung bildet die Kombination von brillanter Hochleistungslaserstrahlung mit extrem schneller Strahlableitung, wobei Laserstrahlung von Ultrakurzpulslaserquellen mit Laserleistungen > 400 W, aber auch von cw-Laserquellen mit Laserleistungen bis zu 3 kW über schnelle Galvanometerscanner oder eigenentwickelte extrem schnelle Polygonspiegelscanner geführt wird und somit eine Strahlableitungsgeschwindigkeit von bis zu 560 m/s auf dem Material bereitsteht.

1. Einleitung

Neueste Entwicklungen in der Oberflächentechnik zeigen eine Vielzahl multifunktionaler Oberflächen, die beispielsweise auf Basis biologischer Vorbilder Lösungsbeiträge für technische Problemstellungen bereitstellen können [1,2]. Dabei wird die Funktionalität durch Materialmodifikation und/oder einer mikro- bzw. nanoskaligen Strukturierung der Grenzfläche bewirkt. Somit können mechanische, chemische und physikalische Oberflächenfunktionalitäten, wie Selbstreinigung und Benetzbarkeit [3-7], Haftreibung und Adhäsion [8,9] oder optische [10-12] und mikrofluidische Eigenschaften [13,14] dem Vorbild Natur nachempfunden werden. Eine konkrete Anwendung bionischer Funktionalitäten in der Strömungstechnik kennt man von der Haut des Hais. Die rippenartige Struktur der Haut, die man auch als Riblet bezeichnet, verringert seinen Strömungswiderstand und ermöglicht somit dem Hai eine energieeffizientere Fortbewegung. Die Reduktion des Strömungswiderstands aerodynamischer oder hydrodynamischer Systeme, wie beispielsweise Windkraftanlagenflügel, Turbinenschaufeln, Flugzeugtragflächen, Propeller, Rohrleitungen, Schiffe etc., stellt eine zentrale Herausforderung hinsichtlich Energieeffizienz und Ressourcenschonung dar. Solche Riblets, die aus rippenförmigen mikroskaligen Grabenstrukturen bestehen, sind längs entlang der Strömungsrichtung über eine Oberfläche angeordnet. Diese Formationen sollen Wechselwirkungen zwischen der turbulenten Grenzschicht und der festen Oberfläche verhindern und somit die Wandschubspannung und den Strömungswiderstand verringern.

Für den industriellen Anwendungsfall müssen deshalb Technologien zur Verfügung stehen, die sich durch hohe Flexibilität in der Strukturzeugung und der Möglichkeit der großflächigen Herstellung in industrierelevanten Fertigungszeiten auszeichnen. Die Lasertechnologie stellt hierfür das ideale Werkzeug

für Strukturgrößen von Submikro- bis zu einigen hundert Mikrometern dar. Insbesondere die Hochrate-Laserverfahren, also die Kombination von brillanter Hochleistungslaserstrahlung mit extrem schneller Strahlableitung, erfüllen die Herausforderungen nahezu ideal.

In den letzten zwei Jahrzehnten ist eine rasante Entwicklung brillanter Laserquellen mit hohen Ausgangsleistungen bei gleichzeitig exzellenter Strahlqualität zu verzeichnen. Dabei spielen Ultrakurzpuls-Laser als auch Monomode-Faserlaser insbesondere bei Hochrate-Lasermikrobearbeitungsprozessen eine bedeutende Rolle. Neuerdings stehen monomodige cw-Laserleistungen von bis zu 10 kW zur Verfügung. Erstaunlicherweise eignen sich diese Laserquellen auch für die Mikrobearbeitung, sofern der Laserstrahl ausreichend schnell, meist mit einigen hundert Metern in der Sekunde, über das Material geführt wird [15,16,17,18]. In ähnlicher Weise wuchs die mittlere Laserleistung von Ultrakurzpulslasern im Laborstadium auf mehrere Kilowatt an.

In dieser Arbeit werden Untersuchungsergebnisse zur schnellen großflächigen lasergestützten Herstellung von Riblet-Strukturen vorgestellt. Dabei kamen zwei verschiedene Laserkonzepte – cw-Faserlaser und Ultrakurzpulslaser – zum Einsatz. Neben der geometrischen Bewertung der hergestellten Strukturen erfolgte eine Messung von ebenen laserstrukturierten Strömungsprofilen im Windkanal, um sie hinsichtlich ihrer strömungstechnischen Wirksamkeit analysieren und beurteilen zu können. Abschließend wurden die Strukturen auf ein reales 3D geformtes Flügelprofil übertragen, um somit das Potenzial der Technologie für konkrete Applikation auf meist dreidimensionalen Bauteilen zu demonstrieren.

2. Experimentelle Details

Strömungstechnisch wirksame und mechanisch hinreichend stabile Riblet-Formationen besitzen oft eine trapezförmige geometrische Form. Bild 1 zeigt eine schematische Darstellung des Querschnitts einer solchen idealen Struktur senkrecht zur Strömungsrichtung.

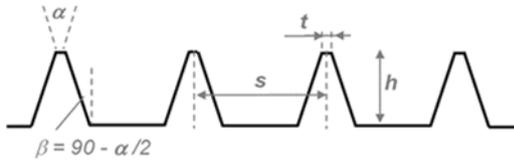


Bild 1: charakteristische Geometrieparameter einer trapezförmigen Riblet-Struktur quer zur Strömungsrichtung

Dabei geben der Riblet-Abstand s und die Riblet-Höhe h die Grundform der senkrecht zur Strömungsrichtung verlaufenden sich periodisch wiederholenden Struktur vor. Die Spitzbreite t und der Spitzenwinkel α , der sich aus dem Wandwinkel β der Riblet-Wand errechnet, haben einen entscheidenden Einfluss auf die strömungstechnische Wirksamkeit der Riblet-Formationen. Die geometrischen Abmessungen dieser Größen hängen im Wesentlichen von der Strömungsgeschwindigkeit und der Viskosität des umströmenden Mediums ab. Dabei ist ein Verhältnis Riblet-Abstand s zu Riblet-Höhe h von 0,5 einzuhalten. Für die aerodynamische Analyse der lasergenerierten Strukturen in einem Windkanal Göttinger Bauart mit einer Strömungsgeschwindigkeit von bis zu 50 m/s sind ein Riblet-Abstand s von 125 μm , eine Riblet-Tiefe h von 62,5 μm und ein Riblet-Spitzenwinkel von $\alpha \leq 30^\circ$ als optimale Parameter mithilfe von numerischen Simulationen errechnet worden. Die Riblet-Spitzenbreite t sollte idealerweise den Wert Null besitzen. Für diese Geometrieparameter trapezförmiger Riblets ist gemäß theoretischen Betrachtungen in [19] eine Reduktion der Wandschubspannung $\Delta\tau/\tau$ als Gradmesser für die Wechselwirkung zwischen turbulenter Grenzschicht und der festen Oberfläche um bis zu ca. 8% sowie eine Reduktion des Widerstandsbeiwertes $\Delta\omega/\omega$ als integraler Wert über alle Strömungsverluste um bis zu ca. 2,7% im Idealfall zu erwarten.

Tabelle 1: Kennwerte der eingesetzten Laserquellen

Laser	Edgewave	AFS		IPG
Leistung	95 W	450 W	10 W	3.000 W
Wellenlänge	1.030 nm		515 nm	1.070 nm
Pulsdauer	650 fs	400 fs		-
Max. Repetitionsrate	50 MHz	80 MHz		2 kHz (getaktet)

Für die Profilierungsversuche standen Ultrakurzpuls-(UKP)-Laserquellen der Firma Active Fiber Systems GmbH und Edgewave GmbH und eine Monomode cw Faserlaserquelle der Firma IPG Laser GmbH mit exzellenter räumlicher Strahlqualität zur Verfügung. Die

Kennwerte der verwendeten Lasersysteme sind Tabelle 1 zu entnehmen.

Um die Anforderungen hoher Prozessdurchsätze erfüllen zu können, wurden die Laserquellen mit einem schnellen Galvanometerscansystem (Gsc) oder einem eigenentwickelten Polygonspiegelscanner (Psc) kombiniert. Die Laserstrahlbündelung erfolgt über F-Theta-Objektive, detailliertere Informationen enthält Tabelle 2.

Tabelle 2: Kennwerte der eingesetzten Scansysteme

Scanner	Gsc	Psc
Optikbrennweite [mm]	167 (IR) 160 (VIS)	255 (IR)
Scanfeld [mm x mm]	80 x 80	100 x 100
Geschwindigkeit [m/s]	30	560

Die Bewertung der lasergefertigten Riblet-Formationen erfolgte im ersten Schritt durch Messung der Geometrieparameter mithilfe optischer Messtechnik. Obwohl optische Messprinzipien dafür geeignet sind, stellen Messsensoren bzw. Messgeräte je nach Funktionsprinzip generell einen Kompromiss zwischen Präzision und Flächenleistung dar. Der genutzte konfokale Punktsensor der Fa. Optische Präzisionsmesstechnik GmbH zeichnet sich durch eine hohe Messgenauigkeit von lateral 1 μm und axial 20 nm aus, liefert jedoch nur geringe Flächenleistungen bei hoher Messpunktdichte aufgrund seines punktuellen Messprinzips. Bildfeldkamertechnik der Fa. Raytrix hingegen kann Oberflächenbereiche von bis zu 1,4 mm^2 mit einer Aufnahme generieren, dies jedoch mit vergleichsweise geringerer Auflösung von 5 μm .

Im zweiten Schritt wurde auf Basis der gemessenen Strukturparameter die aerodynamische Wirksamkeit der lasergefertigten Strukturen mithilfe von Prognosetools und numerischen Computational Fluid Dynamics-CFD-Simulationen berechnet.

Im letzten Schritt erfolgte die Bestimmung der Strömungseigenschaften anhand von Messungen der laserstrukturierten Strömungsprofile im Windkanal.

3. Ergebnisse und Diskussion

Die Herstellung der trapezförmigen Riblet-Formationen erfolgte mithilfe eines Line-by-line und Layer-by-layer Bestrahlungsregimes. Die Geometrietreue bzw. die Abweichung der lasergefertigten Strukturen von der in Bild 1 vorgestellten Idealform wird durch die Laser-Material-Wechselwirkung beim Abtragen in Abhängigkeit der gewählten Prozessparameter entscheidend beeinflusst. Alle eingesetzten Laserquellen emittieren aufgrund ihrer exzellenten Strahlqualität eine sehr Gauss-nahe räumliche Intensitätsverteilung des Laserstrahls senkrecht zu seiner Ausbreitungsrichtung. Aufgrund dieser Intensitätsverteilung ergeben sich kraterförmige Abträge, die bei Linearbewegung zwischen Laserstrahl und Werkstück bei räumlich überlappenden Laserpulsen zu den ge-

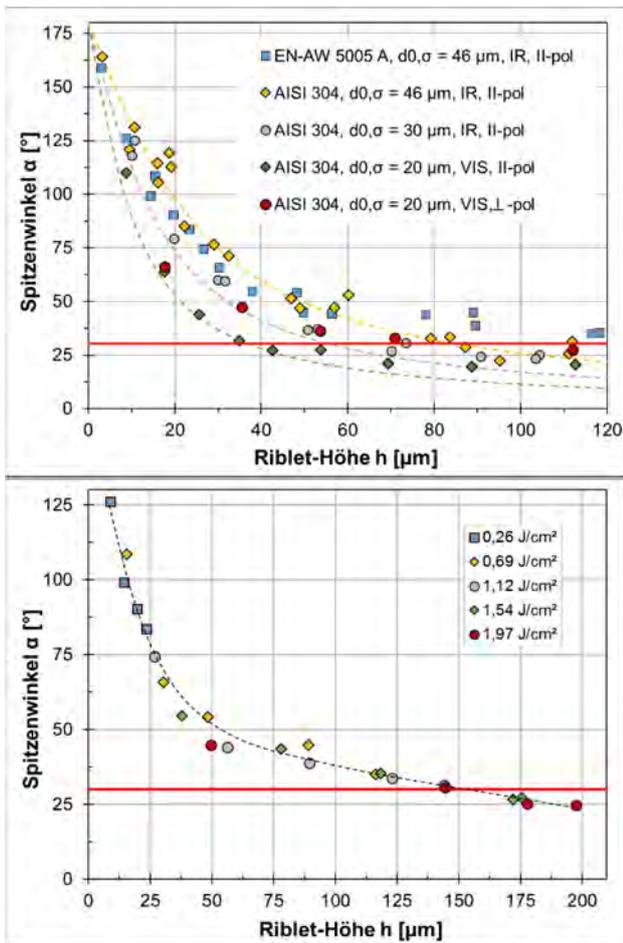


Bild 2: erzielte Spitzenwinkel α in Abhängigkeit der Riblet-Höhe h bei unterschiedliche Prozessbedingungen, oben: Untersuchungen an einer Aluminiumlegierung EN-AW 5005 A sowie Edelstahl AISI304 mit verschiedenen Strahldurchmessern d_0, σ und Polarisationszuständen der einfallenden UKP-Laserstrahlung (senkrecht und parallel zur Einfallsebene polarisiert) bei den Wellenlängen 1030 nm (IR) bzw. 515 nm (VIS).

wünschten grabenförmigen Vertiefungen in Strömungsrichtung mit sich einstellenden Wandwinkeln führen, die wiederum vom Pulsüberlappungsgrad, der eingesetzten Laserleistung, oder auch dem Polarisationszustand des Laserstrahls abhängig sind. Bezugnehmend auf die zu fertigende trapezförmige Riblet-Struktur sind trapezförmige Gräben mit einer Breite $s = 125 \mu\text{m}$ und einer Tiefe $h = 62,5 \mu\text{m}$ mit einem geforderten Wandwinkel von $\beta \geq 75^\circ$ abzutragen. Detaillierte theoretische Berechnungen und deren experimentelle Überprüfung bezüglich Abtragmengen und erzielten Abtragprofilen in Abhängigkeit von gewählten Prozessparametern in [20] haben gezeigt, dass das Profil der trapezförmigen Vertiefung zwischen zwei Riblet-Spitzen gemäß Bild 1 durch Aneinanderreihung von sich überlappenden linienförmigen Abträgen in Strömungsrichtung, Schicht für Schicht in die Tiefe abgetragen, nachgebildet werden kann. Prinzipiell steigt die Profilkonturtreue mit schmalere Abtragbreiten bzw. kleineren Strahldurchmessern. Dabei wurde für Strahldurchmesser von 20 bis 50 μm ein sinnvoller Kompromiss aus Profilkonturtreue und laserprozess-technischen Rahmenbedingungen, wie Strahldurchmesser

bzw. daraus resultierender Abtragbreite und Bearbeitungseffizienz gefunden. Um eine effiziente Bearbeitung größerer Flächen gewährleisten zu können, müssen die Scanner zudem mit langbrennweitigen Objektiven, wie in Tabelle 2 aufgeführt, kombiniert werden, die in Verbindung mit großen Rohstrahldurchmessern derartige Strahlfleckgrößen bereitstellen können.

In grundlegenden Abtraguntersuchungen auf den Materialien Edelstahl AISI304 (1.4301, X5CrNi18-10) und einer Aluminiumlegierung EN-AW 5005A (AlMg1) wurde zunächst der Einfluss prozessbestimmender Parameter, wie Wellenlänge, Strahlfokussdurchmesser, Polarisationsrichtung der Laserstrahlung bezüglich der Riblet-Ausrichtung sowie applizierte Laserfluenz auf die geometrischen Kennwerte Spitzenwinkel α und Riblet-Höhe h als charakteristische Geometrieparameter einer trapezförmigen Riblet-Struktur ermittelt. Ein Auszug an Ergebnissen ist in Bild 2 dargestellt. Dem oberen Diagramm ist zu entnehmen, dass die Spitzenwinkel generell mit steigender Riblet-Höhe, d.h. größerer Abtragtiefe exponentiell abnehmen. Für die avisierte Riblet-Höhe $h = 62,5 \mu\text{m}$ wurden Spitzenwinkel um die geforderten 30° gemessen, sofern die Strukturierung mit Laserfokussdurchmessern von 20 - 30 μm erfolgte. Zudem entstehen mit linear polarisierter Strahlung, die parallel zur Riblet-Wand orientiert ist, steilere Riblet-Wände, d.h. kleiner Spitzenwinkel, wie man für das Material Edelstahl für einen Strahldurchmesser von $d_0, \sigma = 20 \mu\text{m}$ und einer Wellenlänge von 515 nm (VIS) entnehmen kann. Eine Variation der applizierten Laserfluenz hingegen beeinflusst den Spitzenwinkel der Riblets nicht, wie eine andere Studie, dargestellt im unteren Diagramm von Bild 2, belegt.

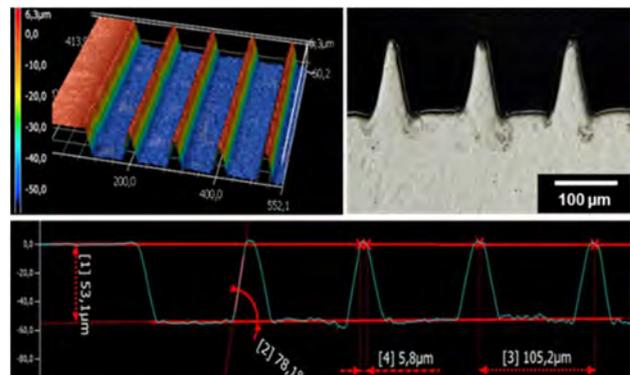


Bild 3: 3D-Topografiemessungen und Querschliffpräparation laserfertigter Riblet-Formationen mit einem Riblet-Abstand von 105 μm , einer Riblet-Tiefe von 53 μm , einer Riblet-Spitzenbreite von 6 μm sowie einem Spitzenwinkel von 24° (Prozessparameter: Ultrakurzpulslaser der Wellenlänge 515 nm, Fokussdurchmesser 25 μm , Repetitionsrate 1,03 MHz, mittlere Laserleistung 1,7 W).

In Bild 3 sind 3D-Topografiemessungen und eine Querschliffaufnahme einer mit optimalen Parametern laserfertigter Riblet-Formation, die sehr nah an die vordefinierte Idealstruktur, hier mit Riblet-Abstand $s = 105 \mu\text{m}$, Riblet-Tiefe $t = 52,5 \mu\text{m}$ und Spitzenwinkel $\alpha \leq 30^\circ$ vorgegeben, heranreicht. Gemessen wurde ein Riblet-Abstand s von 105 μm , eine Riblet-

Tiefe t von $53 \mu\text{m}$, eine Riblet-Spitzenbreite von $6 \mu\text{m}$, sowie ein Spitzenwinkel α von 24° .

Für die aerodynamischen Messungen wurden Riblet-Formationen auf ebene, speziell an den Windkanal angepasste Profilplatten, bestehend aus der Aluminiumlegierung AlMg4,5Mn, beidseitig aufgebracht. Die zu strukturierende Fläche mit einer Größe von 175 cm^2 war deutlich größer als das Bearbeitungsfeld der genutzten Strahlableitungen. Die größte Herausforderung bestand im geometrisch fehlerfreien Aneinandersetzen der Bearbeitungsfelder mit Genauigkeiten von $< 10 \mu\text{m}$, um die avisierte Riblet-Wirkung nicht zu mindern. Bild 4 zeigt eine Laserscanning-Mikroskopaufnahme von vier aneinandergesetzten Bearbeitungsfeldern einer solchen optimal lasergefertigten Riblet-Formation.

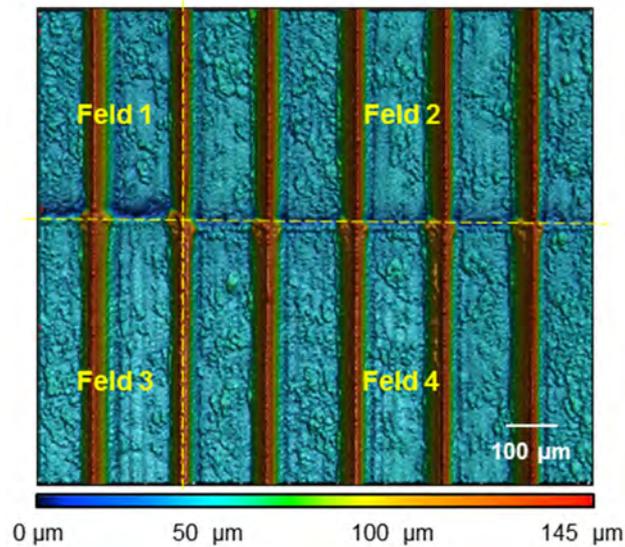


Bild 4: Laserscanning-Mikroskopaufnahme von vier aneinandergesetzten Bearbeitungsfeldern einer lasergefertigten Riblet-Formation mit einem Riblet-Abstand von $175 \mu\text{m}$, einer Riblet-Tiefe von $91 \mu\text{m}$ sowie einem Spitzenwinkel von 30° (Prozessparameter: Ultrakurzpulslaser der Wellenlänge 515 nm , Fokussdurchmesser $25 \mu\text{m}$, Repetitionsrate $1,03 \text{ MHz}$, Laserfluenz $3,3 \text{ J/cm}^2$).

Auf die ebenen Platten wurden Riblet-Formationen (Riblet-Abstand $s = 125 \mu\text{m}$, Riblet-Tiefe $62,5 \mu\text{m}$) mit verschiedenen Laserprozessregimen und ultrakurzen Laserpulsen hergestellt. Es zeigte sich, dass die geforderten Spitzenwinkel $\alpha \leq 30^\circ$ bei Prozessierung mit der Wellenlänge 1030 nm aufgrund des größeren Strahlfokussdurchmessers von $49 \mu\text{m}$ im Gegensatz zu $25 \mu\text{m}$ bei der Wellenlänge 515 nm (Bild 3) nicht zu erreichen sind. Mit optimalem Bestrahlungsregime sind Geometrieabweichungen $< 10\%$ erzielbar.

Sowohl mit der Wellenlänge 1030 nm als auch mit 515 nm strukturierte Profilplatten wurden strömungstechnisch ausgewertet. Hierzu musste zunächst die gefertigte Riblet-Geometrie präzise und großflächig erfasst werden, um die benötigten Geometrie-kennwerte Riblet-Abstand, Riblet-Tiefe, Spitzenwinkel und Spitzenbreite repräsentativ zu ermitteln. Diese Kennwerte sind sowohl für das empirische Prognosetool, das einen Wert für die Reduktion der Wand-

schubspannung $\Delta\tau/\tau$ liefert, als auch für die CFD-Simulation, die sowohl die Reduktion der Wand-schubspannung $\Delta\tau/\tau$ als auch den integrale Widerstandsbeiwert $\Delta\omega/\omega$ berechnet, als Eingangsgrößen

Tabelle 3: strömungstechnische Analyse ausgewählter mit Ultrakurzpulslaserstrahlung gefertigter Riblet-Strukturen auf ebenen Profilplatten:

		Platte 1	Platte 2	Platte 3
Wellenlänge [nm]		1030	515	
$\Delta\tau/\tau$	CFD	-4,45%	-5,35%	-6,43%
	empirisch	-4,24%	-5,45%	-6,01%
$\Delta\omega/\omega$	CFD	-0,87%	-1,73%	-2,21%
	experimentell	-0,79%	-1,76%	-0,22%

erforderlich. Nachfolgende Tabelle 3 enthält eine Zusammenfassung von Ergebnissen der strömungstechnischen Analyse lasergefertigter Riblet-Strukturen. Bei allen Platten wurde eine Reduktion sowohl der Wandschubspannung $\Delta\tau/\tau$, als auch des integralen Widerstandsbeiwertes $\Delta\omega/\omega$ nachgewiesen. Dabei liegen die Werte für die Reduktion der Wandschubspannung $\Delta\tau/\tau$, die mit dem empirischen Modell und der CFD-Simulation aus den ermittelten geometrischen Kennwerten berechnet wurden, nahe beieinander. Platte 3 mit einer Reduktion von mehr als $6,4\%$ stellt in Bezug zum Bestwert idealer trapezförmiger Riblets von $7,9\%$ einen beträchtlichen Erfolg dar. Hierbei ist zu beachten, dass diese Platte mit einer Wellenlänge von 515 nm , also einen Strahlfokussdurchmesser von $25 \mu\text{m}$ gefertigt wurde, womit die etwas geringere Reduktion der Wandschubspannung $\Delta\tau/\tau$ für Riblets, die mit der Wellenlänge 1030 nm bzw. größerem Strahlfokussdurchmesser auf Platte 1 gefertigt wurden, erklärbar ist. Die ermittelten Reduktionen der Wandschubspannung $\Delta\tau/\tau$ der Platten 1 bis 3 reihen sich gut in die ebenfalls experimentell ermittelten Werte in [21] ein, wie Bild 5 zeigt.

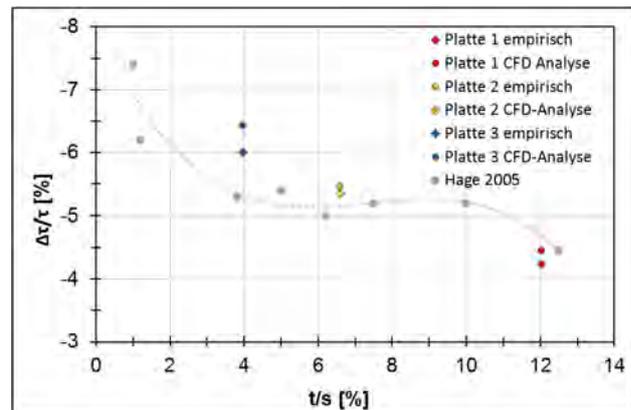


Bild 5: Reduktion der Wandschubspannung $\Delta\tau/\tau$ in Abhängigkeit des Verhältnisses Spitzenbreite t zu Riblet-Abstand s für die mit verschiedenen Prozessparametern gefertigten Profilplatten 1 bis 3 um Vergleich zu Literaturangaben in [21].

Gleiche Tendenzen bezüglich der Bearbeitungswellenlänge ergeben sich auch für den mit der CFD-Simulation berechneten integralen Widerstandsbeiwert $\Delta\omega/\omega$. Eine mit CFD-Simulation basierend auf den gemessenen geometrischen Riblet-Daten vorausgesagte Reduktion um bis zu -2,21% kommt dem Idealfall von -2,7% recht nahe. Stimmen die experimentell im Windkanal gemessenen Werte der Reduktion für die Platten 1 und 2 sehr gut mit den CFD-simulierten Daten überein, kann die starke Abweichung bei Platte 3 vor dem Hintergrund, dass alle anderen Werte der strömungstechnischen Analyse konsistent erscheinen, nicht erklärt werden. Hierzu sind weitere Untersuchungen notwendig.

Für die spätere Applikation in industriellen Anwendungen ist zudem der Prozessdurchsatz ein entscheidender Faktor für den Einsatz dieser Technologie. Die sehr vielversprechenden Ergebnisse der strömungstechnischen Analyse der mit höchstmöglicher Strukturqualität gefertigten Riblets lassen ein hohes anwendungspotenzial erwarten. Jedoch sind die umgesetzten Prozessraten mit bis zu 1,5 cm²/min (Aluminium EN-AW 5005A) noch zu gering für den großtechnischen Einsatz. Die Erhöhung des Prozessdurchsatzes kann prinzipiell durch den Umsatz höherer Laserleistungen und größerer Strahlablengeschwindigkeiten erfolgen. Hierfür kamen hochrepetierende UKP-Laserquellen hoher mittlerer Laserleistung als auch ein monomodiger cw-Faserlaser mit hoher cw-Leistung in Verbindung mit einem Polygonspiegelscanner als schnell strahlablekende Einheit zum Einsatz. Bild 6 verdeutlicht, dass die Prozessrate streng von der applizierten Laserleistung abhängt.

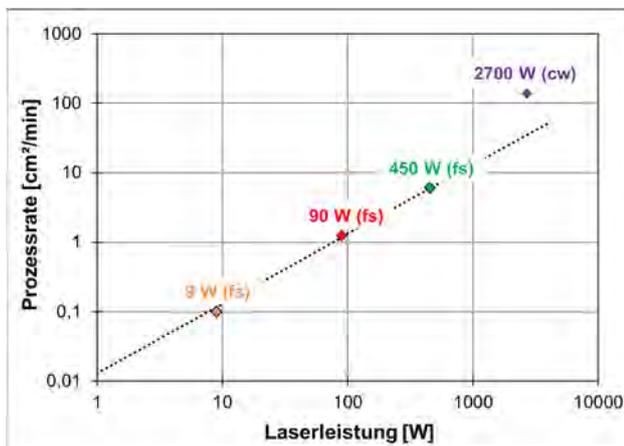


Bild 6: Prozessrate als Funktion der eingesetzten Laserleistung: linearer Zusammenhang für die Bearbeitung mit UKP-Laserstrahlung bis 450 W mittlere Leistung, deutlicher überproportionaler Anstieg der Prozessrate bei Applikation von 2,7 kW cw-Laserstrahlung.

Für die UKP-Bearbeitung ergibt sich im untersuchten Parameterbereich eine lineare Skalierung der Prozessrate mit der mittleren Laserleistung. Untersuchungen mit cw-Laserstrahlung hoher Leistung führten unter Annahme einer weiteren linearen Skalierung bei UKP-Bearbeitung zu einer vergleichsweise fast 4-fach höheren nunmehr industrie-relevanten Flächenrate von mehr als 130 cm²/min, die durch den

effizienteren Volumenabtrag pro eingetragener Energiemenge durch den höheren Schmelzanteil, der in flüssiger Form durch den Dampfdruck aus dem Abtraggebiet ausgetragen wird, erklärt werden kann.

Damit geht naturgemäß eine geringere Strukturqualität im Vergleich zur UKP-Prozessierung einher. Die geforderte sehr präzise trapezförmige Riblet-Geometrie kann aufgrund des thermisch getriebenen Prozesses mit hohem Schmelzanteil nicht mehr erreicht werden. Vielmehr entstehen wannenförmige Riblet-Formationen, wie die Mikroskopaufnahme in Bild 7

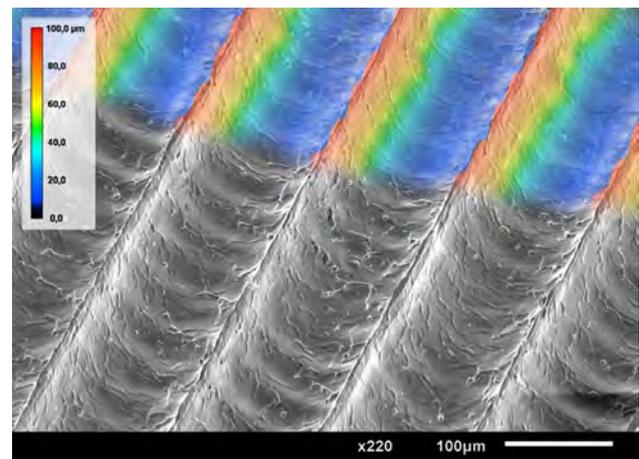


Bild 7: REM-Aufnahme einer mit cw-Laserstrahlung gefertigte Riblet-Formation: die lasergenerierte Riblet-Form bildet sich aufgrund des anderen Prozessregimes im Vergleich zur UKP-Bearbeitung wannenförmig aus.

zeigt. In einer ersten Testreihe wurde eine solche Riblet-Formation beidseitig auf eine Profilplatte prozessiert und anschließend im Windkanal gemessen. Es konnte eine Reduktion des Widerstandsbeiwertes $\Delta\omega/\omega$ von 0,26 % ermittelt werden, die aufgrund der großen Abweichung zur Idealgeometrie erwartungsgemäß deutlich geringer ausfiel als bei den präzise gefertigten trapezförmigen Riblets. Weitere Untersuchungen werden an dieses vielversprechende Ergebnis anknüpfen. In der Praxis besitzen umströmte Oberflächen meist eine gekrümmte 3D-Form. An einem NREL S819-Profil wurde demonstriert, dass sich

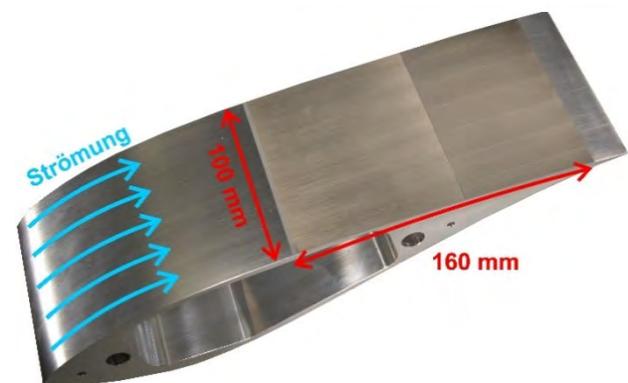


Bild 8: laserstrukturiertes 3D NREL S819-Profil aus einer Aluminiumlegierung (AlMg4,5Mn): es wurden im wirksamen Bereich Riblets entlang der Strömungsrichtung über eine Länge von 160 mm und einer Breite von 100 mm aufgebracht.

die Technologie auch auf 3D-geformte Oberflächen übertragen lässt, s. Bild 8.

4. Zusammenfassung

Diese Studie berichtet über Ergebnisse zur schnellen großflächigen oberflächenfunktionalisierenden Mikroprofilierung von Metalloberflächen unter dem Einsatz von Hochrate-Laserverfahren. Mithilfe lasergefertigter Mikrostrukturen, sogenannter Riblet, die man auch von der Haut des Hais kennt, soll der Strömungswiderstand umströmter Bauteiloberflächen reduziert und somit eine energieeffizientere Bewegung möglich sein. Ausgehend von einer trapezförmigen Idealstruktur der Riblets mit Abmessungen von wenigen zehn Mikrometern in der Tiefe und etwa 100 Mikrometern im Abstand für den Fall, dass die Oberfläche von Luft mit einigen zehn Metern pro Sekunde umströmt wird, sind zu Beginn Abtraguntersuchungen mit der Prämisse durchgeführt worden, die trapezförmige Idealstruktur mit dem Laser hochpräzise zu fertigen. Die strömungswiderstandreduzierende Wirksamkeit wurde anhand gemessener geometrischer Kennwerte lasergefertigter Riblet-Formationen anhand eines Prognosetools als auch durch numerische CFD-Simulationen sowie mit direkter experimenteller Bestimmung im Windkanal nachgewiesen.

Die laser-ribletierten Profilplatten, die mit UKP-Laserstrahlung bearbeitet wurden und deren Riblet-Geometrie sehr nah an den idealen Vorgaben lagen, zeigten eine Reduktion der Wandschubspannung $\Delta\tau/\tau$ von bis zu 6,43% von theoretisch möglichen 7,9%. Ebenso konnte eine Verminderung des integralen Widerstandsbeiwertes $\Delta\omega/\omega$ von bis zu 2,21% im Vergleich zum theoretisch berechneten Maximalwert von 2,7% erzielt werden. Jedoch sind die Prozessdurchsatzraten für eine industrielle Anwendung noch zu steigern. Skalierungsuntersuchungen ergaben, dass die sich Durchsätze bei UKP-Laserprozessierung bis 450 W linear mit der im Prozess eingesetzten mittleren Laserleistung erhöhen. Setzt man brillante cw-Laserstrahlung ein, sind beträchtlich höhere Prozessraten von mehr als 130 cm²/min möglich, wobei die exzellente Strukturqualität der mit UKP-Laserstrahlung generierten Riblet-Formationen aufgrund der mehr thermisch getriebenen Prozessführung nicht erreichbar ist. Trotzdem konnte in einer ersten Untersuchungsreihe eine Reduktion des integralen Widerstandsbeiwertes $\Delta\omega/\omega$ von 0,26% im Windkanal erzielt werden. Abschließend wurde die Übertragbarkeit der Technologie auf reale 3D-Profile demonstriert.

Danksagung

Die Autoren danken für die finanzielle Unterstützung der Projekte „OstrALas“ und „Hochrate 2.0“ durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (Projekt-Nr. 03PSIPT1A und 03IPT506I).

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium
für Bildung
und Forschung



Literaturverzeichnis

- [1] Nachtigall, W.; Bionik: Grundlagen und Beispiele für Ingenieure und Naturwissenschaftler (2. Auflage); Springer-Verlag Berlin/Heidelberg, 2002.
- [2] VDI 6220 Blatt 1:2012-12: Bionik - Konzeption und Strategie - Abgrenzung zwischen bionischen und konventionellen Verfahren/Produkten; Beuth Verlag, 2012.
- [3] Groenendijk, M.N.W.; Meijer, J.; Surface Microstructures obtained by Femtosecond Laser Pulses; CIRP Annals, 55 (1), 2006, S. 183-186.
- [4] Kietzig A.M.; Hatzikiriakos, S.G.; Englezos P.; Patterned superhydrophobic metallic surfaces; Langmuir, 25(8), 2009, S. 4821-7.
- [5] Römer G.R.B.E.; Arnaldo del Cerro, D.; Sipkema R.C.; Groenendijk M.N.W.; Ultra short pulse laser generated surface textures for anti-ice applications in aviation; Proc. of 28th International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics (ICALEO); 2009, S. 30-37.
- [6] Bizi-bandoki, P.; Valette, S.; Audouard, E.; Benayoun, S.; Time dependency of the hydrophilicity and hydrophobicity of metallic alloys subjected to femtosecond laser irradiations; Applied Surface Science (273), 2013, S. 399-407.
- [7] Ta, D.V.; Dunn, A.; Wasley, T.J.; Li, J.; Kay, R.W.; Stringer, J.; Smith, P.J.; Esenturk, E.; Connaughton, C.; Shephard, J.D.; Laser textured super-hydrophobic surfaces and their applications for homogeneous spot deposition; Applied Surface Science (365), 2016, S. 153-159.
- [8] Dunn, A.; Carstensen, J.V.; Wlodarczyk, K.L.; Hansen, E.B.; Gabzdyl, J.; Harrison, P.M.; Shephard, J.D.; Hand, D.P.; Nanosecond laser texturing for high friction applications; Opt. Lasers Eng. (62), 2014, S. 9-16.
- [9] Schille, J.; Ullmann, F.; Schneider, L.; Gräfensteiner, M.; Schiefer, S.; Gerlach, M.; Leidich, E.; Exner, H.; Experimental Study on Laser Surface Texturing for Friction Coefficient Enhancement; Journal of Laser Micro/Nanoengineering 10/3, 2015, S. 245-253.

- [10] Laakso, P.; Mehtälä, V.; Pantsar, H.; Marking decorative features to stainless steel with fiber laser; IMD/ALAC, 2008.
- [11] Vorobyev, A.; Guo, C.; Colorizing Metals with Femtosecond Laser Pulses; Appl. Phys. Lett. 92, 2008, 041914.
- [12] Kreisel, C.; Dekorative und funktionale Mikrostrukturen auf Oberflächen mittels Laserbearbeitung; Scientific Reports, Journal of the University of Applied Sciences Mittweida 4/2015, 2015, S. 41-43.
- [13] Siegel, F.; Klug, U.; Kling, R.; Extensive Micro-Structuring of metals using picosecond Pulses – Ablation behaviour and industrial relevance, J. Laser Micro/Nanoeng. 4(2), 2009, S. 104-110.
- [14] Büttner, C.; Shark skin inspired surfaces for aerodynamically optimized high temperature applications – fabrication, oxidation, characterization; Dissertation, 2011.
- [15] Zeng, S.; Luo, Q.; Li, D.; and Lue, X.; Femtosecond pulse laser scanning using Acousto-Optic Deflector; Science in China Series G: Physics, Mechanics and Astronomy 52(5), 685-692 (2009).
- [16] Exner, H.; Hartwig, L.; Ebert, R.; Kloetzer, S.; Streek, A.; Schille, J. and Loeschner, U.; High rate laser micro processing using high brilliant cw laser radiation; Proc. of 11th Intern. Symp. on Laser Precision Microfabrication (LPM), 7-1 (210).
- [17] Bruening, S.; Hennig, G.; Eifel, S. and Gillner, A., Ultrafast scan techniques for 3D- μm structuring of metal surfaces with high repetitive ps-laser pulses; Physics Procedia. 12, 105–115 (2011).
- [18] Loeschner, U.; Schille, J.; Streek, A.; Knebel, T.; Hartwig, L.; Hillmann, R. and Endisch, C.; High-rate laser microprocessing using a polygon scanner system; Journal of Laser Applications 27(S2), S29303 (2015).
- [19] Bechert, D.W.; Hage, W.; Bruse, M.; Drag reduction with the slip wall. AIAA -Journal 34, No. 5, 1072-1074, (1996).
- [20] Mauersberger, S.; Schille, J.; Kujawa, K.; Schneider, L.; Million, C.; Hartung, K.; Oehlert, K. and Loeschner, U.; High-precision surface profiling using multi-hundred Watts ultrashort pulse lasers and ultrafast polygon-mirror based scanner; considered for publication in Journal of Laser Application 2019.
- [21] Hage, W. (2005): Zur Widerstandsverminderung von dreidimensionalen Riblet-Strukturen und anderen Oberflächen. Dissertation, Technische Universität Berlin: Mensch und Buch Verlag, ISBN: 3898208230.

SICHERSTELLEN VON REPRODUZIERBAREN LASERSTRAHLPARAMETERN IM SELECTIVE LASER MANUFACTURING (SLM)

Sven Schipper

Ophir Spiricon Europe GmbH, Guerickeweg 7, D-64291 Darmstadt

Selective Laser Manufacturing (SLM) tritt in der Serienfertigung in eine neue Phase ein. Während für Prototypen häufig ein gutes Modell ausreicht, müssen Serienprodukte in ihren Eigenschaften und ihrer Leistung identisch sein. Dies führt zu einem Hauptproblem in der additiven Fertigung: Reproduzierbarkeit. Der Laserstrahl nimmt wesentlichen Einfluss auf die Qualität des gefertigten Bauteils und muss daher engmaschig geprüft werden. Auch hier liefern nur reproduzierbare Messungen zuverlässige Aussagen. Mit BeamWatch AM entwickelte Ophir ein Messgerät speziell für die Additive Fertigung, das auf der Rayleigh-Streuung basiert. Das in allen Messsystemen der BeamWatch Familie verwendete, berührungslos arbeitende Messprinzip wurde im ISO 11146-Standard allerdings noch nicht berücksichtigt. Aktuelle Vergleichsmessungen zeigen, dass die berührungslose Messtechnik vollständig kompatibel ist zu diesem ISO-Standard.

1. Einleitung

Die Systemparameter des verwendeten Laserstrahls spielen für die Qualität der gefertigten Bauteile beim Selective Laser Manufacturing (SLM) eine entscheidende Rolle. Jede Schicht muss identisch gefertigt werden, auch wenn mehrere Laser an einem Teil arbeiten bzw. mehrere vollständige Anlagen die gleichen Bauteile fertigen. Gängige konventionelle Messverfahren auf Basis absorbierender Systeme stoßen insbesondere bei dem Aspekt der Reproduzierbarkeit an ihre Grenzen: Zum einen wird der Laserstrahl selbst beeinflusst, zum anderen trifft der Strahl auf das Messgerät, das damit potentiell beschädigt werden kann oder zum Verschleiß eines Messgeräts beiträgt, der dann die Messergebnisse verfälscht.

Eine neue Technologie auf Basis von Rayleigh-Streuung ermöglicht die berührungslose Strahlprofilanalyse im Bereich der Additiven Fertigung. Dabei wird der Strahl selbst durch die Messung nicht beeinflusst und auch das Messgerät kann durch den Strahl in seiner Funktion nicht beeinträchtigt werden. Die Reproduzierbarkeit der berührungslos ermittelten Messergebnisse wie Ophir jetzt anhand von Vergleichsmessungen im Labor nach [1].

2. Basis der Vergleichsmessungen

In allen Tests, die im Rahmen der Untersuchungen durchgeführt wurden, kam ein alta Prime 1kW Single Mode Faserlaser von nLight, Vancouver zum Einsatz. Eine vertikale Strahlführung mit einer Kollimierlinse mit einer Fokusslänge von 30mm und einer Fokussierlinse mit einer Fokusslänge von 125mm wurde genutzt, um die Kaustik dieses 1070nm +/- 10nm Faserlasers zu erzeugen. Der Laser wurde im Dauerstrich-Modus betrieben und während der Messungen zu keiner Zeit verändert.

Um die Ergebnisse zu bewerten, die das berührungslose Strahlprofilmessgerät liefert, wurden diese mit zwei anderen Messprinzipien verglichen:

Schlitzbasierte Messung mit einem NanoScan Strahlprofilmessgerät (NanoScan 2s Ge/9/5)

Die mechanische Konfiguration der zentralen Komponenten eines schlitzbasierten Sensors besteht aus

der Scantrommel mit Encoder und Motor für die optische Position, Scan-Schlitzen sowie einem großflächigen monolithischen Sensor. NanoScan ist mit Silizium-, Germanium- oder pyroelektrischen Sensoren verfügbar. Der NanoScan, der für diese Messungen genutzt wurde, verwendete einen pyroelektrischen Sensor. Die Scan-Schlitze waren 9mm lang und 5µm breit.

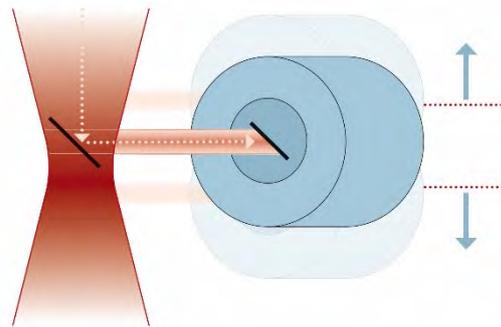


Abbildung 1: Prinzip einer schlitzbasierten Messung

Kamerabasierte Messung mit hochauflösender SP920 Silizium CCD-Kamera

Der untersuchte Laserstrahl trifft direkt auf den CCD- oder CMOS-Sensor des kamerabasierten Strahlprofilmessgeräts. Je nach Strahl ist eine Verstärkung oder Abschwächung erforderlich, um das optische Signal im linearen Bereich des Matrixsensors zu halten. Die verwendete Kamera nutzt einen Sony ICX274 Sensor. Der Pixelabstand und damit die optische Auflösung des Systems basiert auf den Mikrolithographie-Techniken, die zur Herstellung des Sensors verwendet werden.

Misst man die Strahlbreite mit dieser Technologie, erhält man Genauigkeiten von 1 bis 3 %. Diese werden durch verschiedene Parameter beeinflusst, z.B. vom Abstand zwischen Sättigungslevel der Kamera und Intensität des auftreffenden Strahls, der Zahl der vom Strahl abgedeckten Pixel, der Art der zur Messung eingesetzten Algorithmen oder auch der Software-Aperturen, die genutzt werden, um die Zahl der Datensätze zu minimieren. Die Auswertung der Messergebnisse erfolgt mit der BeamGage Software.

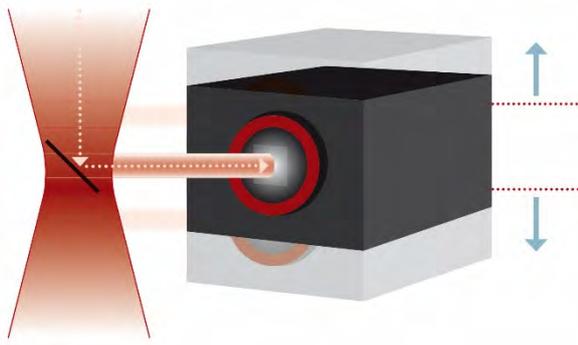


Abbildung 2: Prinzip eines kamerabasierten Systems

Berührungslose Messung basierend auf der Rayleigh-Streuung mit BeamWatch AM

Eine neue Technologie ermöglicht die berührungslose Messung des Laserstrahls im Bereich der Additiven Fertigung. Die Messtechnik basiert auf der Messung der Rayleigh-Streuung. Die Rayleigh-Streuung bezeichnet die elastische Streuung elektromagnetischer Wellen an Teilchen, deren Durchmesser im Vergleich zur Wellenlänge λ klein ist, wie z.B. Sauerstoff- oder Stickstoff-Moleküle in der Luft. Das elektrische Feld der Laserstrahlung induziert eine Oszillation des Dipolmoleküls bei der Laser-Frequenz und führt so zu einer elastischen Streuung der gleichen Frequenz. Die Stärke der Rayleigh-Streuung lässt sich von der Hertz'schen Dipoltheorie ableiten und in folgender Gleichung darstellen [1]:

$$I = I_0 \frac{8\pi^4 N \alpha^2}{\lambda^4 R^2} (1 + \cos^2 \theta)$$

mit Anzahl der Streukörper (N), der Polarisierbarkeit (α), der Laserwellenlänge (λ), dem Abstand des Streukörpers (R) und dem Streuwinkel (θ).

Da in dem Messgerät die Rayleigh-Streuung von der Seite betrachtet wird, beträgt der Streuwinkel $\theta = 90^\circ$. Die Polarisierbarkeit α kann einen wichtigen Einfluss bei polarisiertem Laserlicht haben, spielt aber bei den typischerweise unpolarisierten Faser- und Diodenlasern keine Rolle. Für die Messung des Laserstrahls ist die starke Abhängigkeit der Wellenlänge ($1/\lambda^4$) von großer Bedeutung. Die gestreute Intensität liegt in der Größenordnung von 10^{-6} bei einem Laserstrahl mit der Wellenlänge von 1070nm. Standard CCD- oder CMOS-Kameras benötigen für eine Bildaufnahme bei Bildraten von 10Hz bzw. 100ms Belichtungszeit eine Rayleigh-Streuung, die bei einer Laserleistungsdichte von 2×10^6 W/cm² erzeugt wurde. Diese Leistungsdichte kann bei fokussierten kW-Laserstrahlen problemlos erreicht werden, z.B. bei 1kW Laserleistung und 50 μ m Strahldurchmesser. Das gestreute Laserlicht wird von der Seite mit einem telezentrischen Linsenaufbau auf eine CCD- oder CMOS-Kamera abgebildet.

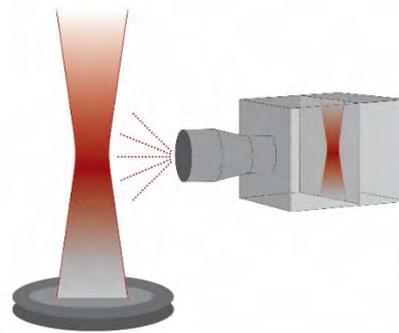


Abbildung 3: Aufbau zur Messung der Rayleigh-Streuung

Jeder einzelne Pixel in einer Zeile der CCD-Kamera detektiert das gestreute Licht als einen Intensitätsmesspunkt im Strahlprofil. Mittels einer integrierten Software werden aus diesen Messungen mit hoher Genauigkeit die Strahl- und Strahlqualitätsparameter inklusive Fokusedurchmesser, Fokusposition, Divergenz, Elliptizität, $M^2(1/k)$ sowie Strahlparameterprodukt (BPP) berechnet.

Jede einzelne Zeile der CCD-Kamera liefert ein Intensitätsprofil. Bei typischen CCD- oder CMOS-Kameras mit einer Pixelanzahl von 1090 x 2048 werden so 2048 Einzelprofile gleichzeitig gemessen. Dieses berührungslose Messprinzip wird bei allen Produkten der BeamWatch Familie angewendet. BeamWatch AM, das speziell für die Anwendung in SLM-Anlagen entwickelt wurde, verfügt zusätzlich über einen kalibrierten, thermischen Leistungssensor. Neben der Leistungsmessung, u.a. zur Ermittlung der Leistungsdichte, dient er gleichzeitig als Strahlfalle.



Abbildung 4: BeamWatch AM

3. Durchführung der Messungen

Mit jedem System wurden zehn Messungen durchgeführt. Diese wurden gemittelt und der Mittelwert wurde mit den Mittelwerten der jeweils anderen Messungen verglichen. Diese Messungen und die Variation der Durchschnitte wurden wiederum mit den Standardabweichungen der anderen Messungen verglichen.

Alle Systeme haben die Kaustik des fokussierten Laserstrahls entweder auf einmal oder ohne Verschiebung entlang der Ausbreitungsachse des Laserstrahls erfasst, so dass an nahezu den gleichen Punkten gemessen wurde.

NanoScan X		NanoScan Y	
W_{ox}	0.0604	W_{oy}	0.0600
Θ_x	0.0244	Θ_y	0.0248
M_x^2	1.0719	M_y^2	1.0826
Z_{rx}	2.4744	Z_{ry}	2.4205

BeamGage X		BeamGage Y	
W_{ox}	0.0610	W_{oy}	0.0598
Θ_x	0.0238	Θ_y	0.0244
M_x^2	1.0574	M_y^2	1.0619
Z_{rx}	2.5600	Z_{ry}	2.4468

BWAM X		BWAM Y	
W_{ox}	0.0590	W_{oy}	0.0601
Θ_x	0.0235	Θ_y	0.0235
M_x^2	1.0073	M_y^2	1.0295
Z_{rx}	2.5110	Z_{ry}	2.5538

Abbildung 5: Mittelwerte der Messungen

4. Korrelation zum ISO Standard 11146-1

Messungen mit der BeamWatch Technologie entsprechend prinzipiell Messungen mit einem schlitzbasierten Messgerät. Zusätzlich bestehen die Kamerabilder, die für die BeamWatch Analysen verwendet werden, aus hunderten individuellen schlitzbasierten Messungen. Jede Datenzeile des Kaustikbildes wird als Äquivalent einer schlitzbasierten Messung auf der entsprechenden Kaustikebene betrachtet. Die Messung der Strahlausbreitung gemäß ISO 11146-1 erfordert die Erfassung einer zweiten Aufnahme („Second Moment Results“) der Strahlbreite. ISO 11146-3:2004(E) bietet alternative Messmethoden, darunter auch die hier dargestellte schlitzbasierte Messung. Verwendet man die Gleichungen 63 und 69 der ISO 11146-3:2004(E), lassen sich schlitzbasierte Messungen in solche „Second Moment Results“ konvertieren. Die hier präsentierten Ergebnisse wurden basierend darauf und somit in Übereinstimmung mit dem ISO-Standard ermittelt.

5. Fazit

Die Messungen, die mit dem berührungslos arbeitenden BeamWatch AM Messgerät durchgeführt wurden, entsprechen allen Anforderungen des ISO 11146-Standards inklusive den „Second Moment Results“ mit schlitzbasierten Messungen. Die maximale Abweichung vom Durchschnitt für jeden der gemessenen Parameter ist kleiner 3,75%. Zwischen den Ophir Messgeräten, die auf drei unterschiedlichen Technologien basieren, gibt es eine weitreichende Konsistenz. Diese Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass die auf der Rayleigh Streuung basierende Technologie eine zuverlässige Messmethode darstellt, um

wichtige Strahlparameter eines fokussierten Laserstrahls - darunter die Strahlqualität - zu ermitteln. Obwohl es in der Norm keine offizielle Beschreibung gibt, wie der Rayleigh Standard für die Strahlprofilmessung genutzt werden kann, können die Anwender von Hochleistungslasern sicher sein, dass die mit einem BeamWatch System erzielten Messergebnisse verlässlich sind und den Ergebnissen anderer Messmethoden entsprechen oder diese übertreffen.

Über die offensichtliche Kompatibilität der Messergebnisse, die auf Rayleigh Streuung basieren, bis hin zu einem besseren Verständnis für die Funktionsweise von Hochleistungslasern - die Messgeräte liefern deutliche Vorteile:

1) Rayleigh Streuung verhält sich proportional zum inversen Quadrat der Wellenlänge, so dass sich die Streuung von Quellen mit 1030 – 1080nm messen lässt, sichtbare und UV-Quellen liefern noch ein um einige Größenordnungen höhere Signalstärke

2) Bei der berührungslosen Messung selbst gibt es keine beweglichen Teile und keine Interaktion mit dem Laserstrahl, so dass die vorbeugende Wartung gering ist und keine Teile wie Strahlteiler oder Abtaster verschleifen.

3) Der einfache Messaufbau verbessert die Datenintegrität und die Vergleichbarkeit der Daten steigt – auch bei Messungen durch verschiedene Personen zu verschiedenen Zeiten oder an unterschiedlichen Orten.

Diese neue Anwendung des Phänomens der Rayleigh Streuung im Selective Laser Manufacturing bietet die Möglichkeit, die Leistungsfähigkeit eines fokussierten Laserstrahls selbst bei hohen Leistungen schnell und wiederholbar zu ermitteln.

Literaturverzeichnis

- [1] Simmons, J./Kirkham, K.: ISO compliance of non-contact, real-time beam analysis, 2019, <https://www.ophiropt.com/laser--measurement/knowledge-center/article/13236>

TRANSIENT INVESTIGATIONS OF SPATTER BEHAVIOR DURING LASER BEAM MELTING

Andreas Wimmer, Adrian Schuler, Michael F. Zäh

Technical University of Munich, TUM Department of Mechanical Engineering, Institute for Machine Tools and Industrial Management, Boltzmannstr. 15, 85748 Garching, Germany

Additive Manufacturing (AM) is increasingly employed for series production. An enhancement of the component quality and the process robustness is necessary for the future success of AM. Spatter particles from the melt pool, which are deposited on the powder bed, are among the main causes of increased porosity and surface roughness in Laser Beam Melting (LBM). This paper demonstrates detailed investigations on spatter formation and propagation during LBM using high-speed thermographic imaging. The influence of process parameters (scanning speed, hatch spacing and type of process gas) on the type and cooling rate of spatters was investigated. It is shown that the influence on the cooling rate of nitrogen is more significant than of argon.

1. Introduction

Additive Manufacturing (AM) and Laser Beam Melting (LBM) in particular streamlines and expedites the process of developing new products. It is a tool for rapid product development and is therefore able to shorten the time-to-market [1]. Despite the ability to produce very complex shapes or geometries, the reproducibility of LBM manufactured parts is improvable. Various parameters influence the quality of parts manufactured by LBM. One of these are the spatters, which are ejected from the melt pool, and re-melted at other areas of the powder bed. During this process, pores are produced and the surface roughness is increased [2]. The quality of additively manufactured parts is also influenced by the process gas, which was only partially investigated [3]. However, the respective influence of the gas in related processes, such as welding, is considered significant for both the process stability and the weld quality. This leads to the presumption that the influence of the process gas during LBM may also be important. The high tendency of the powder to react with the atmosphere and the high temperature of the melt pool are the main reasons for using process gases during LBM [4, 5].

The aim of this paper is to combine investigations on spatters and on the process gas. The melt pool behavior and the spatter dynamics were observed for various laser scanning velocities employing high-speed thermographic imaging. Since argon and nitrogen are the most common process gases for the LBM process [6], their influence was considered as well.

A reduction of large spatter particles is necessary to improve part quality, because they are one of the main reasons for lack of fusion pores [7]. [8] showed that large spatters emerge among other mechanisms during their flight through the process gas. In this short amount of time, some of the particles collide with neighboring ones and form agglomerates. The temperature of the particles is expected to be the driving force for agglomeration.

2. Experimental setup

The experimental setup (c.f. Fig. 1 a)) consisted of two main components, an LBM machine (EOS M270) and a high-speed thermographic imaging system (InfraTec Imager 8300), which allowed investigations on the melt pool and the ejected spatter particles during LBM.

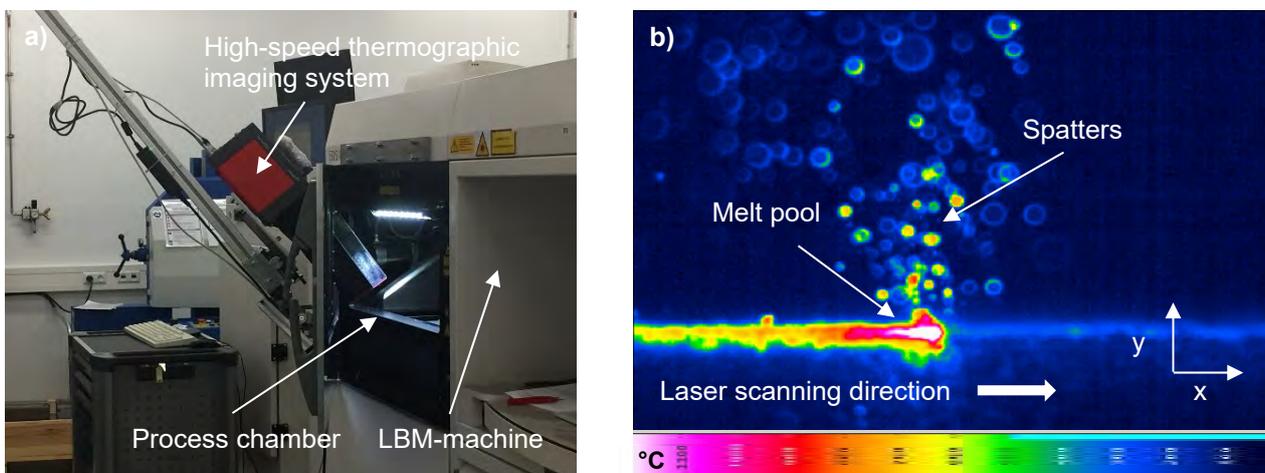


Fig. 1: a) Experimental setup: EOS M270 LBM-machine with high-speed thermographic imaging. b) Example of a thermographic image of the melt pool during the process of LBM.

The spatial dimensions of the melt pool are in the range of micrometers; an enlargement of the optical image scaling was therefore indispensable. A modification of the chamber door was a crucial measure to adequately capture the LBM process zone. An adapter printed by Fused Deposition Modeling (FDM) enabled a projection far into the process chamber of the LBM machine. Furthermore, laser safety and gas tightness were ensured.

A major advantage of high-speed thermographic imaging compared to high-speed imaging in the visible spectrum is that particle movements in the powder bed only have a minor effect on image quality. This allows a detailed differentiation of the different types of spatters that are generated in and around the melt pool: (1) melt-ejection spatter, (2) hot-entrained spatter, and (3) cold-ejection spatter. In this paper, it is focused on type 1 spatters that are ejected from the melt pool.

The experimental procedure included sequential layer-wise, high-speed thermographic imaging of the melt tracks during LBM (c.f. Fig. 2). Starting from the building plate, an interlayer with a 300 μm height was built with 15 layers of 20 μm thickness. It was followed by a subsequent experimental layer, in which the standard process parameters were changed. The experimental layer served for high-speed thermographic imaging. In order to ensure the same initial conditions, this experimental procedure was performed for every single parameter variation.

3. Results

The thermographic images were evaluated with the IRBIS 3.1 software. Small deviations in the images were observed for the same parameter combinations. A significant statistical database is particularly important here. To accomplish this, a frame rate of

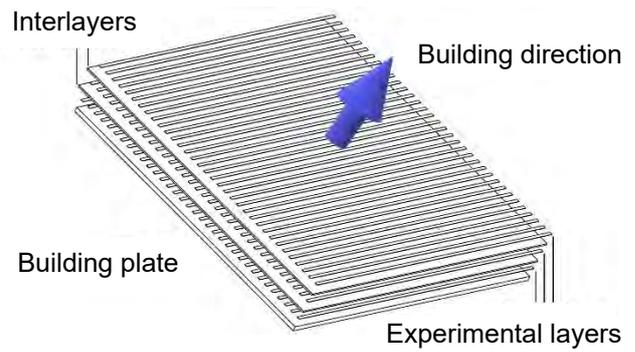


Fig. 2: Schematic representation of the experimental procedure.

661 frames per seconds (fps) was employed to generate several images of a single track. Figure 3 and 4 depict an overview of the thermographic images for the different parameter combinations conducted under a nitrogen and an argon atmosphere, respectively. The laser focus is located in the lower middle section of the image, such that the spatters are in the focus area of the image and their trajectory is still visible. The laser spot moves from left to right.

It can be observed that with increasing scanning speed, the number of spatters within the image section increases. Furthermore, upwardly extended melting areas at hatch spacing $h = 50 \mu\text{m}$ during high scanning speeds v are noticeable. In an argon atmosphere, this effect is apparent at $v = 770 \text{ mm/s}$ and is strongly pronounced at $v = 900 \text{ mm/s}$. In nitrogen, an expansion of the melting area can be seen from $v = 500 \text{ mm/s}$. Due to the laser spot diameter of 80 μm , the reheated melt track by the laser beam causes an overlapping of the melt pools. The recurring energy input in the immediate vicinity might explain that the melt pool expands and flows into still unsolidified areas of the powder layer. The uncontrolled escape of the melt pool must be avoided in

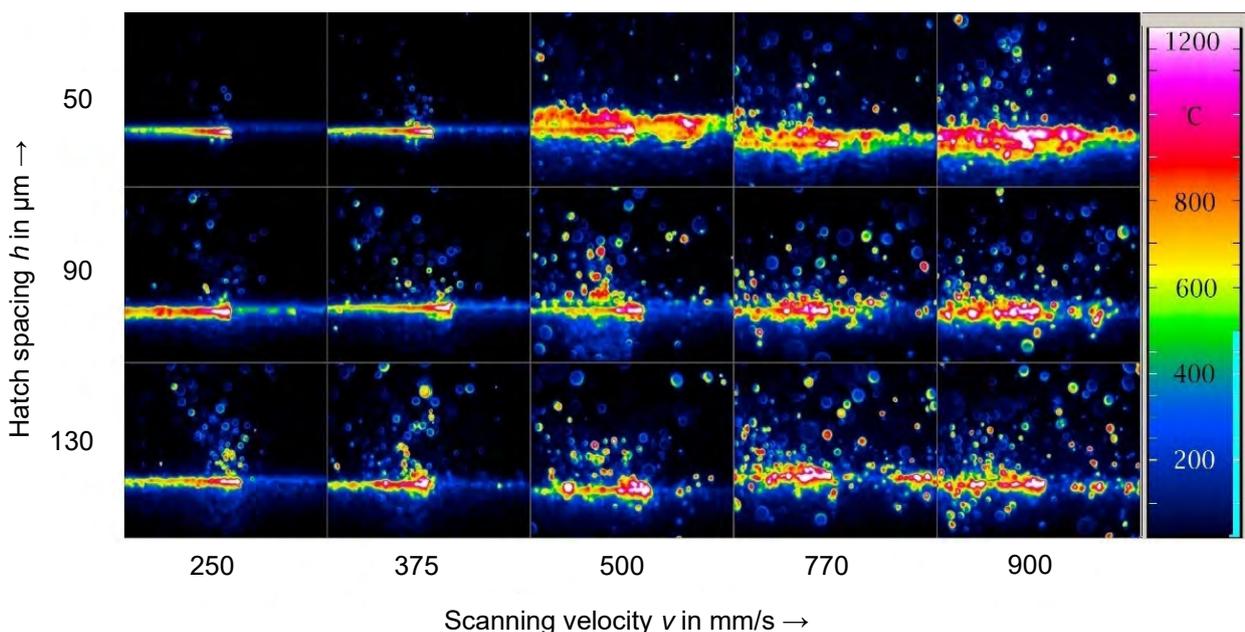


Fig. 3: Overview of the thermographic images for different parameter combinations conducted in a nitrogen atmosphere.

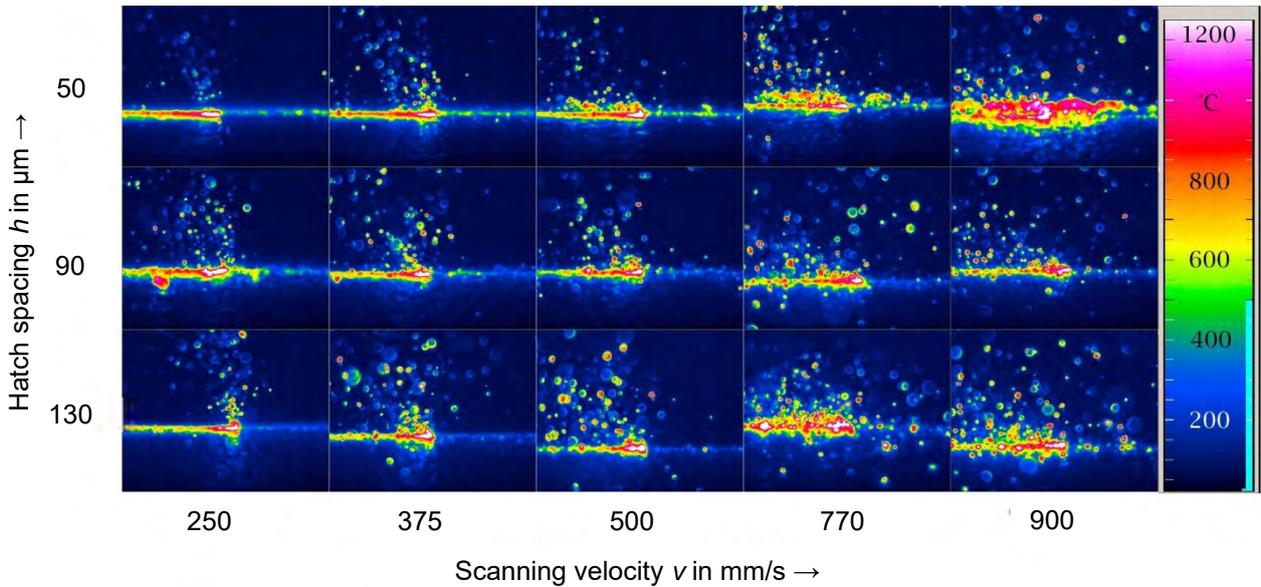


Fig. 4: Overview of the thermographic images for different parameter combinations conducted in an argon atmosphere.

order to achieve uniform component quality.

A distinguishing characteristic between argon and nitrogen atmosphere is the different temperature of the powder beds in the vicinity of the process zone: The temperature in the vicinity of the process zone is lower under nitrogen atmosphere than under argon atmosphere.

As already mentioned, the cooling rate of spatters enables the creation of large spatter agglomerates. The cooling rates of spatters were determined experimentally using high-speed thermographic imaging. The energy input was constant ($h = 90 \mu\text{m}$, $v = 770 \text{ mm/s}$, $P = 125 \text{ W}$) during these experiments. The cooling rates of spatters were analyzed at different velocities. The velocity was calculated by the number of pixels travelled per frame. With the determined size of the pixels and recorded fps, this could be converted into the unit meters per second:

$$\begin{aligned} 1 \text{ pixel} &= 49 \mu\text{m} \times 49 \mu\text{m} \\ 1 \text{ frame} &= 1.51 \text{ ms} \end{aligned} \quad (1)$$

Figure 5 shows the average cooling behavior of the spatters in the respective velocity intervals. The experimental data was fitted with Newton's law of cooling:

$$T(t) = T_s + (T_b - T_s) \cdot e^{-f \cdot t} \quad (2),$$

with the surrounding temperature T_s , beginning temperature T_b , and the cooling factor f . The comparison of Figure 5 a) and b) results in similar findings: Under a nitrogen atmosphere, spatters and powder bed cool down faster than under an argon atmosphere. This finding is crucial for preventing large spatter agglomerates that fuse during their movement. A faster cooling of spatters may contribute to a reduction of agglomerates and therefore also to a reduction of pores.

4. Conclusion

Employing LBM for series production with a high reproducibility is increasingly important for industry. This paper contributes to the context of reduction of the number of large spatters. It was found that the cooling rate, which is crucial for the formation of large

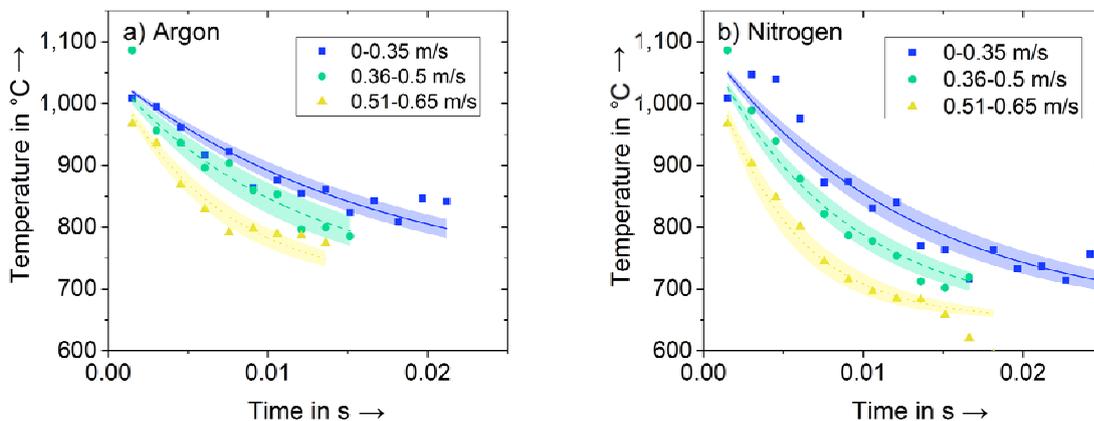


Fig. 5: Comparison of the cooling behavior of spatters at different speed intervals, between argon and nitrogen atmospheres. Colored bands indicate the respective 95 % confidence interval.

spatter agglomerates, is determined by the type of process gas. Cooling rates of spatters under a nitrogen atmosphere are higher compared to an argon atmosphere. Future studies may include detailed investigations on the number of spatters and cooling rates under different process gas flow conditions.

Acknowledgements

This research was supported by the Deutsche Forschungsgemeinschaft, DFG, project number ZA 288/68-1.

Literature

- [1] Wohlers Associates, "3D printing and Additive Manufacturing state of the industry", Wohlers Report 2017, Inc., 2017.
- [2] R. Esmailizadeh, U. Ali, A. Keshavarzkermani, Y. Mahmoodkhani, E. Marzbanrad, and E. Toyserkani, "On the effect of spatter particles distribution on the quality of Hastelloy X parts made by laser powder-bed fusion additive manufacturing", *Journal of Manufacturing Processes*, Volume 37, pp. 11-20, 2019.
- [3] S. Jahn, C. Straube, S. Matthes, R. Kahlenberg, and S. Sändig, "Einfluss der Prozessgase beim Laserstrahlschmelzen", *Schweißen und Schneiden*, vol. 67, no. 7, pp. 372–377, 2015.
- [4] C. Wagner, "Untersuchungen zum Selektiven Lasersintern von Metallen," Dissertation, RWTH Aachen, Aachen, 2003
- [5] I. Gibson, D. W. Rosen, and B. Stucker, "Additive Manufacturing Technologies", Boston, MA: Springer US, 2010
- [6] G. Witt, A. Wegner, and J. T. Sehr, „Neue Entwicklungen in der Additiven Fertigung“, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2015.
- [7] A. R. Nassar, M. A. Gundermann, E. W. Reutzel, P. Guerrier, M. H. Krane, and M. J. Weldon, „Formation processes for large ejecta and interactions with melt pool formation in powder bed fusion additive manufacturing“, *Scientific Reports*, Vol. 9, p. 5038, 2019.
- [8] B. Hoppe and S. Enk, "Schlieren- und Schattengrafie zur Visualisierung der Schutzgasdynamik im Laser Powder Bed Fusion (L-PBF)", *Proceedings of the 16th RapidTech conference*, pp. 197-210, 2019.
- [9] A. Gasper, B. Szost, X. Wang, D. Johns, S. Sharma, A.T. Clare, and I. Ashcroft, "Spatter and oxide formation in laser powder bed fusion of Inconel 718", *Additive Manufacturing*, Volume 24, pp. 446-456, 2018.

LASERSTRAHLVERMESSUNG FÜR HOHE LEISTUNGSDICHTEN

Stephan Holesch, Stefan Wolf, Otto Märten, Reinhard Kramer
PRIMES GmbH, Max-Planck-Str. 2, 64319 Pfungstadt, Germany

Man kann sagen, der Laser wächst mit seinen Aufgaben. Als Werkzeug ist der Laser in verschiedenen Bereichen der Industrie etabliert. Die Anforderungen in Bezug auf Laserparameter sind genauso vielfältig und hoch wie die Genauigkeitsanforderungen an das Gesamtsystem. Grundvoraussetzung für eine gleichbleibend hohe Qualität ist die Fähigkeit, die wesentlichen Prozessparameter messtechnisch zu erfassen. Die Messtechnik wird besonders durch die Kombination aus immer leistungsstärkeren Lasersystemen und relativ kleinem Fokus vor immer neue Herausforderungen gestellt. Mit dem Beitrag der PRIMES GmbH sollen aktuelle Lösungsansätze vorgestellt werden.

One can say that the laser grows with its tasks. As a tool, the laser is established in various areas of industry. The requirements in regards to laser parameters are just as varied and high as the precision requirements for the overall system. The basic prerequisite for consistently high quality is the ability to measure the essential process parameters. Measurement technology is constantly faced with new challenges, especially due to the combination of ever more powerful laser systems and a relatively small focus. The contribution of PRIMES GmbH is intended to present current approaches to solutions.

Jedes Werkzeug muss entsprechend der im Prozess relevanten Anforderungen qualifiziert werden. Für mechanische Verfahren steht, wie im folgenden Beispiel dargestellt, das Werkzeug immer physisch zur Verfügung. Anforderungen an das Werkzeug Laserstrahl sind ausschließlich im Betrieb des Lasers, bei vorliegender Leistung messbar. Genauigkeitsanforderungen an das Messsystem sind dabei nur ein Aspekt der Messung. Ebenso wichtig ist die Fähigkeit unter den vorgegebenen Prozessparametern zu bestehen, um Ergebnisse nahe der Realität zu liefern.

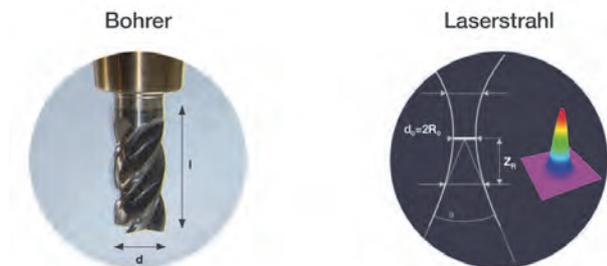


Bild 1: Qualifizieren der Werkzeugeigenschaften

Ziel der PRIMES GmbH ist es, den Laser möglichst umfassend und nah an der jeweiligen Anwendung zu charakterisieren. Der Anwender soll sich ausschließlich auf den Prozess konzentrieren können, um ein optimales Resultat zu erreichen. Alle relevanten Parameter zum Werkzeug Laser müssen daher von der Messtechnik ermittelt und zur Verfügung gestellt werden.

Unter dieser Vorgabe wurde die Produktpalette um den FocusMonitor FM+ erweitert. Der FM+ ist ein opto-mechanisch abtastendes Messsystem. Der Laserstrahl wird mit einer speziellen Messspitze abgetastet, in welcher sich eine kleine Bohrung von typischerweise 20 – 30 µm im Durchmesser befindet (siehe Bild 2). Durch diese Öffnung tritt ein geringer Anteil der Laserstrahlung ein. Mittels zweier Umlenkspiegel wird der Strahlungsanteil auf einen Detektor gelenkt, der je nach Laserleistung und Wellenlänge ausgewählt und konfiguriert wird.

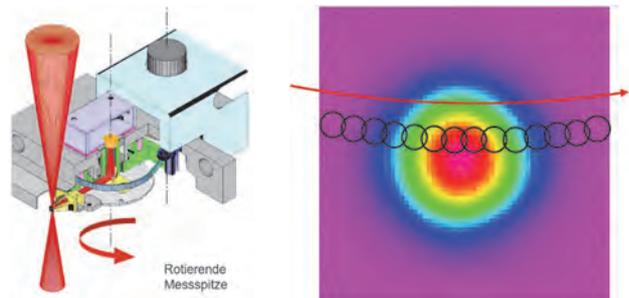


Bild 2: Messprinzip des FM+ - Funktion Horizontalschlitten (links) und Bewegung durch den Laser (rechts)

So können unterschiedliche Laserstrahlquellen und -systeme allein durch optimale Auswahl der Messspitze und des dazugehörigen Detektors bei Laserleistungen im Multikilowatt-Bereich gemessen werden.

Limitiert wird das System durch die Absorption auf der metallischen Messspitze. Diese beträgt auf der Oberfläche etwa 2 – 5 % der eingebrachten Laserleistung. Für hohe Leistungsdichten kann auch bei Umdrehungen von bis zu 7500 U/min der Energieeintrag nicht so weit reduziert werden, um eine Zerstörung der Messspitze zu vermeiden.

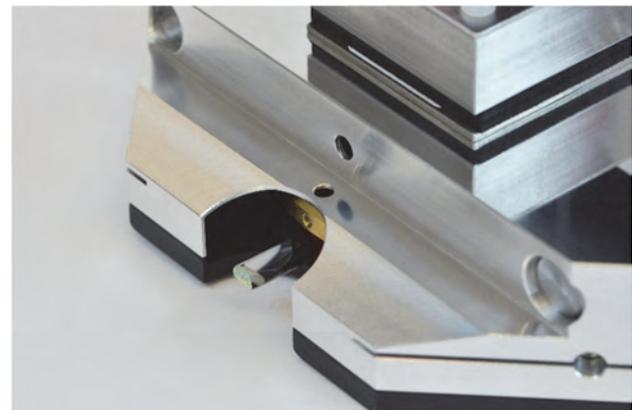


Bild 3: Fused Silica Sensing System

Nimmt man das Laserschneiden mit typischen Prozessparametern im Bereich 8 kW und 200 µm Strahldurchmesser als Beispiel, befindet man sich für den FM+ in einem kritischen Fenster. Unter der Annahme einer Gauß-Verteilung wird die maximale Leistungsdichte von 10 MW/cm² deutlich überschritten. Die Messspitze wird im Verlauf der Messung zwangsläufig zerstört.

Mit der neuesten Innovation in der Reihe des FM+ löst PRIMES mit dem FM+ High Power Density (HPD) dieses Problem und schließt eine Lücke, hin zu den kamerabasierten Messgeräten. Durch das spezielle Design des neuen Messsystems ist es möglich, unter Leistungsdichten bis zu 50 MW/cm² zu messen und auszuwerten. Der Einsatz von Quarzglas an Stelle einer konventionellen Metallmessspitze verringert die Absorption im Substrat auf 0,0001 %. Das Pinhole zum Einkoppeln der Laserstrahlung in das System wird durch einen kleinen Streukörper von circa 30 µm im Durchmesser ersetzt.

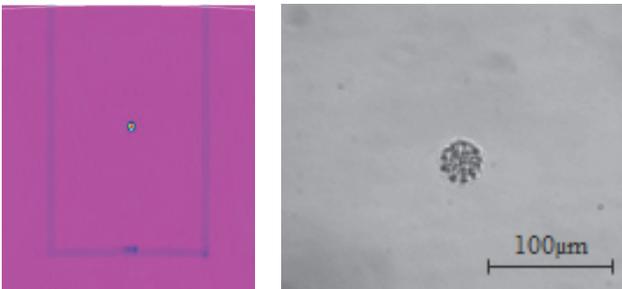


Bild 4: Pinhole dargestellt durch FM+ Messung (links) und als Aufnahme unter dem Mikroskop (rechts)

Der FM+ HPD eignet sich für Messungen im Wellenlängenbereich zwischen 1,0 µm und 1,1 µm für Strahldurchmesser von 100 – 1200 µm bei einem Leistungsbereich von 100 W – 25 kW.

Im Bereich der industriellen Anwendungen bietet der FM+ HPD die Möglichkeit unterschiedliche Prozesse wie zum Beispiel Laserschneiden und -schweißen mit einem einzigen Messgerät vollständig zu erfassen.



Bild 5: Focus Monitor Plus – High Power Density

Kleinere Strahlgeometrien lassen sich bei gleichbleibend hoher Leistung schließlich nur noch durch den Einsatz kamerabasierter Systeme, mit zusätzlicher Abschwächung qualifizieren.

Mit dem nachfolgenden Schema wird ein Überblick über die verfügbaren Messgeräte der PRIMES GmbH für Anwendungen im Bereich fokussierter Strahlen und hoher Leistungsdichten gegeben. Es zeigt den fließenden Übergang zwischen dem Messbereich der opto-mechanischen Messverfahren, hin zu den kamerabasierten Systemen bei kleiner werdendem Strahldurchmesser. Durch das Pinhole mit 20 – 30 µm im Durchmesser sind die FM+ Systeme auf etwa 100 µm Spots begrenzt. Eine gleichbleibend hohe Messgenauigkeit lässt sich sonst nicht gewährleisten. Kleiner werdende Foki lassen sich mit dem HighPower – MicroSpotMonitor – HighBrilliance (HP-MSM-HB), einem kamerabasierten System sauber abbilden.

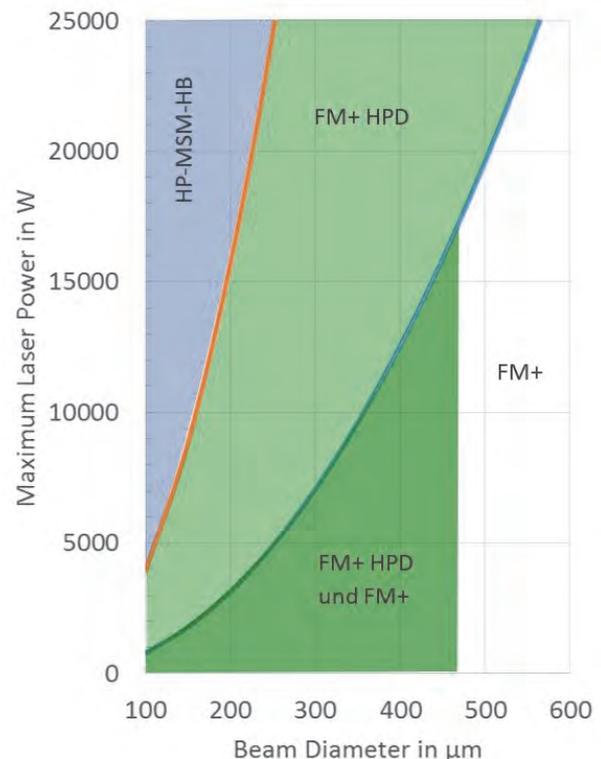


Bild 6: Einsatzbereich FM+ HPD

In diesem System werden 95 % der Laserleistung mit einem Strahlteiler durch das Messobjektiv transmittiert und absorbiert. Die restlichen fünf Prozent werden im Messobjektiv weiter abgeschwächt und durch intern wassergekühlte Absorber vernichtet. Ein Teilstrahl mit wenigen Milliwatt Leistung wird auf den CCD-Sensor vergrößert abgebildet. Damit ist man in der Lage kleine Strahldurchmesser bis zu 20 µm zu erfassen.

Abschließend lässt sich der FM+ HPD als notwendige Antwort auf einen Markt beschreiben, der bei gleichbleibend hoher Strahlqualität immer höhere Ausgangsleistungen zur Verfügung stellt.

Wir freuen uns auf Ihr Feedback, Fragen und spannende Diskussionen auf der 11. Lasertagung 2019 in Mittweida.

SEKUNDÄREMISSIONEN BEI DER ULTRAKURZPULSLASERBEARBEITUNG

Roswitha Giedl-Wagner, Michael Prasser, Markus Brand
GFH GmbH, Großwolding 5, 94469 Deggendorf

Ultrakurzpulslaser sind ein vielseitiges und präzises Werkzeug für eine hochpräzise Bearbeitung vielfältiger Bauteile aus nahezu beliebigen Materialien. Pro Puls wird ein definiertes Volumen verdampft, und die hohe Pulswiederholrate ermöglicht akzeptable Bearbeitungszeiten. Der Wärmeeintrag kann über eine angepasste Prozessführung minimiert werden. Die Bestrahlungsstärken, bei denen bearbeitet wird, liegen aufgrund der kurzen Pulsdauern im Femto- und Pikosekundenregime bei $10^{12}\text{W}/\text{cm}^2$ und höher. Steigende mittlere Leistungen der UKP-Laser eröffnen neue Betätigungsfelder. Im praktischen Einsatz der Lasersysteme zur Materialbearbeitung entstehen dabei Sekundäremissionen, zum einen die Partikelemissionen mit Partikelgrößen deutlich unter $1\mu\text{m}$ und zum anderen eine laserinduzierte ionisierende Strahlung mit Photonenenergien $> 5\text{keV}$. Ergebnisse aus Untersuchungen zu diesen Emissionen bei der Bearbeitung einiger ausgewählter Materialien und die daraus resultierenden Maßnahmen werden in diesem Beitrag vorgestellt.

Ultrashort pulse lasers are a versatile and precise tool for high precision machining of diverse work pieces made from almost any material. Each pulse vaporises a defined volume, and the high pulse repetition rate enables acceptable machining times. The heat input may be minimised by a customised process strategy. The irradiance used for machining lie in the range of $10^{12}\text{W}/\text{cm}^2$ and higher due to the short pulses in the range of femto and pico seconds. An increasing average power of the ultrashort pulse lasers opens up new fields of activity. In the practical use of the laser systems for the machining of material secondary emissions arise, one being the particle emission with particle sizes $< 1\mu\text{m}$ and the other one being the laserinduced ionising radiation with photon energies $> 5\text{keV}$. Results from investigations on these emissions during machining of selected materials and the resulting measures are presented in this article.

1. Einleitung

Ultrakurzpulslaser eröffnen der Industrie vielfältige Möglichkeiten beim Einsatz in der Mikrobearbeitung beliebiger Materialien und ermöglichen die Realisierung innovativer Entwicklungen. Mit der Steigerung der mittleren Leistung der UKP-Laserquellen und der damit einhergehenden Produktivitätssteigerung sind dabei auftretende Sekundäremissionen bei der industriellen Umsetzung zu beachten. In diesem Beitrag werden Ergebnisse vorgestellt, die zum einen die Partikelemissionen betreffen und zum anderen die ionisierende Strahlung, die bei der Laserbearbeitung mit UKP-Lasern auftreten kann.

2. Partikelemissionen

Bei der Herstellung von Mikrostrukturen, -bohrungen oder anderer Geometrien wird das Material beim Einsatz von UKP-Lasern idealerweise verdampft ohne ausgeprägte Schmelzbildung. Handelt es sich dabei um Metalle, Keramiken oder auch Kunststoffe, so setzen sie sich oft aus verschiedenen Bestandteilen zusammen, die bei der Verdampfung freigesetzt werden können. Trockene Metallstäube stellen eine potentielle Gefahr dar, wenn der Laser als Zündquelle unerwünschte Reaktionen befördern kann. Daneben sind das Material und die Größe der entstehenden Partikel für die Beurteilung der Gefährdung und die Einhaltung der Grenzwerte entscheidend [1].

Die hier vorgestellten Untersuchungen wurden in der Präzisionsfertigung der GFH GmbH an den dort betriebenen Anlagen GL.compact und GL.evo durchgeführt. Die Maschinen arbeiten mit Ultrakurzpulslasern mit Pulsdauern von 0,9ps bis 12ps bei mittleren Leistungen von 40W – 100W und Pulswiederholraten von 200kHz. Alle Systeme sind ausgestattet mit integrierten Industrieabsaugsystemen der Fa. TEKA

oder ULT. Für eine definierte Bearbeitung wurden die Prozessparameter optimiert auf verschiedenen Materialien. Eine vorgegebene Geometrie wurde mit einem Galvoscaner abgetragen. Ein flexibler Aufbau ermöglichte es, den Einfluss der Absaugung auf die Partikelausbreitung zu ermitteln. Variiert wurde die Anordnung und Anzahl der Absaugpositionen. Zudem wurde verglichen, ob eine Einhausung der Bearbeitungszone die Entsorgung des verdampften Materials verbessert.

Die verwendeten Messgeräte sind in Bild 1 gezeigt. Das TSI 3330 ist ein optisches Partikelgrößenmessgerät für Partikelgrößen von 300nm – $10\mu\text{m}$. Das TSI 3910 ist ein Kondensationspartikelzähler, der den unteren Bereich von 10nm bis 420nm abdeckt. Zusätzlich kam ein tragbares Partikelmessgerät zum Einsatz, das DiscMini von Testo mit einem Messbereich von 10nm bis 700nm. Die Emissionen wurden in 45mm Abstand zur Bearbeitung und an der Tür ermittelt. Zum Abgleich wurde jeweils in Referenzmessungen die Hintergrundbelastung vor der Laserbearbeitung ermittelt.



Bild 1: Verwendete Messgeräte
TSI 3330 Partikelgrößenmessgerät (links);
TSI 3910 Kondensationspartikelzähler (rechts)

Die Ergebnisse der Untersuchung zeigen neben dem Materialeinfluss deutlich den Einfluss der Absaugung

auf die Partikelkonzentration. Bild 2 zeigt exemplarisch die gemessene Partikelkonzentration in Abhängigkeit von der Partikelgröße ohne und mit Absaugung. Der Haupt-Anteil der Partikel liegt bei der vorliegenden Bearbeitung unter 500nm Durchmesser und ist somit aveolengängig. Es ist klar zu erkennen, dass die Konzentration der Partikel ohne Absaugung weit über den Werten liegt, die mit einer effizienten Absaugung erzielt werden können. Mit Absaugung liegen die Werte deutlich unter den Grenzwerten für A-Staub von $1.25\text{mg}/\text{m}^3$. Die Bearbeitung wurde mit einem Pikosekundenlaser bei 1064nm durchgeführt ($180\mu\text{J}$, $1\text{m}/\text{s}$, 200kHz).

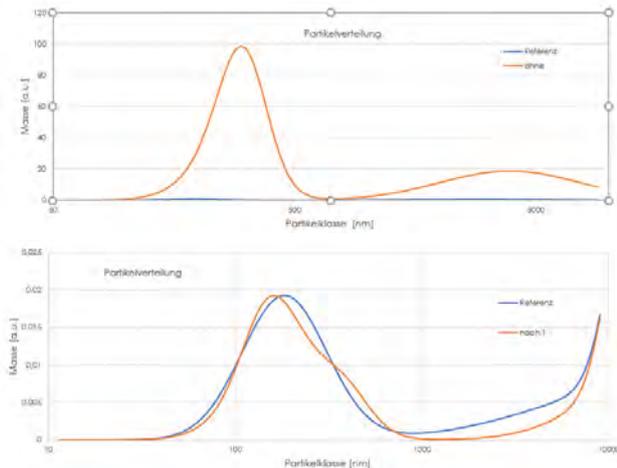


Bild 2: Partikelverteilung bei der Keramikbearbeitung ohne (oben) und mit Absaugung (unten)

Eine weitere Verbesserung der Erfassung der Partikel kann selbst mit einer einfachen Einhausung der Bearbeitung erzielt werden. Damit lässt sich ein größerer Teil des verdampften Materials im Absaugfilter sammeln. Parallel durchgeführte Messungen im Raum und mit Sonden am Personal zeigten, dass die Absaugung ihren Zweck erfüllt und die Partikelkonzentration der untersuchten Stoffe weit unter den zulässigen Grenzwerten (Faktor 10 und mehr) liegt.

Eine Erkenntnis, die in den Versuchen bestätigt wurde, war der Einfluss der Absaugung auf die Bearbeitungsqualität. Ohne Absaugung muss mit teilweiser Abschirmung bzw. Streuung des Bearbeitungsstrahls gerechnet werden, bei einseitiger Absaugrichtung kann sowohl die Abtragsgeometrie leiden als auch die Abtragsrate beeinträchtigt werden.

Die Untersuchung beschäftigte sich mit der Partikelkonzentration und -verteilung. Die materialspezifische Zusammensetzung der Partikelemissionen ist jedoch auch von Interesse, vor allem, wenn es sich dabei um Stoffe handelt, die gesundheitsschädliche Wirkungen nach sich ziehen können und für die sehr niedrige Grenzwerte gelten oder nur Toleranzgrenzen existieren. Auf diesem Gebiet besteht noch Handlungsbedarf.

3. Röntgenemissionen

Bei der Bearbeitung von Materialien mit Ultrakurz-pulslasern mit Pulswiederholfrquenzen im kHz- und

MHz-Bereich ist mit der Emission laserinduzierter ionisierender Strahlung zu rechnen, wenn Material-abhängige Bestrahlungsstärken überschritten werden [2, 3, 4]. Dabei handelt es sich aufgrund der gepulsten Anregung um gepulste Röntgenstrahlung.

Um die Höhe der gepulsten Emissionen zu ermitteln, eignen sich integrierende Messmittel wie das Dosimeter OD-02 der Fa. Step Messtechnik, das auch in diesen Untersuchungen zum Einsatz kam in einem Abstand von $\geq 200\text{mm}$ von der Bearbeitungszone. Soll auch die spektrale Verteilung der Emission untersucht werden, um z. B. die Schutzumhausung auszuliegen, so ist dazu ein Spektrometer notwendig, z. B. das XR-100CdTe X-Ray Detector von Amptek. Aufgrund der bei den in der Industrie derzeit typischen mittleren Laserleistungen von bis zu 100W und den daraus resultierenden Bestrahlungsstärken deutlich unter $1 \cdot 10^{15} \frac{\text{W}}{\text{cm}^2}$ liegen die Photonenenergien der laserinduzierten ionisierenden Strahlung im unteren Röntgenbereich. Daher wurde zu Testzwecken ein Silizium-Drift-Detektor der Fa. PNDetector verwendet, der gerade Emissionen zwischen 4keV und 20keV gut erfassen kann.

Ein Beispiel eines Spektrums zeigt Bild 3, das bei der flächigen Bearbeitung von Nitinol aufgenommen wurde (Laser: 1030nm , 100kHz , $5.8 \times 10^{13} \text{W}/\text{cm}^2$, 500fs). Das Material wurde mit den NC-Achsen abgetragen. Der Sensor befand sich in 150mm Abstand zur Bearbeitungszone. Erkennbar sind die charakteristischen Linien für die Legierungsbestandteile Nickel $K\alpha=7.478\text{keV}$ und Titan $K\alpha=4.51\text{keV}$. Es ist zu beachten, dass das Signal den Detektor nicht überfordert und Pile-Up-Effekte vermieden werden, was hier nicht der Fall war. Die Dosisleistung, die mit dem Dosimeter in 200mm Abstand aufgezeichnet wurde, lag über $300\mu\text{Sv}/\text{h}$.

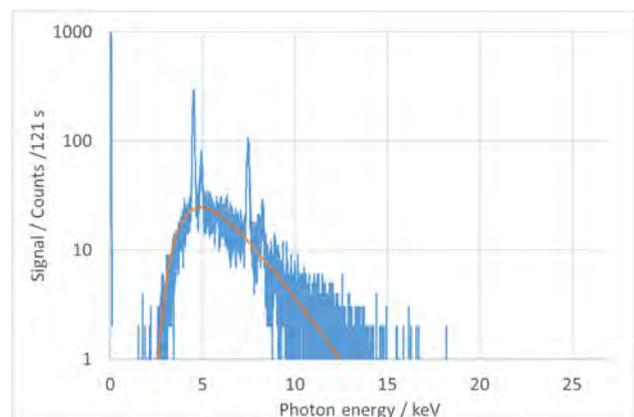


Bild 3: Spektrale Verteilung der Röntgenemissionen beim Laserabtrag von Nitinol

Die laserinduzierte ionisierende Strahlung ist bekanntermaßen abhängig von den Laserparametern sowie den bearbeiteten Materialien [2, 3] und dem Bearbeitungsprozess. Die bei industriellen Anwendungen auftretenden Emissionen sind bei optimierten Prozessparametern für ein gutes Prozessergebnis oft sehr gering oder werden teilweise vom Bauteil selbst

abgeschirmt, z. B. beim Bohren und Schneiden. Daneben gibt es aber auch Verfahren wie das Laserdrehen oder die „tangential“ Bearbeitung, bei der es zum einen möglich ist, Schrump-Schlicht-Prozesse umzusetzen und so auch höhere Pulsenergien zu verwenden. Zum anderen ist die Ausbreitung der Strahlung und auch die Erfassung mit dem Dosimeter sehr gut möglich. Da für alle Fälle keine Gefährdung für den Betreiber der Laseranlagen entstehen darf, ist es daher notwendig, die Prozess-Szenarien hinsichtlich der Erzeugung ionisierender Strahlung zu evaluieren.

Bild 4 zeigt hier exemplarisch die bei den verschiedenen Prozessschritten entstehende Dosisleistung bei der Bearbeitung von Titan mit einem TruMicro FE (1030nm, 100mm Brennweite, 150µJ max., 200kHz). Die Spitzen lassen sich mit Einstech- bzw. Zustellschritten in Verbindung bringen.

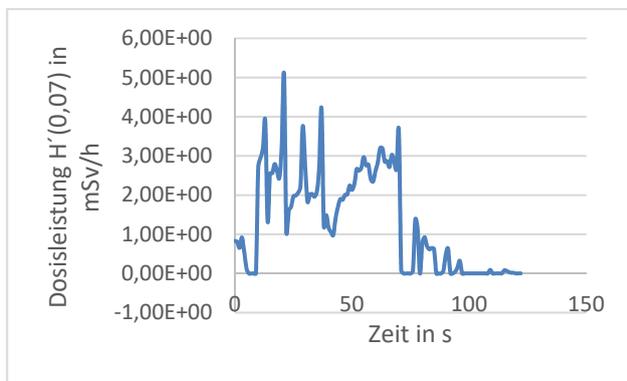


Bild 4: Dosisleistung (Hautdosis) beim Laserdrehen von Titan, aufgezeichnet mit dem OD-02 in 300mm Abstand

Die Reaktionszeit des Dosimeters OD-02 ist jedoch in vielen Fällen zu langsam, um die Emissionen in „Echtzeit“ wiederzugeben. Das Signal am Spektrometer hängt ebenfalls von der Anzahl der Counts ab, die pro Zeiteinheit erfasst werden.

Ein noch wenig untersuchter Parameter ist der Einfluss der Pulsdauer auf die Röntgenemissionen. In Tabelle 1 sind die Dosisleistungen bei sonst gleichen Bearbeitungsparametern (1030nm, 180µJ, 100kHz) eingetragen. Wie zu erwarten, steigt die Dosisleistung mit zunehmender Bestrahlungsstärke, die mit den kürzeren Pulsen steigt. Bei längeren Pulsen mit > 6ps ist bei den üblichen mittleren Leistungen von weniger als 50W kaum eine Emission zu messen.

Tabelle 1: $H'(0,07)$ beim Abtrag von Nitinol mit fs-Pulsdauern

Pulsdauer fs	E_{peak} W/cm ²	$H'(0,07)$ µSv/h
235	1,60E+14	727
500	7,60E+13	109
900	4,20E+13	31,2

Weitere Untersuchungen sind notwendig, um diesen Einfluss zu verifizieren, und auch weitere Laserparameter wie die Bearbeitung mit Burst-Pulsen stehen noch zur Qualifizierung aus, um die Regeln für die

Auslegung der Schutzhäusung und das Vorgehen für die Qualifizierung zu erweitern und abzusichern [5].

5. Zusammenfassung

Partikel- und Röntgenemissionen treten bei der Laserbearbeitung beliebiger Materialien mit dem Ultrakurzpulslaser auf. Die Mechanismen hinter der Entstehung zu kennen, trägt dazu bei, die notwendigen Maßnahmen zu definieren zur Verringerung einer Gefährdung. Im Falle der Partikelemissionen geht die Gefährdung zum einen von der Partikelgröße und –konzentration aus, zum anderen kann die Materialzusammensetzung und mögliche chemische Reaktionen bei der Verdampfung ein Gefährdungspotential darstellen, das es noch zu evaluieren gilt. Was die Röntgenemissionen betrifft, werden im Rahmen eines Forschungsprojektes am BAM und PTB Strahlenschutzszenarien untersucht, aus denen sich Vorgaben für die notwendigen Schutzvorkehrungen ableiten lassen.

Danksagung

Die Arbeiten wurden teilweise im Rahmen des GA 825246 der Initiative der Photonics Public Private Partnership (PPP) aus dem Programm für Forschung und Innovation H2020 ICT 2018 der Europäischen Union gefördert, wofür die Autoren danken.

Literaturverzeichnis

- [1] D. Haase: Partikel- und Röntgenemissionen bei der Bearbeitung mit fs-Lasern; Tagungsband LEF 2017
- [2] H. Legall, Ch. Schwanke, J. Bonse: The influence of processing parameters on X-ray emission during ultra-short pulse laser machining; Appl. Phys. A (2019) 125:570
- [3] H. Legall, Ch. Schwanke, S. Pentzien, G. Dittmar, J. Bonse, J. Krüger: X-ray emission as a potential hazard during ultrashort pulse laser material processing; Appl. Phys. A (2018) 124:407
- [4] R. Weber, R. Giedl-Wagner, D. J. Förster, A. Pauli, Th. Graf, J. E. Balmer: Expected X-ray Dose Rates Resulting from Industrial Ultrafast Laser Applications; Appl. Phys. A (2019) 125:635
- [5] H. Legall, Ch. Schwanke, J. Bonse, J. Krüger: X-ray emission during ultrashort pulse laser processing; Proc. SPIE 10908, Frontiers in Ultrafast Optics: Biomedical, Scientific, and Industrial Applications XIX, 1090802 (4 March 2019)

ULTRASHORT PULSED LASER SURGERY FOR COLORECTAL CANCER TREATMENT

Rainer Beck¹, Thomas Maisey², Mike Shires³, David Jayne², Duncan Hand¹, Jonathan Shephard¹

1. Institute of Photonics and Quantum Sciences, Heriot-Watt University, Edinburgh, EH14 4AS, UK
2. Leeds Institute of Medical Research, University of Leeds, Leeds, LS9 7TF, UK
3. Leeds Institute of Cancer and Pathology, University of Leeds, Leeds, LS9 7TF, UK

The successful colonic epithelial laser ablation by means of picosecond laser pulses is presented as a potential alternative to overcome limitations of conventional diathermic techniques in terms of precision and thermal damage. The laser enables a precise mucosal resection of cavities with comparable thickness to early stage colorectal cancer. Robust process parameters are demonstrated for a wavelength of 1030 nm that enable an accurate control of the ablation depth by means of the pulse energies. The corresponding histology sections exhibit in both cases only minimal collateral thermal damage and tissue denaturation.

1. Introduction

The surgical application of lasers in medicine is a rapidly growing field and a variety of surgical laser treatments are well established, amongst others in dermatology [1], ophthalmology [2], and the ear, nose and throat (ENT) area [3]. Conventional laser surgery techniques typically use continuous wave (cw), longer pulsed or nanosecond pulsed laser sources where the laser-tissue interaction is based on linear absorption and thermal ablation (see [4] and [5]). Heat diffusion results in collateral damage to the surrounding tissue and severely limits the precision of the ablation. Ultrashort pulsed lasers with high intensity offer the distinct advantage of nonlinear absorption processes and enable a predominantly non-thermal ablation regime with significantly increased surgical precision (for further details see [6]). To date, endoluminal surgery for the treatment of early stage colorectal cancer is typically based on electrocautery tools which imply restrictions on precision and the risk of harm through collateral thermal damage to the healthy tissue. As potential alternative to mitigate these we present initial results on the successful laser resection of pig intestine with high accuracy and only very minimal impact on the surrounding tissue by means of ultrashort laser pulses.

2. Experimental setup and methodology

An industrial picosecond laser machining workstation, TRUMPF TruMicro 5x50, with a pulse duration of 6 ps is used. This system can be operated at pulse repetition rates between 1 and 400 kHz and pulse energies up to 120 μ J can be generated. The laser beam is focused onto the tissue and scanned across its surface by means of a galvanometer scan-head (figure 1). A detailed description of the resulting laser-tissue interaction for ultrafast laser pulses and the plasma-mediated ablation process can be found in [5] and [6]. In vitro experiments on fresh pig intestine samples are presented which is a very useful tissue model in this context [7]. The samples are kept in Phosphate-buffered saline solution between the sample extraction and the experiments. The histology

(5 μ m tissue sections) is based on formalin fixation, routine processing and staining using Haematoxylin and Eosin.

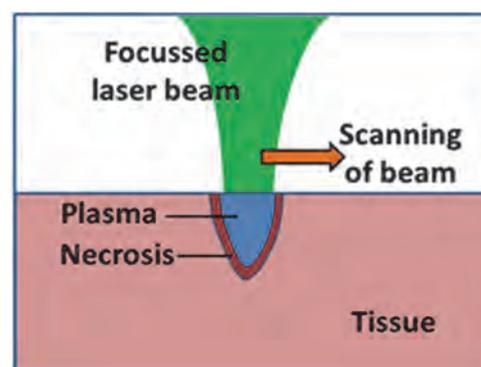


Fig. 1: Schematic of laser-tissue interaction

3. Ultrashort pulsed laser ablation at 1030 nm

In order to optimise the laser parameters for ablation, linear raster scans were performed (see figure 2a) with different spot separations, pulse energies and pulse repetition rates. The picosecond laser was operated at its fundamental wavelength of 1030nm and the focused spot diameter on the tissue was \sim 30 μ m. This enables to assess a variety of different laser fluences. A repetition rate of 1 kHz with a spot overlap of 90% between successive laser pulses, i.e. scanning the beam at a speed of 3 mm/s across the substrate and a separation of 3 μ m between the individual lines, resulted in the ablation of well-defined square cavities (figures 2 b) – d). The distortion of the square shape of the scanned areas arose during the glutaraldehyde fixation and the standard critical point drying process. The overall ablation depth can be well controlled by the pulse energy of the laser (see figure 3) whilst keeping all other laser parameters constant. This is a self-limiting process and enables to resect deeper cancerous lesions using multiple iterations at pulse energies between 70 and 80 μ J.

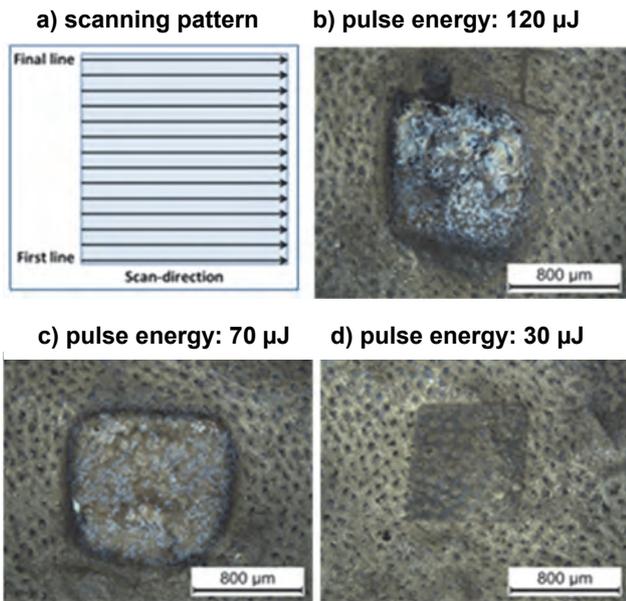


Fig. 2: Laser ablation at 1 kHz repetition rate: a) spiral scanning pattern, b) - d) micrographs for different pulse energies.

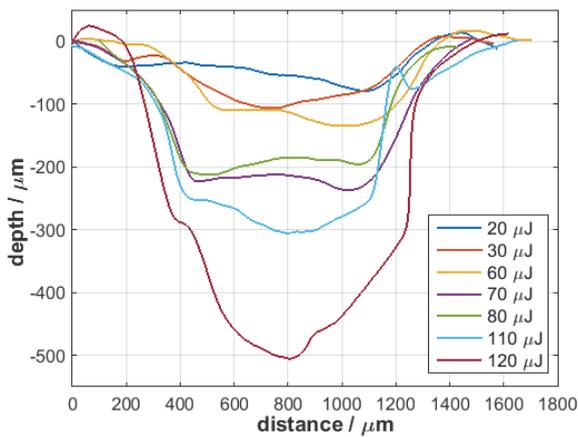


Fig. 3: Horizontal cross-sections through centre of ablated cavities for different pulse energies and a repetition rate of 1 kHz.

Figure 4 shows micrographs for ablation using an outward spiral scanning pattern. Same as before at a laser repetition rate of 1 kHz and a scanning speed resulting in an overlap of 90% between successive laser pulse was found to result in clear and well defined circular cavities. The average depth for the micrographs shown in figures b), c) and d) is $\sim 350 \mu\text{m}$, $\sim 200 \mu\text{m}$ and $\sim 50 \mu\text{m}$ respectively and can be controlled by the pulse energy.

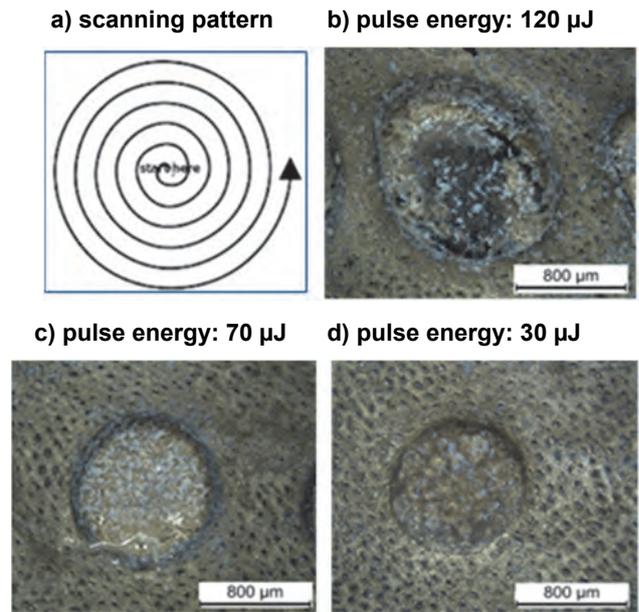


Fig. 4: Laser ablation at 1 kHz repetition rate: a) spiral scanning pattern, b) - d) micrographs for different pulse energies.

With regards to a potential application of picosecond laser resection in real surgery the total ablation time and the material removal rate are critical. Figure 5 shows the surface profiles for resected circular cavities using a laser repetition rate of 20 kHz. As a consequence, the total processing time can be reduced by a factor of 20 compared to the previous case. The pulse energy and the laser fluence was constant in all cases, however, different scanning strategies were applied. The resulting cavity depth varies significantly between $50 \mu\text{m}$ and $1100 \mu\text{m}$ depending on the scanning approach.

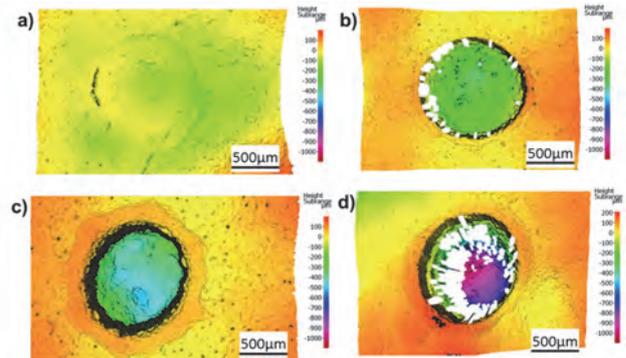


Fig. 5: Surface profiles for laser resection at 20 kHz repetition rate for a constant laser fluence and different scanning strategies. The white areas in d) are missing data points due to the high gradient of the cavity.

4. Summary and conclusions

In this paper, we present the successful colonic epithelial laser ablation by means of picosecond laser pulses on ex vivo pig intestine. The laser enables a precise mucosal resection with minimal collateral thermal damage and tissue denaturation. Robust process parameters are demonstrated that enable an accurate control of the ablation depth by means of the pulse energies. For increased laser repetition rates, more advanced scanning strategies need to be applied for a well-defined and efficient tissue removal. Overall, ultrafast laser machining has the potential to overcome existing limitations of surgical procedures when using electrocautery tools.

Acknowledgements

This work was supported by the UK Engineering and Physical Sciences Research Council (EPSRC) grant reference number EP/N02494X/1.

References

- [1] F. Fankhauser, and S. Kwasniewska, "Lasers in Ophthalmology: Basic, Diagnostic, and Surgical Aspects: a Review," (2003).
- [2] E. L. Tanzi, J. R. Lupton, and T. S. Alster, "Lasers in dermatology: four decades of progress," *Journal of the American Academy of Dermatology*, 49(1), 1-34 (2003).
- [3] R. H. Ossoff, J. A. Coleman, M. S. Courey et al., "Clinical applications of lasers in otolaryngology—head and neck surgery," *Lasers in surgery and medicine*, 15(3), 217-248 (1994).
- [4] L. S. Bass, and M. R. Treat, "Laser tissue welding: A comprehensive review of current and future," *Lasers in surgery and medicine*, 17(4), 315-349 (1995).
- [5] C. L. Hoy, O. Ferhanoglu, M. Yildirim et al., "Clinical Ultrafast Laser Surgery: Recent Advances and Future Directions," *Selected Topics in Quantum Electronics, IEEE Journal of*, 20(2), 242-255 (2014).
- [6] A. Vogel, and V. Venugopalan, "Mechanisms of pulsed laser ablation of biological tissues," *Chemical reviews*, 103(2), 577-644 (2003).
- [7] A. Ziegler, L. Gonzalez, and A. Blikslager, "Large Animal Models: The Key to Translational Discovery in Digestive Disease Research," *Cellular and Molecular Gastroenterology and Hepatology*, 2(6), 716-724 (2016).

LASERMIKROBEARBEITUNG FÜR MEDIZINISCHE PRODUKTE

Peter Leipe

SITEC Industrietechnologie GmbH, Bornauer Straße 192, 09114 Chemnitz

Die Lasermikrobearbeitung kommt in der Herstellung medizinischer Instrumente zum Einsatz. Besondere Anforderungen im medizinischen Bereich bedürfen präziser Technologien. SITEC integriert als Generalauftragnehmer Lasertechnologien in kundenspezifische Sonderanlagen für den Bereich Medizintechnik.

1. Laser in der Medizintechnik

Die Medizin stellt vielfältige Anforderungen an die Produktion ihrer Instrumente. Mehr als bei allen anderen Branchen zählt die Sauberkeit im Fertigungsprozess. Unterschiedlichste Werkstoffe müssen präzise und in kurzen Taktzeiten bearbeitet werden. Laserverfahren bieten diesbezüglich zahlreiche Vorteile.

Steht die Sauberkeit im Bearbeitungsprozess im Vordergrund, ist die berührungslose Bearbeitung des Werkstoffes ein Vorteil. Materialien oder Hilfsstoffe werden zum Beispiel durch das Laserschweißen nicht verschleppt.

Der Materialbearbeitung ist hinsichtlich der Werkstoffe beinahe keine Grenze gesetzt. Hinzu kommt die hohe Präzision, die mittels Laser ermöglicht wird: So können beispielsweise kleinste Strukturen vom Mikro- bis Zentimeterbereich erzeugt werden.

Lasertechnologie bietet die Möglichkeit zahlreicher Bearbeitungsprozesse, die in diesem Artikel betrachtet werden. Durch die Skalierbarkeit des Energieeintrages, die dosierbare Energiedichte sowie kurze Rüst- und Taktzeiten sind Laserverfahren besonders effizient. In robusten Technologien können Laser ununterbrochen arbeiten und produzieren. Durch hohe Präzision, Reinheit im Verfahren und Anpassungsfähigkeit an die Bedürfnisse der Medizin wurde Laser zu einer zukunftsweisenden Technologie in der Medizintechnik.

2. Lasermikrobearbeitung und Technologien bei SITEC

Die SITEC Industrietechnologie GmbH steht für technologische Innovationen im Bereich automatisierter Fertigungssysteme und der Serienfertigung von Präzisionsbauteilen. Namhafte Hersteller medizinischer Produkte wie B. Braun, Pari und Olympus vertrauen auf die Kompetenzen des Unternehmens.

Im Bereich der Medizintechnik arbeitet SITEC unter anderem mit den Verfahren Laserschneiden, Laserschweißen, Laserhärten, Laserbohren, Laserabtragen und Laserstrukturieren. In enger Zusammenarbeit mit dem Kunden plant und fertigt SITEC als Generalauftragnehmer entsprechend den gewünschten Produktanforderungen prozessorientierte und effiziente Anlagen.

2.1 Laserschneiden

Das Verfahren Laserschneiden kommt vor allem in der Herstellung von Instrumenten für die minimalinvasive Chirurgie zum Einsatz. Hierbei werden zum Beispiel 2,5D-Geometrien im 1/10 mm-Bereich in dünnwandige Materialien gearbeitet. Das Werkstoffspektrum reicht von hochlegierten Stählen bis zu Kunststoffen und Verbundwerkstoffen. Zum Beispiel bei der Herstellung von Endoskopschäften oder bei der Erzeugung von Lochbildern in Kanülen wird das Laserschneiden angewandt.



Bild 1: Laserfeinschneiden von Endoskop-Schäften

2.2 Laserschweißen

Der Vorteil des Laserschweißens gegenüber anderen Schweißverfahren ist die minimale Wärmeeinflusszone. Daraus resultieren ein geringer Verzug sowie eine geringe Grundwerkstoffbeeinflussung. Mit dem Verfahren „clean welding by SITEC“, dem Laserschweißen im Unterdruck, wird der Verzug zusätzlich minimiert. Nahezu keine Schweißspritzer, hervorragende Schweißnahtqualitäten und eine geringere Laserleistung bei gleicher Einschweißtiefe kennzeichnen im Vergleich zu konventionell lasergeschweißten Bauteilen unter atmosphärischem Druck die Vorzüge des Verfahrens.

Beim Laserschweißen handelt es sich um eine Schweißtechnologie ohne Verschleiß am Werkzeug. Die hohe Schweißgeschwindigkeit und Genauigkeit befähigen das Verfahren für den Einsatz in der Medizintechnik. Vom Laserschweißen profitieren die Kunden sowohl in der Effizienz des Produktionsprozesses als auch in der Qualität der medizinischen Produkte. Wichtige Faktoren für die Wahl des Verfahrens aus medizintechnischer Sicht sind außerdem eine große schweißbare Werkstoffpalette und die präzise

Positionierbarkeit des Materials und des Lasers.

SITEC integriert das Verfahren auf Wunsch automatisiert in den laufenden Fertigungsprozess. Das Verschweißen von filigranen Kanülen, die Umschmelzung von Kanülen zur Erzeugung definierter Geometrien oder das Laserschweißen von Kanülensystemen für die Fluidführung (Bild 2) zählen zu den Kompetenzen von SITEC. Das Laserschweißen von Kanülensystemen ist eine Einsatzmöglichkeit in der Mikroanalysetechnik. Bei der Herstellung von Medizinprodukten sind Wandstärken des Werkstoffes von 50 bis 200 Mikrometern üblich.

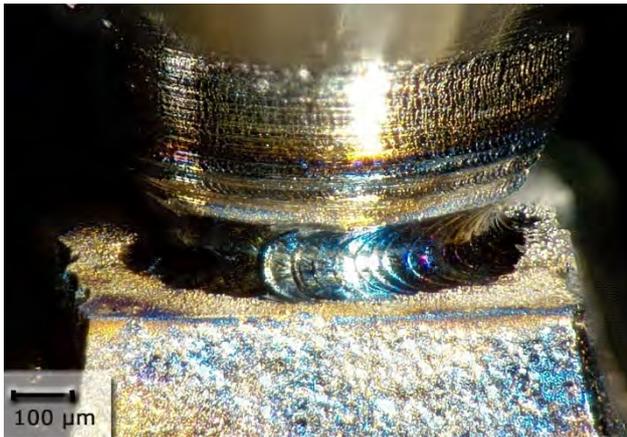


Bild 2: Laserschweißen von Kanülensystemen

2.3 Laserhärten

Im Bereich der Prothetik ist vor allem das Laserhärten von reibungsbeanspruchten Bauteiloberflächen bedeutend. Durch das Härten mittels Laser ist nur ein minimaler Wärmeeintrag im Vergleich mit anderen Härteverfahren nötig. Deshalb ist das Verfahren äußerst verzugsarm. Der Härteprozess ist flexibel auf die medizintechnischen Anforderungen einstellbar. Das betrifft zum Beispiel die Einhärtetiefe, die Geometrie oder den Härteverlauf. Wird lasergehärtet, ist keine Nacharbeit notwendig und das Abschreckmedium sowie das Vakuum, welches bei Alternativverfahren notwendig ist, wird überflüssig. Auch das Laserhärten ist automatisiert in den laufenden Fertigungsprozess durch SITEC integrierbar.

2.4 Laserabtragen

SITEC sieht für die Medizintechnik insbesondere in den Laserabtragverfahren, wie dem Laserbohren und Laserstrukturieren, ein hohes Potenzial für die branchenspezifische Fertigung. Diverse Anforderungen an die Mikrobearbeitung medizinischer Produkte können durch diese Technologien erfüllt werden.

Mit dem Laserbohren werden Funktionsgeometrien erzeugt. Diese werden zum Beispiel in Form von Spinddüsengeometrien für medizinische Fasern und funktionelle Holfasern benötigt. Auch bei der Herstellung von Löchern zur Vernebelung und Verdüsung, Extrudermasken oder Filtern wird sich des Verfahrens bedient. Dieses ermöglicht Rundheiten bei Bohrungen mit Toleranzen im einstelligen Mikrometerbereich und die Genauigkeit der Konzentricität von

Geometrien zueinander ebenfalls in dieser Größenordnung.

Wird die mikrometeregenaue Erzeugung von funktionsbestimmenden Geometrien gewünscht, bietet SITEC die Technologie zum Laserabtragen an. Mithilfe des Verfahrens wird Material zur Funktionalisierung von Oberflächen oder zur 3D-Strukturierung bzw. Herstellung von 3D-Geometrien abgetragen. Angewendet wird diese Technologie unter anderem beim Schneiden oder Freiformflächen, wie Spanleitgeometrien.

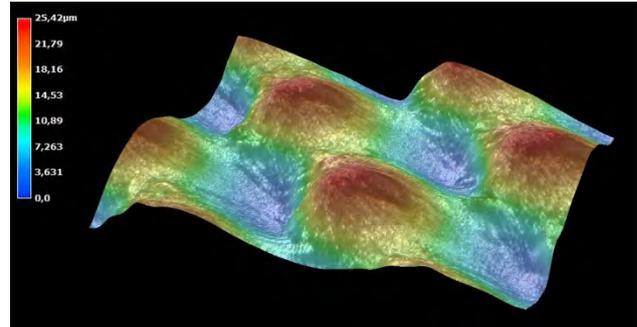


Bild 3: Laserabtragen zur Oberflächenstrukturierung

Wie das Laserabtragen dient auch das Laserstrukturieren zur Erzeugung funktionsbestimmender Oberflächen. SITEC ermöglicht das Strukturieren von Oberflächen auf einer weiten Strukturskala vom Mikrometer- über den Millimeterbereich bis zum Quadratzentimeterbereich. Auch dieses subtraktive Fertigungsverfahren ist an die Produkthanforderungen anpassbar. So sind zum Beispiel das An- und Einwachsverhalten von Implantaten oder die Reibwerte bzw. Rauigkeiten von Oberflächen einstellbar. Bedeutend wird die Anpassbarkeit bei Medizinprodukten, wie zum Beispiel Hüftgelenken. Hier wird zwischen Funktionsflächen und andersartigen Oberflächen unterschieden. Während die Funktionsflächen am Gelenkteil wegen der Bewegungsreibung nicht von körpereigenen Zellen bewachsen werden sollen, ist das Verwachsen anderer Teile des Gelenks, zum Beispiel mit dem Knochen, erwünscht. Darüber hinaus ist die Erzeugung von hydrophoben oder hydrophilen, als auch lipophoben oder lipophilen Oberflächenstrukturen realisierbar.

3. Zusammenfassung

Die Lasermikrobearbeitung eignet sich auf Grund seiner großen Verfahrensvielfalt, der Realisierung extremer Genauigkeiten und hohen Reproduzierbarkeit insbesondere zur Herstellung medizinischer Produkte. SITEC entwickelt und liefert Produktionssysteme zur Lasermikrobearbeitung mit unterschiedlichen Automatisierungsgraden oder integriert die Laserbearbeitung in laufende Fertigungsprozesse.

FEMTOSECOND PULSE LASER STRUCTURING OF PLASMA POLYMERIZED FUNCTIONAL COATING FOR BIOMATERIAL APPLICATIONS

Marie Yang, Holger Testrich, Antje Quade, Klaus-Dieter Weltmann, Katja Fricke
Leibniz Institute for Plasma Science and Technology e.V. (INP), Felix-Hausdorff-Str.2, 17489 Greifswald

Surface modification of biomaterials aims to improve the biocompatibility of surfaces and enables the adjustment of specific physico-chemical properties desired for biomedical application. The combination of ultra-short pulse laser and cold plasma surface processing induces various physical and/or chemical changes without inducing detrimental thermal effects in the material during the process. The current study presents a two-step approach combining both technologies. A plasma polymer film deposited on Ti6Al4V substrates followed by a subsequent femtosecond pulse laser structuring of the coating is conducted. Laser-induced changes on the plasma-polymerized layer are analyzed in terms of topography, surface chemistry, wettability and coating stability.

1. Introduction

Grade 5 titanium is widely employed for biomedical applications. Its excellent mechanical properties such as anticorrosion and wear-resistance, its good biocompatibility and its chemical stability make the alloy a suitable material for implants and prothesis. Despite having such advantageous characteristics, its surface properties must be improved to modulate cell response. Therefore, proper physical and chemical changes are required to achieve suitable biological surface properties.

A method for an appropriate surface aimed at an optimized cell adhesion is to introduce nitrogen- and oxygen-bearing functional groups onto the target material leading to a hydrophilic surface with an improved protein and cell adhesion. Altering the morphology is also necessary to achieve the desired interactions between the surface material and cells. Thus, generating surface structures increases the roughness and induces changes in the surface chemistry that can strengthen cell attachment. Investigations of laser surface texturing on polymers have been reported to enhance biocompatibility of the materials and to induce the formation of polar groups [1]. Laser treatment also influences the wettability and the surface energy [2, 3].

In this study, a two-step process was conducted. Firstly, thin polymer films enriched in functional groups were deposited on Ti6Al4V substrates by means of an atmospheric pressure plasma jet. Secondly, a femtosecond pulse laser system was employed to structure the plasma polymerized layers. Changes induced by plasma and laser were analyzed in terms of topography, surface chemistry, wettability and coating stability.

2. Materials and methods

Ti6Al4V substrates were ultrasonically cleaned in isopropanol for five minutes then dried with air. During the experimental process, the samples were placed on a three-axis moving table controlled by CNC software.

The plasma deposition process was carried out by means of an atmospheric pressure plasma jet. The plasma device was composed of an inner capillary

made of aluminium oxide and an outer glass tube surrounded by two ring electrodes connected to a power supply operating at a RF frequency of 13.56 MHz. The plasma was ignited by using argon at 15 W and thereafter a mixture of nitrogen and ethylene was introduced into the argon plasma through the inner capillary. Influence of the gas flow of ethylene is investigated whereas argon and nitrogen remained constant.

A femtosecond pulse laser focused the laser beam onto the surface at the focal point via a galvanometer scanner (100-mm focal length). The scanning of the beam controlled by software allows the programmed patterns to be achieved onto the target material. The patterns were generated by varying the laser power, pulse energy, pulse repetition rate and scan speed. The operating wavelength is 1030 nm.

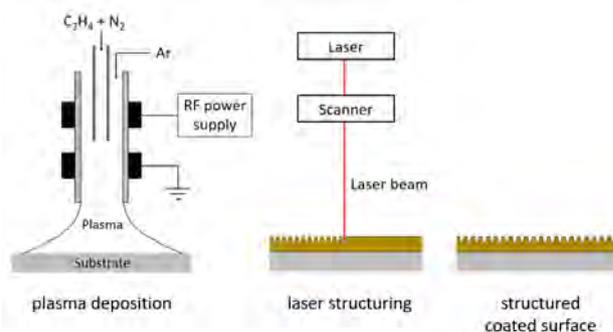


Figure 1: Schematics of the plasma deposition process and laser structuring process on the coating

The surface topography was examined by using a white light interferometry and optical microscope. XPS analysis contributed in the investigation of the chemical composition of the coating. To determine the wettability and the surface energy, contact angle measurements were carried out under the following conditions to assess the stability of the coating:

1) The samples were measured right after the deposition process.

2) The samples were ultrasonically treated in distilled water for 1 minute, dried in air overnight then measured the next day.

Distilled water, ethylene glycol and diiodomethane were used for the calculations of the surface energy.

3. Results

The plasma polymerized layers obtained after deposition contain functional groups such as amino and carboxylic groups that favor the promotion of cell adhesion.

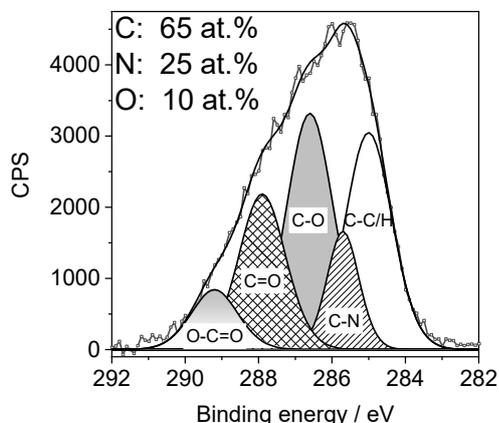


Figure 2: XPS peak fit of the C 1s core level spectrum of the plasma polymerized layer

The wettability test shows a significant decrease of the water contact angle on the coated surfaces showcasing hydrophilic properties. By varying the gas flow of ethylene, a trend is observed (Fig.3). Increasing the amount of ethylene results in reducing the contact angle until 25 sccm. A higher gas flow causes the contact angle to augment.

Control	78.5 ± 5.0
---------	----------------

Table 1: Water contact angle of control Ti6Al4V

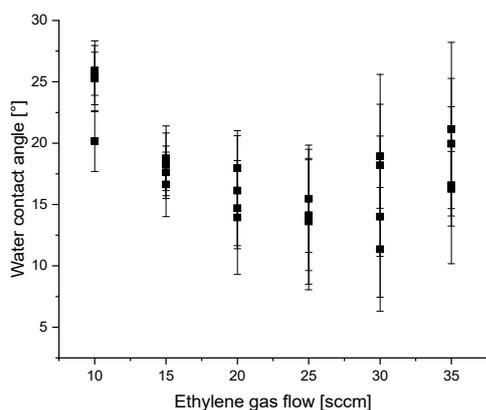


Figure 3: Water contact angle measurements after deposition process

After a 1-min ultrasonic treatment in distilled water, all contact angles rise up (Fig. 4). The wettability trend is unaffected. The lowest increase is displayed at 25 sccm which lets suppose that a good stability may be achieved.

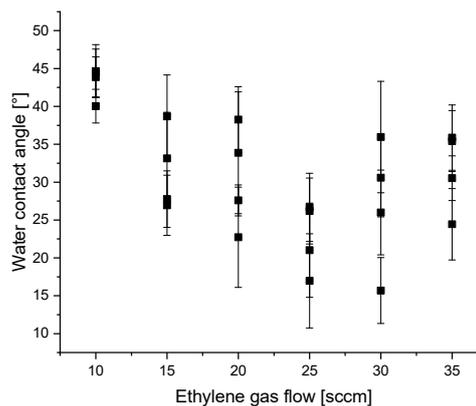


Figure 4: Water contact angle measurements after 1-min ultrasonic treatment in distilled water and overnight air-drying.

Changes in the surface energy is mainly dependent of the polar groups. The dispersive components of control and plasma coated samples showcased similar values and remained almost unchanged after ultrasonic treatment. However, in comparison to control, higher polar components were measured on coated substrates probably due to the presence of functional groups produced during the plasma deposition process. Increasing the gas flow of ethylene does not influence the amount of polar component as this latter stays constant. Nevertheless, the ultrasonic treatment induces its diminution.

C ₂ H ₄ gas flow [sccm]	σ_1^p [mN/m]	σ_2^p [mN/m]
Control	1.35 ± 0.51	
10	36.84 ± 1.88	20.21 ± 0.25
15	34.11 ± 0.79	27.32 ± 1.17
20	37.39 ± 0.96	26.94 ± 0.84
25	34.65 ± 0.13	29.01 ± 0.81
30	37.47 ± 0.43	29.45 ± 0.10
35	38.26 ± 0.21	31.74 ± 0.28

Table 2: Variation of the polar components as a function of ethylene gas flow after deposition process (σ_1^p), and after 1-min ultrasonic treatment and overnight air-drying (σ_2^p).

Preliminary tests of laser structuring on the plasma polymerized layer have been performed. Thermal damages induced by laser are observed. The resulting micropillars exhibit rims that further increase the surface roughness. In the surroundings of the ablated area, it is assumed that the particles might either come from the redepositing of molten materials or the splinters of the layer that shattered during the process (Fig. 5).

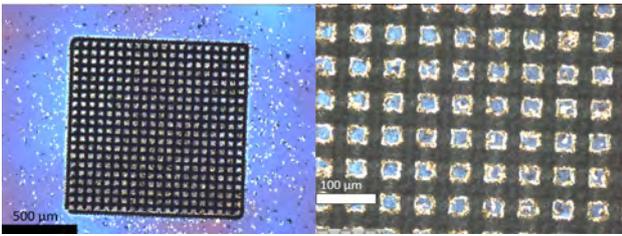


Figure 5: Plasma polymerized layer structured by femtosecond pulse laser

Surface modification by femtosecond laser enhances the wettability of Ti6Al4V surfaces (Fig. 6). After a two-step process, the structured coated surfaces L40P30 and L80P30 unveil superhydrophilic properties.

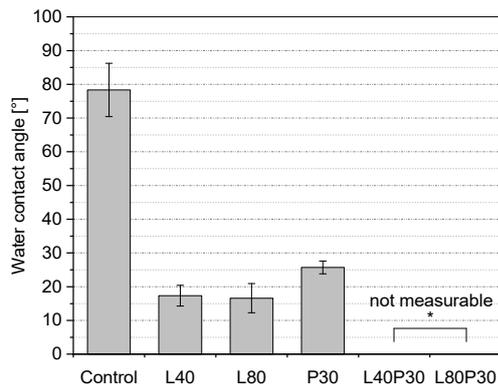


Figure 6: Plasma polymerized layer structured by femtosecond pulse laser

4. Conclusion

Improvement of the wettability can be achieved with plasma treatment and/or laser treatment. The deposition of functional coating onto Ti6Al4V substrates augments highly the polarity of the surface possibly enhancing its cell adhesive properties and stimulate cell proliferation.

Effects of the subsequent laser treatment on the polymerized layers should be further investigated in order to determine if the physico-chemical properties of the coating can be improved and optimized leading to a better biocompatibility.

Acknowledgement

This study is conducted within the growth core MikroLas – surfaces shaped by photonics supported by the Federal Ministry of Education and research in Germany according to the code supports 03WKCU2A and 03WKCU3B.

The authors acknowledge the support and the technical contribution of Uwe Lindemann and Dagmar Jasinski.

References

- [1] A. Riveiro et al., *Front. Phys.* 6:16 (2018)
- [2] D.G. Waugh et al., *Optics & Laser Technology* 42 (2010) 347-356
- [3] G. Schnell *et al.*, *Materials* (2019), 12, 2210

MIKROPOREN AUF IMPLANTAT-MATERIAL MIT ULTRAKURZEN PULSEN IM BURST MODUS

Daniel Metzner, Peter Lickschat, Steffen Weißmantel
Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Die Erzeugung von charakteristischen Porenstrukturen auf metallischen Implantat-Oberflächen soll in dieser Arbeit vorgestellt werden. Für die Porenerzeugung wird eine Laserstrahlquelle im nahen infraroten Bereich mit ultrakurzen Pulsen im Burst Modus verwendet. Die Ergebnisse zeigen, dass die Porenstruktur nur innerhalb eines bestimmten Parameterbereichs, abhängig von der Fluenz und der Anzahl der Pulse im Burst, entstehen kann. Vergleichbare Quellen belegen, dass die erzielbaren Porengrößen die Osseointegration des Implantats verbessern können.

1. Einleitung

Die Voraussetzung für den dauerhaften Erfolg endostaler Implantate ist die knöcherne Verankerung des Implantates durch unmittelbaren Kontakt der Implantat-Oberfläche mit dem Wirtsknochen. Die Kriterien der Stabilität dieser Verankerung werden in eine primäre und eine sekundäre Stabilität unterteilt [1]. Die Primärstabilität ergibt sich direkt durch den mechanischen Knochenkontakt nach dem Einsetzen und wird durch verschiedene Parameter beeinflusst, wie die Knochenquantität, -qualität, Operationstechnik und das makroskopische Implantat-Design. Die Sekundärstabilität/Osseointegration nach der Heilungsphase kann durch eine mikromorphologische Änderung der Implantat-Oberfläche beeinflusst werden [2-6]. Die Zusammensetzung, Rauheit und Topographie sind dabei wichtige Parameter.

Für die Oberflächenstrukturierung des endostalen Implantat-Bereiches (der Bereich des Implantats, der mit dem Wirtsknochen in Kontakt kommt) stehen verschiedene additive und subtraktive Verfahren zur Verfügung. Eine additive Methode für Titan und CoCrMo (Kobalt-Chrom-Molybdän) Implantate sind die plasmachemische Oxidation oder chemische Gasphasenabscheidung einer Oxidschicht auf der Implantat-Oberfläche [7-9]. Die dadurch erzeugte Topografie zeigt, dass eine Porenstruktur mit einer Porengröße zwischen 1 μm und 5 μm die Osseointegration signifikant verbessert. Ein weiteres additives Verfahren ist das selektive laserinduzierte Aufschmelzen von Pulver auf dem Implantat [10,11]. Da beim selektiven Aufschmelzen relativ lange Pulse im Nanosekundenbereich verwendet werden, entsteht eine große Wärmeeinflusszone und gleichzeitig eine Karbonisierung des Materials. Als subtraktive Methode hat sich die SLA (sandblasted, large grit, acid-etched) für Titan und CoCrMo Implantate etabliert [9,12,13]. Hierbei wird mittels großer Sandkörner eine makroskopische Oberflächenrauheit erzielt und anschließend mit einer starken Säure eine mikroskopische Porenbildung erzeugt. Ein weiterer subtraktiver Prozess ist SBF (simulated bubble fluid), bei dem ultrakurz gepulste Laserstrahlung in eine dünne Flüssigkeitsschicht über der Materialoberfläche fokussiert wird [14-17]. Dadurch entsteht ein Plasma und Blasen, die auf der Implantat-Oberfläche Mikroporen mit einer Größe von 0,5 μm bis 6 μm erzeugen. Diese Methode hat gezeigt, dass das Osteoblasten-Wachstum viel schneller als beim SLA-Verfahren sein kann

[15,17]. Bei SBF kann jedoch durch die chemische Zusammensetzung des Flüssigkeitsfilmes eine Änderung der Stöchiometrie der Implantat-Oberfläche auftreten [15].

Ziel dieser Arbeit ist es, die Implantat-Oberfläche einer Titan- und CoCrMo-Legierung zu modifizieren so dass sich Mikroporen ausbilden können. Die Modifikation wird durch den Einsatz von ultrakurz gepulster Laserstrahlung im Burst Modus realisiert. Ein Burst ist eine definierte Anzahl von Einzelpulsen (Pulsgruppe), die innerhalb dieser Pulsgruppe eine sehr hohe Pulswiederholfrequenz aufweisen. Eine Vielzahl von Bursts (Multi-burst) mit einer definierten Burst-Wiederholfrequenz ermöglicht die Bearbeitung von größeren Oberflächen. Die Nutzung eines einzelnen Pulses im Burst ist vergleichbar mit konventionell gepulster Laserstrahlung (Einzelpuls Modus).

2. Experimentelle Details

Die genutzte Laserstrahlung wird von einer Pikosekunden-Laseranlage mit einer Wellenlänge von $\lambda=1064\text{ nm}$ und einem Strahltaillenradius von $w_0=14,1\text{ }\mu\text{m}$ erzeugt. Die Strahlführung wird durch hochreflektierende dielektrische Spiegel zu einer Scannersteuerung von Aerotech, ausgestattet mit einer F-Theta-Fokussieroptik (Brennweite 100 mm), realisiert. Die interne SESAM® Technologie (Semi-saturable absorber mirror) erzeugt hochenergetische Pulse mit einer Pulsdauer von $\tau_H=10\text{ ps}$ und bis zu acht Pulsen im Burst sowie eine Pulswiederholzeit im Burst von 12,5 ns, entsprechend einer Pulswiederholfrequenz von 80 MHz.

Die zu untersuchenden Materialien, eine CoCrMo- und eine TiAlV- (Titan-Aluminium-Vanadium) Legierung, entsprechen den chemischen und mechanischen Anforderungen von ISO 5832 und ASTM F1537 für CoCrMo und ASTM F136 für TiAlV. Der Fluenzbereich der Laserstrahlung wird von 0,1 J/cm² bis 0,75 J/cm² pro Puls im Burst gewählt, sodass die absorbierte Fluenz kleiner als auch größer der Ablationsschwelle ist. Mit den vorgestellten Parametervariationen werden quadratische Strukturen mit einer Kantenlänge l von 500 μm und einem geometrischen Puls- und Linienabstand $d_x=d_y=6\text{ }\mu\text{m}$ sowie zehn unidirektionalen Überfahrten (Bild 1) erstellt. Die Burst-Wiederholungsfrequenz beträgt 100 kHz. Zur Vermessung der Strukturtiefe z und Oberflächenrauheit S_a wird ein konfokales Laserscanning-Mikroskop verwendet. Die energiedispersive Röntgenstrahlanalyse

(EDX) und weitere Bildaufnahmen erfolgen mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM).

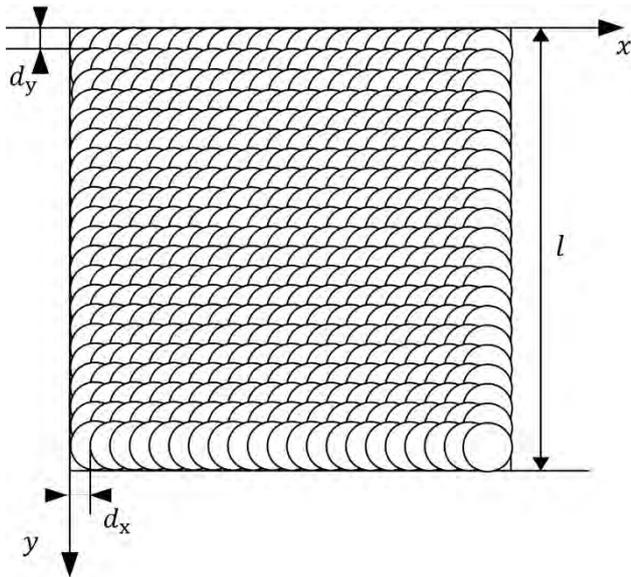


Bild 1: Schematische Darstellung der erzeugten Strukturen

3. Ergebnisse und Diskussion

3.1 Strukturturen

Die ermittelten Strukturturen als Funktion der Fluenz und Anzahl der Pulse im Burst bei zehn Überfahrten werden in Bild 2 für die CoCrMo- und in Bild 3 für Titan-Legierung vorgestellt. Bei CoCrMo ist zu erkennen, dass bei einer Fluenz von $0,25 \text{ J/cm}^2$ pro Puls erst ab dem sechsten Puls und bei $0,5 \text{ J/cm}^2$ ab dem fünften Puls eine Strukturture messbar ist. Da beide Fluenzen unterhalb der Ablationsschwelle für CoCrMo sind, kann in diesem Fluenzbereich nur Material durch akkumulierte Restwärme (Teil der Pulseenergie, die im Material verbleibt und in Wärme umgewandelt wird) entfernt werden. Bei einer Fluenz von $0,75 \text{ J/cm}^2$ wird die Ablationsschwelle bereits beim ersten Puls überschritten, weshalb die Strukturture wesentlich höher als bei den niedrigeren Fluenzen ist.

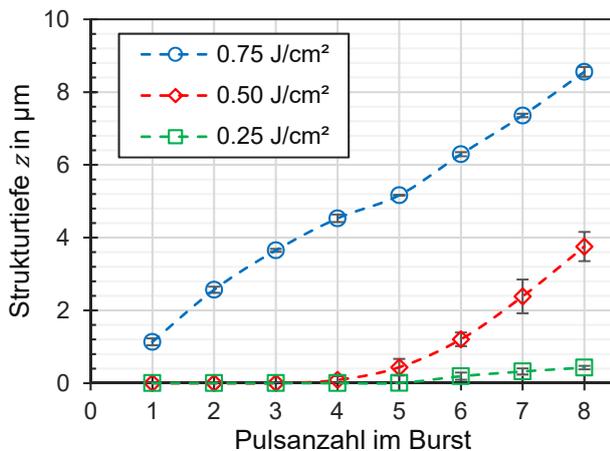


Bild 2: Strukturture der bearbeiteten CoCrMo-Legierung in Abhängigkeit von der Fluenz und von Anzahl der Pulse im Burst bei zehn unidirektionalen Überfahrten

Für die TiAlV-Legierung ist ein ähnliches Verhalten wie für CoCrMo zu beobachten. Da die Schwellfluenz der Ablation bei Titan etwas geringer als bei CoCrMo

ist, wird ab dem ersten Puls und einer Fluenz von $0,5 \text{ J/cm}^2$ pro Puls im Burst Material durch Ablation abgetragen. Bei niedrigeren Fluenzen wird Material durch akkumulierte Restwärme erst ab dem fünften Puls bei $0,25 \text{ J/cm}^2$, ab dem sechsten Puls bei $0,2 \text{ J/cm}^2$ und ab dem siebten Puls bei $0,15 \text{ J/cm}^2$ entfernt.

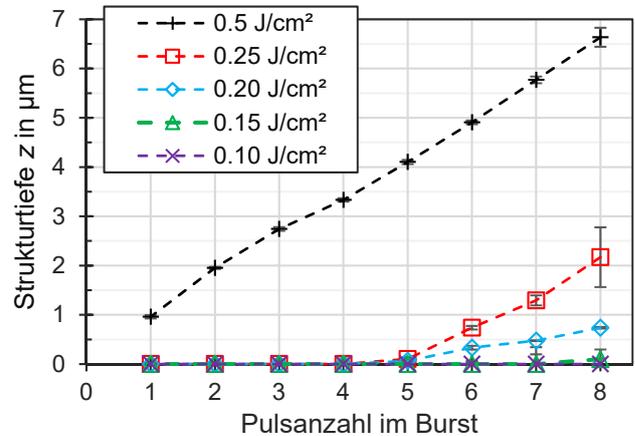


Bild 3: Strukturture der bearbeiteten TiAlV-Legierung in Abhängigkeit von der Fluenz und von Anzahl der Pulse im Burst bei zehn unidirektionalen Überfahrten

3.2 Oberflächenrauheiten

Anhand der bearbeiteten Materialoberflächen kann die Oberflächenrauheit gemessen werden. Die Ergebnisse sind in Bild 4 für CoCrMo und Bild 6 für TiAlV dargestellt. Für CoCrMo wird deutlich, dass durch die Verwendung des Burst Modus in Abhängigkeit von der Anzahl sowie von der Fluenz der Pulse im Burst eine hohe aber auch niedrige Oberflächenrauheit realisiert werden kann. Durch die sehr hohe Pulsfrequenz von 80 MHz wird durch die Wechselwirkung eines Bursts mit der Materialoberfläche Restwärme akkumuliert. Der Temperaturanstieg führt zu einem Schmelzfilm mit komplexer Schmelzdynamik. Sobald Material abgetragen wird, entsteht ein Dampfdruck, der die Schmelzdynamik und damit die Oberflächenrauheit beeinflussen kann.

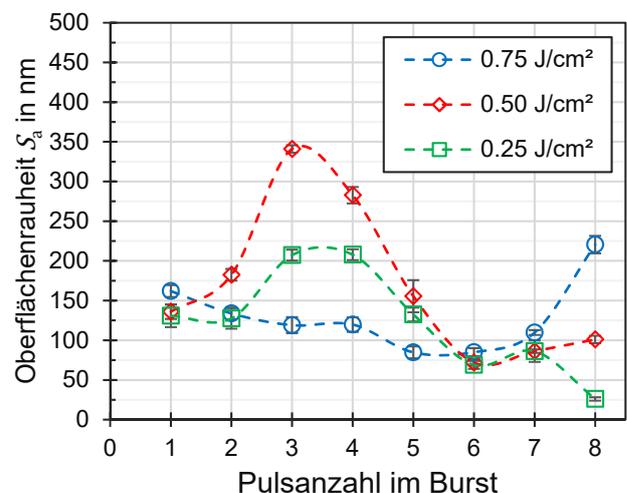


Bild 4: Oberflächenrauheit der bearbeiteten Flächen auf der CoCrMo-Legierung in Abhängigkeit von der Pulsanzahl sowie Fluenz im Burst

Am Beispiel von $0,5 \text{ J/cm}^2$ pro Puls im Burst wird mit dem ersten Puls (Einzelpuls Modus, analog zu konventionell gepulster Laserstrahlung) eine Oberflächenrauheit von 136 nm erreicht. Mit zunehmender Anzahl der Pulse im Burst steigt die Rauheit mit dem dritten Puls auf 341 nm und sinkt dann mit dem siebten Puls auf ein Minimum von 86 nm . Die Zunahme der Oberflächenrauheit erklärt sich durch die Bildung von Poren, die exemplarisch anhand einer REM-Aufnahme in Bild 5 sowie weiteren Aufnahmen im Anhang präsentiert werden. Bei einem Anstieg der Porengröße wird ebenfalls die Oberflächenrauheit erhöht.

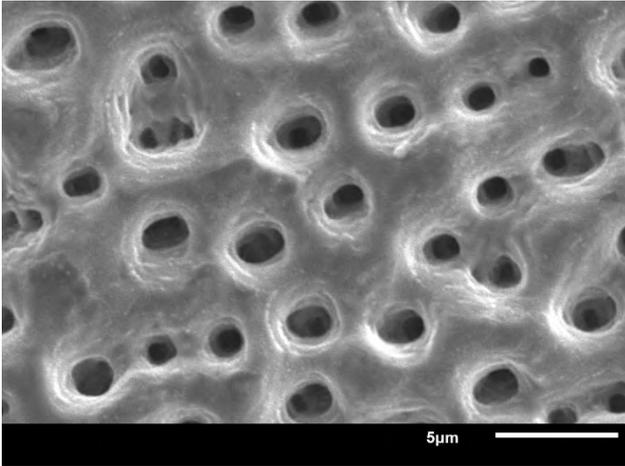


Bild 5: REM-Aufnahme einer bearbeiteten CoCrMo-Legierung mit einer Fluenz von $0,5 \text{ J/cm}^2$ und vier Pulsen im Burst

Im Parameterbereich der Porenbildung wird das Material nur modifiziert, aber nicht abgetragen. Sobald die Anzahl der Pulse im Burst weiter erhöht wird, kann die Siedetemperatur in der Wechselwirkungszone überschritten werden und Material verdampfen. Durch den Dampfdruck wird der Schmelzfilm beeinflusst, wodurch keine Porenbildung auftritt. Bei Fluenzen von weniger als $0,25 \text{ J/cm}^2$ reicht die Wärmeakkumulation nicht aus, um einen ausgeprägten Schmelzfilm zu erzeugen. Porenbildung ist daher nicht möglich. Ab einer Fluenz von $0,75 \text{ J/cm}^2$ wird bereits mit dem ersten Puls Material abgetragen, so dass bei höheren Fluenzen keine Poren entstehen können. Dementsprechend liegt der optimale Parameterbereich für die Erzeugung von Poren auf einer CoCrMo-Legierung bei einer Fluenz zwischen $0,25 \text{ J/cm}^2$ und $0,5 \text{ J/cm}^2$ sowie drei bis vier Pulsen im Burst. Die Größe der erzielten Poren ist vergleichbar mit der Porengröße basierend auf der Arbeit von *Diefenbeck*[7,8]. Die Oberflächenrauheiten in Bild 6 zeigen für die TiAlV einen ähnlichen Trend wie bei CoCrMo, steigt jedoch vergleichsweise nicht so stark an. Die Erklärung wird durch die Poren in Bild 7 präsentiert. Die erzielte maximale Größe der Poren ist im Vergleich zu den Poren auf CoCrMo etwas kleiner, jedoch in vergleichbarer Größe zu den erzeugten Poren in *Wang*[15]. Analog zu CoCrMo entstehen auch bei TiAlV die Poren nur in einem Parameterbereich, in dem noch kein Material ablatiert wird. Schlussfolgernd ist der optimale Parameterbereich zum Erzeugen von Poren für TiAlV bei einer Fluenz zwischen

$0,2 \text{ J/cm}^2$ und $0,25 \text{ J/cm}^2$ und drei bis fünf Pulsen im Burst.

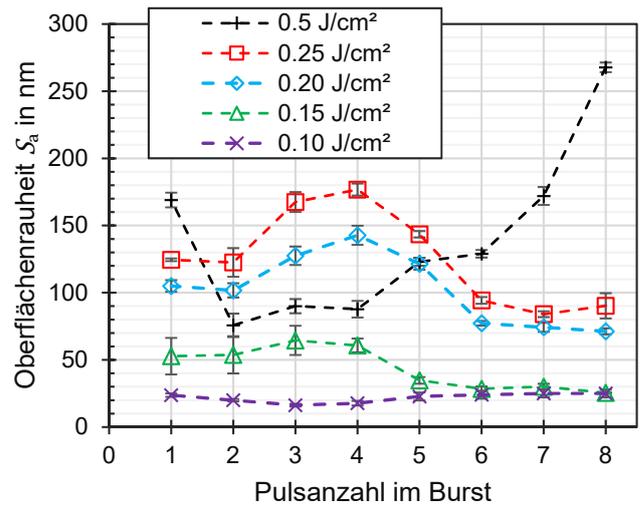


Bild 6: Oberflächenrauheit der bearbeiteten Flächen auf der TiAlV-Legierung in Abhängigkeit von der Pulsanzahl sowie Fluenz im Burst

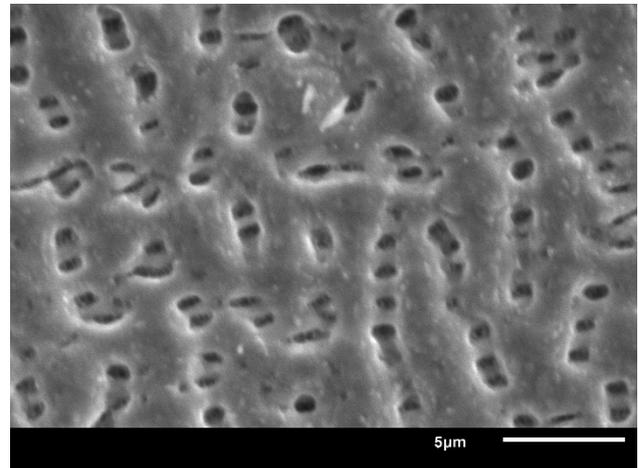


Bild 7: REM-Aufnahme einer bearbeiteten TiAlV-Legierung mit einer Fluenz von $0,25 \text{ J/cm}^2$ und vier Pulsen im Burst

3.2 EDX Analysen

Durch die Verwendung des Burst-Modus wird aufgrund der hohen Pulswiederholfrequenz Restwärme akkumuliert. Infolgedessen kann die Schmelz- bzw. Siedetemperatur des Materials überschritten werden. Da die einzelnen Elemente der Legierungen unterschiedliche Schmelz- und Siedetemperaturen besitzen, wird mit einer EDX-Analyse die chemische Zusammensetzung der Materialoberfläche nach der Bearbeitung untersucht.

Die Ergebnisse werden mit Bild 8 für CoCrMo und Bild 9 für TiAlV mittels EDX-Mapping qualitativ vorgestellt. Das EDX-Mapping wurde so durchgeführt, dass die linke Hälfte der Messfläche unbearbeitetes und auf der rechten Seite bearbeitetes Material vermessen wird, dessen Parameterbereich eine Porenbildung ermöglicht. Die einzelnen Farben repräsentieren die Konzentrationsverteilung der jeweiligen Elemente. Aufgrund einer qualitativen homogenen Konzentrationsverteilung kann bei beiden Legierungen geschlussfolgert werden, dass die Stöchiometrie

nach der Bearbeitung unter Verwendung des Burst-Modus annähernd gleich bleibt. Diese Aussage wird durch Tabelle 1 für CoCrMo und Tabelle 2 für TiAlV quantitativ bestätigt. Ebenfalls kann anhand der Tabellen demonstriert werden, dass nach der Bearbeitung keine Karbonisierung des Materials stattfindet.

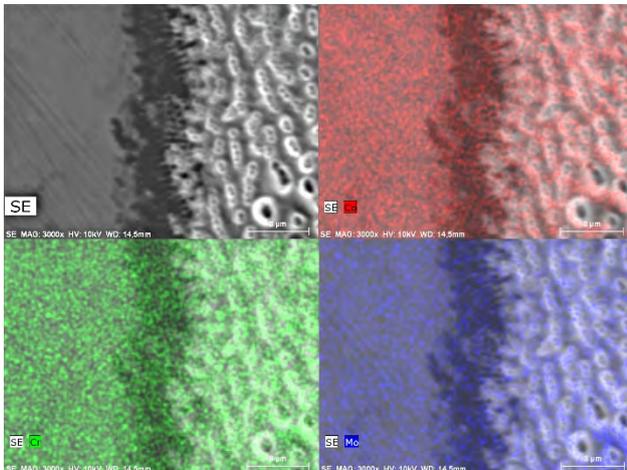


Bild 8: REM-Aufnahmen der EDX Analyse auf CoCrMo bei einer Beschleunigungsspannung der Elektronen von 10 keV. Die Konzentrationsverteilung der einzelnen Elemente ist referenziert zum Bild oben links. Die vermessene Struktur wurde mit einer Fluenz von 0,5 J/cm² und vier Pulsen im Burst erstellt.

Tabelle 1: EDX Ergebnisse für CoCrMo

Element	Unbearbeitet (norm. Gewichtsanteil in %)	Bearbeitet (norm. Gewichtsanteil in %)
Kobalt	51,74±1,56	47,14±1,37
Chrom	20,35±0,61	20,29±0,61
Molybdän	2,92±0,13	3,24±0,15
Silizium	0,41±0,04	0,46±0,05
Kohlenstoff	24,58±2,66	28,87±3,36

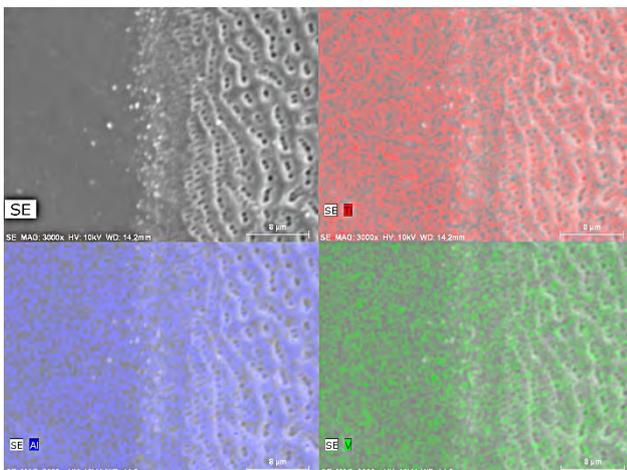


Bild 9: REM-Aufnahmen der EDX Analyse auf TiAlV bei einer Beschleunigungsspannung der Elektronen von 10 keV. Die Konzentrationsverteilung der einzelnen Elemente ist referenziert zum Bild oben links. Die vermessene Struktur wurde mit einer Fluenz von 0,25 J/cm² und vier Pulsen im Burst erstellt.

Tabelle 2: EDX Ergebnisse für TiAlV

Element	Unbearbeitet (norm. Gewichtsanteil in %)	Bearbeitet (norm. Gewichtsanteil in %)
Titan	90,08±2,90	89,19±3,52
Aluminium	6,29±0,29	5,43±0,23
Vanadium	1,04±0,87	2,17±0,30
Kohlenstoff	2,39±0,45	3,21±0,67

4. Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden Ergebnisse der laserinduzierter Modifikationen von CoCrMo- und TiAlV-Legierungen mit Pulsen im Pikosekundenbereich im nahen Infrarot unter Verwendung des Burst-Modus vorgestellt. Die Strukturtiefe, Oberflächenrauheit, Stöchiometrie und eine mögliche Porenbildung wurden untersucht und diskutiert. Für die Experimente wurde die Fluenz pro Puls in einem Burst zwischen 0,1 J/cm² und 0,75 J/cm² verwendet.

Durch die Auswertung der bearbeiteten Flächen konnte gezeigt werden, dass mit der Verwendung des Burst Modus in Abhängigkeit von der Fluenz und Anzahl der Pulse im Burst im Vergleich zur konventionell gepulsten Laserstrahlung (Einzelpuls Modus) eine wesentlich geringere, aber auch höhere Oberflächenrauheit erzielt werden kann. Diese Abhängigkeit könnte durch die hohe Wärmeakkumulation verursachten Schmelzfilm erklärt werden, dessen Schmelzdynamik von den genannten Parametern abhängt.

Im Bereich erhöhter Oberflächenrauheit wurden Poren im Mikrometerbereich erzeugt. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass Porenbildung nur in einem Parameterbereich auftritt, in dem kein Material abgetragen wird. Die Größe der erzeugten Poren ist vergleichbar mit den genannten additiven und subtraktiven Methoden, die aufgrund der Poren eine signifikante Verbesserung des Osteoblastenwachstums auf der Implantat-Oberfläche erzielt hatten.

Die Stöchiometrie nach der Bearbeitung der Implantat-Oberfläche wurde mittels energiedispersiver Röntgenstrahlanalyse untersucht. Die chemischen Zusammensetzungen von der CoCrMo- sowie der TiAlV-Legierung bleibt nach der Bearbeitung im Burst Modus tendenziell erhalten.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die Unterstützung bei dem Europäischen Sozialfond (ESF) für Deutschland im Projekt Eila-Sax Nr. 1003 395 06



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Literaturverzeichnis

- [1] P. I. Brånemark, B. O. Hansson, R. Adell, U. Breine, J. Lindström, O. Hallén, A. Ohman, Osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. Experience from a 10-year period, *Scandinavian journal of plastic and reconstructive surgery. Supplementum* 16 (1977) 1–132.
- [2] P.-I. Brånemark, U. Breine, R. Adell, B. O. Hansson, J. Lindström, Å. Ohlsson, Intra-osseous anchorage of dental prostheses: I. experimental studies, *Scandinavian Journal of Plastic and Reconstructive Surgery* 3 (2) (2009) 81–100. doi:10.3109/02844316909036699.
- [3] N. Caplanis, J. Y. Kan, J. L. Lozada, Osseointegration: Contemporary concepts and treatment, *Journal of the California Dental Association* 25 (12) (1997) 843–851.
- [4] A. Gill, P. Rao, Primary stability: The password of implant integration, *Journal of Dental Implants* 2 (2) (2012) 103. doi:10.4103/0974-6781.102223.
- [5] F. Javed, H. B. Ahmed, R. Crespi, G. E. Romanos, Role of primary stability for successful Osseointegration of dental implants: Factors of influence and evaluation, *Interventional medicine & applied science* 5 (4) (2013) 162–167. doi:10.1556/IMAS.5.2013.4.3.
- [6] N. Lioubavina-Hack, N. P. Lang, T. Karring, Significance of primary stability for osseointegration of dental implants, *Clinical oral implants research* 17 (3) (2006) 244–250. doi:10.1111/j.1600-0501.2005.01201.x.
- [7] M. Diefenbeck, T. Mückley, C. Schrader, J. Schmidt, S. Zankovych, J. Bossert, K. D. Jandt, M. Faucon, U. Finger, The effect of plasma chemical oxidation of titanium alloy on bone-implant contact in rats, *Biomaterials* 32 (32) (2011) 8041–8047. doi:10.1016/j.biomaterials.2011.07.046.
- [8] M. Diefenbeck, C. Schrader, F. Gras, T. Mückley, J. Schmidt, S. Zankovych, J. Bossert, K. D. Jandt, A. Völpel, B. W. Sigusch, H. Schubert, S. Bischoff, W. Pfister, B. Edel, M. Faucon, U. Finger, Gentamicin coating of plasma chemical oxidized titanium alloy prevents implant-related osteomyelitis in rats, *Biomaterials* 101 (2016) 156–164. doi:10.1016/j.biomaterials.2016.05.039.
- [9] N. J. Logan, *Strategies to improve the bioactivity of cobalt chromium molybdenum using surface modification techniques*, 2016.
- [10] G. D. Janaki Ram, C. K. Esplin, B. E. Stucker, Microstructure and wear properties of lens deposited medical grade cocrmo, *Journal of materials science. Materials in medicine* 19 (5) (2008) 2105–2111. doi:10.1007/s10856-007-3078-6.
- [11] K. M. Mantrala, M. Das, V. K. Balla, C. S. Rao, V. V. S. Kesava Rao, Additive manufacturing of cocr-mo alloy: Influence of heat treatment on microstructure, tribological, and electrochemical properties, *Frontiers in Mechanical Engineering* 1(Suppl.1) (2015) S29.
- [12] S. Roehling, B. Meng, D. L. Cochran, Sandblasted and acid-etched implant surfaces with or without high surface free energy: Experimental and clinical background, *Implant Surfaces and their Biological and Clinical Impact* (2015) 93–136. doi:10.1007/978-3-662-45379-7_9.
- [13] G. L. Stafford, Review found little difference between sandblasted and acid-etched (sla) dental implants and modified surface (slactive) implants, *Evidence Based Dentistry* 15 (2014) 87 EP –. doi:10.1038/sj.ebd.6401047.
- [14] A. Vogel, N. Linz, S. Freidank, G. Paltauf, Femtosecond-laser-induced nanocavitation in water: Implications for optical breakdown threshold and cell surgery, *Physical review letters* 100 (3) (2008) 038102.
- [15] H. Wang, C. Liang, Y. Yang, C. Li, Bioactivities of a ti surface ablated with a femtosecond laser through sbf, *Biomedical Materials* 5 (5) (2010) 054115. doi:10.1088/1748-6041/5/5/054115.
- [16] Y. Yang, J. Yang, C. Liang, H. Wang, X. Zhu, N. Zhang, Surface microstructuring of ti plates by femtosecond lasers in liquid ambiances: A new approach to improving biocompatibility, *Optics express* 17 (23) (2009) 21124–21133. doi:10.1364/OE.17.021124.
- [17] E. Pecheva, T. Petrov, C. Lungu, P. Montgomery, L. Pramatarova, Stimulated in vitro bone-like apatite formation by a novel laser processing technique, *Chemical Engineering Journal* 137 (1) (2008) 144–153.

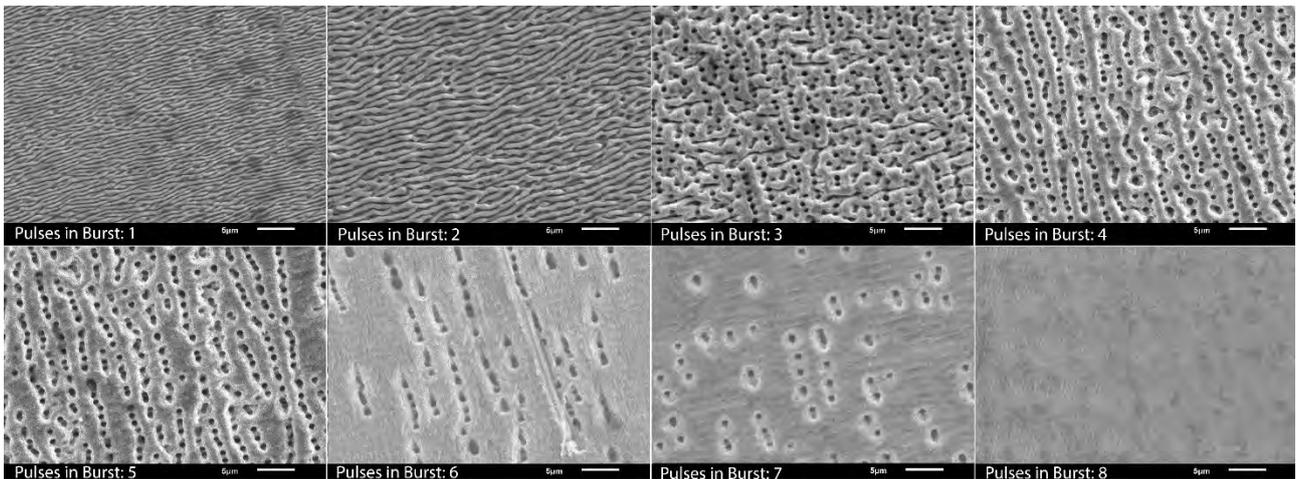


Bild 10: REM Aufnahmen der bearbeiteten Oberfläche von CoCrMo in Abhängigkeit von der Pulsanzahl im Burst bei einer Fluenz von 0,25 J/cm² pro Puls

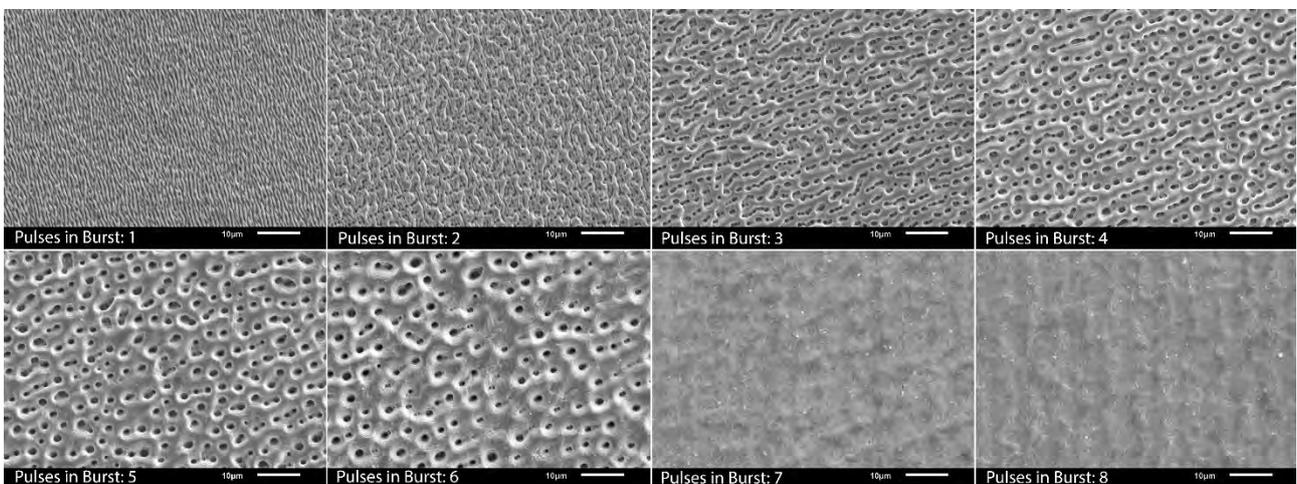


Bild 11: REM Aufnahmen der bearbeiteten Oberfläche von CoCrMo in Abhängigkeit von der Pulsanzahl im Burst bei einer Fluenz von 0,5 J/cm² pro Puls

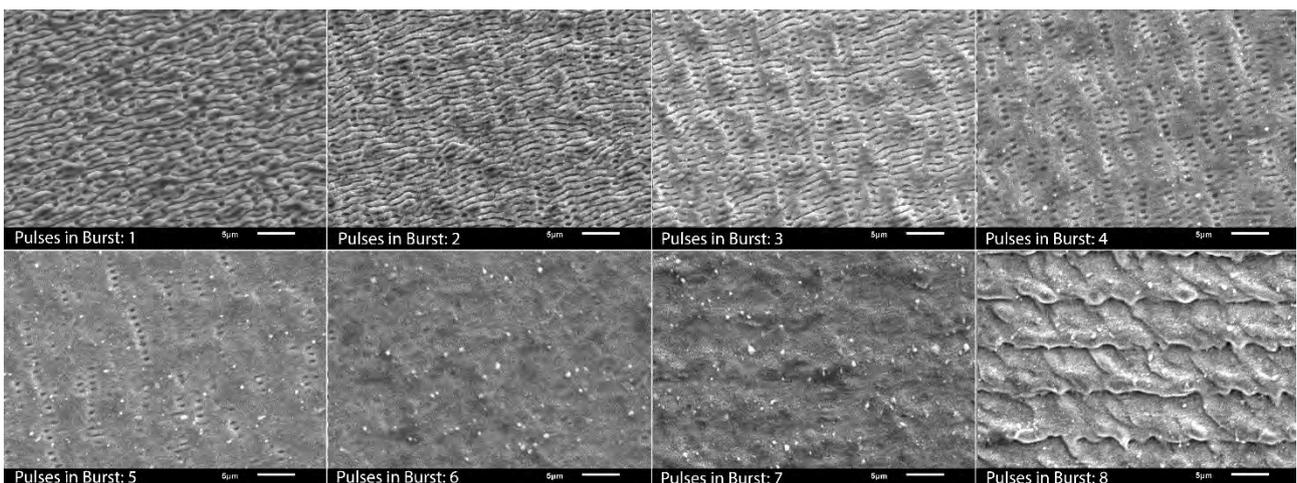


Abbildung 12: REM Aufnahmen der bearbeiteten Oberfläche von CoCrMo in Abhängigkeit von der Pulsanzahl im Burst bei einer Fluenz von 0,75 J/cm² pro Puls

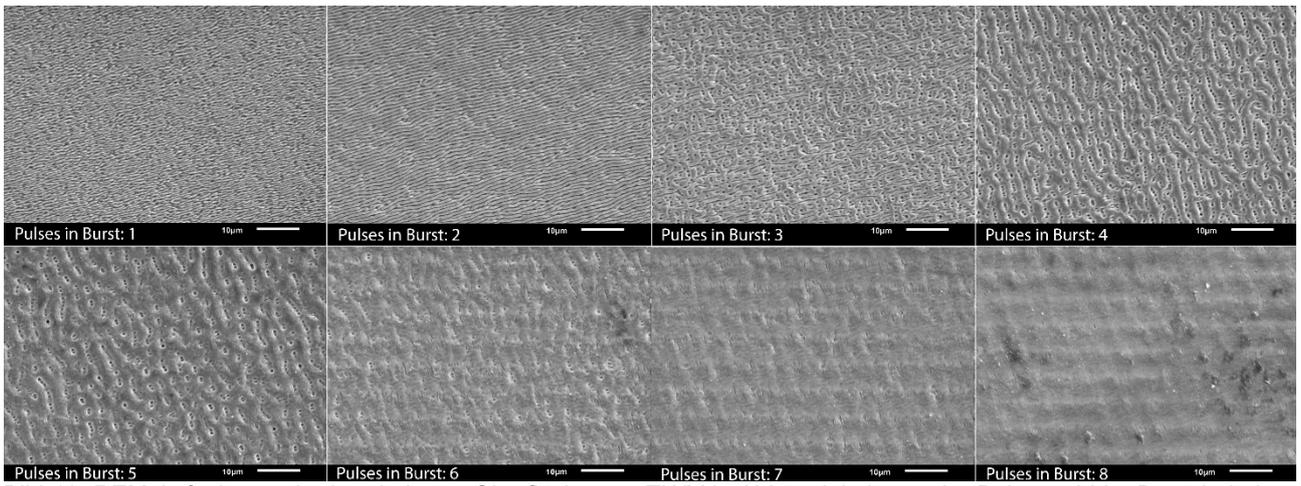


Bild 13: REM Aufnahmen der bearbeiteten Oberfläche von TiAlV in Abhängigkeit von der Pulsanzahl im Burst bei einer Fluenz von 0,2 J/cm² pro Puls

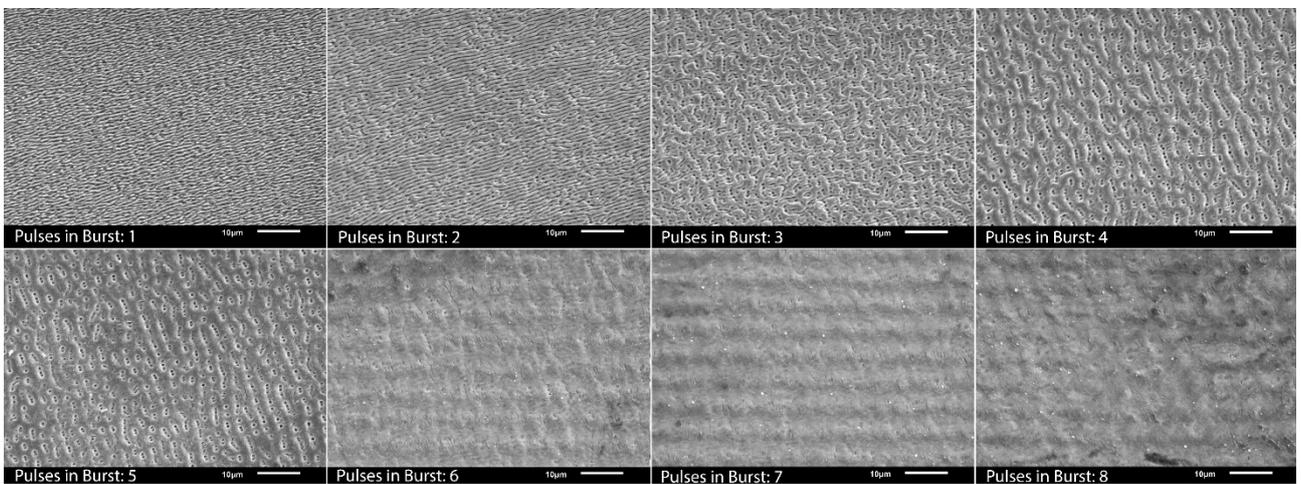


Bild 14: REM Aufnahmen der bearbeiteten Oberfläche von TiAlV in Abhängigkeit von der Pulsanzahl im Burst bei einer Fluenz von 0,25 J/cm² pro Puls

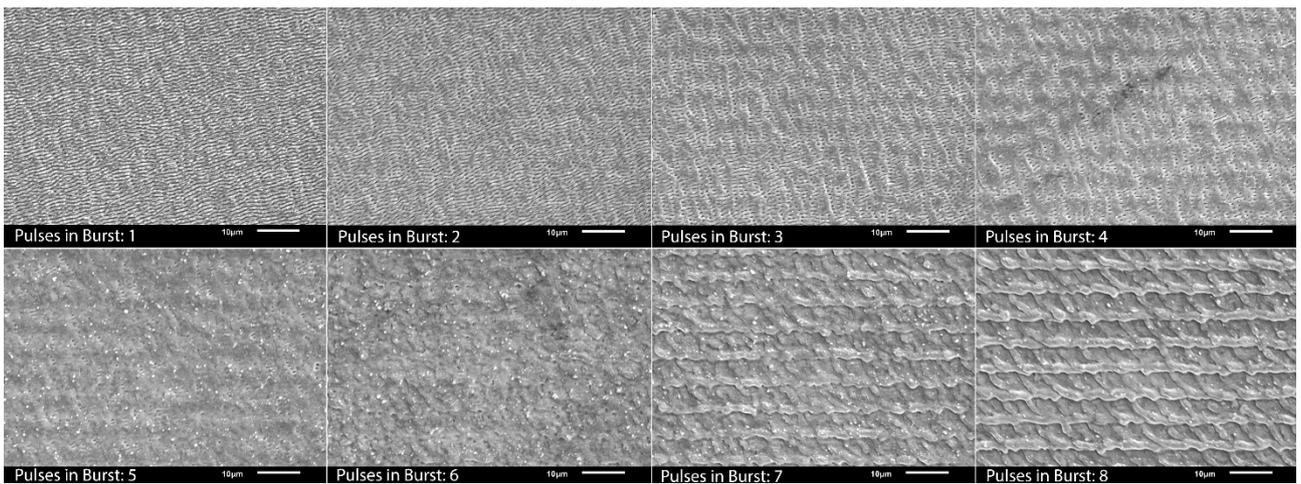


Bild 15: REM Aufnahmen der bearbeiteten Oberfläche von TiAlV in Abhängigkeit von der Pulsanzahl im Burst bei einer Fluenz von 0,5 J/cm² pro Puls

PULVER- UND PROZESSUNTERSUCHUNG FÜR DIE GENERATIVE FERTIGUNG VON EDELSTAHLBAUTEILEN MITTELS MIKRO-SLM

Julian Drechsel, Martin Erler, Robby Ebert, Horst Exner
Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Das am LHM neu entwickelte Verfahren Selektives Lasermikroschmelzen (Mikro-SLM) ist eine Weiterentwicklung des bereits seit mehreren Jahren in der Industrie etablierten „makroskopischen“ Selektiven Laserschmelzen (SLM). Besonderheit ist dabei die Verwendung von Pulverkorngrößen und Schichtdicken im Mikrometerbereich und eines geringeren Fokusbereichs. Dadurch lassen sich filigranere Bauteile mit Strukturauflösungen von bis zu 50 µm generieren. Da Pulver in dem Korngrößenbereich jedoch schlechte Fließeigenschaften aufweisen, liegt die Herausforderung darin, reproduzierbare und homogene Pulverschichten zu rakeln. Hierzu kommt ein neu entwickelter Beschichter zum Einsatz. Es wurde eine Parameterstudie und ein Vergleich der Rakelbarkeit zweier am Markt erhältlicher Pulverkorngrößen durchgeführt. Als Material wurde Edelstahl 316L verwendet. Die Analyse der Pulverschichten erfolgte mittels Kamera und 3D-Scanning. Die Ergebnisse der Untersuchungen wurden diskutiert.

1. Einleitung

Bereits seit einigen Jahren wird erfolgreich das Verfahren Selective Laser Melting (SLM) zur Erzeugung von Strukturen eingesetzt [1]. Eine Weiterentwicklung dieser Technologie ist das neu entwickelte Verfahren Selektives Lasermikroschmelzen (Mikro-SLM) [2]. Im Gegensatz zum konventionellen SLM Verfahren können hierbei durch Verwendung von feineren Pulverkorngrößen höhere Strukturauflösungen erzeugt werden [3]. Durch die Betrachtung der Pulverschicht während des Aufbauprozesses und dem Vergleich mit den entstandenen Strukturen sollte der Einfluss der Pulverschicht auf die erzeugte Dichte untersucht werden. Dabei kamen zwei unterschiedliche Pulverkorngrößen zum Einsatz. Da die anlagenseitig eingestellte Schichthöhe im Bauprozess bei 10 µm lag wurden Edelstahlpulver $d_{90} < 10 \mu\text{m}$ sowie $d_{80} < 5 \mu\text{m}$ für die Untersuchungen verwendet. Insbesondere das Verhalten der unterschiedlichen Pulver sollte im Prozess betrachtet werden, da feinere Pulver schlechtere Fließeigenschaften aufweisen als herkömmliche SLM Pulver mit größeren Korndurchmessern [4].

2. Versuchsaufbau und -Anordnung

Für die Untersuchungen stand eine Forschungsanlage mit einem 400 W cw-Faserlaser zur Verfügung. Der Laserstrahl hatte eine Wellenlänge von 1070 nm, einen Fokusbereich von 26 µm und ein Strahlparameterprodukt von 1,3. Er wurde mittels einer F-Theta Optik mit der Brennweite von 255 mm fokussiert. Zur Strahlableitung wurde ein Galvanometerscanner mit einer maximalen Scangeschwindigkeit von 15 m/s verwendet.

Für die Untersuchung wurde ein neuentwickelter Beschichter eingesetzt (Bild 1). Dieser nutzt im Gegensatz zu herkömmlichen Beschichtern [5] keine Gummilippe oder Klinge für den Pulveraufzug, sondern arbeitet mittels Druckverdichtung und einer harten Schicht für den Pulveraufzug. Dadurch wird das Pulver nicht, wie sonst üblich, durch das eigene Gewicht auf die Substratplattform gebracht, sondern mit Hilfe von Druck während des Rakelvorgangs auf die Sub-

stratplattform appliziert. Der Beschichter arbeitet bidirektional, so dass von beiden Seiten ein Pulveraufzug stattfindet.

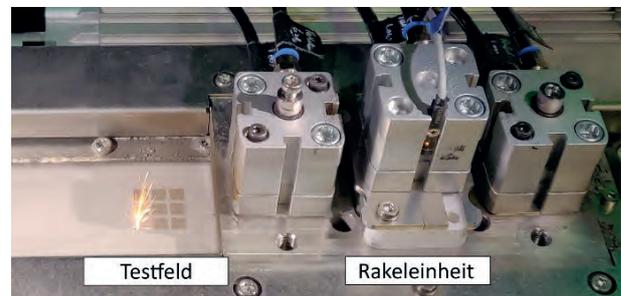


Bild 1: Fotografie eines Druckverdichters im Mikro-SLM Prozess mit Testfeld

3. Versuchsdurchführung

Zur Untersuchung wurden zwei unterschiedliche Edelstahl-Pulver mit Korndurchmessern von $d_{90} < 10 \mu\text{m}$ und $d_{80} < 5 \mu\text{m}$ verwendet. Die Pulverkornverteilung wurde mittels Microtrac¹ Messgerät überprüft. Bei dem $d_{80} < 5 \mu\text{m}$ Pulver lagen 80% der Pulverkorngrößen in der gemessenen Stichprobe bei einem Korndurchmesser von $< 5 \mu\text{m}$ und bei dem $d_{90} < 10 \mu\text{m}$ Pulver lagen 90% der Korndurchmesser bei $< 9 \mu\text{m}$.

Die Untersuchungen zur erzeugten Dichte im Bauprozess erfolgten in Abhängigkeit von der Volumenenergie E_V nach VDI 3405 [6], einer theoretischen Größe, die die eingesetzte Laserleistung pro eingestellte Schichtdicke (l_z), Scangeschwindigkeit (v_s) und Linienabstand (h_s) angibt:

$$E_V = \frac{P_L}{(v_s \cdot h_s \cdot l_z)}$$

Zur Untersuchung der Rakelbarkeit zweier Pulverfraktionen und der erzielbaren Dichte wurden jeweils vier gleiche Testwürfel parallel aufgebaut (Bild 2, links). Dabei wurde in Aufbaurichtung nach jeweils 50 Schichten die Volumenenergie erhöht und die Testfeldgröße minimal reduziert (Bild 2, rechts). Somit war eine bessere Separation der Schichten in der späteren Auswertung der Querschliffe erkennbar. Es wurde mit einer konstanten Scangeschwindigkeit des

¹ Microtrac S3500 Model "Blue wave"

Scanners von 2 m/s gearbeitet. Für unterschiedliche Versuchsdurchgänge wurden der Linienabstand und die Laserleistung und damit die Volumenenergie-dichte variiert. Die eingestellte Pulverschichthöhe lag bei 10 μm . Für die Variation der Bestrahlungsrichtung zur Vermeidung von Vorzugsrichtungen im Bauprozess wurde von Schicht zu Schicht die Bestrahlungsrichtung um 137° gedreht.

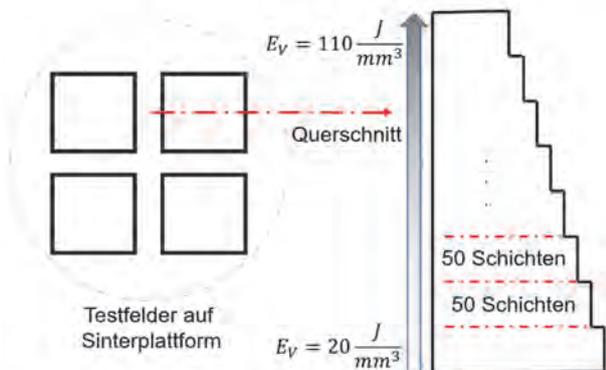


Bild 2: Schematische Darstellung der Testfelder und vom Querschliff mit Volumenenergiebereichen, von unten nach oben variiert

Die Untersuchungen der beiden Pulverkorngrößen wurden mit den gleichen Parametern durchgeführt. Für die Bestimmung der Dichte wurde jeweils der Mittelwert aus vier erzeugten Testfeldern verwendet. Die Auswertung der Dichteuntersuchung erfolgte mittels Laser Scanning Mikroskop². Die Messung der Dichte erfolgte anhand der Kontrastwerte zwischen Löchern, welche in der Struktur als schwarze Flecken erscheinen und den grauen Flächen, die das erstellte Vollmaterial darstellen.

Um eine Aussage über den Zusammenhang von Pulverschicht zu erzeugter Struktur herzustellen wurde vor und nach jedem Pulveraufzug im Prozess ein Bild der entsprechenden Pulverschicht aufgenommen um sie mit der daraus entstandenen Struktur vergleichen zu können. Durch die in situ Prozessuntersuchung konnte der direkte Einfluss von Fehlern im Bauprozess auf die generierten Strukturen untersucht werden. Da insbesondere das Zusammenspiel der Rakeinheit (Bild 1) mit dem Pulverbett und der erzeugten Struktur untersucht werden sollte, wurde zudem die vertikale Verdrückung der Bauplattform während des Rakelvorgangs erfasst. Verursacht wird die Verdrückung durch Anstoßen oder Kratzen der Rakel an Schmelzüberhöhungen die durch falsche Parameterwahl oder fehlerhaften Pulveraufzug entstehen können. Das Anstoßen oder Kratzen kann im schlimmsten Fall die Struktur oder die Rakel beschädigen und sollte daher vermieden werden.

3. Ergebnisse und Diskussion

3.1. Dichte in Abhängigkeit der Volumenenergie-dichte

Die Untersuchung der Dichte in Abhängigkeit der Volumenenergie-dichte wird in Bild 3 exemplarisch anhand zweier unterschiedlicher Dichten dargestellt.

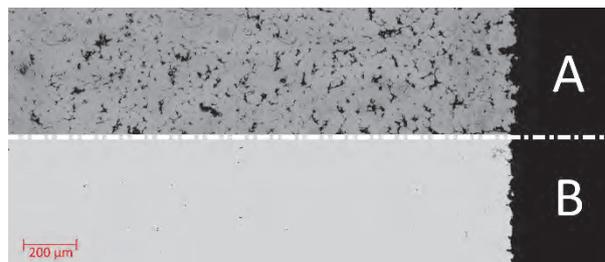


Bild 3: Mikroskopbilder von Querschliffen mit unterschiedlicher Dichte A: 94% Dichte bei $E_V = 25 \text{ J/mm}^3$ B: 99.5% Dichte bei $E_V = 84 \text{ J/mm}^3$

Für die Erzeugung von Vollmaterial wurde die Zielstellung einer Dichte von mindestens 99.5% festgesetzt. Dieser Wert wurde gewählt, da bereits Untersuchungen von Spierings und Levy gezeigt haben, dass dieser Wert bei größeren Korndurchmessern im SLM Verfahren mit 30 μm Schichtdicke als erreichbar angegeben wurde und die verbleibenden 0.5% Porosität in pulverbettbasierenden Verfahren nicht ausgeschlossen werden können [7]. Auch mit den hier vorliegenden Parametern konnte mit beiden Pulvern dieser Zielwert erreicht werden, wobei beobachtet wurde, dass eine Volumenenergie-dichte von mindestens 70 J/mm^3 notwendig war (Bild 4).

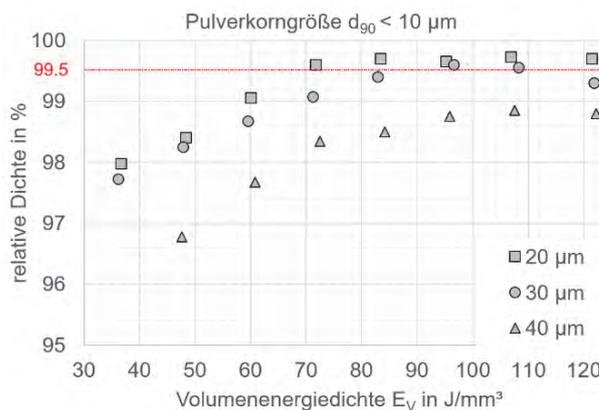


Bild 4: Darstellung der Abhängigkeit der relativen Dichte von der Volumenenergie-dichte bei unterschiedlichen Linienabständen (20 μm , 30 μm , 40 μm) für $d_{90} < 10 \mu\text{m}$, rote Linie > 99.5% Dichte,

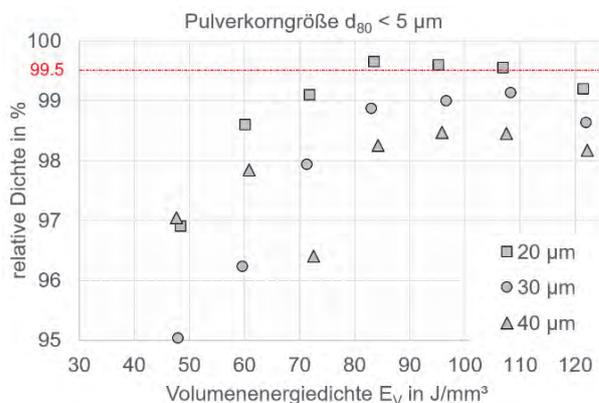


Bild 5: Darstellung der Abhängigkeit der relativen Dichte von der Volumenenergie-dichte für $d_{90} < 5 \mu\text{m}$, rote Linie > 99.5% Dichte, Parameter Linienabstand

Die Anzahl der erzeugten Teststrukturen mit einer relativen Dichte von >99,5% war bei den Versuchen mit 10 µm Pulver größer (Bild 4) als bei den Versuchen mit 5 µm Pulver (Bild 5). Da bei beiden untersuchten Pulvern die gleiche Volumenenergiedichte verwendet wurde, kann angenommen werden, dass die Abweichungen in den erzeugten Dichten durch Prozesseinflüsse bzw. durch die Pulvereigenschaften entstanden. Eine Ursache dafür könnte die Korngröße sein. Bei dem 5 µm Pulver könnte die Anzahl der verdampften Partikel größer gewesen sein, so dass die restlichen, verschmolzenen Partikel mehr Fehlstellen in Form von Poren erzeugten als das bei 10 µm Pulver der Fall war. Wahrscheinlicher war jedoch, dass die Einflüsse des Prozesses, insbesondere den Pulveraufzug betreffend, für eine geringere Dichte sorgten (siehe nächsten Abschnitt). Zudem sollten die erzeugten Schmelzspuren mit dem kleineren Korndurchmesser schmaler sein. Dies könnte bei höheren Linienabständen zur Separation der Linien geführt und somit die Anzahl der Poren während der Vollmaterialerzeugung erhöht haben. Bei dem größeren Korndurchmesser war die erzeugte Dichte höher, wodurch vermutet wurde, dass hier die erzeugten Linien besser überlappen und die erzeugte Dichte sich erhöhte.

3.2. Zusammenhang Rakelbarkeit und Dichte

Zunächst konnte beobachtet werden, dass während der Bearbeitung der Pulveraufzug stark vom Pulverkorn Durchmesser und der verwendeten Volumenenergiedichte während der Strukturzeugung abhängig war. Beim Prozessieren des 5 µm Pulver mit 20 µm Linienabstand wurden Schwierigkeiten bei der Anbindung des Pulvers an das Substrat beobachtet. Diese verminderten sich im Verlauf der Bearbeitung, so dass ein durchgehender Pulveraufzug vorgefunden wurde. Bei den erzeugten Testfeldern mit 30 µm und 40 µm Linienabstand traten vermehrt Aufzugsfehler im Prozess auf, welche mit den nachfolgenden Schichten wieder ausgeglichen werden konnten, da die Fehler immer an anderen Stellen im Prozess auftraten. Hier wurde eine mögliche Ursache für die geringere Dichte im Vergleich zum Versuch mit 10 µm Pulver vermutet. Wie in Bild 4 und 5 dargestellt ist, war die Dichte der Versuche mit 5 µm Pulver durchweg geringer als bei den Versuchen mit 10 µm Pulver. In Bild 6 ist der Zusammenhang der Dichte mit der erzeugten Pulverschicht dargestellt. Bei einer erwarteten durchgehenden Pulverschicht konnten in Bild 6 B viele durchscheinende Strukturfelder beobachtet werden.

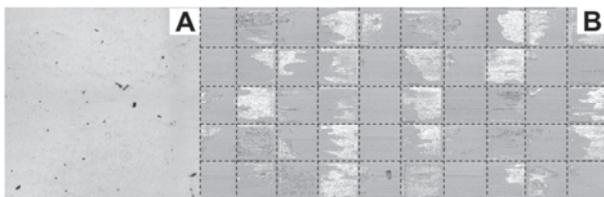


Bild 6: Mikroskopbild des Querschliffes bei einer Volumenenergiedichte von 80 J/mm^3 und 5 µm Pulver (A) mit den dazugehörigen 50 Schichtbildern jedes Pulveraufzuges (B) ($h_s=30 \text{ µm}$, $l_z=10 \text{ µm}$, $v_s=2 \text{ m/s}$)

Durch die sehr kleine Pulverkorngröße verhielt sich das feinkörnige Pulver wenig fließfähig, wodurch die Haftung der Pulverkörner auf der Struktur relativ schwach war. Bei der Verwendung des 10 µm Pulvers wurde dagegen beobachtet, dass der Pulveraufzug durchgehend homogener erfolgte. Zum Vergleich wurden in Bild 7 die gleiche Volumenenergiedichte und der gleiche Linienabstand wie in Bild 6 mit 10 µm Pulver dargestellt. Besonders die Anbindung an das Substrat war wesentlich besser, was durch die bessere Fließfähigkeit des Pulvers erklärt werden kann. Zudem ist in den Darstellungen der Querschliffe erkennbar, dass Poren bei beiden erzeugten Strukturen auftraten, diese aber ohne Struktur und Vorzugsrichtung erschienen. Lediglich die Anzahl war bei dem 5 µm Pulver größer, was mit der geringeren Dichte aus 3.1. korrelierte.



Bild 7: Mikroskopbild des Querschliffes bei einer Volumenenergiedichte von $E_V = 80 \text{ J/mm}^3$ mit den dazugehörigen 50 Schichtbildern jedes Pulveraufzuges (B) ($h_s=30 \text{ µm}$, $l_z=10 \text{ µm}$, $v_s=2 \text{ m/s}$)

Zudem wurde vermutet, dass die Oberfläche bei der Bearbeitung mit 5 µm Pulver feinere Strukturen aufweist, was zu weniger rauen Oberflächen führte, wodurch die Haftung des Pulvers an die vorherige Schicht reduziert wurde und es so zu den durchscheinenden Strukturen kam.

Den Erwartungen entsprechend wurde festgestellt, dass für die Erzeugung von dichten Strukturen ein Linienabstand von 20 µm und 30 µm für 10 µm Pulvergut geeignet war. Bei 5 µm Pulver und gleichem Fokuskorn Durchmesser funktionierte nur noch ein Linienabstand von 20 µm, um dichte Strukturen (>99,5%) zu erzeugen. Hier wurde vermutet, dass die erzeugten Schmelzspuren in Ihrer Ausbildung schmaler waren und sich bei steigendem Linienabstand nicht mehr vollständig mit den benachbarten Spuren verbanden. Die breiteren Schmelzspuren des 10 µm Pulvers hingegen erzeugten auch mit einem Linienabstand von 30 µm noch dichte Strukturen.

3.3. Zusammenhang Verdrückung und Volumenenergiedichte

Wie Eingangs bereits erläutert wurde eine vertikale Verdrückung durch Anstoßen oder Kratzen der Rakel mit Druckverdichter (Bild 8) an Schmelzüberhöhungen durch falsche Parameterwahl oder fehlerhaften Pulveraufzug hervorgerufen. Während der Bearbeitung wurde die horizontale Position der Bauplattform erfasst, wodurch die vertikale Verdrückung analysiert werden konnte. Dabei konnte ein Zusammenhang zwischen den eingestellten Parametern sowie der Bauhöhe und der verwendeten Pulverkorngröße festgestellt werden. In Bild 8 wurde der Rakelvorgang

schematisch dargestellt, wobei die vertikale Verdrückung auf Struktur und Plattform durch den Druck der Rakel aufgezeigt wurde.

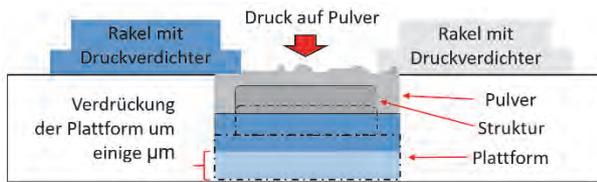


Bild 8: Schematische Darstellung der Verdrückung (Rakel bewegte sich mit Druck bidirektional über Pulverbett, Struktur und Plattform. Dabei kam es zur vertikalen Verdrückung welche durch die Position der Plattform gemessen werden konnte.)

In den nachfolgenden Darstellungen (Bild 9 und Bild 10) finden sich die Messungen der vertikalen Verdrückung über einen kompletten Strukturaufbau von Edelpulver 316L mit einer Korngröße von $d_{90} < 10 \mu\text{m}$ sowie $d_{80} < 5 \mu\text{m}$ und einem Linienabstand von $20 \mu\text{m}$. Die Volumenenergiedichte wurde durch die Variation der Laserleistung verändert. Die maximale Verdrückung in Bild 9 mit $10 \mu\text{m}$ Pulver betrug $4 \mu\text{m}$ und die maximale Verdrückung für die Bearbeitung mit $5 \mu\text{m}$ Pulver lag bei $5 \mu\text{m}$. Damit war die Verdrückung beim kleineren Korndurchmesser unwesentlich höher als beim größeren.

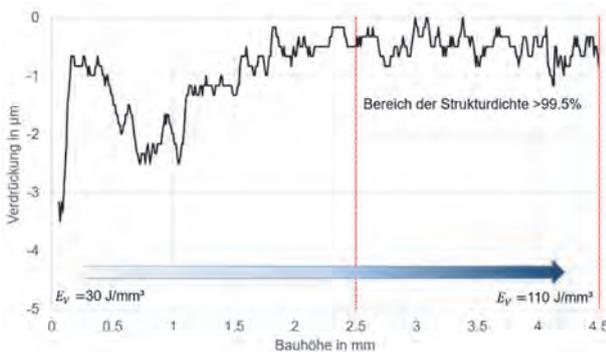


Bild 9: Darstellung der Abhängigkeit der Verdrückung von der Bauhöhe und der Volumenenergiedichte mit $10 \mu\text{m}$ Pulver und einem Linienabstand von $20 \mu\text{m}$, dichter Bereich (Dichte $> 99,5\%$) rot dargestellt.

In der Darstellung (Bild 9) sind zwei Bereiche erkennbar: Zunächst der Beginn der Bearbeitung mit einer geringen Volumenenergiedichte (Bauhöhe: $0-1 \text{ mm}$) und starker Verdrückung. Dieses Verhalten wurde bei allen untersuchten Linienabständen beobachtet und wurde mit steigender Volumenenergiedichte besser. Es könnte darauf zurückzuführen sein, dass die Schichtdicke bei SLM Prozessen ca. $20 \mu\text{m}$ benötigt, um sich „einzupendeln“ [8]. Dieses Verhalten trat auch auf, weil das Substrat noch etwas schief stand und diese Unebenheit ausgeglichen wurde. Anschließend existierte ein Bereich, bei dem sich die Verdrückung auf ein Minimum reduzierte. Dieser Bereich der Bauhöhe von $2,5 \text{ mm} - 4,5 \text{ mm}$ mit Volumenenergiedichten von $70 - 110 \text{ J/mm}^3$ entsprach auch dem Bereich, in dem die dichteste Struktur beobachtet werden konnte.

Ein ähnliches Verhalten war auch mit $5 \mu\text{m}$ Pulver erkennbar, wenn man für die Startschichten einen höheren Volumenenergiedichtebetrag verwendete (Bild 10). Hier wurde zunächst der Bereich der Bauhöhe bis 1 mm mit einem Volumenenergiedichtebetrag von 70 J/mm^3 erzeugt, um eine bessere Anbindung des Pulvers an das Substrat zu erhalten. Anschließend wurde wie in Bild 9 auch der Volumenenergiedichtebetrag schrittweise angehoben bis bei einer Bauhöhe von $2,5 \text{ mm}$ die maximale Volumenenergiedichte von 110 J/mm^3 erreicht wurde. Hier entsprach dieser Bereich ebenfalls der Materialdichte von $> 99,5\%$. Anders als in Bild 9 wurde hier nach dem Erreichen der maximalen Volumenenergiedichte dieser wieder auf 60 J/mm^3 reduziert. Es war erkennbar, dass bei starken Parameterwechseln die Verdrückung wieder stärker wurde bis sich der Prozess stabilisierte. Jedoch war wie auch in Bild 10 bei geringen Volumenenergiedichten eine stärkere Verdrückung sichtbar als bei höheren, bei denen dichte Strukturen aufgebaut werden konnten.

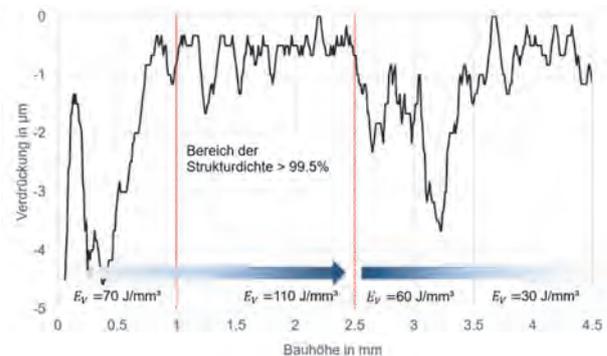


Bild 10: Darstellung der Abhängigkeit der Verdrückung von der Bauhöhe und der Volumenenergiedichte mit $5 \mu\text{m}$ Pulver und einem Linienabstand von $20 \mu\text{m}$, dichter Bereich (Dichte $> 99,5\%$) rot dargestellt.

Da bei geringeren Volumenenergiedichten die Verdrückung höher war, wurde vermutet, dass hier die erzeugte Schmelze im Prozess nicht ausreichend war um das Pulver komplett durchzuschmelzen. Es könnte zu vermehrten Pulveranhaftungen und Kugelbildungen gekommen sein, die den Prozess behinderten und die Verdrückung hervorriefen.

Der Einfluss der Verdrückung auf die erzeugte Pulverschichtdicke entsprach der Abhängigkeit der Dichte von der Volumenenergiedichte, so dass bei geringen als auch bei sehr hohen Volumenenergiedichten, wenn der Strukturaufbau nicht mehr ausreichend gut funktionierte meist auch die Verdrückung überdurchschnittlich ausgeprägt war. Dies war insbesondere am Anfang der Bearbeitung und bei sehr großen Sprüngen der Volumenenergiedichte zu beobachten. Daraus ließ sich ableiten, dass die Verdrückung von der Schmelzbadform anhängig war. Eine gute Durchschmelzung und gleichmäßige Schmelzraupen sorgten für geringe Verdrückungen. Die Messung der vertikalen Verdrückung ist somit zur Prozesskontrolle geeignet.

4. Zusammenfassung

In den Kapiteln 3.1 bis 3.3 wurden unterschiedliche Einflüsse bei der Strukturierung im Mikro-SLM Prozess dargestellt. Besonders interessant war das Verhalten des Pulvers mit 5 µm Korndurchmesser im Vergleich zum Pulver mit 10 µm Korndurchmesser. Entgegen der Erwartung, dass ein kleinerer Korndurchmesser auch weniger Poren erzeugen würde, wurde festgestellt, dass die Korngröße von 10 µm bessere Ergebnisse hervorbrachte. Zusammenfassend konnte anhand der erfolgten Versuche ein Zusammenhang zwischen eingestellter Volumenenergie und der Dichte der erzeugten Strukturen im Mikro-SLM Prozess gefunden werden. Für die Erzeugung dichter Strukturen war ein Volumenenergiebereich von 70 J/mm³ bis etwa 110 J/mm³ geeignet, wenn man Dichten von mehr als 99.5% erzeugen wollte. Dieser Bereich entspricht ähnlichen Ergebnissen die mit SLM Verfahren im Makrobereich erreicht werden konnten. Zudem wurde festgestellt, dass feinkörnigeres Pulver von 5 µm Korndurchmesser schwieriger im Handling war und damit porösere Strukturen erzeugt wurden. Für den Linienabstand bei einem Fokusdurchmesser von 26 µm ergab sich, dass sowohl 20 µm als auch 30 µm zur Erzeugung von Strukturen geeignet waren, wobei eine Präferenz zu geringeren Linienabständen bei geringeren Korndurchmessern lag. Bei größeren untersuchten Linienabständen sank die Dichte der erzeugten Strukturen deutlich. Zudem war im Bauprozess erkennbar, dass der Strukturaufbau mit steigendem Linienabstand schwieriger und fehleranfälliger wurde.

Zwischen dem Erscheinungsbild der erzeugten Pulverschichten und der Dichte konnte ein Zusammenhang gefunden werden. Größere Poren waren erkennbar, wenn langfristig inhomogene Pulverschichten erzeugt wurden. Kleinere Fehlstellen oder kurzzeitiges Durchscheinen von Strukturen in einzelnen Ebenen oder an unterschiedlichen Stellen hatte jedoch keinen gravierenden Einfluss auf die Dichte der erzeugten Strukturen.

5. Ausblick

In weiteren Untersuchungen insbesondere zum Verhalten des 5 µm Pulvers sollen die Schmelzspuren im Vergleich zum 10 µm Pulver bei gleichem Fokusdurchmesser charakterisiert werden. Zudem soll die Prozessführung für das Handling des 5 µm Pulver entsprechend angepasst werden. Es sollen niedrigere Intensitäten, geringere Linienabstände als auch geringere Schichthöhen verwenden, um dem Pulver besser gerecht zu werden. Zudem sollen durch weitere Modifikationen der Anlagentechnik die schwierigen Fließeigenschaften des 5 µm Pulvers kompensiert werden. Dies ist z.B. durch erhöhten Rakel- druck bzw. durch die Anpassung der Rakelgeschwindigkeit realisierbar.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich bei dem Europäischen Sozialfonds (ESF) und der Sächsischen Aufbaubank (SAB) für die Finanzierung des Projektes Eila-SAX - Antragsnummer: 100339506.



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Literaturverzeichnis

- [1] Jens Bliedtner, Hartmut Müller, Andrea Barz: Lasermaterialbearbeitung, ISBN: 978-3-446-42168-4 S. 367 ff.
- [2] A. Streek, M. Erler, R. Ebert, U. Löschner: Untersuchungen zum Hochrate Mikro-SLM, In: Lasermaterialbearbeitung in der digitalen Produktion, DVS-Berichte Band 328, ISBN: 978-3-945023-66-2, S.217-226
- [3] M. Erler, S. Gronau, J. Drechsel, R. Ebert, H. Exner: Prozessoptimierung für die generative Fertigung von Mikro-Wärmeübertragern, In: Scientific Reports, 10. Mittweidaer Lasertagung 2/2017, S.67-71
- [4] Dietmar Schulze: Pulver und Schüttgüter, ISBN: 978-3-540-34082-9 S. 215 ff.
- [5] A. Streek, M. Müller, T. Süß, R. Ebert, L. Hartwig, S. Klötzer, P. Regenfuß, H. Exner: Laser-mikrosintern – Stand und Perspektiven, In: Scientific Reports, Journal of the University of Applied Sciences Mittweida 4/2009, S.37-43
- [6] VDI-Richtlinie 3405, Additive Fertigungsverfahren – Strahlschmelzen metallischer Bauteile
- [7] Spierings, Adriaan B., and Gideon Levy: Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with selective laser melting using different powder grades, Proceedings of the Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium. Austin, TX, 2009, pp 342-353
- [8] R. Ebert, F. Ullmann, L. Hartwig, T. Suess, S. Klötzer, A. Streek, J. Schille, P. Regenfuss, H. Exner: Laser microsintering of tungsten in vacuum, In: Proceedings of SPIE 7589 (2010)

HOCHRATE-BOHREN VON MIKROLÖCHERN IN SILIZIUM MITTELS UKP-LASERSTRAHLUNG

Andreas Gruner, Lucas Naumann, Jörg Schille, Udo Löschner
Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Die Lasermaterialbearbeitung von Silizium, als Basismaterial für mikroelektromechanische Systeme, ist inzwischen als eine effektive Fertigungsmethode zur Erzeugung komplexer und präziser Mikrostrukturen bekannt. Insbesondere für die Fertigung von Mikroloch-Gitterstrukturen ist das Lasermikrobohren eine Alternative zu den bisherigen Fertigungsverfahren. In dieser Studie wird die Lasermikrobearbeitung zur Erzeugung von Durchgangslöchern in Silizium mit einer Materialstärke von 100 µm mittels Ultrakurzpuls-Laserstrahlung und hoher Pulswiederholfrequenz näher untersucht. Es wurden wesentliche Prozessparameter wie Fluenz und Pulswiederholfrequenz variiert um die für den Prozess optimalen Parameter für eine qualitativ hochwertige Bohrlochgeometrie bei möglichst minimaler Prozesszeit zu identifizieren. Dabei konnte gezeigt werden, dass mit steigender Pulswiederholfrequenz und einer daraus resultierenden geringeren Fluenz die Prozesszeit aufgrund von Wärmeakkumulation signifikant sank. Zudem führte dieser Effekt gleichzeitig zu einer erheblich höheren Bohrlochqualität.

1. Einleitung

Die Nachfrage nach mikroelektromechanischen Systemen (MEMS) für industrielle Anwendungen ist in den vergangenen Jahren stark gestiegen. Eines der am meisten verwendeten Materialien für MEMS ist bis heute immer noch Silizium. Untersuchungen zur Laserbearbeitung dieses Materials haben gezeigt, dass insbesondere Ultrakurzpuls (UKP)-Laserquellen sehr gut geeignet sind um komplexe und hochpräzise Mikrostrukturen [1, 2], Mikrobohrungen [3-6] oder auch Durchkontaktierungen [7-9] zu erzeugen.

Ein besonderes Augenmerk gilt zudem MEMS Gas-Feld-Ionenquellen (GFIS) für den Einsatz als Mikro-Antriebs-Systeme. Das Funktionsprinzip von GFIS-Antrieben basiert auf Edelgas (Xe oder Ar), das durch einen porösen Siliziumchip strömt, der auf der Rückseite mit Carbon Nanotubes (CNTs) beschichtet ist und an dem ein starkes elektrisches Feld anliegt. Die CNTs fungieren hierbei als Anode für die Feldionisation. Die Ionen werden in Richtung Kathode beschleunigt und erzeugen so den notwendigen Schub. Erste Konzepte dieser Technologie wurden am NASA Ames Research Center und am MIT entwickelt und erprobt [10-12]. Ein großes Problem stellte jedoch die Fertigung des Siliziumchips dar, der mittels reaktivem Ionentiefätzen (DRIE) hergestellt wurde. An der TU Dresden wurde dieses Konzept schließlich weiterentwickelt. Dabei erfolgte die Fertigung des porösen Siliziumchips, indem mittels ns-Laserquelle mit niedriger Pulswiederholfrequenz eine großflächige Lochstruktur gebohrt wurde [13-17]. Das Hauptaugenmerk lag auf einem hohen durchbohrten Flächenanteil und einer möglichst unbeeinflussten und ablagerungsfreien Strahlaustrittsseite als Bedingung für die anschließende CNT-Beschichtung. Allerdings führte die hohe thermische Belastung während des Laserprozesses zu starken Schmelzablagerungen im Strahleintrittsbereich und einer verminderten mechanischen Stabilität. Zusätzlich war die lange Prozesszeit ein entscheidender Nachteil dieser Fertigungsstrategie.

Einen neuen Ansatz für die Fertigung solcher Mikrolochgitter bietet der Einsatz hochrepetierende UKP-

Laserquellen. Mit den in den vergangenen Jahren entwickelten kommerziellen UKP-Lasersystemen hoher mittlerer Leistung und Pulswiederholfrequenz kann ein hoher Durchsatz in Kombination mit einer hohen Prozessqualität realisiert werden.

Bisherige Studien zum Mikrobohren von Edelstahl mit Pulswiederholraten bis zu 1 MHz kamen zu dem Ergebnis, dass sich die Abtrageeffizienz im Vergleich zu niedrigen Pulswiederholfrequenzen aufgrund von Wärmeakkumulation deutlich erhöht. Dabei litt allerdings die Qualität der Bohrungen, da die hohe thermische Belastung zu lokalem Aufschmelzen des Grundmaterials führte. Diese Schmelze wiederum lagerte sich um den Strahleintrittsbereich ab [18-20]. In einer anderen Studie wiederum wurde gezeigt, dass das konventionelle Perkussionsbohren in einen Hochrate-Prozess überführt werden kann, indem UKP-Laserstrahlung mit einer Pulswiederholfrequenz von 48,72 MHz appliziert wurde [21]. Speziell für die Fertigung von Mikrolochstrukturen mit einer Bohrungsanzahl > 10.000 ist dieser Prozess eine Alternative zu bisherigen Fertigungsverfahren wie DRIE und anderen konventionellen Ätzverfahren.

Inhalt dieser Arbeit ist eine Parameterstudie zum Lasermikrobohren in Silizium mit UKP-Laserstrahlung. Dabei wurden die Pulswiederholfrequenz und die Fluenz über einen weiten Bereich variiert um optimale Prozessparameter sowohl hinsichtlich Quantität als auch Qualität zu identifizieren. Schließlich wurde mit dem am besten geeigneten Parametersatz ein Mikrolochgitter gefertigt um das hohe technische Potenzial des Prozesses zu demonstrieren.

2. Experimentelle Details

Für die experimentellen Untersuchungen wurde ein hochrepetierendes Lasersystem basierend auf der InnoSlab-Technologie mit einer maximalen mittleren Leistung von 92 W am Arbeitspunkt eingesetzt. Die maximale Pulswiederholfrequenz betrug 48,72 MHz. Der Laser hat eine Strahlqualität $M^2 = 1,3$ bei einer Grundwellenlänge von 1030 nm. Für die Bearbeitung wurde die vom Laser emittierte linear polarisierte

Strahlung mittels $\lambda/4$ -Platte in eine zirkulare Polarisation überführt, um einen diesbezüglichen Einfluss auf das Bohrungsergebnis zu vermeiden [22, 23]. Die Pulsdauer betrug ca. 1,2 ps, gemessen bei einer Pulswiederholfrequenz von 48,72 MHz. Für die schnelle Strahlableitung in Bearbeitungsebene kam ein Galvanometerscanner zum Einsatz. Der Laserstrahl wurde mittels eines f-Theta-Objektivs mit einer Brennweite von 167 mm auf die Bearbeitungsoberfläche fokussiert. Dabei ergab sich ein resultierender Fokusbereich von 30,5 μm . Die maximale Fluenz H_{max} betrug 12,3 J/cm² bei einer Pulswiederholfrequenz von 1,95 MHz und verringerte sich proportional mit steigender Pulswiederholfrequenz aufgrund der begrenzten maximalen mittleren Leistung P_{av} . Die Fluenz H_{max} wurde gemäß folgender Gleichung berechnet:

$$H_{\text{max}} = \frac{2 P_{\text{av}}}{\pi w_0^2 f} \quad (1)$$

Die Untersuchungen wurden mit dem Perkussionsbohrverfahren durchgeführt. Das Ziel war die Erzeugung von Durchgangsbohrungen. Um die zum Durchbohren benötigte Pulsanzahl n_p zu bestimmen, wurde eine Laserpulssteuerung implementiert, die die vom Laser emittierten Pulse zählt und diesen mittels einer Materialprobe positionierter Photodiode nach detektierter Durchbohrung abschaltet.

Bei dem verwendeten Probenmaterial handelte es sich um SSP, B-dotiertes <100> Silizium mit einer Materialstärke von 100 μm . Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte mittels Laserscanning- und Rasterelektronenmikroskopie (REM). Zur Bestimmung der Standardabweichung wurden mit jedem Parametersatz 10 Bohrungen generiert und statistisch ausgewertet.

3. Ergebnisse und Diskussion

3.1. Einfluss der Laserparameter auf die Pulsanzahl

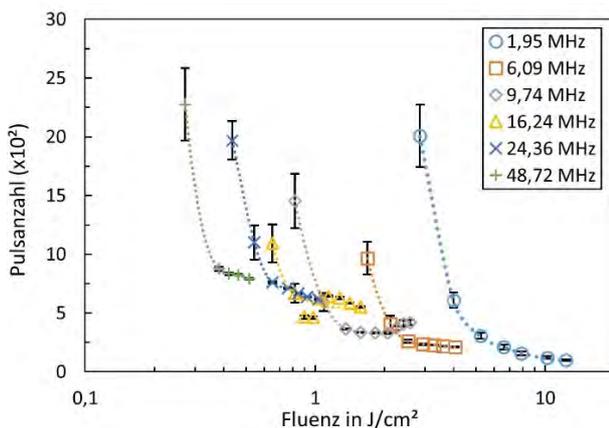


Bild 1: Zum Erzeugen von Durchgangsbohrungen benötigte Pulsanzahl in Abhängigkeit der Fluenz

Zuerst wurde der Einfluss der Prozessparameter auf die zum Durchbohren notwendige Pulsanzahl untersucht (siehe Bild 1). Es ist zu erkennen, dass die benötigte Pulsanzahl für alle untersuchten Pulswiederholfrequenzen signifikant mit entsprechend zunehmender

Fluenz sinkt. Allerdings gibt es bei einer Frequenz von 16,24 MHz und einer Fluenz $> 1 \text{ J/cm}^2$ bzw. einer Frequenz von 9,74 MHz und einer Fluenz größer 2 J/cm^2 einen unerwarteten Anstieg der Pulsanzahl. Eine mögliche Erklärung hierfür könnten Plasma- und Partikelabschirmungseffekte sein, die bei den jeweiligen Parametersätzen auftreten. Dabei werden die nachfolgenden Laserpulse durch die Plasma- und Partikelemissionen der vorangegangenen Pulse absorbiert bzw. gestreut, wodurch wiederum die Bohreffizienz abnimmt.

Weiterhin lässt sich feststellen, dass die Standardabweichung der zum Durchbohren benötigten Pulsanzahl für jede untersuchte Pulswiederholfrequenz mit entsprechend zunehmender Fluenz deutlich kleiner wird. Die Reproduzierbarkeit des Prozesses steigt damit erheblich.

Die zum Durchbohren notwendige Fluenz sinkt mit zunehmender Pulswiederholfrequenz signifikant. Eine Erklärung hierfür liefert der sich verstärkende Effekt der Wärmeakkumulation als Folge zeitlich immer kürzer nacheinander einstrahlender Laserpulse und der begrenzten Wärmeleitung ins umgebende Material [21, 24-26]. Dies führt zu einer Erhöhung des Schmelzanteils beim Bohrprozess und damit zu einem größeren Materialabtragsvolumen pro Puls. Zusätzlich wurde in [26] argumentiert, dass sich durch Puls-Partikel-Wechselwirkungen der Wärmetransport innerhalb des Bohrlochs noch erhöht, was wiederum zu einer Verstärkung der Wärmeakkumulation führt. Als Folge der Wärmeakkumulation sinkt auch die Materialabtragschwelle bei höheren Pulswiederholfrequenzen deutlich [27, 28]. Zum Beispiel ist eine Materialbearbeitung bei einer Pulswiederholfrequenz von 1,95 MHz und einer Fluenz von 0,52 J/cm², was der maximal verfügbaren Fluenz bei 48,72 MHz entspricht, nicht möglich, da hier die Materialabtragschwelle bei etwa 1,3 J/cm² liegt [7].

3.2. Einfluss der Laserparameter auf die Bohrzeit

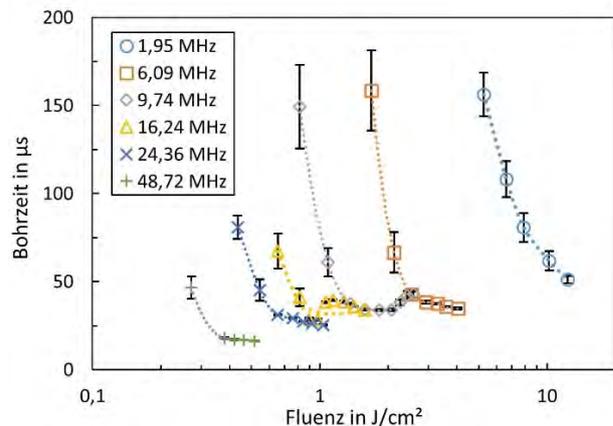


Bild 2: Bohrzeit in Abhängigkeit der Fluenz für verschiedene Pulswiederholfrequenzen

Ein wesentlicher Parameter des Bohrprozesses ist die Prozesszeit, die mittels der zum Durchbohren benötigten Pulsanzahl und der eingesetzten Pulswiederholfrequenz bestimmt werden kann. Bild 2 zeigt

die Bohrzeit in Abhängigkeit der Fluenz und der untersuchten Pulswiederholffrequenzen. Es ist zu erkennen, dass sich die Prozesszeit mit steigender Fluenz für jede untersuchte Frequenz signifikant reduziert. Des Weiteren sinkt die Prozesszeit bei steigender Pulswiederholffrequenz trotz der damit verbundenen Erhöhung der zum Durchbohren notwendigen Pulsanzahl aufgrund der geringeren verfügbaren maximalen Fluenz bedingt durch den Effekt der Wärmeakkumulation. Beispielsweise reduziert sich die zum Durchbohren benötigte Prozesszeit bei jeweils maximaler Fluenz von 51,3 μ s bei einer Pulswiederholffrequenz von 1,95 MHz um den Faktor 3 auf 16,3 μ s bei einer Pulswiederholffrequenz von 48,72 MHz.

3.3. Einfluss der Laserparameter auf den Energieeinsatz

Für die Beurteilung der Prozesseffizienz hinsichtlich des Energieeinsatzes wurde der Gesamtenergieeintrag Q_{tot} gemäß folgender Formel berechnet:

$$Q_{tot} = \frac{P_{av}}{f} n_p \quad (2)$$

Q_{tot} ist hierbei die kumulierte Pulsenergie, die benötigt wird um eine Durchgangsbohrung zu erzeugen. In Bild 3 ist dieser Sachverhalt grafisch dargestellt. Man kann erkennen, dass für jede untersuchte Pulswiederholffrequenz eine optimale Fluenz existiert, bei der der Gesamtenergieeintrag minimal ist. Weiterhin ist zu beobachten, dass der Gesamtenergieeintrag je Durchgangsbohrung mit steigender Pulswiederholffrequenz als Folge von Wärmeakkumulation sinkt. So ist bei jeweils optimaler Fluenz der Energieeinsatz bei einer Frequenz von 48,72 MHz etwa um den Faktor 3,7 geringer als bei einer Frequenz von 1,95 MHz.

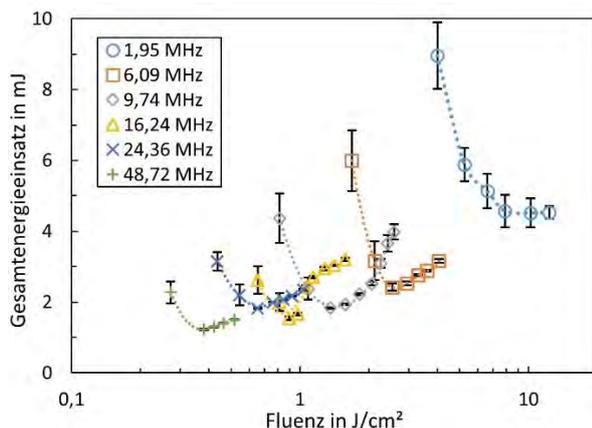


Bild 3: Gesamtenergieeinsatz in Abhängigkeit der Fluenz

3.4. Einfluss der Laserparameter auf den Bohrllochdurchmesser

Das Diagramm in Bild 4 zeigt den Durchmesser von Bohrlocheintritt und -austritt in Abhängigkeit der Fluenz für alle untersuchten Pulswiederholffrequenzen. Grundlegend fällt auf, dass der Durchmesser auf der Strahlaustrittsseite signifikant kleiner ist als auf der Strahleintrittsseite unabhängig von der eingesetzten Pulswiederholffrequenz, was auf einen konischen Bohrllochquerschnitt hindeutet. Dies könnte an

Plasma- bzw. Partikelabschirmeffekten und Mehrfachreflexionen an der Bohrungswand liegen, was zu einer Streuung und Defokussierung des Laserstrahls führt [21, 22]. Auf der Strahleintrittsseite wurden ein minimaler Durchmesser von etwa 30 μ m bei einer Fluenz von 0,4 J/cm² und einer Pulswiederholffrequenz von 48,72 MHz und ein maximaler Durchmesser von etwa 45 μ m bei 2,6 J/cm² und 9,74 MHz gemessen. Bei näherer Betrachtung der Eintrittsdurchmesser fällt auf, dass außer bei einer Pulswiederholffrequenz von 1,95 MHz der Verlauf der Kurven ähnliche Tendenzen aufweist wie die Kurven in Bild 3. Der minimale Eintrittsdurchmesser korreliert etwa mit dem minimalen Gesamtenergieeintrag. Ist der Energieeintrag bei jeweils geringerer Fluenz aufgrund der deutlich höheren zum Durchbohren benötigten Pulsanzahl größer, so erhöht sich auch der Durchmesser des Strahleintritts. Der gleiche Effekt ist bei einem Anstieg der Fluenz zu beobachten. Daraus lässt sich schließen, dass sich bei Erhöhung des Gesamtenergieeintrages der Wärmeakkumulationseinfluss und damit auch der Schmelzanteil erhöhen, was zu einem größeren wirksamen Abtragsdurchmesser im Strahleintrittsbereich führt. Die Austrittsdurchmesser sind insbesondere bei hohen Pulswiederholffrequenzen charakterisiert durch eine allmähliche Vergrößerung mit Zunahme der jeweiligen Fluenz.

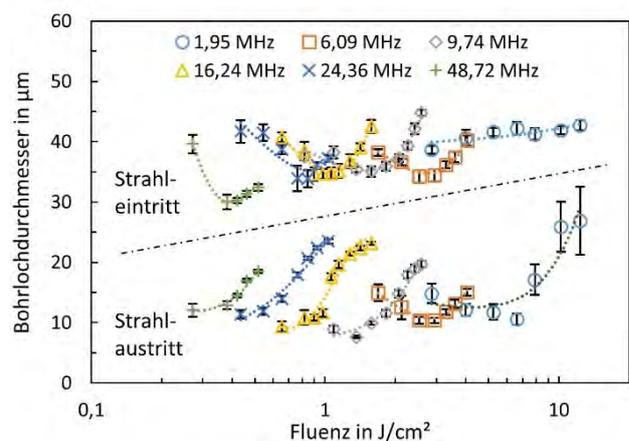


Bild 4: Bohrungsdurchmesser der Strahleintritts- und -austrittsseite in Abhängigkeit der Fluenz

Anhand der Fehlerbalken in Bild 4 ist zu erkennen, dass die Standardabweichung der Strahleintritts- und -austrittsdurchmesser insbesondere für hohe Pulswiederholffrequenzen sehr gering ist, d.h. die Bohrungen sind sehr gut reproduzierbar. Weiterhin können mit der Wahl entsprechender Laserparameter gezielt die Bohrungsdurchmesser beeinflusst werden.

Es sollte außerdem erwähnt werden, dass die Standardabweichung bei einer Pulswiederholffrequenz von 1,95 MHz und einer Fluenz > 7 J/cm² stark ansteigt. Dies ist der sehr geringen Duktilität des Werkstoffes Silizium geschuldet. Bei solch hohen Fluenzen platzt das Material auf der Austrittsseite, bedingt durch die laserstrahlinduzierten Schockwellen innerhalb des Bohrlochs während des Prozesses einige Pulse vor erfolgter Durchbohrung unkontrolliert ab.

3.5. Einfluss der Laserparameter auf die Bohrlochqualität

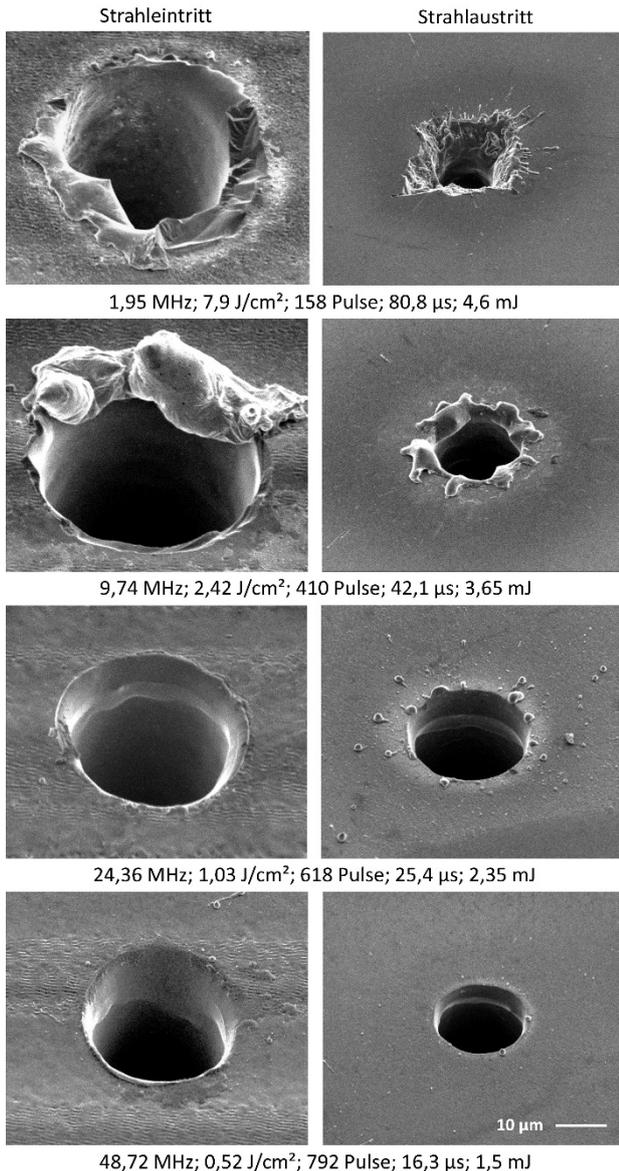


Bild 5: REM-Aufnahmen von Strahleintritts- und -austrittsseite für verschiedene Pulsfrequenzen und entsprechend optimale Fluenzen (v.l.n.r.: Pulsfrequenz, Fluenz, Pulsanzahl, Bohrzeit, Energieeinsatz)

Allgemein wurde festgestellt, dass die Qualität der Bohrungen hinsichtlich Schmelzablagerungen mit steigenden Pulsfrequenzen bis zur maximal verfügbaren Frequenz von 48,72 MHz signifikant zunahm. Bild 5 zeigt REM-Aufnahmen der Strahleintritts- und -austrittsseite von Bohrungen, die mit den für die jeweilige Pulsfrequenz am besten geeigneten Fluenz gefertigt wurden, wobei keinerlei Nachbearbeitung erfolgte. Bei einer Pulsfrequenz von 1,95 MHz sind am Strahleintritt deutliche Schmelzablagerungen zu sehen. Der Strahlaustritt ist, wie schon erwähnt, geborsten und weist ebenfalls Schmelzablagerungen auf. Bei einer Frequenz von 9,74 MHz kann man am Strahlaustritt keine Ablagerungen mehr erkennen, dafür ist der Anteil an Schmelzablagerungen sowohl am Strahleintritt als auch Strahlaustritt deutlich ausgeprägter. Erhöht man

die Pulsfrequenz weiter, verringert sich der Anteil anhaftender Schmelze erstaunlicherweise und wird bei der maximal verfügbaren Frequenz von 48,72 MHz minimal. Es ist lediglich eine etwa 1 μm hohe Schmelzwulst am Bohreintritt zu erkennen, während der Austrittsdurchmesser nahezu frei von Ablagerung ist.

Bisherige Studien zum Lasermikrobohren von Silizium bis zu einer Pulsfrequenz von 26 MHz [7] und von Edelstahl bis 10 MHz [26] kamen zu dem Ergebnis, dass die Qualität bei der Applikation solcher hoher Frequenzen infolge von Wärmeakkumulation einhergehend mit lokalem Aufschmelzen des Materials deutlich abnimmt. Dieser Effekt konnte in dieser Arbeit für Frequenzen bis 9,74 MHz bestätigt werden. Doch aufgrund der geringen Fluenz von 0,52 J/cm² bei der maximal verfügbaren Pulsfrequenz von 48,72 MHz und der sehr kurzen Prozesszeit von 16,3 μs wird nur ein kleiner räumlicher Bereich durch Wärmeakkumulation beeinflusst. Nach erfolgter Durchbohrung wird die im Bohrloch vorhandene Schmelze nahezu vollständig in Richtung Strahlaustrittsseite ausgetrieben, wodurch die Qualität der Bohrungen bei dieser hohen Pulsfrequenz signifikant zunimmt.

Der Prozess des Perkussionsbohrens von Silizium mit solcher hochrepetierender Laserstrahlung ist allerdings limitiert auf eine Materialdicke < 150 μm. Bei größeren Materialstärken kommt es aufgrund der für eine Durchbohrung deutlich höheren benötigten Pulsanzahl zu verstärkter Wärmeakkumulation und damit zu einem größeren aufgeschmolzenen Volumen im Bereich des Strahleintritts. Diese Schmelze wiederum fließt nach erfolgter Durchbohrung ins Bohrloch und führt zu einem Wiederverschluss im Bereich des Strahleintritts [21].

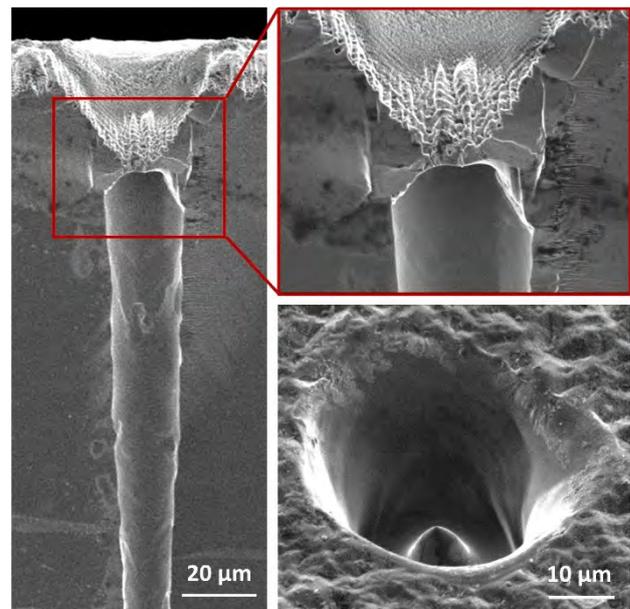


Bild 6: REM-Aufnahmen des Bohrungsquerschnitts, Materialdicke: 200 μm; Pulsanzahl: 1.400, H₀ = 0,46 J/cm², f = 48,72 MHz

Bild 6 zeigt dieses Phänomen am Beispiel einer Materialstärke von 200 μm , einer Fluenz von 0,46 J/cm^2 und einer Frequenz von 48,72 MHz bei einer Anzahl von 1.400 Pulsen. Die bei der linken REM-Aufnahme sichtbare Strukturierung auf der Strahleintrittsseite wurde durch einen nachträglichen Laserabtragsprozess zur Erzeugung einer Sollbruchstelle hervorgerufen, die dazu diente durch Brechen der Materialprobe ein zentriertes Querschnittsprofil zu erhalten.

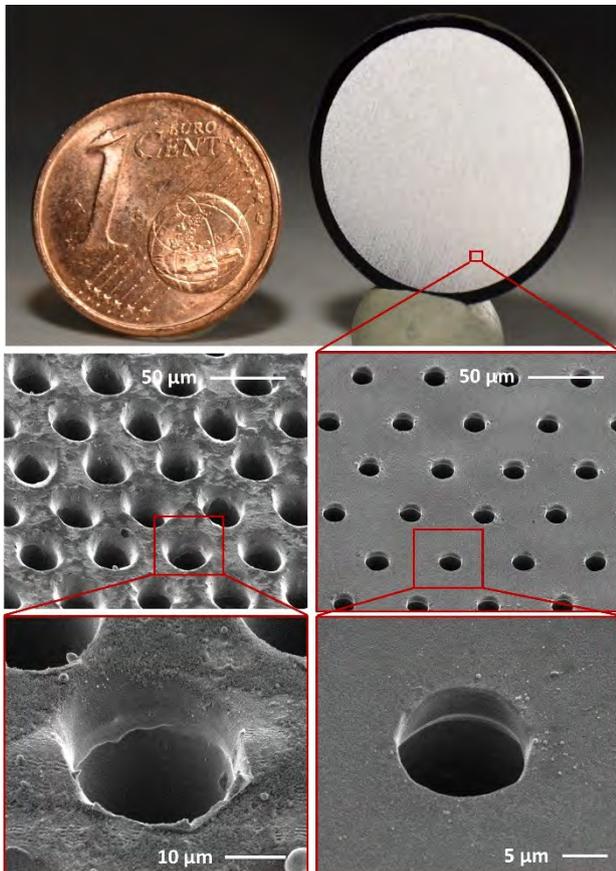


Bild 7: Durchlicht- und REM-Aufnahmen der Vorder- und Rückseite einer gefertigten Gitterstruktur; Materialdicke: 100 μm , Parameter: $H_0 = 0,52 \text{ J}/\text{cm}^2$, $f = 48,72 \text{ MHz}$, Bohrlochabstand: 50 μm , Bohrungsanzahl: 104.838, Bohr-Rate: 1000/s

Als Ergebnis der experimentellen Untersuchungen wurde mit den am besten geeigneten Prozessparametern ($H_0 = 0,52 \text{ J}/\text{cm}^2$, $f = 48,72 \text{ MHz}$) ein Mikrolochgitter mit hexagonal angeordneter Bohrlochgeometrie gefertigt. Die obere Aufnahme in Bild 7 zeigt eine Durchlichtaufnahme, die sowohl die Transparenz der Struktur als auch das Größenverhältnis verdeutlicht. Das Mikrolochgitter wurde nach dem Laserprozess lediglich in einem Ultraschallbad gereinigt. Wenn man den Strahlaustrittsdurchmesser zugrunde legt, konnte ein durchbohrter Flächenanteil von 14,5 % realisiert werden. Die Struktur besteht aus 104.838 Einzelbohrungen mit einem Bohrungsabstand von 50 μm . Die bearbeitete Fläche beträgt damit etwa 227 mm^2 . Jede einzelne Bohrung wurde mit einer Pulsanzahl von 850 gefertigt, was einer Prozesszeit von 17,4 μs /Bohrung entspricht. Unter Einbeziehung der Scannerdelays für die Strahlablenkung und -positionierung betrug die Fertigungszeit

des Gitters ca. 105 s. Dies entspricht einer Bohr-Rate von 1000/s. In den unteren REM-Aufnahmen in Bild 7 ist zu erkennen, dass die Bohrlochgeometrie nur minimale Schmelzablagerungen im μm und sub- μm Bereich aufweist. Die einzelnen Bohrungen sind dabei durch eine hohe Homogenität hinsichtlich Geometrie und Qualität charakterisiert.

4. Zusammenfassung und Ausblick

UKP-Laserstrahlquellen mit hoher Pulswiederholrate und hoher mittlerer Leistung sind prädestiniert zum Bohren von hochpräzisen Mikrolöchern und insbesondere von Mikrolochgittern. Die besten Ergebnisse hinsichtlich Qualität und Effizienz wurden mit der maximal verfügbaren Pulswiederholrate von 48,72 MHz und maximaler mittlerer Leistung von 92 W, was einer Fluenz von 0,52 J/cm^2 entspricht, erzielt. Bei der Verwendung solcher hoher Pulswiederholraten zeigte sich, dass der Prozess maßgeblich durch Wärmeakkumulation beeinflusst wird. Dies führte im Vergleich zu niedrigeren Pulswiederholraten zu einem höheren Materialabtrag und damit zu einer geringeren Bohrzeit bei gleichzeitig geringem Gesamtenergieeintrag. Zudem verringerte sich der Anteil an Schmelzablagerungen auf ein Minimum. Die Bohrungsdurchmesser sowohl am Strahleintritt als auch am Strahlaustritt konnten durch Variation der Prozessparameter Pulswiederholrate und Fluenz gezielt modifiziert werden. In Abhängigkeit dieser Parameter wurden Eintrittsdurchmesser von 30 – 40 μm und Austrittsdurchmesser von 10 – 25 μm realisiert.

Um das hohe Potenzial der Technologie, insbesondere für die MEMS GFIS Chipfertigung zu demonstrieren wurde ein Mikrolochgitter bestehend aus etwa 105.000 Bohrungen mit einer Bohr-Rate von 1.000 Löchern/s gefertigt.

Eine technische Herausforderung für weitere Untersuchungen mit dem hier vorgestellten Verfahren stellt das Durchbohren größerer Materialstärken dar, da in der Mikrosystemtechnik aus Stabilitäts- und Kostengründen hauptsächlich Si-Wafer mit Materialdicken im Bereich von 200 – 500 μm Verwendung finden. Aber mit der fortschreitenden Entwicklung immer leistungsstärkerer UKP-Lasersysteme bei gleichzeitig steigender maximaler Pulswiederholrate werden zukünftig die Prozessgrenzen in Bezug auf die Materialdicke, die Effizienz und die Bohrlochqualität noch weiter verschoben werden können, um die Technologie für industrielle Anwendungen nutzbar zu machen.

Danksagung

Die Autoren danken dem Europäischen Sozialfond für Deutschland (ESF) für die Finanzierung der Nachwuchsforschergruppe UltraLas (Projektnummer: 1521030589332).



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Literaturverzeichnis

- [1] S. Lee, D. Yang, S. Nikumb: Appl. Surface Science 254, (2008) 2996-3005.
- [2] H. Pantisar, H. Herfurth, S. Heinemann, P. Laakso, R. Penttila, Y. Liu and G. Newaz: ICALEO 2008, M507, (2008) 278-287.
- [3] B.N. Chivkov, C. Momma, S. Nolte, F. von Alvensleben and A. Tuennermann: Appl. Phys. A 63, (1996) 109-115.
- [4] P. Laakso, R. Penttilae and P. Heimala: JLMN-Journal of Laser Micro/Nanoengineering Vol. 5, No. 3, (2010) 273-276.
- [5] S. Doering, T. Ullsperger, F. Heisler, S. Richter, A. Tünnermann and S. Nolte: Physics Procedia 41, (2013) 431-440.
- [6] B. Tan: J. Micromech. Microeng. 16, (2006) 109-112.
- [7] B. Tan, S. Panchatsharam and K. Venkatakrisnan: J. Phys. D: Appl. Phys. 42, (2009) 065102.
- [8] B. Tan and K. Venkatakrisnan: Journal of Vacuum Science & Technology B 24, (2006), 211-215.
- [9] D. Shin, J. Suh and Y. Cho: JLMN-Journal of Laser Micro/Nanoengineering Vol. 7, No. 2, (2012) 137-142.
- [10] T.C. Hicks: Master's thesis, Naval postgraduate school, Monterey, California, (2008)
- [11] L.F. Velasquez-Garcia and A.I. Akinwande: IEEE 21st International Conference on MEMS, (2008) 742-745.
- [12] L.F. Velasquez-Garcia, B.L.P. Gassend and A.I. Akinwande: Journal of Microelectromechanical Systems Vol. 19, Issue 3, (2010) 484-493.
- [13] M. Tajmar and S. Staemm: Proceedings of the 4th Spacecraft Propulsion Conference, (2014) 2967499.
- [14] D. Bock, M. Ebert, F. Roesler, M. Koessling and M. Tajmar: Proceedings of the 5th Russian-German Conference on Electric Propulsion, (2014)
- [15] D. Bock, C. Drobny, P. Laufer, M. Koessling and M. Tajmar: 52nd AIAA Joint Propulsion Conference, AIAA-2016-4848, (2016)
- [16] M. Tajmar P. Laufer and D. Bock: J. Phys.: Conf. Series 840, (2017) 012012.
- [17] A. Gruner: Project thesis, TU Dresden, ILR-RSN GB 12-14 (2013)
- [18] A. Ancona, F. Roeser, K. Rademaker, J. Limpert, S. Nolte and A. Tuennermann: Opt. Express Vol. 16, No. 12, (2008) 8958-8968.
- [19] S. Doering, A. Ancona, S. Haedrich, J. Limpert, S. Nolte and A. Tuennermann: Appl. Phys. A 100, (2010) 53-56.
- [20] A. Ancona, S. Doering, C. Jauregi, F. Roeser, J. Limpert, S. Nolte and A. Tuennermann: Opt. Letters Vol. 34, No. 21, (2009) 3304-3306.
- [21] A. Gruner, J. Schille and U. Loeschner: Proceedings of SPIE 10520, (2018)
- [22] A. Gruner, J. Schille and J. Loeschner: Physics Procedia 83, (2016) 157-166.
- [23] K. Venkatakrisnan, B. Tan, P. Stanley and N.R. Sivakumar: J. of Appl. Phys. 92, (2002) 1604-1607.
- [24] D.J. Foerster, R. Weber and T. Graf: Proceedings of LPM2017, (2017)
- [25] R. Weber, T. Graf, P. Berger, V. Onuseit, M. Wiedenmann, C. Freitag and A. Feuer: Opt. Express Vol. 22, (2014) 11312-11324.
- [26] J. Finger and M. Reininghaus: Opt. Express Vol. 22, No. 15, (2014) 18790-18799.
- [27] E.G. Gamaly, A.V. Rode, B. Luther-Davies and V.T. Tikhonchuk: Phys. Plasmas 9, (2002) 949-957.
- [28] X.C. Wang, G.C. Lim, H.Y. Zheng, F.L. Ng, W. Liu and S.J. Chua: Appl. Surf. Sci. 228, (2004) 221-226.

ENTWICKLUNG NEUER APPLIKATIONSSPEZIFISCHER LASERFERTIGUNGSVERFAHREN FÜR KLEINE UND MITTLERE UNTERNEHMEN

Jens Hildenhagen, Sven Krause

Laserzentrum Fachhochschule Münster, Stegerwaldstr. 39, 48565 Steinfurt, Deutschland

Um aktuelle Lasertechnik für kleine und mittlere Unternehmen nutzbar zu machen, bedarf es teilweise der Entwicklung eigenständiger Fertigungsverfahren. Anhand von ausgewählten Umsetzungsbeispielen soll aufgezeigt werden, dass sich ein solcher Entwicklungsaufwand auch für Nischenanwendungen lohnt und innovative Lösungen neben der Steigerung von Fertigungsqualität und Wirtschaftlichkeit auch Alleinstellungsmerkmale generieren können.

1. Einleitung

Moderne Lasertechnik besitzt potentiell zahlreiche Optionen um die Qualität und/oder Wirtschaftlichkeit für Fertigungsverfahren zu steigern oder neuartige Verfahren zu ermöglichen. Aktuelle Entwicklungen bei Strahlquellen, Strahlformung und Strahlführung fließen primär in Verfahren mit großer Verbreitung oder hohem Wertschöpfungsgrad. Kleine und mittlere Unternehmen (KMU) können oft nur partizipieren, wenn sie standardisierte Fertigungsmaschinen- und Verfahren nutzen. Eine Anpassung oder gar Neuentwicklung von Laserfertigungsverfahren auf ihre Bedürfnisse findet in der Regel nicht statt, obwohl hier ein großes Innovationsfeld besteht, welches zahlreiche Umsetzungschancen besitzt und den Unternehmen helfen kann sich im nationalen und internationalen Wettbewerb zu behaupten.

2. Aufgabenstellung

Forschungs- und Entwicklungseinrichtungen können und sollten hier interessensneutral beraten, Umsetzungsmöglichkeiten aufzeigen, spezifische Entwicklungen unterstützen oder durchführen und abschließend bei der Adaption helfen. Das Laserzentrum der FH Münster folgt diesem Auftrag insbesondere in der Grenzregion Westfalen / Niederlande und wird dabei durch das INTERREG Programm der EUREGIO gefördert.

Anhand von ausgewählten Beispielen mit Darstellung der Ausgangssituation, Rahmenbedingungen und dem Weg der Umsetzung soll aufgezeigt werden, wie solche applikationsspezifische Laserfertigungsverfahren aussehen können:

3. Selektiver Abtrag von Isolationsschichten auf Verbundmaterial

Je nach Schichtaufbau und Zusammensetzung ist der selektive Abtrag einzelner Layer mittels kurzer und ultrakurzer Laserpulse problemlos realisierbar. Entsprechende Verfahren zur Oberflächenreinigung oder Entlackung sind in einigen Branchen bereits etablierte Industrieverfahren. Aktuelles Beispiel ist das Abisolieren von Kupferlackdraht zur Kontaktierung bei Elektromotoren im Rahmen der E-Mobilität. Zugehörige Systeme mit hohem Automatisierungsgrad und hinreichender Prozesssicherheit werden von / für die Automobilbranche entwickelt.

Diese Aufgabenstellung wird aktuell im LFM für ein mittelständiges niederländisches Unternehmen

adaptiert. Es sollen die Leitungsenden kleiner Kupferspulen unterschiedlicher Drahtquerschnittsgeometrien freigelegt werden, um diese mittels händischem Lötten auf Leiterbahnen zu kontaktieren. Die Stückzahlen je Geometrie liegen im Bereich weniger hundert Stück pro Monat, die Systemkosten müssen möglichst niedrig gehalten werden. Aktuell wird diese Aufgabe in reiner Handarbeit mittels Klingenwerkzeug durchgeführt.

Aufgrund des Kostenrahmens wurden Vorversuche mit zwei kompakten Lasersystemen unterer Leistungsklassen durchgeführt a) Kurzpulsfaserlaser (SPI G4, 20 W, $\lambda=1060$ nm) sowie b) CO₂-Laser (Syrad ti80, 80 W, $\lambda=10,6$ μ m). Bei beiden Lasern wird der Strahl mittels optischer Scanner geführt. Der Faserlaser verfügt über die Option die Pulsform zu variieren ($\tau_p = 9 \dots 200$ ns), bei dem CO₂-Laser wird hingegen nur die Anregung moduliert um Pulsdauern im Bereich >100 μ s zu erzielen. Mit beiden Systemen konnte die isolierende Lackschicht definiert abgetragen werden, jedoch stellt der Faserlaser aufgrund seiner Strahleigenschaften hohe Anforderungen an die Konstanz der Fokusslage und damit an den mechanischen Aufbau. Insbesondere bei wechselnden Abmaßen und Querschnitten des Kupferdrahtes sind zur Erlangung der Prozessstabilität enorme Anstrengungen notwendig. Der höhere Absorptionsgrad sowie die größere Rayleighlänge der CO₂-Laserstrahlung bevorzugen dieses System.

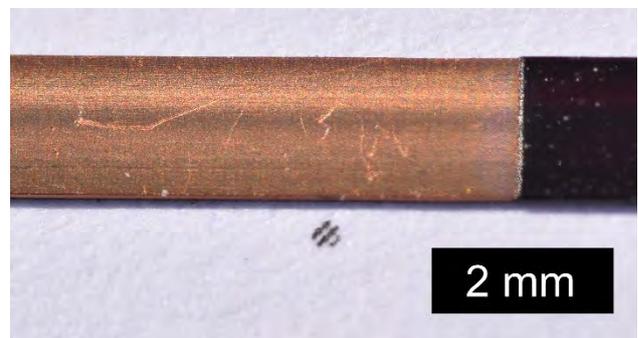


Bild 1: Mittels CO₂-Laser freigelegter Kupferlackdraht

Um einen rückstandsfreien Abtrag der Isolierschicht zu erreichen sind 2 Scandurchläufe notwendig (s. Bild 1), die effektive Flächenleistung beträgt dabei 150 mm²/min. Beim Einsatz in einem halbautomatischem System könnten so ca. 100 Leitungsenden pro Stunde vollumfänglich auf je 10 mm Länge abisoliert werden.

4. Mikrostrukturierung und Funktionalisierung medizinischer Produkte

Bei Ablationsprozessen mit Ultrakurzimpulsstrahlung entstehen oftmals sogenannte Ripples oder Substrukturen [1-3]. Auf diesem Wege kann z.B. die Reaktion eines Wassertropfens auf einer Oberfläche verändert werden. Aus einer „normalen“ Oberfläche wird eine wasserabweisende (hydrophobe) oder -anziehende (hydrophile) Oberfläche. Ähnliche Modifikationen sind für das mikrobiologische Interaktionsverhalten möglich. Vorlagen aus der Natur wie der Zikadenflügel belegen, das durch bestimmte Strukturen die Ansiedlung von Mikroorganismen unterbunden werden kann. Solche Schutzmechanismen gegen Bakterien treten meist zusammen mit hydrophoben Effekten auf [4]. Dieser Einfluss von laserinduzierten Strukturen auf das mikrobiologische Wachstumsverhalten und eine mögliche Korrelation mit dem Benetzungsverhalten wird in Zusammenarbeit mit einem regionalen Medizinproduktehersteller eruiert. Dabei gibt es noch keine fertige Produktidee, sondern es sollen innovative Lösungsansätze eruiert werden.



Bild 2: Strukturierte und funktionalisierte Titanprobe

Hierfür werden Titanproben (Ti-6Al/4V) mit einem ps-Laser (Trumpf TruMicro 5050c, $\lambda = 1030 \text{ nm}$) bestrahlt (s. Bild 2). Die Bestrahlung erfolgt mit zuvor ermittelten Parametern für die optimale Ablationseffizienz (Fluenz = $0,36 \text{ J/cm}^2$). Die Zielstruktur wird dabei lediglich über Variationen des Pulsabstandes verändert. Nach der Laserbestrahlung erfolgt eine Reinigung per Ultraschallbad und eine Regenerationsphase von sieben Tagen um temporäre chemische Beeinflussungen zu minimieren. Hierbei handelt es sich in erster Linie um oberflächennahe Reduktionsprozesse, welche durch das Laserplasma hervorgerufen werden. Zur Untersuchung des mikrobiologischen Verhaltens werden nach dieser Zeitspanne die Proben mit einer Suspension aus Heubakterien und 0,9% NaCl (resultierende Gesamtkeimkonzentration von $5 \cdot 10^4 \text{ KBE/cm}^2$) präpariert und nach 0,5 h Trocknungsphase einem Abklatschtest (microcount TPC) unterzogen. Anschließend werden die Abklatschtests bei 27°C kultiviert und nach 24-48 Stunden Inkubationszeit visuell anhand der Kolonie bildenden Einheiten (KBE) ausgewertet. Jeder Parametersatz wird dabei in 3-facher Probenzahl durchgeführt und ausgewertet. Zudem erfolgen Kontaktwinkelmessungen in

Zeitintervallen nach der Laserbestrahlung bis zum Abklatschtest um das zeitliche Verhalten der Benetzbarkeit der Proben zu untersuchen.

Es konnten bereits verschiedene Strukturen erzeugt werden, die ein unterschiedliches mikrobiologisches Verhalten aufweisen. Hierbei sind sowohl wachstumshemmende wie auch wachstumsfördernde Oberflächen generierbar. Allerdings konnten zwischen dem Kontaktwinkel und ermittelten KBE-Werten keine Korrelation nachgewiesen werden.

In einer Erweiterung der Studie sollen nun Implantatoberflächen selbiger Titanlegierungen so behandelt werden, das ein verbessertes Anwachsverhalten von Knochenmaterial erreicht wird.

5. Gezielte Modifikation von Keramik- und Kunststoffoberflächen

Sowohl bei Klebverbindungen als auch bei Beschichtungen kann durch definiertes „Aufrauen“ der Substratoberfläche ein verbessertes Haftverhalten erzielt werden. Je nach genutztem Effekt für die Adhäsion (elektrostatische Kräfte, Van-der-Waals-Kräfte oder chemische Bindung) sind unterschiedliche Modifikationen für die Grenzfläche angezeigt. In Zusammenarbeit mit Herstellern von Keramik- und Kunststoffwerkstoffen sowie weiterverarbeitenden Unternehmen werden in einer laufenden Studie diese Effekte kontinuierlich optimiert. Ein regionales Unternehmen setzt Al_2O_3 -Keramikplatten als Verschleißschutz auf hochlegiertem Stahl ein. Die Platten werden händisch mittels 2K-Klebstoff aufgebracht. Durch Einbringung einer Grabenstruktur ($20 \times 5 \mu\text{m}^2$) auf die Klebeseite der Keramik und quer zur Belastungsrichtung konnten die Standzeiten um den Faktor 5 - 8 erhöht werden

Danksagung

Die hier dargestellten Ergebnisse sind u.a. im Rahmen des Förderprogrammes INTERREG – EUREGIO Projekt-Nr. 142193 entstanden.

Literaturverzeichnis

- [1] Bonse, J., Rosenfeld, A., & Kruger, J. (2009). On the role of surface plasmon polaritons in the formation of laser-induced periodic surface structures upon irradiation of silicon by femtosecond-laser pulses. *Journal of Applied Physics*, 106(10), 104910-104910 (2009)
- [2] Bizi-Bandoki, P., et al. "Effect of stationary femtosecond laser irradiation on substructures' formation on a mold stainless steel surface." *Applied Surface Science* 86110Y-86110Y (2013).
- [3] Zimmermann, F., et al. "The underlying structure of ultrashort pulse laser-induced nano-gratings." *SPIE LASE. International Society for Optics and Photonics*, 2013
- [4] Ivanova, Elena, et al. *Natural Bactericidal Surfaces: Mechanical Rupture of Pseudomonas aeruginosa Cells by Cicada Wings*. Wiley online Library. 20. August 2012, S. 2489-2494.

CHARAKTERISIERUNG VON KERAMIK-POLYMER-MISCHUNGEN FÜR DIE INDIVIDUALISIERTE IMPLANTATHERSTELLUNG MITTELS STEREOGRAPHIE

Andreas Hopf, Michel Layher, Denis Just, Jens Bliedtner
Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Carl-Zeiss-Promenade 2, D-07745 Jena

Um den Anforderungen der High-Tech-Industrie gerecht zu werden, müssen Anlagen für die additive Fertigung eine kontinuierliche Weiterentwicklung erfahren. Dies umfasst sowohl die Anlagentechnik selbst, als auch die Entwicklung neuer Materialien. Für die Herstellung von endkonturnahen Keramiktteilen ist die Stereolithographie gegenüber anderen additiven Fertigungsverfahren nach wie vor die vielversprechendste Technologie. Die Aushärtung mittels exakter Laserstrahlbelichtung besitzt das Potential, Bauteile mit hochwertiger Geometrie und Konturtreue zu erzeugen. Speziell entwickelte Materialien mit keramischen Füllstoffen ermöglichen die Generierung voxelbasierter Materialgradienten. Dazu ist es zunächst erforderlich die Wechselwirkung zwischen UV-Laser und verschiedenen Keramik-Polymer-Mischungen zu untersuchen. Hierbei werden Belichtungsvorgänge an Einzelspuren und Flächen durchgeführt, um Aussagen über das Aushärteverhalten der Werkstoffe zu erhalten. Dadurch können Rückschlüsse auf die Prozesseigenschaften des Gesamtsystems gezogen werden, wodurch die Grundlage zur additiven Fertigung von dreidimensionalen Körpern gelegt wird.

1. Einleitung

Auf dem Markt existieren unzählige Herstellungstechniken für die Herstellung von technischen Keramiken für Hochleistungsanwendungen. Die meisten Herstellungstechniken verarbeiten Keramik in Pulverform. Eine Alternative stellen die Polymerkeramiken dar. Als Polymerkeramiken werden anorganisch-organische Verbundwerkstoffe bezeichnet, welche aus einem keramischen Füllstoff und einer Polymermatrix bestehen. Diese Composite können mit jedem herkömmlichen formgebenden Verfahren, z.B. durch keramischen Spritzguss, verarbeitet werden. Nachfolgende Prozesse sind das Entbindern und Sintern. [1] In den letzten Jahren ist die additive Fertigung für die Produktion von keramischen Bauteilen in den Fokus gerückt. Alle nach DIN-ISO beschriebenen AM-Technologien können zur Herstellung genutzt werden. Eine der bekanntesten Technologien ist die Stereolithografie.

Bei der Stereolithografie handelt es sich um einen additiven Herstellungsprozess, bei dem Bauteile durch selektives Aushärten eines Polymerharzes mit einem gesteuerten Laserstrahl (UV-Wellenlänge) hergestellt werden können. Diese Technologie wird ursprünglich in der Kunststoffindustrie eingesetzt. Seit Mitte der 90-iger Jahre wurden photopolymerisierbare Keramikpasten/- suspensionen entwickelt, um dreidimensionale keramische Bauteile zu generieren, welche durch eine hohe Maßhaltigkeit, hervorragender Oberflächenbeschaffenheit und guten mechanischen Eigenschaften ausgestattet sind. [2] Hauptanwendungsgebiete sind Biomedizin, Luxusgüter, Elektronik, Gießformen und -kerne.

Die Fertigung von Multimaterialkomponenten wird meistens in sehr aufwendigen Prozessen realisiert. Hierbei werden einzeln gefertigte Komponenten miteinander gefügt oder Schichten auf ein Halbzeug aufgetragen. Beim Fügen und Beschichten werden hohe Anforderungen an den Prozess gestellt, da beide Materialien fest miteinander verbunden, aber in ihren Eigenschaften nicht verändert werden sollen. Oftmals stellt die Grenzfläche mit diskretem Werkstoffüber-

gang aufgrund der unterschiedlichen Materialeigenschaften die Schwachstelle im späteren Bauteil dar.

Die additive Fertigung bietet hier die Möglichkeit zur Kombination von unterschiedlichen Werkstoffen in einem einzigen Bauteil mit nur einem Fertigungsverfahren. Neben der Herstellung komplexer Geometrien, können Werkstoffe lokal implementiert werden, welche die Bauteileigenschaften beeinflussen. Dadurch ergibt sich ein neuartiger Ansatz zur Herstellung von Verbund- und Integralbauteilen mit maßgeschneidertem Materialeinsatz. Prinzipiell können die verschiedenen additiven Verfahren dahingehend unterschieden werden, ob das Material örtlich definiert aufgebracht wird oder der Auftrag flächig und die Vernetzung oder Verfestigung selektiv erfolgt. Gradierungen können bei Verfahren mit flächigen Materialauftrag (z.B. Stereolithografie) abgebildet werden, wenn der aufgetragenen Schicht mindestens ein weiteres Material selektiv über Druck- oder Dosierprozesse ergänzt wird [3].

Ziel ist es die Zusammensetzung der flächig aufgetragenen Basissuspension gezielt zu variieren, indem andere Materialien über geeignete Dosiersysteme selektiv zugegeben werden. Individuelle und kostengünstige Zahnimplantate aus Polymer-Keramik-Komponenten sollen fertigbar sein. Für die dentale Anwendung ist eine natürliche Farbgebung essentiell. Allerdings muss untersucht werden, inwieweit eine homogene Vermischung der Materialien bzw. homogene Gefügeausbildung möglich ist.

Um patientenspezifische Zahnimplantate zu fertigen, müssen im Vorfeld Untersuchungen zur Wechselwirkung zwischen Laserstrahl und verschiedenen Keramik-Polymer-Mischungen stattfinden. Ebenso müssen verschiedene Tinten für die selektive Änderung der Materialeigenschaften entwickelt und erprobt werden. Die Ergebnisse liefern die Grundlage zur additiven Fertigung von dreidimensionalen Bauteilen.

2. Anlagenkonfiguration

Die Untersuchung zur Qualifikation der Polymer-Keramik-Mischungen und der Tinten finden mit einem

Single-Mode-Lasersystem der Fa. VONJAN Technology GmbH statt. Durch die Kombination mit einer Strahlblendenkeineinheit (ebenfalls Fa. VONJAN Technology GmbH) und F-Theta-Objektiv kann ein Scandfeld von 360 mm x 360 mm sowie ein gemessener Fokussdurchmesser von 91 µm zur Verfügung gestellt werden. Die maximale mittlere Leistung des Lasersystems beträgt 3 W. Dadurch kann sehr flexibel auf unterschiedliche Suspensionen und Keramikfüllstoffe reagiert werden. In der folgenden Tabelle sind die produktspezifischen Eigenschaften dargestellt.

Tabelle 1: Darstellung der produktspezifischen Eigenschaften des verwendeten Lasermaterialbearbeitungssystems

Lasertyp		
System		LP-UV-3 DPSS
Wellenlänge	nm	355
Mittlere Leistung	W	3 @ 30kHz
Rep.-Rate	kHz	20 - 200
Pulsweite	ns	3 @ 30kHz
Strahlqualität M ²	-	1,38
Betriebsart		pw
Scanner + F-Theta		
System		RL – 12 + f-580B
Feldgröße	mm ²	360 x 360
Spotdurchmesser	µm	91 (gemessen)
Arbeitsabstand	mm	731 (gemessen)

Um aussagekräftige Prozessfenster generieren zu können, muss das Laserbearbeitungssystem weiter charakterisiert werden. Zum einen wurden die Leistungsdaten bei verschiedenen Repetitionsraten mit unterschiedlichen Leistungsstufen aufgenommen. Beispielhaft sind in Abbildung 1 die Ergebnisse für zwei Repetitionsraten dargestellt. Zum anderen wurde die maximal mögliche Vorschubgeschwindigkeit der Scaneinheit detektiert. Hierzu wurden verschiedene Scangeschwindigkeiten bei unterschiedlichen Repetitionsraten gefahren. Unter Zuhilfenahme eines Mikroskops wurden die Pulsabstände vermessen und den theoretischen Werten gegenübergestellt. Die maximale Vorschubgeschwindigkeit beträgt 20 m/s. In Abbildung 2 sind die Ergebnisse für 30 kHz dargestellt.

3. Material

Verschiedene photoreaktive Suspensionen wurden auf Basis von kommerziell erhältlichen Substanzen durch den Projektpartner bereitgestellt. Keramikpartikel aus Zirkonoxid wurden in unterschiedlicher Konzentration den Suspensionen beigemischt. Dabei wurde ein maximaler Volumenanteil von 50-Vol.% erreicht.

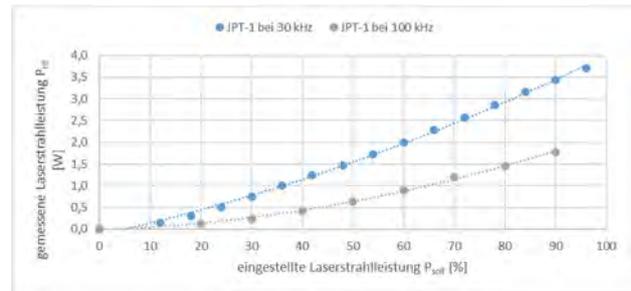


Abbildung 1: Leistungsmessung für Repetitionsrate 30kHz und 100 kHz

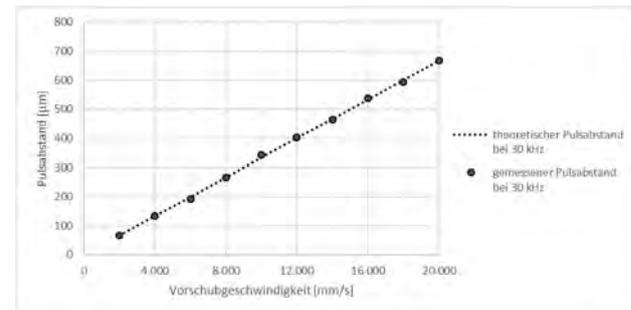


Abbildung 2: Theoretischer und gemessener Pulsabstand in Abhängigkeit der Vorschubgeschwindigkeit bei einer Repetitionsrate von 30 kHz

4. Prozessbeschreibung

Handelsübliche Stereolithografieharze für Kunststoffbauteile absorbieren die UV-Strahlung über den Photoinitiator und verfestigen sich. Das UV-Licht wird im Harz nicht gestreut. Anders ist dies bei partikelgefüllten Suspensionen. Die UV-Strahlung wird an den Keramikpartikeln gestreut. Dadurch ist es für das Licht schwieriger in die Suspension einzudringen. Eine geringere optische Eindringtiefe ist das Resultat. Eine höhere Energiedosis wird benötigt, um gleiche Schichtstärken wie beim ungefüllten Resin zu erreichen.

Während der Laser die Harzoberfläche abfährt, gibt dieser eine Energiedosis an die Oberfläche ab. Ab einer kritischen Energie E_c reagieren so viele Photonen mit dem Harz, dass dieses vom flüssigen in den festen Zustand überführt wird. Dieser Umwandlungspunkt wird Gel-Punkt genannt. Die durchschnittlich eingestrahlte Energiedichte ist eine Funktion der Belichtungsleistung P des Lasers, der Scangeschwindigkeit v_s und des Radius des Laserspots w_0 auf der Oberfläche der Suspension und wird wie folgt dargestellt:

$$E_{max} = \sqrt{\frac{2}{\pi}} \frac{P}{w_0 v_s} \quad (1)$$

Die Absorption im Harz kann durch die Beer-Lambertsche-Gleichung beschrieben werden. Die optische Eindringtiefe D_p eines Materials ist definiert als die Tiefe, in der die Intensität des gaußschen Laserstrahls im reaktiven System um $1/e$, bezogen auf die Oberflächenintensität, verringert wird. Die Beziehung zwischen Einhärtetiefe C_d und Energiedichte ist durch Jacobs [4] wie folgt definiert:

$$C_d = D_p \ln(E_{max} / E_c) \quad (2)$$

Wobei C_d die Einhärtetiefe ist; E_{max} ist die Energiedichte des einfallenden Laserstrahls; E_c ist die kritische Energiedichte, bei der die photopolymerisation des Harzes beginnt und D_p ist die optische Eindringtiefe. Die kritische Energiedichte E_c und die optische Eindringtiefe D_p sind photosensitive Suspensionsparameter. Die optische Eindringtiefe ist Abhängig von der Photoinitiatorkonzentration und – effizienz sowie von der Anwesenheit dispergierter Teilchen. Den Einfluss der Streuung in keramischen Suspensionen auf die optische Eindringtiefe haben Griffith und Halloran in einer Gleichung formuliert [2,5]. Die optische Eindringtiefe kann durch die folgende Formel beschrieben werden:

$$D_p = \frac{2d_{50}}{3Q} \frac{n_0^2}{\Delta n^2} \quad (3)$$

wobei d_{50} die durchschnittliche Partikelgröße ist, Q die Streueffizienz, n_0 der Brechungsindex des flüssigen Mediums und n_1 der Brechungsindex der Keramikpartikel ($\Delta n^2 = (n_1 - n_0)^2$).

5. Verfahrensentwicklung

Für die Charakterisierung und Bewertung der einzelnen keramischen Suspensionen wurden Einzellinien und Flächen mit unterschiedlichen Laserparametern erzeugt. Für die Untersuchung der Einzellinien wurde eine Gittergeometrie gewählt (siehe Abbildung 3a). Durch diese Struktur war es möglich die zu untersuchenden Geometrien aus der Suspension herauszunehmen. Nach dem Aushärten wurden die einzelnen Linien aus dem Verbund herausgelöst und unter einem Lichtmikroskop validiert. Hierzu wurden die Kennwerte der Spurbreite und Einhärtetiefe dokumentiert (siehe Abbildung 3b).

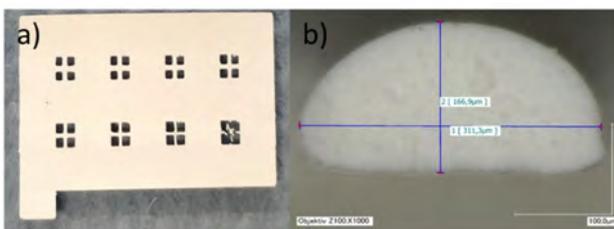


Abbildung 3: Darstellung a) der Teststruktur und b) der Einzellspur

Für die Grundlagenuntersuchungen an Einzellinien wurden Laserparameter, wie Pulsüberlapp, Repetitionsrate und Laserleistung variiert. Die Ergebnisse sind beispielhaft für eine Suspension, welche mit einer Repetitionsrate von 100 kHz bearbeitet wurde, in Abbildung 4 aufgezeigt. Die Kurven zeigen einen linearen Zusammenhang zwischen dem Linienmaß (Breite, Tiefe) und der Streckenenergie. Mit größer werdendem Energieeintrag in das Material steigt die Linienbreite kontinuierlich an. Bei der Einhärtetiefe ist ab einer bestimmten Streckenenergie eine Sättigung zu sehen. Am aufgezeigten Beispiel in Abbildung 4

beginnt die Sättigung ab 400 mJ/m. Da die Einhärtetiefe und die Linienbreite abhängig von der Streckenenergie sind, können diese in Abhängigkeit der eingestellten Scangeschwindigkeit und Laserleistung vorhergesagt werden. Die Linienbreite und die Einhärtetiefe verhalten sich bis zu einer bestimmten Streckenenergie linear. Erst wenn die Einhärtetiefe ihre Sättigung erreicht gilt dieser Zusammenhang nicht mehr. Dieser mathematische Zusammenhang kann genutzt werden um eine genaue Linienbreitenkompensation bei einer geeigneten Einhärtetiefe für eine bestimmte keramische Suspension an der Anlage vorzunehmen. Durch diese exakte Kompensation kann die Genauigkeit der Endkontur der zu fertigenden Bauteile gesteigert werden.

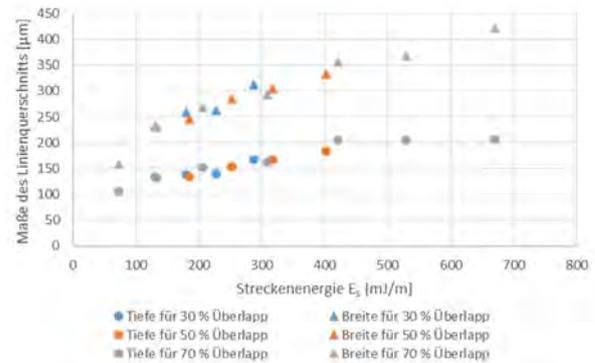


Abbildung 4: Darstellung der Aushärtetiefe und Breite der einzellinien bei verschiedenen Pulsüberlappen für eine Repetitionsrate von 100kHz

Im nächsten Schritt werden Flächen von 10 mm x 6 mm mit dem Laserstrahl bestrahlt. Hierbei werden ebenfalls die Repetitionsrate, die Laserleistung und der Pulsüberlapp verändert. Bei der flächigen Bestrahlung kommt der Einfluss des Spurbabstandes zwischen den einzelnen Linien zum Tragen. Dieser wurde ebenfalls variiert, um die akkumulierte Energie zu charakterisieren.

Ein typisches Ergebnis ist in Abbildung 5 dargestellt. Da C_d proportional zum Logarithmus von E_{max} ist, ergibt sich bei halblogarithmischer Darstellung eine Gerade. Die Steigung gibt den Wert der optischen Eindringtiefe wieder. Der Schnittpunkt mit der Abszisse gibt die kritische Energie aus. Für die Auswertung wurde jede untersuchte Suspension so charakterisiert. Des Weiteren wurden die ausgehärteten Proben hinsichtlich ihrer Konturtreue validiert. Ab einer bestimmten flächigen Streckenenergie kommt es zu einer leichten „Hautbildung“ am Rand.

Die Kanten werden nicht mehr scharf abgebildet. Wird diese weiter erhöht, bildet sich dieses Phänomen stärker aus. Eine eindeutige Kontur ist nicht mehr detektierbar. Ebenso kommt es zum Verdampfen des Materials, welches dadurch geschädigt wird.

In [6] wird eine Formel für die akkumulierte Energie aufgezeigt. Diese ist abhängig von Spurbabstand und Spotgröße. Umso kleiner der Spurbabstand gewählt wird, umso mehr Energie wird eingebracht und die Einhärtetiefe steigt. Dies ist in Abbildung 6 aufgezeigt. Die flächige Streckenenergie wurde zum bes-

seren Vergleich auf die Streckenenergie einer Einzelspur skaliert. Im Diagramm ist eine deutliche Zunahme der Einhärtetiefe zu erkennen.

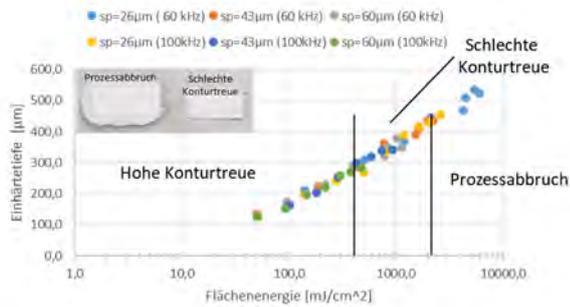


Abbildung 5: Einhärtetiefe in Abhängigkeit der Flächenenergie einer keramischen Suspension

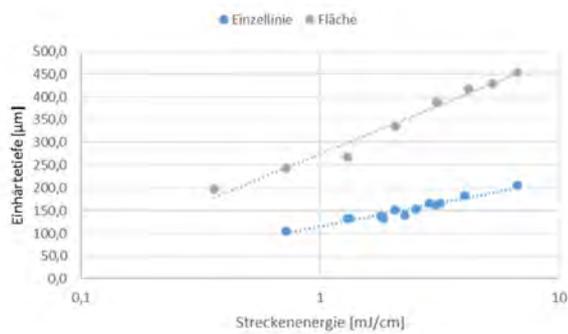


Abbildung 6: Vergleich der Einhärtetiefe einer Einzelspur gegenüber einer bestrahlten Fläche

Anhand der Grundlagenuntersuchungen zu den Einzelspuren und der flächigen Belichtungen sowie dem daraus resultierenden Prozessfenster konnten die jeweiligen keramischen Suspensionen charakterisiert und bewertet werden. Für jede Suspension können die Laserparameter so vorgewählt werden, dass eine definierte Schichtstärke erreicht werden kann. Ebenso ist eine exakte Linienkompensation der Border möglich. Eine Steigerung der Prozesseffizienz ist durch die Untersuchung der Spurbreiten möglich.

6. Ausblick

Durch die Ergebnisse aus den Grundlagenuntersuchungen können jetzt dreidimensionale Bauteile generiert werden (siehe Abbildung 7a). Ebenso fanden erste Untersuchungen statt, die keramischen Suspensionen mittels aufgebracht Tinten einzufärben. Dabei wurde untersucht welchen Einfluss die entwickelten Tinten auf den Aushärtprozess aufweisen. Die gewonnenen Ergebnisse sollen im weiteren Verlauf von der Einzelschicht auf einen Mehrschichter übertragen werden.

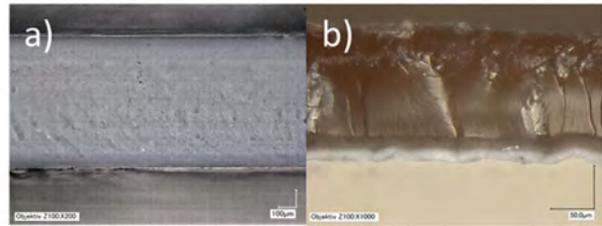


Abbildung 7: Darstellung a) eines Mehrschichters aus einer keramischen Suspension und b) ein Einschichter mit Tinte

In den weiteren Schritten werden die gewonnen Erkenntnisse zum Bau eines Zahnimplantates benutzt, welches patientenspezifische Färbungen aufweisen soll.

Danksagung

Die präsentierten Ergebnisse entstammen dem vom BMBF geförderten Projekt MultiBeAM (FKZ: 03ZZ0209L). Weitere Informationen erhalten Sie unter www.agent3d.de



Literaturverzeichnis

- [1] LINSMEIER, Klaus-Dieter. Technische Keramik: Werkstoffe für höchste Ansprüche. Süddt. Verlag onpact, 2010.
- [2] GRIFFITH, Michelle Lynn. Stereolithography of ceramics. 1996.
- [3] Kollenberg, W.: Keramik und Multi-Material 3D-Druck. In Keramische Zeitschrift, 2014, 04/2014, S. 233-236.
- [4] JACOBS, Paul Francis. Rapid prototyping & manufacturing: fundamentals of stereolithography. Society of Manufacturing Engineers, 1992.
- [5] Griffith ML, Halloran JW (1996) Freeform fabrication of ceramics via stereolithography. J Am Ceram Soc 79(10):2601–2608
- [6] GIBSON, Ian, et al. Additive manufacturing technologies. New York: Springer, 2014.

ZEITAUFGELÖSTE VISUALISIERUNG VON ULTRAKURZPULS-LASERPROZESSEN MIT SCHNELLER STRAHLEBLINKUNG

Sebastian Kraft, Jörg Schille, Stefan Mauersberger, Lutz Schneider, Udo Löschner
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Der Einsatz von leistungsstarken Laserstrahlquellen in Verbindung mit ultraschneller Strahlablenkung eröffnet der Hochrate-Lasermaterialbearbeitung ein weiteres Einsatzfeld. Jedoch bringen die hohen Leistungen und/oder Pulswiederholraten neue Effekte, wie z.B. die Abschirmung der nachfolgenden Laserpulse durch die von der vorherigen Bestrahlung ausgelösten Ablationswolke, bei der Laserstrahl-Materie-Interaktion mit sich. Zum besseren Verständnis wird ein Pump- und Probe-Aufbau gezeigt, der zur zeitaufgelösten Visualisierung von hochdynamischen UKP-Laserprozessen eingesetzt wird. Die Visualisierung des Gebietes oberhalb der mit Laserstrahlung beaufschlagten Materialoberfläche wird durch fokussierte Schattenfotografie untersucht. Dazu werden verschiedenen Laserstrahlablenkheiten verwendet, um Hochrate-Laserprozesse zu analysieren.

The usage of powerful laser beam sources combined with ultrafast beam deflection turns the high rate laser processing in a highly significant field of research. But the high average laser power and/or high repetition rates involve new laser-matter interaction effects, such as the impact of the ablation plume of the following laser pulses, while the processing progress. Therefore a pump-probe set-up is presented to visualize the effects above the laser irradiated sample surface. To observe the laser-induced ablation and plasma plume focused shadowgraphs are taken at different times while the high rate laser processing. For the analysis different laser beam deflection units will be used to reproduce the laser processing most accurately.

Einleitung

Die Forschung im Bereich der Hochrate-Lasermaterialbearbeitung zielt auf einen weiteren industriellen Einsatz der Anwendung der Lasertechnologie ab. Durch Erhöhung der Prozessraten werden diese Anwendungen mehr und mehr konkurrenzfähig im Vergleich zu konventionellen Fertigungsverfahren. Ansätze zur Erhöhung der Durchsatzraten sind zum Beispiel der Einsatz von leistungsstarken Laserstrahlquellen, sowohl cw-, ns- oder auch ultrakurzpuls (UKP) Laserstrahlquellen, mit hohen Leistungen und/oder Pulswiederholraten in Kombination mit ultraschneller Ablenktechnik. Die am Laserinstitut Hochschule Mittweida entwickelten Polygonscanner ermöglichen so beispielsweise die Ablenkung der Laserstrahlung auf der Materialoberfläche oberhalb der Schallgeschwindigkeit in Luft bis zu 1000 m/s [1, 2].

Durch die hohen Pulswiederholraten im MHz bis zum GHz-Bereich und/oder den hohen Leistungen werden oberhalb der bestrahlten Oberflächen zunehmend neue Effekte durch die zuvor ablatierten Partikel und das laserinduzierte Plasma erzeugt. Diese zum Teil negativ auf den Laserprozess einwirkenden Prozesse werden als *plasma* bzw. *particle shielding* bezeichnet [3]. Durch verschiedene Methoden können die Partikel oder Plasmen sichtbar gemacht werden und bei den verschiedenen Hochrate-Laserprozessen visualisiert und analysiert werden.

In zahlreichen Untersuchungen [4–8] wurden Einzelpulsversuche mit verschiedensten Materialien und Laserquellen zum Abtrag durchgeführt. Bei der stationären Bearbeitung konnten Veränderungen in der Stoßwellenausformung bei Pulswiederholraten f_p ab einem Hz bis zu einem kHz beschrieben werden [9, 10]. Die gezeigten Veränderungen der Ablationswolken sind jedoch gering für die verschiedenen Repeti-

tionsraten und den vergleichsweise hohen eingesetzten Laserpulsfluenzen H_0 . Der zeitliche Abstand zwischen den Pulsen ist so groß, dass der nachfolgende Puls nicht mit der Ablationswolke wechselwirkt. Für kurze zeitliche Pulsabstände, wie bei der hochreptierenden UKP-Bearbeitung, sind nur wenige Untersuchungen in Bezug auf die Visualisierung der Prozesse erfolgt.

Experimenteller Aufbau

Die Visualisierung des Plasmas bzw. der Ablationswolke wird durch ein Anrege-Abfrage-Experiment (*engl.: pump-probe-experiment*) in Verbindung mit **fokussierter Schattenfotografie** [11] erzeugt. In Abbildung 1 ist der experimentelle Aufbau mit den Strahlengängen des *pump*- und *probe*-Strahles schematisch dargestellt.

Die *pump*-Laserstrahlquelle, ein Slab-Laser der Fa. EdgeWave GmbH, emittiert die ultrakurze NIR-Strahlung ($\lambda_{\text{pump}} = 1030 \text{ nm}$) mit einer Pulsdauer von $\tau_{\text{H/pump}} = 600 \text{ fs}$ und einer maximalen Leistung von $P_{\text{av/max}} = 100 \text{ W}$. Die Pulswiederholrate kann bis zu 48 MHz im *free-trigger-Mode* und 2 MHz im *puls-on-demand-Mode* betragen. Dem Lasergerät ist ein Strahlabschwächer, bestehend aus einer $\lambda/2$ -Platte HWP und einem polarisationsabhängigen **Strahlteilers ST**, nachgeschaltet. Die *pump*-Strahlung wird durch einen Polygonscanner abgelenkt und mittels einer **telezentrischen Optik L-1** ($f = 165 \text{ mm}$) auf einen Strahlradius in der Fokusebene w_{86} von $22,5 \mu\text{m}$ fokussiert. Dieser optische Aufbau ermöglicht eine Ablenkgeschwindigkeit v_{scan} von bis zu 300 m/s in der schnellen Ablenkrichtung (*fast-axis*) des Scanners.

Der inkohärente *probe*-Strahl wird von einem Diodenlaser (Cavilux, Fa. Cavitar Ltd.) mit einer Wellenlänge $\lambda_{\text{probe}} = 688 \text{ nm}$ generiert. Die Pulse sind elektronisch verzögerbar und weisen eine minimale Pulsdauer von

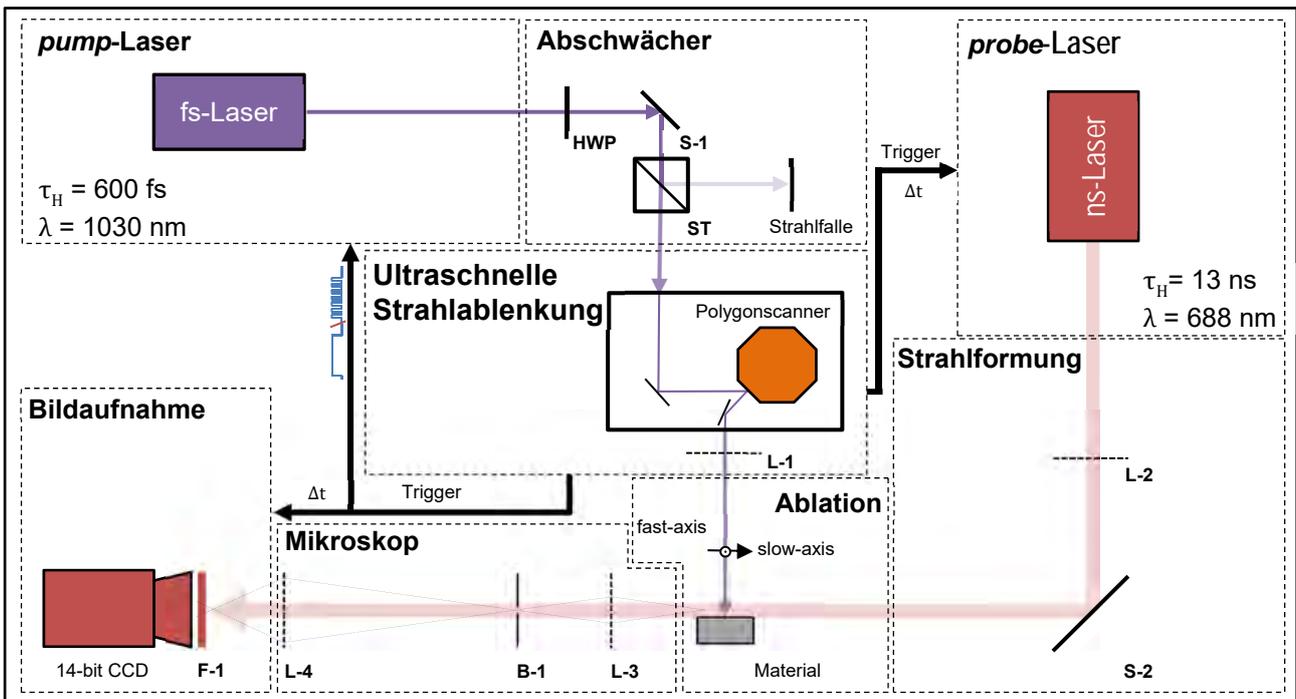


Abbildung 1: Schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus der *pump&probe*-Schattenfotografie. Der Strahlengang der *pump* (violett) Strahlen beinhaltet einen Strahlabschwächer mit folgender Strahlableitung und Fokussierung auf die Probenoberfläche. Der rote *probe* Strahlengang wird zunächst geformt und anschließend waagrecht über der Probenfläche geleitet und mit einem Mikroskopaufbau auf den CCD-Chip mit Filter abgebildet.

$\tau_{H/probe} = 13 \text{ ns}$ auf. Die *probe*-Strahlung wird waagrecht über die Materialoberfläche geleitet und über einen Mikroskopaufbau auf dem CCD-Chip abgebildet. Die Linse **L-3** dient dabei als **Objektiv** und **L-4** als **Okularlinse**. Die **Feldblende B-1** begrenzt die Tiefenschärfe im Beobachtungsgebiet. Die eingesetzte Kamera pco.1600 verfügt über einen gekühlten 14-bit CCD-Chip und einer minimalen Belichtungsdauer τ_{exp} von 500 ns. Zur Unterdrückung des Plasmaleuchtens, zum Schutz und zur Ausblendung von *pump*-Streustrahlung ist ein **Bandpass-Filter F-1** für $(688 \pm 10) \text{ nm}$ vor der Kamera angebracht.

Die Bewegung des Laserstrahls erfolgte senkrecht zur Strahlachse des *probe*-Laserstrahls (siehe Abbildung 2), so dass diese in der Gegenstandsebene des Mikroskops liegt. Damit kann die Bearbeitung des Probenmaterials, Edelstahl 1.4401, mit der hohen Ablenkgeschwindigkeit visualisiert werden. Es kann ein Bereich, je nach Position des Okulars, von einem bis 20 mm oberhalb der bearbeiteten Oberfläche und mit

einer Breite von bis zu 30 mm analysiert werden. Der Anfang des bearbeiteten linienhaften Abtrages liegt außerhalb des Kamerasichtfeldes, damit dieser keinen Einfluss auf den Beobachtungsbereich hat.

Die zeitliche Initialisierung der *pump*- und *probe*-Pulse und der Kamera wird von der Polygonsteuer- software durch einen bereitgestellten Trigger gegeben. Infolge der zeitlichen Verzögerung der *probe*-Pulse und der Kameraexposition um Δt kann der Laserprozess zeitaufgelöst betrachtet werden. Im *pulse-on-demand-Mode* werden die *pump*-Pulse mit einem Jitter von 20 ns und im *free-trigger-Mode* mit $T(f)$ emittiert.

Ergebnisse

Die Schattenfotografien in Abbildung 3 zeigen die Ablationswolke, nachdem der Laserstrahl von links nach rechts bis ans Ende des Sichtfeldes der Kamera mit verschiedenen Geschwindigkeiten v_{scan} von 50 m/s bis 300 m/s abgelenkt wurde. Die eingestellte Laserfluenz, respektive die mittlere Leistung und Pulswiederholrate, ist in den Versuchen konstant gehalten worden. Dadurch ergeben sich für die verschiedenen Ablenkgeschwindigkeiten verschiedenen geometrische Pulsabstände dy in der *fast-axis* und diese können mit

$$dy = \frac{v_{scan}}{f_p} \quad [1]$$

bestimmt werden.

Die Ablationswolken bei 50 m/s und 100 m/s, in Abbildung 3 (a-b) gezeigt, sind von der Form her sehr ähnlich, jedoch sind die Höhen der Wolken unterschiedlich. Am Ort der aktuellen Bestrahlung am rechten Rand der Wolke ist oberflächennah eine

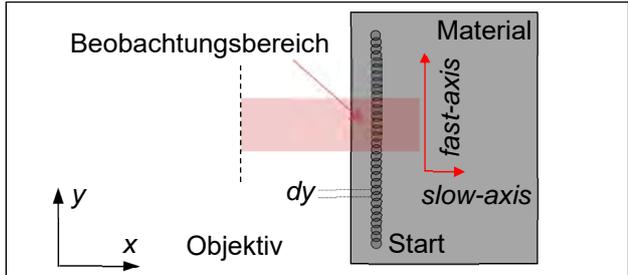


Abbildung 2: Draufsicht auf die bearbeitet Fläche und Darstellung des beobachteten Bereiches durch die Schattenfotografie

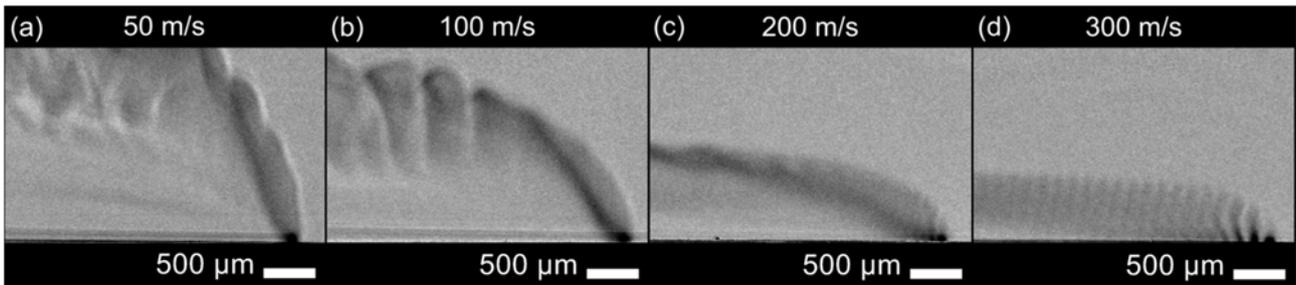


Abbildung 3: Schattenfotografien bei der UKP-Laserbearbeitung von Edelstahl (1.4401) mit bei verschiedenen Ablenkgeschwindigkeiten von 50 m/s (a) bis 300 m/s (d) mit $H_0 = 6,3 \text{ J/cm}^2$ und $f_P = 1,88 \text{ MHz}$

dichte Wolke, d. h. ein Bereich geringer *probe*-Strahltransmission, erkennbar. Dies ist möglicherweise das laserinduzierte Plasma, das kurz nach der Bestrahlung mit Laserpulsen entsteht [8]. Mittels Schattenfotografie kann jedoch keine Aussage über den Ionisierungsgrad des betrachteten Bereiches getroffen werden. Daher kann nicht von Plasma oder Ablationswolke bestehend aus Dampf und/oder Materialcluster unterschieden werden. Darüber entfernt sich die Wolke gleichmäßig in einem relativ scharf begrenzten Bereich von der Oberfläche weg. Der untere Rand der Wolke erscheint deutlich dunkler als der Rest der Wolke. Dies deutet auf eine höhere Dichte an abgetragenen Teilchen oder einer inhomogenen Größenverteilung der Teilchen in der Wolke hin. Im weiteren Verlauf ist die Wolke eher turbulent und bildet stark unterschiedliche transmittierende Zonen aus. Größere Materialcluster können in keinem Parameterbereich bei der Edelstahlbearbeitung erkannt werden.

In Abbildung 3 (c) bei einer Scangeschwindigkeit von 200 m/s ist die gesamte Wolke vergleichbar mit dem Anteil der Wolke ohne die Turbulenzen bei den niedrigeren Geschwindigkeiten. Auch hier ist ein dunklerer Bereich innerhalb der Ablationswolke am unteren Rand erkennbar. Sowohl die dünnere Wolke als auch das Plasma an der Oberfläche des abgetragenen Materials sind flacher und am aktuellen Bearbeitungsort als einzelne kleine Pulse erkennbar. Diese Aufteilung in einzelne Pulse ist durch die immer größeren räumlichen Pulsabstände dy durch die höheren Ablenkgeschwindigkeiten erklärbar. Mit der höchsten Ablenkgeschwindigkeit, dargestellt in Abbildung 3 (d), werden die einzelnen Pulse deutlicher sichtbar und auch die Ablationskrater auf der Probenoberfläche sind mit einem Abstand von $dy = 160 \text{ µm}$ räumlich getrennt. Die einzelnen Pulse bestehen aus einem $<100 \text{ µm}$ hohen dunklen Plasmabereich und einer umgebenden Ablationswolke. Durch die explosionsartige Ausbreitung der Ablationsprodukte wird das Gas der Umgebung weggedrückt und verformt dadurch die durch die vorherigen Pulse entstandene Ablationswolke. Der Einfluss der einzelnen Pulse im Pulszug ist bis zum linken Bildrand, d.h. selbst nach 10 µs nach der Laserbeaufschlagung an dem Ort noch erkennbar.

Die maximalen Ausbreitungen der Ablationswolken sinken mit zunehmender Ablenkgeschwindigkeit. Das heißt, die kinetische Energie der ablatierten Teilchen wird durch die nachfolgenden Pulse immer wieder erhöht, umso mehr sich die Pulse überlappen. Zum einen wird Energie direkt in die Wolke eingekoppelt und

zum anderen immer weitere Teilchen abgetragen, der Wolke zugeführt und dadurch wächst die Wolke immer weiter in die Höhe. Betrachtet man die maximalen Höhen der Ablationswolken h_{max} in Bezug zu den Ablenkgeschwindigkeiten ist erkennbar, dass

$$h_{\text{max}} \propto \frac{1}{v_{\text{scan}}} \quad [2]$$

in dem untersuchten Parameterbereich ist. In Tabelle 1 sind die ermittelten Werte aufgelistet.

Die Ausdehnung der Ablationswolke ist jedoch auch stark zeitabhängig [6]. In den Aufnahmen in Abbildung 3 ist der Zeitpunkt des ersten Einflusses des Laserabtrages im Beobachtungsbereich bis zum Zeitpunkt der Aufnahme unterschiedlich. Zum Beispiel benötigt der *pump*-Strahl in Abbildung 3 (a) rund 60 µs und in (d) die oben genannten 10 µs für die Durchquerung des 3 mm breiten Bereiches.

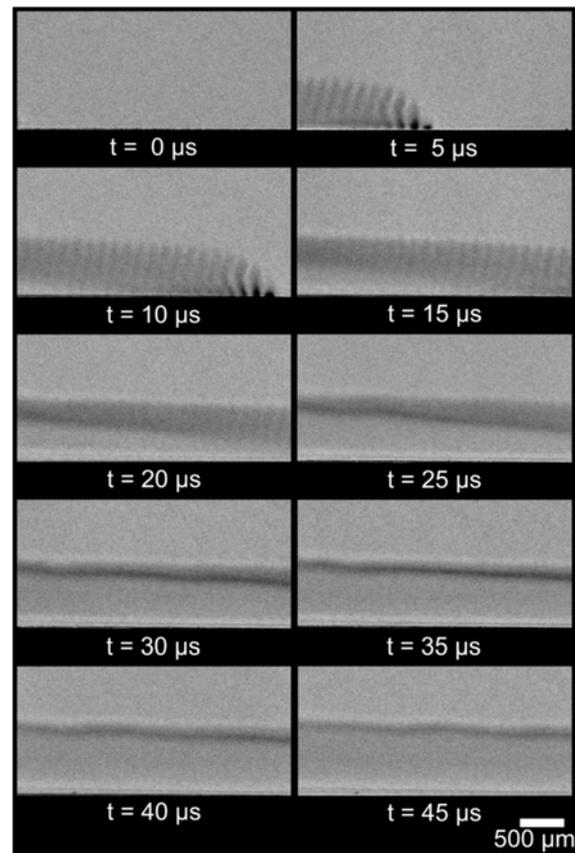


Abbildung 4: Schattenfotografien zu verschiedenen Zeitpunkten während der UKP-Bearbeitung von Edelstahl mit $v_{\text{scan}} = 300 \text{ m/s}$, $H_0 = 6,3 \text{ J/cm}^2$ und $f_P = 1,88 \text{ MHz}$

Tabelle 1: Übersicht der maximalen Höhen der Ablationswolken bei den verschiedenen Ablenkgeschwindigkeiten

v_{scan}	m/s	50	100	200	300
h_{max}	mm	---	1,84	0,87	0,67

Betrachtet man die Ablationswolke mit fortschreitender Zeit t für die Bearbeitung mit 300 m/s in Abbildung 4 wird ersichtlich, dass auch nach 40 μs die maximale Höhe nicht signifikant ansteigt. Die Ablationsprodukte lösen sich nach circa 10 μs von der Materialoberfläche ab und konzentrieren sich nach ca. 40 μs in einer Höhe von 0,67 mm. Die Wolke bleibt scheinbar in dieser Höhe stehen. Welchen Einfluss diese erzeugte Ablationswolke auf die nachfolgende Bearbeitung hat, muss nachfolgend geklärt werden.

Zusammenfassung

Es wurde die Ausbreitung des Plasmas bzw. der Ablationswolke bei der UKP-Lasermaterialbearbeitung mittels *pump-probe*-Schattenfotografien dargestellt. Die *pump*-Strahlung wurde durch einen Polygonscanner von 50 m/s bis zu 300 m/s auf einer Edelstahlprobe (1.4401) entlanggeführt. In den Schattenfotografien sind verschiedene Formen der Ablationswolken sichtbar. Bei niedrigeren Geschwindigkeiten entfernen sich die Abtragsprodukte zunächst gleichmäßig von der Oberfläche und werden zunehmend turbulenter. Bei einer Erhöhung der Ablenkgeschwindigkeit sinkt zum einen die Höhe der Ablationswolke indirekt proportional mit der Geschwindigkeit ab und zum anderen sind in den Wolken zunehmend die einzelnen Pulsereignisse sichtbar.

Für die höchste Geschwindigkeit von 300 m/s ist im zeitlichen Verlauf erkennbar, dass sich die Produkte bis 40 μs nach der Beaufschlagung mit der Laserstrahlung in einem Abstand von 0,67 mm sammeln und über der Oberfläche verharren.

Danksagung

Die Autoren danken dem Europäischen Sozialfonds (ESF) und dem Freistaat Sachsen für die Förderung der Nachwuchsforschergruppe „Entwicklung innovativer Lasertechnologien für die sächsische Wirtschaft“ (EILA-SAX) und dem Projektträger Sächsischer Aufbaubank – Förderbank – (SAB)

Literaturverzeichnis

- [1] U. Loeschner et al., „High-rate laser microprocessing using a polygon scanner system“, Journal of Laser Applications, Jg. 27, S2, S29303, 2015.
- [2] J. Schille, L. Schneider, A. Streek, S. Kloetzer und U. Loeschner, „High-throughput machining using a high-average power ultrashort pulse laser and high-speed polygon scanner“, Opt. Eng, Jg. 55, Nr. 9, S. 96109, 2016.
- [3] D. Bäuerle, Laser processing and chemistry: With 13 tables, 3. Aufl. Berlin: Springer, 2000.
- [4] X. Zhao und Y. C. Shin, „Coulomb explosion and early plasma generation during femtosecond laser ablation of silicon at high laser fluence“, J. Phys. D: Appl. Phys., Jg. 46, Nr. 33, S. 335501, 2013.
- [5] J.-F. Y. Gravel und D. Boudreau, „Study by focused shadowgraphy of the effect of laser irradiance on laser-induced plasma formation and ablation rate in various gases“, Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, Jg. 64, Nr. 1, S. 56–66, 2009.
- [6] I. Mingareev und A. Horn, „Time-resolved investigations of plasma and melt ejections in metals by pump-probe shadowgraphy“, Journal of Applied Physics, Jg. 92, Nr. 4, S. 917–920, 2008.
- [7] J. J. Yoh, H. Lee, J. Choi, K.-c. Lee und K.-h. Kim, „Ablation-induced explosion of metal using a high-power Nd:YAG laser“, Journal of Applied Physics, Jg. 103, Nr. 4, S. 43511, 2008.
- [8] M. Boueri et al., „Early stage expansion and time-resolved spectral emission of laser-induced plasma from polymer“, Applied Surface Science, Jg. 255, Nr. 24, S. 9566–9571, 2009.
- [9] D. Breitling, Gasphaseneinflüsse beim Abtragen und Bohren mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung. Zugl.: Stuttgart, Univ., Diss., 2009, 1. Aufl. München: Herbert Utz, 2010.
- [10] D. Walter, Online-Qualitätssicherung beim Bohren mittels ultrakurz gepulster Laserstrahlung. Zugl.: Stuttgart, Univ., Diss., 2010. München: Utz Wissenschaft, 2010.
- [11] G. S. Settles, „Smartphone schlieren and shadowgraph imaging“, Optics and Lasers in Engineering, Jg. 104, S. 9–21, 2018.



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

LASER SAFETY TRAINING NEEDS ANALYSIS IN VET

Lyubomir Lazov, Erika Teirumnieka, Edmunds Teirumnieks, Antons Pacejs,
Mihails Kijasko

Faculty of Engineering, Rezekne Academy of Technologies,
115 Atbrivosanas aleja, LV-4601 Rezekne, Latvia

Abstract – With the development of laser sources in the last 59 years, the application of lasers is evolving as well. From vision correction to driving vehicles, from spaceflight to fusion, from material processing to presentation pointers, lasers are still finding their application in unexpected areas. It should be noted that the lack of laser safety skills in laser-related professions and sectors is already present and, unfortunately, reality. This paper presents a study of the needs analysis and current situation in the field of laser safety in several European countries (Bulgaria, Latvia, Germany, Romania and Hungary). It also identifies the main themes of new modules for improving the skills of laser users and their knowledge about laser safety. The study is the first phase of a European Union, Erasmus + KA2 project: Collaboration for Innovation and Good Practice. Its title is "Web Based Laser Safety Models for Vocational Education / Training". The project is aimed at improving professional skills in the field of laser safety by developing, testing and validating innovative web-based training modules in accordance with EU regulations and standards.

1. Introduction

A Laser is an electronically optic system that produces artificial, coherent, highly monochromatic electromagnetic radiation with the ability to reach extremely high energy densities. As soon as lasers started its journey in the 1960s, Theodore Maiman noted that: "A laser is a solution seeking a problem." Nowadays lasers proved their usability by huge variations of applications. We can highlight laser applications worldwide in the 4 groups, see figure 1.

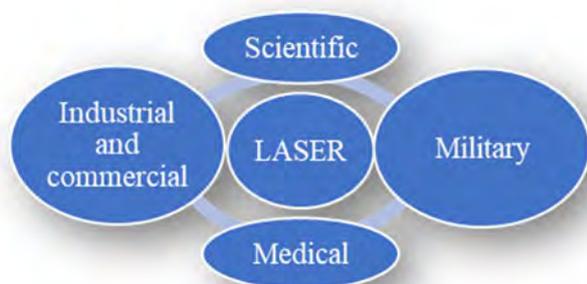


Fig.1. Laser applications

We can clearly observe how widespread lasers are currently and how many problems they constantly solve. However, along with their raising popularity, user safety issues appear as well.

When it comes to lasers of a certain power, proper protective measures are essential. Intensive training is a prerequisite for lasers to be used safely, especially if the users may be exposed to laser radiation during their work. Laser radiation that affects the eyes may cause cataracts or damage to the retina and cornea. Any damage to the retina is irreversible and may result in permanent blindness. The skin is less vulnerable to radiation than the eye. Therefore, only high-powered lasers usually cause skin damage, and, in this case, skin burns are the most common injuries.

It should be noted that many employees and researchers working with laser systems are at a great

risk if they do not comply with the rules and regulations on laser safety [1, 2].

The project aims to improve the professional skills for laser safety through online training. Project details can be found in Table 1.

Table 1 Details of the project

Title:	Web-Based Laser Safety Modules For Vocational Education/Training
Project No.:	2018-1-LV01-KA202-056957
Programme:	Erasmus+
Key Action:	Cooperation for innovation and the exchange of good practices
Action:	Strategic Partnerships
Project Start Date:	01-09-2018
Project Total Duration:	24 months
Applicant Organisation:	Rezekne Academy of Technologies, Latvia
Webpage:	lasersafety.rta.lv

The project has gathered partners from five European Union countries: Bulgaria, Germany, Hungary, Latvia, Romania. The profile of participants includes three universities with their research institutes (including photonics and laser technology), one NGO, two VET centers and an ICT company. The project team aims to develop, test and validate four innovative training modules in line with the needs of the European photonics and laser technology field. Using the right environment, learning modules will be web-based and accessible to students, laser workers/operators and all other players related to the fields of photonics and laser technologies.

Organizations involved:

- Rezekne Academy of Technologies, Latvia;
- iTStudy Hungary Kft., Hungary;
- SWA Bildungsakademie GmbH, Germany;
- Universitatea Din Pitesti, Romania;

- European Center for Science and Innovation in Education, Bulgaria;
- University of Ruse Angel Kanchev, Bulgaria;
- Veda Consult, Bulgaria.

2. Methodology

The Erasmus+ project (Web-Based Laser Safety Modules For Vocational Education/Training) is being developed by an international team of seven partners from five EU countries. This paper sets out the results of only the first two tasks of the project pre-planned tasks.

Output 1 - Needs analysis of the improvement of professional skills in Laser Safety.

Output 2 - Identification of the main topics of the modules for Laser Safety.

The methodology of the survey and analysis was based on special questionnaires. The team of the project partners developed two sets of questionnaires. They were designed to provide the necessary information on:

- the current state of the problem of Laser Safety;
- specific proposals for new skills needs for training modules.

When the questions included in the survey had been approved by the project partners, they were translated from English into the national languages of partners: Latvian, Bulgarian, Romanian, Hungarian and German. Then the project partners selected laser-related companies and laser system workers/operators. Some questionnaires were sent by email, and some of them were filled in when the project partners visited particular companies. There were also questionnaires that were filled in during phone calls.

The purpose of the study was to gather information from the management staff of laser companies and their employees, which would help in developing and creating laser safety modules. The first questionnaire was aimed at gathering information from laser machine operators about their knowledge and needs in the field of laser safety. The second questionnaire was aimed at the management staff of companies using lasers in their production.

Overall, we received data from more than 250 questionnaires from five EU countries (Latvia, Bulgaria, Hungary, Romania and Germany).

3. Results

Because of the limited volume of pages in this report, we will summarize the results and provide a sample that is typical for the five partners. Depending on the specific peculiarities in each of the partner countries, there are small differences, e.g. data received from Germany had a distinction in few questions if compared with Latvia, Bulgaria, Hungary and Romania. Since Germany is one of the largest growth markets in the Business Process Outsourcing/ Shared Service Center industry, laser safety

requirements are met much better in this country. In general, Germany is a good example of how work with lasers should be organised. However, there are also some unsafe aspects. It should be noted that the difference in German responses did not affect the overall picture. After summarising the gathered data, the results are as follows.

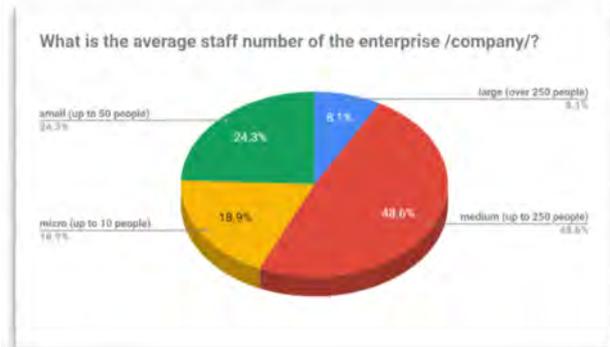


Fig. 2. Profile of surveyed companies in 5 project partner countries.

In such countries as Latvia, Bulgaria, Hungary and Romania the laser industry consists of micro (up to 10 employees), small (up to 50 employees) and medium-sized (up to 250 employees) companies, therefore a significant part of the surveyed companies (about 92%) was one of these companies (Fig. 2.).

The questionnaires also included a question about the position of laser safety officer in the company the respondents were working in. The percentage distribution of answers can be observed in Figure 3. It can be noticed that 27% answered "Yes", but, during private communication with workers employed in laser-related companies, we found out that the laser safety officer in many companies is the worker (operator) responsible for the maintenance of equipment or the one who has bigger experience in work with laser systems, which does not comply with the EU safety rules.



Fig. 3. Distribution of answers on the question about laser safety officer in the companies related to lasers.

The respondents have provided information about their experience, and their answers have been summarised in Figure 4. We can clearly see that workers related to laser systems are usually not very experienced in the field of laser technologies. Only 59% have been working in this field for more than three years.

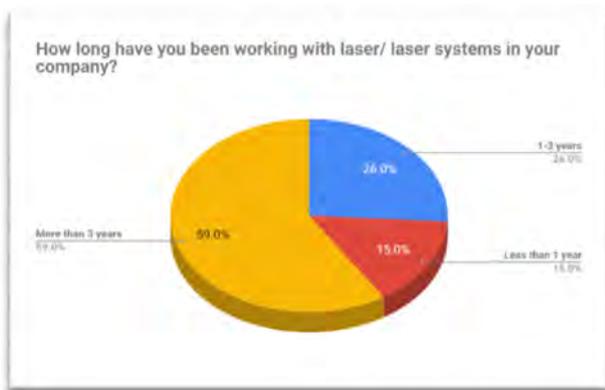


Fig.4. Operators/workers working experience with lasers within the company.

Laser systems operators should update their knowledge constantly. Without some periodic reawakening to the ever-present hazards as well as systemic periodic monitoring the odds of an accident occurring can increase.

Laser Safety Officer must also undergo training periodically. This applies not only to the laser safety officer in industrial manufacturing but also to the medical field, as many laser systems have been introduced in this field in recent years. [3, 4].

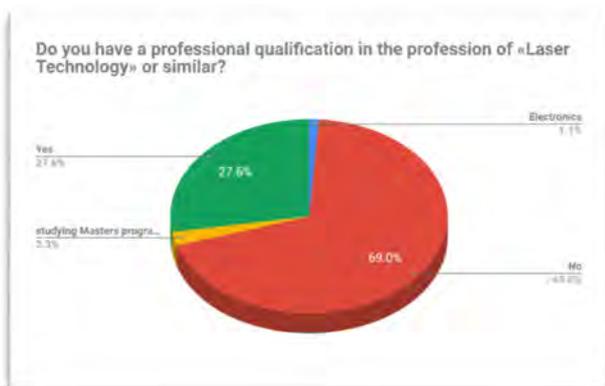


Fig.5. Professional qualification of respondents in the field of "Laser technology" or similar.

Answering to the question about qualification (Fig. 5), 69% confirmed not having professional qualification in the field of laser technologies or similar. Approximately 29% answered that they had this knowledge, while 2.3% said that they were currently studying in part-time laser technology programs in different educational institutions in the partner countries of the project. It shows that companies need to take care of themselves and take quick measures to increase the safety of their workers working with laser technology systems.

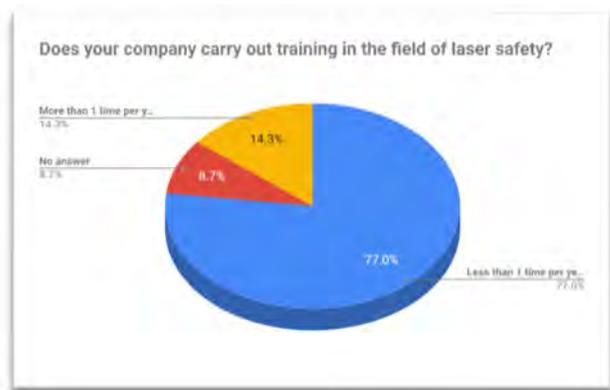


Fig.6. Training within the company.

In response to laser safety training within the company (Fig.6.), 77% said the company did not conduct laser safety training (less than 1 time per year). Only surveys in Germany showed that employers comply with this requirement of the EU directive. For the most part, compulsory laser safety training is carried out in specialized educational institutions, which also issue the relevant training certificates.

Usually company training takes place when a new laser system arrives. Then the engineers responsible for setting it up consult the future operators of this machine. Workouts usually end with such phrases as "Don't put your finger here" and "Wear eye protection", etc. It should also be noted that in all European Union companies involved in the use of laser systems, EU Directive 2006/25/EC must be applied. Unfortunately, our research has shown that this is not yet good practice in countries such as Bulgaria, Latvia, Romania and Hungary.

In FIG. 7, we can see a percentage distribution on the issue of specialized visits to specialized laser safety measures at the company to monitor and evaluate the risks in a laser-related work environment.

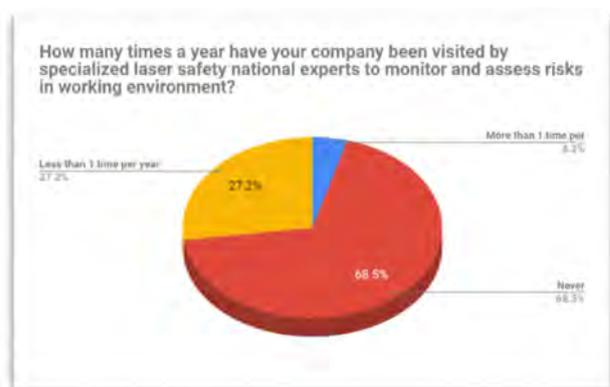


Fig.7. National experts visit the companies related to lasers.

We can see a very strange situation in the graph: only 4.3% replied that specialised laser safety controllers (regional or national) had visited them more than once a year. 68.5% responded that they had never been visited, and 27.2% replied that such visits had taken place less than once a year.

This is because in Latvia, Romania, Hungary and Bulgaria, laser safety training is rare and there are no accredited institutions to carry out such training year-round. The survey showed that online courses are not offered at all in the four European countries mentioned above. We will strive to change this negative situation during the implementation of this project. On the other hand, we are pleased to say that 93.5% of more than 200 respondents are interested in conducting free laser safety training and online courses. This will be available within the pre-planned results of our project (Figure 8).



Fig.8. Interest in free of charge web-based courses.

One of the main goals of the surveys was to understand which topics are more interested by the interviewees. The summary result is shown in Figure 9.

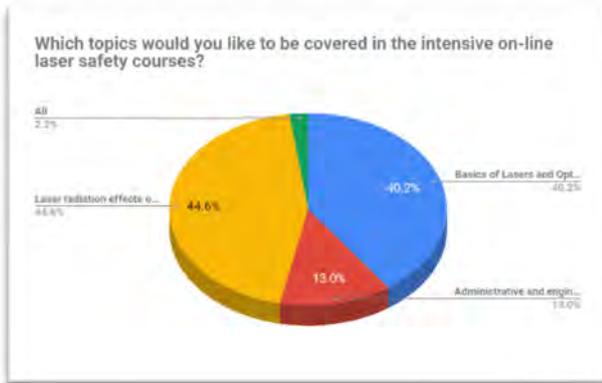


Fig.9. Preferred topics by respondents.

Mostly preferred topics by the respondents are as follows:

- Laser radiation effects on eyes and skin 44.6%;
- Basics of Lasers and Optics 40.2%;
- Administrative and engineering solutions 13%;

4. Identification of main topics of the modules for improving the green skills

An obvious problem that could be determined by the analysis of the surveys is that companies that own laser systems are usually not well informed about the risks associated with operating the technology

systems. There is also a lack of mandatory organizational and administrative-engineering safety measures. This can not only cause injuries to them but also be dangerous to other employees and employees of the company.

Based on the analysis of the labor market needs in laser safety for workers and the analysis of the needs in laser safety training programs- the project team identified the content of modules to enhance the laser safety competencies at a specialized meeting held with all project participants.

The decision was made that the modules would be in line with EU policies and priorities, and in particular with EU Directive 2006/25 / EC. This document will also form the basis of the project working groups that will elaborate on the content of the individual modules.

Based on the studies and summarized data analysis made by the international project consortium, unanimous agreement was reached: development of the following 4 modules for e-learning in the next phase of the project:

- ✓ Fundamentals of Lasers physics and optics.
- ✓ Fundamentals for Laser Safety.
- ✓ Administration and Engineering solutions.
- ✓ Foreign language skills for Laser Safety.

5. Discussion

Today, a number of small and medium sized enterprises are working successfully to produce new competitive products based on photonics and laser technology. Distributors of laser equipment are obliged by European laws to warn society about the dangers inherent in their product. Laser operators and other laser technology consumers are required to examine in detail the operating instructions before putting the laser device into service.

This study showed that in some countries such as Bulgaria, Romania and Hungary in the years before the transition there was a system for control and training on laser safety, but in the years of transition due to the great administrative and economic changes in these countries these good practices are lost. Since 2006, with the adoption of the European Directive, the necessary administrative control structures for monitoring have not yet been deployed, and there are no professional training centers are offering certified Laser Safety courses.

Another difficulty that interferes with widespread and rapid implementation of the EU Directive is the fact that it prevents employees from performing their direct work responsibilities, which disrupts the pace of work in the respective enterprise. The activities and results of this European project "Creating Laser Safety Modules for Education/ Training" will contribute to solving this problem. At the same time, it will save both time and money for both trainees and employers.

The methodology offered to work on the project is a mixed model of training that can help achieve the project goals in the most appropriate way. Combined

learning was chosen as the method of learning, and it includes the elements of distance learning and attended training, which optimally combines the strengths and benefits of each of these approaches. The use of the combined learning is intended to address the main task of the modern education, i.e. to help a large number of learners get the skills they need in the shortest possible time with a limited number of teachers.

- Combined learning is a flexible method that combines virtual and direct communication, in which discussions, debates, exchanges of experiences and practices, as well as deep self-analysis through online technologies are held. It allows the trainees to save their time and actively exercise and learn certain skills and habits at the same time;
- Combined Learning develops critical thinking and creates skills for independent learning and work, relevant information (exploration, analysis and selection of materials) is used in training and career development.
- In combined learning, training materials are provided not only in print but also online as text and / or multimedia, which allows students to choose individual mode of learning (access to the materials as many times as they need at a convenient time and place).
- Combined learning is interactive, it provides the opportunity for communication "teacher-learner" and "learner-learner", expression of personal opinion and perspective, exchange of opinions and possibility of changing topic directions in the studied material.
- In combined learning, individual psychological characteristics of the trainee are taken into account, because the combination of various forms of work enables students to express themselves with their different temperament and speed of absorption of matter. Thus, combined learning fits and supports the ideas of personality-oriented approach to training.

Due to its complexity, versatility and multifactoriness, the learning process requires a new approach to learning in terms of methodology, given the individualisation of learning. The use of combined learning nowadays is associated with solving the problem of individualisation of learning, its intensification and optimisation. Online environment enables the individualisation of learning, it also shows a new way to approach the possibilities of using the combined learning in educational processes.

EU Workplace Safety Regulations oblige each company to take all necessary safety and health measures at work, document them and periodically monitor their compliance. On the other hand, there is a serious problem related to monitoring enterprises involved in the use of laser beams, because there is insufficient information about the laser systems purchased and implemented in the countries under study. This and many other problems will be solved if more people have experience and knowledge in the

field of laser safety after completing a full training course in accordance with European regulations and standards and obtaining a laser safety certificate. The activities and content of the modules developed under this project will enable the students to obtain knowledge and the opportunity to apply for Laser Safety Officer position in laser-related companies, that would be monitored at a national level by "Safe Work Environment" institutions in every EU country.

6. Conclusion

The course will be free of charge translated into 6 languages as well as web-based and interactive. In substantive terms, it will comply with EU Directive 2006/25 / EC. It will give an opportunity to those who want to improve their knowledge and get a European certificate in Laser Safety.

Final results that are expected during the project and on its competition:

- ✓ Improvement of vocational education and training in the field of laser safety by using new interactive methods.
- ✓ Enhancing the professional skills of photonics and laser technology specialists by enhancing their knowledge of laser safety.
- ✓ Creating specialists with skills and competencies in the field of laser safety.
- ✓ Support for the development and implementation of European laser safety norms and standards in the project partner countries.
- ✓ Improving the employability of the European labour market.
- ✓ Increasing the motivation of young people for vocational training and work in the field of innovative photonics and laser technology.
- ✓ Changing people's thinking about the dangers of laser radiation and creating safe working conditions when operating with laser, laser systems and complexes.

7. Acknowledgement

This work has been supported by the Erasmus+ programme, KA2 – Cooperation and Innovation for Good Practices within the project Nr. 2018-1-LV01-KA202-056957 "Web-Based Laser Safety Modules For Vocational Education/Training".

8. References

- [1] S. S. Qutob, M. O'Brien, K. Feder, J. McNamee, M. Guay, J. Than, Prevalence of laser beam exposure and associated injuries (2019).
- [2] International Electrotechnical Commission. IEC 60825-1, Safety of Laser Products - Part 1: Equipment classification and requirements, Ed 3.0, 2014-05.
- [3] Chen SN, Lu CW, Hu X, Zhou DD. A case of accidental retinal injury by cosmetic laser. *Eye* 2014; 28: 906-907.
- [4] Kontadakis GA, Karagiannis D, Kandarakis AS. Macular injury with rapid onset of choroidal neovascularization from laser epilation. *JAMA Ophthalmology* 2015; 133: 488-490.

ABLATION VON METALLEN UND SILIZIUM MIT ULTRAKURZEN LASERPULSEN: EINFLUSS DER PULSDAUER UND DER WELLENLÄNGE

Peter Lickschat, Jörg Schille, Steffen Weißmantel

University of Applied Sciences Mittweida, Technikumplatz 17, 09648 Mittweida, Germany

In dieser Arbeit werden die Ergebnisse der Mikrostrukturierung von Edelstahl, Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall und Silizium mittels ultrakurzer Laserpulse mit Pulsdauern im Bereich von 200 fs bis 10 ps präsentiert. Durch die Bestimmung der Ablationsdurchmesser der erzeugten Ablationskrater wird die Ablationsschwelle des jeweiligen Materials als Funktion der Anzahl der Laserpulse, der Pulsdauer und der Wellenlänge ermittelt. Es kann dabei festgestellt werden, dass die Ablationsschwellen für einen Einzelpuls gut mit theoretisch berechneten Werten übereinstimmen. Weiterhin kann gezeigt werden, dass die Ablationsschwelle mit steigender Anzahl von Pulsen kleiner wird. In diesem Zusammenhang wird der Inkubationsfaktor für die bearbeiteten Materialien bestimmt. Mittels einer Regressionsrechnung wird die effektive Eindringtiefe der Energie als Funktion der Pulsdauer unter Berücksichtigung der experimentell bestimmten Ablationsvolumina bestimmt. Die Berechnungen zeigen, dass Laserpulse mit einer kurzen Pulsdauer eine größere Eindringtiefe haben und damit mehr Material ablatieren als längere Laserpulse gleicher Energie.

1. Einleitung

Die Ablation von Metallen und anderer Festkörper mittels ultrakurzer Laserpulse wird seit Jahren intensiv untersucht. Dabei wird sowohl versucht, den physikalischen Vorgang des Ablationsprozesses genauer zu verstehen als auch Aussagen anhand der gewählten Parameter im Voraus über das Ablationsergebnis treffen zu können. Der Einfluss der Parameter auf das Bearbeitungsergebnis ist dabei besonders für die Industrie von Interesse, die möglichst ideale Parameter der Ablation in ihrer Produktionskette bzw. ihrem Herstellungsverfahren verwenden möchte.

Eine wichtige Größe bei der Ablation von Festkörpern mittels ultrakurzer Laserpulse ist die Ablationsschwelle des Materials. Sie gibt die minimale Fluenz an, mit der Material ablatiert werden kann. Zur Bestimmung der Ablationsschwelle wird zumeist die in [1] vorgestellte Methode verwendet. Dabei wird mit Hilfe des gemessenen Ablationsdurchmessers die Ablationsschwelle bestimmt. Voraussetzung dabei ist, dass ein gaußförmiges Strahlprofil zum Einsatz kommt. Eine weitere Möglichkeit der Bestimmung der Ablationsschwelle wird in [2] präsentiert. Die Ablationsschwelle wird dabei anhand des ablatierten Volumens ermittelt. Es gibt bereits eine Vielzahl von Publikationen, in denen die Ablationsschwellen verschiedener Materialien bestimmt wurde [3, 4]. Es zeigt sich, dass die Anzahl der wirkenden Laserpulse die Ablationsschwelle reduziert. Dieser Effekt wirkt Inkubation genannt und mittels des Inkubationsfaktors beschrieben [5].

Eine weitere charakteristische Größe bei der Ablation mit ultrakurzen Laserpulsen ist die Eindringtiefe der Energie. In manchen Untersuchungen [7] wird die Annahme vertreten, dass die Eindringtiefe der Energie mit der optischen Eindringtiefe der elektromagnetischen Strahlung ins Material übereinstimmt. Es zeigte sich aber, dass der Energietransport über das Elektronensystem der entscheidende Prozess bei der Implementierung der Energie in den Festkörper ist [8]. Dadurch wirkt sich eine Variation der Pulsdauer des Laserpulses auf den Ablationsprozess aus, da es

dabei zu einer veränderten Anregung des Elektronensystems kommt [6].

Die genannten Materialkenngrößen (Ablationsschwelle, Inkubationsfaktor und Eindringtiefe der Energie) sollen in der hier vorliegenden Arbeit, bei der Ablation von Edelstahl, Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall und Silizium untersucht und für die jeweiligen Materialien bestimmt werden.

2. Experimentelle Details und Auswertetechnik

Es kommt bei den Untersuchungen ein Ultrakurzpulslaser (Pharos, Light Conversion) zum Einsatz, der Laserpulse mit Pulsdauern im Bereich von 200 fs bis 10,2 ps emittiert. Der Laserstrahl wird mittels einer F-Theta-Optik auf das zu bearbeitende Material fokussiert. Der auf der Probe wirkende Strahlradius des gaußverteilten Laserstrahls beträgt dabei 15 μm bei einer Wellenlänge von 1030 nm bzw. 8,5 μm bei einer Wellenlänge von 515 nm. Das Material wird mit unterschiedlicher Anzahl von Laserpulsen und verschiedenen Fluenzen bestrahlt. Die Fluenzen werden dabei so gewählt, dass sie dem „Low fluence“-Regime [3] zugeordnet werden können. Die bearbeiteten Materialien sind polierter Edelstahl, poliertes Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall und monokristallines Silizium. Zur Auswertung werden die Durchmesser der erzeugten Ablationskrater mittels digitaler Lichtmikroskopie vermessen und daraus anschließend, mit der in [1] vorgestellten Methode, die Ablationsschwelle in Abhängigkeit der Anzahl der Laserpulse, der Wellenlänge und der Pulsdauer bestimmt. Mit Hilfe der ermittelten Ablationsschwellen können die Inkubationsfaktoren der einzelnen Materialien berechnet werden [9]. Die Eindringtiefe der Energie wird mittels einer Regressionsrechnung ausgehend von einem theoretischen Modell [10] bestimmt unter der Kenntnis der ermittelten Ablationsschwellen und der Inkubationsfaktoren. Dafür werden die erzeugten Ablationsvolumina der einzelnen Abträge mittels Laserscanning-Mikroskopie vermessen.

3. Ergebnisse und Diskussion

Ablationsschwelle und Inkubationsfaktor

Die Bestimmung der Ablationsschwellen mithilfe der gemessenen Ablationsdurchmesser zeigt bei der Bearbeitung von Edelstahl und Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall, dass die Ablationsschwelle im Bereich von 200 fs bis 10,2 ps Pulsdauer unabhängig von der verwendeten Pulsdauer ist, sowohl bei einer Wellenlänge von 1030 nm als auch bei 515 nm. Bei der Bearbeitung von Edelstahl wird die Ablationsschwelle bei einem Einzelpuls mit 0,24 J/cm² bei der Wellenlänge von 1030 nm bzw. mit 0,14 J/cm² bei der Wellenlänge von 515 nm bestimmt.

Mithilfe der Formel (1) [4] ist eine Berechnung der Ablationsschwelle für einen Einzelpuls auf Grundlage der Sublimationsenthalpie möglich.

$$H_{\text{thr}} = \frac{\Delta H_s * \rho}{(1 - R) * M * \alpha} \quad (1)$$

- mit ΔH_s - Sublimationsenthalpie
 ρ - Dichte
 R - Reflexionsgrad
 M - Molare Masse
 α - Absorptionskoeffizient

Die Berechnung ergibt für die Wellenlänge 1030 nm eine theoretische Ablationsschwelle für Edelstahl von 0,27 J/cm² und für die Wellenlänge 515 nm von 0,14 J/cm². Damit stimmen die experimentellen und berechneten Werten gut überein. Der Inkubationsfaktor wird mit 0,81 für die Wellenlänge 1030 nm bestimmt und mit 0,80 für die Wellenlänge 515 nm. Anhand von Abbildung 1 ist die Abnahme der Ablationsschwelle mit steigender Anzahl von Laserpulsen bei beiden Wellenlänge sowohl bei den experimentellen Werten als auch im Kurvenverlauf der mit Hilfe des Inkubationsfaktors berechneten Werte erkennbar.

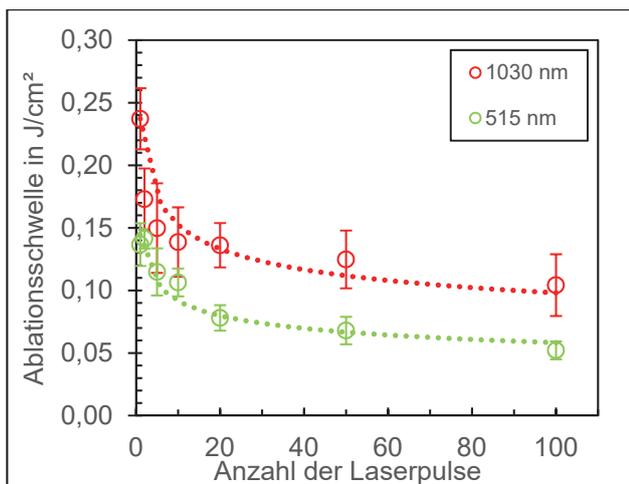


Abbildung 1: Ablationsschwelle von Edelstahl in Abhängigkeit von der Anzahl der wirkenden Laserpulse (Punkte: gemittelte Werte über alle Pulsdauern; Linien: mittels des Inkubationsfaktors berechneter Verlauf)

Bei Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall wird die Ablationsschwelle für einen Einzelpuls für 1030 nm mit 0,40 J/cm² bzw. für 515 nm mit 0,26 J/cm² ermittelt.

Die mittels Formel 1 berechneten Werte stimmen mit 0,43 J/cm² bzw. 0,25 J/cm² gut mit den experimentellen Werten überein. Die Bestimmung des Inkubationsfaktors ergibt einen Wert von 0,90 für 1030 nm Wellenlänge bzw. 0,77 für 515 nm Wellenlänge. Die Abnahme der Ablationsschwelle bei Wolframcarbid mit zunehmender Anzahl an Laserpulsen aufgrund des Inkubationseffektes, ist in Abbildung 2 grafisch dargestellt.

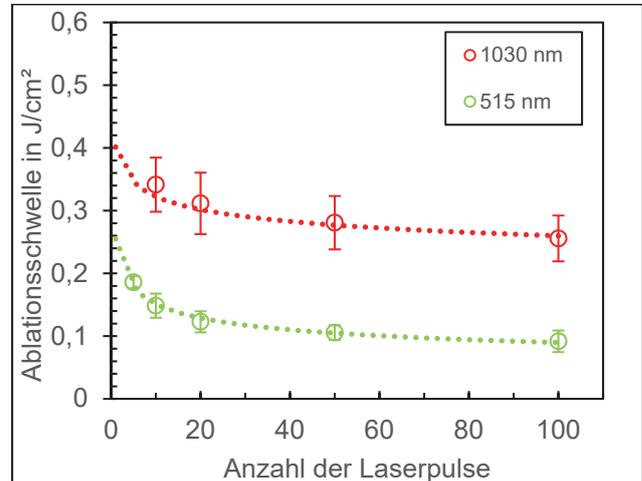


Abbildung 2: Ablationsschwelle von Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall in Abhängigkeit von der Anzahl der wirkenden Laserpulse. (Punkte: gemittelte Werte über alle Pulsdauern; Linien: mittels des Inkubationsfaktors berechneter Verlauf)

Bei Silizium zeigt es sich, dass die Ablationsschwelle nicht unabhängig von der verwendeten Pulsdauer ist. Es wird eine Zunahme der Ablationsschwelle mit zunehmender Pulsdauer ermittelt (siehe Abbildung 3). Dies stimmt mit anderen Veröffentlichungen [11] überein, die im untersuchten Parameterbereich ebenfalls eine Erhöhung der Ablationsschwelle von Silizium feststellen konnten.

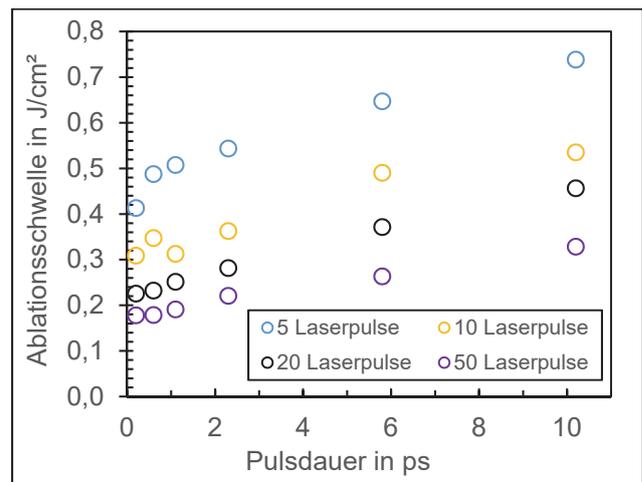


Abbildung 3: Ablationsschwelle von Silizium in Abhängigkeit von der Pulsdauer bei einer Wellenlänge von 1030 nm.

Der Inkubationsfaktor kann bei Silizium bei einer Wellenlänge von 1030 nm mit 0,68 bestimmt werden. Die Abhängigkeit der Ablationsschwelle von der Anzahl der wirkenden Laserpulse für Silizium ist in Abbil-

Abbildung 4 am Beispiel von drei Pulsdauern exemplarisch dargestellt.

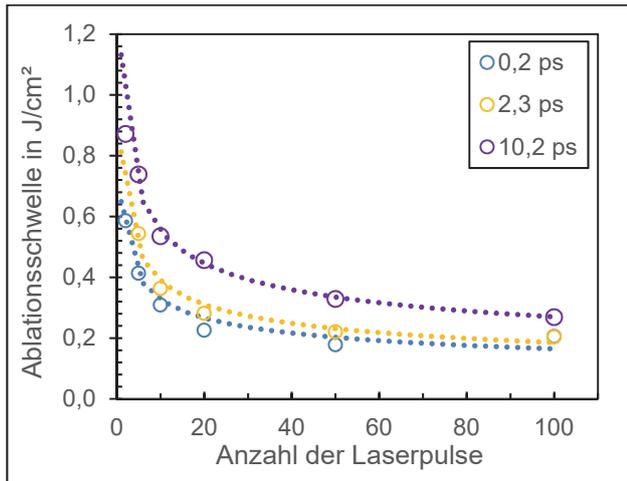


Abbildung 4: Ablationsschwelle von Silizium in Abhängigkeit von der Anzahl der wirkenden Laserpulse bei einer Wellenlänge von 1030 nm (Punkte: Messwerte; Linien: berechneter Verlauf mittels des Inkubationsfaktors)

Eindringtiefe der Energie

Zur Bestimmung der Eindringtiefe der Energie wird Formel (2) verwendet.

$$V_{theo}(N) = \sum_{i=1}^N \frac{\delta}{4} * \pi * w^2 * \ln^2 \left(\frac{H}{H_{thr}(i)} \right) \quad (2)$$

- mit $V_{theo}(N)$ - ablatiertes Volumen nach dem N-ten Laserpuls
 δ - Eindringtiefe der Energie
 w - Strahlradius
 H - Fluenz
 $H_{thr}(i)$ - Ablationsschwelle des i-ten Laserpulses

Durch eine Regressionsrechnung, werden die Werte der Eindringtiefe der Energie ermittelt, indem die mittels der Formel (2) berechneten Werte des ablatierten Volumens durch Anpassung der Eindringtiefe der Energie an die experimentell bestimmten Werte angeglichen werden. Die Ergebnisse für Edelstahl sind in Abbildung 4 zu erkennen.

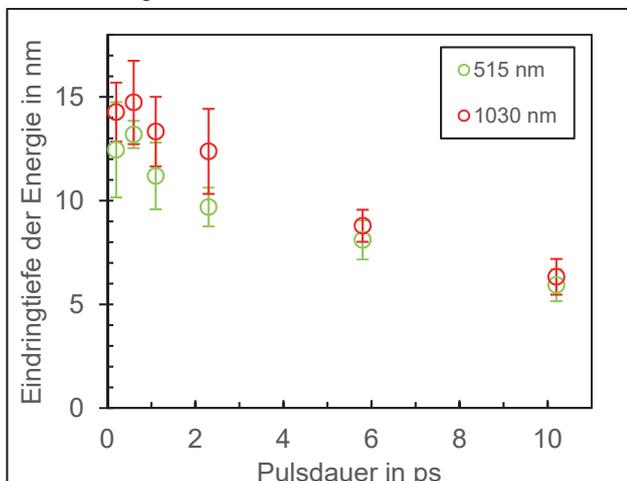


Abbildung 5: Eindringtiefe der Energie von Edelstahl in Abhängigkeit von der Pulsdauer der Laserpulse.

Es wird deutlich, dass die Eindringtiefe der Energie sowohl bei 1030 nm als auch bei 515 nm Wellenlängen mit zeitlich länger werdenden Laserpulse geringer wird. Das bedeutet gleichzeitig ein geringeres Ablationsvolumen bei gleicher Pulsenergie bei der Verwendung von längeren Laserpulsen. Bei 1030 nm Wellenlänge verringert sich die Eindringtiefe der Energie von 14,3 nm bei 200 fs auf 6,3 nm bei 10,2 ps bzw. von 12,5 nm auf 5,9 nm bei 515 nm Wellenlänge. Die Begründung ist durch die stärkere Anregung des Elektronensystems durch die kürzeren Laserpulse gegeben. Die führt zu einem höheren Energietransport in die Materialtiefe mittels der Elektronen.

Derselbe funktionelle Zusammenhang der Abnahme der Eindringtiefe der Energie bei der Verwendung von längeren Laserpulsen, ist bei der Bearbeitung von Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall zu beobachten. Die Eindringtiefe reduzierte sich von 32,9 nm auf 13,1 nm beim Einsatz von 1030 nm Wellenlänge bzw. von 21,7 nm auf 10,5 nm bei einer Wellenlänge von 515 nm bei der Erhöhung der Pulsdauer von 200 fs auf 10,2 ps (Abbildung 6).

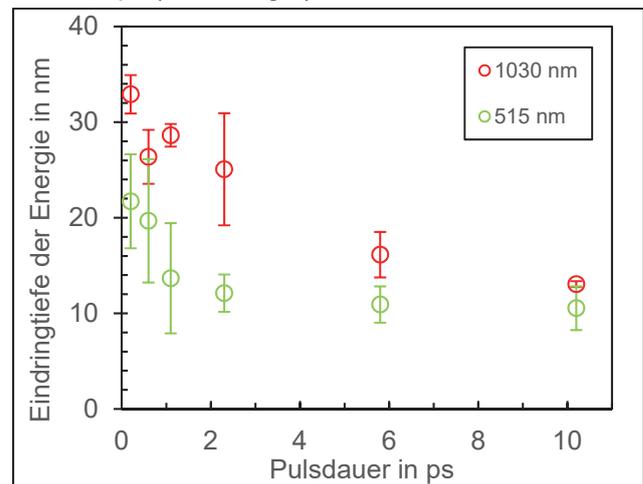


Abbildung 6: Eindringtiefe der Energie von Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall in Abhängigkeit von der Pulsdauer der Laserpulse.

Die Erhöhung der Eindringtiefe der Energie bei der Verwendung von kürzeren Laserpulsen bei den Materialien Edelstahl und Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall führt zu einer höheren Effizienz des Ablationsprozesses. Durch die tiefere Implementierung der Energie über das Elektronensystem in die Materialtiefe kann mehr Material ablatiert werden. Die Energie der Laserpulse wird effizienter für den Ablationsprozess genutzt.

Die Regressionsrechnung liefert bei Silizium keine verwertbaren Ergebnisse. Grund hierfür ist die nichtlineare Absorption der Laserstrahlung durch das Silizium. Die Berechnungsgrundlage von Formel (2) beruht auf linearer Absorption. Um die Eindringtiefe der Energie von Silizium zu bestimmen, muss eine Anpassung von Formel (2) auf nichtlineare Absorption durchgeführt werden.

4. Zusammenfassung

Im Rahmen der Untersuchungen konnten Kenngrößen der Ablation mittels ultrakurzer Laserpulse bei den Materialien Edelstahl, Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall und teilweise von monokristallinem Silizium bestimmt werden. Die Ablationsschwellen und die Inkubationsfaktoren von Edelstahl und Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall für die Wellenlängen von 1030 nm und 515 nm konnten als unabhängig von der Pulsdauer im Pulsdauerbereich von 200 fs bis 10,2 ps ermittelt werden. Die Werte der Ablationsschwellen der Einzelpulse und der Inkubationsfaktoren sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Die Werte der Ablationsschwellen stimmen dabei gut mit den theoretisch berechneten Werten überein. Ebenfalls ist der Inkubationsfaktor von Silizium bei der Wellenlänge von 1030 nm bestimmt wurden und ist in Tabelle 1 zu finden.

Tabelle 1: Ermittelte Kenngrößen der Materialien.

Kenngröße	Edelstahl	Wolframcarbid-Kobalt-Hartmetall	Silizium
Ablationsschwelle Einzelpuls 1030 nm	0,24 J/cm ²	0,4 J/cm ²	-
Ablationsschwelle Einzelpuls 515 nm	0,14 J/cm ²	0,26 J/cm ²	-
Inkubationsfaktor 1030 nm	0,81	0,9	0,68
Inkubationsfaktor 515 nm	0,8	0,77	-

Die Ablationsschwelle von Silizium ist im untersuchten Pulsdauerbereich keine konstante Größe bei den verschiedenen Pulsdauern, sie erhöht sich bei der Verwendung von längeren Laserpulsen. Bei der Bestimmung der Eindringtiefe der Energie wurde sowohl bei Edelstahl als auch bei Wolframcarbid bei 1030 nm sowie bei 515 nm eine Reduzierung dieser bei der Verwendung von längeren Laserpulsen im untersuchten Pulsdauerbereich ermittelt. Die höhere Eindringtiefe der Energie bei kürzeren Laserpulsen wirkt sich positiv auf den Ablationsprozess auf. Das bedeutet, dass bei gleicher eingesetzter Energie kürzere Laserpulse mehr Material ablatieren, was gleichbedeutend mit einer höheren Prozesseffizienz ist. Die Ermittlung der Eindringtiefe der Energie bei Silizium war nicht möglich, da hierfür eine Anpassung der verwendeten Berechnungsformel auf nichtlineare Absorption erfolgen muss.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich bei der Sächsischen Aufbaubank für die Förderung des InnoTeam-Projektes Nr. 100360636, in dessen Rahmen die vorgestellten Ergebnisse erzielt worden.

Literaturverzeichnis

- [1] J.M. Liu, Optics Letters, Vol. 7. No. 5, May 1982
- [2] B. Neuenschwander, et. al., Physics Procedia 56 (2014), 1047-1058
- [3] M. Pfeiffer, et. al., Physics Procedia 12 (2011), 60-66
- [4] J. Byskov-Nielsen, et. al., Appl Phys A (2010), 101: 97-101
- [5] T. Häfner, et. al., J. Laser Appl., Vol. 28, No.2, May 2016
- [6] R. Le Harzic, et. al., Applied Surface Science 249 (2005), 322-331
- [7] J. Cheng, et. al., Appl Phys A (2009), 95:739-746
- [8] S.-S. Wellershoff, et. al., Appl Phys A (1999), 69:99-107
- [9] Y. Jee, et. al., J. Opt. Soc. Am. B, Vol. 5, No.3, March 1988
- [10] G. Raciukaitis, et. al., Journal of Laser Micro/Nanoengineering Vol. 4, No. 3, 2009
- [11] D. Giguere, et. al., J. Opt. Soc. Am. A, Vol. 24, No. 6, June 2007



UNTERSUCHUNG VON LASERPULSABLATIERTEN TANTAL ALS HAFTVERMITTLER FÜR DEN EINSATZ VON SUPERHARTEN KOHLENSTOFFSCHICHTEN AUF BIOMEDIZINISCHEM IMPLANTATMATERIAL

Johannes Maus¹, Simon Rupp¹, Patrick Matthes², Hagen Grüttner¹, René Bertram¹, Steffen Weißmantel¹

¹Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, 09648 Mittweida

²Fraunhofer-Institut für Elektronische Nanosysteme ENAS, Technologie-Campus 3, 09126 Chemnitz

Das Ziel der Untersuchungen war es, eine Verbesserung der Schichthaftung von superharten Kohlenstoffschichten auf einem geschmiedeten CoCrMo-Substrat bei Verwendung von Tantal (Ta) als Haftschriftvermittler zu erreichen. Die CoCrMo-Legierung wird bevorzugt als Implantatmaterial beispielsweise für die Herstellung des Implantatschaftes und der artikulierenden Bereiche von Hüft-Endoprothesen (HTEP) eingesetzt. Hierfür wurde ein KrF-Excimerlaser mit einer Wellenlänge von $\lambda = 248$ nm zur Erzeugung des schichtbildenden Teilchenstromes durch Ablation von verschiedenen Festkörpertargets verwendet. Vor der Herstellung von verschleißmindernden Funktionsschichten wurde die Ta-Phase in Abhängigkeit von der Laserpulsfluenz, der Substrattemperatur und der Ta-Schichtdicke mittels XRD analysiert. Die Ta-Schichten und deren Materialphase wurden hinsichtlich einer guten Schichthaftung, einer minimalen Oberflächenrauheit sowie einer minimalen Oberflächenbedeckung mit Partikulaten optimiert. Die Untersuchungsergebnisse wurden mit denen mittels DC-Magnetronspütern abgeschiedenen Ta-Schichten verglichen.

1. Einleitung

Superharte diamantähnliche Kohlenstoffschichten (DLC) sollen die Einsatzdauer von künstlichen Gelenken wie Hüft-Endoprothesen (HTEP), von gegenwärtig max. 15 Jahren, bedeutend erhöhen. Werden DLC-Schichten auf HTEP-Implantate appliziert, können diese aufgrund ihrer hervorragenden Verschleißschutzseigenschaften einer theoretischen in vivo-Belastung für ca. 1000 Jahre standhalten [1]. In der Praxis versagten DLC-beschichtete Implantate jedoch teilweise schon nach einigen Jahren. Ursache dafür war eine Spaltöffnung zwischen der DLC-Schicht und dem Implantatmaterial CoCrMo, die an Explantaten nachweislich festgestellt wurde [1]. Weitere Untersuchungen zeigten, dass sich an der Grenzfläche zwischen Schicht und Substrat eine nur wenige atomlagendicke Reaktionsschicht bildete, die nicht korrosionsbeständig war. Der genaue Vorgang einer solchen Spaltkorrosion wurde von Falub et al. [2] beschrieben. Angriffspunkte für Korrosionsmedien sind nicht bedeckte Schichtbereiche, sog. Pinholes innerhalb der Schicht. Beim Einsatz in einer korrosiven Umgebung ist daher zu beachten, dass sowohl das verwendete Haftschriftmaterial, als auch die sich bildenden Carbide korrosionsbeständig sind.

Bentzon et al. beschrieben in [3], dass die chemischen Elemente der IV (Ti, Zr, Hf), V (V, Nb, Ta) und VI Nebengruppe (Cr, Mo, W) des Periodensystems Carbide mit hohem Schmelzpunkt bilden. Dies ist ein Indiz für eine hohe Bindungsenergie, weshalb gerade für diese Refraktärmetalle in Kombination mit DLC-Schichten eine gute Haftung zu erwarten ist. Daher wurde explizit Ta aufgrund seiner guten Biokompatibilität und seines hohen Schmelzpunktes von 2996 °C auf seine Eignung als Haftschriftmaterial für CoCrMo mittels Laserpulsabscheidung untersucht. Als Bulk-Material hat Ta eine kubisch raumzentrierte Kristallstruktur mit den Gitterparametern $a = b = c = 0,330$ nm [4]. In dieser sogenannten α -Phase ist Ta gut verformbar und weist Knoop-Härten von 200 - 400 KHN auf [5].

Als unedles Metall reagiert Ta bei hohen Temperaturen mit einer Vielzahl von Nichtmetallen. Bei Raumtemperatur ist es hingegen mit Tantal (V)-oxid passiviert. Laut Schultrich [20] können gelöste Elemente, wie Sauerstoff, Stickstoff, Wasserstoff und Kohlenstoff, schon in geringen Konzentrationen die mechanischen Eigenschaften von Ta beeinflussen. Als Legierungselement in Verbindung mit Wolfram (2,5 Gew. % bis 10 Gew. %) ist es bis zu 1,4-mal fester als reines Ta. Bei der Schichtabscheidung von Ta mittels Magnetronspütern, CVD oder elektrochemischer Abscheidung wurde Ta auch in einer weiteren Form, der sogenannten β -Phase, beobachtet. Diese metastabile Phase weist eine tetragonale Gitterstruktur mit den Längen einer Elementarzelle von $a = b = 1,0194$ nm und $c = 0,531$ nm auf [5]. Die β -Ta-Phase hat eine deutlich höhere Knoop-Härte von 1000-1300 KHN und ist im Gegensatz zur α -Ta-Phase spröde. Aufgrund dieser Sprödigkeit und einer damit einhergehenden, früheren Rissbildung unter mechanischer Belastung wird laut [6] die α -Phase für den Einsatz als Haftschrift für Stahl empfohlen. Ob bei der Abscheidung von Ta-Schichten die α -, die β -Phase oder eine Mischphase entsteht, hängt entscheidend von den Abscheidungsbedingungen ab. Einflussgrößen, die zu nennen wären, sind Substrattemperatur T_{Sub} [6, 7, 8], Ta-Schichtdicke d_{Ta} [8], verwendetes Substratmaterial [9] (Nb), [7] (Al), [10] (Cr) oder [11] (Ti), sowie der Sauerstoffgehalt [12] während der Schichtabscheidung. Ein Schichtsystem bestehend aus Ta-Haftschrift mit einer DLC Verschleißschicht auf CoCrMo wurde bisher von Thorwarth et al. [13] und Shiri [14] untersucht. Insbesondere Thorwarth et al. [13] berichtete von einer guten Haftung von magnetrongesputterten α -Ta-Schichten für $d_{\text{Ta}} = 90$ nm und mittels PACVD abgeschiedenen DLC-Schichten auf CoCrMo. Die Haftung von α - und β -Ta in Rockwell-Eindringtests und in vitro in einem Verschleiß-Simulator getestet. Dabei zeigten sich deutlich bessere Haftungseigenschaften der α -Ta-Phase.

2. Experimenteller Aufbau

Die Ta-Schichten und kombinierten Schichtsysteme mit superhartem Kohlenstoff (wasserstofffreier amorpher (a-C) und tetraedisch wasserstofffreier amorpher Kohlenstoff (ta-C) nach Richtlinie VDI 2840 wurden mittels Laserpulsabscheidung unter Hochvakuum bei einem Druck von 10^{-4} -Pa bei Substrattemperaturen von Raumtemperatur bis 300°C hergestellt. Die Ablation der Metall und Kohlenstoff-Targets erfolgte unter Verwendung des KrF-Excimerlasers LEAP ($\lambda = 248$ nm, Pulsdauer 25 ns, max. Pulsenergie 800 mJ) der Firma Coherent GmbH bei einer Repetitionsrate von 50 Hz. Durch die Variation des Laserstrahlquerschnittes A auf dem Target zwischen $1,9$ mm² und 8 mm² kann die Laserpulsfluenz H im Bereich von $2,6$ J/cm² bis 14 J/cm² eingestellt werden. Für die Abscheidung von verschiedenen Materialien ist ein 10-facher Targetwechsler in den Rezipienten integriert. Um einen homogenen Targetabtrag zu erreichen, wird das Target bei stationärem Laserstrahl spiralförmig mit konstanter Vektorgeschwindigkeit bewegt. Der Einfallswinkel des Laserstrahles auf das Target beträgt 45° und die Target-Substrat-Distanz 100 mm. Um eine homogene Schichtdicke über einen großen Substratbereich zu erreichen, erfolgt eine spiralförmige Relativbewegung des Substrats zum stationären Laserstrahlquerschnitt auf dem Target. Die Schichten werden primär auf CoCrMo-Substraten (DIN ISO 5832-12) und für ausgesuchte Untersuchungen auf Si-(100)-Substraten abgeschieden. Für die Untersuchung der Schichteigenschaften wurden folgende Methoden verwendet: Eindringhärte (H_{IT}) mittels Berkovich-Indenter (DIN ISO 14577-4), Röntgenbeugung (XRD) mit Cu-Drehanode und Parallelstrahloptik mittels SmartLab Diffraktometer von Rigaku, quadr. gemittelte Oberflächenrauheit S_q mittels Laserscanning-Mikroskop (LSCM) und Mittenrauwert R_a mittels Oberflächenprofilometer Dektak 3030. Des Weiteren wurde die Haftfestigkeit der Schichtsysteme mittels Ritztest (DIN ISO EN 20502, $R_{ind} = 50$ μm) bis zu einer Normalkraft von $F_N = 4$ N bzw. 6 N bei einer Lastrate von 5 N/min und einer Ritzgeschwindigkeit von $0,5$ mm / min geprüft.

3. Ergebnisse und Diskussion

In den ersten Versuchsreihen wurde der Einfluss der Laserpulsfluenz ($H = 5 - 14$ J/cm²) und der Schichtdicke ($d = 50$ nm, $d = 750$ nm) auf die Ta-Phase der laserpulsablatierten Schichten mittels XRD untersucht (vgl. Bild 1). Das Diffraktogramm der Ta-Schicht ($H = 5$ J/cm² und $d = 50$ nm) wies eine röntgenamorphe Struktur auf, dass gut mit den Ergebnissen für magnetrongesputterte Ta-Schichten ($d = 50$ nm) von Narayan et al. [15] übereinstimmt. Dagegen führt eine Erhöhung der Laserpulsfluenz auf $H = 8$ J/cm² bzw. $H = 14$ J/cm² zu einem kristallinen Schichtwachstum in der β -Ta-Phase. Bei dickeren Ta-Schichten ($d = 750$ nm) ergaben sich zusätzliche Peaks im Diffraktogramm, die der α -Ta-Phase zuzuordnen sind. Diese Tendenz der zunehmenden Ausbildung der α -Phase mit steigender Ta-Schichtdicke wurde von Myers et al. [8] auch für gesputterte

Ta-Schichten nachgewiesen. Der (110)- α -Ta-Peak ist bei einer Laserpulsfluenz von $H = 14$ J/cm² stärker ausgeprägt, als bei $H = 8$ J/cm². Diese Beobachtung ist vermutlich auf eine mit der Laserpulsfluenz ansteigende mittlere Teilchenenergie der schichtbildenden Atome zurückzuführen. In einer weiteren Versuchsreihe (vgl. Bild 2) wurde der Einfluss der Substrattemperatur auf die Ta-Phase untersucht. Dazu wurden vier Proben mit einer Schichtdicke von $d = 500$ nm und einer Laserpulsfluenz von $H = 8$ J/cm² bei T_{Sub} zwischen 22°C (T_{RT}) und 300°C abgeschieden.

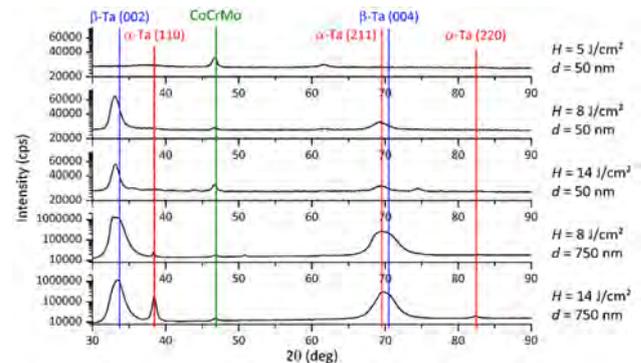


Bild 1: XRD-Messungen von laserpulsablatierten Ta-Schichten in Abhängigkeit von der Laserpulsfluenz und der Ta-Schichtdicke, abgeschieden bei Raumtemperatur auf CoCrMo-Substraten.

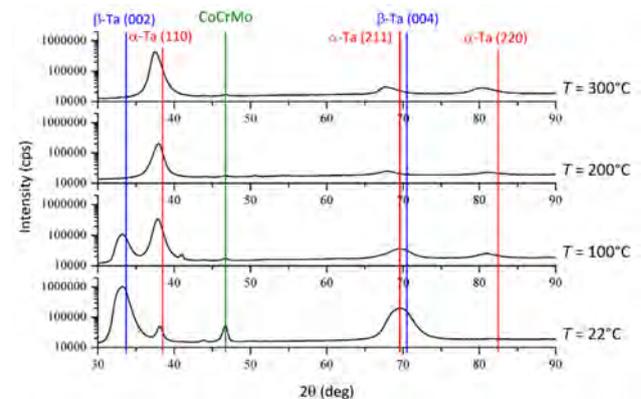


Bild 2: XRD-Messungen von laserpulsablatierten Ta-Schichten ($d_{Ta} = 500$ nm, $H = 8$ J/cm²) in Abhängigkeit von der Substrattemperatur auf CoCrMo-Substraten.

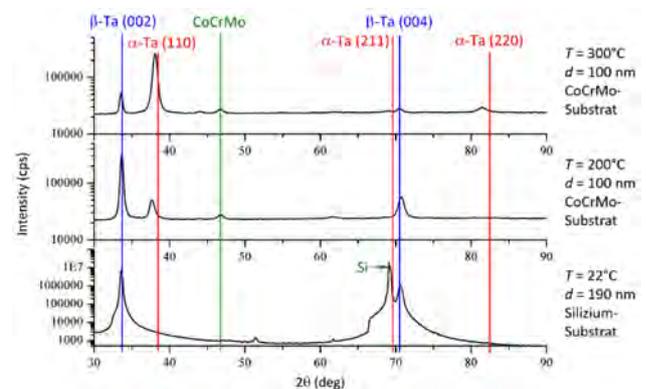


Bild 3: XRD-Messungen von gesputterten Ta-Schichten in Abhängigkeit von der Substrattemperatur auf CoCrMo-Substraten und für $T_{Sub} = 22^{\circ}\text{C}$ auf Si-(100).

Die XRD-Messungen bestätigen die Literatur vgl. [13, 14], dass bei Raumtemperatur die β -Ta-Phase entsteht und mit steigender Temperatur ein Übergang zur α -Ta-Phase stattfindet. Dieser Trend deckt sich auch gut mit den Ergebnissen der magnetrongesputterten Ta-Schichten (vgl. Bild 3). Bei PLD-Schichten ist die benötigte Substrattemperatur zum Erreichen einer reinen α -Phase mit $T_{\text{Sub}} = 200\text{ °C}$ jedoch niedriger, als bei gesputterten Schichten ($T_{\text{Sub}} = 400\text{ °C}$) [6]. Die gemessenen Intensitätsmaxima der β -Ta-Phase (PLD) liegen allerdings bei kleineren 2θ -Winkeln als die theoretische Peaklage laut Datenbank. Diese Verschiebung entspricht einem etwas größeren Netzebenenabstand d_{hkl} vermutlich als Resultat vorhandener Schichtspannungen [16]. In den laserpulsablatierten Ta-Schichten wurden kompressive Schichteigenspannungen von bis zu -3 GPa , die ohne Substratheizung abgeschieden worden, detektiert. Es ist davon auszugehen, dass diese zu einer Stauchung des Atomgitters innerhalb der Schichtebene führen, was weiterhin eine Streckung des Atomgitters in Richtung der Oberflächennormalen zur Folge hat und letztlich anhand von XRD detektiert wird. Eine Korrelation zwischen der Schichteindringhärte (vgl. Bild 4) und den verschiedenen Ta-Phasen konnte entgegen der Literatur jedoch nicht festgestellt werden.

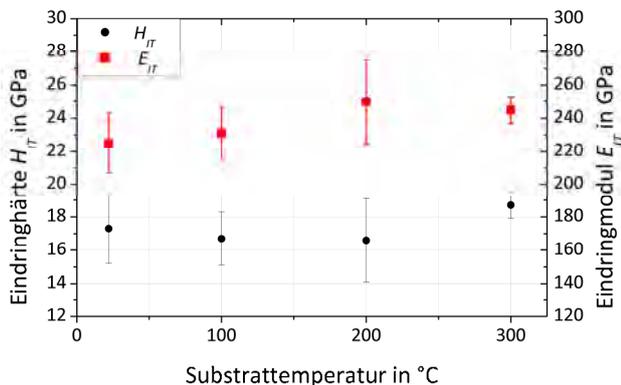


Bild 4: Eindhärte und Eindringmodul von laserpulsablatierten Ta ($d_{\text{Ta}} = 500\text{ nm}$, $H = 8\text{ J/cm}^2$) in Abhängigkeit von der Substrattemperatur, gemessen bei einer Prüfkraft von $2,5\text{ mN}$ auf CoCrMo.

Die ermittelten Werte für die Schichteindringhärte von laserpulsablatierten Ta-Schichten ($16,6\text{ GPa}$ bis $18,7\text{ GPa}$) und der Eindringmoduln (225 GPa bis 250 GPa) in Bild 4 entsprechen denen von Myers et al. [8] für die β -Ta-Phase. Bei magnetrongesputterten Ta-Schichten [8] ergab sich hingegen für β -Ta eine um den Faktor von $1,5$ bis 2 größere Schichteindringhärte als für die α -Ta. Nach den grundlegenden Untersuchungen der Mikrostruktur, wurden Schichtsysteme mit folgendem Schichtaufbau hergestellt: CoCrMo / Ta (d_{Ta}) / DLC ($2\text{ }\mu\text{m}$) mit $d_{\text{Ta}} = 10\text{ nm}$ bis $d_{\text{Ta}} = 200\text{ nm}$, einer konst. Laserpulsfluenz von 8 J/cm^2 (Ta-PLD) sowie in einer zweiten Versuchsreihe CoCrMo / Ta (T_{Sub}) / a-C ($2\text{ }\mu\text{m}$) mit $T_{\text{Sub}} = T_{\text{RT}}$ bis $T_{\text{Sub}} = 300\text{ °C}$ mit $d_{\text{Ta}} = 100\text{ nm}$. Dabei wurden die Abhängigkeiten Oberflächenrauheit, Schichtdefektanzahl, Haftfestigkeit bei Variation von d_{Ta} und bei

Variation der T_{Sub} von Ta-PLD untersucht. Die Versuchsreihen unterscheiden sich zusätzlich in der Laserpulsfluenz für die Abscheidung der DLC-Deckschicht: $H = 3,6\text{ J/cm}^2$ für a-C sowie $H = 12,5\text{ J/cm}^2$ für ta-C, um die Eindhärte der Deckschicht einzustellen. Bei Verwendung einer Deckschicht aus a-C ($H_{\text{IT}} = 29 \pm 2\text{ GPa}$) waren mittels Oberflächenprofilometer und LSCM eine Erhöhung der Oberflächenrauheit mit steigender Dicke der Ta-Haftschrift zu beobachten. Diese Tendenz konnte bei ta-C-Schichten ($H_{\text{IT}} = 74 \pm 7\text{ GPa}$) jedoch nicht festgestellt werden. Generell betragen die ermittelten Oberflächenrauhigkeiten der Schichtsysteme mit a-C und ta-C als Deckschicht ($d \approx 2\text{ }\mu\text{m}$) bei Haftschriftstärken mit $d < 100\text{ nm}$ stets weniger als $R_a = 30\text{ nm}$ bzw. $S_q = 50\text{ nm}$. Ein Einfluss der T_{Sub} für die Ta-Abscheidung auf die Oberflächenrauheit der Schichtsysteme wurde nicht beobachtet (vgl. Tabelle 1). Das aus der Schichtdefektfläche A_{Def} und der untersuchten Schichtoberfläche ($A_{\text{Ges}} = 950 \times 950\text{ }\mu\text{m}^2$) ermittelte Schichtdefekt-Flächenverhältnis $V_{\text{SDF}} = A_{\text{Def}} / A_{\text{Ges}}$ war bei vergleichbarer Ta-Schichtdicke z.B. für $d_{\text{Ta}} = 200\text{ nm}$ im Schichtsystem mit a-C ($V_{\text{SDF}} = 0,43\text{ \%}$) deutlich höher, als im Schichtsystem mit ta-C ($V_{\text{SDF}} = 0,06\text{ \%}$). Der größte Schichtdefekt-Anteil der untersuchten Schichtsysteme wird wahrscheinlich bei der Abscheidung der Ta-Schichten generiert, da bei der Laserpulsabscheidung von ta-C Schichten trotz einer erhöhten Laserpulsfluenz nicht wesentlich mehr Makropartikel als bei a-C Schichten vom Kohlenstoff-Target emittiert werden. Dabei werden insbesondere bei der Abscheidung von ta-C mehr Makropartikel aufgrund der höheren ta-C-Schichteigenspannungen aus der darunter befindlichen Ta-Haftschrift herausgelöst.

Tabelle 1: Oberflächenrauheit S_q und Schichtdefekt-Flächenverhältnis V_{SDF} des Schichtsystems CoCrMo / Ta (T_{Sub} , $d_{\text{Ta}} = 100\text{ nm}$) / a-C ($2\text{ }\mu\text{m}$) in Abhängigkeit von der Substrattemperatur.

T_{Sub}	T_{RT}	T_{100}	T_{200}	T_{300}
S_q in nm	44 ± 12	48 ± 9	46 ± 11	50 ± 7
V_{SDF} in %	0,22	0,18	0,26	0,21

Wird V_{SDF} in Abhängigkeit von T_{Sub} für Schichtsysteme mit a-C als Deckschicht betrachtet, korrelieren die Messwerte gut mit denen von S_q (vgl. Tabelle 1). Um einen direkten Vergleich mit dem Stand der Technik von gesputterten Ta-Schichten herzustellen, wurden ebenfalls Proben mit a-C als Deckschicht abgeschieden. Die Schichtsysteme mit gesputterten Ta wiesen generell eine Oberflächenrauheit von weniger als $S_q = 16 \pm 4\text{ nm}$ auf und waren damit deutlich glatter, als das Schichtsystem mit PLD-ablatiertem Ta ($S_q = 44 \pm 12\text{ nm}$). Für einen visuellen Eindruck sind die Schichtoberflächen von gesputterten und PLD-ablatierten Ta mit a-C Deckschicht für $T_{\text{Sub}} = 300\text{ °C}$ in Bild 5 gegenübergestellt. Anhand mittels LSCM aufgenommener Höhenprofile über eine definierte Schichtoberfläche konnte in PLD-ablatierten Schichten eindeutig Pinholes nachgewiesen werden,

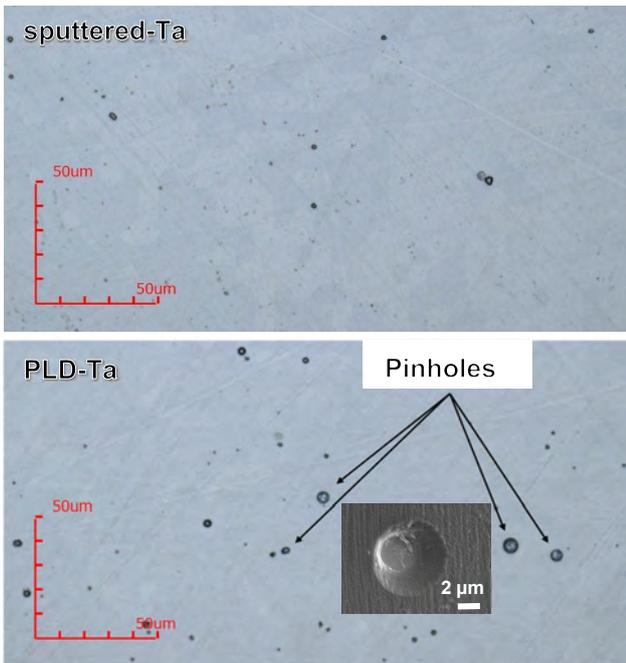


Bild 5: Vergleich der abgeschiedenen Schichtsysteme CoCrMo / Ta ($d_{Ta} = 100 \text{ nm}$, $T_{Sub} = 300^\circ\text{C}$) / a-C ($2 \mu\text{m}$) in Abhängigkeit vom Ta-Herstellungsverfahren: (a) gesputtertes Ta, (b) PLD-ablatiertes Ta.

deren Tiefe weniger oder exakt der Schichtdicke des ablatierten Schichtsystems entsprach. Im Gegensatz dazu wurden in keinem der Schichtsysteme mit gesputtertem Ta Pinholes entdeckt (vgl. Bild 5). Für eine qualitative Prüfung der gesamten Probenoberfläche auf Pinholes, müsste z.B. eine Messung des Korrosionswiderstandes [17] in einer Lösung gegen eine Ag/Ag-Cl-Referenz-Elektrode durchgeführt werden. Für die Ermittlung der Schichtdefekte wurde eine Betrachtung neben Pinholes auch für eine in typischerweise in Sputter- und PLD-Schichten enthaltenen Makropartikel mittels LSCM durchgeführt. In Bild 6 sind die Messergebnisse der Schichtdefekte der untersuchten Schichtsysteme mit gesputterter sowie

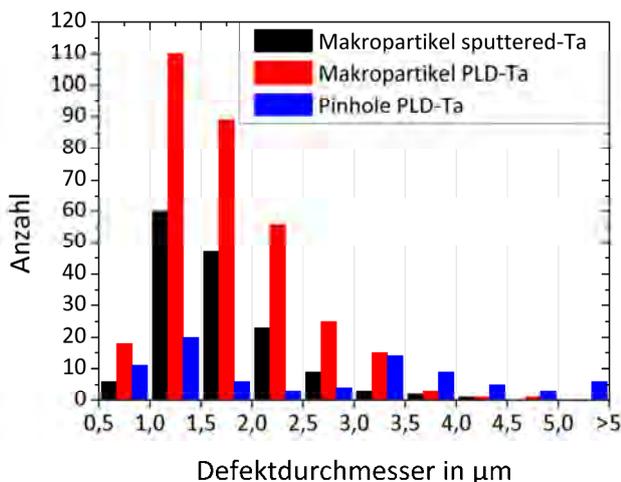


Bild 6: Schichtdefektanzahl in Abhängigkeit von den Defektdurchmessern von PLD-ablatierten und gesputterten Ta für das Schichtsystem: CoCrMo / Ta ($d_{Ta} = 100 \text{ nm}$, $T_{Sub} = 300^\circ\text{C}$) / a-C ($2 \mu\text{m}$) auf einer Messfläche von $950 \mu\text{m} \times 950 \mu\text{m}$.

PLD-ablatierter Ta-Haftschrift bei $T_{Sub} = 300^\circ\text{C}$ mit a-C-Deckschicht gezeigt. Generell ist festzustellen, dass in dem Schichtsystem mit gesputterter Ta-Schicht deutlich weniger Makropartikel enthalten sind, als in vergleichbaren PLD-ablatierten Ta-Schichten. Das Schichtdefekt-Flächenverhältnis betrug hierbei 0,04% (gesputtert) bzw. 0,21% (PLD-ablatiert). Ob die Anzahl der identifizierten Makropartikel, deren Durchmesser hauptsächlich bei $1 \mu\text{m}$ bis $2 \mu\text{m}$ und allgemein weniger 100 nm bis teilweise bis zu $5 \mu\text{m}$ liegen, für eine Anwendung auf HTEP-Implantaten störend wirkt, müssen nachfolgende Untersuchungen noch zeigen. Die größte Anzahl der kategorisierten Pinhole-Durchmesser konnte bei einem Defektdurchmesser von $1 \mu\text{m}$, dem Maximum der Makropartikel für PLD-Ta, identifiziert werden.

Nachfolgend werden die Ergebnisse der Haftfestigkeitsuntersuchungen mittels Ritztest vorgestellt. Bei einem Schichtsystem mit a-C und damit einer geringeren Schichthärte der Deckschicht, ist mit steigender Ta-Schichtdicke eine schlechtere Schichthaftung von a-C auf CoCrMo festzustellen (vgl. Bild 7). Ab einer Haftschriftdicke von $d = 100 \text{ nm}$ versagten die Schichtsysteme adhäsiv (L_{C3}) an den Ritzspurrändern. Diese Beobachtung verstärkt sich mit zunehmender Ta-Haftschriftdicke bis $d = 200 \text{ nm}$ und einer Tendenz zu immer kleineren F_N , womit sich ebenfalls die Delaminationsbereiche vergrößern. Die nachlassende Haftwirkung von Ta könnte durch steigende kompressive Eigenspannungen innerhalb der Ta-Haftschrift erklärt werden [18]. Ta-Schichten mit Dicken von weniger als 100 nm im Schichtsystem a-C versagten tendenziell kohäsiv. Dabei kam es bei $F_N = 1 \text{ N}$ schon zur Ausbildung von Zugrissen (L_{C1}).

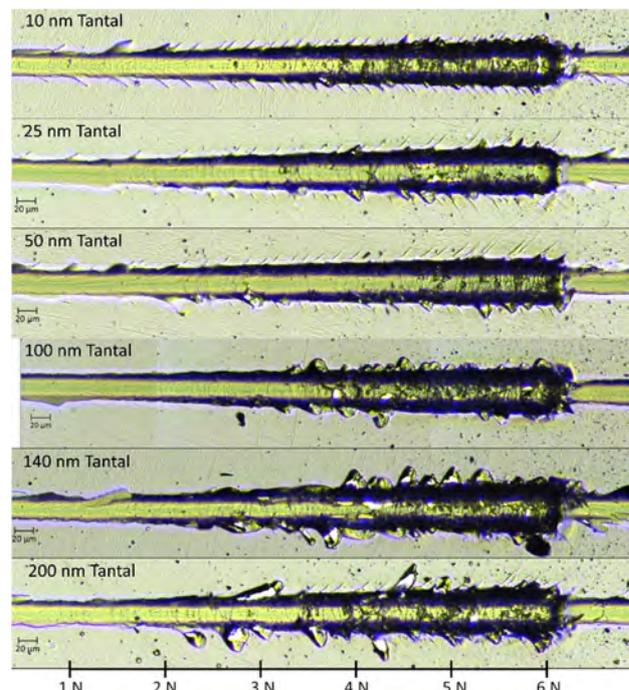


Bild 7: Haftfestigkeit mittels Scratchtest ($R_{ind} = 50 \mu\text{m}$) in Abhängigkeit von der Dicke der Ta-Schichtdicke des Schichtsystems CoCrMo / Ta (d_{Ta}) / a-C ($2 \mu\text{m}$).

Bei den Schichtsystemen mit ta-C in Bild 8 konnte hingegen keine direkte Abhängigkeit der Haftfestigkeit von der Ta-Schichtdicke festgestellt werden. Ein kohäsives Versagen (L_{C3}) der betrachteten Schichtsysteme wurde zwischen $F_N = 3,5$ N und $F_N = 4$ N beobachtet. Dagegen kam es bei höheren Normallasten zusätzlich zu einem adhäsiven Versagen bei den Haftschichtdicken $d_{Ta} = 50$ nm und $d_{Ta} = 100$ nm. Charakteristische Merkmale wie Rissbildungen innerhalb der Indenter-Ritzspur wurden im Gegensatz zu Schichtsystemen mit a-C nicht detektiert. Eine Erklärung dafür könnten die hohen Schichteigenschaften der ta-C Deckschicht sein, die einer einsetzenden Rissbildung innerhalb des Gesamtschichtsystems entgegenwirken [22]. Um eine gute Haftung von a-C bzw. ta-C-Schichten auf CoCr-Substraten bei T_{RT} zu garantieren, ist für hochglanzpolierte Substrate eine Ta-Dicke von $d_{Ta} = 50$ nm, bzw. für rauere Substratoberflächen eine Dicke von $d_{Ta} = 100$ nm der sich ausbildenden β -Ta-Phase zu empfehlen.



Bild 8: Haftfestigkeit mittels Scratchtest ($R_{ind} = 50$ µm) in Abhängigkeit von der Ta-Haftschichtdicke des Schichtsystems CoCrMo / Ta (d_{Ta}) / ta-C (2 µm).

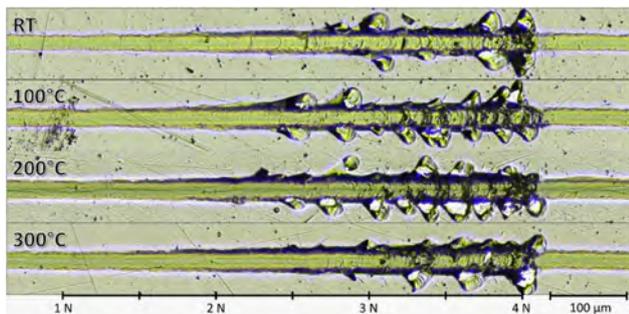


Bild 9: Haftfestigkeit mittels Scratchtest ($R_{ind} = 50$ µm) in Abhängigkeit von der Substrattemperatur für die Ta-Abscheidung bzw. der erzeugten Ta-Phase des Schichtsystems CoCrMo / Ta ($d_{Ta} = 100$ nm, T_{Sub}) / a-C (2 µm).

Die Ergebnisse für die Haftfestigkeit (a-C) in Abhängigkeit von der T_{Sub} sind in Bild 9 dargestellt. Bei den Proben T_{100} und T_{200} war bereits bei $F_N = 2,5$ N ein adhäsives Versagen (L_{C3}) zu beobachten. Hingegen bei den Proben T_{RT} und T_{300} ergab sich dieses erst bei $F_N = 3$ N. Es scheint, dass eine reine α - bzw. β -Ta-Phase für die Haftfestigkeit von a-C auf CoCrMo geeigneter ist, als eine α - β -Mischphase. Vergleicht man die Ritzspuren der reinen Ta-Phasen, so konnte für α -Ta (T_{300}) gegenüber β -Ta (T_{RT}) eine Verbesserung der Haftungseigenschaften für superharte Kohlenstoffschichten auf CoCrMo, konform mit den Ergebnissen von Thorwarth [13], festgestellt werden.

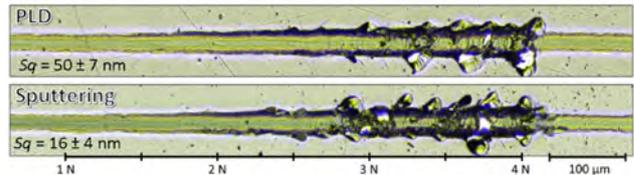


Bild 10: Vergleich der Haftfestigkeit mittels Scratchtest ($R_{ind} = 50$ µm) der Schichtsysteme CoCrMo / Ta ($d_{Ta} = 100$ nm, $T_{Sub} = 300$ °C) / a-C (2 µm) mit laserpulsablatierten ($H = 8$ J/cm²) und gesputterten Ta.

Im Vergleich mit dem Schichtsystem aus gesputterten Ta in Bild 10, dass bei $F_N = 2,8$ N bereits kohäsiv versagte, konnte ebenso eine Steigerung der Haftfestigkeit für laserpulsablatiertes α -Ta erzielt werden. Eine wahrscheinliche Erklärung ist die noch bestehende α - β -Mischphase bei $T_{Sub} = 300$ °C der gesputterten Ta-Schicht (vgl. Bild 3). Grundsätzlich sollte bei der Beschichtung von geheizten Substraten bzw. Hüftgelenkköpfen zur Erzeugung der α -Ta-Phase berücksichtigt werden, dass sich aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten α von CoCrMo ($\alpha_{CoCrMo} = 14$ µm / (m · K) [19]) und Ta ($\alpha_{Ta} = 6,4$ µm / (m · K) [20]) und DLC ($\alpha_{Diamant} \approx 1$ µm / (m · K) [20]) starke therm. induzierte Spannungen im Schichtsystem ausbilden können. Dadurch kann sich die Haftfestigkeit verschlechtern, womit das Delaminationsrisiko von DLC im Belastungsfall erhöht wird.

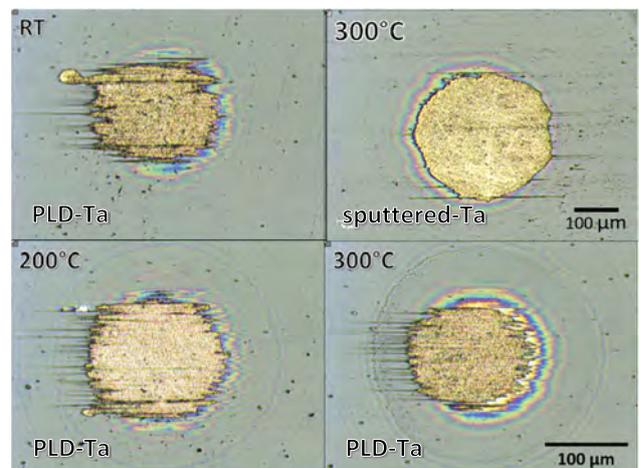


Bild 11: Kalottenschliffe der Schichtsysteme CoCrMo / Ta (100 nm, 8 J/cm²) / a-C (2,0 µm) bei verschiedenen T_{Sub} für laserpulsablatiertes und gesputtertes Ta.

Das Versagensbild der Kalottenschliffe der Schichtsysteme mit a-C als Deckschicht in Bild 11 ist konsistent zu den Ergebnissen mittels Ritztest. In den gezeigten Aufnahmen bei Variation von T_{Sub} ist der Übergang zwischen a-C und CoCrMo-Substrat sowie die freigelegte Substratoberfläche zu erkennen. Eine Erhöhung der Substrattemperatur, die konform mit der Phasenänderung von laserpulsablatierten β -Ta zu α -Ta ist, führt zu einer Verbesserung des Schliffbildes und vermeidet resultierende Delaminationen der a-C Schicht in Folge des stark abrasiv wirkenden Schleifprozesses. Vergleicht man die Kalottenschliffe der Schichtsysteme bzgl. des Herstellungsprozesses von Ta bei $T_{\text{Sub}} = 300 \text{ }^\circ\text{C}$, so ergab sich eine klar definierte (gesputtert) bzw. raue (PLD) Kalottenauslaufzone. Dieses Verhalten kann auf die bedeutend niedrigere Schichtdefektanzahl (vgl. Bild 6) und die um den Faktor drei geringere Oberflächenrauheit (S_a) der gesputterten Ta-Haftschiicht zurückgeführt werden.

4. Zusammenfassung

Es konnten mittels PLD-Verfahren bei geeigneten Prozessparametern haftfeste Schichtsysteme mit a-C und ta-C als Verschleißschicht auf CoCrMo-Substraten mit Ta als Haftvermittler erzeugt werden. XRD-Analysen indizierten für laserpulsablatierte Ta-Schichten, die bei Raumtemperatur abgeschieden wurden, eine reine β -Ta- bzw. für $T_{\text{Sub}} = 300 \text{ }^\circ\text{C}$ eine reine α -Ta-Phase. Dazwischen bildet sich eine Mischphase aus α - und β -Ta aus, die ungeeignet als Haftvermittler war. Dagegen zeigten die reinen Ta-Phasen nachweislich eine gute Haftfestigkeit für DLC- auf CoCrMo bei Prüfung mittels Ritztest. Bei Variation der Dicke für β -Ta-Haftschiichten wurde im Schichtsystem mit a-C und ta-C Schichten die beste Schichthaftung für 50 nm und 100 nm festgestellt. Dennoch wiesen laserpulsablatierte Schichtsysteme mit Ta-Haftvermittler Makropartikel und Pinholes auf, womit sich ein Schichtdefekt-Flächenverhältnis von 0,43 % (a-C) bzw. von 0,06 % (ta-C) ergab. Für eine Minimierung der Schichtdefektanzahl und zur Vermeidung einer Spaltkorrosion wird alternativ der Einsatz von gesputterten Ta-Schichten mit Substrattemperatur zur Erzeugung der α -Ta-Phase empfohlen.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Förderung durch die Europäische Union und den Freistaat Sachsen. Sie danken ebenso Prof. O. Hellweg vom Institut für Physik der TU Chemnitz für die Bereitstellung der Sputteranlage.



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Literaturverzeichnis

- [1] R. Hauert, K. Thorwarth, G. Thorwarth, *Surface and Coatings Technology*, 233, 119–130, 2013.
- [2] C. V. Falub, U. Müller, G. Thorwarth et. al., *Acta Materialia*, 59(11), 4678–4689, 2011.
- [3] M. D. Bentzon, K. Mogensen, J. Bindslev Hansen et al., *Surface and Coatings Technology*, 68-69, 651–655, 1994.
- [4] F. Ullmann, *Tantalum and Tantalum Compounds*, Band 35. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 7. Auflage, 2012, S.597.
- [5] S. L. Lee, M. Doxbeck, J. Mueller et al., *Surface and Coatings Technology*, 177-178, 44–51, 2004.
- [6] L. Gladczuk, A. Patel, C. S. Paur et. al., *Thin Solid Films*, 467(1-2), 150–157, 2004.
- [7] R. Hoogeveen, M. Moske, H. Geißler et al., *Thin Solid Films*, 275(1-2), 203–206, 1996.
- [8] S. Myers, J. Lin, R. M. Souza et al., *Surface and Coatings Technology*, 214, 38–45, 2013.
- [9] D. W. Face, D. E. Prober, *Journal of Vacuum Science & Technology A, Vacuum, Surfaces, and Films*, 5(6), 3408–3411, 1987.
- [10] L.A. Clevenger, L. A., A. Mutscheller, J. M. E. Harper et al., *Journal of Applied Physics*, 72(10), 4918–4924, 1992.
- [11] G.S. Chen, S. T. Chen, S. C. Huang, *Applied Surface Science*, 169-170, 353–357, 2001.
- [12] R. Knepper, B. Stevens, und S. P. Baker, *Journal of Applied Physics*, 100(12), 123508, 2006.
- [13] K. Thorwarth, HORWARTH, G. Thormwarth, R. Figi et al., *International journal of molecular sciences*, 15(6), 10527–10540, 2014.
- [14] S. Shiri, *Synthesis and characterization of tantalum and diamondlike carbon thin films on CoCrMo alloy sheets*. Dissertation, University of Saskatchewan, Saskatoon, 2018.
- [15] J. Narayan, V. Bhosle, A. Tiwari et al., *Journal of Vacuum Science & Technology A, Vacuum, Surfaces, and Films*, 24(5), 1948–1954, 2006.
- [16] L. Spiess, G. Teichert, R. Schwarzer et al., *Moderne Röntgenbeugung*. Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 2009, S.333
- [17] M. Yatsuzuka, J. Tateiwa, H. Uchida, *Vacuum*, 80(11-12), 1351–1355, 2006.
- [18] C.-C. Chen und F. Chau-Nan Hong, *Applied Surface Science*, 243(1-4), 296–303, 2005.
- [19] C. Ergun, R. H. Doremus, W. A. Lanford, *Acta Materialia*, 52(16), 4767–4772, 2004.
- [20] <https://www.plansee.com/de/werkstoffe/tantal.html> am 25.07.2019.
- [21] B. Schultrich, *Tetrahedrally Bonded Amorphous Carbon Films I, Basics, Structure and Preparation*. Springer-Verlag GmbH, Berlin, 2018, S.62
- [22] E. Beyer, *Vorlesungsskript Dünnschichttechnologie*, TU Dresden im Studiengang Werkstoffwissenschaft, 2017.

MODIFIZIERTE ALUMINIUMOXID-SCHICHTEN

Jeannette Grüning, Uwe Gieland, Peter Scheffler, Andreas Sedner, Silke Mücklich
Westfälische Hochschule Zwickau, Dr.-Friedrichs-Ring 2A, 08056 Zwickau

Nanostrukturierte Funktionsschichten erleben derzeit einen starken Trend mit immer vielfältiger werdenden Einsatzmöglichkeiten. Ihre Herstellung ist jedoch nach wie vor sehr aufwändig und teuer. Einfacher und kostengünstiger wäre es, poröse Aluminiumoxidschichten auf Aluminiumgrundkörpern als „Abdruckschablonen“ für nanostrukturierte Funktionsschichten zu nutzen. Hierfür ist es notwendig, die Porenstruktur des Aluminiumoxids gezielt so zu modifizieren, dass sie als Negativ für die Abformung feiner nadelartiger Strukturen genutzt werden kann. Dieser Beitrag zeigt, wie sich nanostrukturierte Antireflexionsschichten mit Hilfe modifizierter Aluminiumoxidschichten und der Methode der Nanoimprintlithographie herstellen lassen.

1. Einleitung

Die Natur liefert vielfach Vorlagen für die optimierte Gestaltung von Werkstoffen und Oberflächen. Ein gutes Beispiel für das Zusammenwirken von Material und Struktur ist die Hornhaut von Mottenaugen. Ihre Antireflexionseigenschaften entstehen durch die kontinuierliche Änderung des effektiven Brechungsindex von Luft und Material innerhalb von Schichtstrukturen und in Abhängigkeit von der Wellenlänge. Mit Hilfe der Nanotechnologie gelingt es, solche natürlichen Strukturen nachzuempfinden und damit potenziell technisch nutzbar zu machen.

Praktische Versuche zur Herstellung von nanostrukturierten Antireflexionsschichten gewinnen beispielsweise im Zuge der klimaschonenden Energieerzeugung mit Solarzellen an Bedeutung [1]. Hierzu werden Strukturgrößen unterhalb der Wellenlänge sichtbarer Strahlung in Kombination mit transparenten Materialien benötigt. Es konnte gezeigt werden (z. B. [2, 3]), dass nicht nur die Herstellung von Mottenaugenstrukturen, sondern auch von anderen Strukturen, deren Periode kleiner als die Wellenlänge des Lichts ist, mittels Nanoimprintlithographie (NIL) zu verwirklichen ist.

Durch elektrolytische anodische Oxidation (Anodisation) lässt sich auf Aluminiumoberflächen auf einfache Art und Weise eine Oxidschicht erzeugen. Mit geeigneten Prozessparametern (pH-Wert, Elektrolyt, Spannung, Temperatur) kann die Anodisierung zu hochgeordneten Schichten führen, die potenziell als „NIL-Schablonen“ einsetzbar sind.

In den letzten Jahren wurden zahlreiche Parameterstudien zur Erzeugung von Aluminiumoxidschichten mit hochgeordneter Porenstruktur durchgeführt. Zwischen dem sich ausbildenden Porendurchmesser und der Anodisierspannung wurde eine direkte Proportionalität nachgewiesen. Der Porenabstand wird von der Spannung, nicht aber von der Prozess-temperatur beeinflusst [4, 5]. Der Einfluss der Elektrolyttemperatur und von unterschiedlichen Elektrolytzusammensetzungen auf das Schichtwachstum wird in [6] und [7] dargestellt. In [8] wurde gezeigt, dass die Reinheit des verwendeten Aluminiumgrundwerkstoffs keinen wesentlichen Einfluss auf die Schichtausbildung hat.

2. Experimentelles

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, Porenabstände von ca. 150 nm und Porendurchmesser im Bereich von 50 nm bis 100 nm sowie Schichtdicken bis zu 500 nm zu erzeugen, um zum einen die problemlose Abformung der nanostrukturierten Funktionsschicht zu gewährleisten und diese zum anderen mit den Antireflexionseigenschaften auszustatten.

Um Einflüsse durch Legierungselemente soweit wie möglich auszuschließen, kam ein Grundwerkstoff technischer Reinheit zum Einsatz (EN AW-1050A H14/H24 bzw. EN AW-Al 99,5). Daraus wurden 0,5 mm dicke und 20 mm breite Aluminiumstreifen hergestellt und diese 100 mm tief in das Anodisierbad eingehängt, so dass auf den Streifen eine Gesamtfläche von 40 cm² anodisiert wurde. Nach Voruntersuchungen mit unterschiedlichen Elektrolyten (Phosphor-, Oxal-, Schwefel-, Zitronensäure) wurde für die weiteren Untersuchungen schließlich Phosphorsäure ausgewählt, da hiermit die hohen Anodisierspannungen realisierbar waren, die zur Erzeugung der gewünschten Porenabmessungen erforderlich sind (Tabelle 1). Während des Anodisierens wurde die Temperatur des Anodisierbads im Bereich von -0,5 °C bis +0,5 °C durch Kühlung stabilisiert. Nach der Anodisierung wurden die Proben in destilliertem Wasser gespült und getrocknet.

Elektrolyt	c [%]	U [V]	I [mA]
Zitronensäure C ₆ H ₈ O ₇	1...5	20...30	10...20
Schwefelsäure H ₂ SO ₄	1...5	20...30	10...50
Oxalsäure HOOC-COOH	1...5	50...70	10...70
Phosphorsäure H ₃ PO ₄	0,5...5	80...200	10...300

Tabelle 1: Versuchsreihen zur Auswahl des Elektrolyten und zur Bestimmung einer geeigneten Konzentration

Für die Abformung mittels NIL wiesen die Poren der so hergestellten Oxidschichten jedoch zu steile Flanken auf. Die Schichten wurden deshalb einem zusätzlichen Ätzprozess unterzogen, um auf diese Weise die Porenstruktur zur Schichtoberfläche hin zu öffnen (2%ige Chromsäure, 70 °C, 2 min).

Die Ermittlung der Porengeometrien erfolgte über die optische Vermessung mit einem Rasterelektronenmikroskop (JEOL JSM-840A) bei einer Spannung von 35 kV und mit unterschiedlichen Vergrößerungen von 200-fach bis 10.000-fach. Die Goldbeschichtung zur Probenvorbereitung erfolgte unter Argon- und Sauerstoffatmosphäre für 2,5 min in einer Sputteranlage (Polaron 5100).

Die Struktur ausgewählter Aluminiumoxidschichten mit geeigneter Geometrie wurde mittels NIL auf dünne Polymerfolien (75 µm Polystyrol) übertragen.

3. Ergebnisse und Diskussion

Es zeigte sich, dass eine Erhöhung der Elektrolytkonzentration zu einer Verringerung der maximal möglichen Anodisierspannung und damit der maximal erzielbaren Porengröße (sowie Schichtdicke, Porenabstand und -durchmesser) führt. Vor diesem Hintergrund wurde die Elektrolytkonzentration bestimmt (0,5 %), bei der die Schichtdicke sowie Porenabstand und -durchmesser im gewünschten Bereich lagen. Die am Rasterelektronenmikroskop ermittelten Ergebnisse der Schicht- und Porencharakterisierung sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

U [V]	ds* [nm]	Øp* [nm]	dp* [nm]
190	≈ 1080	≈ 120	≈ 370
150	≈ 1000	≈ 100	≈ 330
110	≈ 530	≈ 75	≈ 200

Tabelle 2: Porenabmessungen bei unterschiedlichen Anodisierspannungen; Elektrolyt: 0,5%ige Phosphorsäure (H₃PO₄); * Mittelwerte aus 25 aufeinanderfolgenden Poren und drei Messungen pro Pore; U: Anodisierspannung, ds: Schichtdicke, Øp: Porendurchmesser, dp: Porenabstand

Während des Schichtwachstums erfahren die Poren eine geringfügige Aufweitung vom Porengrund in Richtung Oberfläche. Dies ist hauptsächlich auf die feldunterstützte Auflösung des Oxids zurückzuführen (Polarisation bei hohen Feldstärken [3]), die auch zu einem proportionalen Zusammenhang zwischen Porengröße und Spannung beiträgt.

Die Abhängigkeit der Schichtdicke von der Anodisierzeit zeigt einen annähernd linearen Verlauf (Bild 1). Es ist daher von einem stabilen Prozess auszugehen, mit dem sich gezielt Schichtdicken einstellen lassen, die durch ein geeignetes Verhältnis von Porendurchmesser zu Tiefe die nachfolgende Abformung mittels NIL vereinfachen. Die für die Abformung einsetzbare maximale Schichtdicke liegt bei 500 nm, dickere Schichten ließen sich nur schlecht bzw. nicht abformen.

Die Poren des Aluminiumoxids waren homogen über die gesamte Probenfläche verteilt und auch homogen in der Geometrie (Bild 2). Durch den abschließenden Chromsäure-Ätzprozess konnte die Struktur der Poren gezielt beeinflusst werden, so dass diese im oberen Bereich weit geöffnet waren und nach unten hin einen geradlinigen Verlauf annahmen.

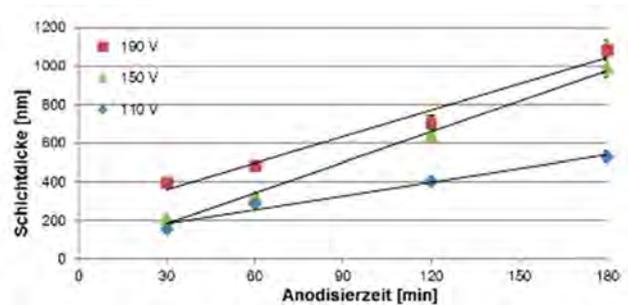


Bild 1: Abhängigkeit der Dicke der Aluminiumoxidschicht von der Anodisierzeit und -spannung

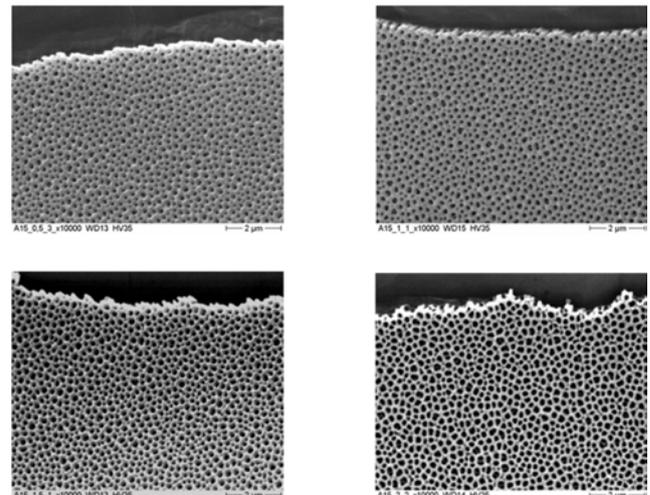


Bild 2: Aluminiumoxidschicht nach Chromsäureätzung mit unterschiedlichen Ätzeiten: 0,5 min (oben links), 1 min (oben rechts), 1,5 min (unten links), 2 min (unten rechts)

Bild 3 zeigt beispielhaft die Porenstruktur einer Aluminiumoxidschicht sowie das Ergebnis der Übertragung dieser Struktur auf eine Polystyrolfolie mittels NIL. Es ergibt sich eine großflächig (bezogen auf die Größe der Probe) homogene Abformung. Die Kavitäten werden jedoch nicht exakt abgeformt, wofür Luft einschüsse im Porengrund verantwortlich sein könnten. Eine für die Herstellung von nanostrukturierten Antireflexionsschichten optimierte Aluminiumoxidschicht lässt sich via Anodisation von Aluminium mit folgenden Prozessparametern erzeugen: Anodisierspannung: 150 V, Temperatur des Anodisierbads: ca. 0 °C, Elektrolyt: 0,5%ige Phosphorsäure, Anodisierzeit: 3 Stunden, anschließend Chromsäure-Ätzprozess zur Aufweitung der Poren (s. o.).

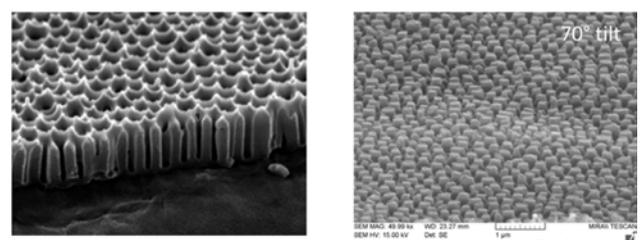


Bild 3: Porenstruktur einer Aluminiumoxidschicht in der Seitenansicht (links) und Ergebnis der Abformung auf eine Polystyrolfolie mittels Nanoimprintlithographie (rechts)

4. Zusammenfassung

Es konnte gezeigt werden, dass anodisch oxidiertes Aluminium als Formwerkzeug für nanostrukturierte Antireflexionsschichten geeignet ist. Durch eine Variation der Prozessparameter im Vergleich zum herkömmlichen Normalverfahren kann die Schichtstruktur bezüglich Porengröße und -abstand auf die Erfordernisse angepasst werden. Mit Hilfe der Nanoimprintlithographie kann die Porenstruktur des Aluminiumoxids auf eine Polymerfolie übertragen werden. Ein Ziel weiterer Untersuchungen ist es, die Größe der erzeugten Schichtfläche zu steigern.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich beim Sächsischen Ministerium für Wissenschaft und Kunst für die finanzielle Unterstützung des Projektes „Anodisch oxidiertes Aluminium als Formwerkzeug für nanostrukturierte Antireflexionsschichten–axALFAR“ unter dem Förderkennzeichen 4-7531.50/1146/4.

Literaturverzeichnis

- [1] P. B. Clapham, M. C. Hutley: "Reduction of Lens Reflexion by the Moth Eye Principle". *Nature* 244, 1973
- [2] H. Hauser, B. Michl, V. Kübler, S. Schwarzkopf, C. Müller, M. Hermle, B. Bläsi: "Nanoimprint Lithography for Honeycomb Texturing of Multicrystalline Silicon". *Energy Procedia* 8, 2011
- [3] H. Masuda, K. Yada, A. Osaka: "Self-Ordering of Cell Configuration of Anodic Porous Alumina with Large-Size Pores in Phosphoric Acid Solution". *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1998, Vol. 37, Pt. 2 (11), 1340–1342
- [4] Bai, A.; Hub, C.-C.; Yang, Y.-F.; Lin, C.-C.: Pore diameter control of anodic aluminum oxide with ordered array of nanopores. *Electrochimica Acta* 53 (2008), 2258
- [5] Stępniewski, W.J.; Bojar, Z.: Synthesis of anodic aluminum oxide (AAO) at relatively high temperatures. Study of the influence of anodization conditions on the alumina structural features. *Surface & Coatings Technology* 206 (2011), 265
- [6] Baron-Wiechec, A.; Burkea, M.G.; Hashimotoa, T.; Liua, H.; Skeldona, P.; Thompsona, G.E.; Habazakib, H.; Ganemc, J.-J.; Vickridg, I.C.: Tracer study of pore initiation in anodic alumina formed in phosphoric acid. *Electrochimica Acta* 113 (2013), 302
- [7] Kao, T.-T.; Chang, Y.-C.: Influence of anodization parameters on the volume expansion of anodic aluminum oxide formed in mixed solution of phosphoric and oxalic acids. *Applied Surface Science* 288 (2014), 654
- [8] Michalska-Domaska, M.; Noreka, M.; Stępniewski, W.J.; Budnerb, B.: Fabrication of high quality anodic aluminum oxide (AAO) on low purity aluminum - A comparative study with the AAO produced on high purity aluminum. *Electrochimica Acta* 105 (2013), 424

SIMULATION DER OPTISCHEN ANTWORT AUFGRUND VON HÖHENÄNDERUNGEN VON ANGEREGTEN GOLDSCHICHTEN NACH BESTRAHLUNG MIT ULTRAKURZ GEPULSTER LASERSTRAHLUNG

Markus Olbrich, Theo Pflug, Philipp Lungwitz und Alexander Horn
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, 09648, Mittweida

Ein kombinierter Ansatz aus Modellierung der Thermo- und Hydrodynamik des Abtrages von dünnen Goldschichten ($d = 200$ nm, auf Glasssubstrat), induziert durch ultrakurz gepulste Pump-Laserstrahlung ($\tau_H = 40$ fs, $\lambda = 800$ nm), sowie der Modellierung der Strahlpropagation der Probe-Laserstrahlung ($\tau_H = 60$ fs, $\lambda_1 = 450$ nm, $\lambda_2 = 550$ nm, $\theta = 60^\circ$) durch das komplette optische System mit Hilfe von rigorosen Berechnungsmethoden wird zur Interpretation der mittels Pump-Probe-Messtechnik gemessenen zeitlich und räumlich aufgelösten Änderungen des Reflexionsgrades vorgestellt. Die simulierten relativen Änderungen des Reflexionsgrades werden mit den experimentellen Änderungen des Reflexionsgrades verglichen und diskutiert.

1 Einleitung

Das Verständnis der Wechselwirkung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit Materie ist zur Interpretation der Entstehungsmechanismen von Abtragsstrukturen in dünnen metallischen Schichten aufgrund der Bestrahlung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung essentiell. Eine Verbesserung der Strukturierung von Metallen mittels ultrakurz gepulster Laserstrahlung hinsichtlich einer Erhöhung der Formgenauigkeit oder der Bearbeitungsgeschwindigkeit und -effizienz kann durch die Kombination von empirischen experimentellen Untersuchungen [1–3], ultraschneller zeit- und orts aufgelöster Pump-Probe-Messtechnik [3–6], sowie Modellierung und Simulation der Wechselwirkung der Laserstrahlung mit dem Material [7–9] erfolgen. Die Auswertung der erhaltenen optischen Antwort des Materials nach der Anregung mittels ultrakurz gepulster Laserstrahlung stellt sich jedoch als komplex heraus, da die gemessene Antwort zum einen durch die Änderung der optischen Eigenschaften des Materials, und zum anderen, durch die Änderung der Topologie der Oberfläche bestimmt wird.

In dieser Arbeit wird daher die Wechselwirkung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit einer dünnen Goldschicht untersucht und die mittels ultraschneller zeit- und orts aufgelöster Pump-Probe-Messtechnik gemessene optische Antwort mit Hilfe von numerischen Simulationen zur Hydrodynamik interpretiert und mit Hilfe der rigorosen Berechnung der Strahlpropagation der Probe-Strahlung durch den kompletten optischen Aufbau diskutiert.

Dafür werden zunächst der experimentelle Aufbau sowie die theoretischen Grundlagen der Wechselwirkung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit Materie und die rigorosen Methoden zur Berechnung der Strahlpropagation kurz dargelegt. Anschließend werden die zeit- und orts aufgelösten relativen Änderungen des Reflexionsgrades mit Hilfe der Modellierung qualitativ erklärt. Um den Einfluss der Änderung der Topologie auf die optische Antwort zu bestimmen, wird die mittels Hydrodynamik berechnete Topologie als Eingangswert für die rigorosen Berechnungen verwendet und die dabei erhaltenen relativen Änderungen des Reflexionsgrades mit den experimentell

erhaltenen Änderungen des Reflexionsgrades verglichen und Gemeinsamkeiten und Unterschiede diskutiert. Abschließend werden die wichtigsten Ergebnisse dieser Arbeit zusammengefasst.

2 Material und Methoden

Eine dünne Goldschicht ($d_z = 180$ nm) auf einem Quarzglassubstrat und einer 20 nm dicken Haftvermittlungsschicht aus Chrom wurde mit Einzelpulsen von ultrakurz gepulster Laserstrahlung (Pump-Strahlung: Wellenlänge $\lambda_{pump} = 800$ nm, Pulsdauer $\tau_{H,pump} = 40$ fs, Einfallswinkel $\theta_{pump} = 90^\circ$) mit einer räumlich gaußförmig verteilten Fluenzverteilung mit einer Spitzenfluenz $H_0 = \frac{2Q_p}{\pi w^2} = 1,5$ J/cm² bestrahlt, wobei Q_p die Pulsenergie und $w = 18,6$ μ m den Strahlradius der Laserstrahlung, ermittelt nach der Methode des quadratischen Durchmessers in Abhängigkeit des natürlichen Logarithmus der Pulsenergie [10], darstellt.

Zur Bestimmung der optischen Antwort der bestrahlten Goldschicht wurde ultraschnelle zeit- und orts aufgelöste Reflektometrie mit einer maximalen Verzögerungszeit von 3,8 ns zwischen Pump- und Probe-Laserstrahlung (Wellenlängen $\lambda_{probe1} = 450$ nm und $\lambda_{probe2} = 550$ nm, Pulsdauer $\tau_{H,probe} = 60$ fs) unter einem Einfallswinkel θ_{probe} von 60° durchgeführt [3].

3 Theoretische Grundlagen

Thermofluiddynamik

Trifft Laserstrahlung auf eine Materialoberfläche wird ein Teil der Strahlung reflektiert, transmittiert oder absorbiert. Die Absorption erfolgt durch das Elektronensystem des Metalls, wodurch die Energie des Elektronensystems erhöht wird. Die zeitliche Energieverteilung des Elektronensystems, sowie die Energieabgabe an das Phononensystem und dessen zeitliche Entwicklung, kann mit dem Zwei-Temperatur-Modell (engl. Two-Temperature Model TTM) beschrieben werden. Das TTM beinhaltet eine Wärmeleitungsgleichung für das Elektronensystem

$$\frac{\partial e_e}{\partial t} = -p_e \frac{\partial u_z}{\partial m} + \frac{\partial}{\partial m} \left(\rho \lambda_{the} \frac{\partial T_e}{\partial m} \right) - \frac{G}{\rho} (T_e - T_{ph}) + \frac{\dot{q}_V}{\rho}, \quad (1)$$

und eine Wärmeleitungsgleichung für das Phononensystem

$$\frac{\partial e_{ph}}{\partial t} = -p_{ph} \frac{\partial u_z}{\partial m} + \frac{G}{\rho} (T_e - T_{ph}). \quad (2)$$

Die Indizes e und ph bezeichnen das Elektronen- bzw. das Phononensystem; e repräsentiert die spezifische innere Energie, p den Druck, u_z die Geschwindigkeit, m die Masse, ρ die Dichte, λ_{th} die Wärmeleitfähigkeit, T die Temperatur, G den Elektron-Phonon-Kopplungsfaktor und \dot{q}_V die volumetrische Wärmestromdichte. Da das Gleichungssystem eindimensional in z -Richtung in Lagrange-Koordinaten mit $dm = \rho dz$ für ein bewegliches Fluid gelöst wird, müssen zusätzlich die Kontinuitätsgleichungen

$$\frac{\partial(1/\rho)}{\partial t} = -\frac{\partial u_z}{\partial m}, \quad (3)$$

und die Impulsgleichung

$$\frac{\partial u_z}{\partial t} = -\frac{\partial(p_e + p_{ph})}{\partial m} \quad (4)$$

gelöst werden [7–9]. Die Erweiterung des TTM um die Hydrodynamik HD wird als TTMHD bezeichnet. Das Gleichungssystem wird zusätzlich über eine empirische Zustandsgleichung für p_{ph} und p_e geschlossen [11]. Die volumetrische Wärmestromdichte wird mit Hilfe des Transfermatrixformalismus mit temperatur- und dichteabhängiger dielektrischer Funktion $\epsilon_r = \epsilon_r(T_e, T_{ph}, \rho)$ berechnet [7, 9].

Strahlpropagation

Die Ausbreitung von Laserstrahlung im Raum kann mit verschiedenen Ansätzen, wie der Strahlen- und Wellenoptik oder rigorosen Berechnungsmethoden, numerisch berechnet werden. Zu den rigorosen Berechnungsmethoden zählt die numerische Lösung der Maxwell-Gleichungen oder der Wellengleichung. Dabei wird der komplette Raum in ein diskretes Gitter eingeteilt, was einen sehr hohen numerischen Aufwand bedeutet und folglich den Anwendungsbereich auf geringe räumliche Abmessungen begrenzt. Aus der Wellengleichung können jedoch die sogenannte Randelementmethode abgeleitet werden, zu deren Vertretern z. B. das Kirchhoffsche Beugungsintegral (engl. Kirchhoffs diffraction formula KDF)

$$E_1 = \frac{n_0}{i \lambda_0} \iint_{A_0} \frac{E_0}{r} \exp(i n_0 k_0 r) dA_0 \quad (5)$$

mit $r = \sqrt{(x_1 - x_0)^2 + (y_1 - y_0)^2 + (z_1 - z_0)^2}$,

und das Winkelspektrum ebener Wellen (engl. Spectrum of plane waves SPW)

$$E_1 = \mathcal{F}^{-1} \left[\mathcal{F}(E_0) \exp \left(2\pi \Delta z \sqrt{\frac{\lambda_0^2}{n_0^2} (v_x^2 + v_y^2)} \right) \right] \quad (6)$$

mit $-\frac{1}{2 \Delta x} \leq v_x \leq \frac{1}{2 \Delta x}$ und $-\frac{1}{2 \Delta y} \leq v_y \leq \frac{1}{2 \Delta y}$

[12] zählt, welche lediglich die elektrische Feldstärken E_0 und E_1 auf definierten Flächen A_0 und A_1 (Bild 1), statt den kompletten Raum zwischen A_0 und A_1 beinhalten. Der Index 0 bezeichnen dabei alle Variablen der Abstrahlfläche A_0 und der Index 1 alle Variablen der Fläche A_1 . n_0 kennzeichnet den Brechungsindex

zwischen A_0 und A_1 , λ_0 die Wellenlänge der Laserstrahlung im Vakuum, r den euklidischen Abstand eines Punktes $P_0(x_0, y_0, z_0)$ zu $P_1(x_1, y_1, z_1)$, $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda_0}$ die Kreiswellenzahl der Laserstrahlung im Vakuum, v_x und v_y die Raumfrequenzen in x - bzw. y -Richtung, Δz den Abstand von A_0 zu A_1 in z -Richtung, Δx und Δy die Elementgröße in x - bzw. y -Richtung, \mathcal{F} die Fourier-Transformation und \mathcal{F}^{-1} die inverse Fourier-Transformation dar.

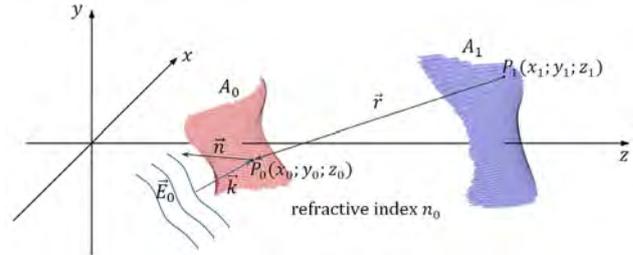


Bild 1: Schematische Darstellung der zur Berechnung verwendeten Flächen A_0 und A_1 sowie der dafür notwendigen Größen [12].

Anzumerken ist hierbei, dass KDF in der in Gleichung (5) dargestellten Form nur ab einem Mindestabstand von A_0 zu A_1 von ca. $100 \lambda_0$ Gültigkeit besitzt, jedoch keine Einschränkungen hinsichtlich Form und Lage von A_0 zu A_1 bestehen. SPW repräsentiert hingegen ein Verfahren, welches mittels schneller Fourier-Transformation FFT berechnet werden kann und somit eine deutlich geringere Berechnungsdauer als KDF besitzt [12]. Die Anwendbarkeit von SPW ist hingegen auf zwei zueinander parallele Ebene A_0 zu A_1 mit gleicher räumlicher Auflösung beschränkt.

3 Ergebnisse und Diskussion

Zur Erhöhung des Verständnisses der Wechselwirkung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit Materie wurde ultraschnelle zeit- und orts aufgelöste Reflektometrie für zwei verschiedene Wellenlängen der Probe-Laserstrahlung, 450 nm und 550 nm mit jeweils paralleler Polarisation, durchgeführt (Bild 2).

Für Probe-Laserstrahlung der Wellenlänge von 450 nm wird bis zu einer Verzögerungszeit von 125 ps ein Anstieg der relativen Änderung des Reflexionsgrades $\Delta R_p/R_p$ festgestellt, während für Probe-Laserstrahlung einer Wellenlänge von 550 nm bis zu einer Verzögerungszeit von 1 ns nur ein absinken von $\Delta R_p/R_p$ gemessen wird. Als Ursache für dieses Verhalten ist die Verbreiterung der Fermi-Verteilung aufgrund der Anregung durch ultrakurz gepulste Pump-Laserstrahlung zu nennen. Aufgrund der Verbreiterung der Fermi-Verteilung wird die Übergangswahrscheinlichkeit von Interbandübergängen für Wellenlängen größer der Grenzwellenlänge für Interbandübergänge von ca. 500 nm erhöht. Für Wellenlängen kleiner der Grenzwellenlänge für Interbandübergänge wird die Übergangswahrscheinlichkeit von Interbandübergängen hingegen reduziert [3, 13, 14].

Trotz der positiven Änderung des Reflexionsgrades für 450 nm und der negativen Änderung des Reflexionsgrades für 550 nm kann mit beiden Wellenlängen

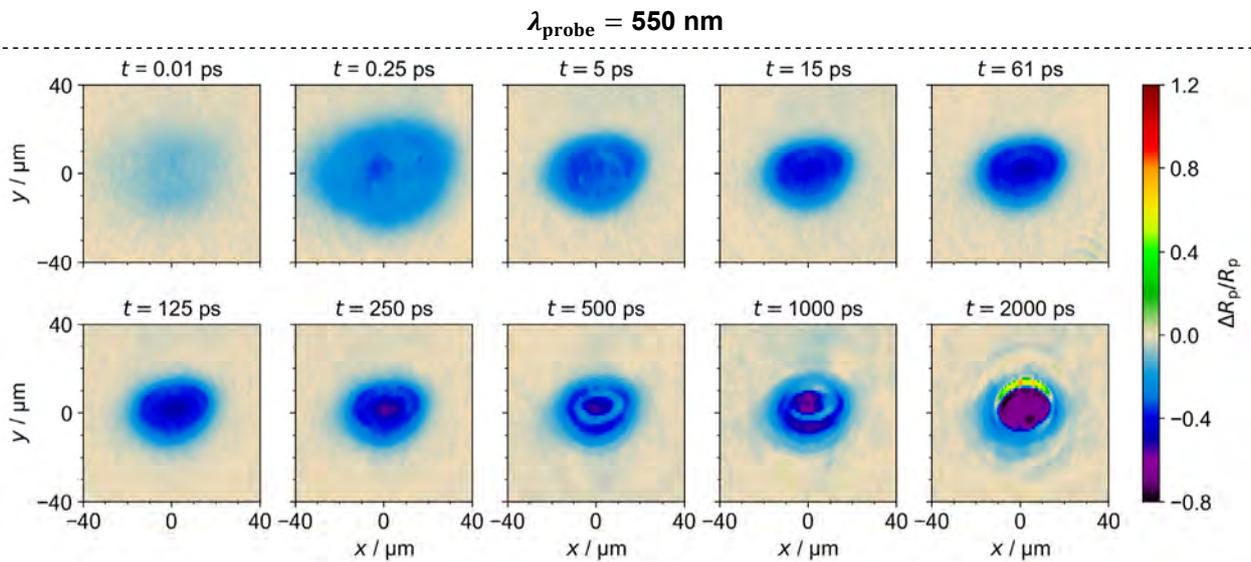
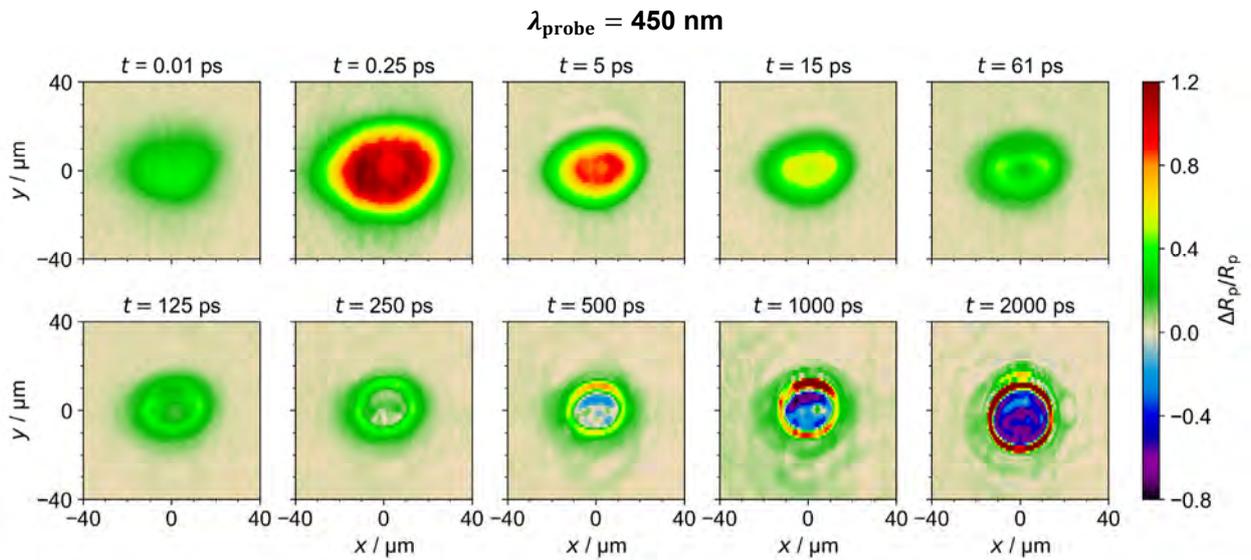


Bild 2: Experimentell bestimmte zeit- und ortsauflöste relative Änderung des Reflexionsgrades $\Delta R_p/R_p$ für parallele Polarisation der Probe-Laserstrahlung (oben: $\lambda = 450 \text{ nm}$, unten: $\lambda = 550 \text{ nm}$, $\tau_H = 60 \text{ fs}$, $\theta = 60^\circ$) nach Anregung mit ultrakurz gepulster Pump-Laserstrahlung ($\lambda = 800 \text{ nm}$, $\tau_H = 40 \text{ fs}$, $H_0 = 1,5 \text{ J/cm}^2$, $\theta = 90^\circ$).

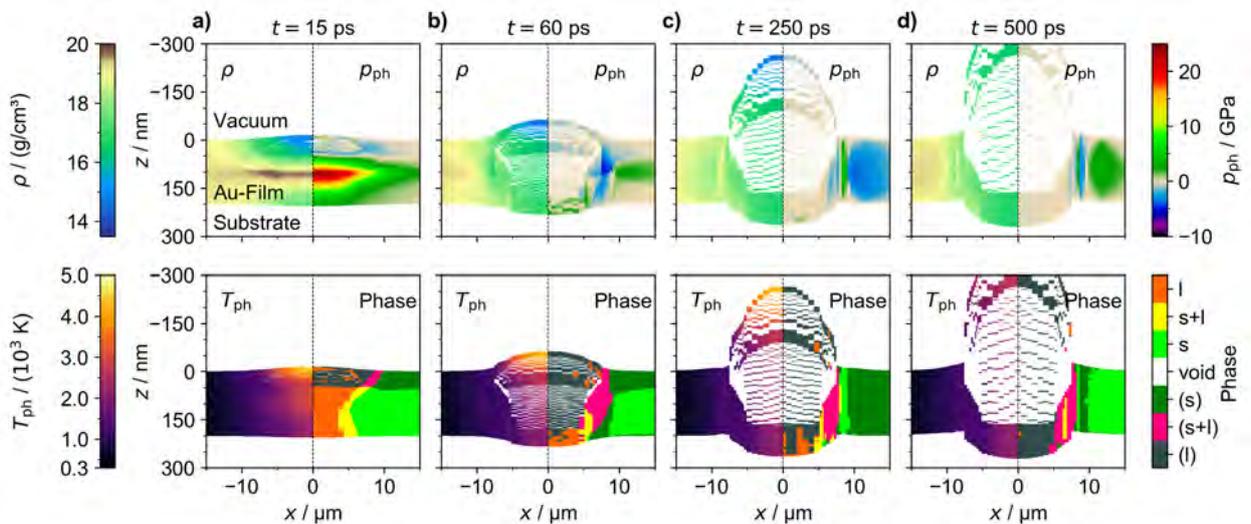


Bild 3: Simulierte quasi-zweidimensionale Verteilung der Dichte ρ , des Druckes p_{ph} und der Temperatur des Phononensystems T_{ph} sowie des Aggregatzustandes einer dünnen Goldschicht ($d_z = 200 \text{ nm}$) nach der Bestrahlung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung ($\lambda = 800 \text{ nm}$, $\tau_H = 40 \text{ fs}$, $H_0 = 1,5 \text{ J/cm}^2$) für verschiedene Zeitpunkte a) bis d). Das Substrat wurde aufgrund einer übersichtlicheren Darstellung entfernt.

ein ähnliches Verhalten in Abhängigkeit von der Verzögerungszeit t beobachtet werden. Direkt nach der Anregung des Materials durch die Pump-Laserstrahlung steigt der Betrag von $\Delta R_p/R_p$ an und auch der Durchmesser vergrößert sich, wobei bei der dargestellten Zeit von 250 fs für die Probe-Laserstrahlung einer Wellenlänge von 450 nm ein Maximum der Amplitude und ein Maximum des Durchmessers für die Probe-Laserstrahlung beider Wellenlängen gemessen wird. Für größere Verzögerungszeiten nimmt die Amplitude der Probe-Laserstrahlung der Wellenlänge von 450 nm ab, wohingegen $|\Delta R_p/R_p|$ für Probe-Laserstrahlung der Wellenlänge 550 nm ansteigt. Der Durchmesser bleibt für beide Wellenlängen ab einer Verzögerungszeit von 5 ps bis 500 ps nahezu konstant und vergrößert sich für $t > 500$ ps. Ebenso ist für beide Wellenlängen die Bildung einer ringförmigen Verteilung von $\Delta R_p/R_p$ ab 5 ps erkennbar, wobei $\Delta R_p/R_p$ im Bereich der ringförmigen Verteilung mit zunehmender Verzögerungszeit ansteigt. In der Mitte des Wechselwirkungsbereichs der Pump-Laserstrahlung mit dem Material sinkt $\Delta R_p/R_p$ hingegen kontinuierlich.

Die Ringbildung kann mit den durchgeführten Simulationen (Bild 3) erklärt werden. Da zum aktuellen Stand nur eindimensionale Simulationen durchgeführt werden können, wurden verschiedene Simulationen für jeweils unterschiedliche Fluenzen H durchgeführt. Über $H(r) = H_0 \exp\left(-\frac{2r^2}{w^2}\right)$ kann jeder Simulation somit eine radiale Koordinate r zugeordnet werden, und folglich alle durchgeführten eindimensionalen Simulationen zu einer quasi-zweidimensionalen Simulation zusammen gesetzt werden. Beachtet werden muss dabei jedoch, dass jeder Streifen mit konstantem Wert r (x in Bild 3) eine eigenständige Simulation repräsentiert und keinerlei radiale Kräfte oder Spannungen berechnet werden können.

Bereits zu einem simulierten Zeitpunkt $t = 15$ ps ist die Amplitude der induzierten Verdünnungswelle eine

Strecke von 50 nm in Richtung Substrat propagiert, weshalb innerhalb dieser 50 nm Kavitation stattfindet und Spallation von flüssigen Material induziert wird. Folglich wird die Grenzfläche Schicht-Vakuum in Richtung des Vakuums beschleunigt und verändert die Position um ca. 20 nm. Weiterhin beträgt die Schichtdicke der bei der Spallation entstehenden flüssigen Schicht an der Grenzfläche Vakuum-Schicht nur ca. 10 – 20 nm. Unter dieser geschlossenen Schicht aus flüssigem Material entsteht ein schaumartiges Gemisch aus Flüssigkeit und Dampfblasen. Die Probe-Laserstrahlung kann demnach teilweise durch die dünne Flüssigkeitsschicht an der Oberfläche transmittieren und wird am schaumartigen Gemisch unter der Oberfläche gestreut, weshalb schlussendlich der Reflexionsgrad in der Mitte der Wechselwirkungszone sinkt und eine ringförmige Verteilung von $\Delta R_p/R_p$ entsteht.

Mit zunehmender Verzögerungszeit propagiert das abgetragene Material immer weiter in Richtung Vakuum, weshalb zum Zeitpunkt $t = 60$ ps eine Struktur vergleichbar mit einer Kuppel mit einem dünnen Film aus flüssigem Material entstanden ist, weshalb die Probe-Laserstrahlung an dieser divergent reflektiert, gestreut sowie gebeugt wird und folglich der Reflexionsgrad in der Mitte weiter absinkt. Für noch größere Verzögerungszeiten findet in der Simulation ein Abriss der Kuppel ab Zeiten größer ca. 250 ps statt und das abgetragene Material entfernt sich nun immer weiter von der Wechselwirkungszone in Richtung Vakuum, ohne noch Kontakt zum nichtabgetragenen Material zu haben.

Die bisher genannten Erläuterungen erklären nur qualitativ den Zusammenhang zwischen $\Delta R_p/R_p$ und den quasi-zweidimensionalen TTMHD Simulationen. Für einen quantitativen Vergleich muss die Strahlpropagation der Probe-Laserstrahlung durch den kompletten optischen Aufbau berechnet werden. Dafür wurde ein kombinierter Ansatz aus KDF und SPW gewählt, um so größtmögliche Flexibilität mit geringer

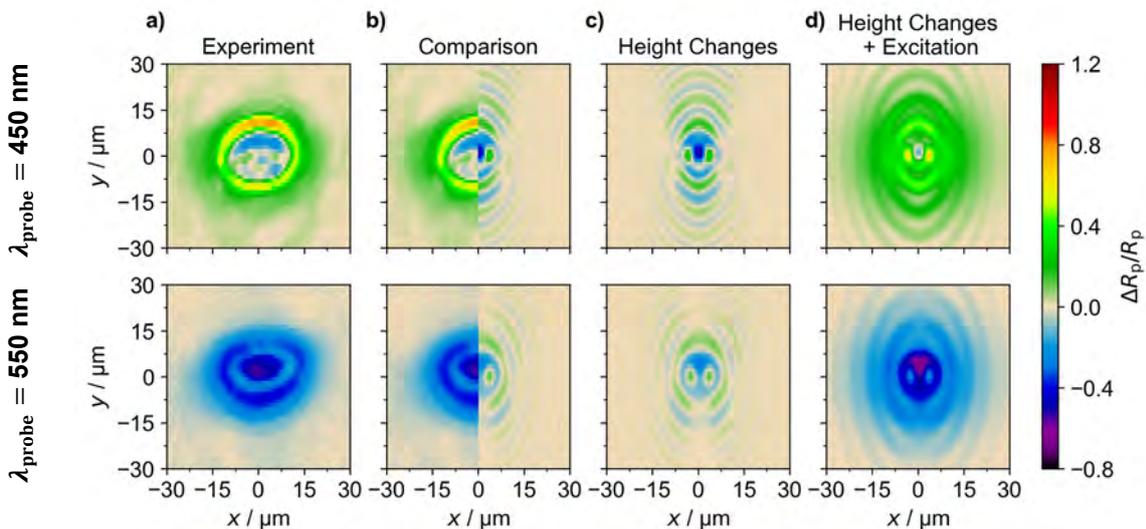


Bild 4: a) Experimentell bestimmte ortsaufgelöste Werte $\Delta R_p/R_p$ für einen Zeitpunkt von 500 ps aus Bild 2, b) im Vergleich zu c) den simulierten Werten $\Delta R_p/R_p$ aufgrund der Änderung der Grenzfläche Vakuum-Schicht aus Bild 3, d) simulierte Werte $\Delta R_p/R_p$ aufgrund der Änderung der Grenzfläche Vakuum-Schicht sowie einer angenommenen Änderung von $\Delta R_p/R_p$ aufgrund der Änderung der thermophysikalischen Eigenschaften.

Berechnungsgeschwindigkeit zu kombinieren. Für den Vergleich von simulierter und experimentell ermittelten orts aufgelösten Werten von $\Delta R_p/R_p$ wurde der Zeitpunkt $t = 500$ ps gewählt. Zur Vereinfachung der Beschreibung der Wechselwirkung der Probe-Laserstrahlung mit der Metalloberfläche wurde eine vollständige Reflexion an der Grenzfläche Vakuumschicht angenommen und keine Abschattung, und damit hervorgerufene Beugungseffekte, der einfallenden Probe-Laserstrahlung aufgrund des bereits mehrere 100 nm von der Schicht entfernten abgetragenen Materials berücksichtigt.

Der direkte Vergleich (Bild 4 b) der allein durch Höhenänderungen hervorgerufenen Werte $\Delta R_p/R_p$, unter den genannten Vereinfachungen, weist insbesondere für eine Wellenlängen von 450 nm der Probe-Laserstrahlung eine gute Übereinstimmung auf. So ergeben sich an nahezu exakt den gleichen Positionen Beugungsringe mit positivem $\Delta R_p/R_p$, wobei in der oberen Mitte der Wechselwirkungszone eine negative $\Delta R_p/R_p$ gemessen und simuliert wird und in der unteren Mitte positive und negative $\Delta R_p/R_p$ sichtbar werden. In der Simulation treten hingegen deutlich mehr Beugungsringe auf, also im Experiment beobachtet werden. Für eine Wellenlänge von 550 nm der Probe-Laserstrahlung können durch den direkten Vergleich von simulierten $\Delta R_p/R_p$ mit gemessenen $\Delta R_p/R_p$ weniger Gemeinsamkeiten festgestellt werden. Durch eine Überlagerung mit einer angenommenen Änderung des Reflexionsgrades durch veränderte thermophysikalische Parameter, kann eine bessere Übereinstimmung von Simulation und Experiment erzielt werden. So tritt in der Simulation und im Experiment in der Mitte der Wechselwirkungszone eine negative Änderung des Reflexionsgrades auf, umschlossen von einem Ring mit größeren Werten $\Delta R_p/R_p$. Für eine Wellenlänge von 450 nm führt die Überlagerung mit einer angenommenen Änderung des Reflexionsgrades durch veränderte thermophysikalische Parameter hingegen zu einer Verschlechterung der Übereinstimmung zwischen Experiment und Simulation.

Insbesondere werden im Experiment weniger Beugungsringe beobachtet. Dies kann zum einen durch die möglicherweise zu geringe räumliche Auflösung des optischen Systems, dem zu geringen Signal-zu-Rausch-Verhältnis, sowie der begrenzten Schärfentiefe des optischen Aufbaus begründet werden. Weiterhin wurden alle TTMHD-Simulationen für Vakuum als Umgebungsmaterial und ohne radiale Kräfte und Spannungen durchgeführt. Im Experiment liegt hingegen Luft als Umgebungsmaterial vor, weshalb die Geschwindigkeit des abgetragenen Materials verringert wird. Weiterhin ist die auftretende Kuppel aus flüssigen Material nächst mit dem nichtabgetragenen Material in Verbindung, weshalb die für ein Abreißen der Kuppel notwendigen Kräfte die Bewegung weiter verlangsamen. Als dritte Ursache für die Unterschiede zwischen Simulation und Experiment können die genannten Vereinfachungen der Simulation der Strahlpropagation genannt werden.

5 Zusammenfassung

Eine dünne Goldschicht ($d_z = 180$ nm) auf einem Quarzglassubstrat und einer 20 nm dicken Haftvermittlungsschicht aus Chrom wurde mit Einzelpulsen von ultrakurz gepulster Laserstrahlung (Pump-Strahlung: Wellenlänge $\lambda_{pump} = 800$ nm, Pulsdauer $\tau_{H,pump} = 40$ fs, Einfallswinkel $\theta_{pump} = 90^\circ$) bestrahlt.

Zur Bestimmung der optischen Antwort der bestrahlten Goldschicht wurde ultraschnelle zeit- und orts aufgelöste Reflektometrie mit zwei verschiedenen Wellenlänge der Probe-Laserstrahlung (Pulsdauer $\tau_{H,probe} = 60$ fs, Einfallswinkel $\theta_{probe} = 60^\circ$, Polarisation: parallel) durchgeführt. Im Wechselwirkungsgebiet wurde mit der Probe-Laserstrahlung der Wellenlänge von 450 nm eine positive Änderung des Reflexionsgrades gemessen, wohingegen für Probe-Laserstrahlung der Wellenlänge von 550 nm eine negative Änderung des Reflexionsgrades, begründbar mit der Verbreiterung der Fermi-Verteilung durch die Anregung mit der Pump-Laserstrahlung, bestimmt wurde.

Die sichtbare Abnahme von $\Delta R_p/R_p$ in der Mitte der Wechselwirkungszone der Pump-Laserstrahlung mit der Goldschicht kann mit der durchgeführten Zweit-Temperatur hydrodynamischen Simulationen TTMHD qualitativ durch die stattfindende Spallation erklärt werden.

Für einen quantitativen Vergleich von simulierten und experimentell bestimmten Werten $\Delta R_p/R_p$ wurde die Strahlpropagation der Probe-Laserstrahlung durch den kompletten optischen Aufbau durch einen kombinieren Einsatz von Kirchhoffschem Beugungsintegral KDF und dem Winkelspektrum ebener Wellen SPW durchgeführt. Für Probe-Laserstrahlung der Wellenlänge von 450 nm konnte eine hohe Übereinstimmung von Simulation und Experiment erzielt werden, wohingegen für Probelerstrahlung der Wellenlänge von 550 nm größere Abweichungen zwischen Simulation und Experiment auftraten.

Danksagung

Die Autoren danken dem Staatsministerium für Wissenschaft und Kunst (SMWK) für die Finanzierung des Gemeinschaftsprojektes mit der Projektnummer 100315981, dem Europäischen Sozialfonds für Deutschland (ESF) für die Finanzierung der Projekte ULTRALAS II mit der Projektnummer 100339513 und EilaSax mit der Projektnummer 100339506 und der Deutschen Forschungsgemeinschaft mit der Vertragsnummer INST 522/14-1 FUGG.



Europa fördert Sachsen.
ESF
Europäischer Sozialfonds



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Gefördert durch

DFG Deutsche
Forschungsgemeinschaft

Literaturverzeichnis

- [1] M. Olbrich, E. Punzel, R. Roesch, R. Oettking, B. Muhsin, H. Hoppe, A. Horn, Appl. Phys. A 122, 648 (2016)
- [2] M. Olbrich, E. Punzel, P. Lickschat, S. Weißmantel, A. Horn, Physics Procedia 83, 93 (2016)
- [3] T. Pflug, J. Wang, M. Olbrich, M. Frank, A. Horn, Appl Phys A 124, 17572 (2018)
- [4] T. Pflug, M. Olbrich, R. Roesch, U.S. Schubert, H. Hoppe, A. Horn, Optics and Lasers in Engineering 111, 130 (2018)
- [5] I. Mingareev, A. Horn, J. Appl. Phys. 106, 13513 (2009)
- [6] A. Horn, Ultra-fast material metrology (Wiley-VCH, Weinheim, 2009)
- [7] M.E. Povarnitsyn, N.E. Andreev, E.M. Apfelbaum, T.E. Itina, K.V. Khishchenko, O.F. Kostenko, P.R. Levashov, M.E. Veysman, Appl. Surf. Sci. 258, 9480 (2012)
- [8] M.E. Povarnitsyn, V.B. Fokin, P.R. Levashov, Appl. Surf. Sci. 357, 1150 (2015)
- [9] M.E. Povarnitsyn, N.E. Andreev, P.R. Levashov, K.V. Khishchenko, O.N. Rosmej, Physics of Plasmas 19, 23110 (2012)
- [10] J.M. Liu, Opt. Lett. 7, 196 (1982)
- [11] I.V. Lomonosov, Laser Part. Beams 25, 4 (2007)
- [12] M. Olbrich, T. Viertel, T. Pflug, R. Ebert, A. Fischer, A. Horn, Appl Phys A 122, 219 (2016)
- [13] J. Hohlfeld, S.-S. Wellershoff, J. GÜdde, U. Conrad, V. Jähnke, E. Matthias, Chemical Physics 251, 237 (2000)
- [14] J. Hohlfeld, J.G. Müller, S.-S. Wellershoff, E. Matthias, Applied Physics B: Lasers and Optics 64, 387 (1997)

COMPARISON BETWEEN FILM AND REAR SIDE ABLATION OF THIN NICKEL CHROMIUM ALLOY FILMS ON TRANSPARENT SUBSTRATE USING FEMTOSECOND LASER RADIATION

Linda Pabst, Robby Ebert, Horst Exner

Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

By processing thin films on transparent substrates two processing strategies can be applied, which reveal different material removal processes. On the one hand there is the direct ablation of the thin film by irradiation from the film side and on the other hand the irradiation from the transparent substrate side, where the ablation occurs in an enclosed space at the substrate film interface. Therefore, the selective ablation of nickel-chromium-alloy films on glass substrate in comparison of film and rear side irradiation was investigated using femtosecond laser pulses. As a result, different irradiation morphologies were observed, dependent from the processing strategy and the irradiation parameter. For film side irradiation a higher pulse number was necessary to fully ablate the film and the edge of the ablation was covered with melt residuum and undesired structures, reducing the processing quality. Rear side ablation had the advantages of negligibly small heat affected zone and high machining precision, however, due to the ablation process cracks appeared at the edge of the ablation area. Line structuring revealed a limited applicability for both ablation processes.

1. Introduction

Nickel-chromium alloy films are an ideal material in many fields of engineering due to their properties. NiCr is used as direct load or potentiometers in hybrid circuits because of the high reliability, high electrical resistivity, good power dissipation and small temperature coefficient of resistance. Furthermore, fusible links in read only memories consists of NiCr because of its very good wear and corrosion resistance. Due to the low temperature dependence of the gauge factor, NiCr has also applications for stain gauge. In electronic and electrical manufacturing NiCr is used as embedded thin film resistor (ETFR). [1-5]

For the production of these devices the thin film need to be partially ablated to generate the desired functionality. Besides lithography laser structuring is a promising tool for selective structuring of thin films. Ultra-short pulse laser have the advantage of a negligibly small heat affected zone, excellent machining precision and better control of the ablation process resulting in much better ablation quality, compared to longer pulse durations. [6,7] Therefore, ultra-short pulse lasers are the preferred machining technique for thin film processing. By processing of thin films on transparent substrate two different ablation strategies can be applied. The key difference between the ablation strategies is the material ejection process, whereas the laser mater interaction mechanism is the same. [7]

On the one hand by irradiation from the metal film side the absorbing film is irradiated directly and the vaporised material ejects directly. The ablation process is driven by thermo-dynamic phase transitions with subsequent melting and evaporation of the complete film thickness. [8,9] Even by irradiation with ultra-short laser pulses thermal damages and melting zones are generated. [8,10] On the other hand by rear side irradiation the laser beam is transmitted through the transparent substrate and is absorbed at the interface between the film material and the substrate. [7-9] The absorption depth is lower than the film thickness and only a few tens of

nanometre of the film at the interface is heated and a phase transition takes place. [8,11,12] Therefore, the heated material is in an enclosed space between the transparent substrate and the not evaporated film and the material cannot be ejected directly [7-9]. This builds up a large pressure leading to bulging of the remaining film material. [9,12] If the pressure exceeds the tensile stress of the film, the film breaks and a complete disk of metal is punched out and can be collected [7-9]. The maximum stress occurs at strongest curvature, at the edge of the bulged material. [13,14] Thereby, a selective removal of the thin film is achieved with very sharp edges and steep sidewalls. No thermal effects such as melt residuum or burr at the structured trenches is observed. [8,10,12] Therefore, with rear side irradiation much better structuring quality is achievable compared to film side irradiation. [10,12] Furthermore, lower fluences are needed for complete ablation and the processing speed can be increased significantly. [12] However, the rear side ablation has a limited applicability since a transparent substrate, for the applied wavelength, is required. [7,10,12]

Therefore, the present work focuses on the comparison of film and rear side ablation of thin nickel-chromium alloy films on glass substrate using ultra-short pulse laser radiation.

2. Experimental Setup

The sample material was a 200 nm thin nickel-chromium-alloy film on a 2.5 mm thick float glass substrate. The chemical composition of the film was measured using an EDX (energy dispersive X-ray spectroscopy). The alloy consisted of approximately 57 atom percent nickel, 43 atom percent chromium, as well as traces of aluminium. Thus, it was a nickel base alloy with a high proportion of chromium.

For the experiments a Ti:Sapphire femtosecond laser (Clark MXR Impulse™) was used with a central wavelength of 1030 nm and a pulse duration of about 200 fs. The laser beam was linear polarised and the pulse repetition rate was set to 32 kHz. The laser beam was focused by a 80 mm f-theta objective,

resulting in a beam radius of approximately 24.4 μm . The experimental setup is shown in figure 1. In the case of film side irradiation the thin film was directly irradiated and the focal point was placed at top of the thin film, see fig. 1 (a). Whereas, for rear side ablation, the laser beam was focused through the transparent substrate at the interface between the substrate and the metallic film, see fig. 1 (b). To allow the removal of the ablated material the sample was mounted with free space to the translation stage in the ablation area, for rear side ablation.

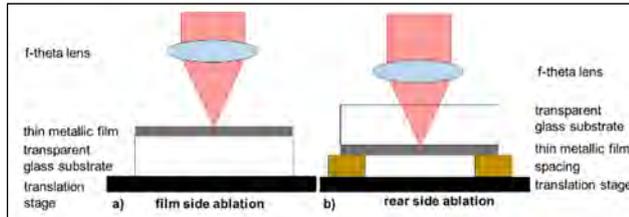


Figure 1: schematic drawing of the experimental setup for (a) film side and (b) rear side ablation

After laser processing the sample was investigated using an optical microscope, Scanning Electron Microscope (SEM) and Atomic Force Microscope (AFM) to analyse the morphology changes as well as the size and depth of the ablation area.

3. Results and discussion

3.1. Morphology

In figure 2 selected, characteristic irradiation morphologies after single and multiple pulses by film (left) and rear side (right) irradiation are shown.

The ablation process was dominated by melting, in the case of film side ablation, see fig. 2 (left). Single pulse irradiation only led to a surface modification of the thin film without significant ablation, see fig. 2 (87 and 375 mJ/cm^2). This morphology was referred to as heat affected zone (HAZ). In figure 3 (a) an AFM-image of such an ablation morphology is shown. The cross section revealed a crater like appearance with a maximum ablation depth of approximately 12 nm, see fig. 3 (a, orange line). The structured area was surrounded by a melt rim with a height up to 80 nm. This morphology appeared blue in optical microscope images, see fig. 3 (a, top). This indicated only a melting or modification of the film material rather than an ablation. For single pulse irradiation and medium fluences a partial ablation of the film was achieved in the centre part of the irradiation area, fig. 2 (483 mJ/cm^2). This ablation morphology appeared yellow in optical microscope images, see fig. 3 (b). The ablation depth was approximately 30 nm, see yellow line and the height of the HAZ was approximately zero, see orange line. At high fluences a melting in the centre part could be observed, see fig. 2 (536 mJ/cm^2). The partial ablation had a crater like appearance with a maximum depth of 70 nm, fig. 3 (c) yellow line. In the centre an increase of the roughness appeared and the height increased to several tens of nm. The depth for the HAZ was

approximately 30 nm, see orange line. Furthermore, the ablation area was surrounded by a melt rim.

By applying two pulses at low fluences the morphology transitions were comparable to the single pulse irradiation, see fig. 2 (left). At low fluences only a HAZ (71 mJ/cm^2) could be observed and at medium fluences a partial ablation of the film (87 mJ/cm^2) was obtained in the centre of the irradiation area. At higher fluences the surface of the layer melted and appeared smooth, fig. 2 (241 mJ/cm^2). By increasing the fluence the complete film was melted down to the substrate. However, melt residuum remained inside the ablation area, even at the highest possible fluence, see fig. 2 (536 mJ/cm^2). AFM measurements indicated an ablation depth of approximately 200 nm in the centre, see fig. 3 (d) green line. The depth of the partial ablation was approximately 100 nm, see yellow line. Furthermore, the AFM image indicate the appearance of melt droplets in the centre with heights up to 400 nm.

By application of five or more pulses the irradiation area was covered with laser induced periodic surface structures (LIPSS). These structures were aligned perpendicular to the incident electric field vector of the laser beam and had a period of approximately the wavelength of the laser, fig. 2 (left). With ten or more pulses, at high fluences, the complete film was ablated in the irradiation centre. However, due to the Gaussian beam profile the ablation side was still covered with LIPSS, reducing the ablation quality, see fig. 2 (241 and 536 mJ/cm^2). AFM images indicated an ablation depth in the centre of the ablation area of 200 nm, see fig. 3 (e) green line, and no significant residuum could be observed. The depth of the LIPSS structured area was approximately 70 to 150 nm, see yellow line. The ablation crater was surrounded by a melt rim.

Furthermore, a cracking of the layer material at the edge of the ablation area could be observed with increasing pulse number and increasing fluence. This was probably due to thermal stresses in the film material due to the low thermal conductivity of the substrate material. A detailed analyses of the ablation morphology for film side irradiation is given in [15].

In the case of rear side ablation the ablation process was dominated by delamination, see fig. 2 (right). At very low fluences, below the ablation threshold, a bulging of the film material could be observed, see fig. 4 (a). A bulging height could be observed by AFM measurements of approximately 550 nm and a diameter of the bulking was approximately 6 μm .

At low fluences a cracking or partial delamination of the thin film occurred at all applied pulse numbers, see fig. 2 (right). By increasing the fluence the thin film was delaminated, however, a thin layer remained at the interface of the transparent substrate, further referred to as boundary layer, for single pulse irradiation. In figure 4 (b) an AFM image of the partial ablation is shown. The ablation depth was approximately 180 nm, see yellow line. The ablation crater had steep sidewalls, a smooth bottom and only a minimal rim at the ablation edge.

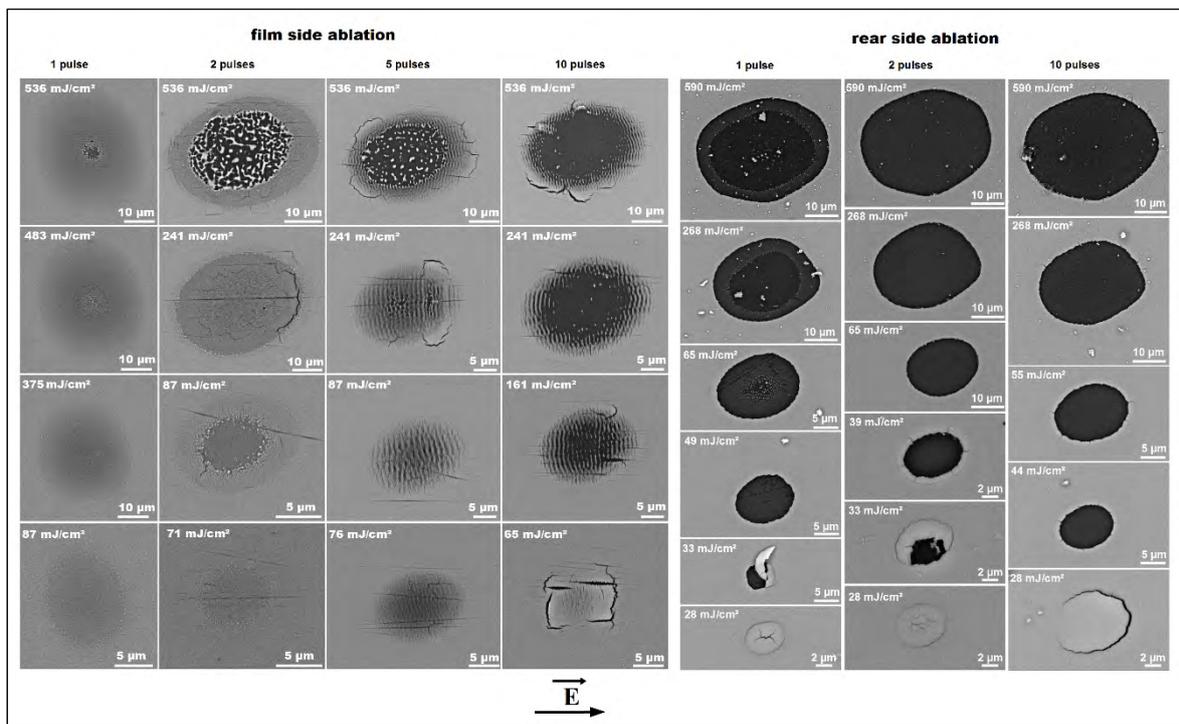


Figure 2: SEM images of ablation morphologies for (left) film side and (right) rear side irradiation for different applied pulse numbers and fluences

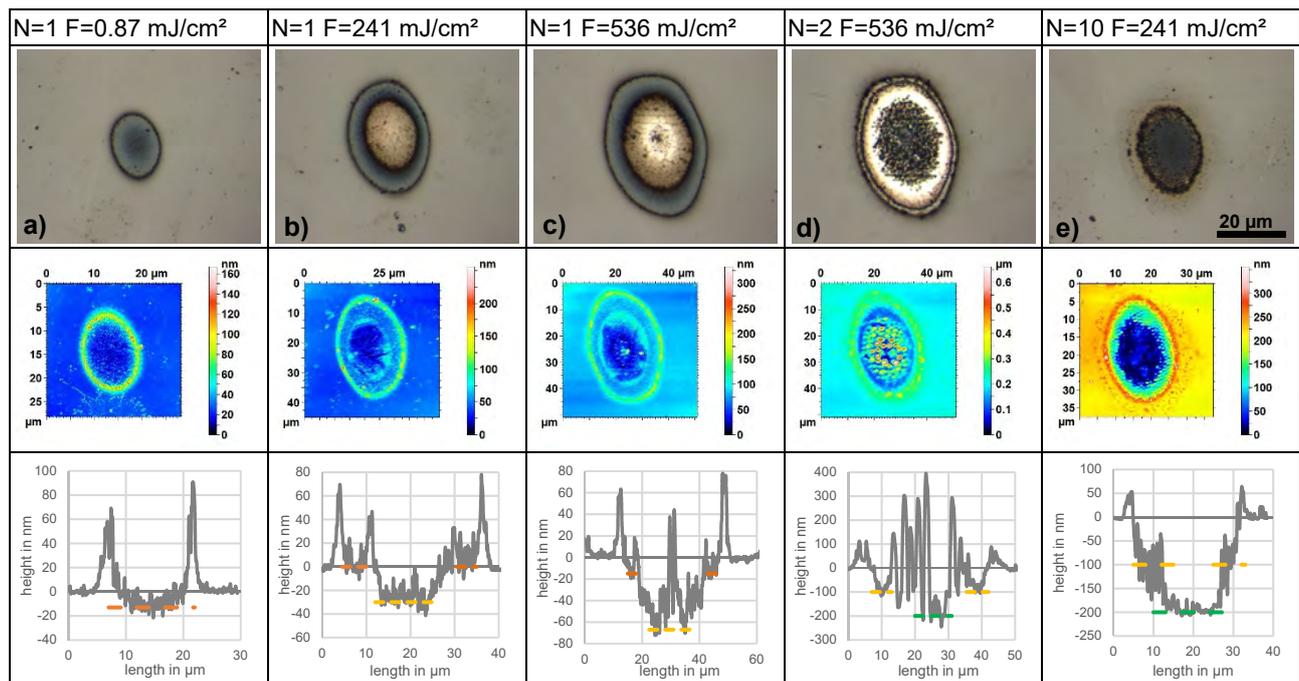


Figure 3: characteristic ablation morphologies after film side irradiation (top) optical microscope images, (middle) 2D AFM images and (bottom) cross section profile of the ablation crater

By further increasing the fluence this thin boundary layer could be melted and ablated. Due to the Gaussian beam profile, a part of the boundary layer remained at the edge of the ablation area, see fig. 2 (268 and 590 J/cm²), even at highest fluence. Therefore, single pulse irradiation was not sufficient for complete removal of the 200 nm NiCr thin film in rear side irradiation. Optical microscope images revealed that this boundary layer was still optical dense, see fig. 4. By using transmitting light microscope, however, the partial ablation could be

seen. The thickness of this thin remaining layer was measured with AFM, fig. 4 (c). The complete ablation depth was 200 nm, in the centre, see green line and the depth of the partial ablation was 180 nm, yellow line. Therefore, the thickness of the boundary layer was approximately 20 nm, this was in the same order of magnitude than the optical penetration depth of metals. [8] At the edge of the complete ablation area to the boundary layer a large amount of melt droplets were observed, see fig. 4 (c), indicating the melting of this boundary layer.

Therefore, our observations were in contrast to the general appearance of rear side ablation. For rear side irradiation, a complete film ablation with a single pulse is reported without leaving any residues or thermal effects. [8,9,12] As far as the authors know, the occurrence of a remaining boundary layer by rear side irradiation was not reported in literature so far.

An EDX analyses of the remaining boundary layer indicated no evidence of the existence of a bonding layer. The elements detected in the EDX measurement were nickel and chromium of the layer material as well as silicon and oxygen of the glass substrate. Due to the low thickness of the boundary layer and the larger penetration depth of the electron beam not only the layer but also the substrate material was measured. The detailed analyses of the boundary layer is given in [16].

The formation of the boundary layer may be explained as follows. The absorbed energy led to a partially melting and evaporation of the metal film at the interface between the metal layer and the substrate material. The inner vapour/liquid mixture ejects outwards together with the remaining unheated film in solid state. However, due to the adhesion force of the molten material to the substrate, the molten layer split. One part of the molten layer remains at the glass substrate as boundary layer. Whereas, the other part of the molten layer remains at the

delaminated fragment, as indicated in figure 5 (d). Another possibility for the boundary layer was the redeposition of ablated material from the vapour. After the unheated remaining layer is broken, the majority of metal vapour ejects outwards, but a small amount of metal vapour sputters back to the substrate. A contrary indication of that fact was, that the boundary layer could be melted and ablated by a single pulse, following the Gaussian fluence distribution, see fig. 2. The existence of this boundary layer could not be explained and further investigations are necessary.

By applying a second pulse the boundary layer could be removed. Even at low fluences no traces of the boundary layer could be observed, see fig. 2 (right). Two pulse irradiation led to a complete ablation of the 200 nm NiCr thin film without damaging the underlying glass substrate. The ablation crater had steep sidewalls and was free from material residuum and had only a minimal rim at the edge, see fig. 4 (d). No evidence of undesired structures could be observed.

Further increasing the pulse number had no influence on the ablation morphology. The shape and size of the ablation area was similar between single and multiple pulse irradiation, due to the delamination of the film in solid state, see fig. 2 (right).

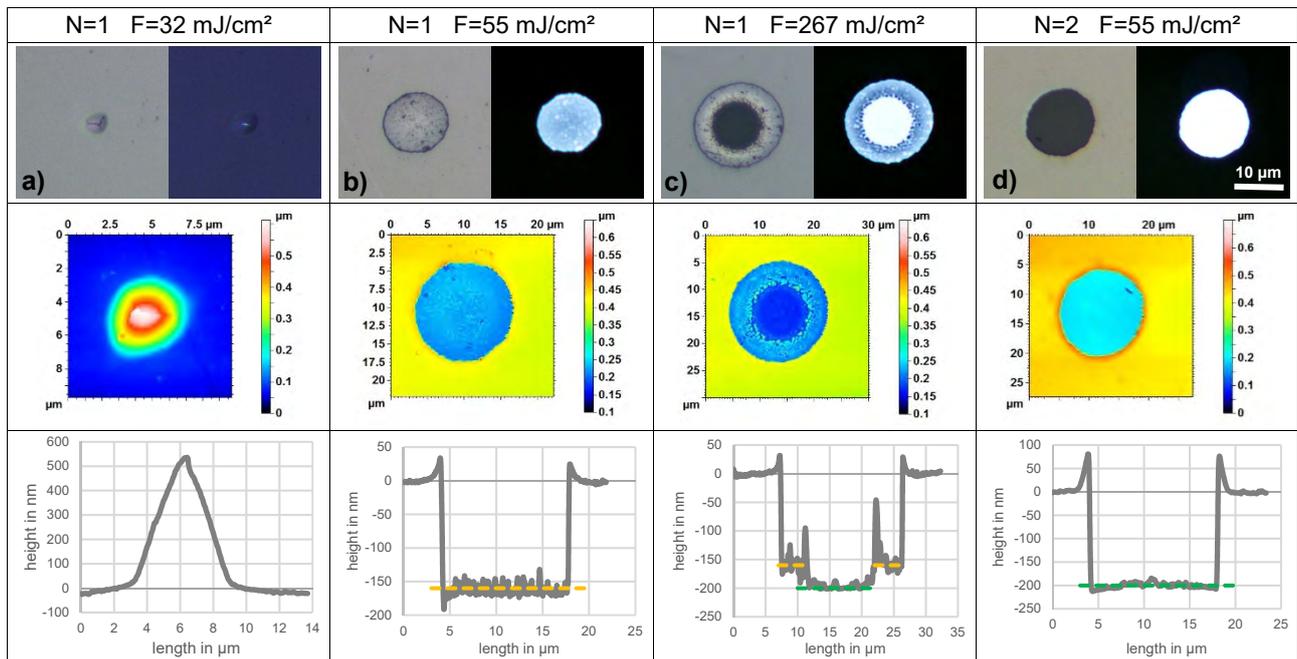


Figure 4: characteristic ablation morphologies after rear side irradiation (top) optical and transmitting light microscope images, (middle) 2D AFM images and (bottom) cross section profile of the craters

At low fluences, near the ablation threshold, discs in solid state could be recollected, see fig. 5 (a). The ablated film was still intact and indicated no further morphology change. The fragment shown in figure 5 (d) had turned during the flight and was now laying the side up, which was in contact with the glass substrate. On the surface of this fragment small melt droplets could be observed, see fig. 5 (d), indicating a partial melting of the thin film at the interface

between the NiCr film and the glass substrate. Whereas, the fragment (e) was laying the side up, that was the free surface. The free surface was still in solid state and indicated no morphology change compared to the unstructured film, see fig. 5 (e). This confirms the ablation mechanism for rear side irradiation described in the introduction. Only a part of the film material was molten or evaporated at the interface of the film material and the substrate. Due

to the enclosed space a pressure builds up, leading to bulking, see fig. 4 (a). If the pressure exceeds the tensile stress of the film, the film breaks and a complete disc of material is punched out and can be recollected. [7-9,12] At higher fluences, however, a high amount of fragments, from the ablated film, could be found around the ablation area, see fig. 5 (b-c). Due to the higher fluence a larger amount of the film could be melted or evaporated and a higher pressure built up. This resulted in an explosive ablation of the film and, therefore, fragmentation of the solid layer. A higher amount of fragments at higher applied fluences due to an increase of the pressure is also reported in [11] for molybdenum thin films.

At high fluences a high amount of larger melt droplets were spread over the surrounding area, see fig. 2 (right). These melt droplets were spread over the unprocessed area as well as over the surface of the fragments, see fig. 5 (c,f). These melt droplets result from the melting of the boundary layer rather than from the delaminated film material. Because these melt droplets only were found if the boundary layer was melted in the centre of the irradiation. The melt droplets from the boundary layer remained on the unprocessed area even by increasing the incident pulse number, reducing the ablation quality. Therefore, the best ablation results were observed by applying two pulses at a medium fluence, where the boundary layer was not melted by a single pulse, see fig 2 and 4 (d). Because the film is punched out by the first pulse, the ablation of the second is not confined through a remaining thin film and a similar ablation behaviour occurs as in direct ablation of ultra-short pulse processing [9]. Therefore, the ablation of the boundary layer by the second pulse resulted in much better ablation quality compared to single pulse irradiation at high fluences.

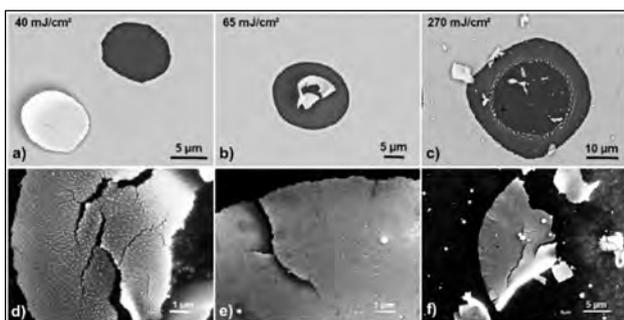


Figure 5: SEM images of single pulse ablation morphology by rear side irradiation together with recollected discs and fragments of the ablated layer

Rear side ablation revealed much better ablation quality compared to film side irradiation, see fig. 2. Rear side irradiation led to steep sidewalls, only a minimal rim at the ablation edge and no thermal effects. Whereas, the film side irradiation led to thermal effects and undesired structures at the edge of the ablation area. Similar ablation morphologies are observed for the ablation of thin molybdenum films. For rear side irradiation a selective removal is achieved with very sharp edges and steep sidewalls.

No thermal effects such as melt residuum or burr at the structured trenches are reported. [8,10,12] Whereas, film side irradiation is characterised by thermal effects and a damaged area. [10,12] Furthermore, a lower number of pulses was necessary for complete removal of the NiCr thin film in rear side ablation. This, indicating a much higher processing speed and a more effective ablation process. A higher processing speed for the ablation of a 400 nm thin molybdenum thin film is reported in [12] for rear side irradiation.

3.2. Ablation thresholds

To determine the ablation threshold and the incubation coefficient of the 200 nm NiCr film for the two ablation processes the sample was irradiated with decreasing pulse energy and different pulse numbers. Assuming that the focal spot had nearly Gaussian fluence distribution, the ablation thresholds were calculated using Liu's method. [17] The incubation coefficient was determined by the method described by Jee et al. [18]

Figure 6 shows the threshold fluences as function of the pulse number for different ablation morphologies for film and rear side irradiation. The threshold fluence for complete layer ablation by film side irradiation decreased with increasing pulse number, see fig. 6 red squares. The threshold fluence decreased from 175 to 35 mJ/cm² for single and 1000 applied pulses, respectively. The threshold fluence for the heat affected zone for film side irradiation remained nearly constant at approximately 42 mJ/cm², blue circle. The threshold fluence for complete layer ablation by rear side irradiation remained constant at a fluence of 33 mJ/cm², green triangle. The threshold fluence for complete layer ablation by film side irradiation was higher compared to rear side irradiation, by a factor of 5, for single pulse irradiation. For approximately 1000 applied pulses the ablation threshold converge for film and rear side irradiation. Therefore, rear side irradiation of thin NiCr films was much more efficient compared to film side irradiation. For thin molybdenum films on glass substrate the complete ablation threshold for rear side irradiation is by over a factor of 10 [12] to 15 [10] lower compared to the ablation threshold for film side irradiation. Whereas, the complete ablation threshold for rear side ablation (green triangle) was comparable to the threshold fluence of the heat affected zone for film side irradiation (blue circle), see fig. 6. This indicated that the rear side ablation was due to the same mechanism as for the HAZ in film side irradiation. For the film side HAZ the material was modified or partially ablated, leading to a morphology change. For rear side irradiation, however, these effects take place in an enclosed volume and a pressure build up. This led to a fracture of the thin film which was still in solid state and with this to an ablation of the film. However, for the complete ablation of the thin film by irradiation from the film side the complete layer must be melted or evaporated. Therefore, a lower ablation threshold for rear side

ablation was achieved. For molybdenum the modification threshold for film side irradiation is nearly the same as the rear side complete ablation threshold. [12] Furthermore, in literature the bulking threshold by rear side irradiation is reported to correspond with the partial ablation threshold by film side irradiation indicating that the bulging results from a partial ablation of the molybdenum. [13]

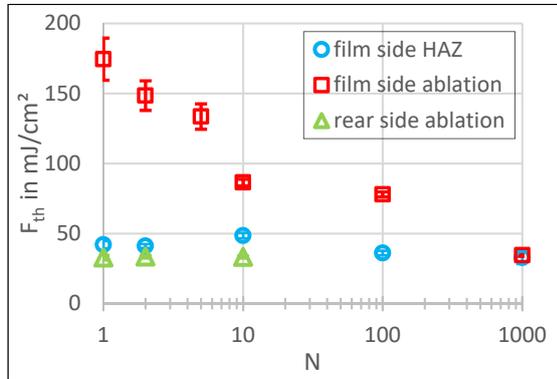


Figure 6: threshold fluence as function of applied pulse number for different irradiation morphologies

For film side irradiation the threshold fluence decreased with increasing pulse number. This indicated an incubation effect. The incubation coefficient was calculated to 0.96 and 0.78 for the heat affected zone and the complete ablation, respectively. For rear side ablation, however, the threshold fluence was independent from the pulse number. Therefore, the incubation coefficient for rear side ablation was 1. This behaviour could be explained by the ablation mechanism.

The minimal ablation and modification diameter were measured, dependent from the applied pulse number. For film side ablation the minimal diameters of the heat affected area were approximately 4 μm , independent from the applied pulse number. However, the minimal complete ablation diameters decreased with increasing pulse number from

approximately 10 to 7 μm . For rear side ablation the minimal ablation diameters were approximately 4 μm , independent from the applied pulse number. Thereby, the minimal ablation diameter by rear side ablation was similar to the minimal diameter of the heat affected zone by film side irradiation, indicating the same ablation mechanism. However, the minimal complete ablation diameter for rear side irradiation was smaller compared to film side irradiation. Thereby, much smaller modification and ablation diameters were generated compared to the applied spot diameter of 48.8 μm . The generated structures were by a factor of 12 and 5 smaller than the spot diameter for the rear and film side irradiation, respectively. A smaller feature size for rear side irradiation compared to film side irradiation is reported by literature for 150 nm chromium thin films on quartz glass substrate. [7] In contrast to [8,12] the calculated ablation threshold for rear side irradiation was in good agreement with the minimal fluence where an ablation could be observed and very small ablation diameters could be achieved.

3.3. Line structures

In figure 7 selected line structures for film (top) and rear side (bottom) irradiation are shown. At very low pulse distances no ablation of the NiCr film could be achieved neither for film (a) nor for rear side (g) irradiation. For these pulse distances only thermal effects such as melting, cracks and undesired structures could be observed. A damage of the substrate material occurred prior to a complete ablation of the NiCr film.

Rear side irradiation led to a delamination of the NiCr thin film at high pulse distances, with the result of irregular edges and fragments of the film material in the ablation trenches or the surrounding area, see fig. 7 (k,l). At lower pulse distances thermal effects occurred at the edge of the trenches, due to the high pulse overlap, and residuum remained in the ablation area, see fig. 7 (h-j).

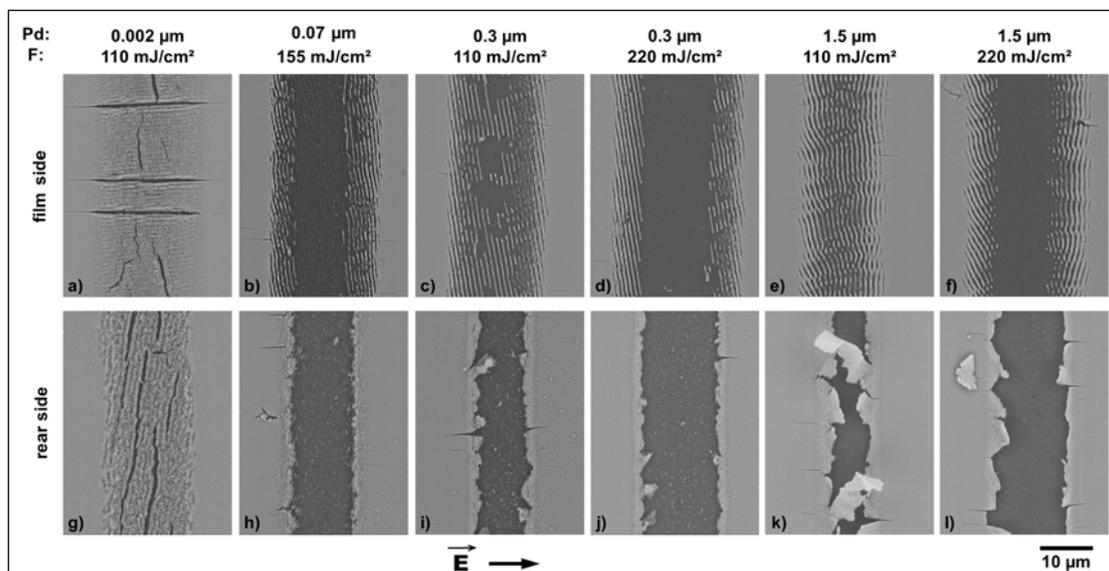


Figure 7: SEM images of line structures in comparison for film (top) and rear side irradiation (bottom) for different pulse distances (Pd) and fluences (F)

In the case of film side irradiation the thin film was covered with undesired structures, LIPSS. At low fluences the complete irradiation area was covered with LIPSS, see fig. 7 (c,e). With increasing fluence the thin film could be removed in the centre part of the irradiation, see fig. 7 (d,f). In the centre a selective ablation could be achieved without damaging the underlying substrate and remaining residuum. However, due to the Gaussian beam distribution, the ablation edge was still covered with LIPSS, reducing the structuring quality and the resolution. By increasing the fluence or decreasing of the pulse distance the substrate material was damaged, see fig. 7 (b).

Both structuring techniques were not appropriate to complete remove the thin NiCr film with high resolution, uniform edges as well as free from residuum and undesired structures.

4. Conclusion

The selective structuring of 200 nm thin nickel-chromium alloy films on glass substrate was investigated using femtosecond laser radiation. The ablation of film and rear side irradiation was compared.

Different ablation morphologies were observed for film and rear side ablation. The ablation process for film side irradiation was defined by melting. The ablation area was covered with melt residuum at low pulse numbers. By increasing the pulse number a selective structuring could be achieved, however, the outer rim of the irradiation area was covered with undesired periodic structures, reducing the ablation quality. For rear side irradiation, the ablation was characterized by delamination. The most part of the thin film could be removed in solid state. However, after single pulse irradiation a thin boundary layer remained. By applying a second pulse, this boundary layer could be removed and a selective thin film structuring without remaining residuum or visible heat effected zone was achieved. Rear side ablation led to much better ablation quality compared to film side irradiation for multiple pulse structuring.

The threshold for complete ablation of the 200 nm thin NiCr film was 5 times lower for rear side irradiation compared to film side irradiation. Furthermore, a lower pulse number was necessary for selective ablation of the NiCr film for rear side ablation. Therefore, rear side ablation was much more efficient compared to film side irradiation.

However, line structuring revealed a limited applicability for both ablation processes. In the case of rear side irradiation the delamination resulted in irregular edges of the tranches and fragments of the film were spread over the ablation area. For film side irradiation the the ablation edge was covered with undesired structures, due to the Gaussian beam profile. Therefore, the ablation quality, the resolution and the applicability was reduced.

Acknowledgements

The authors thank the European Social Fund for Germany (ESF) for funding the Project ULTRALAS No. 8221818. This project is co-financed by tax revenue on the basis of the budget adopted by the Saxon Landtag.



Europäische Union

Europa fördert Sachsen.



Europäischer Sozialfonds



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

References

- [1] I. H. Kazi, P. M. Wild, T. N. Moore, et al. *Thin Solid Films*, 433, (2003), 337-343.
- [2] I. H. Kazi, P. M. Wild, T. N. Moore, et al. *Thin Solid Films*, 515, (2006), 2602-2606.
- [3] M. Danisman, N. Cansever, *Journal of Alloys and Compounds*, 493, (2010), 649-653.
- [4] S. Vinayak, H. P. Vyas, V. D. Vankar, *Thin Solid Films*, 515, (2007), 7109-7116
- [5] S. Vinayak, H. P. Vyas, K. Muraleebharan, et al. *Thin Solid Films*, 514, (2006), 52-57.
- [6] B. N. Chichkov, C. Momma, S. Nolte, et al. *Appl. Phys. A*, 63, (1996), 109-115
- [7] W. J. Wang, K. D. Wang, G. D. Jiang, et al. *Proc. IMechE*, 255, (2010), 520-527
- [8] G. Heise, M. Domke, J. Konrad, et al. *J. Phys. D*, 45, (2012), 315303
- [9] G. Heise, J. Konrad, S. Sarrach, et al. *Proc. of SPIE*, 7925, (2011), 792511
- [10] H. P. Huber, M. Englmaier, C. Hellwig, et al. *Proc. of SPIE*, 7203, (2009), 72030 R
- [11] W. Wang, G. Jiang, X. Mei, et al. *Appl. Surf. Sci.*, 256, (2010), 3612-3617
- [12] G. Heise, M. Englmaier, C. Hellwig, et al. *Appl. Phys. A*, 102, (2011), 173-178
- [13] M. Domke, S. Rapp, M. Schmidt, et al. *Appl. Phys. A*, 109, (2012), 409-420
- [14] J. Sotrop, A. Kersch, M. Domke, et al. *Appl. Phys. A*, 113, (2013), 397-411
- [15] L. Pabst, R. Ebert, H. Exner, *Physics Procedia*, 83, (2016), 104-113
- [16] L. Pabst, F. Ullmann, et al. *Appl. Phys. A*, 124, (2018), 241
- [17] J. M. Liu, *Opt. Lett.* 7, (1982), 196
- [18] Y. Jee, M. F. Becker, M. Waler, *Journal of Optical Society of America B*, 5, (1988), 648-659

DYNAMIK DES KOMPLEXEN BRECHUNGSINDEXES VON GOLD NACH ANREGUNG MIT ULTRAKURZ GEPULSTER LASERSTRAHLUNG

Theo Pflug, Markus Olbrich und Alexander Horn
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, 09648, Mittweida

Die physikalischen Vorgänge bei der Materialbearbeitung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung werden durch Kombination von Anrege-Abfrage Messtechnik und Modellierung untersucht. Die Ellipsometrie ermöglicht die Messung der Änderung des komplexen Brechungsindex $\tilde{n} = n - ik$ des bestrahlten Materials als Folge der Anregung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung. Dadurch können Rückschlüsse auf die Elektronen- und Phononendynamik während und nach der Anregung gezogen und somit die Wechselwirkung von Laserstrahlung mit Materie besser verstanden werden. Der in dieser Arbeit vorgestellte experimentelle Anrege-Abfrage Aufbau ermöglicht örtlich, zeitlich und spektroskopisch aufgelöste Ellipsometrie, Reflektometrie und Schattenfotografie. Anhand der gemessenen ellipsometrischen Parameter Δ und Ψ von Gold können der Brechungsindex n und der Extinktionskoeffizient k für ein effektives Medium oder ein Schicht- bzw. Gradientensystem rekonstruiert werden. Mit Hilfe dieser Parameter und deren Relaxationszeiten sollen Informationen über die thermophysikalischen Parameter wie Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität von Gold gewonnen werden, damit bislang in diesen kurzen Zeitskalen messtechnisch nicht zugängliche Größen bestimmt werden.

1 Einleitung

Steigende Anforderungen an die resultierende Oberflächenqualität und Prozesseffizienz bei der Erzeugung von Mikrostrukturen mittels Laserstrahlung setzen ein umfassendes Prozessverständnis der Laserstrahlung-Materie Wechselwirkung voraus [1]. In diesem Artikel wird die Wechselwirkung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit Gold mittels Pump-Probe Messtechnik [2] untersucht. Dabei wird die Änderung der optischen Eigenschaften (komplexer Brechungsindex \tilde{n}) während der Materialanregung und -modifikation infolge der Bestrahlung mittels zeit- und orts aufgelöster Ellipsometrie [3] detektiert. Die gemessene Dynamik des komplexen Brechungsindex liefert wichtige Informationen, um anschließende theoretische Simulationen der physikalischen Prozesse zu ermöglichen [4].

2 Material und Methoden

Ein Ti:Saphir Lasergerät (1, Coherent Inc. Astrella, 800 nm, 35 fs, 7,5 mJ, 1 kHz) emittiert Strahlung mit einer gaußähnlichen zeitlichen und räumlichen Intensitätsverteilung. Alle Experimente werden mit Einzelpulsen durchgeführt. Ein optisch parametrischer Verstärker (2, Light Conversion Inc., TOPAS Prime, $240 \text{ nm} \leq \lambda \leq 20 \mu\text{m}$) wird zur Frequenzkonversion der verwendeten Laserstrahlung benutzt.

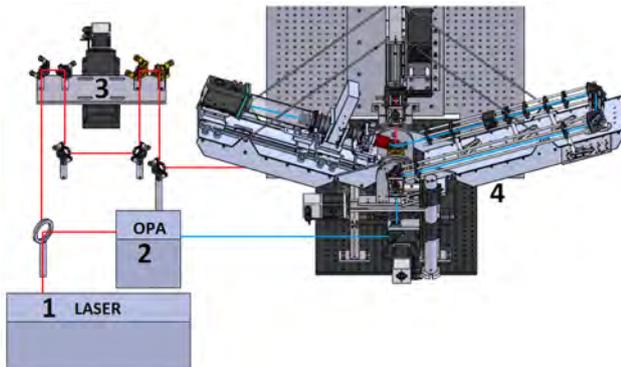


Bild 1: Pump-Probe-Aufbau bestehend aus Laserstrahlungsquelle 1, optisch parametrischem Verstärker 2, Verzögerungsstrecke 3 und entwickeltem Ellipsometer 4.

Die Einzelpulse der ultrakurz gepulsten Laserstrahlung werden in Pump- (800 nm) und Probestrahlung (420 nm und 560 nm) geteilt. Mittels Verzögerungsstrecke (3) können die optischen Weglängen von Pump- und Probestrahlung relativ zueinander variiert werden. Die Pumpstrahlung wird auf die Goldoberfläche fokussiert, wodurch das Material angeregt, erhitzt und ablatiert werden kann. Die Änderung des Reflexionsvermögens der Probelaserstrahlung an der angeregten Goldoberfläche wird polarisationsabhängig im ellipsometrischen Aufbau (4) detektiert. Die zeitliche und örtliche Auflösung beträgt $\Delta t \approx 40 \text{ fs}$ und $\Delta x < 1 \mu\text{m}$ [2, 5]. Das Ellipsometer basiert auf der Methode eines rotierenden Kompensators.

Das Probenmaterial besteht aus einer 170 nm dicken Goldschicht und einer 30 nm Chrom Haftvermittlerschicht auf einem Glassubstrat. Die mittels Konfokalmikroskopie bestimmte Oberflächenrauheit beträgt $R_a = (2,7 \pm 0,8) \text{ nm}$. Bei der Bestrahlung der Goldoberfläche mit fokussierter Laserstrahlung werden zwei Ablationsregime in Abhängigkeit der Pulsenergie detektiert (Bild 2).

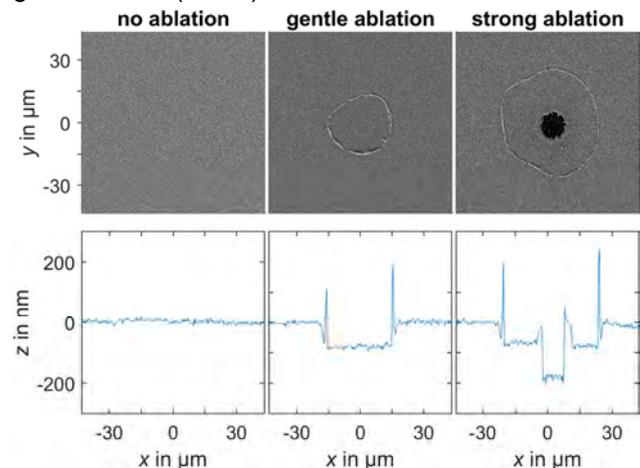


Bild 2: Mittels REM detektierte Oberflächenstrukturen nach Bestrahlung mit Pump Laserstrahlung resultierend in keiner, gentle und strong Ablation.

Das sogenannte gentle Regime [6] ist durch eine konstante Abtragtiefe von etwa 80 nm gekennzeichnet.

Das strong Regime [7] verzeichnet eine komplette Ablation der Gold- und Chromschicht bis zum Substrat.

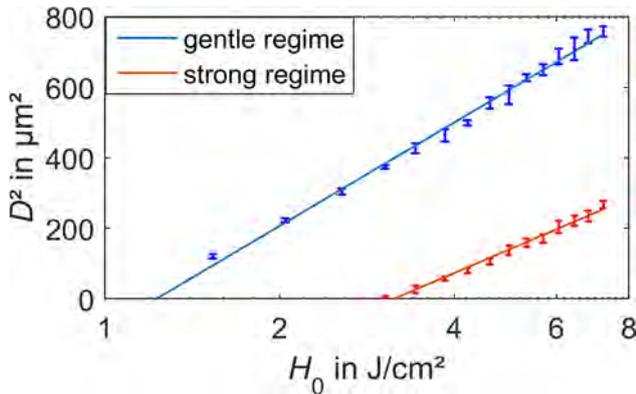


Bild 3: Quadrat des Strukturdurchmessers als Funktion der Fluenz der verwendeten Pumplaserstrahlung nach der Methode nach Liu.

Mittels der Methode nach Liu [8] werden die Strahlabmessung von $w_0 = 18 \mu\text{m}$ und die Schwellfluenzen für gentle und strong Ablation von $H_{\text{thr,gentle}} = 1,2 \text{ J/cm}^2$ und $H_{\text{thr,strong}} = 3,2 \text{ J/cm}^2$ bestimmt (Bild 3).

3 Experimentelle Ergebnisse

Das Probenmaterial Gold wird mit Einzelpulsen ultrakurz gepulster Laserstrahlung der Wellenlänge $\lambda = 800 \text{ nm}$, der Pulsdauer $\tau_H = 35 \text{ fs}$ und der Fluenz $H_0 = 0,4 \text{ J/cm}^2$ angeregt. Somit wird kein Materialabtrag induziert. Die mittels Konfokalmikroskopie untersuchte Topologie der Goldoberfläche ist vor und nach der Bestrahlung identisch, weshalb ein reversibler Prozess angenommen wird. Die Änderung der ellipsometrischen Parameter $\Delta(t, \vec{r})$ und $\Psi(t, \vec{r})$ [3] von Gold während und nach der Bestrahlung mit Pumplaserstrahlung wird mittels Probelaserstrahlung detektiert. Die Wellenlänge der Probelaserstrahlung wird dabei so eingestellt, dass die elektronischen Zustände oberhalb ($\lambda = 420 \text{ nm}$) und unterhalb ($\lambda = 560 \text{ nm}$) des Interbandübergangs von Gold bei $E_{\text{ITT}} = 2.47 \text{ eV}$ (entspricht 500 nm) [9, 10] abgefragt werden. Da die optische Eindringtiefe der Pumplaserstrahlung in Gold etwa 20 nm beträgt, wird der komplexe Brechungsindex \tilde{n} für Gold als effektives Medium [3] aus den ellipsometrischen Parametern Δ und Ψ abgeleitet.

Die zeit- und ortsaufgelöste Änderung der ellipsometrischen Parameter und der abgeleitete komplexe Brechungsindex bestehend aus Brechungsindex $n(420 \text{ nm})$ und Extinktionskoeffizient $k(420 \text{ nm})$ ändern sich nahezu instantan nach der Bestrahlung durch Anregung des Elektronensystems des Probenmaterials [11] (Bild 4).

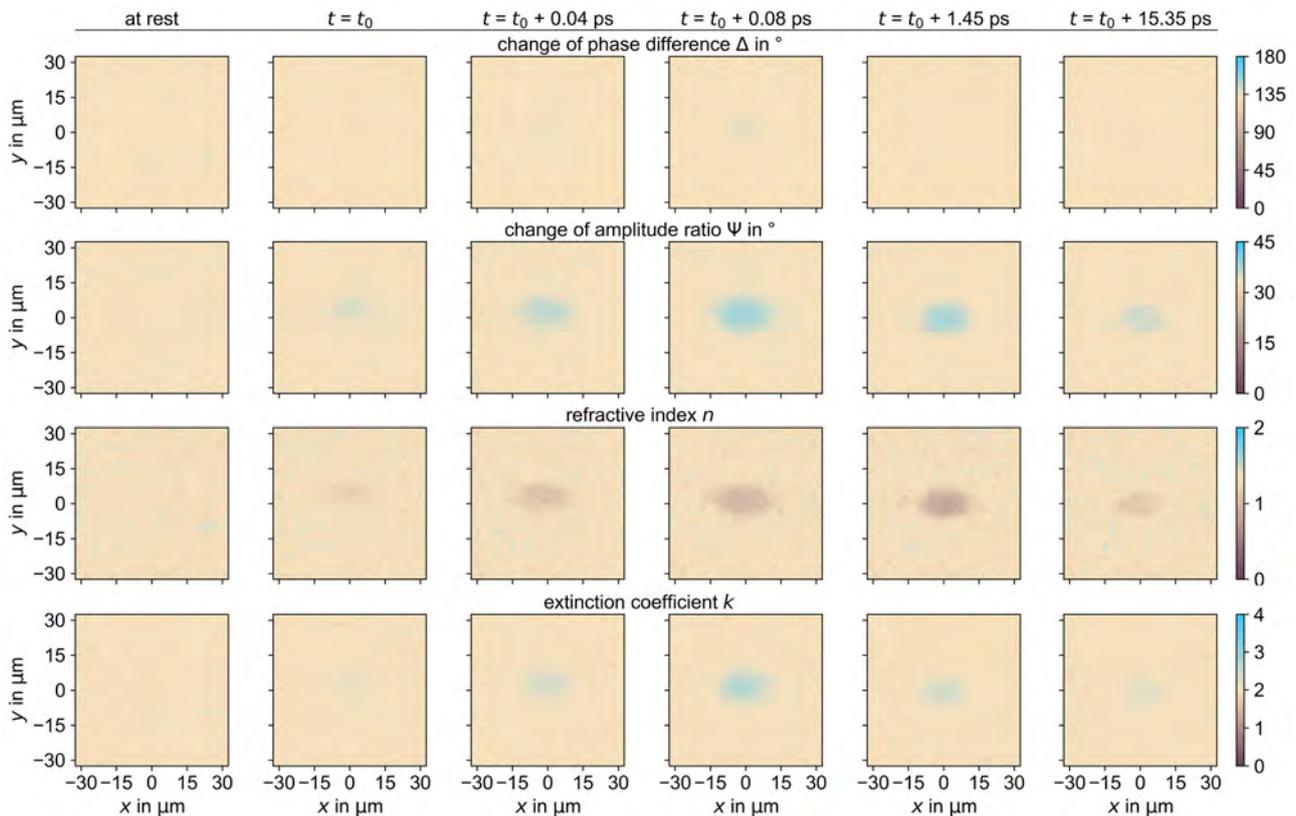


Bild 4: Orts- und zeitaufgelöste ellipsometrische Parameter Δ und Ψ von Gold nach Anregung mit Einzelpulsen ultrakurz gepulster Pumplaserstrahlung (800 nm , 35 fs) unterhalb der Ablationsschwelle mit einer Fluenz von $H_0 = 0.4 \text{ J/cm}^2$ und für ein effektives Medium betrachtete abgeleitete optische Eigenschaften Brechungsindex n und Extinktionskoeffizient k für die Probelaserstrahlung der Wellenlänge $\lambda = 420 \text{ nm}$.

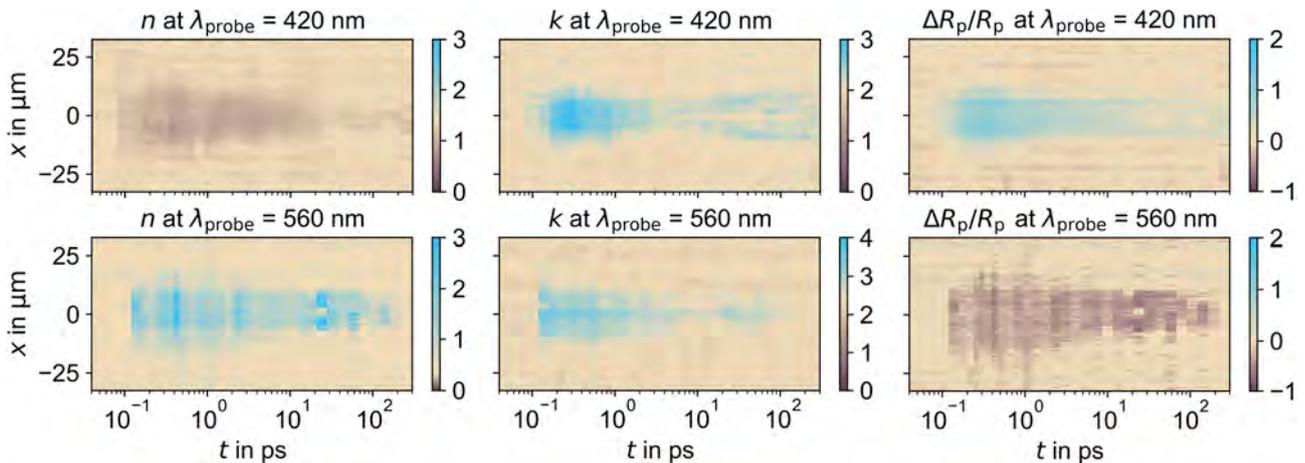


Bild 5: Vergleich der orts- und zeitaufgelösten optischen Eigenschaften Brechungsindex n (linke Spalte) und Extinktionskoeffizient k (mittlere Spalte) von Gold nach Anregung mit Pump Laserstrahlung (800 nm, 35 fs) unterhalb der Ablationsschwelle mit einer Fluenz von $H_0 = 0.4 \text{ J/cm}^2$ für die Wellenlängen 420 nm und 560 nm der Probelaserstrahlung und die anhand der experimentellen Ergebnisse abgeleitete Änderung der relativen Reflektivität für parallele Polarisation der Probelaserstrahlung.

Zur besseren Übersicht aller Messdaten werden die Querschnitte der Daten aus Bild 4 an der Position $y = 0 \text{ } \mu\text{m}$ als Funktion der Zeit dargestellt (Bild 5). Nach Bestrahlung mit Pump Laserstrahlung sinkt die Brechzahl auf $n < 1$ für 420 nm und steigt auf $n > 1$ für 560 nm der Probelaserstrahlung. Der Extinktionskoeffizient steigt unabhängig von der Wellenlänge der Probelaserstrahlung. Dies bedeutet, dass auch der Absorptionskoeffizient für beide Wellenlängen steigt und die optische Eindringtiefe verringert wird. Ein Brechungsindexunterschied von $\Delta n < 0$ führt zu einer behinderten Propagation der Strahlung im Material. $\Delta n > 0$ begünstigt eine Propagation der Strahlung in das Medium. Dies resultiert jeweils in einer erhöhten oder verringerten relativen Reflektivität $\Delta R/R$.

4 Diskussion

Die erhöhte Extinktion $\Delta k > 0$ der Probelaserstrahlung im Medium hat je nach verwendeter Wellenlänge von 420 nm oder 560 nm unterschiedliche Ursachen. Bei Bestrahlung mit Probelaserstrahlung von 560 nm und damit einer Photonenenergie $E_v < E_{\text{ITT}}$ können im nicht angeregten Zustand von Gold keine Interbandübergänge der Elektronen in Energieniveaus oberhalb der Fermienergie induzieren [10, 12–14] (Bild 6). Wird das Gold durch Pump Laserstrahlung angeregt, befinden sich einige Elektronen in Energieniveaus oberhalb der Fermienergie und freie Zustände unterhalb der Fermienergie entstehen. Die Probelaserstrahlung der Wellenlänge 560 nm kann nun direkte Interbandübergänge der Elektronen in Zustände unterhalb der Fermienergie anregen. Damit steigt der Absorptionsgrad, die Extinktion im Gold nimmt zu und der Reflexionsgrad sinkt [15]. Bei Bestrahlung mit Probelaserstrahlung von 420 nm und damit einer Photonenenergie $E_v < E_{\text{ITT}}$ können Elektronen über direkte Interbandübergänge in freie Zustände im Leitungsband von Gold angeregt werden. Im angeregten Zustand von Gold nach Bestrahlung mit Pump Laserstrahlung sind die vormals freien Zu-

stände oberhalb der Fermienergie besetzt. Die Wahrscheinlichkeit für einen Interbandübergang durch die Probelaserstrahlung bei 420 nm sinkt somit, da die Dichte möglicher freier Zustände verringert ist. Der Absorptionsgrad sinkt somit. Da die Probelaserstrahlung folglich nur mit quasifreien Elektronen wechselwirkt und die Plasmafrequenz von Gold wesentlich größer als die Laserfrequenz ist, steigt der Reflexionsgrad. Die Propagation der Probestrahlung bei 420 nm wird somit behindert, wodurch die Extinktion scheinbar steigt, da weniger Strahlung in das Material eindringen kann als im Grundzustand von Gold.

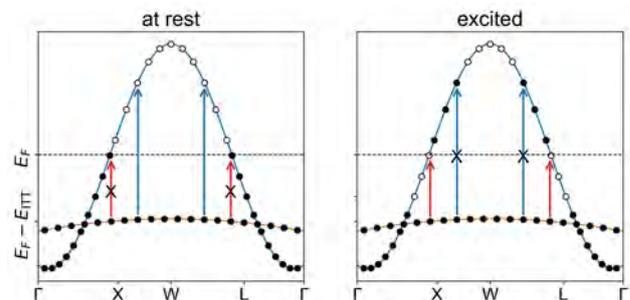


Bild 6: Schematische Darstellung des d (orange) und s/p (blau) Bandes der Bandstruktur von Gold [9] mit besetzten (ausgefüllte Kreise) und unbesetzten Zuständen (leere Kreise) im Grundzustand und angeregten Zustand.

Die Änderung der Propagationseigenschaften der Laserstrahlung im Gold nach Anregung mit Pump Laserstrahlung gilt nicht nur für die exemplarisch untersuchten Wellenlängen 420 nm und 560 nm, sondern beeinflusst auch die optischen Eigenschaften des Materials hinsichtlich der anregenden Strahlung. Da die Änderungen der optischen Eigenschaften innerhalb der ersten Pikosekunden nach Anregung nahezu ausschließlich von den Elektronen bestimmt werden, ändern sich Extinktion, Absorptionsgrad und Reflexionsgrad der anregenden Laserstrahlung noch während der Bestrahlung [16]. Dadurch unterscheidet sich das Verhalten der in das Material real eingebrachte Energie vom Lambert-Beerschen Gesetz im

Grundzustand von Gold. Dieser Effekt wird in zukünftigen Untersuchungen durch spektroskopische ellipsometrische Experimente und sogenannte Selbstreflektivitätsexperimente genauer betrachtet.

5 Zusammenfassung

Das Probenmaterial Gold der Dicke 170 nm wurde mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung der Wellenlänge 800 nm und der Pulsdauer 35 fs unterhalb der Ablationsschwellfluenz angeregt. Pump-Probe Untersuchungen kombiniert mit Ellipsometrie bei den Wellenlängen 420 nm und 560 nm der Probelerstrahlung zeigen einen transienten erhöhten Reflexionsgrad für 420 nm und einen transienten verringerten Reflexionsgrad für 560 nm. Die gegensätzliche Änderung der optischen von Gold bezüglich der Wellenlänge der Probelerstrahlung basiert auf der Anregung von transienten erlaubten und geblockten Interbandübergängen der Elektronen.

Danksagung

Die Autoren danken dem Staatsministerium für Wissenschaft und Kunst (SMWK) für die Finanzierung des Gemeinschaftsprojektes mit der Projektnummer 8222501, dem Europäischen Sozialfonds für Deutschland (ESF) für die Finanzierung der Projekte ULTRALAS II mit der Projektnummer 8222503 und EilaSax mit der Projektnummer 8222504 und der Deutschen Forschungsgemeinschaft mit der Vertragsnummer INST 522/14-1 FUGG.

STAATSMINISTERIUM
FÜR WISSENSCHAFT
UND KUNST



Europa fördert Sachsen.
ESF
Europäischer Sozialfonds



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Gefördert durch



Literaturverzeichnis

- [1] K. Sugioka, Ultrafast Laser Processing: From Micro- to Nanoscale: From Micro- to Nanoscale (CRC Press, Hoboken, 2013)
- [2] T. Pflug, J. Wang, M. Olbrich, M. Frank, A. Horn, Appl Phys A 124, 17572 (2018)
- [3] H. Fujiwara, Spectroscopic ellipsometry: Principles and applications (John Wiley and Sons, Chichester, Hoboken, 2009)
- [4] M.E. Povarnitsyn, V.B. Fokin, P.R. Levashov, Appl. Surf. Sci. 357, 1150 (2015)
- [5] T. Pflug, M. Olbrich, R. Roesch, U.S. Schubert, H. Hoppe, A. Horn, Optics and Lasers in Engineering 111, 130 (2018)
- [6] C. Wu, L.V. Zhigilei, Appl. Phys. A 114, 11 (2014)
- [7] C. Cheng, X. Xu, Phys. Rev. B 72, 165415 (2005)
- [8] J.M. Liu, Opt. Lett. 7, 196 (1982)
- [9] T. Rangel, D. Kecik, P.E. Trevisanutto, G.-M. Rignanese, H. van Swygenhoven, V. Olevano, Phys. Rev. B 86 (2012)
- [10] S.-S. Wellershoff, Untersuchungen zur Energie-relaxationsdynamik in Metallen nach Anregung mit ultrakurzen Laserpulsen (Dissertation.de, Berlin, 2000)
- [11] S.-S. Wellershoff, J. Hohlfeld, J. Gütde, E. Matthias, Appl. Phys. A 69, S99-S107 (1999)
- [12] P.E. Hopkins, J.C. Duda, R.N. Salaway, J.L. Smoyer, P.M. Norris, Nanoscale and Microscale Thermophysical Engineering 12, 320 (2008)
- [13] J. Hohlfeld, J.G. Müller, S.-S. Wellershoff, E. Matthias, Applied Physics B: Lasers and Optics 64, 387 (1997)
- [14] C. Kittel, Introduction to solid state physics (Wiley, Hoboken, NJ, 2011)
- [15] X. Zhang, C. Huang, M. Wang, P. Huang, X. He, Z. Wei, Scientific reports 8, 10499 (2018)
- [16] D.F. Price, R.M. More, R.S. Walling, G. Guethlein, R.L. Shepherd, R.E. Stewart, W.E. White, Phys. Rev. Lett. 75, 252 (1995)

HOCHTEMPERATUR- LASERSTRAHLSINTERN VON GLASPULVERWERKSTOFFEN

Anne-Marie Schwager, Jan Dellith*, Armin Bruder, Hardy Baierl, Patricia Lasch, Andrea Barz, Jens Bliedtner, Volker Reichel, Edda Rädlein**

Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Carl-Zeiss-Promenade 2 07745 Jena

* Leibniz-Institut für Photonische Technologien, Albert-Einstein-Straße 9 07745 Jena

** Technische Universität Ilmenau, Max-Planck-Ring 14, 98693 Ilmenau

Der Einsatz von additiven Technologien für die Fertigung von optischen Komponenten wird gegenwärtig international erforscht und entwickelt. Mittels des selektiven Laserstrahlsinterns bei Hochtemperatur (HT-SLS) können erstmals poröse Formkörper aus Quarzglas additiv hergestellt werden.

Die spezifisch entwickelte Prozesskette beinhaltet die Materialentwicklung, die Prozessentwicklung des HT-SLS sowie die Nachbearbeitungsschritte. Hierzu werden kommerziell erhältliche Glaspulver bezüglich Reinheit, Struktur, Teilchengröße und -form speziell an die Anforderungen des HT-SLS-Verfahrens angepasst. Durch die Entwicklung eines speziellen 3D Druckers sowie durch die Auswahl von materialspezifischen Prozessparametern werden mittels des HT-SLS individuelle, dreidimensionale Formkörper hergestellt.

Das HT-SLS bietet mit der neu entwickelten additiven Anlagentechnik, in Verbindung mit angepassten Pulvermaterialien, einen hohen Innovationsgrad insbesondere bei Materialsystemen, die z.B. aufgrund hoher Verarbeitungstemperaturen bislang nicht favorisiert wurden. Damit ergeben sich völlig neue Möglichkeiten u.a. bei der Fertigung komplexer Bauteile für optische Anwendungen.

1. Einleitung

Die Fertigung komplexer optischer Komponenten durch konventionelle Herstellungsverfahren ist oftmals begrenzt. So führen beispielsweise etablierte Prozesse wie Schleifen, Läppen und Polieren zu einer langen Prozesskette mit hohen Produktionszeiten. Additive Fertigungsverfahren hingegen können komplexe und unkonventionelle Geometrieverhältnisse effizient und flexibel realisieren. Diese werden bereits industriell für Polymere und Metalle eingesetzt. [1]

2. Stand der Technik

Besonders für die additive Herstellung von transparenten Bauteilen werden unterschiedliche Forschungsarbeiten durchgeführt.

Beispielsweise wird das Extrusionsverfahren/ FDM® für Glas angepasst, indem ein Quarzglasfilament durch CO₂-Laserstrahlung aufgeschmolzen und entsprechend der Schichtinformation auf der Bauplattform abgelegt wird. Verwendet werden Filamente aus Quarzglas, Borosilikatglas sowie Kalk-Natronglas mit Durchmessern von $d = 0,5...3$ mm. Mit dieser Verfahrenstechnologie können optisch transparente Bauteile hergestellt werden. [2]

Des Weiteren wird das Extrusionsverfahren für Kalk-Natronglas weiterentwickelt, indem ein Schmelzofen und eine beheizbare Prozesskammer verwendet werden. Durch eine separat beheizte Düse wird die Glasschmelze definiert vom Schmelzofen auf die Bauplattform in der beheizten Prozesskammer geleitet. In dieser Prozesskammer ist eine kontrollierte Abkühlung möglich, wodurch eine spannungsbedingte Rissbildung am hergestellten Bauteile vermieden wird. Es konnten transparente Bauteile mit einer Einzelschichthöhe von $h = 4,5$ mm zu Dekorationszwecken gefertigt werden. [3]

Auch die Stereolithographie kann zur Herstellung komplexer dreidimensionaler Glasbauteile eingesetzt

werden. Es wird ein reaktiver Nanokomposit verwendet, der aus einem UV-härtenden Monomer und nanoskaligem Quarzglaspulver besteht. Diese wird entsprechend der jeweiligen Schichtgeometrie durch UV-Strahlung selektiv belichtet und ausgehärtet. In einem weiteren Prozessschritt wird der Grünkörper thermisch entbindert und somit der Polymeranteil entfernt. Die Dichte des porösen Grünkörpers wird durch einen Sinterschritt bei 1300°C erhöht, wodurch transparente Bauteile hergestellt werden können. [4]

In Wang et al. werden erstmals poröse Glasbauteile aus SiO₂-Pulver durch das selektive Laserstrahlsintern hergestellt. Als Einflussgrößen werden verschiedene Partikelgrößen und -formen sowie die Schichtdicke, die Laserleistung und die Scangeschwindigkeit ermittelt. Partikelgrößendurchmesser im Bereich von $d_p = 30...60$ µm, Schichtdicken von $h = 75...125$ µm und Laserleistungen von $P > 45$ W werden verwendet, um Bauteile mit einer theoretischen Dichte von $\rho_R = 44$ % zu erreichen. [5]

Mittels Hochtemperatur-Laserstrahlsintern (HT-SLS) werden Untersuchungen zur weiteren Erhöhung der Dichte und damit der Bauteilqualität durchgeführt.

3. Verfahrensentwicklung und Versuchsaufbau

Um mittels des HT-SLS poröse Formkörper aus SiO₂-Pulvern zu erzeugen, sind die folgenden Prozessschritte entsprechend der verfahrensspezifischen Prozesskette, dargestellt in Abbildung 1, notwendig.

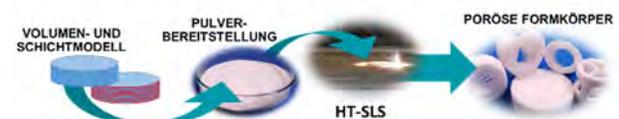


Abbildung 1: Verfahrensspezifische Prozesskette des Laserstrahlsinterns bei hohen Temperaturen

Zunächst werden Geometriedaten erzeugt, indem das Volumenmodell (CAD-Datei) in die erforderliche Schichtfolge und -anzahl segmentiert wird. Anschließend ist die Pulverauswahl, -aufbereitung und -cha-

rakterisierung notwendig, um im nächsten Prozessschritt die porösen Glasformkörper durch das HT-SLS in einem speziellen Versuchsaufbau herzustellen. [6]

Die Pulverpräparation und -bereitstellung bildet die Grundlage zur Bildung der notwendigen homogenen Pulverschichten für das HT-SLS. Untersucht werden SiO₂-Pulvermaterialien mit sphärischer sowie mit unregelmäßiger spratziger Partikelform.

Sphärische SiO₂-Pulvermaterialien sind kommerziell nicht verfügbar und werden durch eine Mikrowellenplasmabehandlung aus nanoskaligen Sootmaterial, ein Nebenprodukt der synthetischen Quarzglasproduktion, hergestellt, s. Abbildung 2.



Abbildung 2: Technologiekette zur Herstellung sphärodisierter Glaspartikel mittels eines Niederleistungs- Mikrowellenplasmas [7]

Neben thermischen und thermisch-chemischen Verfahrensschritten zur Reinigung, Verdichtung und Trocknung des Pulvers konzentriert sich die Technologiekette auf die Hochtemperaturbehandlung mit einem Niederleistungs-Mikrowellenplasma. Mit einer Generatorleistung von 3,5 kW werden Temperaturen zwischen $T = 3000 \dots 4000 \text{ °C}$ erreicht, wodurch eine kontaminationsfreie und effiziente Verglasung bei gleichzeitiger Sphäroidisierung der amorphen Einzelpartikel ist möglich ist. Die realisierten Partikelgrößen liegen, abhängig von den verwendeten Ausgangspulvern, zwischen $d = 50 \dots 100 \text{ μm}$. [7]

Aufgrund der hohen Anforderungen, wie z.B. hohe Schmelztemperaturen und erforderliche Reinheit, ist die Herstellung eines geeigneten Pulvermaterials komplex, weshalb auch kommerziell erhältliche SiO₂-Pulvermaterialien mit spratziger und unregelmäßiger Partikelform untersucht werden.

Das HT-SLS für Glaspulverwerkstoffe ist eine Weiterentwicklung des etablierten selektiven Laserstrahlsinterverfahrens (SLS) für Kunststoffe und Metalle. Beim SLS wird für die Erzeugung einer festen Materialschicht zunächst das Pulvermaterial mittels eines Transportsystems auf der Bauplattform bereitgestellt und durch scannende Laserstrahlung selektiv an- oder aufgeschmolzen. Infolge von Wärmeleitung und der damit verbundenen Abkühlung wird ein fester Schichtkörper generiert. Anschließend wird die Bauplattform um den Betrag der Schichtdicke abgesenkt und das Pulvermaterial erneut auf die Bauplattform aufgebracht. Dieser Prozesszyklus wird bis zur Fertigstellung des dreidimensionalen Bauteils stetig wiederholt. Pulvermaterial, welches nicht durch die Laserstrahlung thermisch aktiviert wird, verbleibt als Stütz- und Isolationsmaterial im Bauraum. Abschließend wird das Bauteil entnommen, die Stützstruktur durch mechanisch trennende Verfahren entfernt und

das restliche Pulvermaterial recycelt. [1]

Für das HT-SLS wird ein individueller Versuchsaufbau realisiert, s. Abbildung 3, um die Verwendung von Glaspulverwerkstoffen zu ermöglichen.

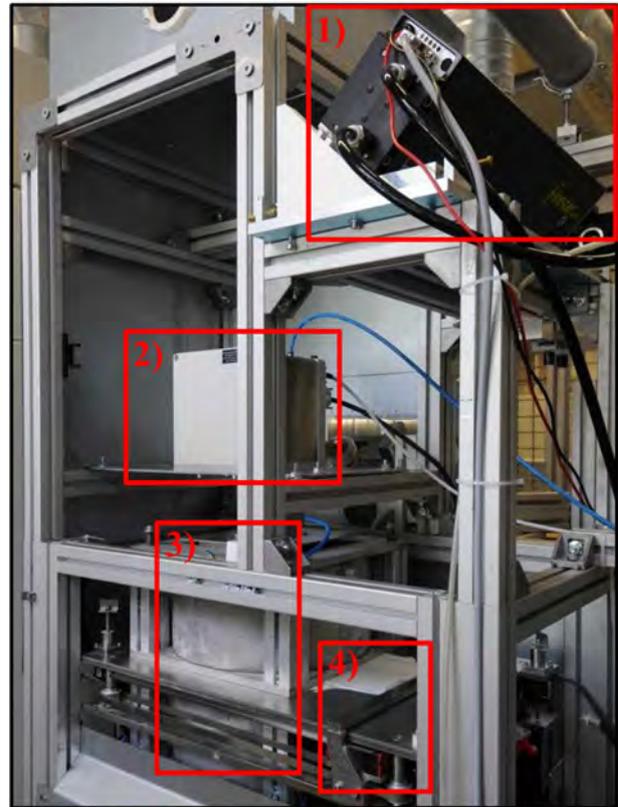


Abbildung 3: HT-SLS Versuchsaufbau: 1) CO₂-Laser mit $P = 150 \text{ W}$; 2) Galvanometer Scanner & F-Theta Objektiv mit $2w_F = 320 \text{ μm}$; 3) Wärmekammer mit ZnSe-Einkoppelndfenster und Bauplattform; 4) Pulverreservoir und Pulvertransporteinrichtung

Auf Grund der hohen Absorption von CO₂-Laserstrahlung (1) an Glasoberflächen, wird diese für das HT-SLS verwendet. Die Laserstrahlung wird mittels Umlenkspiegel und einem geeigneten Scansystem sowie einer Fokussieroptik (2), welche einen Fokussdurchmesser von $2w_F = 320 \text{ μm}$ realisiert, in die Wärmekammer (3) eingekoppelt. Durch diese werden Bauraumtemperaturen bis zu $T = 1000 \text{ °C}$ erreicht. Mittels des Transportsystems (4), bestehend aus Rake und/ oder Walze, wird das Pulvermaterial vom Pulverreservoir auf der Bauplattform homogen verteilt. Des Weiteren werden lediglich nichtmetallische Baumaterialien verwendet, um ungewollte Pulverkontaminationen zu vermeiden. Durch eine abschließende Ultraschallreinigung werden nicht aktivierte Pulverpartikel beseitigt.

4. Ergebnisse und Diskussion

Mittels HT-SLS können dreidimensionale poröse Formkörper aus spratzigen und sphärischen SiO₂-Pulver gefertigt werden. In Abbildung 4 ist die spratzige (links) sowie die durch das Niederleistungs-Mikrowellenplasma erzeugte sphärische (rechts) Pulverpartikelform dargestellt.

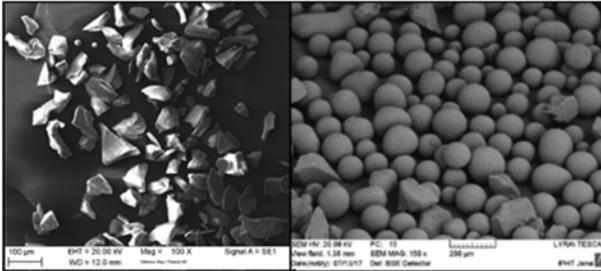


Abbildung 4: REM- Aufnahme der spratzen (links) und sphärischen (rechts) Pulverpartikelform

Diese Pulvermaterialien werden durch eine konventionelle Siebung auf den Partikelgrößenbereich von $d = 30 \dots 200 \mu\text{m}$ fraktioniert. Mittels Laserbeugung können mittlere Partikeldurchmesser von $d_{(50)} = 55 \mu\text{m}$ für sphärische Partikelformen und $d_{(50)} = 65 \mu\text{m}$ für unregelmäßig geformte Pulverpartikel bestimmt werden. In Abbildung 5 ist die Partikelgrößenverteilung der Pulvermaterialien dargestellt.

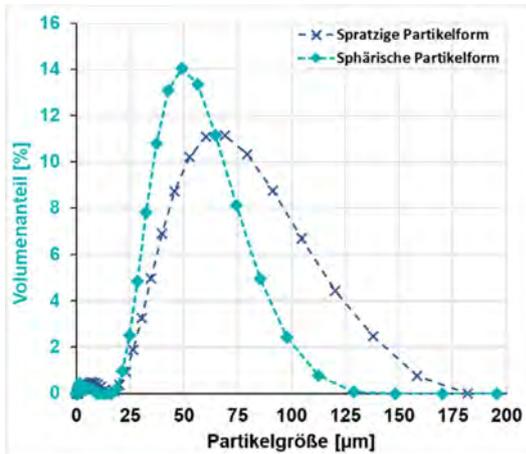


Abbildung 5: Partikeldurchmesserverteilung der beiden verwendeten Pulvermaterialien

Mittels der dargestellten Partikeldurchmesserverteilung der beiden Pulvermaterialien sowie der entwickelten Anlagentechnik können flache und homogene Pulverschichten mit Schichthöhen von $h = 60 \dots 500 \mu\text{m}$ erzeugt werden, s. Abbildung 6.



Abbildung 6: Homogene Pulverschicht auf der Bauplatzform

Generell lässt sich beim HT-SLS von SiO_2 - Pulver ein konischer Plasmakegel beobachten. Diese induzierten Plasmawolken beeinflussen insbesondere die Laserstrahleinkopplung. Für den HT-SLS Prozess wird angenommen, dass es sich um absorptionsfördernde

Plasmawolken handelt. Indiz hierfür ist die Prozess-temperatur unterhalb der Erweichungstemperatur sowie die kegelförmige Ausprägung des Plasmas. Durch die geringe Absorptionslänge der Laserstrahlung ($\lambda = 11,5 \mu\text{m}$) und die geringe Wärmeleitfähigkeit von Quarzglas ($\kappa = 2,3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) im Vergleich zu Metallen (Kupfer z. B. $\kappa = 390 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$), ist eine Absorptionsverbesserung durch die LSC Wellen prozessfördernd. [1]

Zusätzlich führt die pulverbettbedingte, makroskopische Oberfläche, mit einer zufälligen Anordnung unterschiedlich großer Pulverpartikel, und die, durch die entstehenden Zwischenräume, damit einhergehenden Strahlfallen zu einer Mehrfachreflexion der CO_2 -Laserstrahlung, welche wiederum zu einer Absorptionserhöhung führen. Es wird angenommen, dass durch die Kombination der LSC-Wellen, der Vorwärmtemperatur und die pulverbedingten, natürlichen Strahlfallen im Pulverbett, eine verbesserte Einkopplung der Laserstrahlung und somit eine Erhöhung der typischen Absorptionslänge und Wärmeleitung stattfindet. Basierend auf diesen Annahmen werden die Schichtstruktur sowie -verbund untersucht. In Abbildung 7 ist der vertikale Schichtverbund für beide Pulvermaterialien bei einer Schichthöhe von $h = 150 \mu\text{m}$ dargestellt.

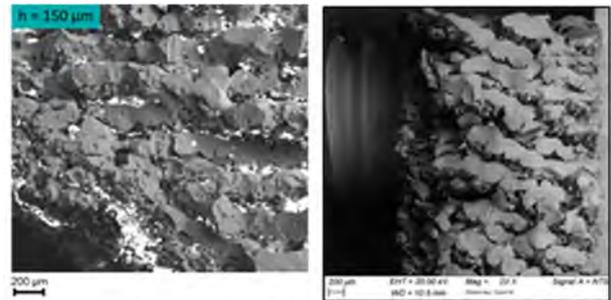


Abbildung 7: REM- Aufnahme des Schichtverbunds bei der Verwendung von sphärischen (links) und spratzen (rechts) Glaspulvermaterialien

Es ist eine charakteristische vertikale Schichtstruktur mit einem Schichtverbund von ebenfalls $h = 150 \mu\text{m}$ bei beiden Pulvermaterialien ersichtlich. Des Weiteren weisen die Schichten verglaste Stränge auf welchen einzelne nicht verschmolzene Pulverpartikel haften. Die abgebildeten Formkörper weisen eine Bauteildichte von $\rho = 65 \%$ auf.

Des Weiteren werden die horizontalen Schichtstrukturen, im Vergleich zu konventionell hergestellten porösen Glasformkörpern (Glasfritten), untersucht, um weitere Informationen über die Bauteilqualität zu erhalten, s. Abbildung 8.

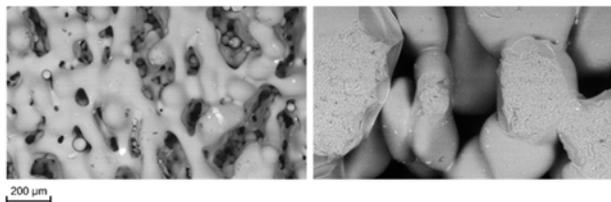


Abbildung 8: REM-Analyse der horizontalen Schichtstruktur eines HT-SLS Bauteils (links) und einer Glasfritte (rechts)

Beide Proben weisen eine poröse, teilweise dichte und verglaste Oberflächenstruktur mit vernetzten Verglasungssträngen auf, an denen nichtverschmolzene Pulverpartikel durch das HT-SLS haften. Die gesinterten Schichtstrukturen der Glasfritte sind deutlich größer, jedoch lassen sich ähnliche Porendurchmesser feststellen. Diese werden durch den Bubble-Point-Test nach DIN ISO 400 quantitativ bewertet und Porendurchmesser für die Glasfritte von $d = 133 \pm 3,7 \mu\text{m}$ sowie für das HT-SLS Bauteil von $d = 108 \pm 2,5 \mu\text{m}$ ermittelt.

Des Weiteren lassen sich Sinterhalsausprägungen bei beiden Schichtstrukturen identifizieren, wodurch ein Festphasensinterprozess angenommen wird. Weitere Indikationen sind die erreichte Strukturdichte von $p = 65 \%$ und eine Prozesstemperatur unterhalb der Erweichungstemperatur von Quarzglas durch das HT-SLS. Für eine weitere Dichtezunahme und damit die Verdichtung der Poren ist nach [8] eine längere Sinterzeit oder eine Flüssigphasensinterung, die einen plastischen Verlauf impliziert, erforderlich.

Des Weiteren wird der Einfluss der Scanstrategie auf die Bauteilqualität untersucht. Grundsätzlich wird bei konventionellen Laserstrahlsinterverfahren das s. g. Hülle-Kern-Scanprinzip mit einer linienförmigen Laserstrahlführung empfohlen. Hierzu wird zunächst die Außenkontur der Schichtgeometrie durch eine Umrandung (borderline) gelasert und anschließend die Innenfläche gefüllt (hatchen). [1] Beim HT-SLS konnten durch dieses Scanprinzip, bedingt durch das Außenkonturscannen, scharf abgegrenzte Bauteilkonturen festgestellt werden.

5. Zusammenfassung

Dreidimensionale Bauteile aus sphärischen und spratzigen SiO_2 -Pulvern können mit Dichten von $p_R = 65 \%$ durch das HT-SLS additiv hergestellt werden. Ein Partikelgrößenbereich von $d = 30 \dots 200 \mu\text{m}$ ermöglicht eine homogene Pulververteilung auf der Bauplattform.

Spratzige Pulvermaterialien sind kommerziell erhältlich und werden durch konventionelle Siebverfahren mit einem mittleren Partikeldurchmesser von $d(50) = 65 \mu\text{m}$ verwendet.

Sphärische Pulverpartikelformen hingegen werden durch ein Niederleistungs-Mikrowellenplasma in einem mehrstufigen Prozess aus nanoskaligen Sootmaterialien mit einem mittleren Partikeldurchmesser von $d(50) = 55 \mu\text{m}$ hergestellt.

Bei beiden Glaspulvervarianten werden mit Schichthöhen von $h = 150 \mu\text{m}$ die beste vertikale Schichtverbindung und damit die höchste Dichte erreicht. Des Weiteren lassen sich Porendurchmesser im Bereich von $d = 108 \pm 2,5 \mu\text{m}$ sowie Sinterhalsausprägungen feststellen.

In Abbildung 9 sind beispielsweise mittels des HT-SLS gefertigte poröse Formkörper dargestellt



Abbildung 9: Mittels HT-SLS gefertigte poröse Glasformkörper

Danksagung

Diese Forschungsarbeiten wurden Verbundprojekt „OpTec4.0“ mit dem Förderkennzeichen 13FH003IA6 der Förderlinie „IngenieurNachwuchs-Kooperative Promotion“ im Rahmen des Programms „Forschung an Fachhochschulen“ des Bundesministeriums für Bildung und Forschung durchgeführt.

Besonderer Dank gilt der Firma Qsil –Quarzglas-schmelze Ilmenau–, für die Bereitstellung des Pulvermaterials.

Literaturverzeichnis

- [1] Bliedner, J., Müller H. and Barz A. „Lasermaterialbearbeitung, Grundlagen- Verfahren- Anwendungen- Beispiele“ Carl Hanser Verlag, 2013. - ISBN 978-3-446-42168-4.
- [2] Luo, J. et al, „Additive manufacturing of glass for optical applications“ SPIE, 2016. - 9738.
- [3] Klein, J. et al, „Additive Manufacturing of Optically Transparent Glass“ 3D PRINTING AND ADDITIVE MANUFACTURING. - 2015. - p. 92-105.
- [4] Kotz, F. und et al. Three-dimensional printing of transparent fused silica glass. s.l. : Springer Nature, 2017. Macmilan Puplishers Limited. DOI: 10.1038/nature22061.
- [5] Wang, H. et al, „Selective laser sintering of quartz powder“ Proceedings of the Solid Freeform Fabrication Symposium, 1997, University of Texas at Austin
- [6] Schwager, J. Bliedner, A. Bruder, K. Götze, "Manufacturing of three dimensional silicate moldings by selective laser beam sintering" Proc. SPIE10448, Optifab 2017, 1044824 (16 October 2017); doi: 10.1117/12.2279691
- [7] Rochlitzer, S. et al, "Plasmabasierte Präparation funktionalisierter SiO_2 -Pulvermaterialien für das selektive Lasersintern bei Hochtemperatur", 11. Jenaer Lasertagung, DVS-Berichte Band 346, 2019: - ISBN: 978-3-96144-039-9
- [8] König M. "Herstellung und Charakterisierung des Sinterverhaltens von dünnen Schichten und Massivkörpern aus nanoskaligem Zinkoxid". – Darmstadt, Germany

FREI FORMBARE AUSGANGSIMPULSMUSTER IM GHZ-BEREICH BEI DURCHSCHNITTSLEISTUNGEN >1KW

Fabian Stutzki¹, Christian Gaida¹, Florian Just¹, Arno Klenke^{2,3}, Armin Hoffmann¹, Sven Breitkopf^{1,*}, Tino Eidam¹, Marco Kienel¹ and Jens Limpert^{1,2,3,4}

1. Active Fiber Systems GmbH, Ernst-Ruska-Ring 17, 07745 Jena, Germany

2. Institut für Angewandte Physik, Abbe Center of Photonics, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Albert-Einstein-Str. 15, 07745 Jena, Germany

3. Helmholtz-Institut Jena, Fröbelstieg 3, 07743 Jena, Germany

4. Fraunhofer Institut für Angewandte Optik und Feinmechanik, Albert-Einstein-Str. 7, 07745 Jena, Germany
*breitkopf@afs-jena.de

Wir präsentieren ein neuartiges Konzept zur Erzeugung von GHz-Pulszügen und deren zeitliche einzelpulsgenaue Modulation. Beide Technologien lassen sich bei nahezu beliebigen Leistungswerten verwenden, d.h. zum ersten Mal sind, sowohl für kontinuierlich emittierende als auch für (Ultra-)Kurzpulslaser, Schaltzeiten im Pikosekunden-Bereich bei multi-kW Durchschnittsleistung möglich. Im Gegensatz zu herkömmlichen Lösungen, die Kompromisse zwischen Hochleistungstauglichkeit und Schaltgeschwindigkeit verlangen, macht sich die hier präsentierte Lösung das kohärente Kombinieren zunutze. Üblicherweise wird ein Stabilisierungsschema implementiert, welches es erlaubt, die konstruktive Interferenz des Laserausgangs stabil zu halten. Durch gezieltes Verschieben der Phase zwischen den verschiedenen Kanälen kann analog auch eine destruktive Interferenz erzielt werden. Die Schaltgeschwindigkeit hängt somit lediglich vom Phasenstellglied ab. Hierfür können multi-GHz elektro-optische Modulatoren verwendet werden, die sich im Vorverstärkersystem mit wenigen mW Leistung befinden und dennoch Systeme mit kW-Durchschnittsleistungen schalten können.

1. Einleitung

Seit einigen Jahren kommen zunehmend Materialbearbeitungsverfahren auf, die von sehr hohen Pulsrepetitionraten profitieren können [1]. Auch hier sind Pulsdauern im Femtosekundenbereich oft von großem Nutzen. Dieser Bedarf hat die industrielle Entwicklung derartiger Systeme angetrieben und so sind heute kompakte Femtosekundenlaser mit Durchschnittsleistungen bis in den kW-Bereich verfügbar (Abb. 1); genug Leistung für selbst die anspruchsvollsten Applikationen.



Abb. 1 kW-Level Faserlaser System.

2. GHz Puls-zu-Puls Schalten

Wir berichten hier über faserbasierte Ultrakurzpulslaser mit herausragenden Leistungswerten, die dennoch bis in den GHz-Bereich einzelpulsgenaue Leistungsmodulation des Ausgangspulszuges erlauben. Die Grundvoraussetzung hierfür ist die Technologien des kohärenten Kombinierens, d.h. die parallele Verstärkung in mehreren Faserverstärkern und die anschließende interferometrische Überlagerung.

Kohärentes Kombinieren ist vor allem als Methode zur Leistungs- und Pulsenergieskalierung bekannt [2]. Typischerweise werden dabei mithilfe von Phasenstellgliedern und Detektoren sämtliche zeitliche Schwankungen stabilisiert um dauerhaft konstruktive

Interferenz am Laserausgang zu ermöglichen. Wird nun jedoch die Phase eines Kanals gezielt manipuliert, so kann statt konstruktiver, destruktive Interferenz erreicht und somit der Puls „ausgeschaltet“ werden. Mit kommerziell erhältlichen fasergekoppelten elektro-optischen Modulatoren kann auf diese Art außerdem das Ausgangssignal mit bis zu einigen GHz Bandbreite quasi beliebig moduliert werden.

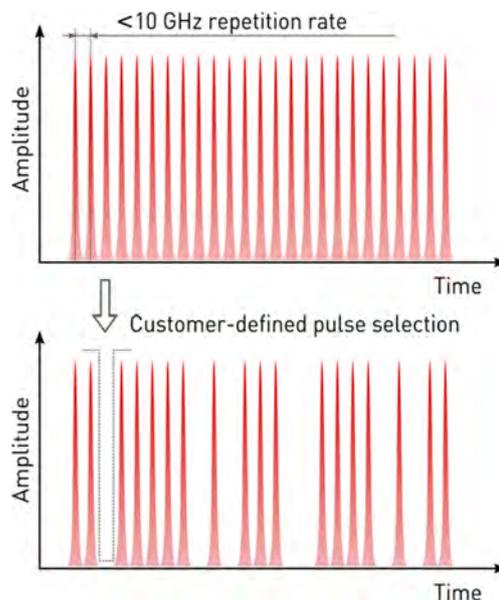


Abb. 2 Laserpulszug ohne Phasenmodulationen eines Kanals (oben) und mit softwaregesteuerter Modulation um ein gewünschtes Pulsmuster zu erreichen (unten).

3. GHz Burst Module

Auch die Erzeugung von homogenen Bursts mit GHz intraburst-raten ist von zunehmendem Interesse für eine Vielzahl von Materialbearbeitungsanwendungen

[3]. Mithilfe von faserintegrierten Verzögerungsstrecken im Seed-Modul (siehe Abb. 3) unserer Hochleistungslaser ist es möglich eine Vielzahl von Burstmustern flexibel umschaltbar zu generieren (siehe Abb. 4).

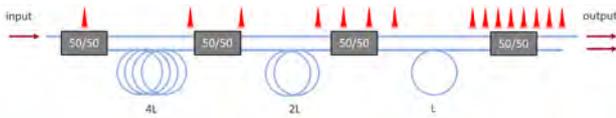


Abb. 3 Schematischer Aufbau des Burst Moduls.

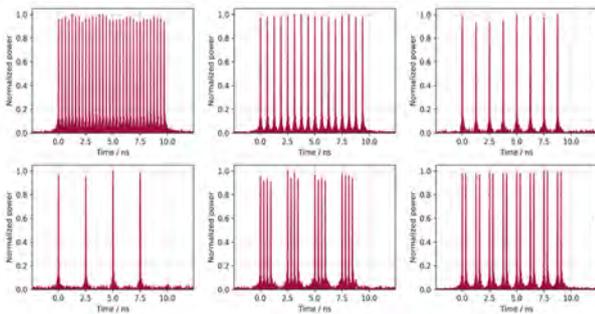


Abb. 4 Messung exemplarischer Ausgangspulsmuster an einem Lasersystem mit 100W Durchschnittsleistung und 300µJ Burstenergie.

Die dabei erreichbaren Parameter sind in der folgenden Tabelle dargestellt.

Number of pulses	2, 4, 8, 16, 32, 64, ...
Intra-burst repetition rate	up to 10GHz
Variation of pulse duration	<3% at 300fs
Variation of pulse energy	<5%

Abb. 5 zeigt die Abweichung der Pulsdauern innerhalb aller Pulse in einem Burst, während abb. 6 das dazugehörige Spektrum zeigt.

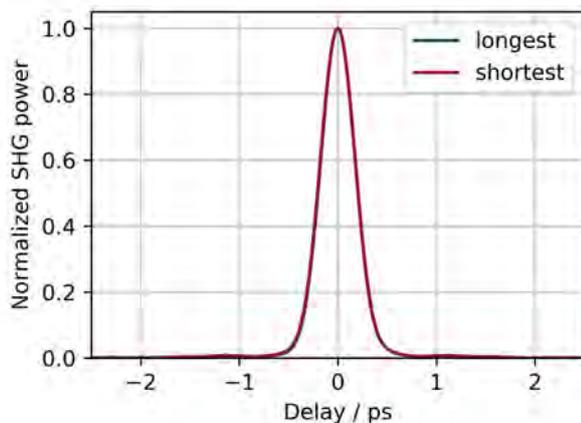


Abb. 5 Autokorrelationspuren des längsten und kürzesten Pulses innerhalb eines Bursts mit 32 Pulsen und 10µJ Energie pro Puls.

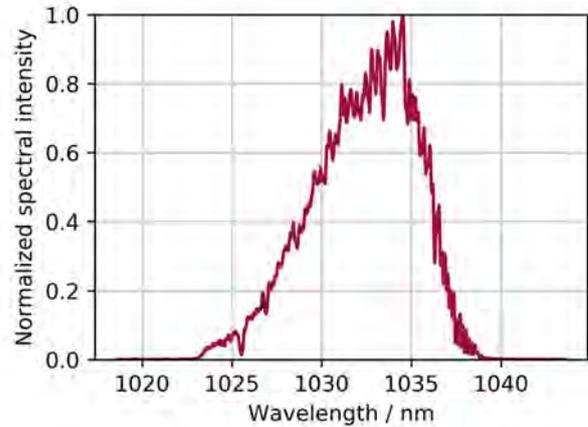


Abb. 6 Spektrum zu den Pulsen aus Abb. 5

4. Zusammenfassung und Ausblick

Der schnelle Schalter basierend auf dem kohärenten Kombinieren bietet eine leistungsunabhängig einsetzbare Möglichkeit zur pulsgenauen Modulation hochrepetitiver Laserstrahlung. Ein solcher schneller und leistungskalierbarer Aufbau wird gerade ausführlich in einem von uns entwickelten und aufgebauten Faserverstärker-System mit ultrakurzen Pulsen und 1kW Durchschnittsleistung erfolgreich getestet. Aktuelle Resultate aus diesem Aufbau werden vorgestellt.

Zusätzlich bietet das komplett faserintegrierte Burstmodul flexiblen Gestaltungsfreiraum bei der Wahl der Bearbeitungsparameter.

Beide Systeme sind miteinander kombinierbar und erlauben so die volle Kontrolle über die Bursteigenschaften sowie die Amplitude der Pulse innerhalb des Bursts.

Literaturverzeichnis

- [1] Andreas Gruner, Joerg Schille, and Udo Loescher "High repetition frequency micro hole drilling of metal foils using ultrashort pulse laser radiation", Proc. SPIE 10520, Laser-based Micro- and Nanoprocessing XII, 105200R (19 February 2018)
- [2] J. Limpert et al., "Performance Scaling of Ultrafast Laser Systems by Coherent Addition of Femtosecond Pulses," in IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics, vol. 20, no. 5, pp. 268-277, Sept.-Oct. 2014.
- [3] C. Kerse, H. Kalaycioglu, P. Elahi, B. Cetin, D. K. Kesim, Ö. Akcaalan, S. Yavas, M. D. Asik, B. Oktem, H. Hoogland, R. Holzwarth, and F. Ö. Ilday, "Ablation-cooled material removal with ultrafast bursts of pulses," Nature 537, 84–88 (2016).

UNTERSUCHUNGEN ZUR PULSANORDNUNG BEIM LASERMIKROSINTERN

Frank Ullmann, Martin Erler, Robby Ebert, Horst Exner
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Es wurden Untersuchungen zu verschiedenen Pulsanordnungen (semistochastisch, regelmäßig) beim Lasermikrosintern unternommen. Die Auswertung erfolgte hinsichtlich der Rissneigung der erzeugten Gefüge und der erzielten Dichte. Es konnten relevante Abhängigkeiten der Resultate von der Pulsanordnung trotz gleich eingebrachter Energie pro Fläche gefunden werden. In Anwendung der Erkenntnisse wurde ein Funktions-Demonstrator in Form einer Mikro-Irisblende erzeugt.

1. Einleitung

Beim Lasermikrosintern handelt es sich um ein pulverbettbasiertes generatives Verfahren, ähnlich dem Selektiven Laserschmelzen (SLM). Eine Besonderheit gegenüber dem SLM ist der Einsatz von kurzgepulster statt kontinuierlicher Laserstrahlung und speziellen Rakelsystemen zur Verdichtung des feinkörnigen Pulvers. Die verwendeten Pulverkorngößen sind um den Faktor 10 kleiner, was zu einer schlechteren Rakelbarkeit führt. Kompensiert wird dies durch Verwendung einer Ringrakel mit Massestück, um einen gleichmäßigen Druck beim Beschichten zu gewährleisten. Der Strahldurchmesser auf der Pulveroberfläche ist mit $< 30 \mu\text{m}$ zudem deutlich kleiner als beim konventionellen SLM. Alle diese Besonderheit ermöglichen es, Strukturaufösungen von bis zu $25 \mu\text{m}$ mit Schichtdicken von $1 - 5 \mu\text{m}$ zu realisieren. Die Oberflächenrauheit R_a liegt je nach Material, Korngröße und Prozessführung zwischen 2 und $5 \mu\text{m}$.

Mit dem Verfahren wurden bisher Teile aus verschiedenen Metallen wie Edelstahl, Wolfram, Molybdän, Kupfer, Silber und Platin erfolgreich generiert. Des Weiteren wurden auch Aluminiumoxid- und Siliziumkarbid-Keramiken sowie Cermets, also Gemische aus Metall und Keramik, untersucht.

Die vorliegende Veröffentlichung befasst sich im speziellen mit der Verarbeitung von Edelstahl-Pulver (1.4404). Es wurden untersucht, wie sich verschiedenen Pulsanordnungen (semistochastisch, regelmäßig) bei gleichem Energieeintrag auf die Dichte und Rissausbildung auswirken. Die semistochastische Pulsverteilung kam bei den früheren Untersuchungen zur Anwendung und reduzierte die thermisch induzierten Spannungen sowie die maximal mögliche Dichte [1]. Beim Aufbau von Bauteilen aus Edelstahl kam es aber trotz dieser Bestrahlungsstrategie besonders bei voluminöseren Körpern zu Spannungsrissen. Daher wurden neue Strategien zur regelmäßigen Pulsanordnung untersucht und die Ergebnisse mit denen der bisherigen Strategie verglichen.

Vergleichbare Untersuchungen finden sich auch im makroskopischen SLM Bereich. Es wurde gezeigt, dass sich bei gleichem Energieeintrag nur durch das Bestrahlungsregime die Porosität deutlich reduzierte [4]. Eine bewährte Methode zur Reduzierung von thermisch induzierten Spannungen im SLM ist die Unterteilung der zu bestrahlende Fläche in kleinere

Segmente [5]. So finden sich in den heutigen Slicer-Softwares Bestrahlungsstrategien wie „Streifenmuster“ und „Schachbrettmuster“.

2. Experimentelle Details

Für die Untersuchungen stand eine Forschungsanlage mit einem kurzgepulsten Faserlaser mit einer maximalen Pulswiederholfrequenz von 1 MHz , einer Beugungsmaßzahl von $\leq 1,3$ und einer mittleren Leistung von 50 W zur Verfügung. Der Fokusedurchmesser bei der verwendeten Brennweite von 100 mm betrug $22 \mu\text{m}$. Zur Strahlableitung wurde ein Galvanometerscanner mit maximaler Scangeschwindigkeit von 8 m/s verwendet. Die Bauplattform hat einen Durchmesser von 25 mm und erlaubt Bauhöhen von maximal 50 mm . Die Bearbeitung fand an Luft statt. Für die Untersuchungen wurde ein sphärisches Edelstahlpulver (1.4404) mit $d_{90} < 10 \mu\text{m}$ verwendet. Bei den Untersuchungen wurden mit Pulsenergien von $46 - 57 \mu\text{J}$ und einer Pulsdauer von 240 ns gearbeitet. Die Schichthöhe betrug $4 \mu\text{m}$.

Zur Realisierung der ortsgenauen Aufbringung der Laserpulse war eine Modifikation der Steuerung der Laseranlage notwendig. Es wurde technisch sichergestellt, dass genau beim Start eines Vektors auch die Generierung der Laserpulse begann.

Als Testkörper für die Untersuchungen der verschiedenen Anordnungen wurden Würfel mit Abmessungen von $4 \times 4 \times 4 \text{ mm}^3$ gewählt. Bei dieser Größe tritt bei dem angewendeten Verfahren i.A. Rissbildung auf, so dass Abhängigkeiten von den Bestrahlungsparametern und -strategien sichtbar werden sollten.

Es wurden zwei verschiedene Pulsanzahlen festgelegt, mit der pro Pulveraufzug das Material bestrahlt wurde. Zum einen die Pulsanzahl A mit 1.588 und zum anderen die Anzahl B mit 3.200 Pulsen pro Quadratmillimeter. Pulsanzahl A entspricht unter Einbeziehung der realen Bauparameter einer für Edelstahl relativ niedrigen Volumenenergiedichte von 20 J/cm^3 , bei B sind es 37 J/cm^3 , die den in SLM-Prozessen üblichen 70 J/cm^3 schon näher kommt. Hierzu wurden die Pulswiederholfrequenzen und Scangeschwindigkeiten entsprechend angepasst um die dafür erforderlichen Pulsabstände zu realisieren.

Bei der Untersuchung wurde auf eine Konturbestrahlung (Outline) verzichtet.

Zur Untersuchung der unterschiedlichen Anordnungen von Pulsen wurde pro Pulsanzahl die bisher verwendete Anordnung 1 (semistochastisch) mit zwei verschiedenen regelmäßigen Anordnungen 2 und 3 verglichen (Abb. 1). In Abb. 2 ist der Ablauf der Bestrahlung für die regelmäßige Pulsanordnung dargestellt und in Tab. 1 die räumlichen Bestrahlungsparameter der verschiedenen Anordnungen.

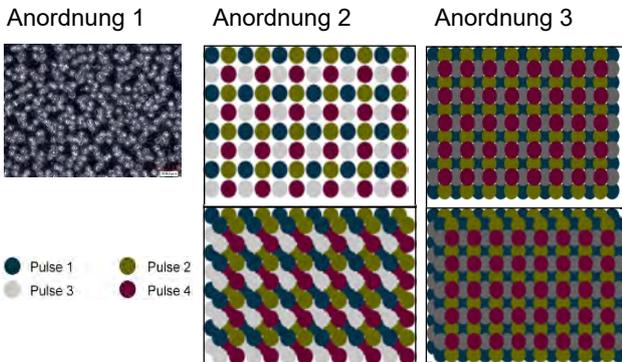


Abb. 1: Übersicht über die drei verschiedenen verwendeten Pulsanordnungen (Anordnung 1: Mikroskopbild vom Abtrag der Pulse auf nitriertem Si-Wafer; Anordnung 2 und 3 schematische Darstellung)

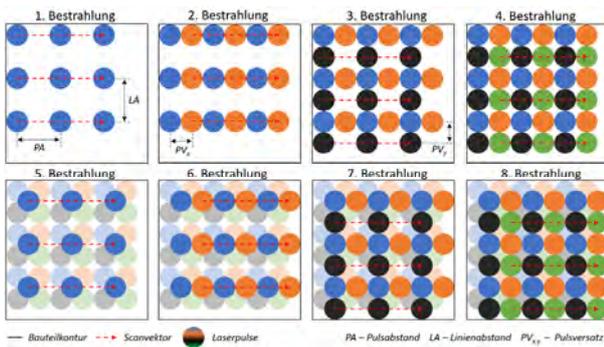


Abb. 2: Schematische Darstellung des Ablaufes der Bestrahlung mit der regelmäßigen Pulsanordnung. Nach 4 Bestrahlungen wurde ein Versatz um den halben Pulsabstand vorgenommen.

Tab. 1: Räumliche Bestrahlungsparameter bei verschiedenen Anordnungen und Pulsanzahlen

Pulsanzahl pro mm ²	Parameter	Anordnung 1 (semistochastisch)	Anordnung 2 (regelmäßig)	Anordnung 3 (regelmäßig)
A: 1.588	Puls- und Linienabstand (PA/LA)	75 µm	75 µm	53 µm
	Bestrahlungen	8	8	4
	Pulsversatz (PV _x)	-	37,5 µm	26,5 µm
	Bemerkung	139° Vektordrehung nach jeder Schicht	nach 4 Bestrahlungen um halben Pulsversatz versetzt	halben Pulsversatz versetzt nach jeder Schicht
B: 3.200	Puls- und Linienabstand (PA/LA)	25 µm	50 µm	35,4 µm
	Bestrahlungen	2	8	4
	Pulsversatz (PV _x)	-	25 µm	17,7 µm
	Bemerkung	139° Vektordrehung nach jeder Schicht	nach 4 Bestrahlungen um halben Pulsversatz versetzt	versetzt nach jeder Schicht

Bei allen Anordnungen war der Linienabstand (LA) immer gleich dem Pulsabstand (PA). Die Anordnung 1 wird durch achtfache Bestrahlungen, die jeweils um 139° gedreht wurden, erzeugt, wodurch sich eine semistochastische Pulsverteilung ergibt und sich so die zu bestrahlende Fläche füllt. Bei der

Anordnung 2 wurden pro Bauteilschicht alle dargestellten 8 Bestrahlungen appliziert. Bei Anordnung 3 wurden nur die Bestrahlungen 1-4 und in der nächsten Bauteilschicht dann 5-8 appliziert. Bei den folgenden Bauteilschichten wurde der Vorgang wiederholt. Um die gleiche Pulsanzahl zu erhalten wurde bei der Anordnung 3 ein geringerer Puls- und Linienabstand verwendet.

Für jede Pulsanzahl wurden 9 Testwürfel auf ein Sintersubstrat aufgebaut, für jede der 3 Anordnungen jeweils 3 Würfel (Abb. 3). Die Verteilung der 3 Anordnungen auf dem Substrat war unregelmäßig, so dass eine Abhängigkeit der Ergebnisse von der Position auf dem Substrat ausgeschlossen war.

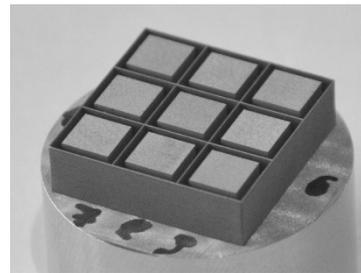


Abb. 3: Foto von gesinterten Probekörpern in einem vollständigen Parameterfeld (mit Rahmen)

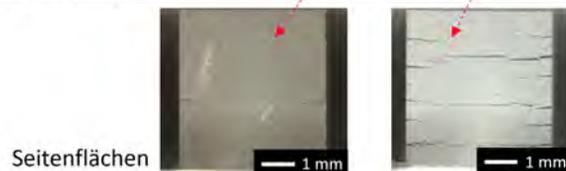
3. Ergebnisse und Diskussion

Rissausbildung

Die Beurteilung der Rissausbildung erfolgte durch Begutachtung der Seitenflächen mittels optischen Mikroskops und Einordnung in 4 Klassen (gering, mittel, hoch, sehr hoch). Tabelle 2 zeigt die Ergebnisse.

Tab. 2 Bewertung der Rissausbildung der 3 verschiedenen Pulsanordnungen und 2 Pulsanzahlen

Rissneigung	Anordnung 1 (semistochastisch)	Anordnung 2 (regelmäßig)	Anordnung 3 (regelmäßig)
Pulsanzahl A (1.588/mm ²)	gering	gering	hoch
Pulsanzahl B (3.200/mm ²)	hoch	mittel	sehr hoch



Bei allen Anordnungen entstanden bei der größeren Pulsanzahl B mehr und größere Risse. Durch den geringeren Puls-/Linienabstand wurde die Energie in den bestrahlten Bereich mehr konzentriert und somit schlechter verteilt. Bei Anordnung 3 trat bei beiden Pulsanzahlen die mit Abstand größte Rissneigung auf. Grund dafür war der gegenüber den anderen Anordnungen geringere Puls-/Linienabstand, der zu einer Überlappung des ca. 30...35 µm großen sich pro Puls ausbildenden verfestigten Materialbereiches führte. Anordnung 1 und 2 unterschieden sich nur geringfügig in Bezug auf die entstanden Risse.

Lediglich bei Pulsanzahl B traten bei Anordnung 2 weniger Risse auf.

Durch die regelmäßigen Pulsmuster konnte die Rissneigung nicht grundsätzlich verbessert werden, mit den Abmaßen von ca. $4 \times 4 \times 4 \text{ mm}^3$ waren die Würfel für das Lasermikrosintern allerdings schon relativ groß.

Dichte

Zur Bestimmung der Dichte wurden Querschliffe der Testwürfel waagrecht also parallel zu den Sinterschichten und senkrecht angefertigt. Anhand der Aufnahmen mittels optischen Mikroskops konnte das erstellte Graustufenbild in Poren (dunkle Bereiche) und Sintermaterial (helle Bereiche) unterschieden werden (Abb. 4). Ein Problem war, dass beim Schleif- bzw. Poliervorgang Poren zugeschmiert werden können, was das Ergebnis verfälscht. Das trat besonders bei den senkrechten Schliffen auf, deshalb wurden nur die parallelen Schliffe ausgewertet.

Die Festlegung des Schwellwertes zwischen beiden Bereichen ist sehr subjektiv, so dass die Bestimmung der absoluten Dichte schwierig ist. Der Vergleich der Anordnungen untereinander war aber sehr gut möglich. Zwei verschiedene verwendete Schwellwerte ergaben stark unterschiedliche absolute Dichtewerte für eine Probe, im Vergleich der Anordnungen untereinander traten aber die gleichen Tendenzen auf.

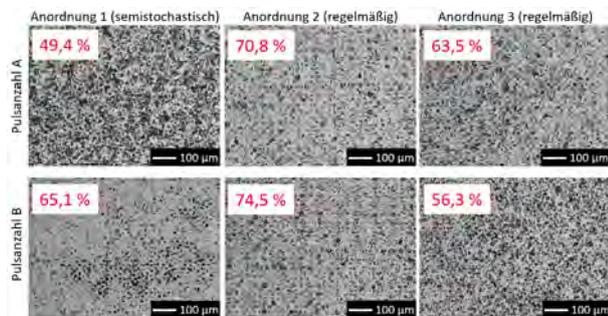


Abb. 4: Aufnahmen der Querschliffe bei verschiedenen Pulsanordnungen und Pulsanzahlen mit Angabe der relativen Dichte.

Es wurden je Anordnung 3 Würfel und je Würfel 3 Bereiche ausgewertet und der Mittelwert gebildet. Aus den zwei verschiedenen Schwellwerten wurde ebenfalls der Mittelwert gebildet. Die Ergebnisse sind in Tab. 3 zu sehen.

Tab. 3 Ermittelte Dichte der 3 verschiedenen Pulsanordnungen und 2 Pulsanzahlen

Dichte	Anordn. 1	Anordn. 2	Anordn. 3
Pulsanz. A	49,3%	70,7%	63,5%
Pulsanz. B	65,1%	74,5%	56,3%

Bei Pulsanzahl A konnte durch Anordnung 2 die Dichte um ca. 20% und Anordnung 3 um ca. 14%

gegenüber der bisherigen Anordnung 1 signifikant gesteigert werden. Bei Pulsanzahl B sind die Standardabweichungen sehr hoch, d.h. die Dichtewerte schwankten zum einen abhängig vom Bereich der Probe bzw. zwischen den Proben mit gleichen Parametern relativ stark, was eine verlässliche Aussage nur schwer zuließ. Tendenziell war die Dichte aber auch hier mit Anordnung 2 am größten.

Demonstrator

Als Demonstrator wurde eine Iris-Blende in Form einer verschließbaren Kuppel gebaut [6]. Durch Drehen des äußeren Ringes bewegen sich 4 gewölbte Segmente nach oben und überspannen den zylinderförmigen Sockel halbkugelförmig. An diesem Bauteil sollte die Möglichkeit der Generierung von beweglichen funktionellen Komponenten aufgezeigt werden. Zum Aufbau wurden die Parameter der Anordnung 1 mit Pulsanzahl B verwendet. Erfahrungsgemäß funktionierte dieser Parametersatz bei dünnwandigen Teilen relativ gut, obwohl die Rissneigung bei den zuvor gebauten relativ großvolumigen Würfeln hoch war.

Eine Herausforderung bestand darin, den äußeren Ring und die 4 Segmente so zu realisieren, dass sie ohne Anbindung an andere Komponenten und damit beweglich im gesinterten Bauteil vorliegen. Im Allgemeinen ist es nicht möglich, in ein loses Pulverbett zu bauen. Durch fehlende Anbindung nach unten findet auch lateral nur eine unzureichende Versinterung statt bzw. wird diese Schicht beim nächsten Pulveraufzug zerstört. Durch Anpassung der Bauparameter z.B. der Dicke der Pulverschicht, die über der letzten gesinterten Schicht lag, konnten jedoch die kritischen Komponenten gebaut und die Anbindung nach unten so minimiert werden, dass am fertigen Demonstrator eine freie Bewegung möglich war.

Der Demonstrator besitzt einen Durchmesser von 6,1 mm und eine Bauhöhe von 3,7 mm (geöffnete Kuppel). In Abbildung 5 links sind zwei gleichzeitig auf einem Substrat gebaute Demonstratoren zu sehen, rechts ein Demonstrator, bei dem im Modell verschiedene Teile weggeschnitten wurden um am gesinterten Bauteil einen Einblick in die filigranen innenliegenden Bereiche zu erlangen.

Risse wurden bei den Bauteilen trotz großer Bauhöhe nicht festgestellt. Der Grund dafür waren die relativ kleinen Bestrahlungsflächen.

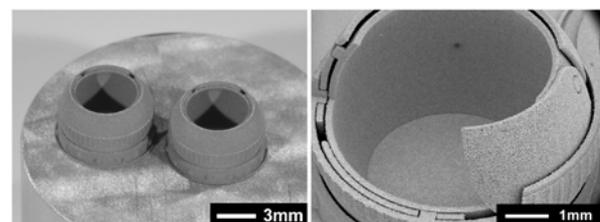


Abb. 5: Mikroskopaufnahme zweier vollständig gesintertter Demonstratoren (links) und REM-Aufnahme eines teilweise geschnitten Demonstrators (rechts).

4. Zusammenfassung

Es wurde gezeigt, dass die Pulsanordnung einen erheblichen Einfluss sowohl auf die Rissanfälligkeit als auch auf die erzeugte Bauteildichte hat. Mit Pulsanzahl A konnte bei Anordnung der Pulse nach Schema 2 eine wesentliche Erhöhung der Dichte unter Beibehaltung der relativ geringen Rissneigung der verteilten Pulse erzielt werden.

Mit der bisher bereits mehrfach angewandten semi-stochastischen Anordnung der Pulse und Pulsanzahl B konnte ein funktionierender Demonstrator in Form einer Iris-Blende erzeugt werden. Damit konnte erstmals gezeigt werden, dass mittels Lasermikrosinterns funktionelle Bauteile aus Edelstahl mit beweglichen Komponenten generiert werden können.

Danksagung



Diese Untersuchungen wurden mitfinanziert mit Steuermitteln auf Grundlage des von den Abgeordneten des Sächsischen Landtags beschlossenen Haushaltes (Antragsnummer 100315976).

Wir gedenken mit der Veröffentlichung der wissenschaftlichen Arbeit unseres ehemaligen Kollegen Frank Ullmann.

Literaturverzeichnis

- [1] P. Regenfuss, R. Ebert, H. Exner: *Laser micro sintering—a versatile instrument for the generation of microparts*, Laser Technik Journal 4.1 (2007): 26-31.
- [2] P. Regenfuss, A. Streek, L. Hartwig, S. Klötzer, T. Brabant, M. Horn, R. Ebert & H. Exner: *Principles of laser micro sintering*. 2007, Rapid Prototyping Journal, 13(4), 204-212.
- [3] H. Exner and A. Streek: *High resolution laser micro sintering / melting using q-switched and high brilliant laser radiation*, Proc. SPIE 9353, Laser 3D Manufacturing II, 93530P, 16 March 2015.
- [4] Aboulkhair, N. T., Everitt, N. M., Ashcroft, I., & Tuck, C.: *Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting*. 2014, Additive Manufacturing, 1, 77-86.
- [5] Yap, Chor Yen, et al.: *Review of selective laser melting: Materials and applications*. 2015, Applied physics reviews 2(4), 041101.
- [6] <https://www.thingiverse.com/thing:1817180>

LASERBASIERTE HERSTELLUNG VON 3D KÖRPERN AUS POLYLACTID

Tina Viertel, Linda Pabst, Robby Ebert, Horst Exner
Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Ultrakurze Laserpulse bieten ein enormes Potenzial für die präzise Mikrostrukturierung, insbesondere von transparenten Materialien. [1-2] Bei der Fokussierung von ultrakurzen Laserpulsen in das Material ist die Intensität im Fokusbereich ausreichend, um nichtlineare Absorptionsprozesse zu induzieren, welche zu Strukturveränderungen im Materialvolumen führen. [3] In folgender Studie wurden die lokal begrenzten Strukturveränderungen so angeordnet, dass sich Schnittflächen für das Ausschneiden von 3D Körpern ergaben. Die Untersuchungen wurden in Polylactid, einem bioresorbierbarem Polymer durchgeführt. Hierfür wurde ein Femtosekunden-Laser eingesetzt, der bei einer Wellenlänge von 1030 nm Pulse mit einer Pulsdauer von 200 fs emittiert, wobei der Strahlradius 5 μm betrug. Prozessbeeinflussende Parameter, wie Pulsenergie, Pulsabstand, Frequenz und Ebenenabstand wurden variiert und ihre Auswirkung auf die Schneidbarkeit, sowie die Qualität der ausgeschnittenen Teile evaluiert. Die Machbarkeit der Technologie konnte anhand von einfachen Körpern demonstriert werden. Die Anwendung der vorgestellten Technologie soll in der Herstellung von Mikroimplantaten liegen.

1. Einleitung

In vielen Bereichen der Medizintechnik, beispielsweise in der Osteosynthese, werden bioresorbierbare Polymere eingesetzt. Mit herkömmlichen Spritzguss- und Extrusionsverfahren werden die medizinischen Hilfsmittel hergestellt. [1-2] Die Ultrakurzpulslaserbearbeitung bietet eine vielversprechende Alternative zu den konventionellen Verfahren, um Mikrowerkzeuge mit einer hohen räumlichen Auflösung und ohne mechanische Beschädigung herzustellen. Auf diese Weise wurden bereits Stents aus Polylactid hergestellt [3].

Das Ziel unserer Untersuchungen liegt in der Herstellung von dreidimensionalen Körpern aus transparentem, bioresorbierbarem Vollmaterial im Mikrometerbereich für die Anwendung in Mikrosystemtechnologien. Mithilfe von hochintensiver Laserstrahlung werden, aufgrund von nichtlinearen Effekten, lokale Defekte im Materialvolumen erzeugt. Anschließend werden die einzelnen Defekte zu einer Schnittfläche angeordnet.

Die Herstellung von Strukturen im Materialvolumen (Bragg-Gitter, Mikrokanäle, usw.) wurde bereits von mehreren Forschungsgruppen untersucht. [4-5] In [6] wird von der Herstellung von dreidimensionalen Körpern aus dem Materialvolumen durch die definierte Anordnung von Mikrodefekten berichtet. Mithilfe geeigneter Laserparameter wurden mit diesem Verfahren 3D Körper im mm-Bereich ausgeschnitten. [6]

2. Theoretischer Hintergrund

Die dreidimensionale Mikrostrukturierung innerhalb transparenter Dielektrika beinhaltet komplexe Wechselwirkungsprozesse zwischen der Laserstrahlung und dem Material. Aufgrund der großen Bandlücke von Dielektrika ist nur nichtlineare Absorption der NIR-Laserstrahlung möglich. Stark fokussierte ultrakurz gepulste Laserstrahlung ermöglicht Multiphotonabsorption der Strahlung durch Defekte und quasi freie Elektronen und somit die Erzeugung von freien Elektronen im Leitungsband. Diese freien Elektronen können Laserstrahlung durch lineare Absorption aufnehmen und neue freie Elektronen im Leitungsband erzeugen. Der sich wiederholende Prozess wird als

Avalanche-Ionisation bezeichnet und führt zu einer exponentiellen Zunahme der Dichte an freien Ladungsträgern. [7] Im Thermalisierungsprozess wird über Elektron-Phonon-Kopplung die Energie der freien Elektronen an die Phononen übertragen und somit das thermische Gleichgewicht zwischen freien Elektronen und dem Gitter hergestellt. Die Wärmeausdehnung und die Phasenumwandlung des Materials von fest zu flüssig oder gasförmig verursacht einen rapiden Druckanstieg in der Wechselwirkungszone. Folglich kommt es zu Mikroexplosionen im Material, begleitet von Schockwellen, welche letztlich zur Ausbildung von Defekten führen. [7-9] Bei der Fokussierung von Laserstrahlung in das Materialvolumen müssen einige Besonderheiten, im Vergleich zur Bearbeitung an der Materialoberfläche, betrachtet werden. Diese sind in [10] nachzulesen.

3. Experimenteller Aufbau

Die Versuche wurden an Poly-(D,L-) lactide (PLA), einem bioresorbierbaren Polymer durchgeführt. PLA zeichnet sich durch eine hohe Transparenz im sichtbaren Bereich aus. Die Bandlücke von PLA ist mit 4.8 eV angegeben [11]. Der Brechungsindex von 1.6 und der Absorptionskoeffizient von 0.2 cm wurden experimentell bestimmt [10].

Für die Untersuchungen wurde der Ultrakurzpulslaser Impulse von der Fa. Clark MXR verwendet. Die Laserparameter sind der Tabelle 1 zu entnehmen. Der Laser arbeitete bei einer Pulswiederholfrequenz von 1.024 MHz. Mithilfe eines Pulsteilers konnte die Basisfrequenz, ohne Beeinflussung anderer Parameter, ganzzahlig verringert werden. Die Einstellung von Pulsenergien im nJ-Bereich wurde durch die Kombination von Polarisationsabschwächer und akustooptischen Modulator ermöglicht. Der Laser emittierte Strahlung bei einer zentralen Wellenlänge von 1030 nm, was einer Photonenenergie von 1.2 eV entspricht. Somit ist, aufgrund der Bandlücke von 4.8 eV, mindestens ein Vier-Photon-Absorptionsprozess notwendig, um Elektronen ins Leitungsband anzuregen. Die Laserstrahlung wurde in das Materialvolumen fokussiert, vgl. Abbildung 1. Hierzu wurden drei Mikroskopobjektive mit Vergrößerungen von 16x, 20x und 50x, mit entsprechenden Brennweiten von $f' = 12.5$,

10 und 4 mm, verwendet. Weiterhin wurde ein 100x Wasserimmersionsobjektiv mit einer Brennweite von $f' = 2$ mm genutzt. Die Fokusradien $\omega_{0,86}$ der verwendeten Brennweiten wurden in [10] bereits bestimmt und sind in Tabelle 2 aufgelistet.

Die erzeugten Strukturen wurden mithilfe von optischer Lichtmikroskopie analysiert.

Tabelle 1: Laserparameter

Zentrale Wellenlänge λ_0	1030 nm
Photonenenergie E	1.2 eV
M^2	1.3
Min. Pulsdauer τ_H	200 fs (sech ²)
Pulswiederholfrequenz f_R	1.024 MHz
Max. Pulsenergie Q_{max}	7 μ J

Tabelle 2: Charakteristische Kennwerte der Brennweiten

f' [mm]	NA	$\omega_{0,86}$ [μ m]
12.5	0.2	4.9
10	0.4	3.3
4	0.65	1.9
2	1.1	1.2

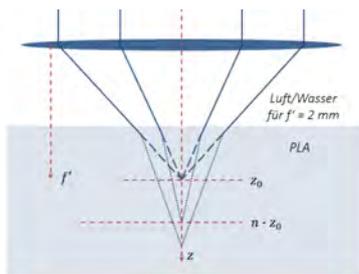


Abbildung 1: Schematische Darstellung der Experimentieranordnung und des Effektes der optischen Wegverlängerung ($n \cdot z_0$) und der sphärischen Aberration

4. Ergebnisse und Diskussion

In dieser Veröffentlichung werden die notwendigen Schritte zur Herstellung von 3D Körpern aus dem Volumen von PLA erläutert, vgl. Abbildung 2. Im ersten Punkt werden Ergebnisse zur Herstellung von Einzeldefekten präsentiert. Es wird der Einfluss der Laserparameter auf die Defektentstehung sowie deren Größe bestimmt. Für die Entstehung von Schnittflächen werden im zweiten Schritt die Einzeldefekte ineinandergereiht. Hierbei wird die Erscheinung bzw. Funktionalität der Schnittfläche in Abhängigkeit von verschiedenen Laserparametern untersucht. Im letzten Punkt werden Versuche zum Herstellen von 3D Körpern, sowie unterschiedliche Methoden zum Herauslösen des Körpers aus dem Vollmaterial durchgeführt.



Abbildung 2: Grundprinzip der Herstellung von 3D Körpern aus dem Polymervolumen

4.1 Defekterzeugung

Um Defekte zu erzeugen, wurden Einzelpulse unter Variation von Pulsenergie und unter Verwendung der genannten Brennweiten in das Materialvolumen fokussiert. Hierbei wurde die minimale Pulsenergie, bei der Defekte entstanden, als Schwellenergie Q_{th} definiert. Mithilfe der Schwellenergie und folgender Formel konnte die Schwellintensität I_{th} berechnet werden, vgl. Tabelle 3.

$$I = \frac{2 \cdot Q_p}{\pi \cdot \omega_{0,86}^2 \cdot 1.135 \cdot \tau_H} \quad (1)$$

Tabelle 3: Schwellenergien und die daraus berechnete Schwellintensität für die Erzeugung von Defekten in 80 μ m Materialtiefe

f' [mm]	Q_{th} [nJ]	I_{th} [TW/cm ²]
12.5	525	6.8
10	200	5.6
4	90	7.1
2	30	6.5

Mit abnehmender Brennweite wurde ebenso eine Abnahme der Schwellenergie ermittelt. Aufgrund der kleineren Fokusradien der kürzeren Brennweiten und Gleichung (1) reichten kleinere Pulsenergien aus, um ähnliche Intensitäten wie für die längeren Brennweiten zu erzeugen.

In Abbildung 3 sind die erzeugten Defekte im Polymervolumen in 80 μ m Materialtiefe in Drauf- und Seitenansicht dargestellt. Die Verwendung von längeren Brennweiten führte zu zylindrischen Defekten mit einer axialen Ausdehnung von ~ 100 μ m. Für die Brennweite von 2 mm zeigte sich nahezu keine Verlängerung der Defekte entlang der Strahlaustrittsrichtung. Mit einer Länge von wenigen Mikrometern wurden für das Immersionsobjektiv die kleinsten Defekte ermittelt. In der Literatur wird ebenfalls von der kanalartigen Erscheinung der Defekte berichtet [13-14]. Für die Brennweite von 12.5 und 10 mm zeigte sich eine modifizierte Zone um den erzeugten Defekt, vgl. Abbildung 3. Hierbei könnte es sich um verdichtetes Material handeln, welches aufgrund der stattfindenden Mikroexplosionen erzeugt wird [8]. Die genaue Analyse der Defekte, sowie der Modifikationen ist Bestandteil weiterer Untersuchungen.

In Abbildung 4 sind die gemessenen axialen Ausdehnungen und Durchmesser der Defekte als Funktion der Intensität dargestellt. Für alle Brennweiten zeigte sich eine Zunahme beider Dimensionen mit zunehmender Intensität. In [15] wird ebenfalls von größeren Defekten mit steigender Pulsenergie berichtet. Für gleiche Intensitäten ergaben sich für längere Brennweiten sowohl größere axiale Ausdehnungen als auch Durchmesser der Defekte. Für die Bestrahlung mit 24 TW/cm² ergaben sich Längen von 97, 57, 17 und 7 μ m für die Brennweiten von 12.5, 10, 4 und 2 mm. Somit wurden für die Brennweiten von 2 und 4 mm wesentlich kleinere Defekte, im Vergleich zu

den Brennweiten von 10 und 12.5 mm, erzeugt. Längere Brennweiten führen zu größeren Rayleigh-Längen und somit zu längeren Defekten [4]. Die Durchmesser der Defekte für alle untersuchten Brennweiten lagen im unteren einstelligen Mikrometerbereich, wobei Defekte im Nanometerbereich nur unter Verwendung der kürzeren Brennweiten entstanden. Das resultierende Aspektverhältnis, das Verhältnis zwischen axialer Ausdehnung und Durchmesser, reichte für eine Intensität von 24 TW/cm² von 37 bis 5 für die Brennweiten von 12.5 und 2 mm.

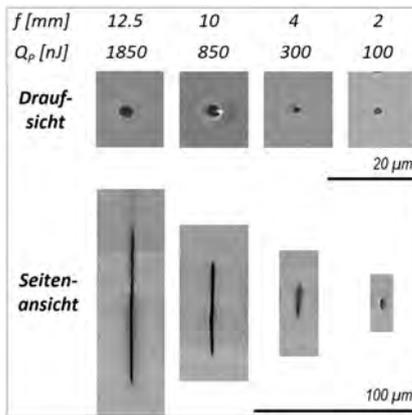


Abbildung 3: Mikroskop-Bilder der erzeugten Defekte für die Bestrahlung von 24 TW/cm² in 80 µm Materialtiefe

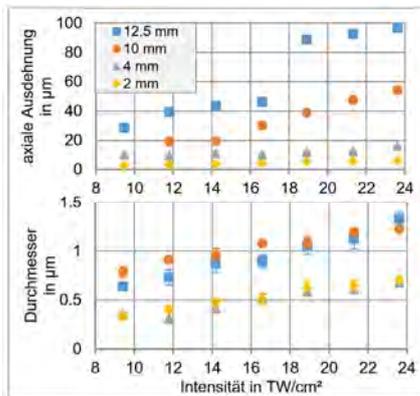


Abbildung 4: Axiale Ausdehnung (oben) und Durchmesser (unten) der Defekte als Funktion der Intensität

Um den Einfluss einer Multipuls-Bestrahlung auf die Defektentstehung zu ermitteln wurden bis zu 10 Pulse bei einer Puls-Wiederholfrequenz von 128 kHz pro Defektstelle appliziert. In Abbildung 5 und 6 ist der Vergleich zwischen Defekten, produziert mit Einzel- (N = 1) und Zehnfachpulsen (N = 10) in 80 µm Materialtiefe, dargestellt. Für die Durchmesser zeigte sich eine Zunahme unter Verwendung von Multipuls-Bestrahlung, vgl. Abbildung 5, aufgrund von Wärmeakkumulationseffekten [10]. Für die Brennweite von 2 mm ergab sich nahezu keine Vergrößerung des Defektdurchmessers unter Verwendung von Zehnfachpulsen. Der Einfluss des Wärmeakkumulationseffektes scheint bei kleineren Fokusradien geringer zu sein, da niedrige Pulsenergien appliziert wurden. Somit führte die geringere absorbierte Energie zu geringeren Temperaturen innerhalb des Materials.

Weiterhin wurde die axiale Ausdehnung der Defekte unter Multipuls-Bestrahlung untersucht, vgl. Abbildung 6. Die Länge der Defekte zeigte nahezu keine Veränderung unter Verwendung von Multipuls-Bestrahlung. Da weitere Pulse bereits im oberen Bereich des Defektes absorbiert wurden, reichte die verbliebene Intensität nicht aus, um längere Defekte zu erzeugen. Der Prozess führte allerdings zu einer stecknadelförmigen Erscheinung der Defekte. Für die Brennweite von 2 mm änderte sich weder die Größe noch das Erscheinungsbild der Defekte.

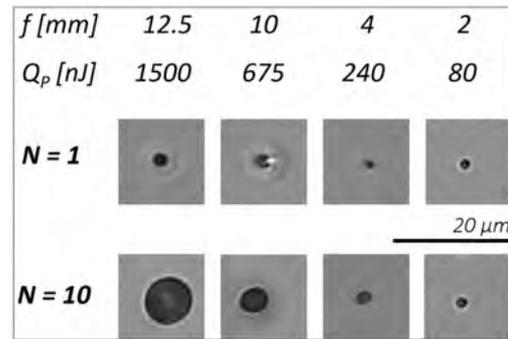


Abbildung 5: Draufsicht der Defekte in 80 µm Materialtiefe für die Bestrahlung mit Einzel- (oben) und Zehnfachpulsen (unten) und 19 TW/cm²

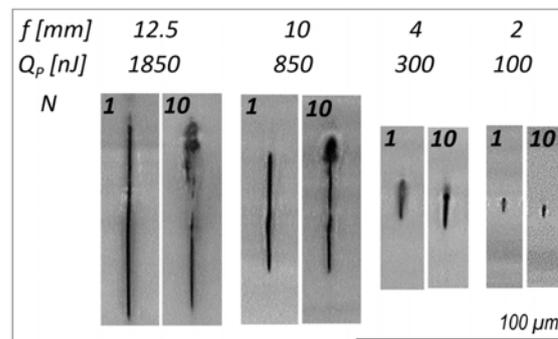


Abbildung 6: Seitenansicht der Defekte in 80 µm Materialtiefe für die Bestrahlung mit Einzel- und Zehnfachpulsen und 19 TW/cm²

4.2 Schnittflächen

Im Folgenden werden die Ergebnisse zur Erzeugung von horizontalen und vertikalen Schnittflächen vorgestellt. Die Ergebnisse hierzu wurden mit der Brennweite von 4 mm durchgeführt. Die Vorgehensweise zur Erzeugung von Schnittflächen ist in Abbildung 7 dargestellt. Zuerst wurden Linien erzeugt, indem einzelne Defekte mit definiertem Abstand (Pulsabstand) in X-Richtung aneinandergereiht wurden. In einem weiteren Schritt wurden diese Linien in Z-Richtung/Y-Richtung in einem definierten Abstand (Linienabstand) für vertikale/horizontale Schnittflächen aneinandergesetzt. Für das Aneinanderreihen der einzelnen Defekte wurde folgende Bearbeitungsstrategie gewählt: bewegtes Werkstück – feststehende Optik. Hierbei variierte das Verfahrenmuster der Bearbeitung von bidirektional zu unidirektional. Um Absorption an bereits generierten Linien zu vermeiden wurden für vertikale Schnittflächen die Linien von unten (1) nach oben (4) erzeugt, vgl. Abbildung 7.

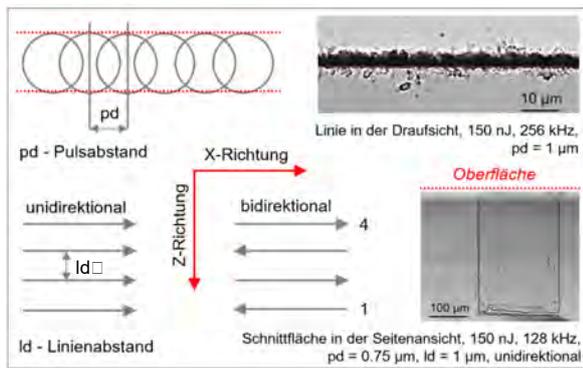


Abbildung 7: Schematische Darstellung der Vorgehensweise zur Erzeugung von vertikalen und horizontalen Schnittflächen

Um geeignete Parameter zum Herstellen von vertikalen Schnittflächen mit einer Länge von 300 µm im Materialvolumen zu finden, wurden folgende Lasergrößen variiert: Pulsenergie, Puls-, Linienabstand, Frequenz und Verfahrensmuster. Aus der Parameterstudie konnten folgende Erkenntnisse gewonnen werden. Zum einen führten kleine Puls- und Linienabstände in Kombination mit hohen Pulsenergien zu Spannungsrissen in der Schnittfläche, vgl. Abbildung 8 (a). Wiederrum führten große Puls- und Linienabstände in Kombination mit geringen Pulsenergien zu inhomogenen Schnittflächen, vgl. Abbildung 8 (b). Ein wesentlicher Einfluss des Verfahrensmusters, sowie der Frequenz konnte nicht festgestellt werden. Für den Linienabstand stellte sich 1 µm als bestmöglicher Parameter heraus. Durch entsprechende Kombinationen von Pulsabstand und Pulsenergie wurden mehrere Parameterkombinationen für vertikale Schnittflächen ermittelt, welche ein homogenes Bild zeigten, vgl. Abbildung 8 (c). Folgend wurden die gefundenen Parameterkombinationen in der Anwendung erprobt. Hierbei wurden zum einen mittels vertikalem Schneiden 100 µm bis 300 µm dicke PLA-Scheiben getrennt, vgl. Abbildung 9. Zum anderen wurden mittels horizontalem Schneiden 300 µm dicke PLA-Scheiben halbiert, vgl. Abbildung 10. Hierbei führten ähnliche Parameter, wie sie für vertikale Schnittflächen verwendet wurden, zum Erfolg. Die Bruchflächen konnten mittels Krafteinwirkung getrennt werden. Zu beachten war, dass je nach Materialtiefe andere Parameter gewählt werden mussten. In größerer Materialtiefe spielen sphärische Aberrationen und auch Absorption eine zunehmende Rolle. Beide Effekte führen zu einer Abnahme der Pulsenergie in der Materialtiefe. [16] Folglich wurden in größerer Materialtiefe höhere Pulsenergien benötigt.

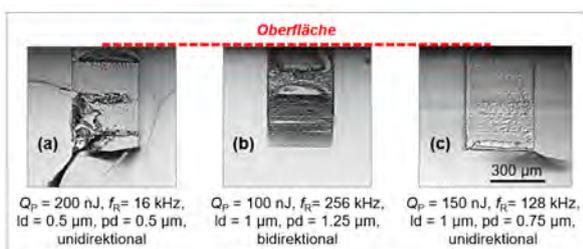


Abbildung 8: Mikroskop-Bilder, Seitenansicht von vertikalen Schnittflächen im PLA-Materialvolumen

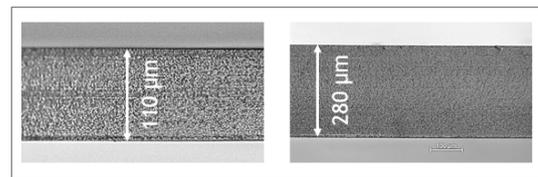


Abbildung 9: Mikroskop-Bilder, Draufsicht auf die Trennfläche, welche mit vertikalen Schnittflächen erzeugt wurde, Parameter: $Q_P = 100 \text{ nJ}$, $f_R = 256 \text{ kHz}$, $pd = 1 \text{ µm}$, $ld = 1 \text{ µm}$, unidirektional



Abbildung 10: Mikroskop-Bilder, Seitenansicht auf die horizontale Defektfläche, Parameter: siehe Abbildung 9

4.3 3D Körper

Zuerst wurde ein einfacher Würfel erzeugt, indem die vertikalen und horizontalen Schnittflächen aneinandergesetzt wurden, vgl. Abbildung 11.

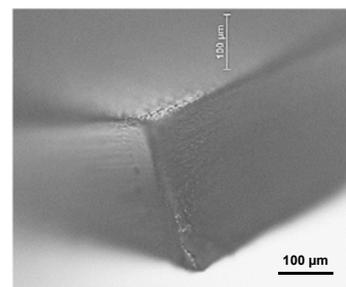


Abbildung 11: Mikroskop-Bild, Mittels vertikaler und horizontaler Schnittflächen erzeugter Würfel aus dem Materialvolumen von PLA, Brennweite 4 mm, Parameter siehe Abbildung 9

Um komplizierte Geometrien herstellen zu können, wurde zunächst das Verfahren auf feststehendes Werkstück – bewegter Laserstrahl geändert. Mithilfe der Laserstrahlauslenkung mittels Galvanometer-scanner konnten unterschiedlichste Körpergeometrien in das Materialvolumen generiert werden. Um die Anwendbarkeit des Verfahrens zu bestimmen, wurde die Brennweite von 12.5 mm verwendet. Mit dieser Optik konnten, aufgrund des größeren zur Verfügung stehenden Scanfeldes, Körper mit Abmessungen von ~ 400 µm hergestellt werden. Da das Verfahren, sowie die Brennweite umgestellt wurden, wurde zunächst eine Parameterstudie durchgeführt. Mit geeigneten Parametern wurden 2 Ansätze zum Schneiden von Mikrokonturen aus dem Polymervolumen von PLA verfolgt. Zum einen wurde die Kontur geschrieben, inklusive einem mit Linien gefülltem Quader rundum die Kontur. Zum anderen wurde nur die Kontur geschrieben. Bei beiden Strategien musste der Körper mittels mechanischer Krafteinwirkung aus dem Materialvolumen gedrückt werden. Hierbei wurden die besseren Ergebnisse erzielt, wenn nur die

Kontur geschrieben wurde. Mit dieser Methode wurden Zahnräder, Pyramiden- und Kegelstumpfe erzeugt, vgl. Abbildung 12. Um das Herausdrücken der Pyramide zu ermöglichen, wurde die Pyramide mit einer quadratischen Grund- ($400 \times 400 \mu\text{m}$) und Deckfläche ($200 \times 200 \mu\text{m}$) erzeugt, analog dazu der Kegelstumpf. Das Herausdrücken erfolgte von der Deckfläche.

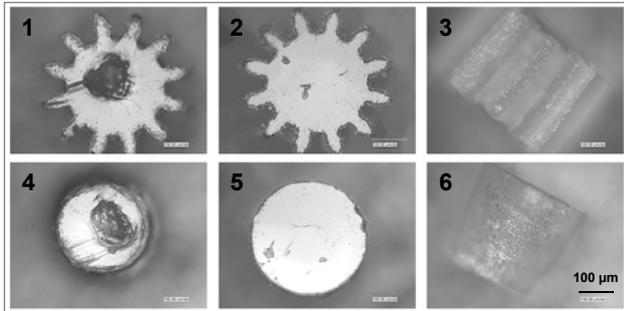


Abbildung 12: Mikroskop-Bilder, oben Zahnradstruktur mit $Q_P = 900 \text{ nJ}$, $f_R = 16 \text{ kHz}$, $pd = 1 \mu\text{m}$, $ld = 2.5 \mu\text{m}$: 1 Deckfläche, 2 Rückseite, 3 Seitenansicht; unten Kegelstumpf mit $Q_P = 500 \text{ nJ}$, $f_R = 16 \text{ kHz}$, $pd = 1 \mu\text{m}$, $ld = 2.5 \mu\text{m}$: 4 Deckfläche, 5 Rückseite, 6 Seitenansicht

Da die mechanische Krafteinwirkung Schäden hinterließ, wurden weitere Methoden zum Lösen des Körpers aus dem Materialvolumen unternommen. Zum einen wurden Versuche zum Herauslösen des Körpers durch thermisch induzierte Spannungen durchgeführt. Hierfür wurde die Probe zuerst in Wasser gelegt, um ein Fließen des Wassers in die Schnittfläche auszulösen. Anschließend wurde die Probe bei -15° temperiert. Aufgrund der Ausdehnung des Wassers in den Schnittflächen, sollte ein Herauspressen des Körpers induziert werden. In einem weiteren Versuch befand sich die Probe während der Versuchsdurchführung im Eiswasser. Die dauerhafte Kühlung sollte ein Schmelzen der Probe an den erzeugten Schnittflächen verhindern und somit das spontane Herauslösen des Körpers verursachen. Bei einer weiteren Methode sollte das Herauslösen des Körpers mittels Abzieh-Verfahren erreicht werden. Hierfür wurde die Probe mit einem Gel bestrichen, welches sich an Luft verfestigt. Beim Abziehen des verfestigten Gels sollte ein Herauslösen induziert werden. Alle der genannten Methoden führten nicht zum gewünschten Erfolg. Ähnliches Prinzip wurde durch die Verwendung von Celluloseacetat in Kombination mit Aceton genutzt. Hierfür wurde das Celluloseacetat auf die Probe gelegt und anschließend mit Aceton bestrichen. Durch die Verdampfung des Acetons verbindet sich das Celluloseacetat mit der Probe. Das Abziehen des verfestigten Celluloseacetats von der Probenoberfläche sollte die Körper aus dem Material lösen. Die Verwendung von Aceton führte jedoch zum Auflösen der Probe. In einem weiteren Versuch wurde die Behandlung mittels Ultraschall-Bestrahlung durchgeführt. Hierfür wurde die eingespannte Probe im Wasserbad geschallt. Mit dieser Methode lösten sich die Körper erfolgreich aus dem Polymervolumen. Durch das Aufheben der einzelnen Körper aus dem Wasserbad

wurden diese teilweise durch die metallische Pinzette beschädigt, vgl. Abbildung 13 links. Somit wurde mit der Ultraschall-Behandlung ein erstes Verfahren gefunden, welches die lasergeschnittenen Teile aus dem Polymervolumen löste. Durch das anschließende Handling mit der Pinzette wurden jedoch auch hier die Körper beschädigt.

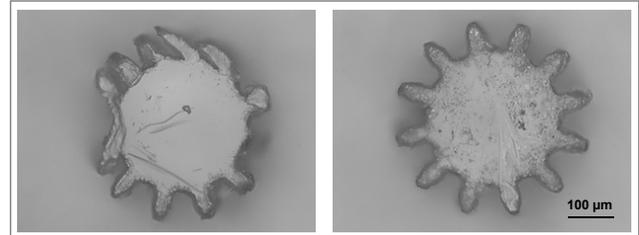


Abbildung 13: Mikroskop-Bilder der lasergeschnittenen und mittels Ultraschall herausgelösten Zahnradstrukturen, links $Q_P = 1500 \text{ nJ}$, $f_R = 256 \text{ kHz}$, $pd = 1 \mu\text{m}$, $ld = 2.5 \mu\text{m}$; rechts $Q_P = 1000 \text{ nJ}$, $f_R = 256 \text{ kHz}$, $pd = 1 \mu\text{m}$, $ld = 1 \mu\text{m}$

5. Zusammenfassung

Im ersten Teil der Veröffentlichung wurden Grundlagenuntersuchungen zum Erzeugen von Einzeldefekten vorgestellt. Mithilfe des erläuterten Versuchsaufbaus konnten Defekte im Materialvolumen von Polylactid erzeugt werden. Es zeigte sich je nach Brennweite ein kanalartiges Erscheinungsbild der Defekte. Die Größe der Defekte war abhängig von der verwendeten Brennweite/Fokusradius, der Pulsenergie, sowie aufgrund von sphärischer Aberration von der Materialtiefe. Die Versuche zur Bestrahlung mit Multipulsen ergaben eine Zunahme der Defekte im Durchmesser, sowie nahezu keine Beeinflussung der axialen Ausdehnung der Defekte mit steigender Pulsanzahl.

Für erste Schnittflächen wurde die Brennweite von 4 mm benutzt. Hierfür wurden Einzeldefekte in einem definierten Abstand zueinander aneinandergereiht. Mit dieser Technik konnten vertikale und horizontale Schnittflächen, sowie eine einfache Würfelgeometrie erzeugt werden. Um dreidimensionale Strukturen herzustellen, wurden das Verfahren, sowie die Brennweite geändert. Durch Ablenken der Laserstrahlung mittels Scanner konnten beispielsweise Pyramiden- und Zylinderstumpfe, sowie Zahnradstrukturen erzeugt werden. Mechanische Krafteinwirkung bewirkte das Herauslösen des Körpers aus dem Materialvolumen, führte jedoch auch zu dessen Beschädigung. Es wurden zur Optimierung des Verfahrens zum Herauslösen weitere Methoden angewandt, welche jedoch nicht zum gewünschten Erfolg führten. Lediglich die Ultraschall-Beschallung führte zum Herauslösen der Körper aus dem Polymervolumen. Durch das anschließende Handling mit der Pinzette wurden jedoch die Körper beschädigt. Somit wird zunächst an weiteren Verfahren zum Herauslösen bzw. dem anschließenden Handling der Körper geforscht, bevor an der Verbesserung der Auflösung durch Verwenden von kleineren Brennweiten gearbeitet wird.

Danksagung

Die Autoren danken dem Europäischen Sozialfonds für Deutschland (ESF) für die Finanzierung des Projekts ULTRALAS Nr. 8221818. Dieses Projekt wird aus Steuereinnahmen auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag verabschiedeten Haushalts mitfinanziert.



Europäische Union

Europa fördert Sachsen.



Europäischer Sozialfonds



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Literaturverzeichnis

- [1] S. Hoeges, M. Lindner et al., IFMBE Proceedings, 22 (2009), 2230-2234.
- [2] C. Hopmann, D. Kaltbeitzel et al., Medizin & Technik, 5 (2013), 44-45.
- [3] R. Patel, V. Matylitsky et al., Industrial Laser Solution, 1 (2014), 25-27.
- [4] W. Watanabe, Y. Li et al., Optics & Laser Technology, 78 (2016), 52-61.
- [5] S. Nolte, M. Will et al., Applied Physics, 77 (2003), 109-111.
- [6] U. Löschner, J. Schille et al., Proceedings Spie, 7926 (2011), 06.
- [7] R. Osellame, G. Cerullo et al., Femtosecond Laser Micromachining, Chapter 1 (2012), Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg.
- [8] E. Gamaly, Physics Reports, 508 (2011), 91-243.
- [9] D. Schaefer, D. Schnitzler et al., Proceedings of Spie, 8613 (2013), Advanced Fabrication Technologies for Micro/Nano Optics and Photonics, 32.
- [10] T. Viertel, L. Pabst et al., Applied Physics A, 123 (2017), 789.
- [11] A. Barzic, R. Barzic, UPB Scientific Bulletin Series A, 77 (2015), 293-302.
- [12] M. Malinauskas, L. Lukosevicius et al., Journal of Laser Micro / Nanoengineering, 10 (2015), 222.
- [13] C. Schaffer, A. Jamison et al., Applied Physics Letters, 84 (2004), 1441.
- [14] E. Toratini, M. Kamata et al., Applied Physics Letters, 87 (2005), 171103.
- [15] S. Juodkasis, H. Misawa et al., Applied Physics Letters, 88 (2006), 201909.
- [16] M. Olbrich, T. Viertel et al., Applied Physics A, 122 (2016), 482.

LASERINNENBEARBEITUNG VON GALLIUMARSENID

Sebastian Weinhold, Jana Nissel, Robby Ebert, Horst Exner
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Zur Verbesserung der Materialausbeute bei der Waferherstellung soll zukünftig das Ausgangsmaterial mittels fokussierter Laserstrahlung in einer definierten Tiefe mit einer laserbearbeiteten Ebene versehen und vorgeschädigt werden und im Nachgang der Wafer durch ein Splitverfahren definiert abgespalten werden. Diese Verfahrensvariante ist zukünftig besonders für hochpreisige oder sehr harte Wafermaterialien interessant. Es werden Untersuchungsergebnisse bezüglich Parametervariation zur Laserinnenbearbeitung von Galliumarsenid mit den dazu gehörigen Ergebnissen aus dem Materialsplit vorgestellt. Darüber hinaus werden Ergebnisse zur Erhöhung der Bearbeitungsgeschwindigkeit durch die Verwendung von Multi- oder Linienfoki präsentiert.

1. Einleitung

Für die Herstellung von elektronischen Bauelementen werden Halbleitermaterialien wie Silizium, Germanium, Siliziumcarbid, Galliumarsenid oder Galliumnitrid eingesetzt. Die Grundlage für die Produktion dieser Bauteile bildet meist ein Halbleiterwafer, auf dem die jeweiligen elektronischen Komponenten durch spezifische Verfahren erzeugt werden. Zur Herstellung der betreffenden Wafer wird bisher das zuvor erzeugte Kristallmaterial, der Ingot, mit einer Drahtsäge in Scheiben geschnitten. Bei diesem Verfahren, dem sogenannten Wafering, kommt es durch das Sägeverfahren zu einem Materialverlust im Schnittspalt und zur mechanischen Beeinflussung der Randbereiche.

Als Alternative zur mechanischen Bearbeitung wurde die Laserinnenbearbeitung entwickelt, bei der der Laserfokus in das transparente Material gelegt wird. Für das Material Silizium entstand daraus das Verfahren Stealth Dicing, mit dessen Hilfe Wafer getrennt werden können [1]. Im Institut wurde das Verfahren zur Erzeugung von 3D Körpern im Mikrobereich weiterentwickelt [2].

Zur Verbesserung der Materialausbeute beim Wafering soll zukünftig der Ingot mittels Laserinnenbearbeitung in einer definierten Tiefe mit einer laserbearbeiteten Ebene versehen und vorgeschädigt werden und im Nachgang der Wafer durch ein Splitverfahren definiert abgespalten werden. Diese Verfahrensvariante ist zukünftig besonders für hochwertige oder sehr harte Wafermaterialien interessant.

2. Versuchsaufbau

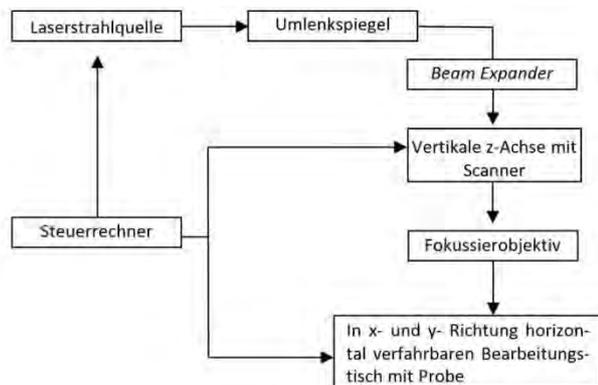


Abbildung 1: Übersicht Versuchsaufbau

Zur Ausführung der Versuche wurde ein vorhandenes Laser- Mikrobearbeitungssystem (Eigenbau Laserinstitut Hochschule Mittweida, Abbildung 1) mit einem Faserlaser verwendet.

Mittels Steuerrechner wurde die Positionierung der verschiedenen Achssysteme vorgenommen und die Laserstrahlung zur Bearbeitung der zuvor exakt ausgerichteten Materialprobe freigegeben. Die wichtigsten Eigenschaften des verwendeten Faserlasers sind in der Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1: Eigenschaften Faserlaser YLPM-1-4x200-20-20

Betriebsart	kurzgepulst
Polarisation	random
Auswählbare Pulsdauern	4, 8, 14, 20, 30, 50, 100, 200 ns
Emissionswellenlänge	1050 – 1075 nm
Hauptemissionswellenlänge	1064 nm
Nominale mittlere Leistung	19 – 21 W
Pulswiederholfrequenz	16 – 1.000 kHz
Maximale Pulsenergie	1 mJ
Maximale Pulsspitzenleistung	15 kW
Ausgangs Strahldurchmesser	6 – 9 mm
Strahlqualität M2	2.0

Die Laserstrahlung konnte mit dem im Bild 2 schematisch dargestellten Aufbau fokussiert und je nach Bearbeitungsvariante (Einstrahl- / Multifokus- / Linienfokusbearbeitung) bei Bedarf zusätzlich optisch modifiziert werden.

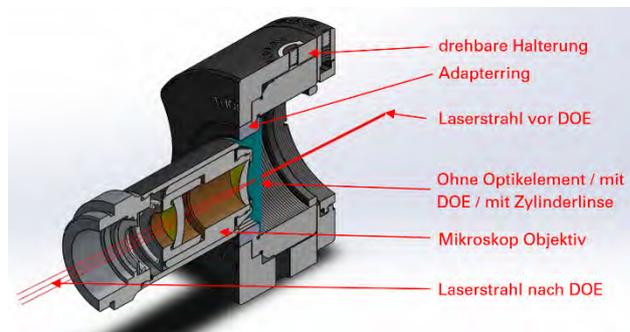


Abbildung 2: Schema vom Aufbau zur Strahlfokussierung

Als Fokussieroptik wurde ein Mikroskop - Objektiv genutzt (Tabelle 2) und die Fokusverschiebung durch den Brechungsindex von GaAs jeweils ausgeglichen sowie die sphärische Aberration am Objektiv nachjustiert. Die folgenden Ergebnisse wurden unter Verwendung einer Pulsdauer von 50 ns und 200 ns erzielt.

Tabelle 2: Eigenschaften Fokussieroptik LMH-50X-1064

Vergrößerung	50X
Numerische Apertur	0,65
Arbeitsabstand	2,3 mm
Brennweite	4 mm
Transmission (bei 1064 nm)	96 – 98 %

Der Cold-Split zur Trennung der Wafer fand beim Projektpartner Siltecta GmbH statt. Dazu wurde der Wafer mit Kunststoff beaufschlagt und dieser durch Abkühlung zur Schrumpfung gebracht. Durch die sich ausbildenden Spannungen kommt es zum Ablösen des Wafers in der Spaltebene.

3. Ergebnisse

Zur Innenbearbeitung von GaAs wurden flächige Testfelder 300 µm unter der Materialoberfläche mittels fokussierter Laserstrahlung erzeugt. Die erzielten Bearbeitungsergebnisse wurden mit einem IR-Mikroskop ausgewertet und qualitativ bewertet (Abbildung 3). Das Problem bestand darin, Parameter zu finden, bei denen die Oberfläche des Wafers unbeschädigt blieb und es im Inneren des Wafers zur Ausbildung von Kavitäten bzw. Schädigungen kam, die dann später die definierte Spaltebene bilden sollten.

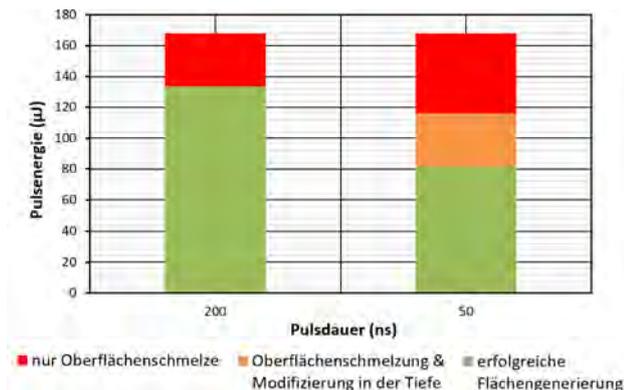


Abbildung 3: Qualitatives Ergebnis Flächenbearbeitung unter Variation von Pulsenergie und Pulsdauer in einer Bearbeitungstiefe von 300 µm; Puls- und Linienabstand 0,5 µm; Pulswiederholfrequenz 100 kHz

Für die Pulsdauern von 50 ns und 200 ns konnte jeweils ein Prozessfenster ermittelt werden in dem eine erfolgreiche Materialinnenbearbeitung ohne eine Oberflächenschädigung erzielt wurde (Abb. 4).

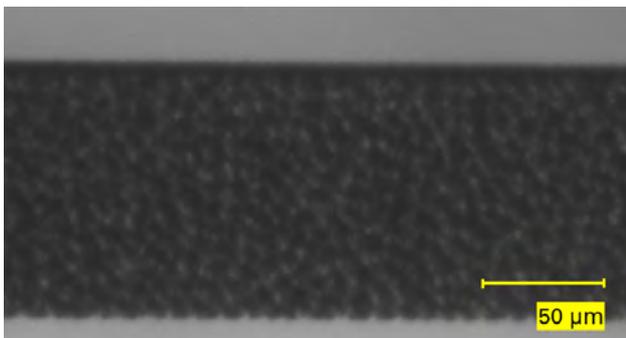


Abbildung 4: IR-Mikroskopaufnahme einer innenbearbeiteten Fläche in einer Bearbeitungstiefe von 300 µm (Pulsenergie 1,03 µJ, Frequenz 400 kHz, Puls- und Linienabstand 0,5 µm, Pulsdauer 50 ns)

Zur Überprüfung der Eignung der zuvor mittels IR-Mikroskopie evaluierten Prozessparameter (Abbildung 4) wurden größere quadratische Probenstücke in den Abmaßen 20x20 mm mit den betreffenden Prozessparametern erzeugt. Die Abbildungen 5 und 6 zeigen beispielhaft die Splitfläche einer Probe.



Bild 5: Mikroskopaufnahme einer Splitfläche (Pulsdauer 50 ns, Pulsenergie 4,11 µJ, Bearbeitungstiefe 300 µm, Pulsabstand 4 µm, Linienabstand 4µm)

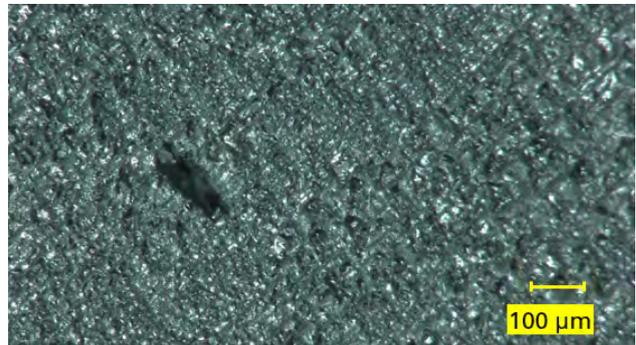


Bild 6: Mikroskopaufnahme einer Splitfläche (Pulsdauer 50 ns, Pulsenergie 4,11 µJ, Bearbeitungstiefe 300 µm, Pulsabstand 4 µm, Linienabstand 4µm)

Das Trennergebnis offenbarte Flächenbereiche in denen der Materialsplit der Materialinnenbearbeitung folgte. Es traten bei allen Proben aber auch Störungen in Form von Singularitäten und Wallnerlinien auf, bei denen dies nicht der Fall war. Die so verursachten Unebenheiten beeinflussten das Splitergebnis negativ. Die Ursache wurde in der eckigen Form und geringen Größe der erzeugten Proben vermutet.

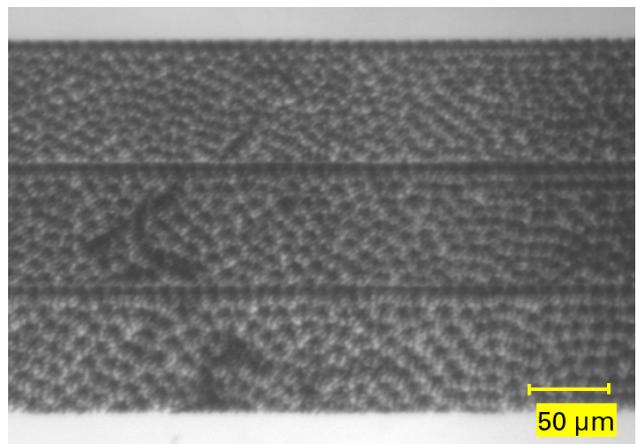


Abbildung 7: IR-Aufnahme einer mit einem 3-fach DOE innenbearbeiteten Fläche; Bearbeitungstiefe 300 µm; Pulswiederholfrequenz 100 kHz; Pulsabstand 0,5 µm; Linienabstand 0,5 µm; Pulsdauer 200 ns, Pulsenergie 12,73 µJ; Separationswinkel von 1,27°

Ein weiteres Ziel war es möglichst vergleichbare Bearbeitungsergebnisse mit einem 3-fach-DOE zu erzielen und durch den Einsatz der Multifokusbearbeitung die Bearbeitungsgeschwindigkeit bei gleicher Qualität zu vervielfachen (Abb. 7).

Ähnlich den Untersuchungen mit einem einzelnen Strahlfokus wurde bei der Innenbearbeitung mehreren Foki quadratische Probenstücke bearbeitet und mittels „Cold - Splitverfahren“ getrennt. Die Bilder 8 und 9 zeigen besonders gute Bearbeitungsergebnisse.



Abbildung 8: Mikroskopaufnahme einer mit einem 3-fach DOE innenbearbeiteten und mit Cold Split getrennten Fläche (Pulsdauer 50 ns, Pulsenergie 12,33 μ J, Bearbeitungstiefe 300 μ m, Pulsabstand 4 μ m, Linienabstand 4 μ m)

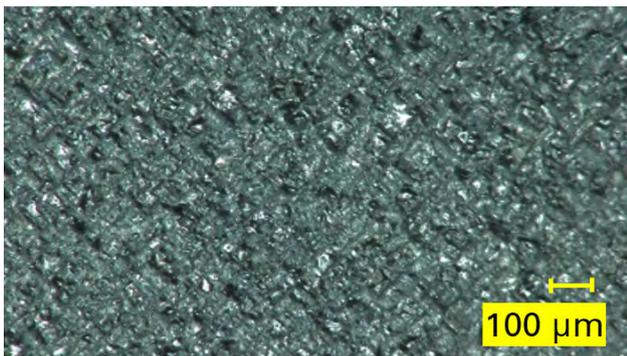


Abbildung 9: Mikroskopaufnahme einer mit einem 3-fach DOE innenbearbeiteten und mit Cold Split getrennten Fläche (Pulsdauer 50 ns, Pulsenergie 12,33 μ J, Bearbeitungstiefe 300 μ m, Pulsabstand 4 μ m, Linienabstand 4 μ m)

Es wurde ein nahezu vollständiger Split erzeugt. Lediglich in den Randbereichen der Probe kam es zu Ausbrüchen aus der durch die Laserbearbeitung vorgegebenen Split-Ebene. Es konnte somit die erfolgreiche Applikation eines 3-fach - DOE zur Beschleunigung der Materialinnenbearbeitung von GaAs gezeigt werden.

Eine weitere Möglichkeit zur Steigerung der Bearbeitungsgeschwindigkeit bestand in der Nutzung eines Linienfokus. Dazu wurden Zylinderlinsen mit verschiedenen Brennweiten in den Strahlengang integriert.

Mit Verringerung der Brennweite konnte eine Zunahme der Länge der Fokus - Hauptachsen gemessen werden. Die Nebenachse sich halbierte betragsmäßig zunächst durch Halbierung der Brennweite. Eine weitere Verkleinerung der Brennweite bewirkte dann keine weitere Verkleinerung der Nebenachse.

Tabelle 3: Vergleich der Abmaße der Haupt- und Nebenachsen bei verschiedenen Brennweiten von Zylinderlinsen

Brennweite	-400 mm	-200 mm	-150 mm
Hauptachse w_H (μ m)	18	45	62
Nebenachse w_N (μ m)	3	1,5	1,5

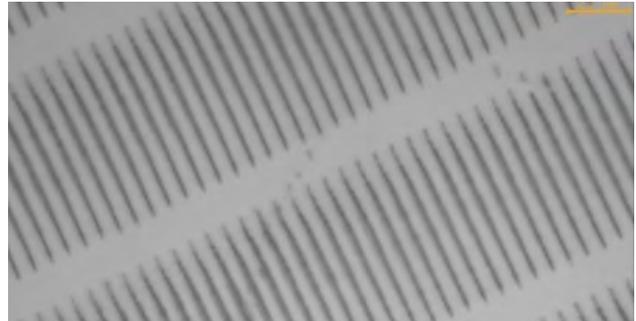


Abbildung 10: IR - Mikroskopaufnahme von mit Zylinderlinse innenbearbeiteten Linien in einer Bearbeitungstiefe von 300 μ m (Pulsdauer 50 ns, Pulsenergie 64,31 μ J, Pulsabstand 7,5 μ m, Linienabstand 90 μ m)

Aufgrund der deutlich größeren Linienfokallänge in der Hauptachse, dem sehr guten Aspektverhältnis zwischen Haupt- und Nebenachse des Strahlfokus und dem vielversprechenden Erscheinungsbild der Materialinnenbearbeitung anhand der IR - Mikroskopaufnahmen (Abbildung 10) wurde bei den folgenden Untersuchungen mit der Brennweite -150 mm gearbeitet.

Zur Evaluierung eines Prozessfensters wurden Parameter wie Linienabstand und Pulsenergie variiert und das jeweilige Bearbeitungsergebnis nach dem Materialsplit ausgewertet (Abbildung 11).

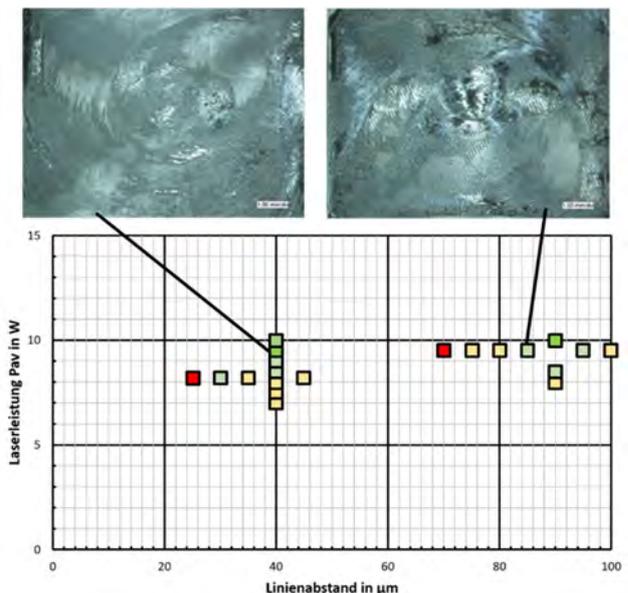


Abbildung 11: Einschätzung der Oberflächenqualität nach dem Split in Abhängigkeit von Laserleistung und Linienabstand unter Nutzung eines Linienfokus (Brennweite - 150 mm, Pulsdauer 50 ns, Pulsfrequenz 100 kHz, Pulsabstand 7,5 μ m)

Die erzielten Ergebnisse zeigten 2 mögliche Prozessfenster bei Linienabständen von 40 und 90 µm. In den Bereichen konnten gesplittete Oberflächen mit geringer Rauheit und Welligkeit erzeugt werden

Mit den Erkenntnissen aus der Bearbeitung kleiner Demonstratoren konnten auch vergleichsweise große Wafer bearbeitet und gesplittet werden (Abbildung 12).



Abbildung 12: Foto von einem gesplitteten 3" Demonstrator - Wafer

Leider gelang es noch nicht die zum Teil sehr guten Splitergebnisse auf die gesamte Waferfläche zu übertragen. Durch eine angepasste Bearbeitungsstrategie konnten jedoch bereits Singularitätseffekte unterdrückt werden.

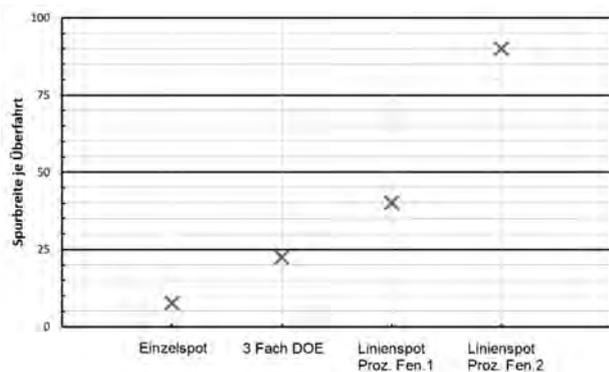


Abbildung 13: Übersicht zur möglichen Spurbreite je Überfahrt in Abhängigkeit von der Fokuskonfiguration

Die Nutzung des Einzel- oder Dreifachspots brachte geringfügige Vorteile hinsichtlich einer geringeren Rauheit der gesplitteten Waferoberfläche. Die Materialinnenbearbeitung mittels Linienfokus hatte aber nur eine geringfügige größere Inhomogenität der Materialoberfläche zur Folge. Unter Verwendung des Linienfokus wurde eine wesentlich größere Spurbreite je Überfahrt erzeugt (Abb. 13), woraus sich ein deutlicher Vorteil hinsichtlich der Bearbeitungsgeschwindigkeit ergab (Abbildung 14).

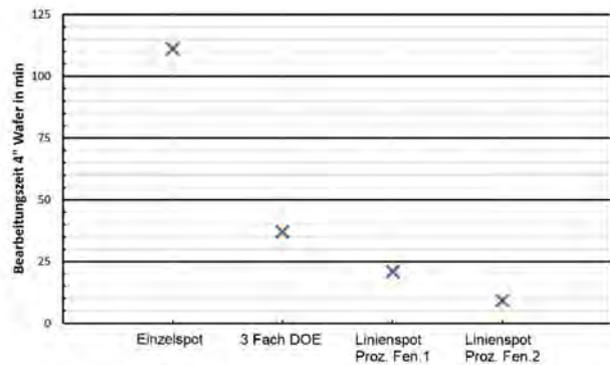


Abbildung 14: Übersicht zur Bearbeitungszeit eines 4" Wafers auf unserem Versuchsstand ($v = 0,5 \text{ m/s}$) in Abhängigkeit von der Fokuskonfiguration

4. Zusammenfassung

Es wurden Untersuchungsergebnisse zur Laserinnenbearbeitung von Galliumarsenid mit den dazu gehörigen Ergebnissen aus dem Materialsplit vorgestellt. Darüber hinaus wurden Ergebnisse zur wesentlichen Erhöhung der Bearbeitungsgeschwindigkeit durch die Verwendung von Multi- oder Linienfoki präsentiert.

Danksagung

Die Autoren danken den europäischen Strukturfonds EFRE und ESF für die Finanzierung des Projektes SPLIT (Projektnummer: 100282100).



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Die Autoren bedanken sich weiterhin bei den Projektpartnern Siltecta GmbH und Freiburger Compound Materials GmbH für die Unterstützung bei den erzielten Ergebnissen und die stets fruchtbare Zusammenarbeit.

Literaturverzeichnis

- [1] Ohmura, E., et al. „Internal modified-layer formation mechanism into silicon with nanosecond laser“, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, Vol. 17, 2006, pp. 381-384
- [2] Löschner, U., et al. „Innenbearbeitung transparenter Materialien mit kurzen und ultrakurzen Pulsen“, 20th International Scientific Conference, Scientific Reports 4, 2009, pp. 44-49.

DIE NÄCHSTE GENERATION DER POLYGONSCANNERTECHNIK IN DER LASERMATERIALBEARBEITUNG

Marcel Wolf, Mathias Müller, André Streek
Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Der wachsende Bedarf an Laser gestützten Fertigungsmethoden unserer heutigen Zeit erfordert ein hohes Maß an Innovation und stetiger Weiterentwicklung. Nicht nur die Lasergeräte, sondern auch die Strahlführungssysteme, rücken in den Fokus der Forschung, um die enormen Ansprüche der Industrie erfüllen zu können. Die Polygonscantechnologie bietet die Möglichkeit die erforderliche Geschwindigkeiten der Strahlableitung in Verbindung mit der geforderten Genauigkeit zu realisieren. Der Schwerpunkt dieser Arbeit liegt in der adaptiven Anwendung des entwickelten Scansystems für verschiedenste Arbeitsaufgaben mit aktuellem Bezug auf industrielle Anforderungen. Des Weiteren wird die Realisierung großer Scanfelder und Minimierung von Strukturierungsabweichungen, mittels hoch präziser Strahljustage gezeigt. Ebenso wird die Anwendbarkeit des Scansystems auf Prozesse, welche mit Hochleistungsstrahlquellen realisiert werden, untersucht.

1. Einleitung

Um eine effektive und wirtschaftliche lasergestützte Bearbeitung zu realisieren sind mehrere Faktoren zu optimieren. Prinzipiell wird die Effektivität über die Prozessgeschwindigkeit definiert, das heißt wieviel Zeit wird für eine Arbeitsaufgabe benötigt. Durch die kontinuierliche Weiterentwicklung von Lasersystemen und die somit steigenden mittleren Leistungen kann der zur Bearbeitung genutzte Laserstrahl mit immer größeren Geschwindigkeiten über die Werkstückoberfläche geführt werden. Somit steigt auch die Produktivität. Die herkömmlichen Laserstrahlableitungssysteme basierend auf Galvanometerspiegeln, die derzeit am Markt vertreten sind, erreichen lediglich Ablenkgeschwindigkeiten bis zu 10 m/s. Aus diesem Grund wurde in den vergangenen Jahren am Laserinstitut der Hochschule Mittweida ein Scannersystem, basierend auf der Polygonscantechnologie, entwickelt, welches in der Lage ist Strahlableitungsgeschwindigkeiten bis zu 1 km/s zu realisieren. Natürlich ist auch bei diesem System eine stetige Weiterentwicklung unabdingbar um fortlaufend die Anforderungen, die von der Industrie gestellt werden, zu erfüllen.

2. Technologische Umsetzung

Die optische Umsetzung ist nur ein Teil des Polygonscannertechnologie und wird im Folgenden kurz beschrieben.

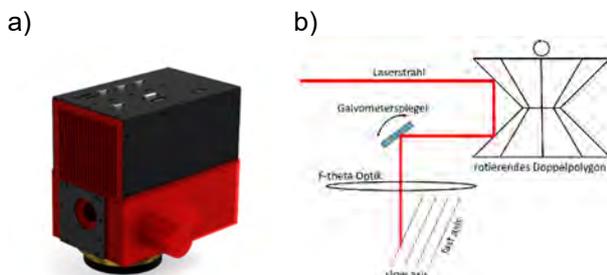


Abbildung 1: (a) Polygonspiegelscanner; (b) schematische Darstellung des optischen Aufbaus.

Abbildung 1 (a) zeigt ein Modell des weiterentwickelten POLYGONSPIEGELSCANNER ULTRAX Typ V1/30. Der prinzipielle Aufbau wird in Abbildung 1 (b) dargestellt. Die schnelle Strahlableitung wird als

fast-axis bezeichnet. Sie wird über die Polygonrotation realisiert und erzeugt so eine Bearbeitungslinie. Um nun ein Scanfeld zu realisieren wird mittels des Galvanometerspiegels nach jeder Bearbeitungslinie der Startpunkt verschoben, was als slow-axis bezeichnet wird. Durch die spezielle Konstruktion und den Einsatz eines eigens für den Scanner entwickelten Doppelspiegelpolygonrades konnte in der Vergangenheit bereits die Verringerung der störenden Verzeichnungsfehler im resultierenden Scanfeld nachgewiesen werden [1].

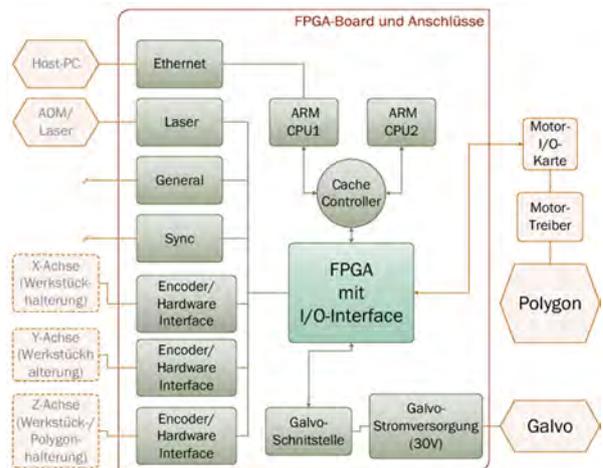


Abbildung 2: schematische Abbildung der aktuellen Hardwaresynthese.

In Abbildung 2 wird ein Blockscha der integrierten Elektronik, die im Scanner aktuell Verwendung findet schematisch dargestellt. Die Konfiguration des FPGA (Field Programmable Gate Array) wird über eine Ethernet Schnittstelle vorgenommen. Über die Schnittstelle General werden alle Hauptbefehle, wie z.B. Bearbeitung Start/Stop, Motorrotation Start/Stop, etc. realisiert. Das Schalten des Laserstrahls erfolgt über Analog bzw. Digitalsignale die der Scanner über die Laser I/O Schnittstelle an das Lasergerät übergibt (z.B. EOM oder AOM). Der Eingang Sync kann genutzt werden um den Polygonscanner auf externe Frequenzen zu synchronisieren. Über die Encoder-/ Hardwareinterface- Schnittstellen können Achsenpositionsänderungen übertragen werden auf die der Scanner in nahezu Echtzeit reagiert.

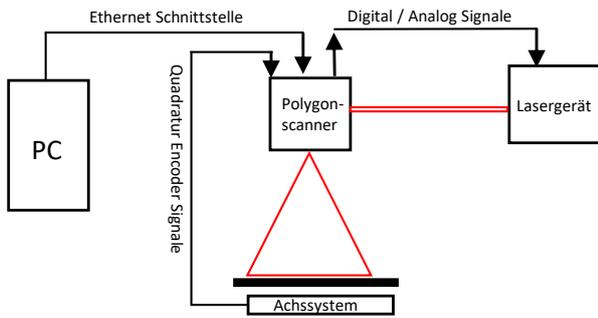


Abbildung 3: Schematischer Versuchsaufbau.

In Abbildung 3 wird der prinzipielle Versuchsaufbau dargestellt. Der Laser wird vom Polygon-scanner geschaltet und von diesem dann auf das Target gelenkt. Dieser schematische Aufbau gleicht sich in allen durchgeführten Versuchen. Lediglich das verwendete Lasergerät wurde verändert.

3. Einsatzgebiete des Polygonspiegelscanners UltraX

Aufgrund des adaptiven f-Theta Objektivs ist der Polygon-scanner in verschiedenste Prozesse integrierbar. Im Folgenden soll ein Einblick in verschiedene Einsatzgebiete geboten werden, welche mit dem UltraX realisiert bzw. verbessert werden können.

3.1 Reinigung von parasitären Schichten auf Werkstückoberflächen

Die Entfernung von störenden Oberflächenschichten, wie z.B. Oxiden, ist eines der Anwendungsgebiete für die Polygon-scanttechnologie.

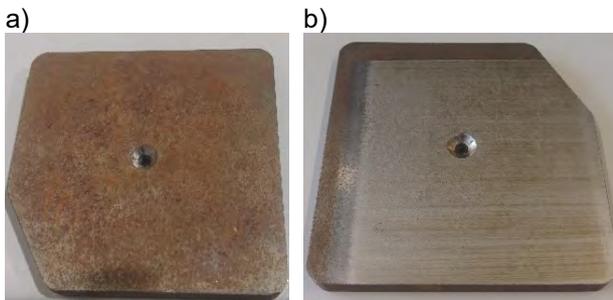


Abbildung 4: (a) zu reinigende platte vor dem Prozess; (b) gereinigt platte nach dem Prozess.

Hierzu wurde mittels eines 3 kW Lasersystems der Firma IPG eine stark verrostete Stahlplatte gereinigt. Dazu wurde eine Strahlableitgeschwindigkeit von 550 m/s benutzt. Eine durchschnittliche Leistung von 2,5 kW wurde in Verbindung mit einer 255 mm f-Theta Objektiv für diesen Versuch verwendet. Die Reinigung erfolgte mittels einer Überfahrt unter Verwendung eines Linienabstandes von 10 µm. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4 (a) und (b) ersichtlich.

3.2 Strukturierung bzw. Modifikation von Oberflächen

In unserer heutigen Zeit steigt der Bedarf an funktionalen Oberflächen kontinuierlich. Hierfür bietet die Polygon-scannertechnologie geeignete Lösungen hin-

sichtlich der Prozessgeschwindigkeit und Strukturgenauigkeit. Beispiele hierfür sind unter anderem die Erzeugung von hydrophilen- bzw. hydrophoben Oberflächen, physikalische Haftvermittler für nachträgliche Beschichtungsprozesse oder auch Beschriftungsaufgaben. Im Rahmen des EU-Projektes „PULSE“ soll der Polygonscanner in Verbindung mit einem neuen Lasersystem für Schneid-, Schweiß- und Strukturierungsprozesse genutzt werden. Im Zuge dessen wurden erste Versuche auf Stahlsubstraten durchgeführt und beispielhaft das „PULSE“ Projektlogo unter Verwendung verschiedener Lasersysteme in die Oberfläche der Substrate eingebracht. Im Polygon-scanner ist ein interner Speicher integriert. Dieser ermöglicht es, Graustufenbilder in Form von Bitmapdateien in den Scanner zu laden und diese dann auf das Substrat zu übertragen. Erreicht wird dies über das Ein- bzw. Ausschalten des Laserstrahls. Dazu verfügt der Polygon-scanner über 6 Signalausgänge.

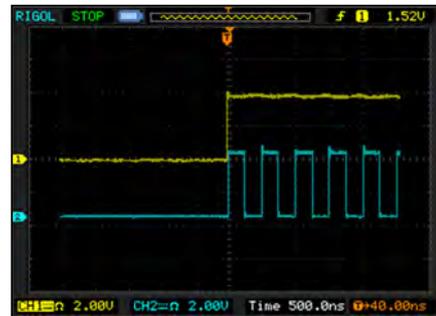


Abbildung 5: Signalausgabe mit Positionssignal (Pulse On Demand); Gelb Objektsignal (Zu strukturierendes Objekt); Blau Positionssignal (für den pulse on demand Modus).

Für den ersten Strukturierungsversuch wurde ein gepulstes Lasersystem der Firma Edgewave mit einer mittleren Leistung von 100 W und einer Pulsdauer von 10 ps verwendet. Die genutzte Pulswiederholungs-frequenz betrug 100 kHz. Es wurde ein f-Theta Objektiv mit einer Brennweite von 420 mm verwendet. Der Versuch wurde mit einer Strahlableitgeschwindigkeit von 50 m/s durchgeführt. Die resultierende Struktur der Größe von 70 mm x 100 mm weist eine Tiefe von ca. 283 nm auf. Die resultierende Prozesszeit betrug 380 Sekunden bei einer Anzahl von 20 Überfahrten.

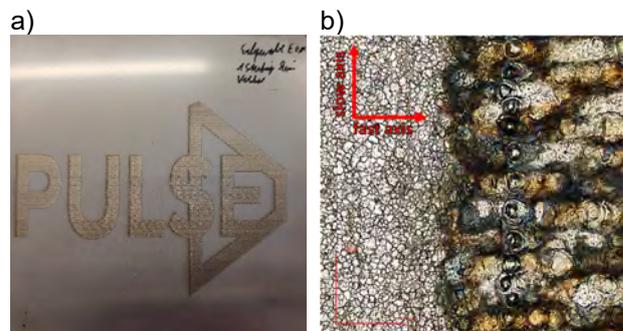


Abbildung 6: Strahlschaltung mittels EOM (Firma: Edgewave) (a) strukturiertes Pulslogo von den Abmaßen 70mm x 100 mm, (b) Vergrößerung der Struktur am Buchstaben L.

Auffallend in Abbildung 6 (b) sind die tiefen Krater, welche in Richtung der slow-axis untereinander resultieren. Diese werden über die Strahlschaltung dieses Lasergerätes erklärbar. Das verwendete Lasergerät verfügt zur Strahlschaltung lediglich über einen EOM (elektro optical modulator). Dieser zeichnet sich durch eine schnelle Strahlschaltung ausschließlich beim ersten Puls aus. Danach nimmt auf grund der Auf- und Entladung der Kondensatoren die erreichbare Schaltzeit erheblich ab. Durch die hohe Anzahl an Überfahrten und die langsame Strahlschaltung resultiert letztendlich die in Abbildung 6 erkennbare Linienstruktur.

Anschließend wurde das Logo vergrößert und bei gleichen Parametern auf ein größeres Substrat übertragen.

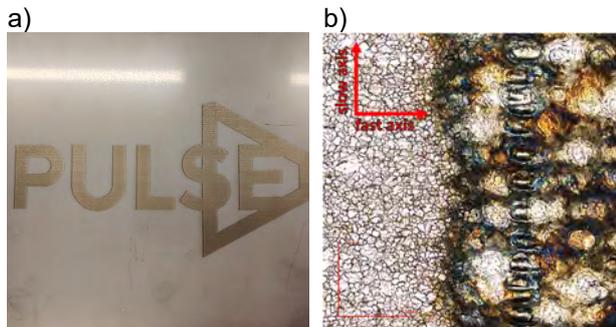


Abbildung 7: Strahlschaltung mittels EOM (Firma: Edge-wave) (a) strukturiertes Pulslogo von den Abmaßen 140 mm x 200 mm, (b) Vergrößerung der Struktur am Buchstaben L.

Die Struktur in Abbildung 7 wird charakterisiert durch eine mittlere Strukturtiefe von ca. 540 nm bei 40 Überfahrten. Zu den gleichen Auffälligkeiten wie bei der in Abbildung 6 gezeigten Struktur, kommt eine Veränderung der Anfangspulse, die lateral deformiert sind. Dies lässt sich durch den Pulsjitter (zeitliche Unbestimmtheit der emittierten Laserpulse) in Verbindung mit der hohen Anzahl an Überfahrten erklären.

Die Struktur in Abbildung 8 wurde mittels eines IPG Faserlasers, der über eine AOM (akusto optical modulator) Strahlschaltung verfügt, erzeugt. Dieser Laser hat eine mittlere Leistung von 500 W und emittiert Laserpulse mit einer Pulsdauer von 60 ns. In diesem Versuch wurde ebenso ein 420 mm f-Theta Objektiv verwendet. Zusätzlich wurde das Logo vektorisiert und eine Außenkontur hinzugefügt.

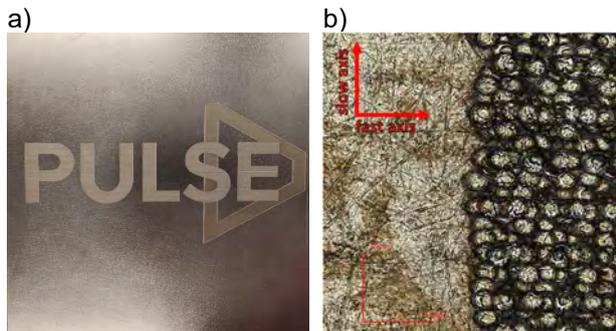


Abbildung 8: Strahlschaltung mittels AOM (Firma: IPG): (a) strukturiertes Pulslogo von den Abmaßen 140 mm x 200 mm, (b) Vergrößerung der Struktur am Buchstaben L

Der starke Unterschied zwischen Abbildung 7 und Abbildung 8 wird erklärbar durch die Art der Strahlschaltung. Der in diesem Versuch verwendete AOM schaltet den Strahl immer gleich schnell, sodass die einzelnen Pulse klar ersichtlich werden. Das strukturierte Logo ist ca. 1160 nm tief bei 4 Überfahrten, was einer Prozesszeit von ca. 70 s entspricht.

Der Scanner verfügt ebenso über die Möglichkeit das Scanfeld zu füllen, wenn das zu strukturierende Objekt kleiner ist als das Scanfeld. Dies zeigt Abbildung 9. Hier wurde das Logo stark verkleinert und damit das Scanfeld gefüllt. Hierbei wurde erneut der IPG Faserlaser mit gleichen Parametern wie bei der Struktur in Abbildung 8 verwendet.

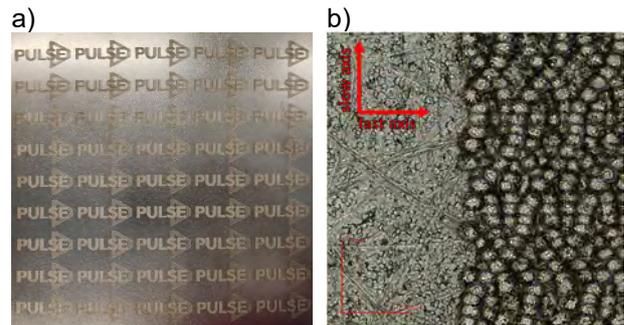


Abbildung 9: Strahlschaltung mittels AOM (Firma: IPG) (a) strukturiertes Pulslogo (Scanfeld gefüllt) von den Scanfeld abmaßen 200 mm x 200 mm, (b) Vergrößerung der Struktur am Buchstaben L mittig.

Abbildung 9 zeigt das Ergebnis des Versuches zur Füllung des Scanfeldes. Es ist zu erkennen, dass sich die ergebenden Flächenstrukturen in Abbildung 8 (b) und Abbildung 9 (b) ähneln, jedoch, bedingt durch die erhebliche Verkleinerung des Logos in Abbildung 9 (a), die Genauigkeit der Struktur abnimmt. Begründen lässt sich dies durch die schnellere Strahlschaltung und dem Pulsjitter, der bei kleineren Strukturen stärker ins Gewicht fällt. Die Prozesszeit betrug in diesem Versuchsteil ca. 50 s.

3.3 Puls On Demand Funktion

Mithilfe der neu implementierten Puls on Demand-Funktion wird eine hohe Pulswiederholgenauigkeit auf der Probe realisiert.

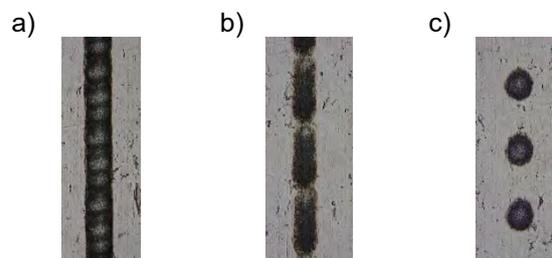


Abbildung 10: Linienstrukturierungen mittels AOM zur Visualisierung der Puls on Demand Funktion (Firma Edge-wave), (a) 10 Scans ohne POD Funktion (b) 3 Scans ohne POD Funktion (c) 10 Scans mit POD Funktion.

Abbildung 10 zeigt Versuche mit und ohne der POD-Funktion. Es wird ersichtlich, dass bei steigender Anzahl an Überfahrten, durch die zeitliche Unbestimmtheit

heit der Laserpulse, eine Linie entsteht. Unter Verwendung der POD-Funktion können im Vergleich dazu die Laserpulse nahezu deckungsgleich aufeinander platziert werden (Abbildung 10 c). Mithilfe dieser Funktion können auch Bohrprozesse realisiert werden.

4. Justageaufbau

Aufgrund der immer größer werdenden Scanfelder wird auch eine immer genauere Strahljustage notwendig. Nunmehr ist eine Grenze erreicht an der die Bestandteile des Polygonscanners nicht mehr ausreichend genau gefertigt werden können um ein exaktes Scanfeld zu garantieren. Somit wird ein Justageaufbau zum Einmessen des Polygonspiegels notwendig. Problematisch ist die Stellung des Galvanometerspiegels, der hochpräzise ausgerichtet sein muss.

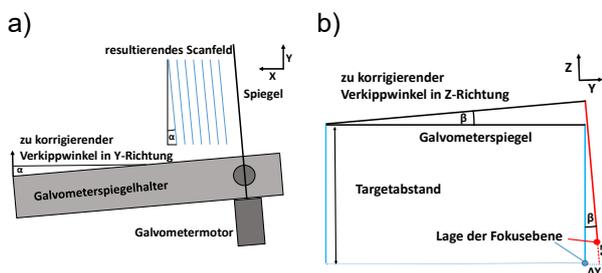


Abbildung 11: (a) schematische Abbildung der horizontalen Fehlstellung des Galvanometerspiegels; (b) schematische Abbildung der vertikalen Fehlstellung des Galvanometerspiegels.

Jede noch so kleine Fehlstellung dieses Spiegels im μm -Bereich führt zu einer Verdrehung des Scanfeldes bzw. zur Verkipfung der Fokusebene. (Abbildung 11 (a) und (b)).

Deshalb soll ein Vermessungssystem realisiert werden, das eine exakte Positionierung des Galvanometerspiegels ermöglicht. Ein erster Ansatz zur Lösung dieses Problems ist die Vermessung des resultierenden Scanfeldes mittels Photodioden.

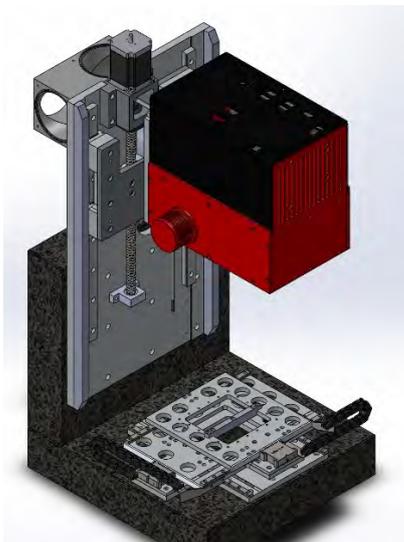


Abbildung 12: geplanter Polygonscanner- Einmessungsaufbau.

In Abbildung 12 ist ein Modell des geplanten Messaufbaus dargestellt. Durch das linienweise Ab-scannen über drei Photodioden kann die horizontale Stellung des Galvanometerspiegels überprüft und ggf. korrigiert werden. Die vertikale Fehlstellung des Galvanometerspiegels kann über das Verfahren des Polygonscanners in Z-Richtung und das anschließende linienweise abscannen der Photodioden in verschiedenen Z-Positionen, überprüft werden.

Über eine extern angebrachte Justagevorrichtung wird dann die Stellung des Galvanometerspiegels korrigiert und dieser anschließend in seiner Stellung fixiert.

5. Zusammenfassung

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Qualität der Bearbeitung signifikant von dem verwendeten Lasersystem und dessen Schaltzeiten und Puls-wiederhol frequenzen, sowie der zur Verfügung stehenden Leistung und den demnach erreichbaren Strahl- ablenkgeschwindigkeiten bestimmt wird. Das entwickelte Polygonspiegelscanner System „UltraX“ bietet ausreichend Reserven in Bezug auf Ablenkgeschwindigkeit, interne Rechenkapazität und realisierbare Genauigkeit um die gestellten Anforderungen der Industrie zu erfüllen.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die Unterstützung der Forschung im Rahmen des Projects „PULSE“ als Bestandteil des Horizon 2020 Projektes bei der Europäischen Union und der photonics public privat partnership (Photonics 21).



Literaturverzeichnis

- [1] A. Streek und S. Klötzer, „POLYGONSCAN-TECHNIK FÜR DIE LASERMICROBEARBEITUNG,“ veröffentlicht: Mittweidaer Lasertagung 2015.

UNTERSUCHUNG DER WECHSELWIRKUNG VON GEPULSTER LASERSTRAHLUNG MIT NANOSKALIGEM WOLFRAMPULVER

Jens Woytkowiak, Robby Ebert, Frank Ullmann, Ole Peters, Andre Streek, Horst Exner
Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Die Untersuchung befasste sich mit der Wechselwirkung von gepulster Laserstrahlung der Pulsdauern 15–220 ns mit gerakelten nanoskaligen Wolframpulver. Die entstandenen Schmelzstrukturen wurden in 6 Klassen eingeteilt und den Pulsenergien und Pulsabständen zugeordnet. Der Einfluss von Intensität, Fluenz und Streckenenergie auf die Bildung der Schmelzstrukturen wurde untersucht und mit vorhandenen Untersuchungen zur Bestrahlung mit cw-Laserstrahlung und mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung verglichen.

1. Einleitung

Das Verfahren Lasermikrosintern wurde für das Rapid Prototyping kleiner Bauteile entwickelt [1]. Es können Konturgrößen $< 30 \mu\text{m}$ realisiert werden. Mit einer speziellen Ringrakel wird eine Pulverschicht mit einer Dicke von maximal $5 \mu\text{m}$ aufgezogen. Das Pulver weist Korngrößen wesentlich kleiner als $10 \mu\text{m}$ auf. Anschließend werden die Partikel mit kurz gepulster Laserstrahlung bearbeitet. Bei Metall führt das zur Erzeugung von selektiven Schmelzspots. Diese werden quasistochastisch über das zu bestrahlende Gebiet verteilt und vernetzen zu einer Fläche. Durch Absenken der Arbeitsplattform und erneutem Aufziehen einer Pulverschicht mit anschließender Laserbearbeitung können schichtweise 3D-Strukturen erzeugt werden.

Ein interessantes Material für industrielle Anwendungen ist Wolfram. Aufgrund seiner hervorragenden Absorptionsfähigkeit von Röntgenstrahlung eignet es sich besonders für Kollimatoren bei CT-Scannern. Mit 3.695 K besitzt es den höchsten Schmelzpunkt aller Metalle und mit $167 \text{ W}/(\text{m}^2\text{K})$ eine sehr gute Wärmeleitfähigkeit. Damit ist es auch für Anwendungen in der Raumfahrt [2] sowie für Divertor-Anwendungen in der Plasmafusion [3], [4] geeignet.

Der hohe Schmelzpunkt, die hohe Wärmeleitfähigkeit, eine hohe Viskosität und eine hohe Oxidationsneigung grenzen den Lasermikrosinterprozess von Wolfram z.B. von der Bearbeitung von Edelstahl ab (Parameter W Tabelle 1). Die hohe Oberflächenspannung beeinflusst die Formgebung in der Weise, dass aus dem Schmelzpool kugelförmige Tropfen gebildet werden können [5].

Tabelle 1: Physikalische Eigenschaften von Wolfram - T_m Schmelztemperatur, σ Oberflächenspannung, μ Viskosität, κ Wärmeleitfähigkeit [5]

T_m in K	σ in mN/m	μ in mPas	κ in W/mK
3.655	2.361	8	174

Grundlagenuntersuchungen zum Einfluss von Laserleistung, Pulswiederholfrequenz und Vakuumdruck auf den Lasersinterprozess von nanoskaligem Wolframpulver wurden bereits in [6] durchgeführt. Weitere Untersuchungen beinhalteten die erstmalige Bestrahlung von Wolframpulveroberflächen mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung und den Vergleich der Strukturbildung mit cw-Laserstrahlung [7], [8].

In der vorliegenden Arbeit werden die Ergebnisse der Wechselwirkung von Laserstrahlung der Pulsdauern von 15 ns, 35 ns, 65 ns, 120 ns, 220 ns bei der Wellenlänge von 1064 nm mit gerakelten Wolframpulver vorgestellt.

2. Versuchsdurchführung

Als Versuchsstand wurde eine vorhandene Lasermikrosinteranlage genutzt [9]. Zum Erreichen von kleinen Pulsenergien ab $1,2 \mu\text{J}$ wurde die Laserleistung im Strahlengang mit einem teildurchlässigen Spiegel auf 30 % abgeschwächt. Der Rohstrahldurchmesser am Kollimator betrug $3,5 \text{ mm}$. Die Fokussierung erfolgte mit einer F-Theta Optik der Brennweite 80 mm . In der vorhandenen Sinterkammer konnte mit einer Turbomolekularpumpe ein Hoch-Vakuum erzeugt werden. Als Schutzgas wurde Argon bei einem reduzierten Kammerdruck von 540 mbar verwendet.

Um einen Strahldurchmesser von $40 \mu\text{m}$ zu erreichen, wie er auch in [7] verwendet wurde, erfolgte die Bearbeitung defokussiert. Die Beugungsmaßzahl M^2 der verwendeten Laserstrahlung betrug $1,16$. Bei einer Defokussierung von $0,5 \text{ mm}$ wurde ein Strahldurchmesser von $40 \mu\text{m}$ erreicht.

Für den Vergleich mit den bereits durchgeführten Untersuchungen in [7] wurden Versuche mit Pulsenergien von $1,2 \mu\text{J}$ – $7 \mu\text{J}$ durchgeführt. Zusätzlich wurden die Wirkungen höherer Pulsenergien von $10 \mu\text{J}$ – $160 \mu\text{J}$ untersucht. Damit wurde auch die Wechselwirkung mit Wolframpulver bei Fluenzen und Intensitäten untersucht, mit denen Bauteile generiert werden. Die Pulsdauer wurde im Bereich von 15 bis 220 ns variiert, der Pulsabstand variierte von $0,1$ bis $40 \mu\text{s}$. Die Frequenz der Laserpulse betrug 125 kHz bzw. 1 MHz , die Scangeschwindigkeit wurde von 100 mm/s bis 5.000 mm/s variiert. Es wurde eine Überfahrt appliziert.

Für die Versuche wurde Wolframpulver W 006015 der Firma Godfellow verwendet. Der Hersteller gibt die mittlere Teilchengröße mit $< 1 \mu\text{m}$ an. Der Reinheitsgrad beträgt $99,95 \%$.

Die REM-Aufnahme in Abbildung 1 zeigen Partikelgrößen von 200 nm bis $2,1 \mu\text{m}$. Durch die Bildung von Agglomeraten und Aggregaten entstanden Gebilde, die größer als $50 \mu\text{m}$ sein konnten. Die Pulverbettfläche wurde durch Befüllen eines 1 mm tiefen quadratischen Testfeldes erzeugt. Dies geschah

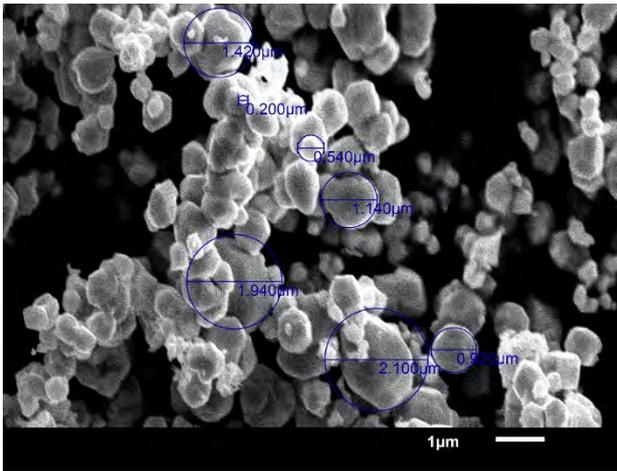


Abbildung 1: REM-Aufnahmen von unbearbeitetem Wolframpulver. Größe der Partikel zwischen 200 nm bis über 2 µm

durch mehrere Überfahrten mit einer Ringrakel bis eine glatte und gleichmäßige Oberfläche des Pulvers zu sehen war. Es erfolgte kein zusätzliches Verdichten. In den REM-Aufnahmen der bearbeiteten Proben waren in Rakelrichtung noch Gräben und Agglomerate zu sehen.

Vor der Bearbeitung erfolgte eine Reinigung der Pulveroberfläche mit Laserstrahlung. Dieser Schritt wurde mit einer Pulsdauer von 220 ns, einer Pulsenergie von 32 nJ und einem Pulsabstand von 1 µm durchgeführt. Während der Bearbeitung war ein rötliches Plasmaleuchten zu beobachten. In Abbildung 2 ist eine REM-Aufnahme der Pulveroberfläche nach der Reinigung zu sehen. Es sind keine Schmelzstrukturen zu erkennen, die das Ergebnis der weiteren Bearbeitungen hätten beeinflussen können.

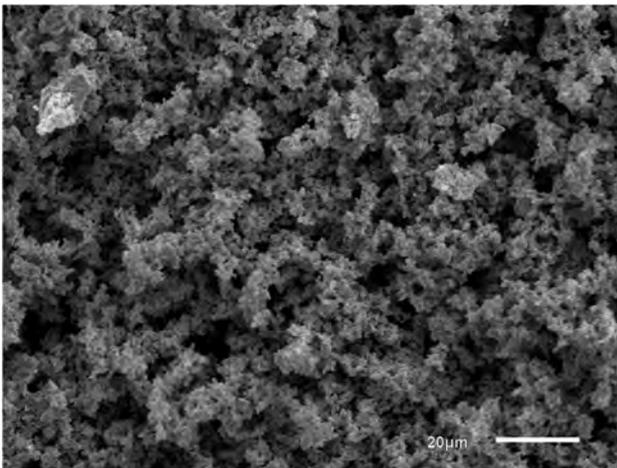


Abbildung 2: REM-Aufnahme der Oberfläche des Wolframpulvers nach dem Reinigungsschritt

3. Ergebnisse

3.1. Klassifizierung

Die qualitative Bewertung der erzeugten Schmelzstrukturen erfolgte durch die Bildung von Klassen für typische Schmelzstrukturen. Es wurde nach folgenden Merkmalen klassifiziert:

Klasse 1

- tiefe Gräben; Schmelze über gesamte Grabenbreite verteilt; Schmelze hauptsächlich an Grabenwänden

Klasse 2

- Schmelze über gesamte Grabenbreite; Schmelze auf Höhe der Pulveroberfläche

Klasse 3

- Schmelzperlen $\geq 10 \mu\text{m}$; Schmelzperlen gleichmäßig im Graben verteilt; Schmelze nicht zusammenhängend über gesamte Spurbreite

Klasse 4

- kaum Schmelzperlen vorhanden; flache Schmelzfragmente in Bestrahlungsspur

Klasse 5

- vereinzelte Schmelzperlen $< 10 \mu\text{m}$

Klasse 6

- vereinzelte geschmolzene Partikel; Strukturen in Form von Nanowire erkennbar

3.2. Pulsenergien von 1 – 7 µJ

Die Versuche in diesem Pulsenergiebereich wurden mit einer Frequenz von 1 MHz durchgeführt. In Abbildung 3 sind Beispielbilder mit Pulsenergien von 1 – 7 µJ für die Bestimmung der Klassen zu sehen. Typisch für Klasse 1 war in Abbildung 3 a) die obere Linie. An den Grabenwänden befinden sich Schmelzperlen. Am Boden des Grabens sind ebenfalls Schmelzperlen zu erkennen, die die Breite des Grabens einnehmen. Durch die hohe Intensität bei Nutzung der gepulsten Laserstrahlung und durch die Anregung von anfänglich verdampftem Material entstand eine Plasma-Schockwelle. Diese drückte das flüssige Material nach unten [10]. In Abbildung 3 b) sind Schmelzperlen zu sehen, die sich aus dem Schmelzpool bildeten und die bis an die Pulveroberfläche reichten. Die hohe Oberflächenspannung von Wolfram ist die Ursache, dass sich entlang der bestrahlten Linie aus dem Schmelzpool einzelne sphärische Tropfen bildeten. Weiterhin reduzierte die hohe Viskosität von 8 mPas die Fließfähigkeit der Schmelze erheblich [5]. Die erzeugten Strukturen wurden der Klasse 2 zugeordnet. In Abbildung 3 c) füllen die Schmelzperlen nicht mehr die gesamte Grabenbreite aus. Es wird jedoch ein Durchmesser von 10 µm überschritten. Die Schmelzperlen sind relativ gleichmäßig im Graben verteilt. Dies entspricht somit Klasse 3. Der Klasse 4 werden Strukturen zugeordnet, die die Pulverfläche im Graben flächenhaft benetzen. Es wird keine Bildung von Schmelzperlen beobachtet. Diese Klasse wurde bei Pulsenergien von 1 – 7 µJ nicht beobachtet. Mit der Abnahme der für die Bearbeitung eingesetzten Energie bildeten sich nur noch vereinzelte Schmelzperlen entsprechend Abbildung 3 d). Dies bildet die Klasse 5.

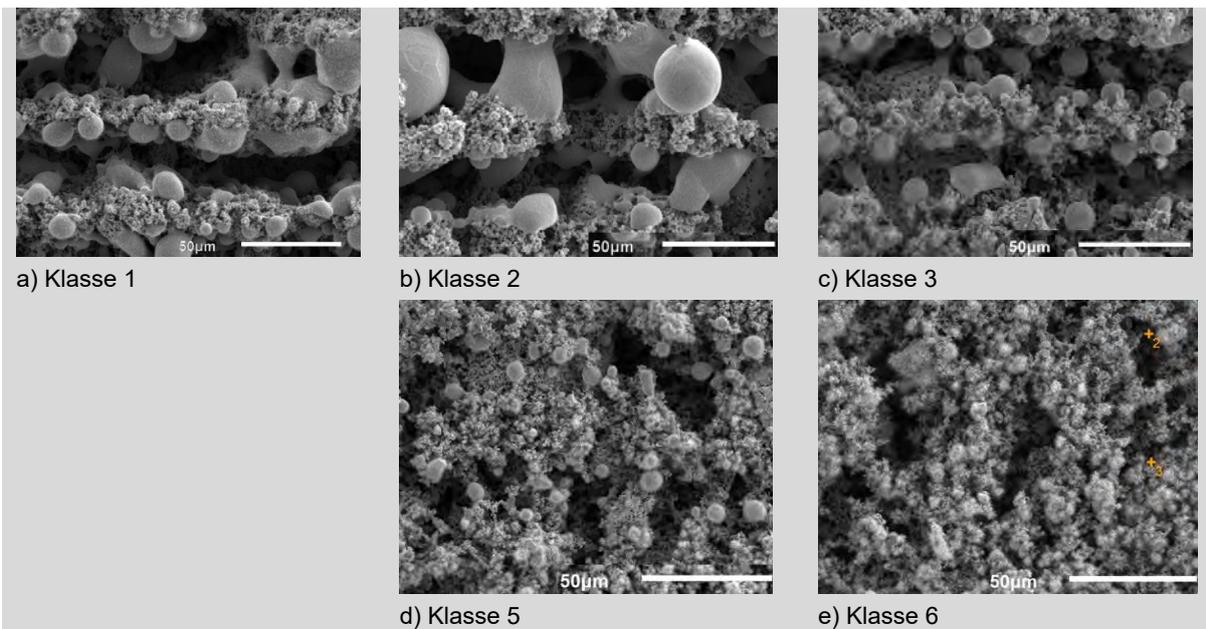


Abbildung 3: REM-Beispielaufnahmen für Klassenzuordnung der mit einer Pulsenergie von 1 – 7 µJ bearbeiteten Pulveroberflächen.

In Abbildung 3 e) wurden nur noch partiell miteinander verschmolzene Pulverpartikel beobachtet, was die Klasse 6 bildet.

Ab einer Pulsenergie von 3,8 µJ war bei einem Pulsabstand von 0,3 µm der Druck auf den Schmelzpool so groß, dass es zur Verdrängung die Schmelze an die Grabenwand kam. Die Strukturen wurden somit zur Klasse 1 zugeordnet. Die Bildung von Strukturen der Klasse 2 wurden vor allem bei Pulsabständen von 0,1 – 0,3 µm beobachtet. Der geringe Pulsabstand und die dadurch eingebrachte hohe Streckenenergie hatten zur Folge, dass sich ein ausreichend großer Schmelzpool bilden konnte, aus dem sich bis zur Pulveroberfläche reichende Kugeln bildeten.

Die Vergrößerung des Pulsabstandes auf 0,3 µm hatte zur Folge, dass der Schmelzpool und die Bildung von Schmelzperlen durch diesen Effekt begrenzt wurden. Die Betrachtung der Klassen bei einem Pulsabstand von 0,5 µm zeigte, dass Klasse 1 sich zur geringeren Pulsenergie von 2,8 µJ verschob. Der Pulsabstand von 0,5 µm hatte eine weitere Verringerung des Schmelzpool zur Folge, so dass die Tendenz zur Schmelzkugelbildung weiter abnahm. Bei diesem Pulsabstand war eine Pulsenergie von 2,8 µJ ausreichend, um die Schmelze an den Grabenrand zu verdrängen. Die minimale Pulsenergie für

Tabelle 2: Darstellung der Streckenenergie in J/m und Verteilung der Klassen (farbig, Zuordnung unter der Tabelle) in Abhängigkeit von Ablenkgeschwindigkeit/Pulsabstand und Pulsenergie ($Q_P = 1,2 \mu\text{J} - 7 \mu\text{J}$).

Q_P in μJ	v in mm/s								
	100	300	500	800	1000	2000	3000	4000	5000
1,2	12,00	4,00	2,40	1,50	1,20	0,60	0,40	0,30	0,24
1,8	18,00	6,00	3,60	2,25	1,80	0,90	0,60	0,45	0,36
2,4	24,00	8,00	4,80	3,00	2,40	1,20	0,80	0,60	0,48
2,8	28,00	9,33	5,60	3,50	2,80	1,40	0,93	0,70	0,56
3,2	32,00	10,67	6,40	4,00	3,20	1,60	1,07	0,80	0,64
3,8	38,00	12,67	7,60	4,75	3,80	1,90	1,27	0,95	0,76
4,2	42,00	14,00	8,40	5,25	4,20	2,10	1,40	1,05	0,84
5	50,00	16,67	10,00	6,25	5,00	2,50	1,67	1,25	1,00
6		20,00	12,00	7,50	6,00	3,00	2,00	1,50	1,20
7		23,33	14,00	8,75	7,00	3,50	2,33	1,75	1,40
	0,1	0,3	0,5	0,8	1	2	3	4	5
	Pulsabstand s_{PP} in μm								



die Bildung von Schmelzstrukturen der Klasse 2 lag bei 2,4 μJ . Ein Unterschreiten dieser Energie ließ nur noch Schmelzkugeln entstehen, die nicht mehr die gesamte Grabenbreite überspannten. Dies entsprach Klasse 3.

Für den Übergang zwischen den Klassen 1 – 6 wurde eine Abhängigkeit von der Streckenenergie Q_S ($Q_S = Q_P / S_{PP}$) festgestellt. Es wurden folgende Übergänge beobachtet:

- Klasse 1 + 2 → Klasse 3 $Q_S \approx 3,5 - 5 \text{ J/m}$
- Klasse 3 → Klasse 5 $Q_S \approx 1,2 - 1,3 \text{ J/m}$
- Klasse 5 → Klasse 6 $Q_S \approx 0,4 - 0,6 \text{ J/m}$

Diese Übergänge korrelieren mit Beobachtungen, die in [7] und [8] gemacht wurden.

Klasse 1 bildete sich bei einer Streckenenergie von 4 – 23,33 J/m und Klasse 2 bei 4 – 50 J/m. Ob die Schmelzstrukturen einen Graben ausfüllen (Klasse 2) oder ob eher eine Struktur mit einem Graben entsteht (Klasse 1) ist somit nicht allein von der Streckenenergie abhängig. Höhere Pulsenergien bzw. größere Intensitäten und größere Pulsabstände scheinen die Verdrängung der Schmelze zu begünstigen

3.3. Pulsenergien von 10 – 160 μJ

Die Klassifizierung für die Versuchsserie mit höherer Pulsenergie ist dieselbe wie in Kapitel 3.2. Es trat zusätzlich die Klasse 4 auf. In Abbildung 4 d) ist zu sehen, dass es im Graben lokal zur Bildung von Schmelze kam. Es wurden jedoch keine Schmelzperlen beobachtet.

Die Versuche wurden mit einer Frequenz von 125 kHz durchgeführt um die benötigten Pulsenergien zu erreichen. Tabelle 3 zeigt die Ausbildung der Klassen in Abhängigkeit von der Pulsenergie und dem Pulsabstand. Der Übergang von Klasse 1

und 2 zu Klasse 3 erfolgte nicht mehr bei einer Streckenenergie von ca. 4 J/m. Während der Übergang bei einem Pulsabstand von 2,4 μm noch bei 4 J/m vermutet werden kann, nahm mit größer werdendem Pulsabstand die erforderliche Pulsenergie zu, um zusammenhängende Schmelzen zu erzeugen. Der gleiche Effekt konnte beim Übergang von Klasse 3 zu Klasse 5 beobachtet werden. Bei Pulsabständen von 7,52 – 20 μm lag der Klassenübergang wie bei den niedrigen Pulsenergien bei einer Streckenenergie von ca. 1,2 J/m. Bei einem Pulsabstand von 20 μm wurde die Pulveroberfläche durch den Pulsüberlapp noch zweimal der Laserstrahlung ausgesetzt. Eine wiederholte Bestrahlung von erstarrtem Material durch den Pulsüberlapp hatte eine weitere Modifikation der Strukturen zur Folge. Die Vergrößerung des Pulsabstandes auf über 20 μm verringerte die Mehrfachbestrahlung erheblich. Der Übergang von Klasse 3 zu Klasse 4 erfolgte bei dem Pulsabstand von 10 μm bei einer Streckenenergie $> 7,25 \text{ J/m}$. Bei dem Pulsabstand von 30 μm erfolgte der Übergang bei einer Streckenenergie $> 3,8 \text{ J/m}$.

Ab $S_{PP} \geq 20 \mu\text{m}$ und $Q_P \geq 130 \mu\text{J}$ entstanden Schmelzstrukturen, die kein Balling mehr aufwiesen. Wie bereits festgestellt, gab es nur noch einen geringen Einfluss durch Mehrfachbestrahlung der Oberfläche. Die Pulsenergie war groß genug, um mit einem Einzelpuls einen Schmelzpool zu erzeugen und es wurde ein Druck auf die Schmelze ausgeübt, der sie an die Grabenwand presste. In [10] wurde auf den Effekt der Schockwelle in Verbindung mit Plasma-Schildung hingewiesen. Der von der Schockwelle ausgeübte Druck ist von der Ausbreitungsgeschwindigkeit v abhängig. Beginnt das Material zu Verdampfen und wird der Sättigungsdampfdruck erreicht, entsteht ein Druck von 1 bar. Bei Intensitäten von 10^6 W/cm^2 ist mit Drücken von 1 – 3 bar zu rechnen.

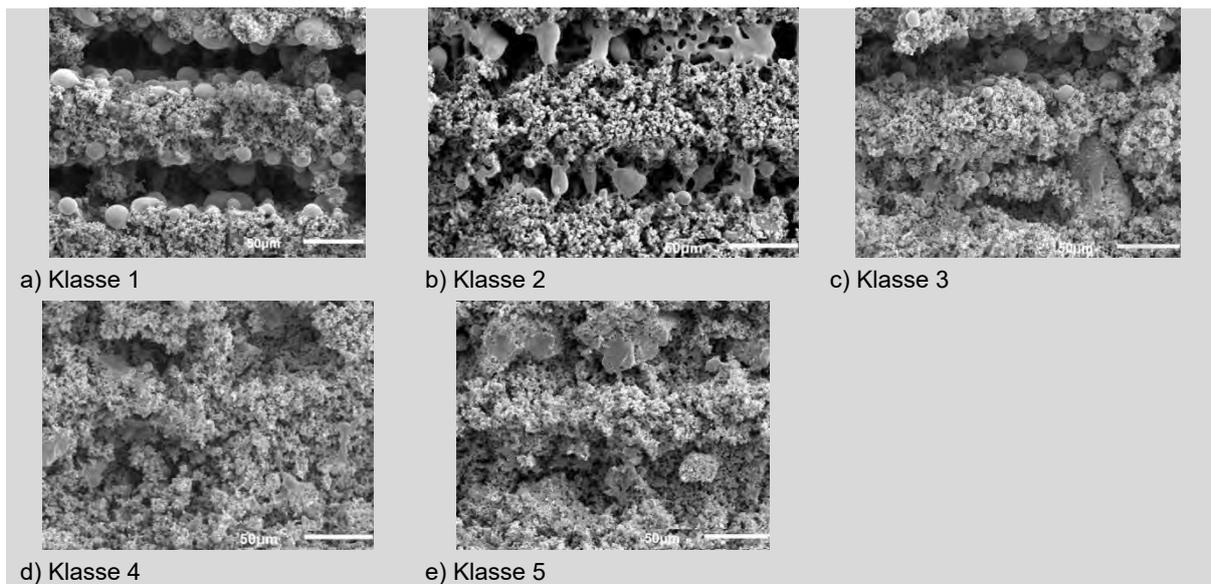
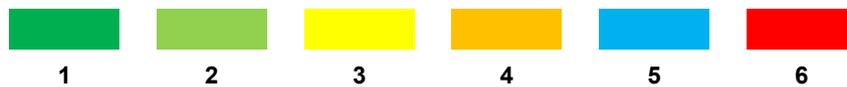


Abbildung 4: REM-Beispielaufnahmen für Klassenzuordnung der mit einer Pulsenergie von 10 – 160 μJ bearbeiteten Pulveroberflächen

Tabelle 3: Darstellung der Streckenenergie in J/m und Verteilung der Klassen in Abhängigkeit von Ablenkgeschwindigkeit/Pulsabstand und Pulsenergie (Q_P 10 μ J – 160 μ J)

Q_P in μ J	v in mm/s								
	100	300	500	625	940	1250	2500	3750	5000
10	12,50	4,17	2,50	2,00	1,33	1,00	0,50	0,33	0,25
24	30,00	10,00	6,00	4,80	3,19	2,40	1,20	0,80	0,60
40	50,00	16,67	10,00	8,00	5,32	4,00	2,00	1,33	1,00
55		22,92	13,75	11,00	7,31	5,50	2,75	1,83	1,38
70		29,17	17,50	14,00	9,31	7,00	3,50	2,33	1,75
85		35,42	21,25	17,00	11,30	8,50	4,25	2,83	2,13
100		41,67	25,00	20,00	13,30	10,00	5,00	3,33	2,50
115		47,92	28,75	23,00	15,29	11,50	5,75	3,83	2,88
130		54,17	32,50	26,00	17,29	13,00	6,50	4,33	3,25
145			36,25	29,00	19,28	14,50	7,25	4,83	3,63
160			40,00	32,00	21,28	16,00	8,00	5,33	4,00
	0,8	2,4	4	5	7,52	10	20	30	40
	Pulsabstand S_{PP} in μ m								



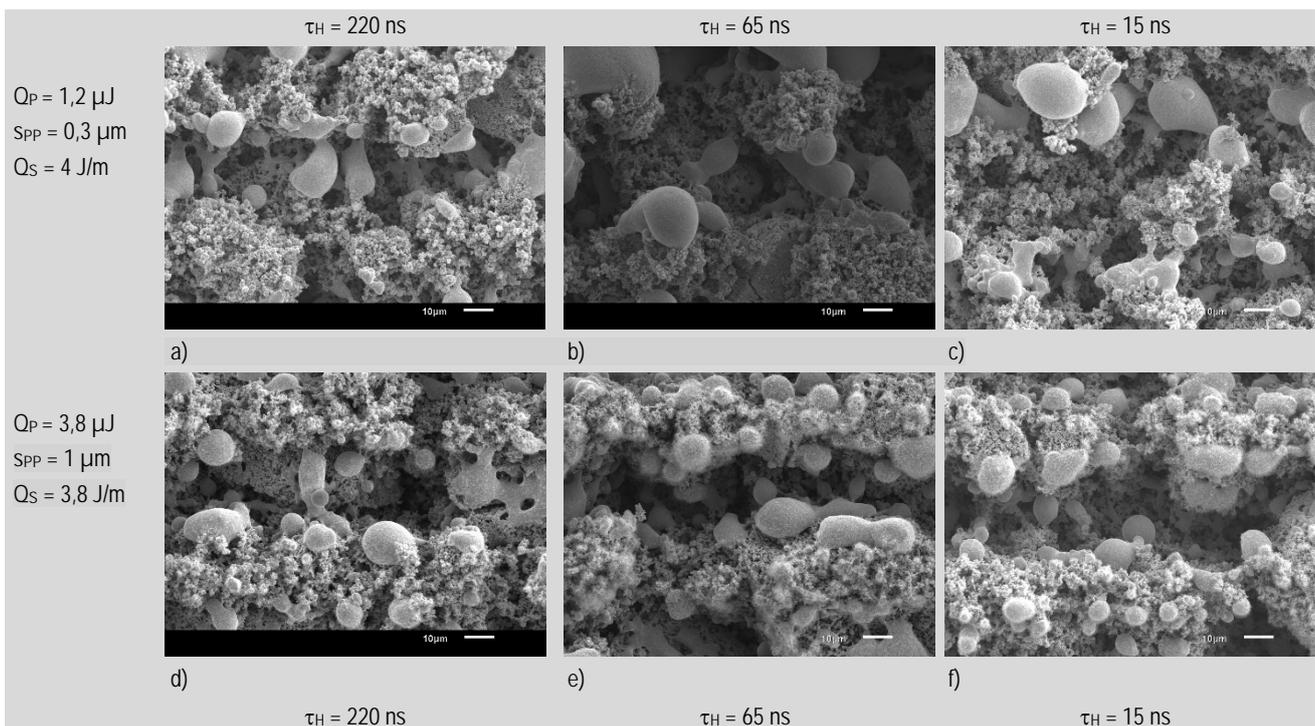
3.4. Einfluss von Intensität und Fluenz

In [7] wurde bei dem Vergleich von Bearbeitungen mit cw – Strahlung und ultrakurz gepulster Strahlung beobachtet, dass sich die Schmelzstrukturen bei gleicher Streckenenergie in ihrem Aussehen kaum unterscheiden. In Abbildung 5 erfolgt ein Vergleich der Strukturen für eine Streckenenergie von 4 J/m und den Pulsdauern 220, 65 und 15 ns. In d) – i) handelt es sich um Klasse 3 Strukturen. Wie in

[7] festgestellt entstehen auch hier bei gleicher Streckenenergie ähnliche Schmelzstrukturen bei unterschiedlichen Intensitäten. Die Spitzenintensität für den Gaußstrahl wurde nach Formel 1

$$I_0 = \frac{2 \cdot Q_P}{1,064 \cdot \tau_H \cdot \pi \cdot r_G^2} \quad [1]$$

berechnet. In Abbildung 5 a) - c) sind Strukturen zu sehen, die mit einer Pulsenergie von 1,2 μ J und einem Pulsabstand von 0,3 μ m erzeugt wurden. Die Bearbeitung mit der Pulsdauer von 220 ns (a) und



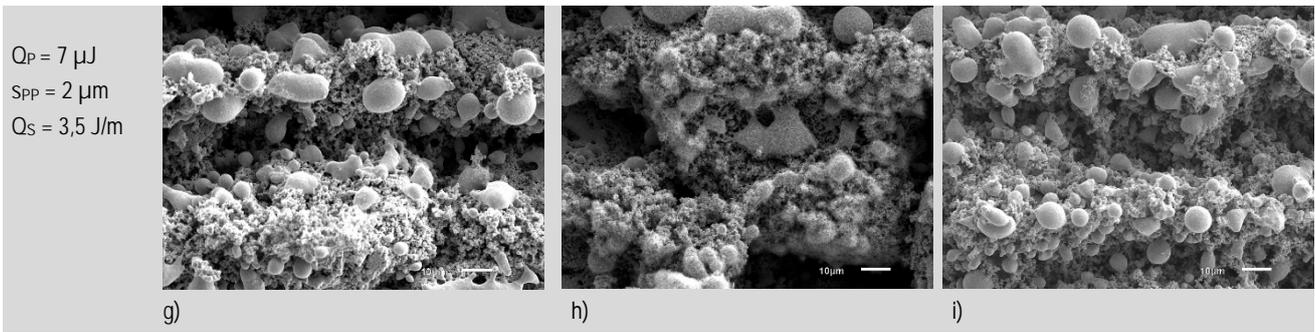


Abbildung 5: REM-Aufnahmen von Schmelzstrukturen mit Streckenenergien im Bereich von 3,5 J/m-4 J/m Gruppirt nach den Pulsenergien. Vergleich des Einflusses der Pulsdauer innerhalb der Gruppen.

65 ns (b) erzeugt Klasse 2 Strukturen in b) $2,76 \cdot 10^6 \text{ W/cm}^2$. Mit einer Pulsdauer von 15 ns in c) wurde eine Spitzenintensität von $12 \cdot 10^6 \text{ W/cm}^2$ erreicht. Am Grabenboden nur wenige Schmelzrückstände gefunden, dies entspricht damit der Klasse 3. Mit zunehmender Intensität nahm der Anteil des Plasmadruckes zu. Damit erhöhte sich auch der Anteil der von der Oberfläche weggeschleuderten Partikel. Dieser Effekt wurde während des Prozessierens beobachtet und erklärt den Übergang von Klasse 2 zu Klasse 3 bei Zunahme der Intensität. Eine Zunahme der Pulsenergie

bei ähnlicher Streckenenergie (Abbildung 5 a, d, g) führte zu tieferen Gräben. Die höhere Pulsenergie hatte einen größeren Verdampfungsdruck zur Folge wodurch mehr Partikel weggeschleudert wurden. Wurden die Strukturen mit einer Pulsenergie von $24 \mu\text{J}$ bei gleicher Streckenenergie und gleicher Fluenz erzeugt (Abbildung 6), konnte kein Unterschied zwischen den Bearbeitungen mit den Pulsdauern von 220 ns und 35 ns beobachtet werden. Die Spitzenintensität hatte somit keinen Einfluss auf die Ausbildung der Schmelzstrukturen.

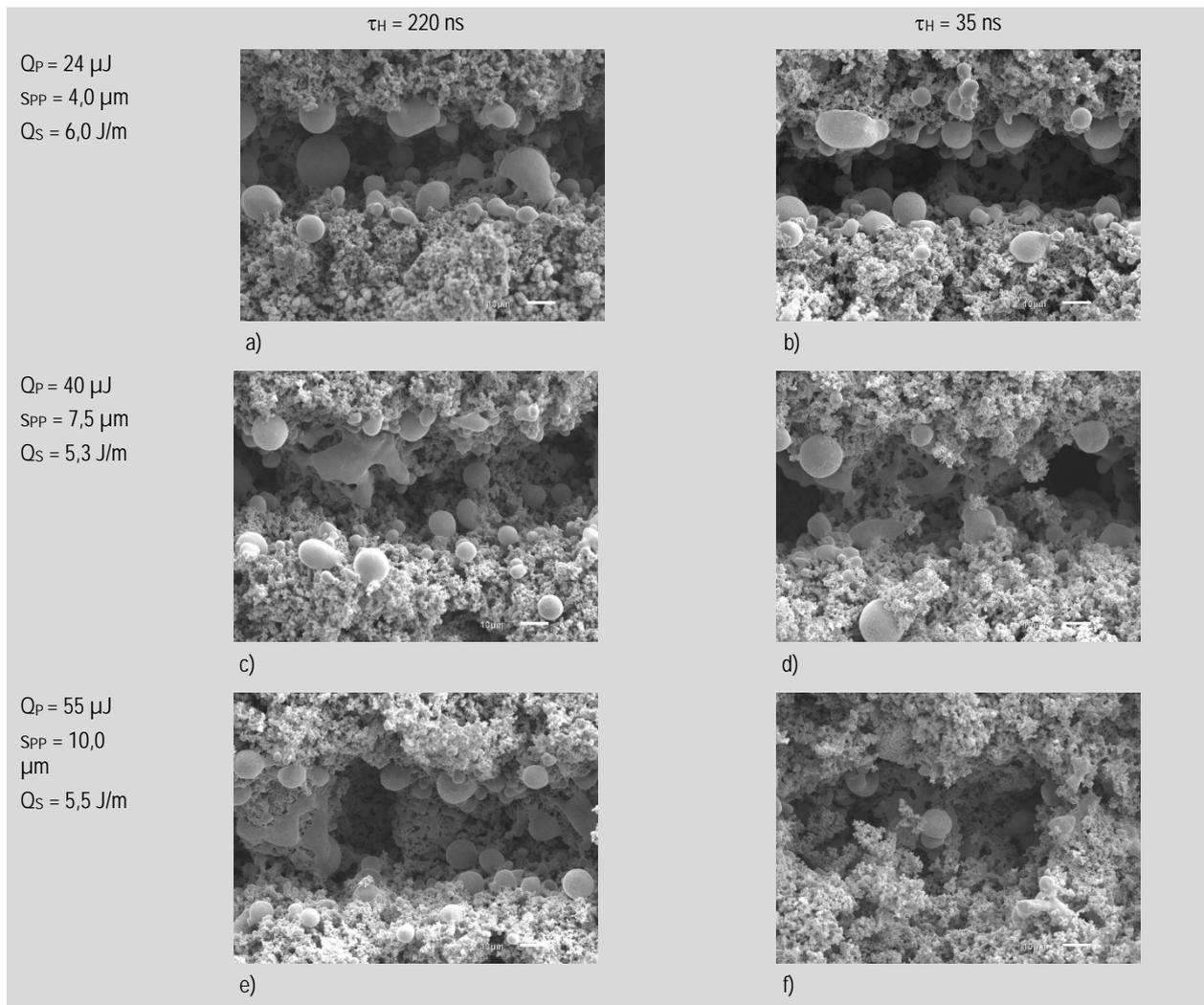


Abbildung 6: REM-Aufnahmen von Schmelzstrukturen mit den Pulsdauern von 220 ns und 35 ns bei Streckenenergien von 5,3-6,0 J/m

4. Zusammenfassung

Es wurde der Einfluss gepulster Laserstrahlung auf gerakelte Wolframpulveroberflächen untersucht. Die entstandenen Schmelzstrukturen wurden in Klassen eingeteilt und den Pulsenergien und Pulsabständen zugeordnet. Schmelzvolumen, welche die gesamte Spurbreite ausfüllten, wiesen die Bildung von Schmelzperlen auf die bis an die Oberfläche des Pulverbettes reichten (Klasse 2). Mit zunehmender Pulsenergie wurden die Schmelzperlen in den Graben gedrückt (Klasse 1). Eine Grenze für die Entstehung von Schmelzperlen wurde bei einer Streckenenergie zwischen 0,4 – 0,6 J/m erkannt. War der Pulsabstand kleiner gleich 5 µm konnten mit gleicher Streckenenergie ähnliche Schmelzstrukturen beobachtet werden. Ab Pulsabständen > 5 µm waren größere Streckenenergien notwendig um ähnliche Schmelzstrukturen zu erzeugen. Ab einer Pulsenergie von 130 µJ und einem Pulsabstand von größer 20 µm wurden flächige Schmelzstrukturen sichtbar, die keine Schmelzperlen mehr aufwiesen.

Variationen der Pulsdauer ließen nur bei der Pulsenergie von 1,2 µJ Unterschiede zwischen den Schmelzstrukturen erkennen. Ab einer Pulsenergie von 1,8 µJ waren keine signifikanten Unterschiede der Schmelzstrukturen in Abhängigkeit von der Pulsdauer und damit der Intensität zu erkennen.

Für das Erzeugen von 3D Bauteilen mit dem Verfahren Lasermikrosintern empfehlen sich Parameter der Klasse 2. Mit diesen Parametern ist der Verlust durch Verdampfen des Pulvers relativ gering und es wird ausreichend Schmelze gebildet. Auch die Tiefenbindung ist gegeben. Sind für eine verbesserte Benetzung Pulsenergien von mehr als 50 µJ notwendig, liefert die Klasse 3 nutzbare Parameter.

Danksagung

Die Autoren danken dem Europäischen Sozialfond für Deutschland (ESF) für die Finanzierung der Nachwuchsforschergruppe UltraLas (Projektnummer: 8231016).



Europäische Union

Europa fördert Sachsen.



Europäischer Sozialfonds



Diese Maßnahme wird mitfinanziert durch Steuermittel auf der Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

Literaturverzeichnis

- [1] P. Regenfuss, A. Streek, L. Hartwig, S. Klötzer, T. Brabant, M. Horn, R. Ebert und H. Exner, „Principles of laser micro sintering,“ *Rapid Prototyping Journal*, pp. 204-212, 2007.
- [2] T. Kurzynowski, I. Smolina, J. Kurzac und E. Chlebus, „Selective Laser Melting of Pure Tungsten,“ *DDMC Berlin*, pp. 431 - 434, 2016.
- [3] A. F. Rowcliffe, „Oak Ridge National Laboratory,“ [Online]. Available: http://web.ornl.gov/sci/physical_sciences_directorate/mst/fusionreactor/pdf/Vol.48/5.1_p76-95_Rowcliffe.pdf. [Zugriff am 22 05 2017].
- [4] M. Rieht, „A brief summary of the progress on the EFDA tungsten materials program,“ *Journal of Nuclear Materials*, pp. 173 - 180, 2013.
- [5] Z. Xin, L. Xihe, Z. Dandan, S. Zhijian und L. Wei, „Balling phenomena in selective laser melted tungsten,“ *Journal of Materials Processing Technology*, pp. 33-42, 14 01 2015.
- [6] R. Ebert, F. Ullmann, L. Hartwig, T. Suess, S. Klötzer, A. Streek, J. Schille, P. Regenfuss und H. Exner, „Laser microsintering of tungsten in vacuum,“ *Proc. SPIE 7589, Frontiers in Ultrafast Optics: Biomedical, Scientific, and Industrial Applications X, 75891G (February 25, 2010)*; doi:10.1117/12.851877; <http://dx.doi.org/10.1117/12.851877>, 2010 .
- [7] R. Ebert, F. Ullman, D. Hildebrandt, J. Schille, L. Hartwig, S. Kloetzer, A. Streek und H. Exner, „Laser Processing of Tungsten Powder with Femtosecond Laser Radiation,“ *JLMN-Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, Bd. Vol. 7, Nr. No. 1, pp. 38-41, 2012.
- [8] R. Ebert, F. Ullmann, J. Schille, U. Löschner und H. Exner, "Investigation of cw and ultrashort pulse laser irradiation of powder surfaces - a comparative study", *Proc. SPIE 8607, Laser Applications in Microelectronic and Optoelectronic Manufacturing (LAMOM) XVIII, 86070X (March 29, 2013)*; doi:10.1117/12.2006406; <http://dx.doi.org/10.1117/12.2006406>, 2013
- [9] „Kontrollierter Einsatz von Pulvern mit nanoskaligen Charakteristiken zur Erzeugung von Mikroteilen (Konami), Abschlussbericht des gleichnamigen vom BMBF geförderten Verbundprojektes,“ Mittweida, 2010.
- [10] A. Streek, P. Regenfuss, R. Ebert und H. Exner, „Laser micro sintering - a quality leap through improvement of powder packing,“ *SFF Symposium Texas*, pp. 297 - 308, 2008.
- [11] T. Sheng und H. Zhang, „IEEE Xplore,“ 2014. [Online]. Available: <http://ieeexplore.ieee.org/document/7029395/>. [Zugriff am 06 06 2017].
- [12] C. J. Smithells und W. Hessenbruch, *Beimengungen und Verunreinigungen in Metallen - Ihr Einfluß auf Gefüge und Eigenschaften*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH 1931, 2013.

KONTAKT

Hochschule Mittweida
University of Applied Sciences
Referat Forschung
Postfach 1457
D-09644 Mittweida

Tel.: +49 (0) 3727 / 58-1264
Fax: +49 (0) 3727 / 58-21264

www.forschung.hs-mittweida.de



SCIENTIFIC REPORTS | WISSENSCHAFTLICHE BERICHTE

The main aspect of the Scientific Reports is to promote the discussion of modern developments in research and production and to stimulate the interdisciplinary cooperation by information about conferences, workshops, promotion of partnerships and statistical information on annual work of the Hochschule Mittweida (FH) University of Applied Sciences. This issue will be published sporadically. Contributors are requested to present results of current research, transfer activities in the field of technology and applied modern techniques to support the discussion among engineers, mathematicians, experts in material science and technology, business and economy and social work.