



**Laserinstitut**  
Hochschule Mittweida



**HOCHSCHULE  
MITTWEIDA**  
University of Applied Sciences

Wissenschaftliche Berichte | Scientific reports

# 13. Mittweidaer Lasertagung

Nr. 3, 2023





## 13. Mittweidaer Lasertagung Impressum

### **Herausgeber:**

Hochschule Mittweida  
University of Applied Sciences  
Der Rektor  
Prof. Dr. rer. oec. Volker Tolkmitt  
Der Prorektor Forschung  
Prof. Dr.-Ing. Uwe Mahn

### **Redaktion dieser Ausgabe:**

Hochschule Mittweida | Referat Forschung  
University of Applied Sciences

### **Tagungsgruppenleiter**

Prof. Dr. rer. nat. Richard Börner  
Prof. Dr. rer. nat. Silvio Fuchs  
Prof. Dr. rer. nat. habil. Alexander Horn  
Prof. Dr.-Ing. Udo Löschner  
Prof. Dr.-Ing. André Streek  
Prof. Dr. rer. nat. Steffen Weißmantel

### **Kontakt:**

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

Tel.: +49 (0) 3727 / 58-1264  
forschung@hs-mittweida.de  
www.forschung.hs-mittweida.de

**ISSN 1437-7624**

### **Erscheinungsweise:**

Unregelmäßig

### **Auflage:**

Online

Titelseite: Foto: Hochschule Mittweida –  
Laserinstitut Hochschule Mittweida

Bildnachweise werden direkt am Foto bzw. im  
jeweiligen Artikel aufgeführt.

Im Scientific Report gelten grammatikalisch  
maskuline Personenbezeichnungen gleicher-  
maßen für Personen jeglichen Geschlechts.

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.

Im laufenden Kalenderjahr sind bereits  
erschienen:

Nr. 001, 2023 Entwicklung hybrider Arbeits-  
systeme

Nr. 002, 2023 Scientific Track der Blockchain  
Autumn School 2023

### **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.

Die Scientific Reports der Hochschule Mittweida sind online verfügbar unter:

[www.forschung.hs-mittweida.de/veroeffentlichungen/scientific-reports](http://www.forschung.hs-mittweida.de/veroeffentlichungen/scientific-reports)

Eine Veröffentlichung einzelner Beiträge erfolgt entsprechend der Open Access Strategie der Hochschule  
Mittweida auf dem Hochschulschriftenserver: <https://monami.hs-mittweida.de>

# INHALTSVERZEICHNIS

## Session 1: Additive Fertigung

**Entwicklungen zum Makro-SLM für die additive Fertigung** .....007

### großvolumiger Metallbauteile

Martin Erler, Sebastian Weinhold, Michael Pfeifer, André Streek  
Lasereinstitut Hochschule Mittweida

**Endkonturnahes selektives Lasersintern von keramischen Pulvern** .....012

Markus Kühn<sup>1</sup>, Anne-Marie Layher<sup>1</sup>, Felix Thumann<sup>1</sup>, Sarah Kaden<sup>1</sup>, Oliver Elies<sup>1</sup>, Amy Fritz<sup>1</sup>,  
Jens Bliedtner<sup>1</sup>, Daniel Störzner<sup>2</sup>, Patrick Hähle<sup>2</sup>  
<sup>1</sup>) Ernst Abbe Hochschule, <sup>2</sup>) LCP Laser-Cut-Processing GmbH

**Additive Fertigung und Eigenschaften der metastabilen Titanlegierungen** .....016

### Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr

Frank Schubert<sup>1</sup>, Daniel Knoop<sup>2</sup>, Jonas Haller<sup>1</sup>, Lothar Kroll<sup>1</sup>, Anastasiya Tönjes<sup>2,3</sup>  
<sup>1</sup>) TU Chemnitz, Institut für Strukturleichtbau, <sup>2</sup>) Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien – IWT,  
<sup>3</sup>) Universität Bremen

**Prozessvergleich zur Nutzung von kurzgepulster und kontinuierlicher** .....022

### Bestrahlung im Mikro-SLM

Laura Römer, Martin Erler, André Streek  
Lasereinstitut Hochschule Mittweida

## Session 2: Ultrakurzpulslaserbearbeitung

**High precision drilling with aspect ratios of 1:40: From laser source to application** .....027

Florian Lendner<sup>1</sup>, Roswitha Giedl-Wagner<sup>1</sup>, Steffen Rübling<sup>2</sup>, Marc Sailer<sup>2</sup>, Axel Fehrenbacher<sup>2</sup>  
<sup>1</sup>) GFH GmbH, <sup>2</sup>) TRUMPF Laser GmbH

**2-µm central wavelength ultrafast fiber CPA with compact design** .....032

Christian Gaida<sup>1</sup>, Frieder Jansen<sup>1</sup>, Malte Kumkar<sup>2</sup>, Oliver Herrfurth<sup>1</sup>, Sven Breikopf<sup>1</sup>, Tino Eidam<sup>1</sup>, Jens Limpert<sup>1</sup>  
<sup>1</sup>) Active Fiber Systems GmbH, <sup>2</sup>) TRUMPF Laser GmbH

**Untersuchungen zur Bestrahlung von Goldschichten mit Doppelpulsen von** .....036

### ultrakurz gepulster Laserstrahlung

Markus Olbrich, Theo Pflug, Nick Börnert, Philipp Lungwitz, Andy Engel, Peter Lickschat, Steffen Weißmantel,  
Alexander Horn  
Lasereinstitut Hochschule Mittweida

**Keramikschißen mit Ultrakurzpulslasern** .....041

Daniel Conrad<sup>1</sup>, Maria Reichenbächer<sup>1</sup>, Marcella Münch<sup>2</sup>  
<sup>1</sup>) ifw Jena - Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH,  
<sup>2</sup>) Friedrich-Schiller-Universität Jena

## Session 3: Lasermesstechnik

**Approaches for automatic detection of mispositioning during laser welding in** .....047

### hidden T-joints using optical coherence tomography

Timon Ahlers, Ronald Pordzik, Thorsten Mattulat  
BIAS - Bremer Institut für angewandte Strahltechnik GmbH

**Untersuchung der transienten optischen Eigenschaften von SiO<sub>2</sub> nach nichtlinearer Anregung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung** .....053  
Theo Pflug, Markus Olbrich, und Alexander Horn  
Lasereinstitut Hochschule Mittweida

**Influence of the airborne sound sensor position on the detectability of acoustic emissions during deep penetration laser welding** .....057  
Andreas Krämer, Ronald Pordzik, Thorsten Mattulat  
BIAS - Bremer Institut für angewandte Strahltechnik GmbH

**Nanoskopische 3D-Bildgebung mit laserbasiertem extrem ultraviolettem Licht** .....063  
Silvio Fuchs<sup>1,2,3</sup>, Johann J. Abel<sup>2,3</sup>, Felix Wiesner<sup>2,3</sup>, Martin Wünsche<sup>2,3</sup>,  
Julius Reinhard<sup>2,3</sup>, and Gerhard G. Paulus<sup>2,3</sup>  
<sup>1</sup>) Lasereinstitut Hochschule Mittweida  
<sup>2</sup>) Institut für Optik und Quantenelektronik, Friedrich-Schiller-Universität Jena, <sup>3</sup>) Helmholtz-Institut Jena

## **Session 4: Hochgeschwindigkeits-Laserbearbeitung**

**Versatile ultrashort pulse laser tunable up to nanosecond range** .....067  
Tadas Bartulevičius<sup>1</sup>, Mykolas Lipnickas<sup>1</sup>, Karolis Madeikis<sup>1</sup>, Raimundas Burokas<sup>1,2</sup>, Deividas Andriukaitis<sup>1</sup>,  
Andrejus Michailovas<sup>1,2</sup>  
<sup>1</sup>) Ekspla uab, <sup>2</sup>) Center for Physical Sciences and Technology

**High-speed laser surface texturing by combining direct laser interference patterning with polygon scanner technology** .....072  
Fabian Ränke<sup>1</sup>, Robert Baumann<sup>1</sup>, Bogdan Voisiat<sup>1</sup>, Marcos Soldera<sup>1</sup>, Andrés Fabián Lasagni<sup>1,2</sup>  
<sup>1</sup>) Institute for Manufacturing Technology, Technische Universität Dresden  
<sup>2</sup>) Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS

**Highly-dynamic laser technology for ultra-fast and precise micro texturing of three-dimensional surfaces** .....077  
Florian Rößler<sup>1</sup>, Christian Mikley<sup>2</sup>, André Streek<sup>1,3</sup>  
<sup>1</sup>) MOEWE Optical Solutions GmbH, <sup>2</sup>) ACSYS Lasertechnik GmbH, <sup>3</sup>) Lasereinstitut Hochschule Mittweida

**Laserschneiden von Batteriefolien mit gepulsten Lasersystemen** .....081  
Marc Sailer<sup>1</sup>, Axel Fehrenbacher<sup>1</sup>, Malte Kumkar<sup>1</sup>, Adam Rosowski<sup>2</sup>, Jack Gabzdyl<sup>2</sup>  
<sup>1</sup>) TRUMPF Laser GmbH, <sup>2</sup>) TRUMPF Laser UK Ltd

**Untersuchungen der Partikelemissionen bei großvolumigen Laser-Ablationsvorgängen** .....087  
Kristian Kujawa<sup>1</sup>, Lutz Schneider<sup>1</sup>, Stefan Mauersberger<sup>1,2</sup>, Liliana Kotte<sup>2</sup>, Ralf Heidenreich<sup>2</sup>,  
Frank Gebler<sup>3</sup>, Jörg Schille<sup>1</sup>, Udo Löschner<sup>1</sup>  
<sup>1</sup>) Lasereinstitut Hochschule Mittweida, <sup>2</sup>) Institut für Luft- und Kältetechnik gGmbH,  
<sup>3</sup>) Entstaubungsgeräte Pulsnitz GmbH

## **Session 5: Lasermikrobearbeitung**

**Untersuchungen zur Herstellung rotationssymmetrischer mikrooptischer Bauelemente auf Basis der sequentiellen Maskenprojektion** .....095  
Eric Syrbe, Sebastian Büttner, Michael Pfeifer, Steffen Weißmantel  
Lasereinstitut Hochschule Mittweida

**Lasermikrobearbeitung – Prozesssicher in der Großserienfertigung** .....101  
Peter Leipe,  
SITEC Industrietechnologie GmbH

<b>Tribologische Untersuchungen mikrostrukturierter B<sub>4</sub>C-Schichten</b> .....	105
Falko Jahn, Steffen Weißmantel Laserinstitut Hochschule Mittweida	

## **Session 6: Lasertechnik und Sonderverfahren**

<b>Spektrale Verbreiterung in Multipasszellen bis 2 mJ Impulsenergie</b> .....	112
Kilian Fritsch <sup>1</sup> , Kevin Schwarz <sup>2</sup> , Martin Kellert <sup>3</sup> , Christian Franke <sup>1</sup> , Mikhail Pergament <sup>3</sup> , Franz Kärtner <sup>3,4</sup> , Oleg Pronin <sup>1,2</sup> <sup>1</sup> ) n2-Photonics GmbH, Hamburg, <sup>2</sup> ) Helmut-Schmidt-Universität / Universität der Bundeswehr Hamburg, <sup>3</sup> ) Deutsches Elektronen-Synchrotron (DESY), <sup>4</sup> ) Physics Department & The Hamburg Centre for Ultrafast Imaging, University of Hamburg	

<b>Herstellung photokatalytisch aktiver Keramikbauteile durch selektives Lasersintern</b> .....	116
Stefan Gronau <sup>1</sup> , Christian Berger <sup>2</sup> , Gabriela Schimo-Aichhorn <sup>3</sup> , Franziska Saft <sup>2</sup> , Sarah Seiringer <sup>3</sup> , Uwe Scheithauer <sup>2</sup> , Robby Ebert <sup>1</sup> , André Streek <sup>1</sup> <sup>1</sup> ) Laserinstitut Hochschule Mittweida, <sup>2</sup> ) Fraunhofer IKTS, <sup>3</sup> ) TIGER Coatings GmbH & Co KG	

<b>Verfahren zur Funktionalisierung von Textilien mittels laserbasierter Pulverbeschichtung</b> .....	122
Michael Seiler <sup>1</sup> , Julia Ullrich <sup>2</sup> , Sarath Chandra Meda <sup>1</sup> , Annika Gambke <sup>2</sup> , Andrea Barz <sup>1</sup> , Andreas Neudeck <sup>2</sup> , Jens Bliedtner <sup>1</sup> <sup>1</sup> ) Ernst-Abbe-Hochschule Jena, <sup>2</sup> ) Textilforschungsinstitut Thüringen-Vogtland e.V.	

## **Posterbeiträge**

<b>Entwicklung eines CO<sub>2</sub>-Laser Bearbeitungsprozesses für die Herstellung optischer Faserendflächen</b> .....	126
Jan Bachale <sup>1</sup> , André Streek <sup>1</sup> , Georg Kuka <sup>2</sup> <sup>1</sup> ) Laserinstitut Hochschule Mittweida, <sup>2</sup> ) advanced fiber tools GmbH	

<b>Prozesscharakterisierung des Laserstrahlhärtens bei dünnwandigen Bauteilen mit angepasstem Strahlprofil</b> .....	132
Michael Güpner, Frank Rempt, Andreas Hopf, Jens Bliedtner Ernst-Abbe-Hochschule Jena	

<b>Untersuchungen zum Hochgeschwindigkeits-Mikro-SLM unter Einsatz eines Polygonspiegelscanners</b> .....	137
Florian Heinrich, Martin Erler, André Streek Laserinstitut Hochschule Mittweida	

<b>Entwicklung eines SLM-Prozesses für die Fertigung eines topologieoptimierten Aufbohrwerkzeuges</b> .....	142
Matthias Horn <sup>1</sup> , Marie Peter <sup>2</sup> , Jan Arndt <sup>3</sup> , Sascha Grieser <sup>4</sup> , André Streek <sup>1</sup> <sup>1</sup> ) Laserinstitut Hochschule Mittweida, <sup>2</sup> ) Institut für Werkzeugmaschinen und Produktionsprozesse, Technische Universität Chemnitz, <sup>3</sup> ) PDSVISION GmbH, <sup>4</sup> ) GBZ Mannheim GmbH & Co.KG	

<b>Optimierung der Strahlenschutzeinhausung für UKPL-Maschinen</b> .....	147
Sebastian Kraft, Jörg Schille, Udo Löschner Laserinstitut Hochschule Mittweida	

<b>Strukturiertes ta-C als alternative Verschleißschutzschicht für mechanisch belastete Oberflächen in Knie-Endoprothesen</b>	153
Alexander Kratsch <sup>1</sup> , Maren Nieher <sup>1</sup> , Vadym Voropai <sup>2</sup> , Joachim Döring <sup>2</sup> , Wilhelm Kirchner <sup>3</sup> , Bernd Giggel <sup>4</sup> , Steffen Weißmantel <sup>1</sup>	
1) Laserinstitut Hochschule Mittweida, 2) Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, 3) Atherna GmbH, 4) Vorrichtungsbau Giggel GmbH	
<b>Spektrale Pump-Probe-Reflektometrie an NIR angeregtem Silizium</b>	162
Philipp Lungwitz, Nick Börnert, Theo Pflug, Alexander Horn Laserinstitut Hochschule Mittweida	
<b>Untersuchungen zur Laserfilamentierung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung</b>	167
Lucas Naumann, Jörg Schille, Theo Pflug, Alexander Horn, Udo Löschner Laserinstitut Hochschule Mittweida	
<b>Hochrateglätten von Edelstahl mittels 5 kW Multimode-Laser</b>	171
Linda Pabst, Robby Ebert, André Streek Laserinstitut Hochschule Mittweida	
<b>Erzeugung von laserinduzierten Schockwellensignalen für die zerstörungsfreie Vermessung von Asphaltsschichten</b>	178
Manuel Pfeiffer, Jörn Hübel, Steffen Weißmantel Hochschule Mittweida	
<b>Fallstudie zur Bildung einer Oberflächenlegierung auf gesintertem Wolframkarbid mit ultrakurzen MHz- bis GHz-Burstimpulsen</b>	183
Philipp Rebentrost, Andy Engel, Daniel Metzner, Steffen Weißmantel Laserinstitut Hochschule Mittweida	
<b>Spektrale und optische Überwachung des selektiven Entschichtens von Oberflächenmaterial auf Glasproben</b>	191
Clemens Richter <sup>2</sup> , Karsten Schmiedel <sup>1,2</sup> , Tobias Baselt <sup>1,2,3</sup> , Peter Hartmann <sup>1,2,3</sup>	
1) Fraunhofer IWS, Institut für Werkstoff- und Strahltechnik, 2) Westsächsische Hochschule Zwickau (WHZ), Leupold Institut für angewandte Naturwissenschaften (LIAN), 3) Forschungs- und Transferzentrum e. V. an der Westsächsischen Hochschule Zwickau	
<b>Einfluss organischer Fremdstoffe in additiv gefertigtem Ti-6Al-4V</b>	196
Kerstin Winkler <sup>1</sup> , Husam Ahmad <sup>2</sup> , Andre Danzig <sup>3</sup> , Philipp Gloetter <sup>3</sup> , Frank Schubert <sup>1</sup> , Guntram Wagner <sup>2</sup> , Lothar Kroll <sup>1</sup>	
1) TU Chemnitz, Institut für Strukturleichtbau, 2) TU Chemnitz, Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnik, 3) Liebherr-Aerospace Lindenberg GmbH	
<b>Untersuchungen zu den Belastungsgrenzen des Polygonscansystems durch die genutzte Laserstrahlung</b>	203
Marcel Wolf, Mathias Müller, André Streek Laserinstitut Hochschule Mittweida	

# Entwicklungen zum Makro-SLM für die additive Fertigung großvolumiger Metallbauteile

Martin Erler, Sebastian Weinhold, Michael Pfeifer, André Streek  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

*Das Makro-SLM ist eine Weiterentwicklung des etablierten laser-pulverbettbasierten 3D-Drucks von Metallbauteilen (auch SLM oder L-PBF). Durch die Steigerung von Laserleistung, Spotdurchmesser, Schichtdicke und Pulverkorngröße werden Strukturauflösung im Millimeter- statt wie üblich im Mikrometer-Bereich erzeugt. Dies wiederum ermöglicht eine enorme Steigung der Aufbauraten bis aktuell 1.300 cm<sup>3</sup>/h. Es ähnelt damit den Strukturauflösungen und Aufbauraten beim Auftragschweißen. Das stützende Pulverbett bietet jedoch den Vorteil komplexere Geometrien zu realisieren. Makro-SLM vereint damit die Vorteile beider Welten: hohe Gestaltungsfreiheit bei gleichzeitig hoher Produktivität. Ziel ist es, mit dem Makro-SLM komplexe, endkonturnahe Metallbauteile in Kubikmeter-Dimensionen herzustellen. In der vorliegenden Veröffentlichung werden das neue Anlagenkonzept erläutert und prozesstechnische sowie mechanische Kennwerte benannt. Abschließend werden verschiedene aktuelle Anwendungen vorgestellt und ein Ausblick zu den geplanten Entwicklungen gegeben.*

---

## 1. Einleitung

Die aktuellen technischen Weiterentwicklungen der additiven Fertigungsverfahren im laser- und pulverbettbasierten Metalldruck (SLM oder L-PBF) zeigen mehr als deutlich einen Bedarf hin zu höherer Produktivität und zu immer großvolumigeren Bauteilen. Nahezu alle namenhaften Anlagenhersteller haben großvolumige Anlagen in ihr Portfolio aufgenommen und übertreffen sich mit Angaben hinsichtlich erzielbarer Bauvolumen, eingesetzter Laserquellen pro Anlage und resultierender Aufbauraten [1, 2, 3]. Der Ansatz dabei ist die Parallelisierung des Prozesses in einer Anlage. Die derzeit größte kommerziell verfügbare Anlage bietet die Firma E-Plus-3D mit einem Bauraum von 1,5 x 1,5 x 1,1 m<sup>3</sup> und 16 x 700 W Lasersystemen mit einer Aufbaurate bis zu 650 cm<sup>3</sup>/h [3]. Um die Bauteile in gewohnt hoher Strukturauflösung und Maßhaltigkeit fertigen zu können, sind diese Anlagen hochkomplex und dadurch entsprechend teuer. Alle Laserscanbereiche müssen perfekt aufeinander abgestimmt sein, die schwere Bauplattform muss präzise abgesenkt werden und das Handling mit großen Mengen an feinem, reaktivem und gesundheitsschädlichem Pulver muss sichergestellt werden. Eine hohe Produktivität wird auch nur dann erreicht, wenn möglichst viele Lasergeräte gleichzeitig arbeiten, was wiederum stark von der Bauteilgeometrie, -orientierung und dem Packungsgrad abhängig ist. Bei solch großen Bauräumen müssen für die Erstbefüllung mehrere Tonnen Pulver vorgehalten werden, was wiederum Kosten von mehrere 100 T€ bedeutet.

Alternativen für die pulverbettbasierte additive Fertigung großer Metallbauteile sind das drahtbasierte Auftragschweißen mit Lichtbogen (WAAM - Wire Arc Additive Manufacturing) und das Laserauftragschweißen mit Draht oder Pulver (LMD - Laser Metal Deposition) [4, 5]. Bei beiden Verfahren sind hohe Auftragsraten bis über 1.000 cm<sup>3</sup>/h möglich [5]. Dies wird durch die Umsetzung

hoher Leistungen im Multi-kW-Bereich und der Erzeugung größerer Spurgeometrien im Millimeterbereich erzielt. Vorteil ist zudem, dass nur die Menge an Ausgangsmaterial, die für das Bauteil benötigt wird, vorgehalten werden muss. Mit den Verfahren sind jedoch die konstruktiven Gestaltungsfreiheiten begrenzt, da Überhänge und Brücken durch heruntertropfende Schmelze nicht realisiert werden können. Teilweise kann dies durch Verwendung von Robotern oder 5-Achssystemen kompensiert werden, wobei der Bearbeitungskopf selbst die Zugänglichkeit erschwert. Die Bauräume bzw. Bauteilgrößen sind weitestgehend unbegrenzt und nur von dem verwendeten Bewegungssystem vorgegeben.

Das am Laserinstitut Hochschule Mittweida entwickelte Makro-SLM-Verfahren kann die Vorteile beider Welten miteinander vereinen: hohe Bauteilkomplexität des SLMs mit den Auftragsraten der Auftragschweißens. Erreicht wird dies durch die Bestrahlung des Pulverbetts mit Laserleistungen im Multi-kW-Bereich (Einzelstrahl). Dafür wurde der Spotdurchmesser, die Schichtdicke und die Pulverkorngröße vergrößert, um solch hohe Laserleistung ohne Verdampfung des Materials umzusetzen. Die Vergrößerung der Pulverpartikel erlaubt den Einsatz von kostengünstigem Metallgranulat (bis Faktor 10 günstiger), was die Kosten einer Erstbefüllung stark senkt. Des Weiteren wurden mehrere neue Ansätze für ein neues skalierbares Anlagenkonzept gewählt um die Komplexität und damit die Kosten zu reduzieren. Ziel ist es, damit individuelle metallische Bauteile mit einer deutlich höheren Aufbauraten in Kubikmeter-Dimensionen herzustellen.

## 2. Anlagentechnik

Nach ersten Machbarkeitsstudien zum Makro-SLM-Verfahren an bestehenden Forschungsanlagen des LHMs wurde eine erste Prototypen-Anlage mit einem Bauraum von 1 x 0,8 x 0,5 m<sup>3</sup> aufgebaut (Abb. 1). Hiermit konnten weitere grundlegende Untersuchungen zum Verfahren

durchgeführt sowie die schnelle additive Fertigung großer Metallbauteile demonstriert werden. Gegenüber den klassischen SLM-Maschinen wurden hierfür verschiedene neue Ansätze gewählt. Der erste neue Ansatz ergab sich aus der Machbarkeitsstudie. Da die Prozessgeschwindigkeiten unter 100 mm/s lagen, war eine Strahlablenkung mittels Galvanometerscanner nicht erforderlich. Stattdessen wird der Laserstrahl durch ein kartesisches Achssystem über das Pulverbett geführt. Der zweite neue Ansatz war, dass nicht mit einer klassischen, sich nach unten absenkenden Bauplattform gearbeitet wird. Aufgrund der enormen Massen im Bereich mehrerer Tonnen und der erforderlichen Genauigkeit im Submillimeterbereich ist dies nur schwer zu realisieren. Daher bleibt die Bauplattform stationär und der Bearbeitungskopf mit Achssystem und Rakeleinheit hebt sich Schicht für Schicht nach oben, was aufgrund der vergleichsweise geringen Massen einfacher zu realisieren ist. Somit ist die Größe des Pulverbetts nicht mehr durch das zu handhabende Gewicht begrenzt. Ein dritter neuer Ansatz war die Verwendung einer Schutzgasglocke, die sich unter dem Bearbeitungskopf befindet und mit einem geringen Abstand zum Pulverbett mitgeführt wird, wodurch der Schmelzprozess unter Schutzgas erfolgen kann. Üblicherweise wird bei den klassischen SLM-Maschinen der ganze Bauraum mit Schutzgas geflutet, was jedoch bei solch großen Bauräumen sehr zeit- und kostspielig ist. In der Regel kommt auch eine Schutzgasumwälzung zur Abführung von Prozess-Nebenprodukten (Schmauch, Spritzer) zum Einsatz, die sonst das umliegende Pulver verunreinigen, wodurch es zu Baufehlern kommen kann, was jedoch bei großen Bauräumen über das gesamte Pulverbett homogen nicht umsetzbar ist. Daher wurde beim Makro-SLM besonderes Augenmerk auf die Reduzierung der Nebenprodukte gelegt. Alle drei Ansätze ermöglichten es, ein kostengünstiges Anlagenkonzept für die additive Fertigung großvolumiger Metallbauteile aufzubauen.

Als Strahlquelle stand zunächst ein 4 kW Lasergerät und später ein 8 kW Lasergerät für die weitere Steigerung der Aufbaurrate zur Verfügung. Der Laserspotdurchmesser liegt im Millimeterbereich.

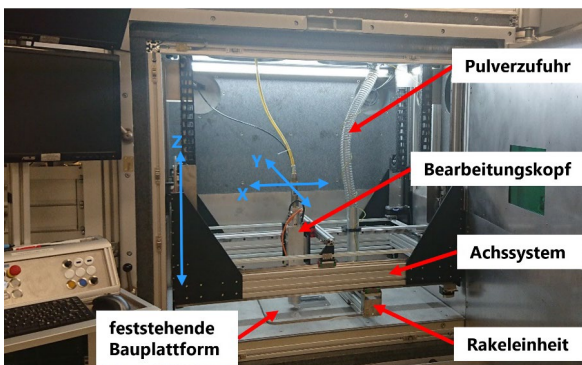


Abbildung 1: Erste Prototypen-Anlage für das Makro-SLM.

### 3. Entwicklung der Prozessparameter

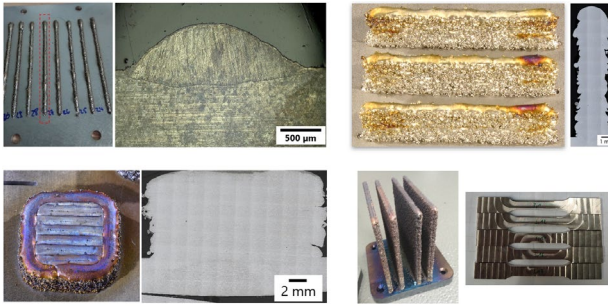
Für die Entwicklung von Prozessparametern wurde ein Granulat aus nicht rostendem Stahl gewählt, da sich Edelstahl (z.B. 1.4301) im klassischen SLM bereits etabliert hat. Aus den Machbarkeitsstudien an bestehenden Forschungsanlagen konnten passende Korngrößenverteilungen, Laserleistungen, Spotdurchmesser sowie Schichtdicken abgeleitet, auf die Prototypen-Anlage übertragen und weiter optimiert werden. Der Fokus lag dabei auch auf einer Reduzierung von Prozess-Nebenprodukten wie Schmauch und Spritzer. Dies konnte durch umfangreiche Untersuchungen erfolgreich realisiert werden.

Es zeigte sich, dass sich Partikeldurchmesser  $> 200 \mu\text{m}$  zu gleichmäßigen Einzelspuren und Wänden umschmelzen lassen. Es konnte die maximale Laserleistung von zunächst 4 kW umgesetzt werden. Bei einer Geschwindigkeit von 40 mm/s ergaben sich Einzelwandstärken von ca. 3 mm bei einer Schichtdicke von 1 mm. Beim Aufbau von Volumenkörpern zeigte sich, dass die Geschwindigkeit aufgrund von Wärmeakkumulationseffekten auf 50 mm/s erhöht werden konnte und dass Linienabstände im Bereich der Einzelspurbreite möglich waren. Da der Spotdurchmesser größer als die Einzelspurbreite war, fand dennoch eine hinreichende Verschmelzung mit der Nachbarspur statt. Es ergaben sich Dichten von archimedischesch  $7,8 \text{ g/cm}^3$  und bildanalytisch von  $> 99,5 \%$ . Aus den Prozessparametern ergab sich eine theoretische Aufbaurrate von bis zu  $520 \text{ cm}^3/\text{h}$  (entspricht:  $4,1 \text{ kg/h}$  für Edelstahl). Ein interessanter Aspekt dabei war die Volumenenergiedichte von nur knapp  $30 \text{ J/cm}^3$ . Im Vergleich dazu liegt der Wert beim klassischen SLM bei über  $80 \text{ J/cm}^3$ . Das bedeutet, dass die eingebrachte Energie deutlich effizienter zum Aufschmelzen genutzt wird. Gründe hierfür sind Wärmeakkumulationseffekte und die Reduzierung von Prozess-Nebenprodukten.

Nach Ermittlung der Prozessparameter wurden mechanische Kennwerte anhand von Zugproben ermittelt. Für die Anfertigung der Zugproben wurden Platten aufgebaut, von der Bauplattform getrennt, auf Maß abgefräst und in die gewünschte Form geschnitten. Die Auswertung der Zugversuche ergab dabei normgerechte Werte. Es konnten zudem keine Unterschiede zwischen liegenden oder stehenden Proben festgestellt werden. Härtemessungen mit 210HV1 spiegelten die Ergebnisse wider.

Sichtbare Oxidationen, wie sie in der Abb. 2 zu erkennen sind, entstehen nur in Randbereichen und nur, wenn die Schutzgasglocke bewegt wird, bevor die Temperatur ausreichend sinken konnte. Eine Oxidation im Inneren der Strukturen konnte anhand von Ätzungen und Messungen der chemischen Zusammensetzung nicht festgestellt werden.





	1.4301 (Vollmaterial, DIN EN 10088-3)	Makro-SLM (Proben liegend)	Makro-SLM (Proben stehend)
Zugfestigkeit, $R_m$	500 - 700 MPa	615 ± 3,6 MPa	614 ± 2,6 MPa
Dehngrenze, $R_{p0,2}$	≥ 190 MPa	321 ± 21,2 MPa	315 ± 11,4 MPa
Bruchdehnung, A	≥ 25 %	43 ± 1,1%	44,2 ± 1,9%

Abbildung 2: Parameterentwicklung für Edelstahl 1.4301. *Oben links:* Erste Machbarkeitsstudie zum Makro-SLM. Draufsicht und Querschliff der Einzelspuruntersuchungen. *Oben rechts:* Aufbau von Wandstrukturen zur Ermittlung der Einzelspurbreiten. *Mitte links:* Aufbau von Volumenkörpern zur Ermittlung von Linienabständen, Konturparametern, Aufbauraten usw. *Mitte rechts:* Fertigung von Zugproben in liegender und stehender Ausrichtung. *Unten:* Vergleichstabelle der mechanischen Kennwerte mit der Norm für die unterschiedlichen Ausrichtungen.

Aufbauend auf den Untersuchungen mit dem 4 kW Lasersystem wurden die Parameter auf ein neu angeschafftes 8 kW Lasersystem übertragen. Damit konnten Einzelwandstärken von 2 mm bis 5,5 mm bei angepasster Laserleistung realisiert werden. Letzteres mit der Umsetzung der maximalen Laserleistung von 8 kW und einer Schichtdicke von 1,5 mm. Daraus ergab sich eine theoretische Aufbaurrate von bis zu 1.300 cm<sup>3</sup>/h (entspricht: 10 kg/h für Edelstahl). Die Variation des Spotdurchmessers und damit der Strukturauflösung ermöglicht z.B. die zukünftige Anwendung einer Hülle-Kern-Strategie beim Aufbau von Bauteilen.

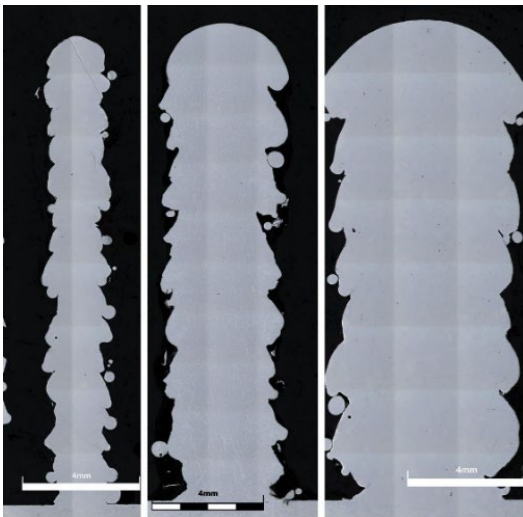


Abbildung 2: Querschliffe von verschiedenen Wandstärken die mit unterschiedlichen Laserspotdurchmessern und Laserleistungen aufgebaut wurden.

## 4. Anwendungsbeispiele

### Geometrisch individuelle Fassadenknoten:

In Zusammenarbeit mit der Forschungsgruppe FLEX der Hochschule für Technik, Wirtschaft und Kultur Leipzig (HTWK Leipzig) ergab sich ein erster Anwendungsfall für die Fertigung individueller Knotenelemente für das Bauwesen. Bei der Realisierung von gekrümmten, freigeformten Fassaden- und Dachkonstruktionen werden vorgefertigte, einfach zu transportierende, gerade Stabprofile mittels individueller Knotenelemente verbunden. Diese Verbindungselemente sind geometrisch komplex und mit konventionellen Fertigungsmethoden nur sehr aufwendig herstellbar und damit oft nicht wirtschaftlich. Auch die Herstellung der Knotenelemente mit dem klassischen SLM stellt sich zu zeit- und kostspielig dar. Die hohe Strukturauflösung beim SLM ist hierfür nicht erforderlich und eine Nachbearbeitung von Befestigungsflächen ebenso notwendig. Daher bietet sich hierfür das Makro-SLM-Verfahren bestens an. Anhand von ersten additiv gefertigten Prototypen der Knotenelemente und dem Aufbau eines Ausschnitts einer Fassadenfläche konnte das Potenzial verdeutlicht werden (Abb. 3). Die Fertigung erfolgte mit dem 4 kW Lasersystem auf der bereits beschriebenen Prototypen-Anlage. Die reale Aufbaurrate bei der Fertigung (inkl. aller Nebenzeiten) lag bei 2,5 kg/h. Damit konnten die reine Bauzeit von 80 h (mit 400 W SLM-Maschine) auf 5 h und die Herstellungskosten (nur Energie-, Gas- und Materialkosten) von ca. 1000 € auf 150 € reduziert werden. Zukünftig könnten zudem Kanäle für Stromleitungen, Sprinkleranlagen und weitere Features integriert werden, um die Möglichkeiten der additiven Fertigung voll auszuschöpfen.

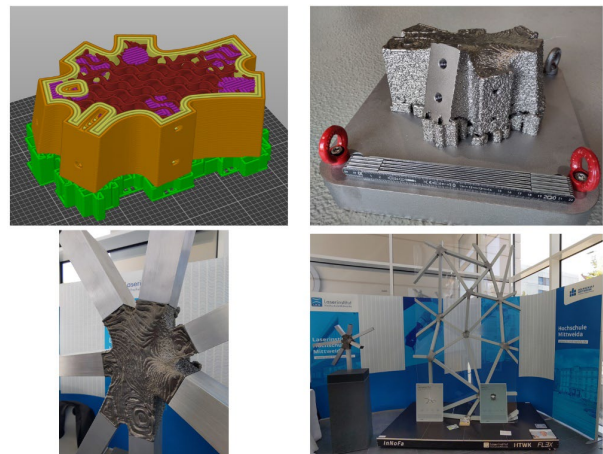


Abbildung 3: Additive Fertigung eines Fassadenknotens. *Oben links:* geslichtes 3D-Modell mit Blick ins Innere, 30% Infill. *Oben rechts:* Gefertigter Knoten auf der Bauplattform mit einseitig nachbearbeiteter Befestigungsfläche. Offset von 3 mm für Nachbearbeitung notwendig. *Unten links:* Fertiger Knoten mit Verbindungsstäben als Demonstrator. *Unten rechts:* Fassaden-Prototyp InNoFa mit individuell geformten, additiv gefertigten Knotenverbindungen.

### Topologieoptimierte Leichtbau-Rahmenstruktur:

In Zusammenarbeit mit der Firma Kobra Formen GmbH und der Forschungsgruppe FLEX der HTWK Leipzig sollen erstmalig großvolumige Stahlformen additiv gefertigt werden. Es handelt sich hierbei um hochwertige Stahlformen für die Betonsteinindustrie, die vom Weltmarktführer in diesem Bereich bisher noch konventionell durch subtraktive Verfahren hergestellt werden, wodurch teils bis zu 70 % Material entfernt werden muss. Bei der additiven Fertigung wird hingegen nur so viel Ausgangsmaterial verarbeitet, wie für das Bauteil notwendig ist. Hinzu kommen die Vorteile der konstruktiven Gestaltungsfreiheit. So soll im ersten Schritt eine Rahmenstruktur für die additive Fertigung optimiert und mit dem Makro-SLM-Verfahren hergestellt werden. Hierzu wurde die Rahmenstruktur einer Topologieoptimierung unterzogen und mit Leichtbau-Füllstrukturen versehen. Das spart nicht nur Materialeinsatz sondern auch Bauzeit. Alle Befestigungsflächen und Gewindebohrungen sollen anschließend spanend endbearbeitet werden.

Derzeit wird eine größere Anlage mit einem Bauraum von  $2 \times 2 \times 1 \text{ m}^3$  realisiert, um die vollständige Rahmenstrukturen herstellen zu können. (siehe Kapitel 6. Ausblick).

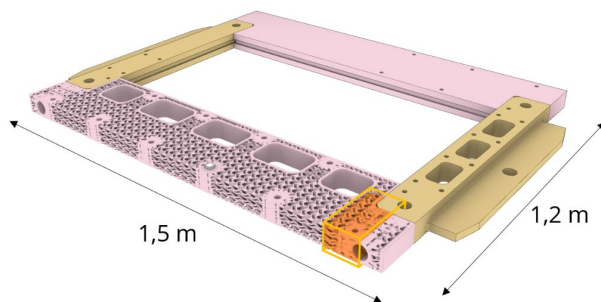


Abbildung 4: Beispiel eines CAD-Modells der Rahmenstruktur mit einseitig topologieoptimierter Leichtbaustruktur.

### Weitere Anwendungsbereiche:

- Fertigung endkonturnaher, großformatiger Halbzeuge
- Spritzgussformenbau mit innenliegenden Kühlkanälen
- Fertigung großformatiger, komplexer Bauteile für den Anlagen- und Maschinenbau (z.B. Energie- und Kraftwerksbau, Turbinen- und Pumpenbau)
- Fertigung großformatiger, komplexer Bauteile für die Luft- und Raumfahrt

## 5. Weitere Werkstoffe

### Einsatzstahl 1.7131 (16MnCr5)

Für das bereits vorgestellte Anwendungsbeispiel der Leichtbau-Rahmenstruktur für den Formenbau bedarf es Einsatzstahl. Daher wurden die Ergebnisse aus den Untersuchungen mit Edelstahl auf den Einsatzstahl übertragen. Zunächst wurden Einzelwandstrukturen

und Volumenkörper aufgebaut. Es zeigte sich ein ähnliches Schmelzverhalten, wie beim Edelstahl, mit geringen Prozess-Nebenprodukten. Bei etwas reduzierter Geschwindigkeit (35 mm/s statt 40 mm/s wegen erhöhter Wärmeleitfähigkeit) konnten gleichmäßigere Schmelzspuren erzeugt werden. Es konnten jedoch vergleichbare Wandstärken und Dichten erreicht werden. Die Dichte der Volumenkörper lag, wie bei Edelstahl, archimedisch bei  $7,8 \text{ g/cm}^3$  und bildanalytisch bei  $> 99,5 \%$ . Weitere grundlegende Untersuchung zum Einsatzstahl werden derzeit noch durchgeführt.



Abbildung 5: Erste Untersuchungen zum Aufbau von Wandstrukturen mit Einsatzstahl 1.7131. Links: Aufnahme von Wandstrukturen mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten. Rechts: Querschliff einer Wand mit geeigneten Parametersatz.

### Aluminiumlegierung AlSi10Mg

Für erste Untersuchungen mit AlSi10Mg wurden Einzelwandstrukturen und Volumenkörper aufgebaut. Dabei zeigte sich eine Verbreiterung der Wandstärke von ca. 50 % gegenüber Edelstahl. Zudem konnten höhere Geschwindigkeiten umgesetzt werden. Beides führt zu einer Steigerung der Volumenbaurrate von 50 - 70 % gegenüber Edelstahl. Jedoch wiesen die Proben eine hohe Porosität auf und die Dichten lagen archimedisch bei  $2,6 \text{ g/cm}^3$  und bildanalytisch bei 96 %. Weiter Untersuchungen hierzu stehen noch aus.

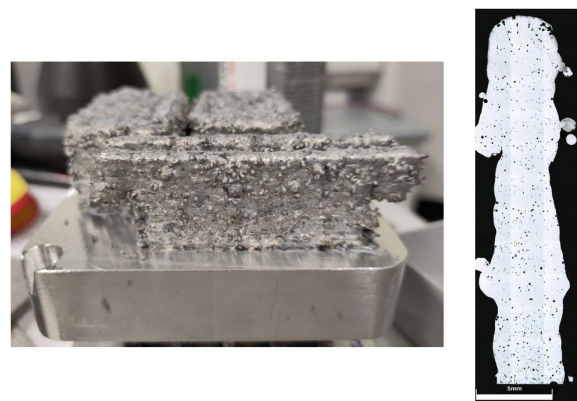


Abbildung 6: Erste Untersuchungen zum Aufbau von Wandstrukturen mit AlSi10Mg. Links: Aufnahme von Wandstrukturen. Rechts: Querschliff einer Wand mit geeigneten Parametersatz.

## 6. Ausblick

Parallel zu weiteren Prozess- und Materialuntersuchungen wird derzeit eine neue Anlage mit einem deutlich größeren Bauraum von  $2 \times 2 \times 1 \text{ m}^3$  aufgebaut. Damit soll die vorgestellte Leichtbau-Rahmenstruktur gefertigt werden. In die Anlage soll das bereits erwähnte 8 kW Lasersystem integriert werden. Durch Variation des Spotdurchmessers im Prozess können verschiedene Wandstärken realisiert werden und je nachdem passende Strukturauflösung gewählt werden. So sind theoretische Aufbauraten von bis zu 10 kg/h möglich. Eine weitere Neuerung ist die Einbindung und Erprobung einer Leistungsregelung mittels IR-Kamera.

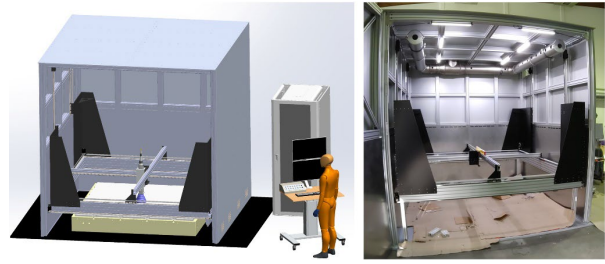


Abbildung 7: Neue Makro-SLM-Anlage mit einem Bauraum von  $2 \times 2 \times 1 \text{ m}^3$ . Links: CAD-Modell mit ausgeblendeter Tür. Rechts: Im Aufbau befindliche Anlage mit geöffneter Tür.

## Literaturverzeichnis

- [1] NXG XII 600 Metal 3D Printer von SLM-Solution: <https://www.slm-pushing-the-limits.com/>, zuletzt geprüft: 02.11.2023
- [2] FS621M Metal 3D Printer von Farsoon Technologie: <https://www.farsoon-gl.com/products/fs621m/>, zuletzt geprüft: 02.11.2023
- [3] EP-M1550 Metal 3D Printer von E-Plus-3D: <https://www.eplus3d.com/products/ep-m1550-metal-3d-printer/>, zuletzt geprüft: 02.11.2023
- [4] RODRIGUES, Tiago A., et al. Current status and perspectives on wire and arc additive manufacturing (WAAM). *Materials*, 2019, 12. Jg., Nr. 7, S. 1121.
- [5] LI, Zuo, et al. High deposition rate powder-and wire-based laser directed energy deposition of metallic materials: A review. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2022, S. 103942.

# Endkonturnahes selektives Lasersintern von keramischen Pulvern

Markus Kühn<sup>1</sup>, Anne-Marie Layher<sup>1</sup>, Felix Thumann<sup>1</sup>, Sarah Kaden<sup>1</sup>, Oliver Elies<sup>1</sup>, Amy Fritz<sup>1</sup>, Jens Bliedtner<sup>1</sup>, Daniel Störzner<sup>2</sup>, Patrick Hähle<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Ernst-Abbe-Hochschule, Jena, Deutschland

<sup>2</sup>LCP Laser-Cut-Processing GmbH, Hermsdorf, Deutschland

*In der aktuellen Forschung werden die Eigenschaften und Anwendungen von ultrakurzgepulster Laserstrahlung im selektiven Lasersintern von keramischen Pulvern untersucht. Die hohe Verschleißfestigkeit und Biokompatibilität prädestinieren Keramiken für vielfältige technische und medizinische Anwendungen. Hohe Rissneigung durch Temperaturgradienten im Sinterprozess, sowie die hohen Schmelztemperaturen sind dabei Herausforderungen und stehen im Fokus der Technologieentwicklung. Die Nutzung einer inversen Schichterzeugungskinetik ermöglicht einen effizienten Pulverauftrag. Kerninnovation ist die Anwendung des Ultrakurzpulslasers. Mit diesem gelingt es, sowohl Zirkonoxid als auch Aluminiumoxid in verschiedenen stofflichen Konfigurationen zu sintern, wobei stabile und teilweise glasierte Oberflächen sowie stapelbare Sinterschichten erfolgreich erzeugt werden.*

*In current research, the properties and applications of ultra-short pulsed laser radiation in the selective laser sintering of ceramic powders are explored. The high wear resistance and biocompatibility of ceramics make them usable for a wide range of technical and medical applications. Challenges, such as a high propensity for cracking due to temperature gradients during the sintering process and the elevated melting temperatures, are central to technology development. The use of an inverse layer generation kinematics enables efficient powder application. The core innovation is the application of the ultrashort pulse laser. With this, it is possible to sinter both zirconia and alumina in various material configurations, successfully producing stable and partially glazed surfaces as well as stackable sintered layers.*

## 1. Einleitung

Die additive Fertigung, insbesondere das selektive Lasersintern (SLM), bietet großes Potenzial für die Herstellung individuell angepasster 3D-Keramikformen. Ultrakurzpulslaser werden relevant, um Keramikpulver präzise und fehlerarm zu sintern, insbesondere bei Yttrium-stabilisiertem Zirkonoxid.

## 2. Prinzip des Selektiven Lasersinterns

Das selektive Lasersintern (SLS) keramischer Pulver ist eine additive Fertigungstechnologie, welche die Generierung komplexer dreidimensionaler Objekte aus keramischen Pulvern ermöglicht. Ein 3D-CAD-Modell wird in horizontale Schichten segmentiert, um als Basis für den Fertigungsprozess zu dienen. Im SLS-Prozess wird eine feine Schicht keramischen Pulvers auf eine Bauplattform appliziert. Ein präzise gesteuerter Laserstrahl belichtet dabei selektiv das Pulverbett. Dabei werden die Pulverpartikel auf eine Temperatur erhitzt, bei welcher sie miteinander verschmelzen. Nach Fertigstellung einer Schicht wird die Plattform abgesenkt, eine neue Pulverschicht aufgetragen und der Prozess wiederholt, bis das Objekt vollständig aufgebaut ist. Die Technik ermöglicht die Fertigung hochkomplexer und detaillierter Strukturen, die mit konventionellen Methoden nicht oder nur schwer realisierbar wären, und erlaubt die Erstellung

von Bauteilen mit internen Strukturen und Kanälen. (Bliedtner, 2013)

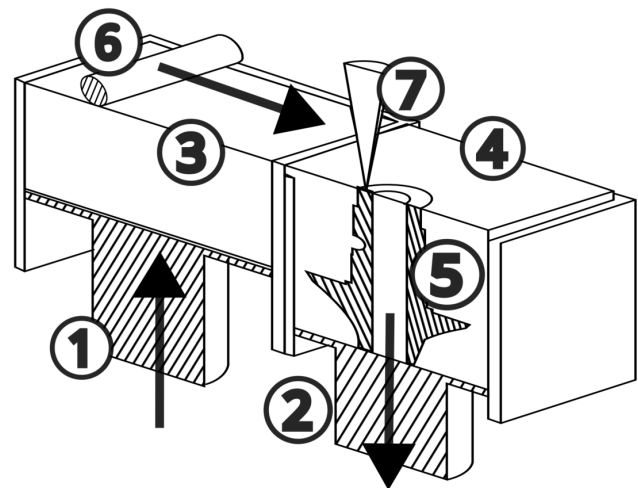


Abbildung 1: Prinzipskizze selektives Lasersintern (nach DIN ISO 17296-1); (1) Stempel für Pulvermagazin; (2) Absenkkine-matik für Bauplattform und Pulverbett; (3) Pulvermagazin; (4) Pulverbett; (5) gesintertes Halbzeug; (6) Transportmechanismus (Rakel, Walze, Kombination aus beidem); (7) belichtender Laserstrahl

Ein Pulverreservoir wird entsprechend der für eine Sinterschicht benötigte Pulvermenge angehoben. Anschließend transportiert ein Rakel oder eine Walze das Pulver auf die Bauplattform, wo anschließend durch Belichtung mittels Laser selektiv ausgehärtet wird. Der Prozess

wiederholt sich iterativ bis die gewünschte Bauteilhöhe erreicht ist.

### 3. Zielsetzung und Methoden

CO<sub>2</sub>-Laser sind durch ihre Wellenlänge von 10,6 µm, sowie ihre Fähigkeit, hohe mittlere Leistungen relativ kostengünstig bereitzustellen, gemeinhin zur bevorzugten Strahlquelle geworden. UKP-Laser dahingegen werden in der Lasermaterialbearbeitung primär in Applikationen implementiert, die weitgehend ohne oder nur mit minimaler thermischer Belastung durch den Laser konzipiert werden müssen. (Müller, 2017)

Im Kontext des hier dokumentierten Projektes wird die Entscheidung zugunsten des UKP-Lasers getroffen, trotz der Tatsache, dass der Sinterprozess nachweislich ein spezifisches Temperaturregime erfordert (Qi Liu, 2015). Die notwendigen Temperaturen werden hierbei nicht durch eine hohe prozentuale Absorption der Laserwellenlänge erreicht, sondern vielmehr durch die Kumulation der schwachen Wärmeabgabe pro Puls bei sehr hohen Pulsfolgefrequenzen des Ultrakurzpulslasers. Einerseits soll durch die ultrakurzen Pulse eine präzisere Energieübertragung ins Pulverbett erfolgen, andererseits ermöglicht die, im Vergleich zum CO<sub>2</sub>-Laser, kurze Wellenlänge eine verbesserte Fokussierbarkeit. Dies wiederum gestattet es, hochdetaillierte Konturen zu belichten und mittels selektivem Lasersinterns zu verfestigen. (Demtröder, 2013)

#### 3.1 Anlagentechnik

Für das SLS von keramischen Pulvern kommt ein ultrakurzgepulster Faserlaser zum Einsatz. Dieser liefert eine Pulsfolgefrequenz von 50 kHz bis 32 MHz bei Pulsweiten von 220 fs oder 3,5 ps.

Tabelle 1: Daten des genutzten Lasersystems

Wellenlänge	1030 nm
Pulsfolgefrequenz	50 kHz ... 32 MHz
Pulsenergie	bis 1 mJ
Pulsspitzenleistung	bis 2.5 GW
Mittlere Leistung	bis 100 W
Pulsdauer	220 fs; 3.5 ps

Die konventionelle Kinematik im SLS ist dadurch charakterisiert, dass sich die Bauplattform mit jeder gesinterten Schicht absenkt (siehe Abbildung 1). Die verwendete Anlage wird so angepasst, dass das Pulverbett, bzw. das Halbzeug nicht abgesenkt, sondern angehoben wird. Die dafür entwickelte Baugruppe (Abbildung 2) ermöglicht in Kombination mit einer Z-Achse einerseits einen inversen Aufbau der Halbzeuge, sowie die Bereitstellung zweier verschiedener Pulvermaterialien.

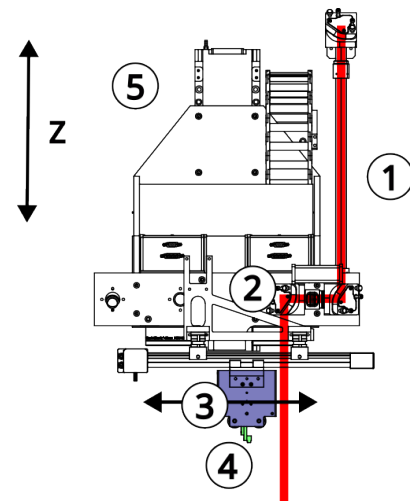


Abbildung 2: (1) Strahlführung; (2) Galvo-Scanner; (3) Pulvermagazin für zwei verschiedene Pulver; (4) Auftragsmechanismus (Rakel, Walze oder eine Kombination aus beiden)

Pulverreservoir, Rakel- und Walzeinheit sind miteinander fest verbunden. Die Vorteile dieser Herangehensweise liegen einerseits darin, dass mittels dieser Kinematik ein Großteil der bereits auf dem Markt platzierten LMB-Anlagen auf eine SLS-Prozessierung umgerüstet werden können. Weiterhin wird durch das lokal begrenzte und gezielte Auftragen von Glas- und Keramikpulvern, verglichen mit herkömmlichen Systemen, erheblich Material eingespart.

#### 3.2 Materialanalyse

Die Ausgangsmaterialien sind einerseits verschieden konfigurierte ZrO<sub>2</sub>-Pulver (siehe Tabelle 2), sowie ein Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Pulver.

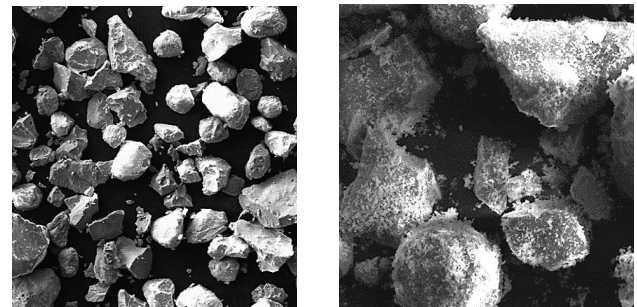


Abbildung 3: REM Aufnahme; Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> stabilisiertes ZrO<sub>2</sub>; Schmelztemperatur bei 2710°C; links: grob; rechts: bimodal (Fritz, 2023)

Für die Ermittlung der Pulverbedeckung wird eine Schicht Pulver auf eine Bauplattform mit hohem farbllichem Kontrast appliziert und mittels geeigneter Beleuchtung und einer monochromatischen Kamera Fehlstellen der Bedeckung identifiziert. Die Partikelgrößenverteilung wird mittels Laserdiffraktometrie ermittelt (Mastersizer 2000® der Fa. MALVERN Panalytical Ltd).

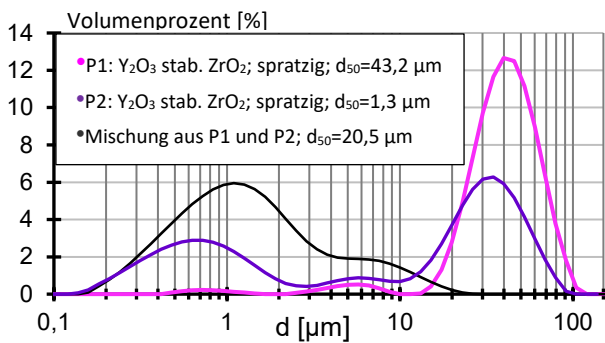


Abbildung 4: Partikelgrößenverteilung des ZrO<sub>2</sub>-Pulvers

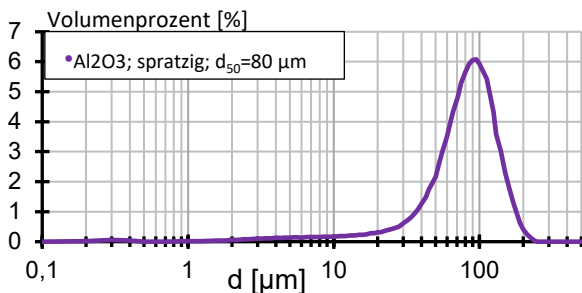


Abbildung 5: Partikelgrößenverteilung des Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Pulvers

Ab einer Schichtdicke von 100 µm liegt einer Pulverbedeckung von >99% der Fläche der Bauplattform vor (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Substrat mit Stärke von 0,7 mm und Durchmesser von  $\varnothing=60$  mm) vor.

Tabelle 2: Hausner-Faktor und Auftragswerkzeug der verschiedenen ZrO<sub>2</sub>-Pulver; HR < 1,25: fließfähig; HR  $\geq$  1,25: unzureichend fließfähig

P1: Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> stab. ZrO <sub>2</sub> ; spratzig; d <sub>50</sub> =43,2 µm	HR=1,2 (Rakel)
P2: Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> stab. ZrO <sub>2</sub> ; spratzig; d <sub>50</sub> =1,3 µm	HR=2,2 (Walze)
Mischung aus P1 und P2; d <sub>50</sub> =20,5 µm	HR=1,2 (Rakel)

Die Wahl des Aufbringungswerkzeuges hängt für die jeweiligen Pulver vom sog. Hausner-Faktor ab. Der ermittelte Hausner-Faktor, sowie das entsprechende Werkzeug sind Tabelle 2 zu entnehmen.

### 3.3 Versuchsdesign

In Anbetracht der bereits erbrachten Nachweise bezüglich der Sinterfähigkeit der Materialien Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und ZrO<sub>2</sub>, sowie unter Berücksichtigung des Einsatzes eines UltrakurzpulsLasers zur Erzielung spezifizierter Detaillierungen der gehärteten Sinterschichten, wird sich in den nachfolgenden Untersuchungen auf kleinformatige Strukturen konzentriert. In der aktuellen Untersuchung steht die Analyse von Hohlzylindern im Fokus, die mittels variierender Laserparameter erzeugt werden.

Tabelle 3: Variation der Laser- und Prozessparameter

Variierte Laser- u. Prozessparameter	
Scangeschwindigkeit	10 ... 300 [mm/s]
Mittlere Laserleistung	15 ... 39 [W]
Windungsabstand der Spiralen	33 ... 54 [µm]
Pulsfolgefrequenz	4 ... 32 [MHz]
Schichthöhe	150 ... 300 [µm]

Das Hauptziel dieser Studie besteht darin, zu verstehen, wie die spezifischen Laser- und Prozessparameter das Sinterergebnis der Struktur beeinflussen. Die entsprechenden Ergebnisse werden visualisiert und zuerst einmal rein phänomenologisch bewertet. Anschließend findet eine Dichtemessung statt, um ein Maß für den Sintergrad zu erhalten.

### 3.4 Bewertung der Bauteile

Verglichen mit der Soll-Geometrie zeigen alle Strukturen einen deutlichen Schrumpfung.

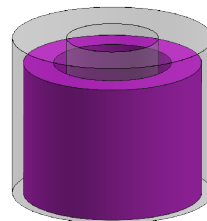


Abbildung 6: links: Soll-Geometrie grau und Ist-Geometrie violett; rechts: Beispielhafte REM-Aufnahme eines abgebrochenen Sinterhalses zwischen zwei Wolframteilchen (Salmang et al. 2007)

Der Grund liegt darin, dass es im Sinterprozess zu einem Umbau des Pulvermaterials kommt. In den verschiedenen Prozessstadien kommt es zur Diffusion von Material, was dazu führt, dass die Poren des geclusterten Pulvers schrumpfen. Dadurch, sowie durch das Anwachsen der Sinterhalse, steigt die Verdichtung, was eine Volumenreduzierung bewirkt. (Salmang, 2006)

#### 3.4.1 Bewertung der Bauteile aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

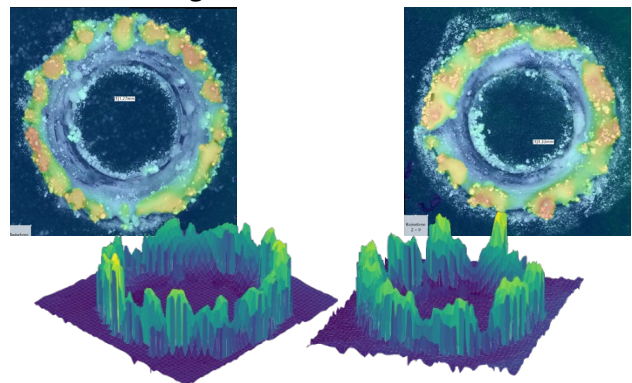


Abbildung 7: Ergebnisse von gesinterten Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Strukturen (Falschfarben); links: Pulsfolgefrequenz 4 MHz; rechts Pulsfolgefrequenz: 16 MHz

Es können feste und zusammenhängende Strukturen aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  hergestellt werden. Auffällig sind jedoch die noch sehr hohe Inhomogenität, sowie eine hohe offene Porosität, sodass von einer Messung der Dichte abgesehen wird.

### 3.4.2 Bewertung der Bauteile aus $\text{ZrO}_2$

Verglichen mit den  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ergebnissen, werden mit  $\text{ZrO}_2$  größere Fortschritte gemacht. Die Laserparameter werden in ähnlicher Weise variiert.

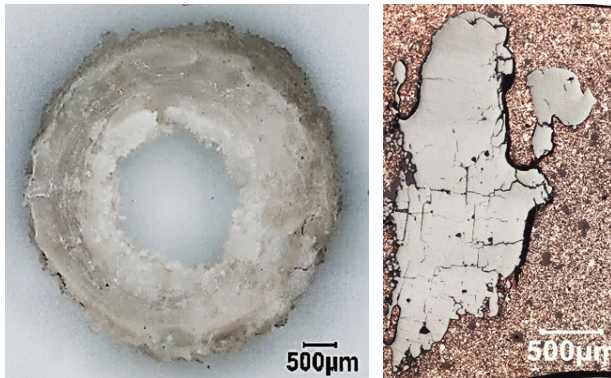


Abbildung 8:  $\text{ZrO}_2$  mit  $D_{50}=20,5 \mu\text{m}$ ; links: Sinterstruktur; rechts: Angeschliffene Sinterstruktur mit Dichte  $\rho = 5,0 \text{ g/cm}^3$  (Fritz, 2023)

Die erhaltenen Strukturen sind geometrisch definiert und die angestrebten Zylinderstrukturen sind klar erkennbar. Das Ergebnis der Dichtemessung nach dem Auftriebsprinzip (Firma KERN & SOHN GmbH: Sartorius BP221S Analytical Balance Analysewaage) beträgt 92% von der Referenzdichte des Bulk-Materials.

Abbildung 8 zeigt Ergebnisse einer Schliiffbildanalyse. Die erzeugten Proben werden in Technovit 5000 kalteingebettet (Kulzer GmbH) und nach dem Aushärten mit verschiedenen Körnungen angeschliffen.

### Vergleich der Ergebnisse $\text{Al}_2\text{O}_3$ und $\text{ZrO}_2$

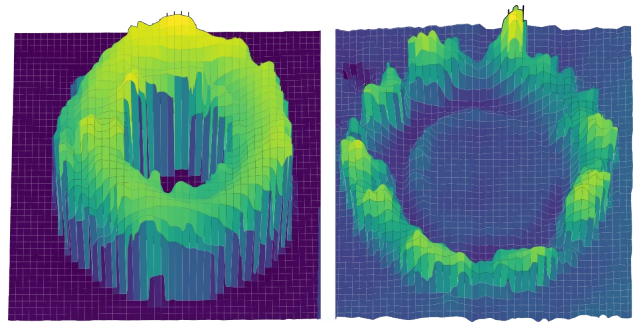


Abbildung 9: Vergleich der 3D-Profile (Mikroskop VHX-7000) der Proben; links:  $\text{ZrO}_2$  mit  $D_{50}=20,5 \mu\text{m}$ ; rechts  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Ein unmittelbarer Vergleich der mit einem Konfokalmikroskop aufgenommenen 3D-Profile der Proben zeigt deutliche Unterschiede zwischen dem aktuellen Prozessentwicklungsstand von  $\text{ZrO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

### 4. Zusammenfassung

Der Aufbau eines keramischen Bauteils mittels einer sich anhebenden Kinematik ist möglich und kann praktikabel in einer Vielzahl von Maschinen durch einfaches Umrüsten umgesetzt werden.

Der Funktionsnachweis des Sinterns von hochschmelzenden Materialien ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{ZrO}_3$ ) mittels Femtosekundenpulsen ist erbracht.

Eine  $\text{ZrO}_2$ -Sinterdichte von  $\rho = 5,0 \text{ g/cm}^3$  kann nachgewiesen werden (entspricht 92% der Dichte des Bulk-Materials).

### Danksagung

Dieses Projekt wird vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

### Literaturverzeichnis

- [1] Bliedner, J. M. (2013). Lasermaterialbearbeitung: Grundlagen - Verfahren - Anwendungen - Beispiele. München: Carl Hanser Verlag GmbH Co KG.
- [2] Demtröder, W. (2013). Laserspektroskopie 2, Experimentelle Techniken. Berlin: Springer Verlag GmbH.
- [3] Ferrage, L. B. (2018). Dense yttria-stabilized zirconia obtained by direct selective laser sintering. Additive manufacturing, S. 21, 472-478.
- [4] Fritz, A. (2023). Prozesscharakterisierung des selektiven Laserstrahlsinterns mittels ultra-kurz-gepulster Laserstrahlung (UKP-SLS) von Zirkonoxid - Pulvermaterialien. Ernst-Abbe-Hochschule Jena.
- [5] Müller, T. (2017). Laser-Materie-Wechselwirkung beim Selektiven Laser Sintern von Keramik (Dissertation). Clausthal.
- [6] Qi Liu, Y. D. (2015). Effect of high-temperature preheating on the selective laser melting of yttria-stabilized zirconia ceramic. Journal of Materials Processing Technology, S. 61-74.
- [7] Salmang, H. &. (2006). Keramik. Berlin: Springer Science & Business Media.

# Additive Fertigung und Eigenschaften der metastabilen Titanlegierung Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr

Frank Schubert<sup>1</sup>, Daniel Knoop<sup>2</sup>, Jonas Haller<sup>1</sup>, Lothar Kroll<sup>1</sup>, Anastasiya Toenjes<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup> Technische Universität Chemnitz, Institut für Strukturleichtbau, Chemnitz, Deutschland

<sup>2</sup> Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien – IWT, Bremen, Deutschland

<sup>3</sup> Universität Bremen, Bremen, Deutschland

## Kurzfassung

Die additive Verarbeitung der Titanlegierung Ti-6Al-4V mittels pulverbettbasiertem Laserstrahlschmelzen (LPBF) ist gut erprobt und in der Luftfahrt bereits im Serieneinsatz. Dabei gibt es erhebliche Einschränkungen hinsichtlich Bauteilgestaltung und erzielbarer Maßhaltigkeit. Die Ursache dafür findet sich im thermischen Eigenspannungsprofil des Legierungssystems, was zu einem erheblichen Bauteilverzug infolge der additiven Fertigung führen kann. Daher müssen derartige Komponenten sehr steif ausgeführt werden oder es ist ein hoher Einsatz von zusätzlichem Stützmaterial erforderlich. Zur Lösung dieses Problems können metastabile Titanlegierungen, wie etwa Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr, herangezogen werden. Der vorliegende Beitrag umfasst die LPBF-Verarbeitung der Legierung Ti-5553 mit robusten Prozesskenngrößen, resultierender Oberflächengüte sowie die Untersuchung geeigneter Wärmebehandlungen mit zugeordneten mechanischen Eigenschaften.

Additive manufacturing of titanium Ti-6Al-4V by means of laser powder bed fusion (LPBF) is well established and already in use in civil aviation. However, there are considerable limitations regarding component design and achievable dimensional accuracy. The reason for this can be found in thermal residual stresses of the alloy, which can lead to significant component distortion due to additive manufacturing. Therefore, such components have to be designed very rigid or a high use of additional support material is required. To address this problem, metastable titanium alloys, such as Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr, can be used. The present contribution covers LPBF processing of Ti-5553 with robust process parameters, resulting surface quality as well as investigations regarding suitable heat treatments with associated mechanical properties.

## 1. Einleitung

Im Rahmen des Luftfahrtforschungsvorhabens „AMELA“ untersucht die TU Chemnitz gemeinsam mit dem Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien - IWT metastabile Titanlegierungen für den pulverbettbasierten metallischen 3D-Druck (LPBF). Diese sollen hinsichtlich ihrer Verarbeitungseigenschaften und den resultierenden Materialkennwerten signifikante Vorteile gegenüber dem etablierten Ti-6Al-4V aufweisen.

Insbesondere das Legierungssystem Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr (Ti-5553) verspricht einen robusten additiven Fertigungsprozess [1] mit einem eigenspannungsarmen Aufbau von Proben und Bauteilen im  $\beta$ -Zustand. Durch Anwendung geeigneter Wärmebehandlungen lässt sich das Gefüge in weiten Bereichen einstellen [2-3], woraus eine hohe Eignung für Luftfahrtanwendungen resultieren [4-5] kann.

## 2. Experimentelles Vorgehen

Für die Untersuchungen wurde Argon-verdüstertes sphärisches Pulvermaterial von der Firma Eckart TLS verwendet. Dieses weist eine LPBF-übliche Korngrößenverteilung von 15-63  $\mu\text{m}$  auf. Unter Argon-Atmosphäre wurden daraus Würfelproben (vgl. Abbildung 1) mit einer Kantenlänge von 10 mm in einer LPBF-Anlage vom Typ

EOS M290 gefertigt. Die Substratplatte wurde dazu auf 200°C vorgeheizt.

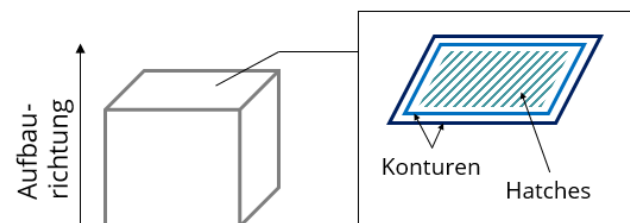


Abbildung 1: Würfelprobe mit Kennzeichnung der Aufbaurichtung und Scanvektoren

Zur Identifizierung geeigneter Prozesskenngrößen für das innere Materialvolumen (Hatches) wurden für zwei ausgewählte Schichtdicken ( $s$ ) folgende Parameterfelder hinsichtlich Laserleistung ( $P$ ) und Scangeschwindigkeit ( $v$ ) aufgespannt (vgl. Tabelle 1).

Tabelle 1: Untersuchte Prozessparameter für Ti-5553

$s$ [ $\mu\text{m}$ ]	$P$ [W]	$v$ [mm/s]
30	150 - 250	775 - 1.300
60	310 - 350	1.050 - 1.450

Die Proben wurden nach Fertigstellung jeweils in Aufbaurichtung (Längsschliff) und normal zu dieser (Quer-



schliff) getrennt, poliert und mit Hilfe optischer Mikroskopie bezüglich der resultierenden Materialdichte untersucht.

Darauf aufbauend wurde für beide Schichtdicken eine Erhöhung der Oberflächenqualität angestrebt. Dazu erfolgte die Optimierung der Randparameter (Konturen), welche maßgeblich die Oberflächenrauheit bestimmen. Folgende Parameter wurden dazu untersucht (vgl. Tabelle 2):

Tabelle 2: Untersuchte Konturparameter für Ti-5553

s [µm]	P [W]	v [mm/s]
30	130 - 210	700 - 925
60	220 - 250	1.350 - 1.550

Zur Analyse der resultierenden Oberflächentopografie für den Konturbereich wurden Längsschliffe angefertigt und diese mittels optischer Mikroskopie ausgewertet. Dieses Vorgehen erlaubt Rückschlüsse auf die Größe der anhaftenden Partikel, die Strukturabweichungen in Bezug auf die Soll-Geometrie sowie die Erkennung der Poren im Konturbereich.

Die abschließende Bewertung der Oberflächenrauheit wurde mit dem finalen Prozessparametersatz für eine Schichtdicke von 60 µm anhand von Proben durchgeführt, deren additive Fertigung im Winkel  $\alpha$  von  $40^\circ \leq \alpha \leq 90^\circ$  zur Substratebene erfolgte (vgl. Abbildung 3).

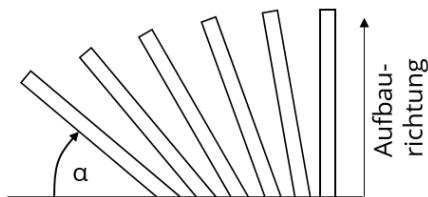


Abbildung 3: Proben zur Bestimmung der Oberflächenrauheit, aufgebaut im Winkel  $\alpha$  zur Substratebene

In diesem Zusammenhang ließ sich das taktile Tastschnittverfahren, zur Ermittlung von Linienkennwerten  $R_a$ , und das optische Verfahren (Alicona), zur Ermittlung von Flächenkennwerten  $S_a$ , vergleichend gegenüberstellen.

Zur Planung geeigneter Wärmebehandlungen von additiv verarbeitetem Ti-5553 musste zunächst der Ausgangsgefüge analysiert werden.

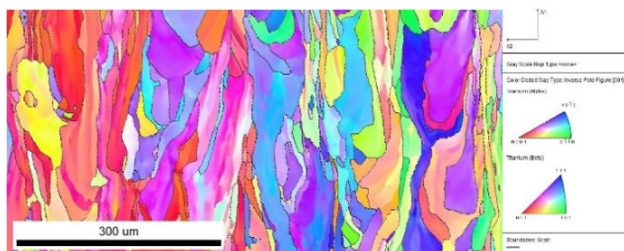


Abbildung 4:  $\beta$ -Gefüge einer additiv gefertigten Ti-5553-Probe, Schichtdicke 30 µm, analysiert mittels EBSD

Mittels Röntgenbeugung (XRD) und Elektronenrückstreubeugung (EBSD) ließ sich feststellen, dass ein reines  $\beta$ -Gefüge vorliegt (vgl. Abbildung 4).

In der Literatur werden drei mögliche Wärmebehandlungen für Ti-5553 vorgeschlagen [2]:

- Lösungsglügen und Abschrecken (ST)
- Lösungsglügen, Abschrecken und Auslagern (STA)
- Beta-Glügen, langsam abkühlen, Auslagern (BASCA)

Aufgrund des reinen  $\beta$ -Gefüges kann auf ein Lösungsglügen mit nachfolgendem Abschrecken verzichtet werden. Dies macht die Wärmebehandlung für Bauteile unterschiedlichster Größenklassen zugänglich und senkt das Verzugsrisiko signifikant.

In einem ersten Schritt zur Identifizierung geeigneter Wärmebehandlungsregime wurden die Anteile von  $\alpha$ - und  $\beta$ -Titan in Abhängigkeit der Glüh-temperatur und -dauer ermittelt. Die Wärmebehandlung der Proben erfolgte im Vakuum und als Analyse-methode wurden die Rückstreuungselektronen am Rasterelektronenmikroskop (REM-BSE) ausgewertet. Folgende Wärmebehandlungszustände bilden den Untersuchungsgegenstand (vgl. Tabelle 4):

Tabelle 4: Wärmebehandlungsparameter für Ti-5553

Temp. [°C]	500	500	600	600	700	700
Zeit [h]	1	2	1	2	1	2

Begleitend zur mikrostrukturellen Gefügeanalyse mittels REM erfolgte die Ermittlung quasistatischer Materialkennwerte anhand von einachsigen Zugversuchen. Aus den Ergebnissen ließ sich eine vielversprechende Wärmebehandlung ableiten, auf deren Basis auch Schwingproben gegläht wurden. Nach deren spanender Nachbearbeitung auf einen Durchmesser von 4,0 mm folgten einachsige Ermüdungsprüfungen mit  $R = -1$  bei einer Prüffrequenz  $f = 90$  Hz.

### 3. Ergebnisse und Diskussion

#### 3.1. LPBF-Prozessparameter

Aus den Ergebnissen zu den Dichtewerten für eine Schichtdicke von 30 µm geht hervor (vgl. Tabelle 5), dass das untersuchte Ti-5553 ein sehr breites Prozessfenster besitzt. In Abhängigkeit des erforderlichen Energieeintrags zum prozesssicheren Umschmelzen des Materials, finden sich für nahezu jeden untersuchten Leistungs- oder Geschwindigkeitsbereich valide Prozesskenngrößen, welche eine relative Materialdichte von  $>99,9\%$  zu lassen.

Tabelle 5: Relative Materialdichte Ti-5553, Schichtdicke 30 µm

		P [W]				
		150	175	200	225	250
v [mm/s]	775	99,82%	99,46%	99,32%	99,52%	99,68%
	850	99,96%	99,92%	99,94%	99,91%	99,93%
	925	99,99%	99,99%	99,98%	99,94%	99,95%
	1.000	99,99%	99,99%	99,97%	99,98%	99,98%
	1.075	99,94%	99,93%	99,99%	99,97%	99,96%
	1.150	99,92%	99,95%	99,97%	99,99%	99,99%
	1.225	99,91%	99,98%	99,98%	99,94%	99,96%
	1.300	99,74%	99,95%	99,95%	99,96%	99,95%

Die getroffene farbliche Klassifizierung von grün (zu bevorzugen) bis rot (ungünstige Parameterkombination) berücksichtigt nicht nur die relative Materialdichte, sondern auch Größe, Art und Verteilung der Poren. So besitzt beispielsweise der rot klassifizierte Parameter mit einer Leistung von 250 W und einer Scangeschwindigkeit von 775 mm/s (vgl. Abbildung 4, links) eine zu hohe Volumenenergie, was die Bildung von Keyholes (sphärische Gaseinschlüsse) begünstigt und daher nicht zu bevorzugen ist.

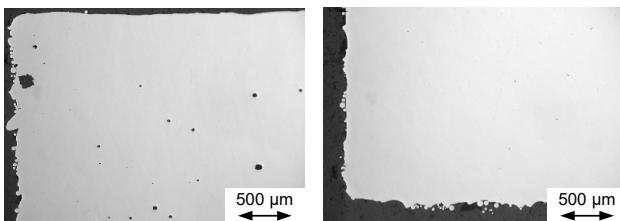


Abbildung 4: Lichtmikroskopaufnahmen von Ti-5553, Schichtdicke 30 µm, links: P = 250 W, v = 775 mm/s; rechts: P = 225 W, v = 1.150 mm/s

Die Kombination 225 W und 1.150 mm/s hingegen (vgl. Abbildung 4, rechts) besitzt nahezu keine optisch nachweisbaren Poren. Darüber hinaus ist dieser Parametersatz robust gegenüber Prozessschwankungen, da weder die Reduzierung noch die Steigerung vom Energieeintrag die Dichte signifikant beeinflussen.

Ein ähnliches robustes Verhalten zeigt sich auch bei Verwendung einer Schichtdicke von 60 µm (vgl. Tabelle 6). Das untersuchte Parameterfeld umfasst größtenteils Materialdichten von >99,9 %.

Tabelle 6: Relative Materialdichte Ti-5553, Schichtdicke 60 µm

		P [W]				
		310	320	330	340	350
v [mm/s]	1.050	99,83%	99,91%	99,96%	99,96%	99,90%
	1.150	99,97%	99,94%	99,98%	99,89%	99,98%
	1.250	99,91%	99,99%	99,99%	99,96%	99,99%
	1.350	99,99%	99,99%	99,99%	99,96%	99,98%
	1.450	99,99%	99,99%	99,99%	99,98%	99,96%

Selbst die höchst untersuchte Energiedichte der Parameterkombination P = 350 W und v = 1.050 mm/s (vgl. Abbildung 5, links) erzeugt nur vereinzelt kleine Poren, welche keiner Regelmäßigkeit folgen. Als bevorzugte Kombination lässt sich P = 320 W und v = 1.450 mm/s (vgl. Abbildung 5, rechts) ableiten. Neben einer gewissen Reserve bezüglich Prozessschwankungen ist hier insbesondere eine hohe Produktivität zu erwarten.

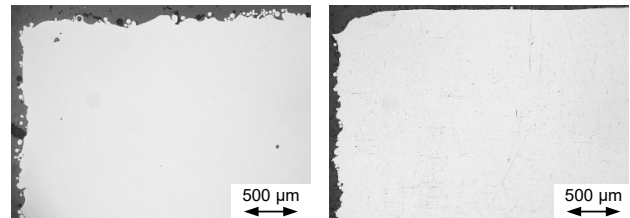


Abbildung 5: Lichtmikroskopaufnahmen von Ti-5553, Schichtdicke 60 µm, links: P = 350 W, v = 1.050 mm/s; rechts: P = 320 W, v = 1.450 mm/s

### 3.2. Konturparameter

Bei Betrachtung der Ergebnisse zu den Konturparametern ist festzustellen, dass eine Reduktion der eingebrachten Energie nicht mit der Verbesserung der Oberflächengüte korreliert. Es ist zu erkennen, dass bei konstanter Scangeschwindigkeit eine zu geringe Laserleistung ein unregelmäßiges Schmelzverhalten hervorruft (vgl. Abbildung 6, links). Die Strukturabweichungen können in diesem Fall den Durchmesser des größten Partikels aus der Pulverfraktion übersteigen.

Wird die eingebrachte Energie um einen geringen Betrag erhöht, so haften zunächst vermehrt Partikel aus dem Pulverbett am gefertigten Bauteil. Die Strukturabweichung entspricht dann der Korngrößenverteilung des Pulvers (vgl. Abbildung 6, Mitte).

Wird die Leistung weiter gesteigert, so gelangen die Partikel aus dem Pulverbett, welche direkten Kontakt mit dem Schmelzbad aufweisen, teilweise in dieses hinein. Durch dieses partielle Anschmelzen können die resultierenden Strukturabweichungen einen geringeren Wert als der Durchmesser des größten Partikels aus der Kornfraktion aufweisen (vgl. Abbildung 6, rechts).

Bei weiterer Leistungserhöhung verliert sich dieser Vorteil und es kommt wieder zum Anhaften von Pulverpartikeln.

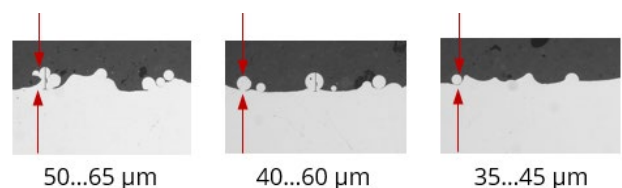


Abbildung 6: Konturbereich Ti-5553 mit steigender Leistung von links nach rechts (v = konst.) In der nachfolgenden Tabelle 7 sind die ermittelten Strukturabweichungen für die untersuchten Schichtdicken mit den definierten Parameterfeldern dargestellt.

Tabelle 7: Strukturabweichungen von Ti-553 in Abhängigkeit der Konturparameter [µm]

Schichtdicke 30 µm					
P [W]					
v [mm/s]		150	170	190	210
	775	55 ... 95	40 ... 50	45 ... 50	50 ... 60
	850	50 ... 65	45 ... 60	45 ... 60	35 ... 45
	925	85 ... 125	45 ... 65	30 ... 65	40 ... 55
Schichtdicke 60 µm					
P [W]					
v [mm/s]		220	230	240	250
	1.350	50...85	50...70	50...95	45...65
	1.450	60...85	45...65	40...55	65...80
	1.550	40...70	40...75	40...75	50...85

Aus den Ergebnissen geht hervor, dass für eine geringe Schichtdicke von 30 µm ein breites Feld an validen Konturparametern existiert, bei welchen die Strukturabweichungen den größten Partikeldurchmesser nicht überschreiten. Da für höhere Schichtdicken (in diesem Beispiel 60 µm) ein größeres Schmelzbad benötigt wird, ist in diesem auch mehr thermische Energie gespeichert. Als Folge treten vermehrt Partikel aus dem Pulverbett mit diesem in Interaktion, wodurch sich die Oberflächenrauheit erhöht. Eine robust erreichbare Zielgröße kann bei einer Kornfraktion bis 63 µm mit 50...70 µm abgeschätzt werden.

### 3.3. Oberflächenrauheit

Die Oberflächenrauheit der additiv gefertigten Proben wurde an deren Seitenflächen ermittelt. Diese können entweder zur Substratplatte geneigt sein (Downskin - d) oder sich im jeweiligen Bauabschnitt direkt auf dem Materialvolumen befinden (Upskin - u). Für einen senkrechten Aufbau ( $\alpha = 90^\circ$ ) befinden sich u und d jeweils auf dem Materialvolumen und sollten eine vergleichbare Rauheit aufweisen.

Werden die ermittelten Messwerte aus dem taktilen (vgl. Abbildung 7) und optischen Messverfahren betrachtet (vgl. Abbildung 8), so lässt sich ableiten, dass für Aufbauwinkel von  $90^\circ$  bis  $70^\circ$  beide Verfahren quantitativ vergleichbare Ergebnisse erzielen.

Da mit sinkendem Aufbauwinkel die Strukturabweichungen stetig zunehmen, sind höhere Messwerte bezüglich der Rauheit insbesondere für den Downskin zu erwarten. Beide Verfahren liefern qualitativ vergleichbare Tendenzen, jedoch sind die Linienkennwerte Ra nicht in der Lage lokale Strukturabweichungen hinreichend genau zu erfassen. Aus diesem Grund sollte auf Flächenkennwerte zurückgegriffen werden.

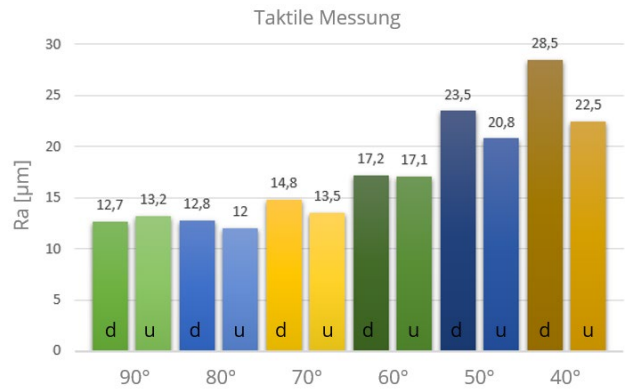


Abbildung 7: Taktile Ermittlung der Linienkennwerte Ra an Ti-5553, Schichtdicke 60 µm

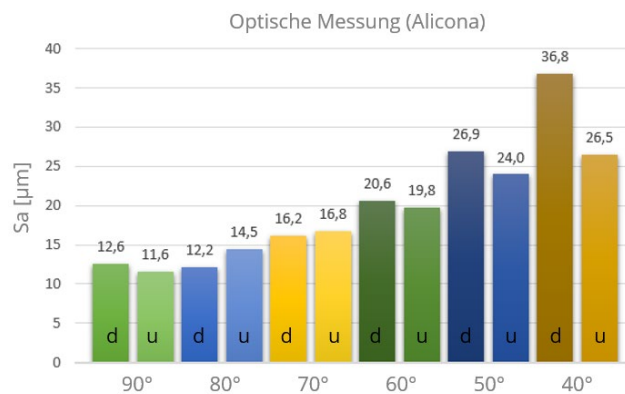


Abbildung 8: Optische Ermittlung der Flächenkennwerte Sa an Ti-5553, Schichtdicke 60 µm

### 3.4. Wärmebehandlung

Zur Entwicklung einer angepassten Wärmebehandlung für additiv verarbeitetes Ti-5553 wurden zunächst die  $\alpha$ - und  $\beta$ -Phasen in Abhängigkeit von der Temperatur und Dauer der Wärmebehandlung aus Tabelle 4 ermittelt (vgl. Tabelle 8). Für Kennwerte bei  $500^\circ\text{C}$  ist aufgrund der feinen Gefügeausprägung keine Messung mittels REM-BSE möglich.

Tabelle 8: Gefügeanteile von  $\alpha$ - und  $\beta$ -Ti in Abhängigkeit von -den Wärmebehandlungsparametern

WB-Zustand	$\alpha$ -Ti	$\beta$ -Ti
as-built (XRD, EBSD)	-	100%
$600^\circ\text{C}$ , 1h	67,5%	32,5%
$600^\circ\text{C}$ , 2h	59,5%	40,5%
$700^\circ\text{C}$ , 1h	55,3%	44,7%
$700^\circ\text{C}$ , 2h	61,0%	39,0%

Die Ergebnisse zeigen, dass eine gezielte Anpassung der Phasenanteile mit Hilfe der Wärmebehandlung möglich ist. Darüber hinaus lassen sich damit auch die Korngrößen beeinflussen, welche in direktem Bezug zu den mechanischen Kennwerten stehen (vgl. Abbildung 9).

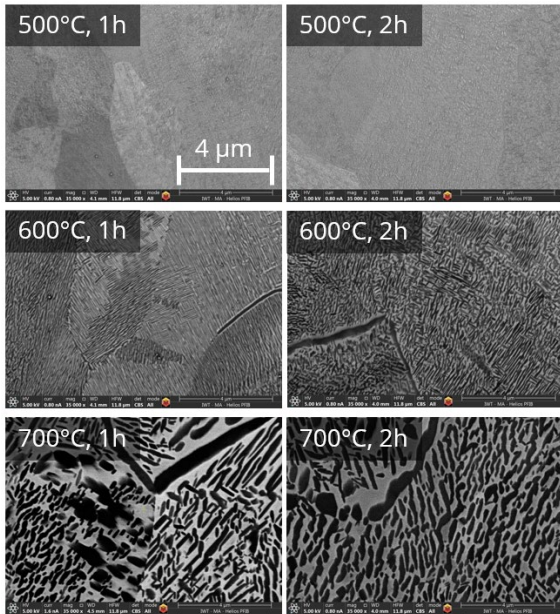


Abbildung 9: REM-BSE Aufnahmen von Ti-5553 in Abhängigkeit der Wärmebehandlung ( $\alpha$ -Phase dunkel,  $\beta$ -Phase hell)

Bei einer Wärmebehandlungstemperatur von 500°C sind mittels REM lediglich Korngrenzen sichtbar. Eine Visualisierung der Phasen wird erst ab 600°C möglich. Mit steigender Temperatur und -dauer oberhalb von 600°C ist bei Ti-5553 ein Kornwachstum festzustellen.

### 3.5. Mechanische Kennwerte

Aus den statischen Materialkennwerten für beide untersuchte Schichtdicken (vgl. Abbildung 10 und 11) lässt sich ableiten, dass mit steigender Wärmebehandlungstemperatur eine Zunahme der Bruchdehnung (gepunktete Linien) einhergeht.

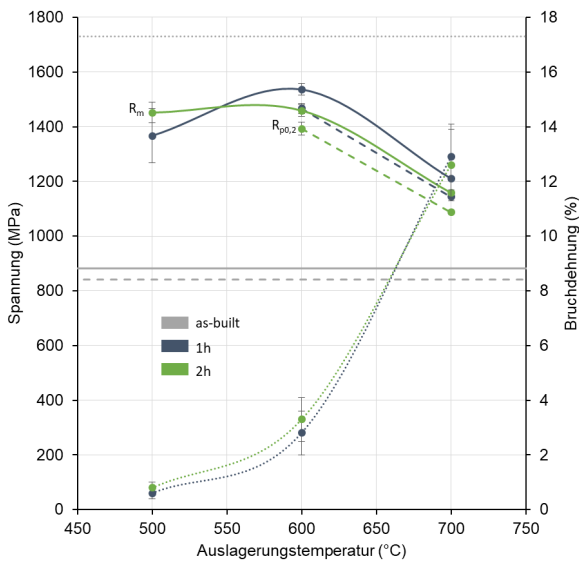


Abbildung 10: Statische Festigkeitskennwerte Ti-5553, Schichtdicke 30 µm

Gleichzeitig nehmen bei Auslagerungstemperaturen oberhalb 600°C die erreichbaren Festigkeitskennwerte

( $R_m$  – durchgezogene Linien,  $R_{p0.2}$  – unterbrochene Linien) ab.

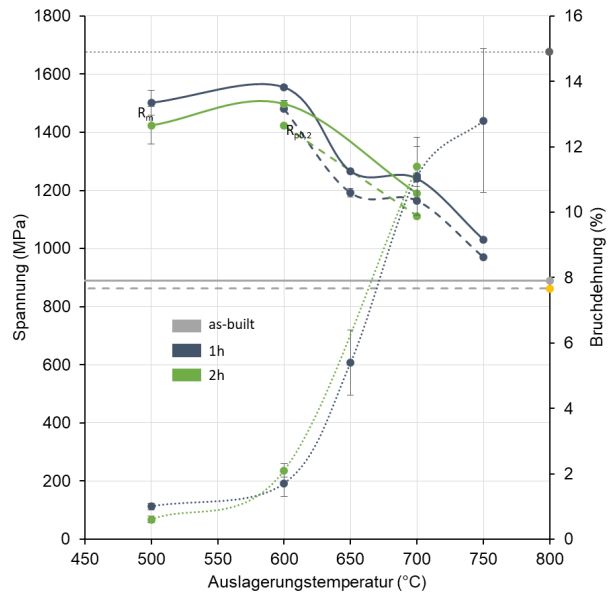


Abbildung 11: Statische Festigkeitskennwerte Ti-5553, Schichtdicke 60 µm

Werden die ermittelten Festigkeiten und Bruchdehnungen der beiden Versuchsreihen quantitativ gegenübergestellt, so lässt sich feststellen, dass die Proben mit 30 µm Schichtdicke eine geringfügig höhere Bruchdehnung aufweisen als welche, die mit 60 µm Schichtdicke gefertigt wurden. Die Ursache dafür findet sich darin, dass der additive Aufbau kleinerer Schichten zu einem feineren Gefüge mit einer höheren Anzahl von Korngrenzen führt. Das Versagen selbst erfolgt entlang dieser Korngrenzen.

Für die Ermittlung von Wöhlerlinien wurde anhand der Festigkeitskennwerte die Wärmebehandlungstemperatur und -dauer von 700°C und 2h gewählt. Da bei LPBF-Komponenten das Auftreten von Materialimperfectionen – wie z.B. Poren – nicht ausgeschlossen werden kann, wurden parallel zum Auslagern im Vakuum auch Proben mittels Heiß-Isostatischem Pressen (HIP) bei einem Druck von 200 MPa und gleichen Wärmebehandlungsparametern nachverdichtet. Die erzielten Kennwerte sind in Abbildung 12 dargestellt.

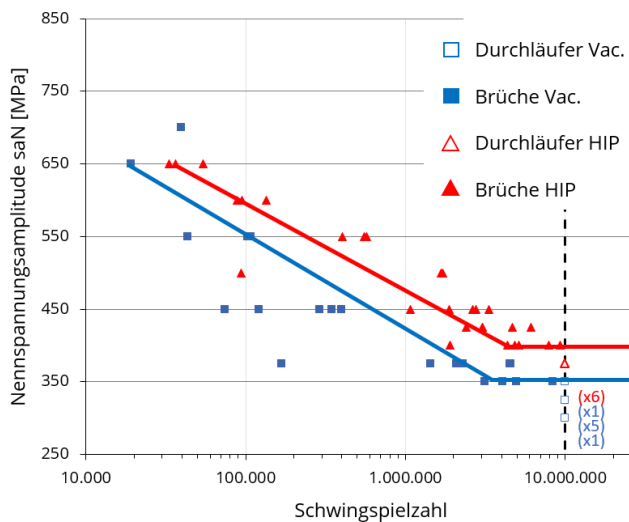


Abbildung 12: Dynamische Festigkeitskennwerte von Ti-5553 bei 700°C/2h, Vakuum und HIP

Vakuumgeglühte Schwingproben (blaue Kurve) weisen eine deutlich höhere Streuung als nachverdichtete (rote Kurve) Prüfkörper auf. Ebenso lässt sich durch HIP das Festigkeitsniveau um ca. 50 MPa erhöhen. Die erzielbare Dauerfestigkeit von Ti-5553 mit den untersuchten Wärmebehandlungsparametern und HIP übersteigt 350 MPa.

#### 4. Zusammenfassung

Das Materialsystem Ti-5553 lässt sich robust und prozesssicher mittels LPBF verarbeiten. Die Prozessfenster sind sowohl für kleine als auch große Schichtdicken sehr breit, woraus sich hochproduktive Verarbeitungsprozesse ableiten lassen. Bedingt durch die vorteilhaften thermophysikalischen Eigenschaften der Legierung ist

#### Literaturverzeichnis

- [1] Zopp, C.; Blümer, S.; Schubert, F.; Kroll, L. (2017): Processing of a metastable titanium alloy (Ti-5553) by selective laser melting, in: Ain Shams Engineering Journal, 2017, Vol. 8, Iss. 3, pp. 475-479.
- [2] Cotton, J.D., Briggs, R.D., Boyer, R.R. et al. (2015): State of the Art in Beta Titanium Alloys for Airframe Applications, in: JOM 67, 2015), pp. 1281-1303.
- [3] Ramachandiran, N.; Asgari, H.; Dibia, F.; Eybel, R. et al. (2023): Effects of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of Ti5553 parts made by laser powder bed fusion, in: Journal of Alloys and Compounds, 2023, Vol. 938, 168616.
- [4] Boyer, R.R.; Briggs, R.D. (2005): The use of  $\beta$  titanium alloys in the aerospace industry, in: Journal of Materials Engineering and Performance, 2005, Vol. 14, Iss. 6, pp. 681-685.
- [5] Singh, P.; Pungotra, H.; Kalsi, N.S. (2017): On the characteristics of titanium alloys for the aircraft applications, in: Materials Today: Proceedings, (2017, Vol. 4, Iss. 8, pp. 8971-8982.

auch eine hohe Oberflächengüte erzielbar. Die resultierenden Strukturabweichungen liegen bei günstiger Prozesssteuerung im Größenbereich der zugrundeliegenden Pulverpartikel.

Während und nach dem additiven Aufbauprozess liegt im Ti-5553 reines  $\beta$ -Gefüge vor. Dieses besitzt eine moderate Festigkeit und ist von einer hohen Bruchdehnung geprägt. Durch eine anschließende Wärmebehandlung, vorzugsweise mit HIP, lassen sich die mechanischen Eigenschaften auf den jeweiligen Anwendungsfall anpassen. Das Spektrum reicht dabei von höchstfest und spröde ( $R_m = 1.500 \text{ MPa}$ ,  $A = 1\%$ ) bis hin zu hochfest und duktil ( $R_m = 1.150 \text{ MPa}$ ,  $A = 11\%$ ).

Auch die dynamischen Festigkeiten liegen mit  $>350 \text{ MPa}$  bei  $10^7$  Lastwechseln in einem vielversprechenden Bereich für technische Anwendungen. Dies ist ausreichend um auch hochdynamisch belastete Bauteile, wie etwa aus Luftfahrt-Hydrauliksystemen, mittels LPBF umsetzen zu können.

#### Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

Die Autoren danken dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz für die Förderung des Projektes im Rahmen des Luftfahrtforschungsprogramms VI-1.



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

# Prozessvergleich zur Nutzung von kurzgepulster und kontinuierlicher Bestrahlung im Mikro-SLM

Laura Römer, Martin Erler, André Streek

Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

*Das Mikro-SLM ermöglicht die Herstellung von Präzisionsbauteilen mit sehr geringen Abmessungen. Eine wesentliche Rolle für den Prozess spielt die in das pulverförmige Ausgangsmaterial eingebrachte Energie. Durch die Nutzung verschiedener Bestrahlungsregime mit kontinuierlicher und gepulster Bestrahlung kann der Energieeintrag variiert werden. In vergleichenden Untersuchungen konnten mit beiden Betriebsarten hohe Bauteildichten sowie hohe Strukturauflösungen generiert werden. Für beide Bestrahlungsregime wurden limitierende Faktoren für den Aufbau von Volumenkörpern festgestellt, welche nutzbare Prozessparameter einschränken. Unter Verwendung von kontinuierlicher Bestrahlung konnten höhere Aufbauraten erreicht werden.*

## 1. Einleitung

Die additive Fertigung hat für die Herstellung komplexer dreidimensionaler Bauteile in den letzten Jahren enorm an Bedeutung gewonnen. Neben den Erfolgen der laserpulverbettbasierten Verfahren im Makro-Bereich, wie dem Selektiven Laserstrahlschmelzen (SLM), wächst auch das Interesse an Bauteilen im Mikro-Maßstab. Das Mikro-SLM ermöglicht die Herstellung solcher Bauteile mit hoher Auflösung und geringer Oberflächenrauheit. Zahlreiche Untersuchungen zum Verfahren haben das Ziel, den Einfluss von Prozessparametern zu verstehen, den Prozess besser zu beherrschen und somit definierte Bauteileigenschaften erzeugen zu können. Um die Attraktivität des Verfahrens zu erhöhen, spielt häufig auch die Reduktion der Prozesszeiten eine Rolle.

Unter anderem stellt die Wahl des Bestrahlungsregimes einen wesentlichen Einflussfaktor dar. Im Mikro-SLM kommen vorwiegend kontinuierliche Laser zum Aufschmelzen des pulverförmigen Werkstoffes zum Einsatz. Das bereits 2003 entwickelte Lasermikrosintern nutzt dagegen kurzgepulste Faserlaser mit Pulsdauern im Bereich einiger 100 ns [1]. Die gepulste Bestrahlung besitzt den Vorteil, einen definierten und flexibleren Energieeintrag in das Material zu ermöglichen.

Vergleichende Untersuchungen zum Einsatz von gepulster und kontinuierlicher Bestrahlung beschränken sich bisher mit wenigen Ausnahmen auf das herkömmliche SLM. In der vorliegenden Arbeit wurden Untersuchungen zum Verhalten von kurzgepulster und kontinuierlicher Bestrahlung im Mikro-SLM durchgeführt. Insbesondere der Einfluss der Regime auf die Bauteileigenschaften Dichte und Strukturauflösung wurde betrachtet.

## 2. Verfahrensgrundlagen

### 2.1. Das Mikro-SLM

Das Mikro-SLM, als laserpulverbettbasiertes Fertigungsverfahren, wurde durch Parameteranpassung aus dem herkömmlichen SLM entwickelt. Entsprechend erfolgt der schichtweise Aufbau von Bauteilen aus Pulvermaterial analog zum SLM (Abbildung 1). Das Verfahren

zeichnet sich durch Fokusdurchmesser  $< 40 \mu\text{m}$ , Schichtdicken  $< 10 \mu\text{m}$  und Pulverkorngrößen  $< 10 \mu\text{m}$  aus [2]. Die Verwendung des feinkörnigen Pulvermaterials stellt eine Herausforderung beim Pulveraufzug auf die Bauplattform dar. Durch das große Verhältnis von Oberfläche und Volumen der Pulverpartikel und der daraus resultierenden hohen Oberflächenenergie neigt das Pulver zu Agglomerationen und besitzt lediglich eine geringe Fließfähigkeit [3]. Um dennoch homogene Pulverschichten auf dem Substrat zu erzeugen, sind spezielle Beschichter zur Verdichtung des Pulvers notwendig.

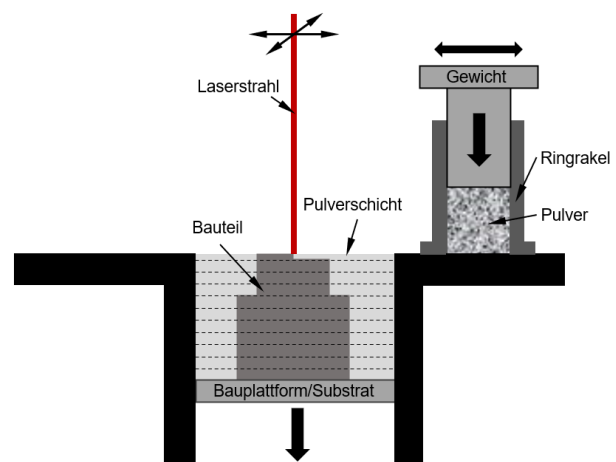


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Mikro-SLM.

### 2.2. Einfluss des Bestrahlungsregimes

Die Wahl des Bestrahlungsregimes besitzt einen wesentlichen Einfluss auf den Energieeintrag während des Bestrahlungsprozesses. Um ein geeignetes, möglichst stabiles Schmelzbad zu erzeugen, muss der Energieeintrag entsprechend groß sein. Gleichzeitig sollte ein exzessiver Energieeintrag vermieden werden, da dieser zu einem instabilen Schmelzbad und zum Verdampfen von Pulvermaterial führt. Bei kontinuierlicher Bestrahlung wird die eingebrachte Energie maßgeblich von der mittleren Laserleistung und der Wechselwirkungszeit zwischen Laserstrahl und Material, abhängig von der Scan­geschwindigkeit, bestimmt. Bei Verwendung von gepulster Bestrahlung kann durch die zusätzlichen

Prozessgrößen Pulsdauer  $\tau_H$  und Pulswiederhol-  
frequenz  $f_R$  eine größere Variation des zeitlichen Energie-  
eintrags erfolgen. Die Wechselwirkungszeit ist aufgrund  
der Pausen zwischen aufeinanderfolgenden Pulsen wes-  
entlich geringer als bei cw-Bestrahlung. Gleichzeitig wirken  
bei gleicher mittlerer Laserleistung aufgrund hoher  
Pulsspitzenleistungen höhere Intensitäten auf das Mate-  
rial. Inwiefern diese Eigenschaften zu unterschiedlichen  
Bearbeitungsergebnissen führen, sollen die folgenden  
Untersuchungen zeigen.

### 3. Experimenteller Aufbau

#### 3.1. Anlagentechnik und Pulvermaterial

Für die Untersuchungen stand eine Forschungsanlage  
mit einem 100 W Faserlaser der Fa. Trumpf (TruPulse  
2010 nano) mit einer Wellenlänge von 1064 nm zur Ver-  
fügung. Der Laser bietet die Möglichkeit neben der kon-  
tinuierlichen Bestrahlung auch Pulse mit Pulsdauern im  
Bereich von 4 ns bis 2000 ns zu erzeugen. Pulswieder-  
holfrequenzen reichen, in Abhängigkeit der gewählten  
Pulsform, von 1 kHz bis 4 MHz. Die Strahlablenkung er-  
folgte über einen Galvanometerscanner der Fa. Scanlab  
(excelliSCAN 14). Mithilfe einer F-Theta-Optik der Fa. Sill  
wurde ein Fokusbereich von 32  $\mu\text{m}$  erzeugt.

Der Pulveraufzug erfolgte mithilfe einer Ringrakel, wel-  
che zugleich als Pulverreservoir diente. Um die Rakelbar-  
keit des feinkörnigen Pulvermaterials zu ermöglichen,  
wurde das Pulver mit einem zusätzlichen Gewicht auf  
dem Pulverreservoir verdichtet. Als Bauplattform wur-  
den zylindrische Edelstahlsubstrate mit einem Durch-  
messer von 35 mm genutzt.

Als Material wurde Edelstahlpulver (1.4404) der Fa.  
Sandvik mit einer Korngrößenverteilung von  $d_{90} < 10 \mu\text{m}$   
verwendet. Die Pulverpartikel weisen eine sphärische  
Form auf, wie in Abbildung 2 ersichtlich ist.

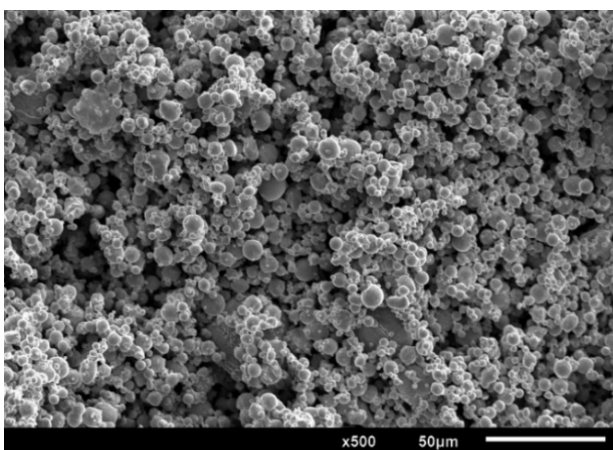


Abbildung 2: REM-Aufnahme des Edelstahlpulvers.

#### 3.2. Beurteilung des Regimeeinflusses anhand ver- schiedener Strukturen

Ziel der Untersuchungen war es, den Einfluss von kurz-  
gepulster und kontinuierlicher Bestrahlung im Mikro-

SLM-Prozess zu beurteilen. Hierbei wurde sich auf fol-  
gende Schwerpunkte fokussiert:

- Einfluss auf die Schmelzspurbildung
- Verhalten beim Aufbau von Volumenkörpern (Bauteildichte)
- Verhalten beim Aufbau von Einzelwänden (Struk-  
turauflösung)

Neben der cw-Bestrahlung wurden zwei kurzgepulste  
Bestrahlungsregime verwendet. Angaben zu Pulsdauer  
und Frequenz sind Tabelle 1 zu entnehmen. Die Wahl  
der Pulsregime resultiert aus Ergebnissen vorangegan-  
gener Untersuchungen zum Lasermikrosintern. Ur-  
sprünglich erfolgte der Strukturaufbau durch stochas-  
tisch verteilte Einzelpulse mit Pulsdauern von ca. 200 ns.  
Durch Verwendung spezieller Pulsmuster konnten wes-  
entlich höhere Bauteildichten erzielt werden [4]. Die  
Anwendung eines Bestrahlungsregimes mit stark über-  
lappenden Pulsen, erreicht durch höhere Pulswiederhol-  
frequenzen, ermöglichte schließlich die Herstellung na-  
hezu porenfreier Bauteile [5]. Auch die Verwendung län-  
gerer Pulsdauern zeigte eine positive Wirkung auf die er-  
reichbare Bauteildichte.

Durch die Wahl einer höheren Frequenz (Regime 2) kann  
zudem die gepulste Bestrahlung, hinsichtlich der Wech-  
selwirkungszeit, an die kontinuierliche Bestrahlung an-  
genähert werden.

Tabelle 1: Angaben zu den genutzten Bestrahlungsregimen.

Regime-Nr.	Pulsdauer (ns)	Frequenz (MHz)
1	457	0,5
2	132	2
3	cw	

Um den Einfluss der Bestrahlungsregime auf die  
Schmelzspurbildung beurteilen zu können, erfolgte zu-  
nächst der Aufbau von dünnen Strukturen durch Be-  
strahlung von Einzelspuren über eine geringe Schichtan-  
zahl. Die Scanvektoren mit 3 mm Länge wurden mit aus-  
reichend Abstand zueinander platziert, sodass zunächst  
ein Einfluss durch benachbarte Spuren ausgeschlossen  
werden konnte. Der Aufbau erfolgte unter Variation von  
mittlerer Laserleistung  $P_{av}$  (20 - 70 W) und Scangeschwin-  
digkeit  $v_s$  (1 - 4 m/s). Die untersuchten Streckenenergien  
( $E_s = P_{av} / v_s$ ) lagen damit im Bereich von 0,05 - 0,6 J/cm.  
Die Schichtdicke  $l_z$  betrug 4  $\mu\text{m}$ .

Ausgehend von den Ergebnissen dieser Untersuchun-  
gen wurden anschließend Volumenkörper für eine spä-  
tere Dichtemessung sowie Einzelwände zur Evaluierung  
der Strukturauflösung bei gleichbleibender Schichtdicke  
von 4  $\mu\text{m}$  erzeugt. Abschließend wurde außerdem das  
Verhalten bei erhöhter Schichtdicke von 8  $\mu\text{m}$  in Hinblick  
auf mögliche Aufbauraten betrachtet. Sämtliche Pro-  
zesse fanden unter Argon-Schutzgasatmosphäre statt.  
Der Restsauerstoffgehalt in der Prozesskammer betrug  
0,1 - 0,2 %.

## 4. Ergebnisse

### 4.1. Einfluss auf die Schmelzspurbildung

Die erzeugten dünnen Strukturen lassen, in Abhängigkeit der Streckenenergie, ein unterschiedliches Verhalten bei gepulster und kontinuierlicher Bestrahlung erkennen. Bei kontinuierlicher Bestrahlung entstanden nach Erreichen einer ausreichend großen Streckenenergie kontinuierliche Schmelzspuren. Mit zunehmender Streckenenergie wiesen die Spuren ein gleichmäßiges, glattes Äußeres auf (Abbildung 3, a). Im Bereich von  $E_s = 0,1 - 0,4 \text{ J/cm}$  konnten regelmäßige, fehlerfreie Strukturen aufgebaut werden. Unter Verwendung von gepulster Bestrahlung konnten gleichermaßen glatte Schmelzspuren nicht beobachtet werden. Die erzeugten Schmelzspuren wiesen über den untersuchten Parameterbereich hinweg stets eine ungleichmäßige, wellige Form auf (Abbildung 3, b). Beim Strukturaufbau über mehrere Schichten entstanden dennoch ebenso kontinuierliche und fehlerfreie Strukturen wie mit cw-Bestrahlung.

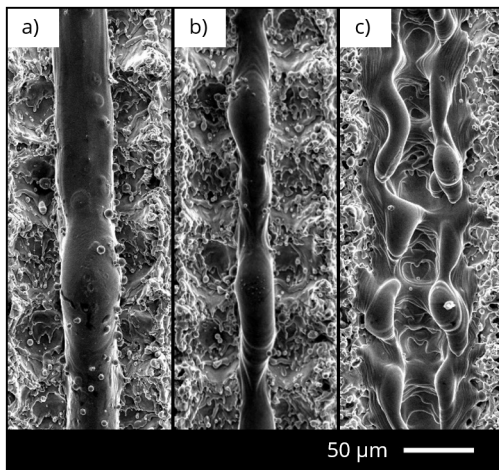


Abbildung 3: Vergleich von Einzelspuren. a) gleichmäßige, glatte Schmelzspur bei cw-Bestrahlung ( $E_s = 0,285 \text{ J/cm}$ ); b) kontinuierliche, wellige Schmelzspur (Regime 2,  $E_s = 0,133 \text{ J/cm}$ ); c) grabenähnliche Schmelzspuren bei hoher Streckenenergie (Regime 1,  $E_s = 0,225 \text{ J/cm}$ ).

Starke Unterschiede zwischen den Regimen zeigten sich bei hohen Streckenenergien. Das Bestrahlungsregime 1 ( $f_p = 0,5 \text{ MHz}$ ) bewirkte ab Streckenenergien  $> 0,16 \text{ J/cm}$  die Entstehung von grabenähnlichen Schmelzspuren, welche einen Strukturaufbau verhinderten (Abbildung 3, c). Die hohen Pulsspitzenleistungen und Pulsenergien führen zu einem starken Anstieg der Schmelzbadtemperatur, wodurch ein Teil des Materials verdampft und das Schmelzbad zunehmend instabil wird. Im Falle des Regimes 2 ( $f_p = 2 \text{ MHz}$ ) konnten aufgrund der geringeren Pulsenergien höhere Streckenenergien zum Strukturaufbau genutzt werden, ohne ein signifikantes Verdampfen zu provozieren.

Insgesamt konnte eine Annäherung der gepulsten Bestrahlung an den cw-Prozess durch Erhöhen der Pulsfrequenz nachgewiesen werden. Mit den Bestrahlungsregimen 2 und 3 konnten in einem ähnlichen

Parameterbereich fehlerfreie Strukturen aufgebaut werden. Die gepulste Bestrahlung besitzt hierbei den Vorteil, dass ein Strukturaufbau auch bei geringer mittlerer Laserleistung (20 W, 30 W) möglich ist. Dies ist auf die höheren Pulsspitzenleistungen und die damit höheren Intensitäten im Vergleich zur kontinuierlichen Bestrahlung zurückzuführen. Gleichzeitig verhindern diese hohen Intensitäten bei gepulster Bestrahlung die Verwendung von hohen mittleren Laserleistungen, da diese zum exzessiven Verdampfen des Pulvermaterials führen.

### 4.2. Limitierende Faktoren

Bei Herstellung der Volumenkörper zur Bestimmung der erreichbaren Dichte traten für gepulste und cw-Bestrahlung verschiedene Problematiken auf, wodurch nutzbare Prozessparameter eingeschränkt wurden. Bei kontinuierlicher Bestrahlung kam es im Prozess vermehrt zur Entstehung glatter Bauteiloberflächen. Die geringe Deckflächenrauheit reichte nicht aus, um beim anschließenden Pulveraufzug ein gleichmäßiges Abscheren des Pulvers über dem Bauteil zu ermöglichen. Eine inhomogene Pulverschicht war die Folge (Abbildung 4, links). Dieser fehlerhafte Pulveraufzug führte im Prozess zur Entstehung einer zunehmend unebenen Bauteiloberfläche bis hin zum Prozessabbruch. Bereits in den vorangegangenen Untersuchungen an dünnen Strukturen wurden sehr gleichmäßige und glatte Schmelzspuren bei kontinuierlicher Bestrahlung beobachtet. In Kombination mit sehr geringen Linienabständen ( $h_s = 18 \mu\text{m}$ ) bewirken diese die beschriebenen glatten Bauteiloberflächen. Durch die Messung des Mittenrauwertes verschiedener glatter Bauteildeckflächen in Kombination mit der Beobachtung des Aufzugsverhaltens im Prozess konnte für einen fehlerarmen Pulveraufzug ein minimal notwendiger Mittenrauwert von  $S_a \geq 2 \mu\text{m}$  bestimmt werden. Durch Verwendung größerer Linienabstände und höherer Scangeschwindigkeiten ( $\geq 3 \text{ m/s}$ ) konnte auch mit kontinuierlicher Bestrahlung die erforderliche Deckflächenrauheit erzeugt und somit ein fehlerfreier Aufbau gewährleistet werden. Bei gepulster Bestrahlung wurden die geforderten Rauheitswerte auch bei geringeren Linienabständen und Scangeschwindigkeiten erreicht, was mit den Erkenntnissen der Schmelzspuruntersuchungen übereinstimmt.

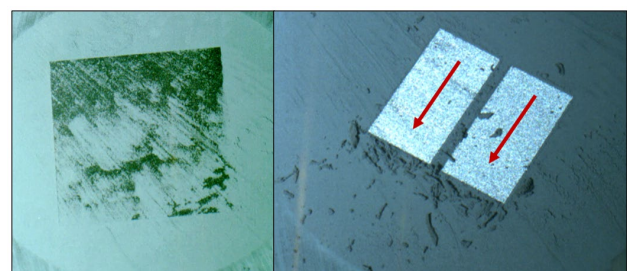


Abbildung 4: Entstehung glatter Bauteiloberflächen und folgender inhomogener Pulveraufzug bei cw-Bestrahlung (links) und starker Pulveraufschub bei gepulster Bestrahlung mit hohen Intensitäten (rechts). Die roten Pfeile markieren die Bestrahlungsrichtung.



Die gepulste Bestrahlung zeigte jedoch beim Aufbau der Volumenkörper eine Problematik, deren Ursache bereits in den Untersuchungen unter Punkt 4.1. zu erkennen ist. Bei höheren Laserleistungen ( $\geq 50$  W) führen die hohen Intensitäten zum starken Verdampfen des Pulvermaterials. Der dabei entstehende Druck bewirkt, dass umliegendes loses Pulvermaterial verdrängt wird. Bei der Scanbewegung des Laserstrahls über die Bauteiloberfläche kommt es somit zum Aufschub des Pulvers vor dem Laserstrahl (Abbildung 4, rechts). Zum Teil bleibt das aufgeworfene Pulver auf der zu bestrahlenden Fläche oder auf benachbarten Bauteilen liegen. Wird diese Anhäufung von Pulver anschließend bestrahlt führt die erhöhte Schichtdicke häufig zu Anbindungs- und Baufehlern. Der auftretende Pulveraufschub grenzt damit die nutzbaren Laserleistungen bei gepulster Bestrahlung ein. Bei kontinuierlicher Bestrahlung wurde kein Pulveraufschub beobachtet.

#### 4.3. Dichte

Die Bestimmung der relativen Bauteildichte erfolgte anhand von Querschliffen der erzeugten Volumenkörper bildanalytisch. Mit allen drei Bestrahlungsregimen wurden Bauteildichten  $> 99\%$  erreicht. Als maximale Dichte wurden  $99,91\%$  bei kontinuierlicher Bestrahlung gemessen. Aber auch mit gepulster Bestrahlung wurden Werte bis  $99,83\%$  erreicht. Zusätzliche archimedische Dichtemessungen ergaben ebenso ähnliche Werte für die Regime 2 und 3. Für Regime 1 wurden etwas geringere relative Dichten ermittelt. Die Annäherung an die cw-Bestrahlung durch höhere Frequenzen zeigte eine positive Auswirkung auf die Bauteildichte.

Einen wesentlichen Unterschied stellen die jeweiligen Prozessparameter dar. Bei kontinuierlicher Bestrahlung zeigten hohe Laserleistungen bei hoher Scangeschwindigkeit eine positive Auswirkung auf die Bauteildichte. Die gepulste Bestrahlung ermöglichte dagegen die Verwendung sehr geringer Linienabstände, womit hohe Bauteildichten trotz begrenzt nutzbarer Leistungen möglich sind. Ein Vergleich der optimalen Prozessparameter zur Realisierung dichter Bauteile ist in Tabelle 2 gegeben. Querschliffe der zugehörigen Volumenkörper stellt Abbildung 5 dar. Aufgrund der höheren nutzbaren Leistung bei cw-Bestrahlung konnten durch höhere Scangeschwindigkeiten deutlich größere theoretische Volumenbauraten  $V_{th}$  ( $V_{th} = v_s \cdot h_s \cdot l_z$ ) als gepulst erreicht werden.

Tabelle 2: Prozessparameter für die Bauteile dargestellt in Abbildung 5.

Regime	1 ( $f_p = 0,5$ MHz)	2 ( $f_p = 2$ MHz)	3 (cw)
$P_{av}$ (W)	40	65	65
$v_s$ (m/s)	3	4	4
$h_s$ ( $\mu$ m)	18	23	23
$V_{th}$ ( $cm^3/h$ )	0,78	1,32	1,32
<b>Max. Dichte (%)</b>	99,58	99,83	99,91

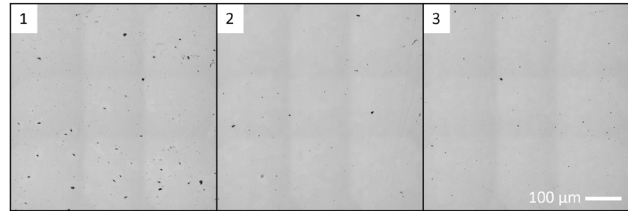


Abbildung 5: Querschliffe (50-fache Vergrößerung) der Volumenkörper mit jeweils maximaler Dichte für die drei Bestrahlungsregime.

#### 4.4. Strukturauflösung

In Untersuchungen zum Vergleich von gepulster und kontinuierlicher Bestrahlung im SLM wurde ein deutlicher Einfluss der Dauer der Bestrahlungszeit auf die Strukturauflösung festgestellt. Die Verwendung gepulster Bestrahlung erwies sich aufgrund kürzerer Wechselwirkungszeiten vorteilhaft für die Ausbildung dünner Strukturen [6,7].

Um diesen Sachverhalt im Mikro-SLM zu überprüfen, wurden Einzelwände mit den drei zuvor genutzten Bestrahlungsregimen erzeugt. Die Messung der Wandstärken erfolgte anhand von Schlibfbildern der Einzelwände (Abbildung 6). Die erreichten Wandstärken liegen im Bereich von  $25,5 - 30,5 \mu$ m. Die Differenzen sind, insbesondere für die Wände hergestellt mit den Regimen 2 und 3, sehr gering. Ein stark unterschiedliches Verhalten hinsichtlich der Strukturauflösung, wie im SLM beobachtet, konnte demnach im Mikro-SLM nicht bestätigt werden.

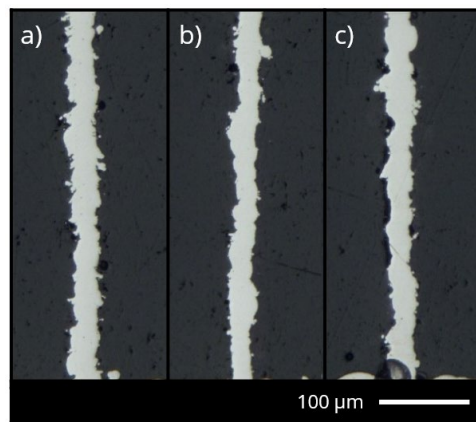


Abbildung 6: Beispiele für die Querschliffe der Einzelwände zur Bestimmung der Strukturauflösung. a) Regime 1, b) Regime 2, c) Regime 3. ( $P_{av} = 40$  W,  $v_s = 3$  m/s,  $l_z = 4 \mu$ m).

#### 4.5. Verhalten bei erhöhter Schichtdicke

Neben den bereits betrachteten Prozessparametern Leistung, Scangeschwindigkeit und Linienabstand besitzt die Schichtdicke einen wesentlichen Einfluss auf die Bauteileigenschaften. Ist die Schichtdicke in Abhängigkeit der eingebrachten Energie zu groß, so erfolgt lediglich ein unzureichendes Aufschmelzen der Pulverschicht, womit Anbindungsfehler und ungeschmolzene Pulverpartikel im Bauteil einhergehen können [8]. Ist der Energieeintrag ausreichend groß, so kann mit erhöhter Schichtdicke eine deutlich größere Volumenbaurate erreicht werden. Um die Nutzbarkeit größerer Schichtdicken bei kontinuierlicher und gepulster Bestrahlung zu

untersuchen, wurden unter Variation der Laserleistung Volumenkörper mit einer Schichtdicke von 4  $\mu\text{m}$  und 8  $\mu\text{m}$  erzeugt. Verwendet wurden Bestrahlungsregime 2 und 3. Scangeschwindigkeit und Linienabstand waren konstant ( $v_s = 4 \text{ m/s}$ ,  $h_s = 23 \mu\text{m}$ ). Anschließend erfolgte eine bildanalytische Dichtemessung anhand von Querschliffen analog zu Punkt 4.3. Abbildung 7 zeigt die erreichten Dichtewerte in Abhängigkeit der Leistung grafisch.

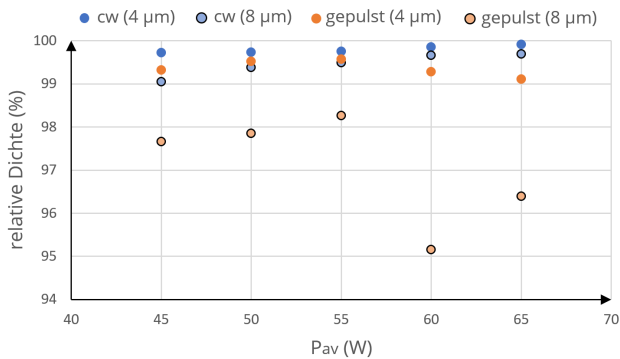


Abbildung 7: Vergleich der relativen Bauteildichten in Abhängigkeit der mittleren Laserleistung bei 4  $\mu\text{m}$  und 8  $\mu\text{m}$  Schichtdicke (Regime 2 und 3).

Für beide Schichtdicken wurde die gleiche Leistung zum Erreichen hoher Bauteildichten benötigt. Aufgrund der geringeren Pulvermenge bei geringerer Schichtdicke wurden bei 4  $\mu\text{m}$  geringere notwendige Leistungen erwartet. Es ist denkbar, dass bei 4  $\mu\text{m}$  Schichtdicke ein erhöhter Energieverlust durch vermehrtes Verdampfen des Materials besteht. Für die Aufklärung des Sachverhalts sind weiterführende Untersuchungen notwendig.

Bei höherer Schichtdicke ist unter Verwendung gepulster Bestrahlung eine deutliche Dichteabnahme zu erkennen. Es wird vermutet, dass aufgrund der kürzeren Wechselwirkungszeit und entsprechend kürzerer thermischer Diffusionslänge ein geringerer Wärmetransport in die Tiefe stattfindet, wodurch die größere Pulverschicht nicht ausreichend durchgeschmolzen werden kann und damit Poren im Bauteil verbleiben.

## Literaturverzeichnis

- [1] Exner, H., Regenfuss, P., Hartwig, L., Kloetzer, S., & Ebert, R. (2003). Selective laser micro sintering with a novel process. In *Fourth International Symposium on Laser Precision Microfabrication* (Vol. 5063, pp. 145-151). SPIE.
- [2] Fischer, J., Kniepkamp, M., & Abele, E. (2014). Micro laser melting: Analyses of current potentials and restrictions for the additive manufacturing of micro structures. In *2014 International Solid Freeform Fabrication Symposium*.
- [3] Nagarajan, B., Hu, Z., Song, X., Zhai, W., & Wei, J. (2019). Development of micro selective laser melting: The state of the art and future perspectives. *Engineering*, 5(4), 702-720.
- [4] Ullmann, F., Erler, M., Ebert, R., & Exner, H. (2019). Untersuchungen zur Pulsanordnung beim Lasermikrosintern. In *Scientific Reports*, 11. Mittweidaer Lasertagung
- [5] Erler, M., Gronau, S., Drechsel, J., Ebert, R., & Exner, H. Prozessoptimierung für die generative Fertigung von Mikro-Wärmeübertragern. In *Scientific Reports*, 10. Mittweidaer Lasertagung
- [6] Demir, A. G., Colombo, P., & Previtali, B. (2017). From pulsed to continuous wave emission in SLM with contemporary fiber laser sources: effect of temporal and spatial pulse overlap in part quality. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 91, 2701-2714.
- [7] Caprio, L., Demir, A. G., & Previtali, B. (2018). Comparative study between CW and PW emissions in selective laser melting. *Journal of Laser Applications*, 30(3).
- [8] Greco, S., Gutzeit, K., Hotz, H., Kirsch, B., & Aurich, J. C. (2020). Selective laser melting (SLM) of AISI 316L—impact of laser power, layer thickness, and hatch spacing on roughness, density, and microhardness at constant input energy density. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 108, 1551-1562.

Die kontinuierliche Bestrahlung ermöglichte dagegen auch bei größerer Schichtdicke von 8  $\mu\text{m}$  Bauteile mit relativen Dichten  $> 99\%$ . Die Nutzbarkeit höherer Laserleistungen und die längere Wechselwirkungszeit wirkte sich positiv auf die Durchschmelzung der größeren Pulverschicht aus. Die cw-Bestrahlung bietet somit die Möglichkeit, die theoretischen Aufbauraten und damit die Prozesseffizienz bei gleichbleibend hoher Bauteildichte zu erhöhen.

## 5. Zusammenfassung und Ausblick

Die durchgeführten Untersuchungen zum Vergleich von kurzgepulster und kontinuierlicher Bestrahlung im Mikro-SLM haben gezeigt, dass beide Bestrahlungsregime zur Generierung hoher Bauteildichten und hoher Strukturauflösungen geeignet sind. Beim Aufbau von Volumenkörpern wiesen beide Regime limitierende Faktoren auf. Glatte Deckflächen bei kontinuierlicher Bestrahlung konnten durch Anpassung von Prozessparametern vermieden werden. Für die Problematik des Pulveraufschubs bei gepulster Bestrahlung konnte bisher keine Lösung gefunden werden. Die cw-Bestrahlung ermöglichte durch die Verwendung höherer Scangeschwindigkeiten und größerer Schichtdicken eine höhere Volumenbauraten bei gleichbleibend hoher Bauteildichte.

Für nachfolgende Untersuchungen ist unter anderem das Verhalten bei noch geringerer Schichtdicke in Hinblick auf die Oberflächenrauheit (Verringerung des Treppenstufeneffekts) von Interesse. In begonnenen Untersuchungen mit einer Schichtdicke von 2  $\mu\text{m}$  erwies sich die kontinuierliche Bestrahlung aufgrund glatter Deckflächen bereits als problematisch.

Die Untersuchungen beschränken sich bisher auf Edelstahl als Pulvermaterial. Für andere Materialien sind abweichende Ergebnisse denkbar. Insbesondere bei Verwendung hochschmelzender Metalle oder Keramiken könnten sich die höheren Intensitäten der gepulsten Bestrahlung als vorteilhaft erweisen.

# High precision drilling with aspect ratios of 1:40: From laser source to application

Florian Lendner<sup>\*1</sup>, Roswitha Giedl-Wagner<sup>1</sup>, Steffen Rübling<sup>2</sup>, Marc Sailer<sup>2</sup>,  
Axel Fehrenbacher<sup>2</sup>

<sup>1</sup>)GFH GmbH, Deggendorf, Germany

<sup>2</sup>)TRUMPF Laser GmbH, Schramberg, Germany

## Abstract

In laser drilling, one challenge is to achieve a high drilling quality in high aspect ratio drilling. Ultra-short pulsed lasers use different concepts like thin disks, fibers and rods. The slab technology is implemented because of their flexibility and characteristics. They bring together both advantages and deliver high pulse energies at high repetition rates. Materials with a thickness > 1.5 mm demand specialized optics handling the high power and pulse energies with adapted processing strategies, integrated in a machine setup. In this contribution, we focus on all the necessary components and strategies for drilling high precision holes with aspect ratios up to 1:40.

Keywords: Ultrafast, micro drilling, industrial lasers, temporal energy deposition, burst optimization

## 1. Motivation

During the last decade, ultrafast micromachining found its way into industrial use in many applications and industries like aerospace, automotive, photovoltaics, medical or electronics. The fact, that these lasers work with extremely small focal spots, without any mechanical force effects and no relevant thermal impact on the working piece, makes them also well qualified for high precision micro drilling applications.

Due to their ultrashort interaction time, ultrafast lasers apply their energy in a time regime of several picoseconds down to several hundred femtoseconds and convert the material into plasma almost instantaneously. The result are two beneficial effects: On the one hand ultrafast lasers can machine any kind of material and on the other hand the heat impact on the residual part is marginal what results in outstanding surface quality.

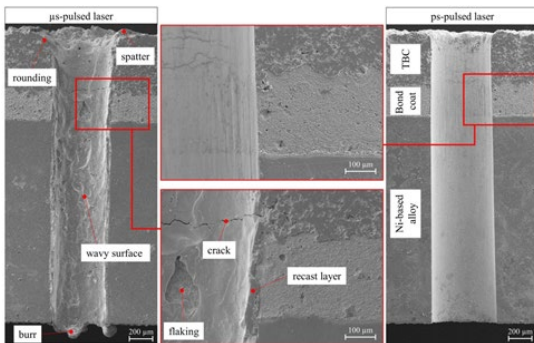


Fig. 1. Ultrashort laser pulses (right) produce much better surfaces than short laser pulses (left). [1]

Depending on the requirements of the hole there exist different techniques to create holes with lasers (see figure 2). The fastest and simplest way is shooting holes with single or several pulses of a focused beam. For this method, the hole diameter is pre-given by the optics

setup and due to physical properties of the laser beam and material interaction it results in positive tapered holes. The trepanning technique starts with a percussion drilled hole following by a cutting process tracing the contour of the hole. This adds the degree of freedom for adjusting the hole diameter larger than the focal spot, but still does not allow to influence the taper of the hole.

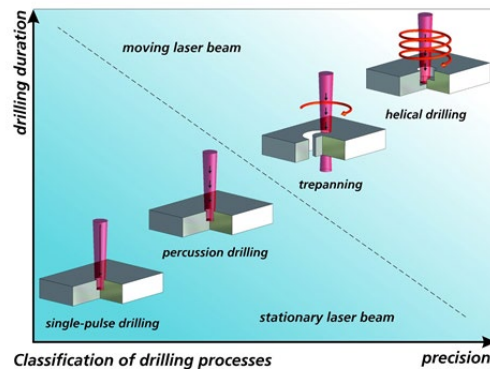


Fig. 2. Overview of different laser drilling strategies [2]

The helical drilling is performed by a special optical system to rotate and incline the laser beam during the drilling sequence. Next to the possibility to change the diameter and taper of the hole this guarantees the best distribution of the pulses and allows therefore the best drilling quality. During the last years this method has been established to create high precision bore holes by laser for different industrial applications like injection parts, spinnerets or medical devices.

Today the high precision drilling reaches its limits with increasing wall thickness of the part and is typically used up to a bore length <1,5mm. The cause lies on the one hand in the maximum available energy of the industrial ultrafast lasers (pulse energy x repetition rate) and on the other hand the availability of optical systems, that can deal with higher pulse energies.

This paper demonstrates, that the combination of Trumpf's new laser concept TruMicro series 6000 and GFH's helical drilling tool GL.trepan allow to overcome the known limits and create high precision micro holes in the several mm range and with aspect ratio up to 1:40.

## 2. Laser Source

### 2.1. Ultra-short pulse portfolio of TRUMPF

A wide variety of market and application requirements for ultra-short pulse lasers were supplied by a board portfolio of different amplification technologies and corresponding products. For power levels below 100 W, the fiber amplification offers a flexible parameter space with variable pulse duration and numerous parameter combinations. The linear fiber amplification enables advanced Pulse on Demand and burst mode with up to 16 pulses. For higher power levels up to 200 W the regenerative disk amplification was used, although with some limitations concerning the flexibility. With the development of slab technology, flexible linear amplification can be combined with higher power levels up to 200 W, high pulse energies with up to 2 mJ and sub-pico second pulse durations.

### 2.2. High-energy slab amplification for high-aspect ratio drilling

TRUMPF TruMicro Series 6000 offers slab amplification architecture to combine high process dynamics with high pulse energy and power. Advantages of heat management of the amplification crystal with the benefits of linear amplification supplies high pulse energies in combination with dynamic pulse output. For example, burst patterns in high numbers (up to 16 pulses with equal pulse energy) and high accumulated burst energy (up to 8 mJ) and pulses on demand with low jitter ( $< 20$  ns) are possible. New control electronics regulate the pulse energy level output for a constant energy input into the workpiece independent of dynamic change of repetition rate or burst patterns.

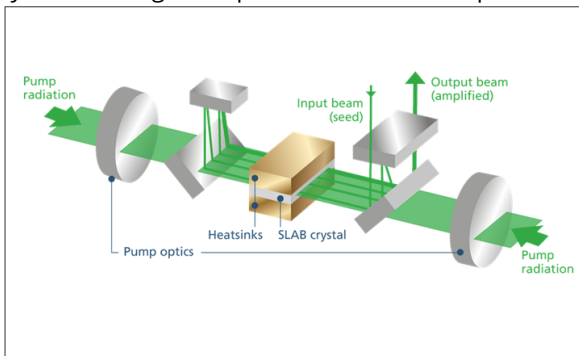


Fig. 3. Beam path inside the amplification module. [1]

Both features, *Advanced Pulse on Demand* and *Burst Mode*, can be realized because of the linear amplification principle. Multiple pulses can be amplified to an equal energy level at the same time inside the slab crystal. (figure 3). That is a main step forward, compared to the regenerative disk amplification, where every pulse needs to be amplified by several cycles through the disk.

The variable burst mode of TRUMPF opens many possibilities. Within a timeframe of up to 320 ns, up to 16 pulses can be emitted with a temporal distance of 20 ns between each pulse (50 MHz seed repetition rate). The maximum accumulated pulse energy inside one burst train can be up to 8 mJ, while the maximum single pulse energy is 2 mJ. These high energy levels often exceed the necessary energy levels for processing of thin materials. However, drilling applications and especially high-aspect ratio drilling application tremendously benefit from higher energy levels since scaling of processing speed via repetition rate is also often constrained due to heat accumulation effects.

As an example of different operation points of the laser which can be beneficial for high-aspect laser drilling, a four-pulse burst is able to provide a total burst energy of 8 mJ at 25 kHz. For non-burst processing, the laser can provide 2 mJ pulses at up to 100 kHz, both operation points resulting in a maximum power level of 200W.

## 3. Applications and Results

### 3.1. Need for tilted laser beam

Due to physical characteristics of a Gaussian beam, an orthogonal irradiation of laser beam on the material surface effects a positive taper in wall angle.



Fig. 4. (a) Influence of inclination angle on wall angle (schematic); (b) Tilted rotating laser beam allows drilling with positive and negative wall angle as well as cylindrical holes (schematic). [4]

Since many precision parts require vertical walls or a configurable wall angle, a compensation by tilted beam must be realized. The angle of attack depends mainly on the optical setup and the material and therefore it has to be configurable for the individual application.

### 3.2. Need for fast and precise beam rotation

For using the laser as a drilling tool, the beam must be rotated on a circular movement. Depending on lasers repetition rate  $f$ , spot radius  $r$  and the required drilling

diameter  $\phi_h$ , the pulse overlap PO is determined by the number of beam rotations n:

$$PO = \frac{r^2 4 + \arcsin \sqrt{\frac{r - \phi_h \pi n}{2r}} - \sin(4 + \arcsin \sqrt{\frac{r - \phi_h \pi n}{2r}})}{(2r)^2 + \frac{\pi}{4}}$$

Typically, lasers with high energy per pulse are used for precision drilling and cutting. These lasers provide a frequency in a range of several hundred kilohertz. For achieving a high quality, process must be kept in cold regime and therefore the pulses overlap should be kept in a range between 80-95%. To fulfill this requirement and to use as many provided laser pulses as possible, the drilling of typical hole sizes between 100µm to 500µm demands for a beam rotation speed up to 30.000 rpm.

Furthermore, the circularity of beam rotation a very important factor, because it is displayed on the working piece. Therefore the rotations' roundness and stability is a significant quality criteria for drillings'roundness and diameter consistency.

### 3.3. Helical drilling optics

For rotating and tilting the laser beam, the helical drilling head GL.trepan of GFH was used. The optics bases on rotating cylindrical lenses, which forces the beam on rotation and allows the setting of hole diameter and wall angle by influencing angle and position of the incoming beam. Since the concept uses transmitting optics in combination with a beam diameter of 5mm, it is able to handle several mj single pulse energy even of ultrafast pulses.

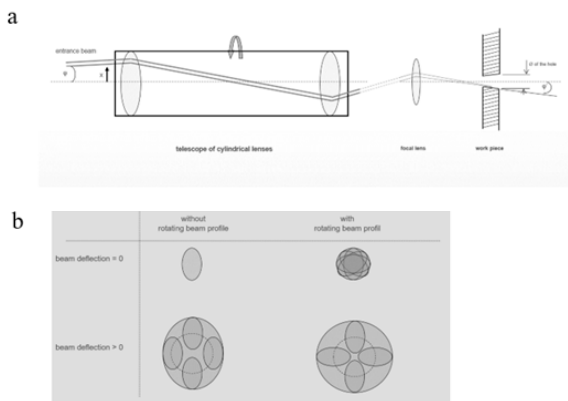


Fig. 5. a) Optical concept of GL.trepan using a telescope of cylindrical lenses; b) Rotation of beam profile allows drilling round holes even with elliptical beam profile [4]

These cylindrical lenses are set into a precision balanced spindle, ensuring absolute precision of the path roundness even at high rotational speeds. In order to take advantage of the high repetition rates of the laser, a beam rotation up to 30.000 rpm is possible. Therefore, it does not contain any adjustable components inside, which could change the center of gravity and affect the drilling results. The optical concept effects also a co-rotating intensity profile of the beam. This makes the production

process more robust since it allows the production of round precision holes even if the focus spot itself is not perfectly round. (see Figure 4).

A beam manipulation unit located before the spindle allows in-situ-control of the beam position and angle entering the rotating telescope and thus enables a flexible tool diameter and inclination angle during laser processing. This allows to apply different drilling strategies and to realize cylindrical holes as well as positive and negative tapered holes (see figure 5).

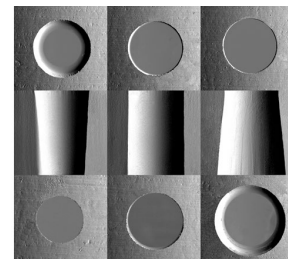


Fig. 6 Stainless steel, t=0,25mm, drilling diameter = 150µm (cylindrical hole)

### 3.4. Processing strategy

For industrial precision drilling typically, a laser fluence well above ablation threshold is used. It varies with the type of material, but is typically in a range of about 20-25 J/cm<sup>2</sup> and a good drilling result is archived within the Rayleigh length of the beam caustic. Therefore, the available pulse energy is a limiting factor for the choice of the focal lengths of the optics and the maximum length of the drilling. Using a 1030nm laser with 200µJ pulse energy and 5mm raw beam diameter with 25J/cm<sup>2</sup> allows a maximum focal length of 100mm. The resulting Rayleigh length is about 600µm, what limits the material thickness to drill at a maximum to 1,2mm.

The drillable maximum can be further increased by using different z positions during the drilling sequence till the caustic of the diverging defocused beam impacts the material at the hole entry side. Using a f100 lens for drilling a hole with diameter 200µm, this will occur at a z position of -1.6 mm and limits the maximum thickness to 2mm and a maximum aspect ratio of 1:10 for processing a cylindrical hole (see figure 7).

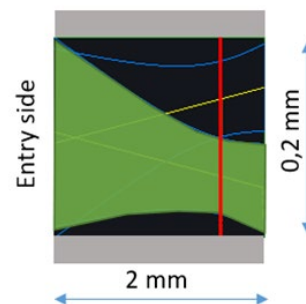


Fig. 7. Limit of beam caustic for f100 mm in 2mm bore hole length, hole diameter 200µm (green line); hole diameter not to scale; red line shows focal position

With the Trumpf series 6000 laser there is a maximum single pulse energy of 2mJ available. This has two beneficial effects. On the one hand it allows the use of a focal length up to 250mm by keeping the fluence of 25J/cm<sup>2</sup> and gaining an increasing Rayleigh length up to 3,9mm. On the other hand, the beam caustic of the larger focal lens exhibits less divergence and therefore, it allows a larger range of defocusing without damaging the entry of the hole.

For drilling a hole with diameter of 200µm it increases the limit of maximum thickness to 8 mm at a focal position of -5mm and a maximum aspect ratio of 1:40 can be achieved.

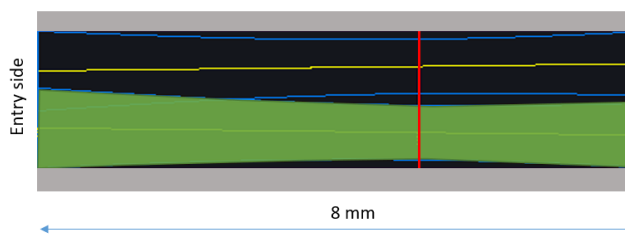


Fig. 8. Beam caustic for f250 mm in 8 mm bore hole length, hole diameter 200µm (green line), focal position at hole exit; hole diameter not to scale

### 3.5. Processing head

Process gas plays an important role in laser drilling applications. Depending on the material to be drilled, the type of gas is chosen. The nozzle geometry, standoff distance and flow rate define the gas dynamics and its influence on the resulting bore. The paper deals with high aspect ratio holes with hole lengths exceeding the Rayleigh length of the used setup. As discussed before, adaptation of the laser focus during drilling is helpful for the progress of the hole formation.

Conventional drilling heads have a fixed assist gas nozzle for drilling in one dedicated z position. For good results, the typical distance of the gas nozzle to the part is in a range of 0.2 mm – 1mm. For drilling high aspect ratio holes and varying the z-position during the drilling sequence over several millimeters, the standoff distance must accommodate the full travel. This results in an increased distance to the part and therefore lead to a negative effect on quality and efficiency of the drilling.

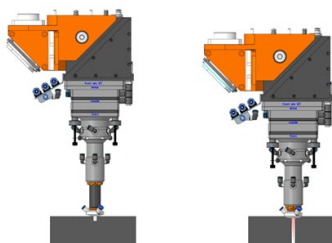


Fig. 9. The new processing head includes optics up to f250 and allows to change the z-position relative to part in a range of 0mm (left) to 50mm (right)

Therefore, a new design of processing head was developed (see figure 9). It has a movable part, which is connected with the gas nozzle and ensures, that the distance of gas nozzle to part is kept in the same range over the full drilling sequence.

### 3.6. Results and Discussion

All shown results were produced with a TruMicro 6020 (see figure 10) in combination with GL.trepan and a focal lens f250 on machining tools of GFH.

Type	TruMicro 6020
Wavelength	1030nm
Beam quality M <sup>2</sup>	<1,3
Average power	up to 200W
pulse duration	3ps
Max. pulse energy	2mJ
Frequency	100 kHz

Fig. 10. Specification of used laser type Trumpf TruMicro 6020

It was demonstrated, that it is possible to drill different hole configurations in a diameter range from 100µm to 300µm on various materials and different bore lengths resulting in different aspect ratios up to 1:38 without any melting zone.

The parameter set was different depending on the material type and hole configuration. While the frequency was reduced with metals to prevent the melting point, the full laser power could be implemented with hard metals and ceramics. The available single pulse power of the laser was used up to its maximum of 1,9mJ at focal point.

The processing time per hole differs with material type, hole configuration and bore length and does not increase linearly with the wall thickness. The aim of the paper was to show the feasibility and achievable quality. Therefore, the shown samples were not fully optimized for shortest processing times. Nonetheless the drilling rate achieved was in an acceptable range of 8s to 15s per millimeter.

The surface quality reflects the same quality, which can be achieved for ultrafast drilled precision holes of smaller aspect ratios and was in a range of Ra = 0,1 µm and below.

The measured roundness of the shown samples differs slightly and was measured in a range of 93-99% (short axis versus long axis of the hole).

Overall the diameters at entry and exit of the drillings showed a good repeatability hole to hole with a standard deviation of less than 1,5% of the diameter.

### 3.7. Al2O3

Material	Entry diameter	Exit diameter	Bore length	Aspect ratio	Drill rate	Drilling time
Al2O3	108µm	98µm	2mm	1:20	15s/mm	30s

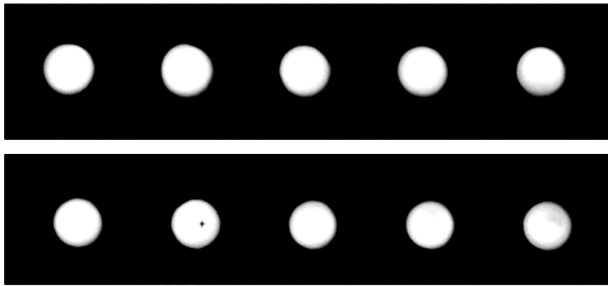


Fig. 11. Stainless steel, t=2mm; entry: 108µm (top), exit 98µm (bottom)

### 3.8. Stainless steel

Material	Entry diameter	Exit diameter	Bore length	Aspect ratio	Drill rate	Drilling time
Stainless steel	200µm	200µm	4mm	1:20	10s/mm	40

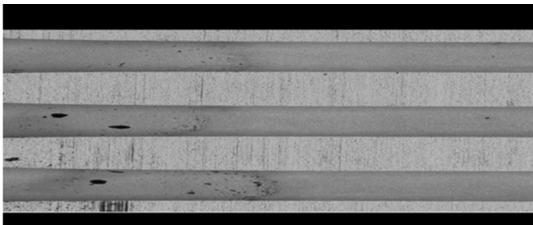


Fig. 12. SEM picture of surface of holes in 4mm steel

### 3.9. Carbide

Material	Entry diameter	Exit diameter	Bore length	Aspect ratio	Drill rate	Drilling time
Carbide	140µm	126µm	5 mm	1:38	8s/mm	40s

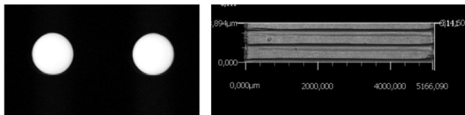


Fig. 13. Carbide, t=5 mm; Entry diameter 146µm (left); LSM scan of cross section (right)

### 3.10. Nickel

Material	Entry diameter	Exit diameter	Bore length	Aspect ratio	Drill rate	Drilling time
Nickel	278µm	278µm	6 mm	1:21	10s/m	60s
Nickel	168µm	148µm	6mm	1:38	9s/m	54s



Fig. 14. Nickel, t=6 mm; Entry diameter 278µm (left); Exit diameter 278µm (right)



Fig. 15. Nickel, t=6 mm; Entry diameter 168µm (left); Exit diameter 148µm (right)

## 4. Conclusion

Ultrafast lasers are well suitable for drilling of micro holes with highest demands on quality. Thanks to their touchless and athermal operation, the extreme small tool size and feasibility to machine any material, they are already industrially used for different applications and industries. Considering the consequential costs, laser have the obvious advantage of processing without tool wear and having always the same sharp tool geometry. The material thickness was still a limiting factor and today this technology is typically used up to bore lengths of < 1,5mm.

The new Trumpf 6000 series provides ultra-short pulses with a single pulse energy of up to 2mj and GFH's helical drilling tool GL.trepan has an optical concept able to handle its full energy and apply it for micro drilling applications. In combination with an adapted processing head including optics up to f250 new drilling strategies with a z shift of several mm were realized. The result is the possibility to drill high precision holes in a material thickness up to 6mm millimeter and aspect ratio up to 1:48 in a acceptable time frame.

Since the optical concept allows to handle even higher pulse energies, there are further investigations running if the burst mode (up to 4 times 2mj = 8mj) can be beneficially used to decrease drilling time or to allow to drill thicker materials. This investigation will also help to estimate, if higher pulse power of future laser concept can also be applied for micro drilling and push the boundaries of the results shown in this paper even further.

## References

- [1] Fraunhofer ILT, Aachen, Germany. <https://www.ilt.fraunhofer.de/en/press/exclusive/feature-article-on-laser-drilling.html>
- [2] Fraunhofer ILT, Aachen, Germany. <https://www.ilt.fraunhofer.de/en/press/exclusive/feature-article-on-laser-drilling.html>
- [3] Technology | InnoSlab - AMPHOS
- [4] Lendner, F., Pauli, A., Wang, D., „Smart ultra short pulse laser processing with rotation beam – Laser micro drilling, cutting and turning“, 10th Conference on Photonic Technologies LANE 2018

# 2- $\mu\text{m}$ central wavelength ultrafast fiber CPA with compact design

Christian Gaida<sup>1</sup>, Frieder Jansen<sup>1</sup>, Malte Kumkar<sup>2</sup>, Oliver Herrfurth<sup>1</sup>, Sven Breitkopf<sup>1,\*</sup>,  
Tino Eidam<sup>1</sup>, Jens Limpert<sup>1</sup>

1. Active Fiber Systems GmbH, Jena, Deutschland
2. TRUMPF Laser GmbH, Schramberg, Deutschland

We report on our recent progress in creating a new type of compact laser that uses thulium-based fiber CPA technology to emit a central wavelength of 2  $\mu\text{m}$ . This laser can produce pulse energies of >100  $\mu\text{J}$  and an average power of >15 W. It is designed to be long-lasting and is built for industrial use, making it a great fit for integration into laser machines used for materials processing. These laser parameters are ideal for working with semiconductors like silicon, allowing for tasks such as micro-welding, cutting of filaments, dicing, bonding and more.

## 1. Introduction

Regarding cutting-edge ultrafast-laser applications such as silicon processing, longer laser wavelengths are often preferred over 1- $\mu\text{m}$  lasers due to the transparency of semiconductors in this wavelength region. Consequently, there is a strong desire for ultrafast lasers with small footprints and wavelengths around 2  $\mu\text{m}$  [1,2,3]. Thulium-based fiber lasers have shown promise in efficiently producing high average- and peak-power in this wavelength region [4,5,6,7,8, 9]. Here we present recent progress in developing a Tm-based fiber laser that emits >100- $\mu\text{J}$  pulses at a 1980 nm central wavelength with <400 fs pulse duration at a repetition rate of up to 150 kHz, corresponding to >15 W average power. The system allows to adjust and control important process parameters such as pulse energy, repetition rate and pulse duration. The laser is designed to operate without requiring vacuum equipment and still avoids water-vapor absorption in an elegant way, which allows for nearly diffraction-limited beam quality and excellent pointing stability. It is engineered to be industrial-grade and optimized for long-term operation by using a packaging well-suited for integration into laser machines used for materials processing. The laser parameters are ideal for processing semiconductors like silicon, enabling tasks such as micro-welding or cutting of filaments.

## 2. System setup and output specifications

This laser system relays on a classical master oscillator power amplifier design. The first component is a home-built Thulium oscillator providing a broad spectrum around 2  $\mu\text{m}$ . The focus in the design of the oscillator was a long lifetime as well as a stable spectral output to maintain peak-power stability in the laser output as required by delicate materials processing applications. Subsequently pulses are picked down from the 25MHz oscillator repetition rate and further amplified in Tm-doped fiber pre-amplifiers while also being stretched dispersively to  $\sim$ 1.5ns of pulse duration.

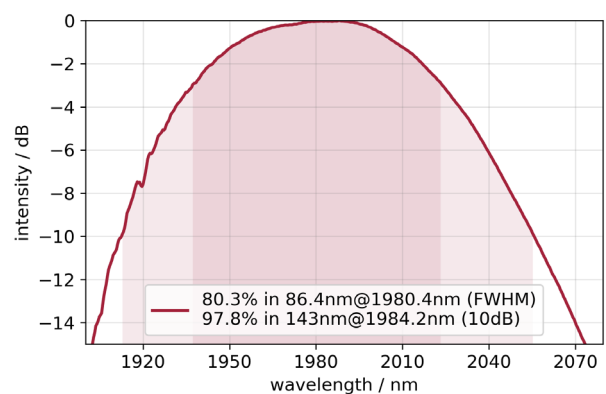


Figure 1: Oscillator spectrum

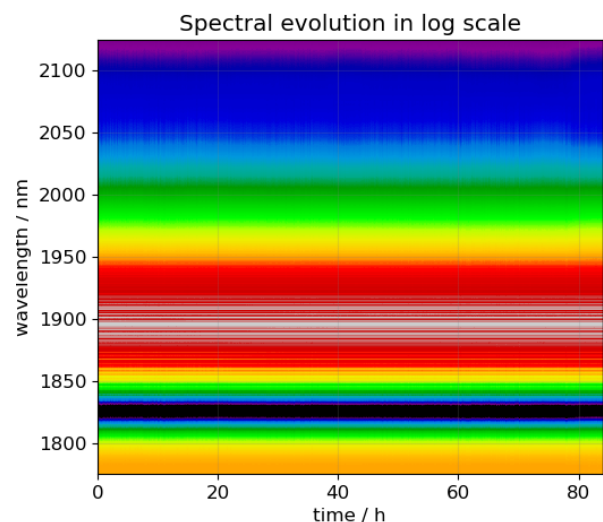


Figure 2: Long-term measurement of spectral stability.



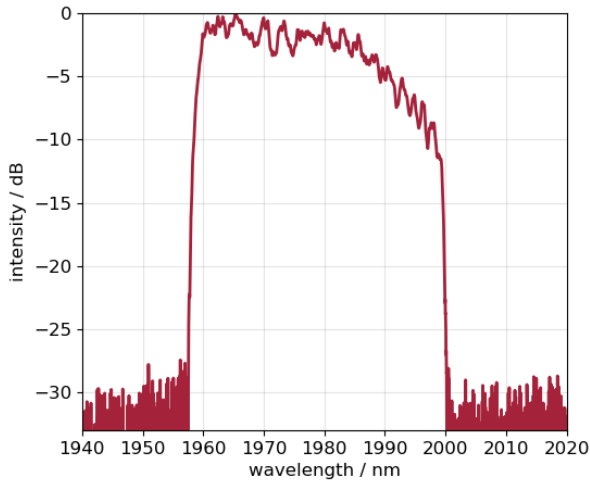


Figure 3: Spectrum behind the last pre-amplifier stage.

Tm-doped silica fibers are also at the heart of this laser system – the main amplifier. These fibers exhibit a broad amplification band spanning from 1800 to 2100 nm. Efficiently pumped by commercially available high-power diode lasers emitting around 790 nm, they achieve slope efficiencies exceeding 70% through cross-relaxation processes [10]. Before entering the pulse compressor unit, the pulses are sent through an externally controllable AOM and an optical isolator. Both components are now available with the capability to handle high average powers without disturbing the beam profile due to thermal lensing.

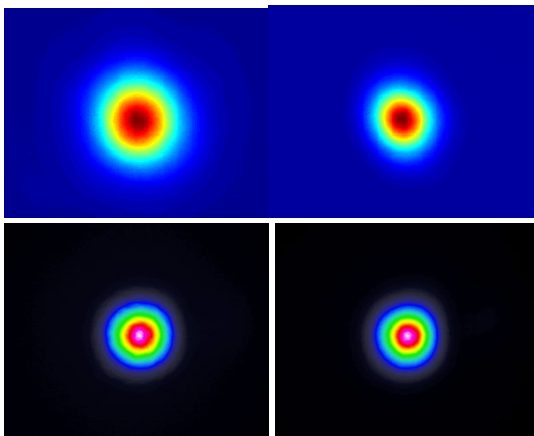


Figure 4: Top left: beam profile behind AOM at 10W. Top right: Beam profile behind AOM at 40W. Bottom left: beam profile behind isolator at 10W. Bottom right: beam profile behind isolator at 40W:

After the compressor, the laser emits pulses with an impressive energy exceeding 100  $\mu\text{J}$ . These pulses are centered at a 1980 nm wavelength. Moreover, their pulse duration is remarkably short, clocking in at less than 400 fs. At the full energy, the laser operates at a repetition rate of up to 150 kHz, resulting in a substantial average power output of >15 W. This high repetition rate allows for efficient throughput in industrial applications, making it suitable for continuous production lines.

The device is ingeniously engineered to operate without the need for vacuum equipment. It also deftly avoids water-vapor absorption, ensuring consistent performance. The result is a nearly diffraction-limited beam quality and excellent pointing stability—essential for precision tasks.

To optimize long-term operation, the laser is housed in a packaging specifically tailored for integration into laser machines used for materials processing. Its robust design ensures reliability and durability, even in demanding industrial environments.

The laser's parameters are tailor-made for processing semiconductors, particularly silicon. Whether it's micro-welding delicate components or cutting intricate filaments, this Tm-based fiber laser system delivers exceptional results.

Table 1: List of specifications of the newly developed **active-Two-15** laser system.

	activeTWO-15
Central wavelength	approx. 1980nm
Repetition rate	single shot to 25MHz
Pulse energy	up to 100 $\mu\text{J}$ (at up to 150kHz)
Average power	up to 15W
Pulse duration	<400fs - 5ps adjustable, or up to 1.5ns
Polarization	Linear
Beam quality	close to diffraction-limited, $M^2 < 1.3$
RIN slow (average power)	<1% RMS [1/ (24hours - 1Hz)]
RIN fast (pulse energy)	<2% RMS [1Hz - $f_{\text{rep}}/2$ ]
Beam pointing	<10 $\mu\text{rad}$ RMS
Dimensions & Mass	800mm x 300mm x 400mm, <100kg
Logging	logging of all operation parameters via control software, remote monitoring and service access
Additional features	Turnkey reliability, software-controlled parameters, optical isolation, shutter, RTC6 interface, software-API

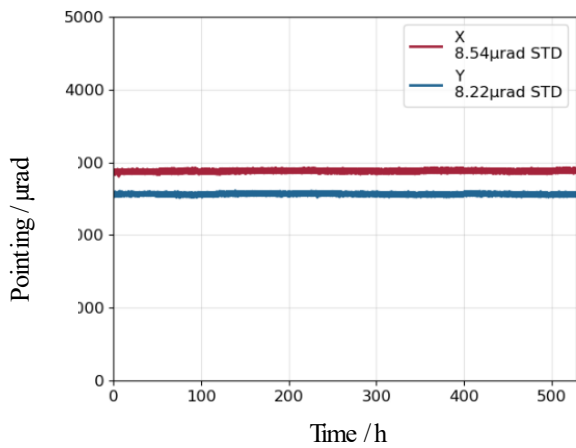


Figure 5: Long term measurement of Pointing fluctuations at full output power

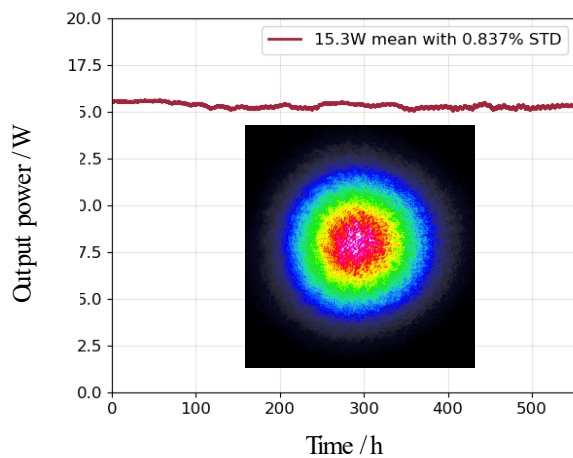


Figure 6: Long term measurement of output power. Inset shows beam profile at full output power

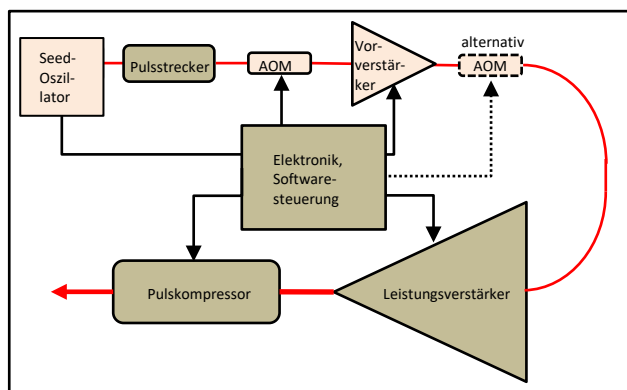


Figure 3: Schematic design of the F-CPA system



Figure 7: Rendered view of the second generation of our compact 2- $\mu\text{m}$  laser featuring a volume of approx.  $800 \times 300 \times 350\text{mm}^3$  only.

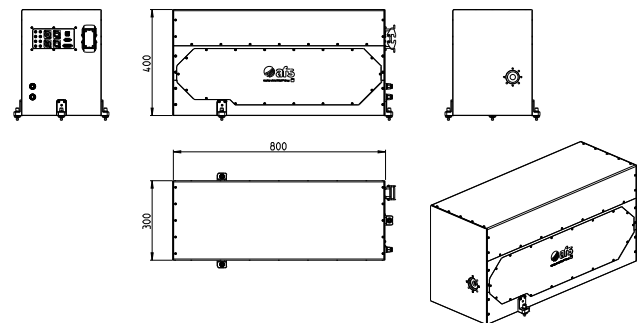


Figure 8: Technical drawing of the laser system.

### 3. Summary

In summary, this Tm-based fiber laser represents a significant leap in ultrafast laser technology. Its combination of high pulse energy, short duration, and industrial-grade reliability opens up exciting possibilities for precision manufacturing and scientific research.

### Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

Wir bedanken sich für die Unterstützung durch das PTJ & BMBF im Rahmen von RUBIN-UKPiño (03RU2U031A), sowie durch das DLR und BMBF im Rahmen des Projektes MIRROR (01DR20009B).

### Kontakt Daten (optional)

Anschrift: Active Fiber Systems GmbH, Ernst-Ruska-Ring 17, 07745 Jena

Ansprechpartner: Dr. Sven Breitkopf

E-Mailadresse: [publications@afs-jena.de](mailto:publications@afs-jena.de)



Figure 9: Photograph of the laser housing.

## Literaturverzeichnis

- [1] S. Nolte et al., "Ultrashort pulse laser processing of silicon,,"; Paper 12411-34; PW2023
- [2] M. Chambonneau et al., "Silicon–metal and silicon–silicon ultrafast laser welding with domesticated filaments ,,"; Paper 12409-1; PW2023
- [3] M. Chambonneau et al., "In-Volume Laser Direct Writing of Silicon—Challenges and Opportunities"; Laser & Photonics Review (2021) DOI: 10.1002/lpor.202100140
- [4] F. Stutzki, C. Gaida et al., Opt. Lett. 39, 4671–4 (2014).
- [5] C. Gaida et al, Opt. Lett. 43, 5853-5856 (2018)
- [6] F. Stutzki, C. Gaida et al, Opt. Lett. 40, 9–12 (2015).
- [7] C. Gaida et al., Opt. Lett. 41, 4130–4133 (2016).
- [8] C. Gaida et al., in Laser Congress 2017 (ASSL, LAC), p. ATH3A.5.
- [9] D. Kracht et al. "Innovative Laser Sources Operating Around 2  $\mu\text{m}$ " Physics Procedia 83, 1184-1195 (2016)
- [10] Stutzki, F., Gaida, C., Gebhardt, M., Jansen, F., Jauregui, C., Limpert, J., & Tünnermann, A. (2015). Tm-based fiber-laser system with more than 200 MW peak power. Optics Letters, 40(1), 9–12. <https://doi.org/10.1364/OL.40.000009>

# Untersuchungen zur Bestrahlung von Goldschichten mit Doppelpulsen von ultrakurz gepulster Laserstrahlung

Markus Olbrich, Theo Pflug, Nick Börnert, Philipp Lungwitz, Andy Engel, Peter Lickschat, Steffen Weißmantel, und Alexander Horn  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

Die Bestrahlung einer dünnen Goldschicht (Schichtdicke  $d_z = 150$  nm, 25 nm Haftvermittlerschicht aus Chrom, Substrat: Quarzglas) mit Einzel- und Doppelpulsen von ultrakurz gepulster Laserstrahlung (Pulsdauer  $\tau_H = 40$  fs, Wellenlänge  $\lambda = 800$  nm, zeitlicher Pulsabstand  $\Delta t = 400$  ps, Spitzenfluenz pro Puls  $H_0 = 1,5 H_{thr}$ ,  $H_{thr}$  – Ablationsschwelle) ergibt signifikante Unterschiede zwischen der Topologie der Ablationsstrukturen des Einzel- und des Doppelpulses. Durch Simulationen mit Hilfe des Zwei-Temperatur-Modells in Kombination mit der Hydrodynamik (TTM-HD) können diese unterschiedlichen Topologien erklärt werden. Die Ursache stellt dabei die Wechselwirkung des zweiten Pulses mit der durch den ersten Puls erzeugten Ablationswolke, deren Erhitzung durch die Absorption des zweiten Pulses und die anschließende allseitige Expansion des entstehenden Gas-Flüssigkeits-Gemisches dar. Die berechneten Ergebnisse werden durch ultraschnelle abbildende Reflektometrie bestätigt und validiert.

## 1. Einleitung

Ultrakurz gepulste Laserstrahlung mit Pulsdauern im Femto- bis Pikosekundenbereich ermöglicht die präzise und effiziente Strukturierung von Festkörperoberflächen aufgrund der geringen wärmebeeinflussten Zone, wodurch sich in industriellen Verfahren, wie der Mikrostrukturierung von Oberflächen [1] oder dem Scriben für die Solarindustrie [2, 3] der Einsatz von ultrakurz gepulsten Lasersystemen etablieren konnte. Durch eine kontinuierliche Weiterentwicklung der Laser- und Verfahrenstechnik konnte die Bearbeitungseffizienz und Bearbeitungsqualität weiter gesteigert werden, was insbesondere durch den Einsatz hochrepetierender Lasersysteme [4, 5] sowie der Verwendung von Lasersystemen mit schnellen Pulsfolgen (sogenannten Bursts, d. h. Gruppen von Einzelpulsen in einer hochfrequenten periodischen Abfolge) gelang. Dabei sind derzeit Pulswiederholungsfrequenzen innerhalb der Pulsfolgen sowohl im MHz- als auch im GHz-Bereich möglich [6–8]. Die erzeugten Abtragsstrukturen sowie das daraus resultierende Abtragsvolumen und die Abtragseffizienz bei Bestrahlung Materialien mit schnellen Pulsfolgen im GHz-Modus (zeitlicher Pulsabstand 200 - 400 ps) unterscheiden sich grundlegend von der Bestrahlung mit schnellen Pulsfolgen im MHz-Modus (zeitlicher Pulsabstand 12,5 - 16 ns). Die physikalischen Ursachen, welche eine Änderung der Topografie der Abtragsstrukturen in Abhängigkeit von der Anzahl an Pulsen und deren zeitlicher Abstand bewirken, sind jedoch noch nicht verstanden. Für eine systematische Untersuchung dieser Abhängigkeiten ist eine systematische Variation der Pulsanzahl und deren zeitlichen Abstände in Kombination mit der Modellierung und Simulation des Abtragprozesses [9] sowie der Anwendung von ultraschneller Messtechnik [9, 10] notwendig. Aus diesem Grund sollen in diesem Artikel erste Untersuchungen für einen Doppelpuls von ultrakurz ge-

pulster Laserstrahlung (Pulsdauer  $\tau_H = 40$  fs, Wellenlänge  $\lambda = 800$  nm) mit einem konstanten zeitlichen Pulsabstand  $\Delta t = 400$  ps vorgestellt werden.

## 2. Material und Methoden

Zur Erzeugung von Doppelpulsen von ultrakurz gepulster Laserstrahlung wurde die vom Laser (Ti-Saphir Laser, Astrella, Coherent Inc.) emittierte Laserstrahlung (Pulsdauer  $\tau_H = 40$  fs, Wellenlänge  $\lambda = 800$  nm) in einem auf dem Prinzip eines Mach-Zehnder-Interferometers basierenden Aufbau mit Hilfe eines polarisationsabhängigen Strahlteilers in zwei Teilstrahlen mit unterschiedlicher Polarisation aufgeteilt (Abbildung 1). Durch die Verwendung von jeweils einer  $\lambda/4$ -Wellenplatte und einem Endspiegel in beiden Interferometerarmen wurde die Polarisation durch das zweimalige Propagieren durch die  $\lambda/4$ -Wellenplatte um  $90^\circ$  relativ zur ursprünglichen Polarisationsrichtung im jeweiligen Interferometerarm gedreht, wodurch die beiden Teilstrahlen nach der Propagation durch den Strahlteiler wieder kollinear verlaufen, jedoch orthogonale Polarisationsrichtungen besitzen. Der zeitliche Pulsabstand kann durch die Verwendung einer mechanischen Verzögerungsstrecke in einem Interferometerarm definiert eingestellt werden.

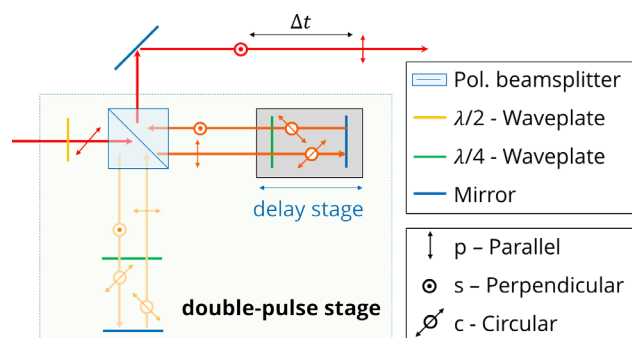


Abbildung 1: Schematischer Aufbau zur Erzeugung von Doppelpulsen von ultrakurz gepulster Laserstrahlung

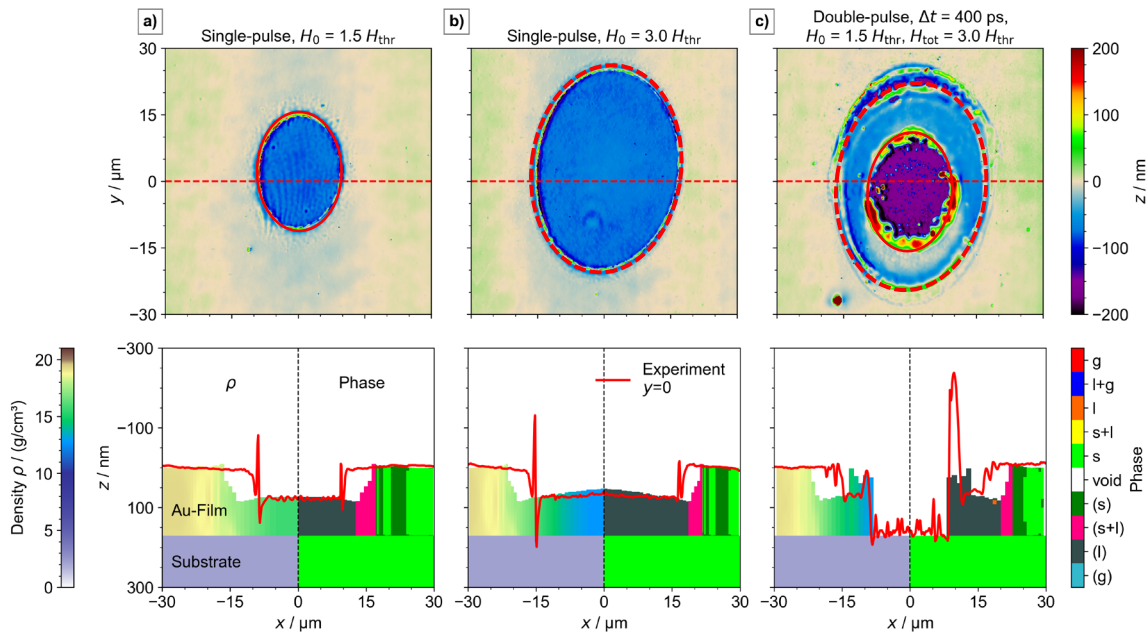


Abbildung 2: Mittels Laserscanningmikroskopie bestimmte Topografie der Abtragsstrukturen einer dünnen Goldschicht ( $d_{z,Au} = 150$  nm,  $d_{z,Cr} = 25$  nm, Quarzglassubstrat) nach Bestrahlung mit Einzelpulsen von ultrakurz gepulster Laserstrahlung ( $\tau_H = 40$  fs,  $\lambda = 800$  nm,  $AOI = 53^\circ$ ) mit a)  $H_0 = 1,5 H_{thr}$  und b)  $H_0 = 3,0 H_{thr}$  sowie c) nach Bestrahlung mit Doppelpulsen von ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit  $H_{tot} = 2 \cdot 1,5 H_{thr}$  (oben). Weiterhin ist der Vergleich der experimentell erhaltenen mit der simulierten Abtragstiefe dargestellt (unten).

Der optische Aufbau zur Erzeugung von Doppelpulsen wurde in den vorhandenen Pump-Probe-Aufbau [10] integriert. Im Pump-Probe-Aufbau erfolgt die Bestrahlung der Materialoberfläche mit der Pump-Laserstrahlung (Doppelpuls) unter einem Einfallswinkel von  $AOI = 53^\circ$ . Durch die Integration einer  $\lambda/4$ -Wellenplatte vor der Fokussierlinse ( $f' = 150$  mm) wird die Polarisationsrichtung der beiden Pulse auf jeweils links- und rechtsdrehende zirkuläre Polarisation eingestellt, wodurch für beide Pulse der gleiche Reflexionsgrad vorliegt und der Einfluss der unterschiedlichen Polarisationsrichtung der beiden Pulse auf das Ergebnis der Wechselwirkung der Laserstrahlung mit dem Material minimiert wird.

Für die Untersuchungen wurde eine 150 nm dicke Goldschicht auf einem Substrat aus Quarzglas verwendet. Weiterhin befindet sich noch eine ca. 25 nm dicke Schicht aus Chrom zwischen der Goldschicht und dem Substrat als Haftvermittler. Die Goldschicht wurde mit einem Doppelpuls mit einem zeitlichen Pulsabstand von 400 ps bestrahlt, wobei jeder einzelne Puls des Doppelpulses eine Spitzenfluenz von  $H_0 = 1,5 H_{thr}$  und somit insgesamt  $H_{tot} = 2 \cdot 1,5 H_{thr}$  aufwies. Die Schwellfluenz  $H_{thr}$  für einen Materialabtrag wurde im Vorfeld mit der Methode des quadrierten Strahldurchmessers in Abhängigkeit vom natürlichen Logarithmus der Fluenz (Liu-Plot-Methode [11]) bestimmt. Für einen Vergleich und zur Interpretation der erhaltenen Abtragsstrukturen nach der Bestrahlung mit einem Doppelpuls wurde die Goldschicht ebenfalls mit einem Einzelpuls mit jeweils  $H_0 = 1,5 H_{thr}$  und  $H_0 = 3,0 H_{thr}$  bestrahlt, wodurch zum einen Rückschlüsse auf die Wechselwirkung des ersten Pulses mit dem Material getroffen werden können und zum anderen ein direkter Vergleich des Doppelpulses

mit einem Einzelpuls gleicher Gesamtenergie möglich ist.

Die Topografie der erhaltenen Abtragsstrukturen wurden mittels Laserscanningmikroskopie bestimmt.

### 3. Topografie der Abtragsstrukturen

Die durch die Bestrahlung der Goldschichten mit Einzelpulsen erzeugten Abtragsstrukturen weisen für beide untersuchten Fluenzen,  $H_0 = 1,5 H_{thr}$  und  $H_0 = 3,0 H_{thr}$ , eine konstante Abtragstiefe von ca. 100 nm über die gesamte Abtragsstruktur auf und sind von einer Erhöhung am Rand gekennzeichnet (Abbildung 2 a und b), was bereits in Vorversuchen beobachtet wurde [9, 12]. Die Topografie der Abtragsstruktur, welche durch die Bestrahlung mit Doppelpulsen erzeugt wurde, weist hingegen mehrere verschiedene Teilbereiche auf (Abbildung 2 c), wobei anzumerken ist, dass die Überlagerung der beiden Teilpulse nicht optimal war, wodurch durch den Versatz der beiden Teilpulse weitere Teilstrukturen entstanden sind, welche jedoch in diesem Artikel nicht weiter diskutiert werden sollen und stattdessen die Hauptstrukturen im Mittelpunkt stehen. In der Mitte der Wechselwirkungszone wurde die komplette Goldschicht sowie die Haftvermittlerschicht aus Chrom abgetragen. Durch den Vergleich mit den Abtragsstrukturen des Einzelpulses wird deutlich, dass die lateralen Abmessungen des Abtrages in der Mitte exakt den lateralen Abmessungen der Abtragsstruktur des Einzelpulses mit  $H_0 = 1,5 H_{thr}$  entsprechen (Abbildung 2 a und c, rote Ellipse mit durchgezogener Linie). Die Abtragsstruktur in der Mitte ist von zwei Ringstrukturen umschlossen. Die erste Ringstruktur weist eine Erhöhung im Vergleich zum

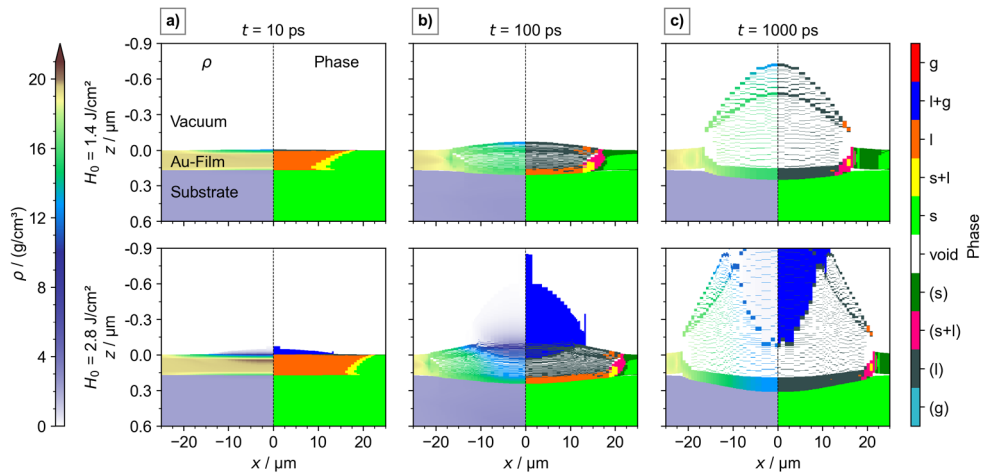


Abbildung 3: Simulierte quasi-zweidimensionale Verteilung der Dichte  $\rho$  und des Aggregatzustandes einer dünnen Goldschicht ( $d_{z,Au} = 150 \text{ nm}$ ,  $d_{z,Cr} = 25 \text{ nm}$ , Quarzglassubstrat) für die Zeitpunkte a) 10 ps, b) 100 ps und c) 1000 ps nach der Anregung mit einem Einzelpuls von ultrakurz gepulster Laserstrahlung ( $\tau_H = 40 \text{ fs}$ ,  $\lambda = 800 \text{ nm}$ ,  $H_0 = 1,5 H_{thr}$  (oben) und  $H_0 = 3,0 H_{thr}$  (unten)).

unbearbeiteten Material auf, welche jedoch unregelmäßig ist und abgerundete Kanten aufweist. Dieser ersten Ringstruktur schließt sich eine zweite Ringstruktur an, welche durch eine konstante Abtragstiefe von ca. -100 nm gekennzeichnet ist und exakt die gleichen lateralen Abmessungen wie die Abtragsstruktur des Einzelpulses mit  $H_0 = 3,0 H_{thr}$  besitzt. (Abbildung 2 b und c, rote Ellipse mit gestrichelter Linie).

Zur Erklärung der Topografie der erhaltenen Abtragsstrukturen wurden Simulationen auf der Basis des Zwei-Temperatur-Modells (Engl. TTM – two-temperature model) in Verbindung mit hydrodynamischen Berechnungen (HD – Hydrodynamics), kurz TTM-HD-Berechnungen [9], durchgeführt (Abbildung 3 und Abbildung 4).

Anhand der simulierten quasi-zweidimensionalen Verteilungen [9] der Dichte  $\rho$  und des Aggregatzustandes der Einzelpulse mit  $H_0 = 1,5 H_{thr}$  und  $H_0 = 3,0 H_{thr}$  (Abbildung 3) wird deutlich, dass bei beiden Fluenzen Spallation auftritt. Durch Spallation wird immer eine dünne geschlossene Schicht aus flüssigem Material an der Oberfläche des Wechselwirkungsbereiches abgetragen.

Dreidimensional gesehen ergibt sich somit eine als Spallationsblase oder Spallationskuppel bezeichnete Struktur. Zwischen der geschlossenen Schicht und dem nicht-abgetragenen Material befindet sich eine schaumartige Struktur. Für  $H_0 = 3,0 H_{thr}$  tritt zusätzlich noch Phasenexplosion in der Mitte der Wechselwirkungszone auf, jedoch beeinflusst das dabei entstehende Gas-Flüssigkeits-Gemisch (GFG) nicht die Ablation von Material, sodass für beide Fluenzen Spallation die Ursache der Ablation darstellt. In der Simulation ergibt sich für beide Fluenzen ebenfalls eine konstante Abtragstiefe, welche nahezu mit der experimentell bestimmten Abtragstiefe (Abbildung 2 a, unten) übereinstimmt. Die Ursache der konstanten Abtragstiefe stellt die Interferenz der induzierten Verdichtungs- und Verdünnungswellen dar [9]. Der simulierte Durchmesser der Abtragsstruktur (Abbildung 2 a, unten) ist bei beiden untersuchten Fluenzen größer als der experimentell bestimmte Durchmesser der Abtragsstruktur, was durch das verwendete eindimensionale Modell zu begründen ist [9]. In der Simulation sind keine lateralen Kräfte und Spannungen vorhanden, welche dem Materialabtrag entgegenwirken, was

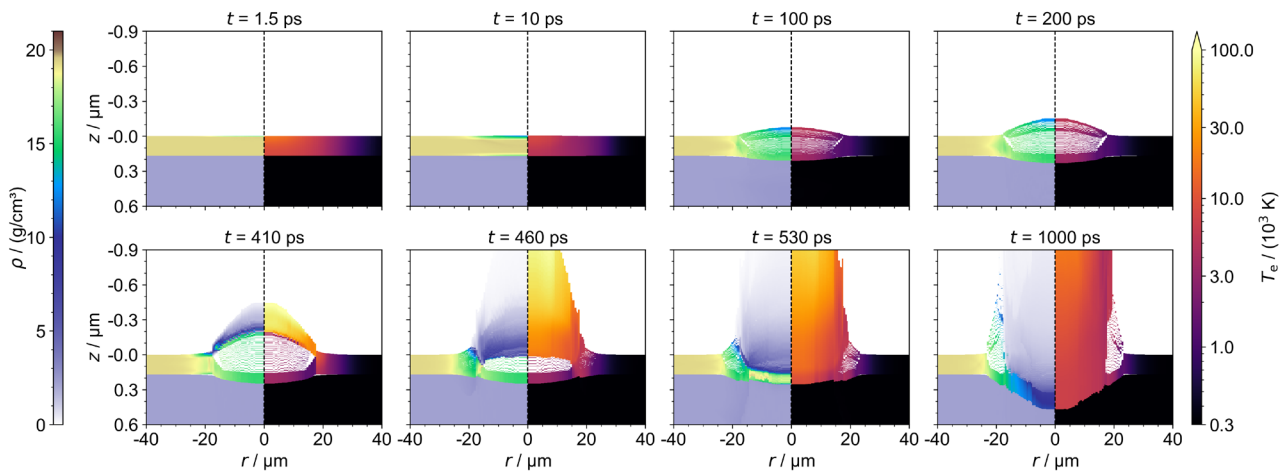


Abbildung 4: Simulierte quasi-zweidimensionale Verteilung der Dichte  $\rho$  und der Elektronentemperatur  $T_e$  einer dünnen Goldschicht ( $d_{z,Au} = 150 \text{ nm}$ ,  $d_{z,Cr} = 25 \text{ nm}$ , Quarzglassubstrat) für die Zeitpunkte 1,5 ps bis 1000 ps nach der Anregung mit einem Doppelpuls von ultrakurz gepulster Laserstrahlung ( $\tau_H = 40 \text{ fs}$ ,  $\lambda = 800 \text{ nm}$ ,  $\Delta t = 400 \text{ ps}$ ,  $H_{tot} = 2 \cdot 1,5 H_{thr}$ ).

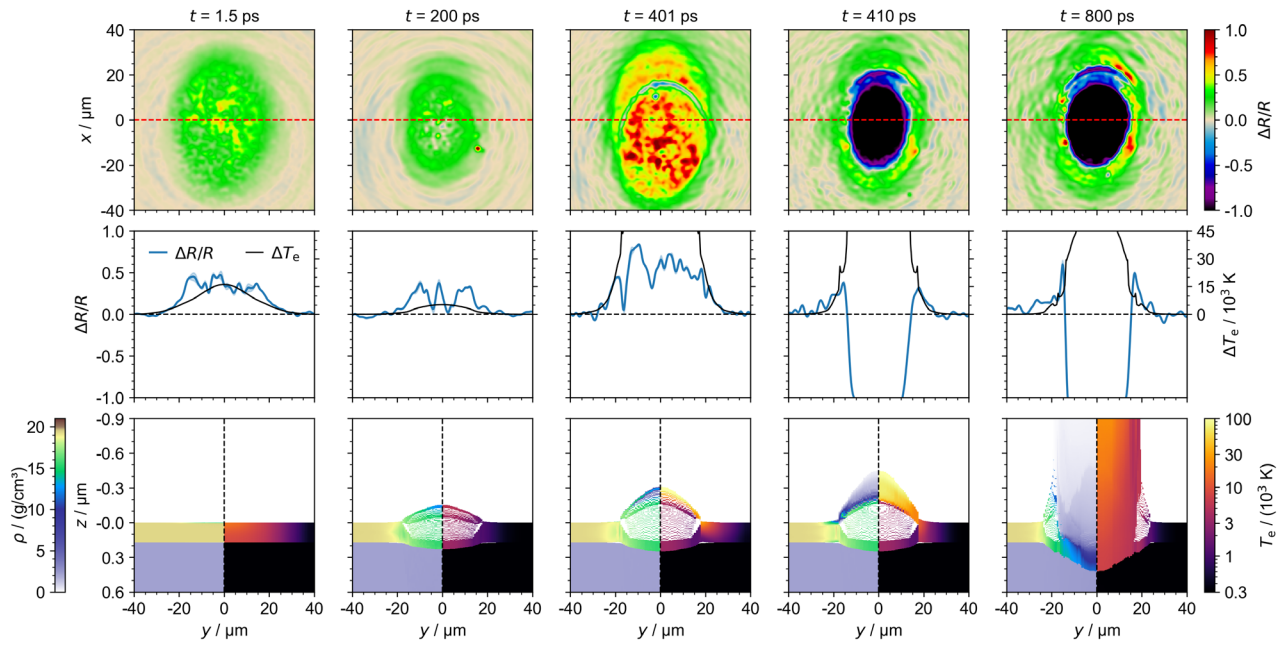


Abbildung 5: Vergleich von experimentell bestimmter orts aufgelöster relativer Änderung des Reflexionsgrades  $\Delta R/R$  (oben und Mitte) mit der simulierten quasi-zweidimensionalen Verteilung der Dichte  $\rho$  und der Elektronentemperatur  $T_e$  einer dünnen Goldschicht ( $d_{z,Au} = 150$  nm,  $d_{z,Cr} = 25$  nm, Quarzglassubstrat) für die Zeitpunkte 1,5 ps bis 800 ps nach der Anregung mit einem Doppelpuls von ultrakurz gepulster Laserstrahlung ( $\tau_H = 40$  fs,  $\lambda = 800$  nm,  $\Delta t = 400$  ps,  $H_{tot} = 2 \cdot 1,5 H_{thr}$ ).

im Experiment jedoch der Fall ist. Anhand der simulierten quasi-zweidimensionalen Verteilung der Elektronentemperatur  $T_e$  des Doppelpulses wird deutlich, dass der erste Puls eine identische Dynamik der Ablation bis zu  $t = 400$  ps wie ein Einzelpuls mit  $H_0 = 1,5 H_{thr}$  bewirkt (vgl. Abbildung 3 und Abbildung 4). Ab einer Zeit von 400 ps findet die Wechselwirkung mit dem zweiten Puls statt. Dieser wechselwirkt zum einen mit dem durch Spallation abgetragenen Material des ersten Pulses und zum anderen mit dem noch nicht abgetragenen Material. Die in der dünnen flüssigen Schicht der Spallationsblase absorbierte Energie des zweiten Pulses bewirkt eine nahezu instantane und extreme Erhöhung der Elektronentemperatur auf Werte von über 100 kK, da die dünne flüssige Schicht nur eine geringe Masse aufweist und keine Wärmeleitung zu Material in größeren Tiefen stattfinden kann. Folglich findet innerhalb von 10 ps nach der Wechselwirkung Phasenexplosion der dünnen Schicht statt, wobei sich das entstehende Gas-Flüssigkeits-Gemisch explosionsartig in alle Raumrichtungen ausdehnt. Die sich allseitig ausdehnende Ablationswolke kollidiert ab einer Zeit von ca. 530 ps, was ca. 130 ps nach der Wechselwirkung mit dem zweiten Puls entspricht, mit dem noch nicht abgetragenen Material des ersten Pulses, welches ebenfalls flüssig ist. Der durch diese Kollision übertragene Impuls bewirkt in der Simulation eine starke Deformation des Substrates, was für  $t = 1000$  ps deutlich zu sehen ist und erneut durch die fehlenden lateralen Kräfte im verwendeten eindimensionalen Modell zu begründen ist. Im Experiment ist daher eine geringere Deformation des Substrates anzunehmen, da das am Substrat keine Beschädigungen sichtbar sind. Eine solch starke Deformation, wie in der Simulation, würde jedoch zwingend zu Schädigungen

führen. Stattdessen wird durch den Impulsübertrag der Ablationswolke das flüssige Material aus dem Wechselwirkungsbereich herausgedrückt, was die Höhendaten der ersten Ringstruktur um den Abtragsbereich in der Mitte erklärt. Die Erhöhung stellt daher wiedererstarte Schmelze dar. Die Übereinstimmung der lateralen Abmessungen des Abtragsbereiches in der Mitte des Doppelpulses mit den lateralen Abmessungen der Abtragsstruktur des Einzelpulses mit  $H_0 = 1,5 H_{thr}$  sind daher das Ergebnis der Absorption des zweiten Pulses in der Ablationswolke des ersten Pulses und der anschließenden Wechselwirkung der durch den zweiten Puls weiter aufgeheizten und nun allseitig expandierenden Ablationswolke mit dem vom ersten Puls noch nicht abgetragenen Material.

Die konstante Abtragstiefe der Ringstruktur des Doppelpulses mit den gleichen lateralen Abmessungen wie die Abtragsstruktur des Einzelpulses mit  $H_0 = 3,0 H_{thr}$  ist hingegen auf Wärmeakkumulation zurückzuführen. Da der erste Puls in diesen Bereichen noch keinen Abtrag bewirkt, verbleibt die gesamte absorbierte Energie in der Schicht und wird durch Wärmeleitung gleichmäßig in z-Richtung verteilt. Die Wärmeleitung in das Substrat kann für die Zeitdauer von  $\Delta t = 400$  ps vernachlässigt werden. Die nun zusätzlich absorbierte Energie des zweiten Pulses des Doppelpulses (DP) bewirkt eine Gesamtenergiedichte in der Schicht, welche ungefähr der Energiedichte eines Einzelpulses (SP) mit doppelter Fluenz und damit  $H_{0,SP} = H_{tot,DP}$  entspricht.

#### 4. Abbildende Pump-Probe Reflektometrie

Anhand der durchgeführten quasi-zweidimensionalen kann die Topografie der experimentell bestimmten Abtragsstrukturen für beide Einzelpulse sowie den Doppelpuls erklärt werden. Dieser Vergleich stellt jedoch nur einen *ex situ* Vergleich dar und erlaubt keine Rückschlüsse, ob die simulierte Dynamik der Ablation korrekt ist. Aus diesem Grund, wurde ultraschnelle Messtechnik in Form von abbildender Pump-Probe Reflektometrie [10] angewandt.

Die mittels abbildender Pump-Probe Reflektometrie bestimmte orts- und zeitaufgelöste relative Änderung des Reflexionsgrades  $\Delta R/R$  korreliert mit der berechneten Dynamik der Ablation (Abbildung 5). So wurden für  $t = 1,5$  ps nach der Anregung durch den ersten Puls die größten Werte  $\Delta R/R$  mit den größten Durchmessern gemessen. Zu diesem Zeitpunkt liegt noch keine Ablation durch Spallation vor und  $\Delta R/R$  wird nur durch die Änderung der Elektronentemperatur  $T_e$  bestimmt. Für  $t = 200$  ps ist die Elektronen-Phononen-Kopplung bereits abgeschlossen, weshalb die Elektronentemperatur auf deutlich geringere Werte gefallen ist und auch die lateralen Abmessungen von  $\Delta R/R$  haben sich im Vergleich zu  $t = 1,5$  ps deutlich verringert. Weiterhin findet bereits eine Ablation statt, wodurch sich eine Ringstruktur von  $\Delta R/R$  mit einem Minimum im Zentrum der Wechselwirkungszone bildet. Zum Zeitpunkt  $t = 401$  ps ist die direkte Wechselwirkung der Ablationswolke des ersten Pulses mit dem zweiten Puls abgeschlossen, weshalb die höchsten Werte  $T_e$  vorliegen und sich das Gas-Flüssigkeits-Gemisch (GFG) bildet. Das GFG besitzt bei  $t = 401$  ps jedoch noch annähernd die Dichte von flüssigem Gold, weshalb eine erhöhte Absorption und eine Streuung der Probelaserstrahlung im GFG zu diesem Zeitpunkt vernachlässigt werden kann und der Reflexionsgrad dem der erhitzten Flüssigkeit entspricht. Zum Zeitpunkt  $t = 410$  ps, also nur 9 ps später, hat sich das GFG jedoch bereits deutlich ausgedehnt. Folglich finden eine starke Streuung und Absorption der Probelaserstrahlung im GFG statt, wodurch  $\Delta R/R$  auf Werte von -1 sinkt und kein Signal vom Detektor gemessen werden kann. Der räumliche Bereich von  $\Delta R/R \approx -1$  ist auf den

#### Literaturverzeichnis

- [1] K. Sugioka, Nanophotonics **6**, 2913 (2017)
- [2] A. Horn, C.-C. Kalmbach, J.G. Moreno, V. Schütz, U. Stute, L. Overmeyer, Physics Procedia **39**, 709 (2012)
- [3] 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)
- [4] C. Kerse, H. Kalaycioglu, P. Elahi, B. Cetin, D.K. Kesim, Ö. Akcaalan, S. Yavas, M.D. Asik, B. Öktem, H. Hoogland, R. Holzwarth, F.Ö. Ilday, Nature **537**, 84 (2016)
- [5] A. Žemaitis, M. Gaidys, M. Brikas, P. Gečys, G. Račiukaitis, M. Gedvilas, Scientific reports **8**, 17376 (2018)
- [6] D. Metzner, P. Lickschat, A. Engel, T. Lampke, S. Weißmantel, Applied Physics A **128** (2022)
- [7] D. Metzner, P. Lickschat, S. Weißmantel, Journal of Laser Applications **33**, 12057 (2021)
- [8] P. Lickschat, D. Metzner, S. Weißmantel, Journal of Laser Applications **33**, 22005 (2021)
- [9] M. Olbrich, T. Pflug, C. Wüstefeld, M. Motylenko, S. Sandfeld, D. Rafaja, A. Horn, Optics and Lasers in Engineering **129**, 106067 (2020)
- [10] T. Pflug, M. Olbrich, J. Winter, J. Schille, U. Löschner, H. Huber, A. Horn, J. Phys. Chem. C **125**, 17363 (2021)
- [11] J.M. Liu, Opt. Lett. **7**, 196 (1982)
- [12] T. Pflug, J. Wang, M. Olbrich, M. Frank, A. Horn, Applied Physics A **124**, 17572 (2018)

Bereich der Ablationswolke des ersten Pulses beschränkt. In den umliegenden Bereichen korreliert  $\Delta R/R$  wieder mit  $T_e$ , wobei für  $t = 800$  ps räumliche Modulationen von  $\Delta R/R$  auftreten, welche auf den zusätzlichen Abtrag durch den zweiten Puls zurückzuführen sind.

#### 5. Zusammenfassung

Eine dünne Goldschicht ( $d_z = 150$  nm mit 25 nm Haftvermittlerschicht aus Chrom auf einem Substrat aus Quarzglas) wurde mit Einzel- und Doppelpulsen von ultrakurz gepulster Laserstrahlung (Pulsdauer  $\tau_H = 40$  fs, Wellenlänge  $\lambda = 800$  nm, zeitlicher Pulsabstand  $\Delta t = 400$  ps, Spitzenfluenz pro Puls  $H_0 = 1.5 H_{thr}$ ) bestrahlt. Die Doppelpulse wurden mit Hilfe eines auf dem Prinzip eines Mach-Zehnder-Interferometers basierenden Aufbaus erzeugt. Die Topografie der Abtragsstrukturen für den Doppelpuls mit  $H_{tot} = 2 \cdot 1.5 H_{thr}$  stellt eine Kombination der Abtragsstrukturen der Einzelpulse mit  $H_0 = 1.5 H_{thr}$  und  $H_0 = 3.0 H_{thr}$  dar. Die Ursache dafür kann mit den durchgeführten TTM-HD-Simulationen gefunden werden. In der Mitte findet die Wechselwirkung des zweiten Pulses mit der Ablationswolke des ersten Pulses statt, wodurch sich ein allseitig expandierendes Gas-Flüssigkeits-Gemisch bildet. Dieses bewirkt einen Impulsübertrag auf das nichtabgetragene flüssige Material des ersten Pulses und drückt dieses aus der Wechselwirkungszone. In den umliegenden Bereichen findet hingegen eine Wärmeakkumulation durch die absorbierte Energie von jeden der beiden Pulse statt. Die simulierte Dynamik der Ablation konnte weiterhin mit Hilfe der mittels abbildender Pump-Probe-Reflektometrie bestimmten zeit- und orts aufgelöste relativen Änderung des Reflexionsgrades  $\Delta R/R$  validiert werden.

#### Danksagung

Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Finanzierung des Projektes MULTIPULS (458053570) sowie für die Finanzierung der Laborausstattung (INST 522/14-1 FUGG).



# Keramikschiweißen mit Ultrakurzpulslasern

Daniel Conrad\*, Maria Reichenbächer\*, Marcella Münch\*\*

\*ifw Jena - Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH, Jena, Deutschland

\*\*Friedrich-Schiller-Universität Jena, Jena Deutschland

*Das Fügen von gesinterter technischer Keramik ist eine Herausforderung, insbesondere, wenn die Fügezone die gleichen Eigenschaften wie die Keramik ausweisen soll. Am ifw Jena werden daher Schweißversuche an intransparenten Keramiken mit Ultrakurzpulslasern durchgeführt. Aufgrund der schmalen Schweißnähte ( $< 100 \mu\text{m}$ ) und der kurzen Prozesszeit können Risse sowie Poren vermieden und eine signifikante Erwärmung des Grundkörpers ausgeschlossen werden. Potentiell soll es dadurch ermöglicht werden auch thermisch empfindliche Komponenten in der Keramik versiegeln zu können.*

*Joining sintered technical ceramics is a challenge, especially if the joining zone is to exhibit the same properties as the ceramic. At ifw Jena, welding tests are therefore carried out on intransparent ceramics with ultrashort pulse lasers. Due to the narrow weld seams ( $< 100 \mu\text{m}$ ) and the short process time cracks and pores can be avoided and significant heating of the base body can be excluded. This should potentially make it possible to seal thermally sensitive components in the ceramic.*

## 1. Einleitung

Technische Keramik ist eine Stoffgruppe mit herausragenden Eigenschaften wie hoher Härte, Abriebfestigkeit, chemischer Resistenz, elektrischer Isolation und Durchschlagsfestigkeit. Je nach Werkstoff können diese auch variabel eingestellt sein. Aufgrund der genannten Charakteristika wird technische Keramik in fast allen Technologiebereichen eingesetzt [1, 2]: Keramische Wälzlager können sehr hohe Lasten aufnehmen und zeigen nur minimalen Verschleiß. Implantate für Knochen, Gelenke und Zähne können aus Keramik gefertigt werden und zeigen neben geringem Verschleiß zusätzlich eine gute Bio-Verträglichkeit. Im Hochtemperaturbereich, z. B. in Öfen und Turbinen, können spezielle Keramikwerkstoffe den Einsatztemperaturen von bis zu  $2500^\circ\text{C}$  ohne Verzug oder Ermüdung standhalten. In der Elektrotechnik und Elektronik kommen Keramikbauteile als Isolatoren oder in Kondensatoren zum Einsatz. Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), welches mit einem Marktanteil von 80 % der wichtigste Vertreter der keramischen Werkstoffe ist, kommt beispielsweise in der chemischen Industrie aufgrund seiner Korrosionsresistenz vielfach als Leitungs- und Wandungsmaterial zum Einsatz. Darüber hinaus ermöglichen neuere Keramikmembranen die energieeffiziente Filterung von Flüssigkeiten oder sogar Gasmolekülen [3].

Für die Herstellung keramischer Bauteile aus einer keramischen Rohmasse ist ein energie- und zeitaufwendiger Brennprozess erforderlich um zum einen die hohen Sinteremperaturen zu erreichen und gleichzeitig thermisch induzierte Spannungen gering zu halten. Daher kann es gerade bei komplizierten Bauteilgeometrien mit großen Abmessungen vorteilhaft sein, ein Bauteil aus mehreren kleinen und fertig gebrannten Komponenten zu fügen anstatt komplett zu brennen. Dadurch können

kleinere Ofenanlagen verwendet werden und die Brenndauer sowie die Energiekosten minimiert werden.

Um die einzelnen Komponenten zusammenzufügen werden geeignete Fügeverfahren benötigt, welche den Anforderungen im Einsatz gerecht werden. Etablierte Verfahren sind das Kleben und das Lötten. Diese haben jedoch entweder bezüglich ihrer späteren Anwendung oder bezüglich des Fügeprozesses selbst verschiedene Nachteile. So kann es z. B. sein, dass die Fügeverbindungen für bestimmte Anwendungen nicht ausreichend gasdicht oder temperaturbeständig sind. Andererseits können aber auch temperaturempfindliche Komponenten (z. B. Elektronik) verbaut sein, sodass ein ofengebundener Fügeprozess gar nicht mehr möglich ist. In diesen Fällen sind Fügeverfahren mit hohen Temperaturen oder mit Zusatzwerkstoffen wie Klebstoff oder Lot ungeeignet. Stattdessen muss eine stoffschlüssige Fügetechnologie angewendet werden, die mit begrenztem Wärmeeintrag und ohne Zusatzwerkstoffe auskommt und eine Fügeverbindung realisiert, die ähnliche Eigenschaften wie das Grundmaterial aufweist.

Daher wird am ifw Jena im Rahmen eines F&E-Projektes das Mikroschweißen intransparenter keramischer Werkstoffe mittels Ultrakurzpulslaser untersucht. Ziel ist die Herstellung gasdichter Schweißverbindungen an den vielseitig eingesetzten Keramikwerkstoffen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und Aluminiumnitrid ( $\text{AlN}$ ).

Da keramische Werkstoffe ähnliche mechanische und thermische Eigenschaften (sprödhart, hohe Schmelztemperatur) wie Gläser aufweisen, wird in der Anwendung dieses Fügeprozesses ein großes Potential mit vergleichbaren Vorteilen wie beim UKP-Fügen von Gläsern [4] gesehen. So könnten z. B. thermisch induzierte Spannungen, die von diesen Materialien nur begrenzt toleriert werden, vermieden werden, da der Fügeprozess

mit seiner extrem kurzen Aufschmelz- und Abkühldauer sowie der sehr kleinen Schmelzvolumina die Bauteile kaum erwärmt. Während beim Einsatz von Nanosekundenlasern zum Laserschweißen von Keramik die Bauteile teilweise temperiert werden müssen [5, 6], oder die Fügeverbindungen aufgrund von Mikrorissen nicht gasdicht sind [7], könnten mit dem Einsatz von Ultrakurz-pulsLasern solide Mikronähte erzeugt werden. Im Gegensatz zum Fügen von Gläsern gibt es zu keramischen Materialien jedoch bisher nur sehr wenige Veröffentlichungen, z. B. Penilla et. al. [8]. Daher wird der Prozess am ifw Jena an keramischen Werkstoffen vorrangig grundhaft erforscht.

Zu den erwarteten Vorteilen des Fügeverfahrens zählen der Verzicht auf Zusatzwerkstoffe (Kosteneinsparung, kein Ausgasen), nahezu identische Eigenschaften der Fügezone mit dem Grundmaterial, minimale thermische Belastung der Bauteile, eine kurze Prozessdauer sowie ein geringer Energiebedarf im Vergleich zum Ofenprozess. Außerdem besteht die Möglichkeit, Bauteile zu fügen, die für kleinere Öfen zu groß sind. Auf der anderen Seite sind Anwendungsgrenzen dieses Prozesses hinsichtlich der relativ kleinen Schmelzvolumina und der starken Streuung der Laserstrahlung in der kristallinen Materialstruktur zu erwarten, wodurch nur begrenzte Einschweißtiefen erreicht werden können. Aus demselben Grund wird die Herstellung von Überlappverbindungen nur begrenzt möglich sein und das Verfahren vorrangig für Stumpfstoß-Verbindungen angewendet werden können.

## 2. Experimentelle Untersuchungen

Die bisherigen Untersuchungen wurden schwerpunktmäßig an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Keramik sowie an AlN-Keramik als wichtige Vertreter für die Gruppen der Oxid- und Nitridkeramiken durchgeführt. Darüber hinaus ist die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf weitere Werkstoffe, wie beispielsweise ZrO<sub>2</sub>- oder Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Keramik, geplant.

Tabelle 1: Ausgewählte Materialkennwerte der verwendeten Proben. [9]

Materialkennwerte	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Keramik	AlN-Keramik
Biegefestigkeit [MPa]	280 – 370	300 – 460
Bruchzähigkeit [MPa m <sup>1/2</sup> ]	3,0 – 5,0	2,75 – 6,0
Wärmeleitfähigkeit (20 °C) [W/m K]	15 – 27	80 – 100
Wärmeausdehnungs-koeffizient [1 x 10 <sup>-6</sup> /°C]	7,5 – 9,1	3,3 – 5,5
Einsatztemperatur [°C]	1200 – 1800	800

Zur Identifizierung des materialspezifischen Prozessfensters für einen Schweißprozess wurde das *Hyper-Rapid 25*-Lasersystem der Firma Coherent genutzt. Das Lasersystem besitzt eine Pulsdauer von 7 bis 9 ps und ermöglicht die Variation der Wellenlänge (1064 nm, 532 nm und 355 nm), der Pulsrepetitionsrate (100 kHz – 1000 kHz) und der Pulsenergie (< 200 µJ). Zur Fokussierung wurde ein F-Theta Objektiv mit einer Brennweite von 80 mm verwendet und damit ein Fokusedurchmesser von 16 µm (1/e<sup>2</sup>) erreicht. Zur Strahlablenkung wurde das Glavanometer-Scansystem HurryScan der Scanlab GmbH genutzt.

Um die prinzipiellen Wechselwirkungen der Laserstrahlung mit den verschiedenen Keramiken zu untersuchen und Parameterbereiche zur Erzeugung einer Schmelzphase zu identifizieren, wurden zunächst Punktschweißversuche durchgeführt. Dabei trifft ein definierter Laser-Pulszug auf die Werkstückoberfläche, ohne dass eine Relativbewegung ausgeführt wird. Neben der Pulsenergie und der Pulsdauer wurden hier vor allem die Auswirkung des zeitlichen Einflusses über die Repetitionsrate sowie die Anzahl der Laserpulse hinsichtlich der Entstehung einer Schmelzphase untersucht. Treffen genügend Pulse in zeitlich kurzen Abständen auf das Material, kommt es zur Wärmeakkumulation und zur Ausbildung einer schmelzflüssigen Phase, welche für den späteren Fügeprozess gewünscht ist. Das dafür notwendige Prozessfenster wird durch verschiedene andere Wechselwirkungsprozesse begrenzt. So kommt es bei der UKP-Bearbeitung im Falle hoher Pulsenergien und niedriger Pulsfolgefrequenzen zunächst zur „kalten Ablation“, welche sich durch einen präzisen Materialabtrag ohne Aufschmelzen auszeichnet. Wird hingegen zu viel Wärme in einem Punkt konzentriert, kommt es zum Verdampfen und damit zu einem ungleichmäßigen Schmelzaustrieb. Durch schrittweise Steigerung der Pulsenergie bei verschiedenen Parameterkombinationen wurden in den Untersuchungen die Schwellen für das Einsetzen dieser Prozesse für Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- und AlN-Keramik ermittelt und im ‚optimalen‘ Parameterbereich Schmelzlinien erzeugt, deren Größe in der Dimension des Laserspots liegt. Durch Variation weiterer Prozessparameter, wie Pulsanzahl, Pulsdauer, Pulsrepetitionsrate und Fokulage wurden geeignete Parameterbereiche identifiziert. Anschließend wurden ausgewählte Parameterkombinationen auf Linienschweißversuche übertragen und der Einfluss der Scangeschwindigkeit auf die entstehende Schmelzzone untersucht sowie erste Stumpfstoßschweißungen realisiert.

Die so erzeugten Schmelzonen wurden anschließend vermessen und bewertet. Bewertungskriterien waren dabei u. a. der Durchmesser und die Tiefe des Schweißpunktes, seine Form an der Oberfläche sowie das Auftreten von Rissen und Poren. Zum Einsatz kam hierzu u. a. ein Laserscanning-Mikroskop (LSM) der Firma Keyence (VK-X100), um die Rauheit der Fügeflächen sowie das Oberflächenprofil der Schmelzonen zu bestimmen. Mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM)

wurde zudem die Oberfläche der Schmelzzonen auf Mikrorisse und Poren untersucht und die Geometrie sowie die Struktur der Fügeverbindungen im Querschnitt (Anschliff) begutachtet.

### 3. Ergebnisse

Bevor mit den eigentlichen Untersuchungen zum Schmelzen bzw. Schweißen der Keramikwerkstoffe mittels UKP-Laser begonnen wurde, wurden die Versuchsmaterialien charakterisiert. Dies ist notwendig, um einen etwaigen Einfluss von Eigenschaften, wie etwa der Materialdicke, der Materialzusammensetzung oder auch der Oberflächengestalt (Rauheit, Gefügestruktur) auf den Schweißprozess bzw. das erzielte Schweißergebnis nachweisen zu können. Die zur Verfügung stehenden  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramiksubstrate haben Materialdicken zwischen 0,6 mm und 3 mm, eine Reinheit von ca. 99 %, sowie eine stärker variierende Rauheit von  $R_a = 0,4 - 1 \mu\text{m}$ .

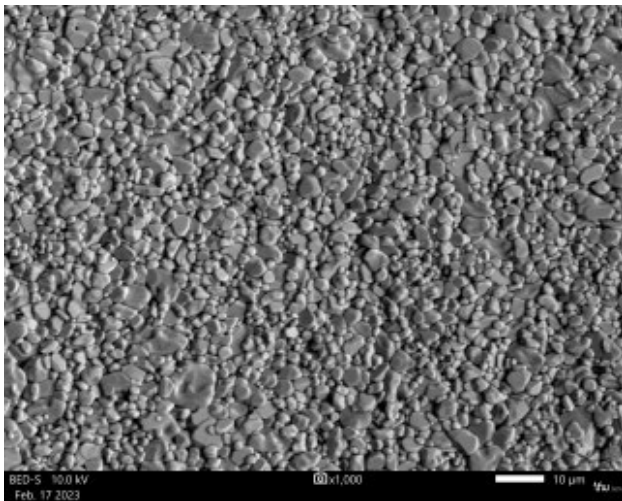


Abbildung 1: REM-Aufnahme einer  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramikprobe.

Ziel der experimentellen Untersuchungen war es, zunächst für die Werkstoffe  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - und  $\text{AlN}$ -Keramik Parameterbereiche zu identifizieren, bei denen das Material in die schmelzflüssige Phase übergeht und als konkav oder konvex geformte Schmelzlinse erstarrt. Die nachfolgenden Ergebnisse beziehen sich auf die Untersuchungen mittels ps-Laser (Pulsdauer: 9 ps, Wellenlänge: 1064 nm). In den Experimenten wurden folgende Prozessparameter variiert:

- Pulsanzahl: 10 – 600.000
- Repetitionsrate: 100 – 1000 kHz
- Pulsenergie: 9 – 18,1  $\mu\text{J}$

Die erzielten Oberflächenveränderungen sind im Wesentlichen durch eine Mischung aus Ablation und Schmelzaufwurf charakterisiert. Geometrische Kenngrößen des Oberflächenprofils, wie die Tiefe des entstandenen Kraters oder die Höhe und der Durchmesser des Schmelzaufwurfes wurden mittels LSM bestimmt und in Bezug auf die Prozessparameter bewertet.

Die Auswertung der Versuche zeigte, dass es mit steigender Anzahl an Laserpulsen, welche auf die Materialoberfläche einwirken, zunehmend zur Akkumulation der Energie und folglich zur Ausbildung eines Kraters mit ringförmigem Schmelzaufwurf kommt (Abbildungen 2 und 3). Form und Größe des Schmelzrings variieren dabei sehr stark. Die Vergrößerung des Krater- bzw. Schmelzring-Durchmessers verhält sich bei der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik zunächst proportional ( $< 6000$  Pulse) zur Pulsanzahl bzw. der Lasereinwirkdauer. Bei weiterer Erhöhung der Pulsanzahl (bis 600.000 Pulse) bleiben die Durchmesser dann weitestgehend konstant.

Im Vergleich sind die Oberflächenveränderungen hinsichtlich Durchmesser und Tiefe an der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramikprobe ausgeprägter als im Falle von  $\text{AlN}$ . Diesbezüglich zeigen die Versuchsergebnisse auch, dass die  $\text{AlN}$ -Keramik erst bei höheren Pulsanzahlen Schmelze bildet. Eine Ursache für das unterschiedliche Schmelzverhalten der beiden Materialien könnte die deutlich bessere Wärmeleitung der  $\text{AlN}$ -Keramik ( $\geq 80 \text{ W/mK}$ ) gegenüber der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik ( $\geq 15 \text{ W/mK}$ ) sein [9]. Während die akkumulierte Wärme in der  $\text{AlN}$ -Keramik besser in die umgebenden Materialbereiche abgeleitet werden kann, kommt es bei der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik eher zu einem Wärmestau und folglich bereits früher zum Erreichen der Schmelztemperatur.

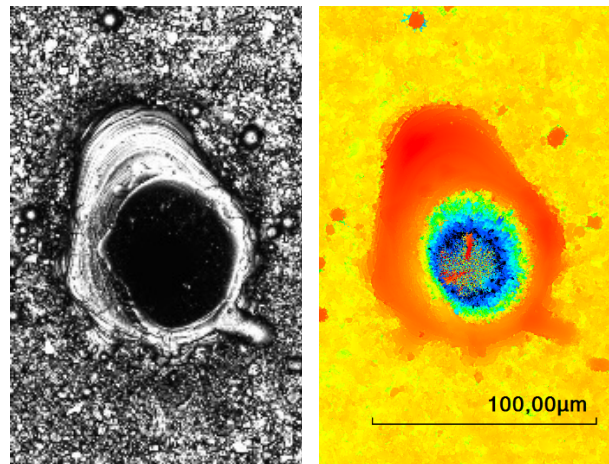


Abbildung 2: LSM-Aufnahme einer Schmelzlinse in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik; rechts: Höhenabstufung in Falschfarben dargestellt (Repetitionsrate 1000 kHz, Pulsanzahl 300.000 bei max. nutzbarer Pulsenergie 18,1  $\mu\text{J}$ ).

Bei hoher Pulsanzahl ( $> 100.000$ ) und entsprechend langer Lasereinwirkdauer konnten Krater erzeugt werden, deren Tiefe das 2 – 3-fache des Kraterdurchmessers beträgt. Dieser Effekt könnte vorteilhaft sein, um ähnlich wie beim „klassischen“ Laserschweißen mittels Keyhole eine größere Einschweißtiefe bzw. einen großen Verbindungsquerschnitt zwischen den Fügepartnern zu erzielen. Ob dieser Effekt beim Schweißen mittels UKP-Laser ebenfalls genutzt werden kann, müssen jedoch die zukünftigen Schweißversuche erst noch zeigen.

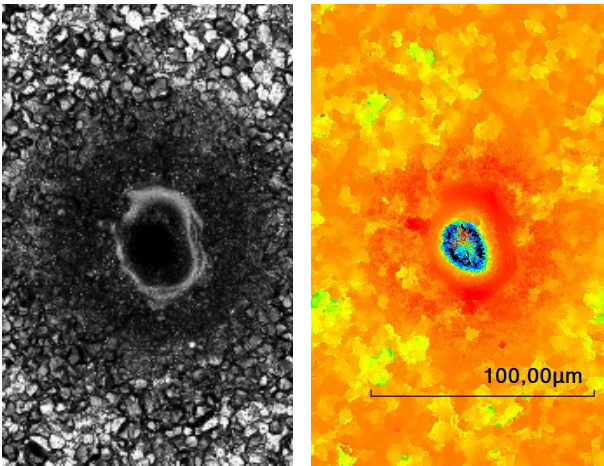


Abbildung 3: LSM-Aufnahme einer Schmelzlinse in AlN-Keramik; rechts: Höhenabstufung in Falschfarben dargestellt (Repetitionsrate 1000 kHz, Pulsanzahl 300.000 bei max. nutzbarer Pulsenergie 18,1 µJ).

Neben der Pulsanzahl hat auch die Repetitionsrate einen wesentlichen Einfluss auf die Schmelzbildung. In den Parameteruntersuchungen wurden für beide Materialien Pulsfrequenzen von 100 kHz, 600 kHz und 1000 kHz eingestellt. Die übrigen Prozessparameter wurden konstant gehalten. Die Ergebnisse der Versuche zeigen, dass bei einer relativ geringen Repetitionsrate von 100 kHz selbst bei hohen Pulsanzahlen bzw. längerer Einstrahldauer keine Schmelze in den Versuchsmaterialien erzeugt werden kann. Erst bei Repetitionsraten von 600 kHz und 1000 kHz trat ausreichend Schmelze auf. Dieser Effekt der sogenannten „Puls-zu-Puls-Wärmeakkumulation“ ist begründet in der zunehmenden Erwärmung des Werkstücks im Bereich der Lasereinwirkzone, da die eingebrachte Energie in den kürzeren Zeitabständen zwischen zwei aufeinanderfolgenden Laserpulsen nicht vollständig in die umgebenden Materialbereiche abgeleitet werden kann. Die Versuchsergebnisse zeigen weiterhin, dass mit steigender Repetitionsrate der Durchmesser der Schmelze sowie die Abtragtiefe zunehmen. In den nachfolgenden Abbildungen 4 und 5 sind die erzielten Durchmesser der Schmelzlinse in Abhängigkeit von der Pulsanzahl und der Repetitionsrate dargestellt.

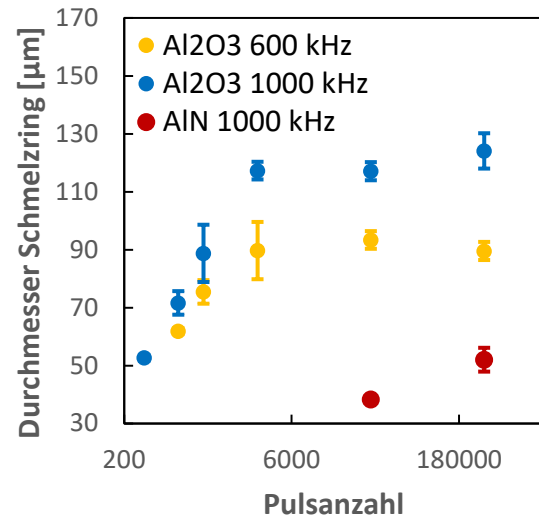


Abbildung 4: Max. Schmelzringdurchmesser von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- bzw. AlN-Keramik bei verschiedenen Repetitionsraten und max. nutzbarer Pulsenergie.

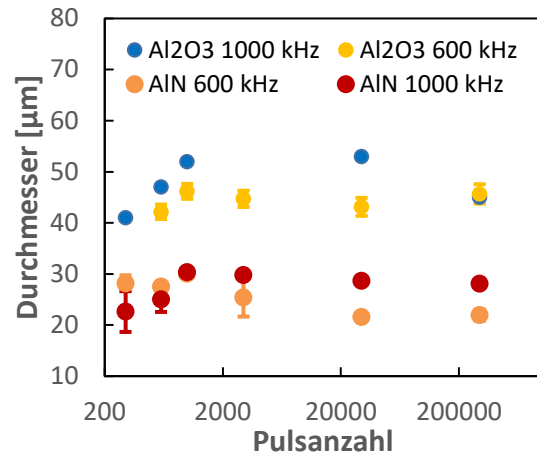


Abbildung 5: Max. Durchmesser des Abtrags von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- bzw. AlN-Keramik bei verschiedenen Repetitionsraten und max. nutzbarer Pulsenergie.

Ausgehend von den Ergebnissen der punktförmigen Schmelzversuche werden in den laufenden Untersuchungen Blindschweißnähte erzeugt. Dabei kommen mit der Vorschubgeschwindigkeit und der Pulsüberlappung zwei weitere miteinander verknüpfte Prozessparameter hinzu, deren Einfluss auf das Schmelzergebnis derzeit näher untersucht wird.

Erste Ergebnisse der Parameteruntersuchung an Blindschweißnähten in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Keramik zeigen, dass der Schmelzprozess von einzelnen Punkten auf linienförmige Konturen übertragbar ist. Die Schweißgeschwindigkeit wurde zwischen 10 mm/s und 60 mm/s variiert. In Abbildung 6 sind die erzeugten Schmelzspuren dargestellt. Die Versuche zeigen, dass bei relativ geringen Geschwindigkeiten (< 20 mm/s) Material ablatiert wird, was eine leichte Grabenbildung zur Folge hat, aber auch viel Material erschmolzen wird, wodurch eine relativ breite Schmelzspur entsteht. In der Schmelzspur sowie in deren Umgebung können z. T. größere Schmelzperlen

beobachtet werden, was für den Auswurf größerer Materialbestandteile spricht. Bei höheren Geschwindigkeiten ( $> 40 \text{ mm/s}$ ) tritt ebenfalls Schmelze auf, jedoch ist die Schmelzspur hier schmaler und wird regelmäßig von kleinen, aber tiefen Kratern unterbrochen. Vermutlich wurde auch hier ein Teil des Materials ablatiert oder zumindest verlagert. Die optimalen Prozessbedingungen zur Erzeugung einer kontinuierlichen, gleichmäßigen Schmelzspur finden sich offenbar nur in einem schmalen Prozessfenster ( $25 \text{ mm/s} - 35 \text{ mm/s}$ ) und müssen in weiteren feinstufigen Parameteruntersuchungen ermittelt werden. Die ersten Experimente hierzu zeigten bereits, dass die Entstehung von Schmelze erst ab einer bestimmten Pulsenergie bzw. Laserfluenz möglich ist. Während bei einer Laserfluenz von  $4,5 \text{ J/cm}^2$  noch überwiegend Ablation zu beobachten war, konnte mit  $9 \text{ J/cm}^2$  bereits überwiegend Schmelze erzeugt werden. Dieser Effekt hängt mit der oben bereits erläuterten Wärmeakkumulation zusammen, die entweder oberhalb einer bestimmten Laserfluenz oder unterhalb eines bestimmten zeitlichen Pulsabstands auftritt. Die je Laserpuls eingebrachte und im Material in Wärme umgewandelte Energie kann in diesen Fällen nicht mehr vollständig in die Umgebung abgeleitet werden. Dadurch kommt es im Bereich der Lasereinwirkzone zur Wärmeakkumulation und Erwärmung bis zur Schmelze des Materials. Ist die eingetragene Energie dagegen relativ gering, wird das Material lediglich ablatiert, reicht aber nicht aus, um das Material stärker zu erwärmen. Die Schwelle, ab der Wärmeakkumulation und folglich Schmelze auftritt, hängt neben dem Material noch von weiteren Faktoren ab und muss noch genauer ermittelt werden.

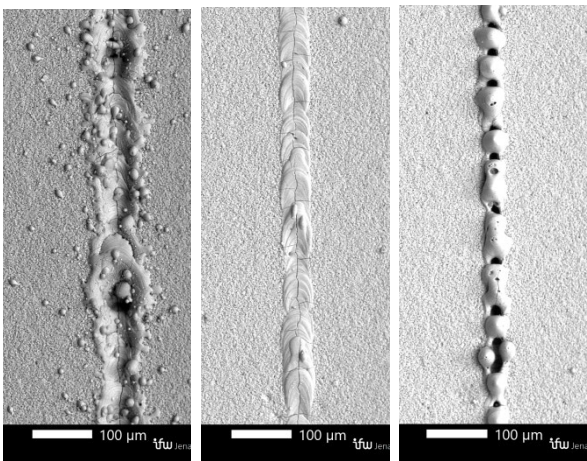


Abbildung 6: Blindschweißnähte in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik mit Scangeschwindigkeiten von 10, 30 und 50 mm/s (v.l.n.r.); (Repetitionsrate 1000 kHz, Pulsenergie 18,1  $\mu\text{J}$ )

Im Rahmen der Untersuchungen an Blindschweißnähten wurden auch erste Fügeversuche durchgeführt. Durch Anwendung ausgewählter Prozessparameter konnte der Schmelzprozess von den Blindschweißnähten erfolgreich auf „echte“ Schweißnähte zum Überbrü-

cken des Fügspalts übertragen werden. In Abbildung 7 ist im oberen Bild mittig die Schweißnaht in der Draufsicht dargestellt. Das untere Bild zeigt in der linken und rechten Bildhälfte jeweils die aufgebrochenen Querschnittsflächen der beiden Fügepartner mit dem farblich gut sichtbaren Übergang von Schweißnaht (Tiefe:  $300 \mu\text{m} - 350 \mu\text{m}$ ) zum Grundmaterial.

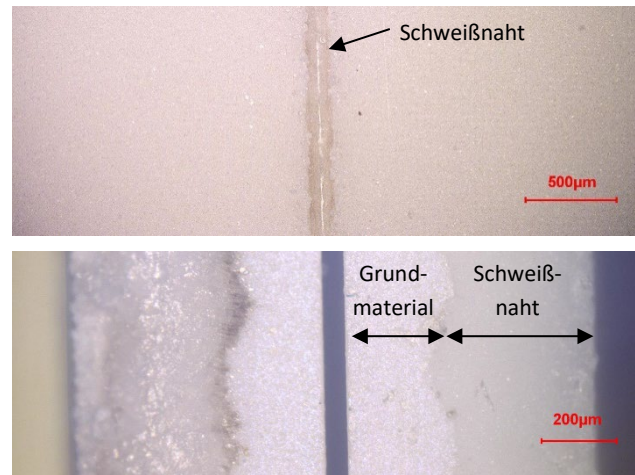


Abbildung 7: Erste Versuchsergebnisse zum Fügen von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik mittels UKP-Laserschweißprozess (oben: Draufsicht auf die Schweißnaht, unten: Bruchbild der Schweißnaht entlang der Fügezone).

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der Prozessuntersuchungen konnten die in der Literatur veröffentlichten Ergebnisse zum lokalen Schmelzen keramischer Werkstoffe mittels UKP-Laserstrahlung bestätigt und erweitert werden. Für die Werkstoffe  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - sowie  $\text{AlN}$ -Keramik wurden geeignete Laserparameter zur Erzeugung von Schmelzlinien identifiziert. Inwieweit diese dazu geeignet sind, rissfreie, gasdichte Schweißverbindungen mit ausreichender Festigkeit zu realisieren, müssen die weiteren Untersuchungen im laufenden Forschungsprojekt zeigen.

In den laufenden Parameteruntersuchungen an Blindschweißnähten sollen die Einflüsse von Repetitionsrate, Pulsüberlappung und Schweißgeschwindigkeit noch detaillierter untersucht werden. Hierbei sind auch Experimente mittels Burstmodus vorgesehen. Des Weiteren sollen aber auch Möglichkeiten zur Vergrößerung der Schmelzspurbreite und -tiefe durch Fokusanpassung und Wobble-Bewegung untersucht werden.

Im Anschluss soll der Prozess auf zwei im Stumpfstoß zu schweißende Fügepartner übertragen werden. Dabei sollen neben den laserspezifischen Parametern dann auch die Schweißspaltbreite und -form untersucht werden. Ziel ist die Vergrößerung der Einschweißtiefe, um schließlich den Querschnitt und damit die Festigkeit der Schweißverbindung zu erhöhen.

## Danksagung

Das Forschungsvorhaben wird unter der Kennnummer 49MF220074 durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Die Autoren bedanken sich hierfür im Namen des ifw Jena.



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Klimaschutz

## Kontakt

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

Ernst-Ruska-Ring 3, 07745 Jena

Daniel Conrad

dconrad@ifw-jena.de

## Literaturverzeichnis

- [1] J. Kriegesmann: DKG – Technische Keramische Werkstoffe., HvB-Verlag, Ellerau 2005, ISBN 978-3-938595-00-8
- [2] W. Kollenberg: Technische Keramik – Grundlagen, Werkstoffe, Verfahrenstechnik., Vulkan-Verlag, Essen 2004, ISBN 3-8027-2927-7
- [3] M. Schulze: „Keramik trennt Wasserstoff und Sauerstoff“, VDI Nachrichten vom 24.01.2014, abgerufen am 11.05.2022 unter <https://www.vdi-nachrichten.com/technik/werkstoffe/keramik-trennt-wasserstoff-und-sauerstoff/>
- [4] Cvecek, Kristian, et. al. „A review on glass welding by ultra-short laser pulses.“, International Journal of Extreme Manufacturing 1.4 (2019): 042001
- [5] Exner, H., et al. "Further progress in laser welding of ceramics.", International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics. Vol. 1993. No. 1. Laser Institute of America, 1993.
- [6] C. Riviere, M. Robin, G. Fantozzi : Comparison between two techniques in laser welding of ceramics; 01.01.1994; HAL archives-ouvertes; HAL Id: jpa-00252692
- [7] Marcus Winkler: "Untersuchungen zum Mikro-Laserfügen von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>", Bachelorarbeit an der Fakultät Ingenieurwissenschaften der Hochschule Mittweida, September 2016, Erstprüfer: Prof. Horst Exner
- [8] Penilla, E. H., et. al. "Ultrafast laser welding of ceramics.", Science 365.6455 (2019): 803-808
- [9] <https://www.coorstek.com/de/werkstoffe/ingenieurkeramikwerkstoffe> (abgerufen am 11.10.2023)

# Approaches for automatic detection of mispositioning during laser welding in hidden T-joints using optical coherence tomography

Timon Ahlers<sup>1</sup>, Ronald Pordzik<sup>1</sup>, Thorsten Mattulat<sup>1</sup>

<sup>1</sup>) BIAS - Bremer Institut für angewandte Strahltechnik GmbH, Bremen, Germany

## Abstract.

Laser welding of hidden T-joints, connecting the web-sheet through the face-sheet of the joint can provide advantages like increased lightweight potential in manufacturing sandwich structures with thin-walled cores. However, maintaining the correct positioning of the beam relative to the joint is challenging. A method to reduce the effort of positioning is using optical coherence tomography (OCT), that interferometrically measures the reflection distance inside of the keyhole during laser deep penetration welding. In this study new approaches for targeted data processing of the OCT-signal to automatically detect misalignments are presented. It is shown that considering multiple components from the inference pattern and the respective signal intensities improve the detection accuracy of misalignments.

## 1. Introduction

Optical coherence tomography (OCT) has become established as a robust method for geometrical measurement in the laser beam deep penetration welding process. The interferometric method provides information as a fast fourier transformed (FFT) interferometric spectrogram about how much of the reflected measurement radiation originates from a certain distance within the measurement range. Using scanners built into the processing optics, the OCT measurement spot can be flexibly positioned relative to the processing laser, so that a wide variety of in-situ optical distance measurement solutions can be implemented. Stadter et al. [1] used the technology for a leading detection of the joint position, which was used for a position control of the processing beam as well as for a geometric monitoring of the seam following the process. By coupling the measuring beam coaxially to the laser beam into the process zone, it is also possible to get geometrical information from within the keyhole. Schmoeller et al. [2] for example implemented a penetration depth control with this technology. Due to the strongly varying reflection conditions in the keyhole, targeted filtering of the measurement signal is necessary for accurate determination of the weld penetration depth. In studies such as those by Mittelstädt et al. [3] and Xie et al. [4], different approaches for statistical filtering have been investigated. These approaches use depth data, which is derived from the A-scan of the OCT sensor systems. Since no transmission of the measuring radiation occurs in metals the highest intensity of the A-scan is assumed to be induced by the reflected radiation from the actual measuring surface. All other local intensity maxima are considered as noise and are not regarded any further. Pordzik et al. [5] on the other hand have shown in their investigations that local maxima of higher orders induced through different reflection distances in the measuring range also provide relevant information for depth measurement inside the keyhole.

In a previous work by Mittelstädt et al. [6] the OCT sensor system was used for detection of misalignments in hidden T-joints. The detection of a misalignment via the OCT sensor is based on a transmission of the OCT radiation instead of a complete reflection inside a closed keyhole, as shown in Figure 1. To enable detection via a scalar threshold, the effective sample rate was derived as a measure. The effective sample rate is calculated as the percentage of measured depth values above a heuristically determined intensity threshold. This threshold is set to distinguish between valid depth data and measurement noise.

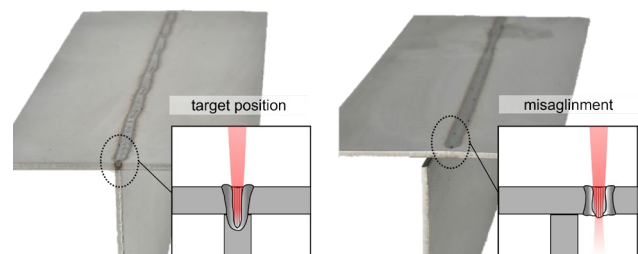


Figure 1: Different transmission conditions depending on the positioning of the process beam to the web sheet.

## 2. Experimental

### 2.1. Objective of the study

To reduce the effort of a very precise positioning of the joining zone to the laser needed for a reliable process in hidden T-joints, connecting the web-sheet through the face-sheet of the joint, by using a position control system it is first necessary to reliably detect a misalignment. In the production of genuine components, it is often not possible to implement such a sensor-based detection on the side of the web sheet. The approach developed by Mittelstädt et al. [6] allows such a detection system to be integrated coaxial to the process beam welding through the face sheet using an industry proven OCT system for weld depth measurement. The lateral misalignment between the web sheet and laser causes that the keyhole

and the surrounding weld pool are no longer centred in the web sheet. With increasing offset, the melt pool reaches the edge of the web plate and the keyhole in the web plate forms a lower opening. Mittelstädt et al. [6] showed in their investigation, that an lower opening of the keyhole causes a decrease of the reflected measurement radiation, which is indicated by the decreasing effective sample rate. In this study the potential use of further signal components as described by Pordzik et al. [5] in the A-Scan of an OCT sensor integrated in a laser beam welding optic for improved detection of misalignment in hidden T-joints was investigated.

## 2.2. Experimental setup

To correlate the different fractions of the OCT sensor data with the lateral offset of the laser and the web sheets welds of hidden t-joints with a defined angular offset were performed and the measurement depth as well as the intensities of the five highest peaks in the interferometric spectrogram were recorded and analysed. The measuring depth is given by the position of the local maximum in the fast Fourier transformed interferometric spectrogram [4]. The intensity describes the height of this local maximum, which is resolved in a numeric range between 1 and 999. These peaks, if significantly different from the background noise, should represent actual depth information in the measurement spot. Figure 3 illustrates different depth ranges and their representation in the intensity-depth distribution of the spectrogram. The effective sample rate, as derived by Mittelstädt et al. [6], and the intensity itself of the different peaks were considered as signals for the detection of the misalignment.

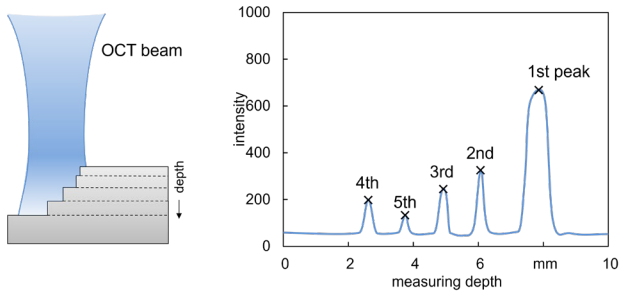


Figure 2: Schematic representation of a possible impact of different reflection distances in the measuring range into the interferometric spectrogram

The welding experiments were carried out using 2.4068 nickel as sample material. The specimens consisted of a web sheet with a thickness of 1.5 mm and a face sheet with a thickness of 0.8 mm clamped in a T-joint configuration. Both sheets were 50 mm wide and 120 mm long. For the welding experiments a Trumpf TruDisk 12002 solid state laser was used as a source of radiation. A YW52 optics from Precitec was equipped with the IDM system for OCT measurement from the same manufacturer. The measured focal diameter of the processing beam using second order moment algorithm was 306  $\mu\text{m}$  (see Figure 2), while the focus position was set onto the surface of the face sheet. To enable a

temporal correlation of the OCT data with a lower opening of the keyhole leaving the web sheet, a clamping device was designed in such a way that the web sheet can be monitored laterally with a highspeed camera, so that process emissions escaping from the open keyhole can be observed. A schematic of the setup can be seen in Figure 3.

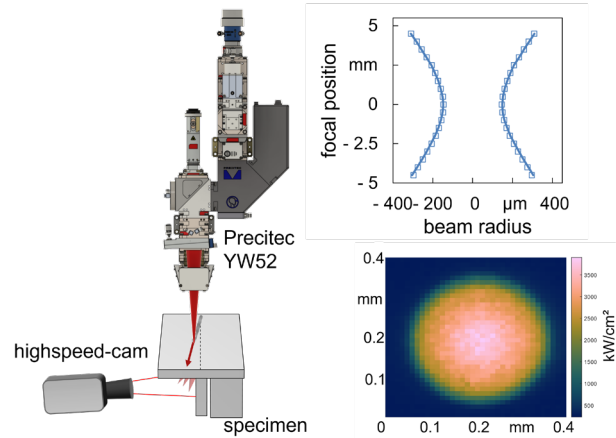


Figure 3: Schematic experimental setup (left) and caustic of the processing laser (right).

To shield the camera sensor from laser radiation a notch filter was used. A defined angular offset of the weld path to the web sheet was set. To ensure the comparability of the experiments, the repeatability of the clamping device has been examined and the lateral offset between the middle of web sheet and the laser beam was found to be below 30  $\mu\text{m}$  with a standard deviation of 15  $\mu\text{m}$ . To achieve a fixed keyhole position in the camera image, the laser optics and camera are operated statically, while

Table 1: System parameters of the experimental setup

<b>processing laser</b>	Trumpf TruDisk 12002
wavelength	1030 nm
processing optics	Precitec YW52
focal diameter	306 $\mu\text{m}$
Rayleigh length	2.297 mm
<b>OCT system</b>	Precitec IDM
wavelength	1.55 $\mu\text{m} \pm 35 \text{ nm}$
power	$\sim 40 \text{ mW}$
measurement frequency	70 kHz
measuring range	10 mm
<b>highspeed camera</b>	Photron Nova S12
frame rate	10000 Hz
exposure time	10 $\mu\text{s}$

the specimen itself is moved at welding speeds of 3 m/min to 12 m/min. The laser power was adjusted from 1250 W to 4000 W to achieve an approximate welding depth of 1.6 mm using the OCT signal for estimation of the penetration depth. For the three different welding



speeds two different angular offsets were applied: 2° and 4°. Each parameter set was repeated three times. Further parameters of the systems are given in Table 1.

Due to the high dynamics of the keyhole in laser beam deep penetration welding processes, the reflection conditions for the measurement radiation and consequently the OCT A-Scan varies strongly over time. To use these signals for a reliable determination of mispositioning, they initially must be filtered. The intensity signals are filtered with a floating average filter. The effective sample rate already underlies a time averaging due to its calculation over a certain amount of data points and does not require any further filtering. For the output signal to be analogous, both window sizes were kept identical. By z-normalizing the signals considered for the detection only the fluctuation of the signal is evaluated and not the absolute value, making them comparable. The z-normalization was carried out using the following formula:

$$y_{norm}(t) = \frac{y(t) - \mu}{\sigma}$$

The mean value  $\mu$  and the standard deviation  $\sigma$  were calculated from corresponding signals obtained from welds without an offset. To detect a misalignment in the OCT signals a  $\sigma$ -surrounding was defined. If the corresponding signal deviates by more than a multiple of the standard deviation, a misalignment is detected. During data analysis, the filter window size and factor of the  $\sigma$ -surrounding were varied to examine their influence on the detection rate.

### 3. Results and discussion

For the correlation of the measured depth data with the z-normalized signals an exemplary plot obtained from a weld with an angular offset of 2° at 3 m/min is shown in Figure 4. In Figure 4a the measuring depth of the first peak is plotted. The measured depth signal can be divided into three regimes. With a small positioning error (target position), the measured depths exhibit values ranging from depths right below the specimen surface to the expected weld depth. Due to the angular offset, the positioning error increases as the process proceeds. At one point, the signal changes significantly (transition). The density of the measured values initially decreases. The data points are distributed over the entire measuring range. With increasing offset a narrow band can be observed around the target welding depth, which progressively rises to higher measuring distances. Once the positioning error became so large that the keyhole with the surrounding melt pool has completely left the web sheet, the signal becomes stationary again (misposition). In the measuring distance corresponding to the distance of the face sheet, a slight agglomeration of data points

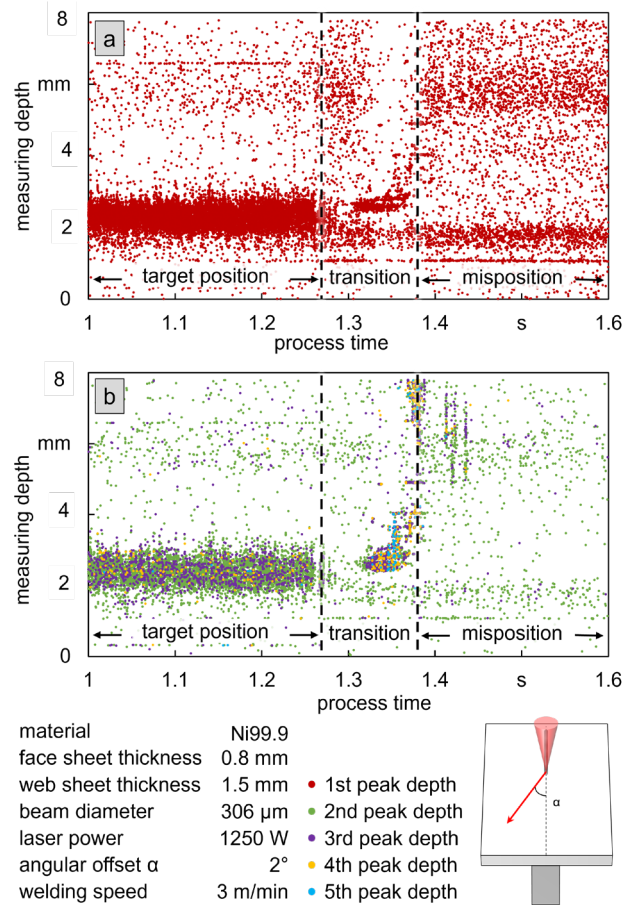


Figure 4: Exemplary plot of the a) first peak depth measurements and b) second to fifth peak depth measurements obtained from a weld with angular offset.

can be observed, even though the data point distribution is not as dense as in the signal with small positioning error. In Figure 4b results from the same weld sample are shown, but with the second to fifth order peaks instead of only the first order peak. The lower intensity peaks represent distances in the same ranges as the highest peak. Only a few measuring points scatter over the entire measuring range. An increased density of higher order measurement points can be observed in the transition regime. This is particularly noticeable for the 4th and 5th peak. Although the measurement points can be evaluated visually, a direct algorithmic decision whether there is a mispositioning is difficult to implement. Therefore, the signals require further processing. In Figure 5a the z-normalized effective sample rate of the five highest peaks is displayed for a sample with 3 m/min welding speed and an angular offset of 2°. In addition to the z-normalized signals, the time of the first lateral emission, derived from the high-speed camera image, is shown. As well as the  $3\sigma$ -surrounding for each signal and the moments at which the signal trespasses these boundaries for the first time downwards and upwards. All five relative sample rates are stable before the first lateral emission apart from small fluctuations. With the first lateral emission the sample rates decrease. For the first two peaks, the sample rate drops almost immediately below  $-3\sigma$ . While on the third peak, it takes about

40 ms until the sample rate decreases below the threshold. In contrary, the sample rates of the fourth and fifth peak never drops below the  $3\sigma$ -surrounding. Following the decrease, there is an increase to be observed. For the first peak the sample rate increases only slightly above the steady level, without leaving the  $3\sigma$ -surrounding. As the order of the peak increases, the relative sample rate also increases drastically. At the fifth peak the sample rate rises to about  $100\sigma$  above the average intensity. After this increase, the sample rate for the different peaks drops again. It decreases to a level comparable to the first decrease. Since the sample rate for the fifth peak in the stable process on the web sheet is very low and therefore the  $3\sigma$ -surrounding is very narrow, even small fluctuations lead to a transgression of the threshold, which leads to false detections. In Figure 5b the z-normalized averaged intensity of the same sample is illustrated. The averaged intensities show almost identical signal curves as the measurement density. Individual differences are apparent in the detection. The averaged intensity at the highest peak, unlike the first order sample rate, exceeds the  $3\sigma$ -surrounding during the short increase described above. The effective sample rate and the intensity signals differ slightly, which leads to different detections of misalignment in the given

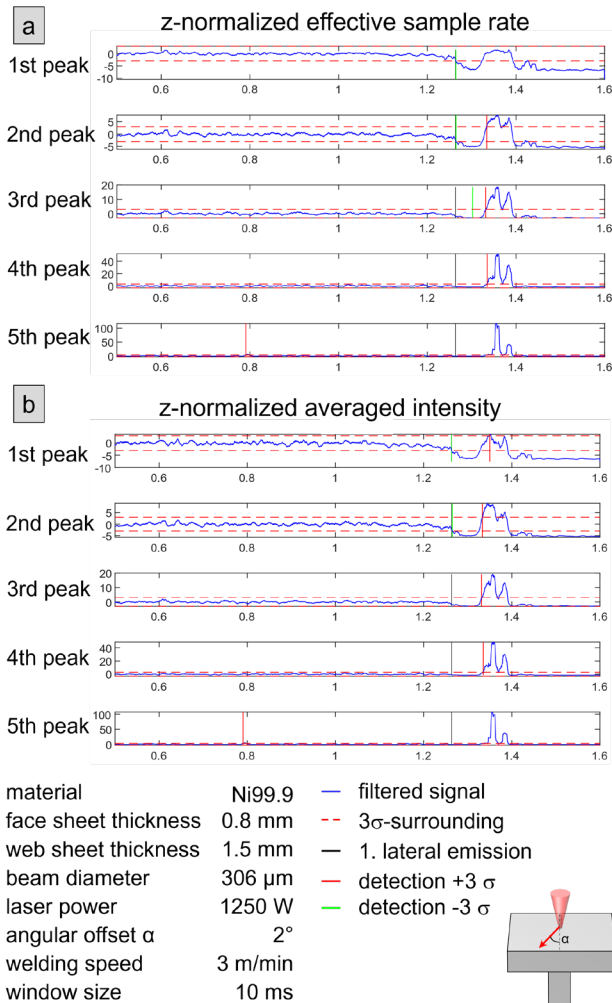


Figure 5: Signal characteristics of the five highest peaks of the z-normalized a) effective sample rate and b) averaged intensity at 3 m/min welding speed and 2° angular offset.

sample. For the first peak the averaged intensity increases in the region of the transition by more than twice the z-normalized effective sampling rate. The intensity signal of the third peak, on the other hand, decreases compared to the sampling rate by only  $0.2\sigma$  less, which already lead to no detection being possible. Since the non-detection via the intensity was caused by small numerical deviations and since the relative sample rate is a measure derived from the intensity, which entails an additional heuristically determined parameter, all further investigations were performed using the intensity.

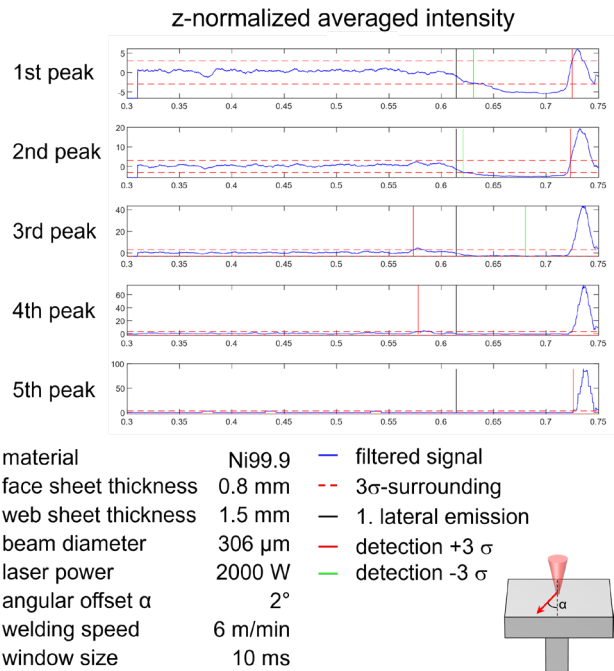


Figure 6: Z-normalized, averaged intensity of the five highest peaks in the interferometric spectrum of a sample with 6 m/min welding speed and 2° angular offset.

The characteristics of the z-normalized intensity at higher speeds is shown in Figure 6 for 6 m/min and in Figure 7 for 12 m/min. While the first decrease in the z-normalized intensity immediately after first lateral emission at 6 m/min is hardly different from that at 3 m/min, for 12 m/min no decrease in the intensity is observed within the ordinary variation of the signal. The short increase in intensity is significantly greater at 6 m/min for the first to fourth peak. For the fifth peak, the intensity rises in the transition regime to the same level compared to the sample at 3 m/min. For the 12 m/min sample, however, the short increase of the z-normalized intensity decreases compared to the 3 m/min sample, the intensity of the first peak does not leave the  $3\sigma$ -surrounding. At the fourth and fifth peak, on the other hand, false detections occur, before the first lateral emission. The time interval between the first lateral emission and said increase in intensity shows no direct correlation to the welding speed. At 3 m/min welding speed it takes on average  $70\text{ ms} \pm 9\text{ ms}$  after first lateral emission to leave the  $3\sigma$ -surrounding upwards, this increases to  $108\text{ ms} \pm 4\text{ ms}$  for 6 m/min. At 12 m/min, however, the

duration decreases again to 89 ms. Here, the variance of 36 ms is significantly higher.

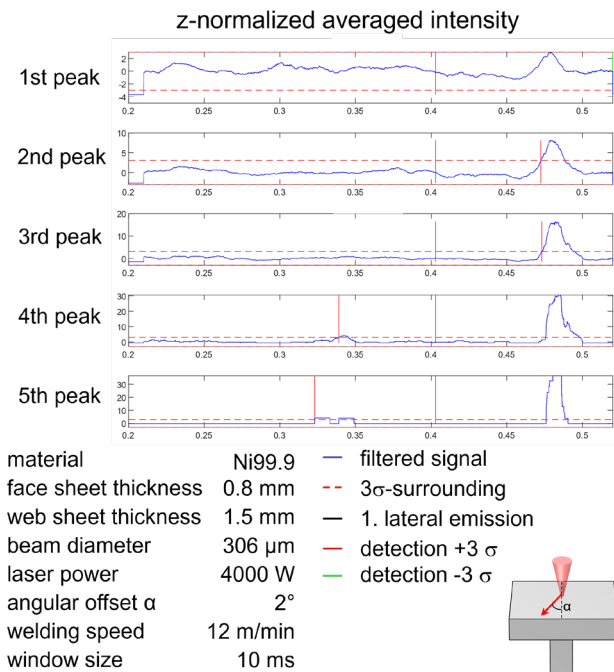


Figure 7: Z-normalized, averaged intensity of the five highest peaks in the interferometric spectrum of a sample with 12 m/min welding speed and 2° angular offset

An overview of a possible detection of misalignment via peaks of different orders is shown in Figure 8. The table illustrates the detection depending on the welding speed and the considered peak. All Samples with 2° angular offset were evaluated, while the floating average filter size was 10 ms and a  $3\sigma$ -surrounding was used for thresholding. Using the intensity of the first peak and the given detection parameters the mispositioning in all samples with welding speeds of 3 m/min and 6 m/min could be detected. To be able to detect the mispositioning at 12 m/min, the intensity of peak 2 or 3 must be considered. Due to the narrow  $3\sigma$ -surrounding, the higher order peaks are prone to raise false detections before the first lateral emission detected via the highspeed imaging. At 6 m/min, one specimen resulted in false detection at the third and fourth peak, while the fifth peak again did not trigger until the transition regime. Due to the high variation of the signal at high welding speeds, the fluctuation in the intensity of the highest peaks caused by leaving the web sheet is relatively small, so that detection via the given  $\sigma$ -surrounding is no longer possible. The increase of the intensity in the transition regime in the 2nd and 3rd peaks, on the other hand, is so prominent that the mispositioning can still be detected. The number of measurement points decreases significantly with increasing peak order, resulting in small standard deviations of the averaged intensities for higher order peaks, which consequently leads to higher sensitivity for false detections, when short-term fluctuations cause the intensities for these peaks to increase. A crucial aspect in the selection of the signal, however, is the detection time. While the first decrease in intensity

takes place within a few milliseconds, the detection of the following increase takes over 100 ms. Even at low welding velocities of 3 m/min, this results in a welded distance of 5 mm before any reaction is possible. Therefore, the highest peak with the most prominent first decrease in intensity remains critical for fast detection at low speeds.

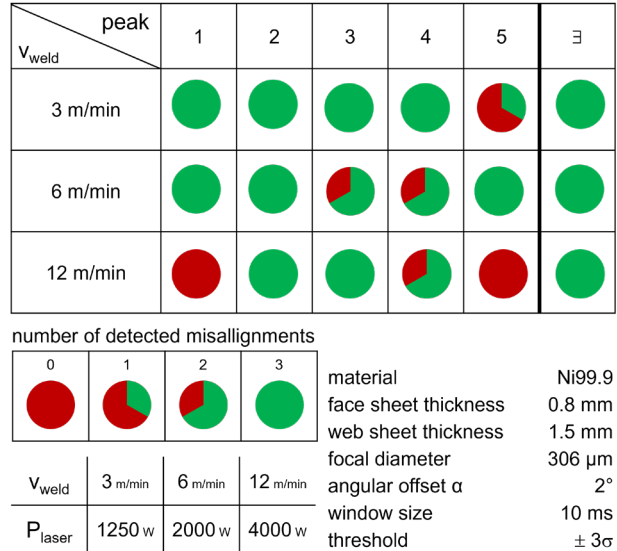


Figure 8: Detection of misalignment via the different peaks at varying speeds for 2° angular offset with a window width of the averaging filter of 10 ms and a threshold of  $\pm 3\sigma$ .

The detection rate over all examined welding speeds and angular offsets with variation of the detection parameters is shown in Figure 9. The influence of the window width of the floating average filter on the detection rate for different combinations of logically linked intensity signals is shown in Figure 9a. If only the intensity of the highest peak is used for detection, the detection rate increases with smaller window widths. With a window width of 2.5 ms, 77.78% of the samples could be detected properly. The same trend can be observed when using first and second peak in combination. By triggering when one of the two signals leaves the corresponding  $3\sigma$ -surrounding, mispositioning can be correctly detected in up to 94.44% of the samples examined. For the combination of the second and third peak the same detection rate was achieved for window sizes from 2.5 ms to 10 ms. An opposite trend can be observed for combinations of higher order peak intensities. Here the detection rate increases with the window width. By combining all five examined intensity signals, a detection rate above 94.44% could be achieved for all examined window sizes. For 5 ms filter window size all samples were detected correctly. In Figure 9b the detection rates at 10 ms filter window size for different thresholds are shown. For the first peak intensity signal, the  $\sigma$ -surroundings studied show no influence on the detection rate. Except for the combination of the 4th and 5th peaks, the detection rate at  $3\sigma$  is higher or the same as at  $4\sigma$ . For all combinations the detection rate achieved with  $3.5\sigma$  was lower than  $3\sigma$  or  $4\sigma$ . When varying the detection parameters, no clear trends are evident regarding the detection rate.

Although all misalignments could be correctly detected in one parameter set by the appropriate combination of different peaks, it is still necessary to check which intensity signals are suitable for each application. The parameters must be optimized heuristically for each case.

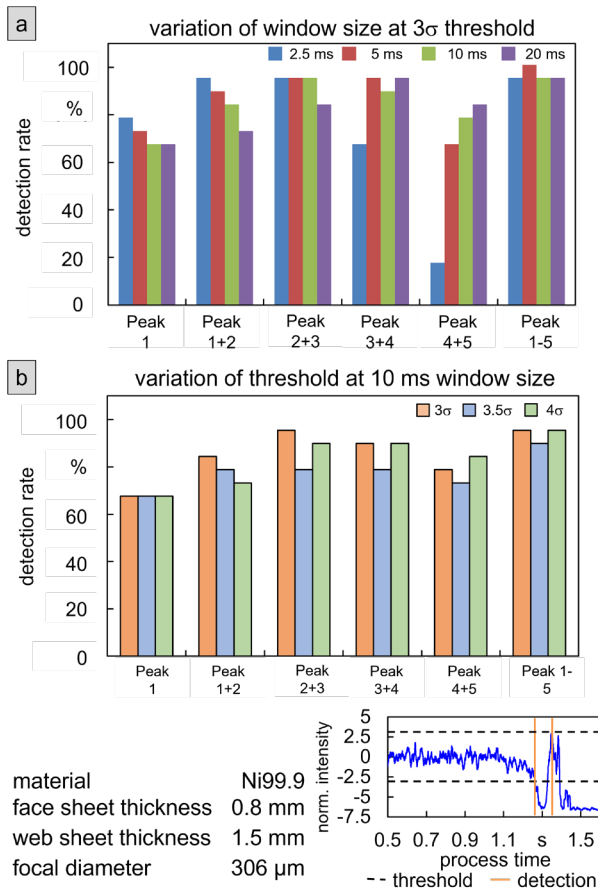


Figure 9: Detection rate for varied a) floating average filter window size and b) thresholds of the  $\sigma$ -surrounding.

## References

- [1] Stadter, Christian; Schmoeller, Maximilian; Zeitler, Martin; Tueretkan, Volkan, Munzert, Ulrich, Zaeh, Michael F. (2019): Process control and quality assurance in remote laser beam welding by optical coherence tomography, *Journal of Laser Applications*, 2019, 31, p. 022408.
- [2] Schmoeller, Maximilian; Weiss, Tony; Goetz, Korbinian; Stadter, Christian; Bernauer, Christian; Zaeh, Michael F. (2022): Inline Weld Depth Evaluation and Control Based on OCT Keyhole Depth Measurement and Fuzzy Control, *Processes* 10, p. 1422
- [3] Mittelstädt, Christoph; Mattulat, Thorsten; Seefeld, Thomas; Kogel-Hollacher, Markus (2019): Novel approach for weld depth determination using optical coherence tomography measurement in laser deep penetration welding of aluminum and steel, *Journal of Laser Applications*, 2019, 31, p. 022007.
- [4] Xie, Guanming; Wang, Sanhong; Zhang, Yueqiang; Hu, Biao; Fu, Yu; Yu, Qifeng; Li, You (2023): An Efficient Method for Laser Welding Depth Determination Using Optical Coherence Tomography, *Sensors*, 2023, 23, p. 5223.
- [5] Pordzik, Ronald; Ahlers, Timon; Mattulat, Thorsten (2023): Enhancement of weld depth analysis in laser welding by extension of the oct data scope, *Lasers in Manufacturing Conference 2023, Proceedings*, 2023.
- [6] Mittelstädt, Christoph; Seefeld, Thomas; Vollertsen, Frank (2019): Laser blank-rim melting for robust laser welding of hidden T-joints with OCT-based position control, *Lasers in Manufacturing Conference 2019, Proceedings*, 2019.

## Conclusion

The averaged intensity gives a qualitative equivalent indication of the mispositioning of the web sheet in a hidden T-joint compared to the effective sample rate and at the same time eliminates a heuristic parameter. Using not only the intensity of the highest peak but also intensities of the higher order peaks the rate of correct detection of mispositioning increased in the samples studied. This applies in particular to higher welding speeds, where reliable detection via the highest peak is no longer possible. To use the increase in the transition regime for detection however causes higher detection delays.

## Acknowledgements

The project on which this publication is based was funded by the German Federal Ministry of Education and Research under grant number 03HY119F. The responsibility for the contents of the publication lies with the authors.



Bundesministerium  
für Bildung  
und Forschung

## Contact details

BIAS – Bremer Institut für angewandte Strahltechnik GmbH  
Klagenfurter Str.5, 28359 Bremen

M.Sc. Timon Ahlers

ahlers@bias.de

# Untersuchung der transienten optischen Eigenschaften von SiO<sub>2</sub> nach nichtlinearer Anregung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung

Theo Pflug, Markus Olbrich, und Alexander Horn  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

*Fokussierte ultrakurz gepulste Laserstrahlung ermöglicht die Bearbeitung von transparenten Dielektrika, wie Glas, obwohl die Photonenenergie geringer als die Energiebandlücke des Materials ist. Die dabei zugrundeliegenden physikalischen Prozesse Multiphotonen-, Tunnel- und Avalancheionisation wurden bereits in zahlreichen experimentellen und theoretischen Studien untersucht und sind unter anderem stark von den transienten optischen Eigenschaften des Materials während der Bestrahlung sowie der Elektron-Elektron Stoßfrequenz abhängig. In diesem Beitrag wird ein Pump-Probe Setup vorgestellt, welches mit einem abbildenden Ellipsometer kombiniert wurde und so den transienten komplexen Brechungsindex des angeregten Materials zeitlich, spektroskopisch und örtlich aufgelöst bestimmen kann. Die damit gemessenen transienten optischen Eigenschaften von Glas werden mit verschiedenen Modellen aus der Literatur verglichen, um diese zu überprüfen und so die nichtlinearen Anregungsprozesse besser verstehen zu können.*

## 1. Einleitung

Die nichtlineare Anregung von Atomen und Molekülen durch ultrakurz gepulste Laserstrahlung mit hoher Intensität ermöglicht die Erzeugung von Mikrostrukturen im Inneren von dielektrischen Bulkmaterialien. Dadurch konnten sich in den letzten Jahrzehnten zahlreiche neue Strukturierungsmethoden etablieren, wie die Herstellung von Mikrofluidkanälen für Lab-on-a-Chip-Devices [1] oder die sogenannte Stealth-Dicing-Methode [2]. Im Gegensatz zur linearen Anregung ermöglichen nichtlineare Prozesse, Elektronen aus dem Valenzband in das Leitungsband eines Materials anzuregen, obwohl die Bandlücke des Materials größer als die Photonenergie der einfallenden Laserstrahlung ist. In der Literatur werden Multiphotonen-, Tunnel- und Avalancheanregung als die treibenden Mechanismen für nichtlineare Anregung angenommen, die bei Intensitäten von einigen TW/cm<sup>2</sup> auftreten [3]. Wenn die absorbierte Energiedichte und damit die erzeugte Anzahl von Elektronen im Leitungsband des Dielektrikums kritische Werte überschreiten, wird das Material abgetragen [3]. Die Schwelle für diese irreversible Ablation wird oft als laserinduzierte Zerstörungsschwelle bezeichnet, wobei die benötigten erzeugten Elektronendichten Werte von 10<sup>27</sup> bis 10<sup>28</sup> m<sup>-3</sup> erreichen können. Durch diese stark ansteigende Elektronendichte im Leitungsband kann der transiente Reflexionsgrad des bestrahlten Materials noch während der Puls mit dem Material wechselwirkt stark zunehmen. Die Bestimmung des transienten Reflexionsgrades ist somit zwingend notwendig um die im Material deponierte Pulsenergie abschätzen und den Wechselwirkungsprozess korrekt modellieren zu können. Die transienten optischen Eigenschaften eines derart angeregten Dielektrikums werden in der Literatur üblicherweise durch ein Drudemodell beschrieben ohne zu unterscheiden, ob das Dielektrikum kristallin oder amorph ist [4]. Das Drudemodell beschreibt die Elektronen im Leitungsband als quasifrei (extended states), wohingegen in amorphen

Materialien die Ausbildung von sogenannten Urbachzuständen dazu führt, dass die angeregten Elektronen stark lokalisiert sind (localized states) [3]. Trotz dieser theoretisch notwendigen Unterscheidung, wurden in bisherigen experimentellen Studien keine spektroskopischen Messungen des transienten komplexen Brechungsindex während der Bestrahlung bei Fluenzen nahe oder über der Zerstörungsschwelle durchgeführt, um das bisher angenommene Drude-ähnliche Verhalten in einem breiten Parameterbereich eindeutig validieren oder falsifizieren zu können. Um eindeutig zu überprüfen, ob die transienten optischen Eigenschaften von SiO<sub>2</sub> durch die Drude-Theorie als quasifrei beschreibbar sind, oder ob die Leitungsbandelektronen in amorphem SiO<sub>2</sub> als lokalisiert betrachtet werden müssen, wird in dieser Studie spektroskopische abbildende Pump-Probe-Ellipsometrie angewendet und der transiente komplexe Brechungsindex von SiO<sub>2</sub> in einem Zeitbereich von bis zu 200 fs nach der Bestrahlung ermittelt. An die experimentell ermittelte transiente Brechzahl, den Extinktionskoeffizient sowie den Reflexionsgrad werden anschließend ein Drude- (quasifreie Elektronen) und ein Lorentzmodell (lokalisierte Elektronen) approximiert.

## 2. Material und Methoden

Das untersuchte Probenmaterial ist amorphes SUPRASIL SiO<sub>2</sub> (UV fused silica, EKSMO Optics) mit der molaren Masse  $M = 60,1$  g/mol und der Dichte  $\rho = 2,2$  g/cm<sup>3</sup>. Die transienten optischen Eigenschaften des Probenmaterials werden mittels Pump-Probe Ellipsometrie zeit-, orts- und spektral-aufgelöst detektiert (Abbildung 1) [3, 5]. Dabei wird hochintensive Pumpstrahlung fokussiert (F) um das Material (S) anzuregen, während die Änderung der optischen Eigenschaften durch die reflektierte Probelaserstrahlung bestimmt wird. Das Pump-Probe Ellipsometer basiert dabei auf dem Verfahren mit rotierendem Kompensator (CR), wobei die Winkel von Polarisator (P) und Analysator (A) auf 45° relativ zur Einfallsebene eingestellt sind. Mittels Objektiv (O) und Tubuslinse (T) wird

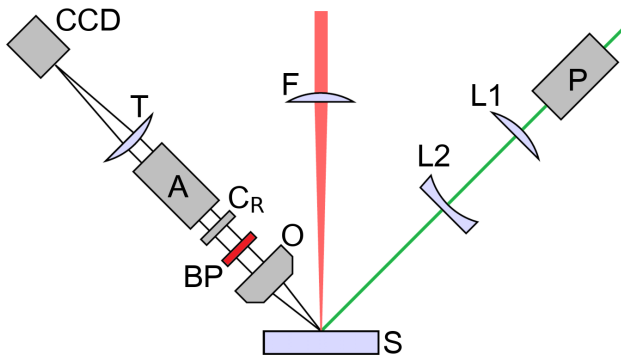


Abbildung 1: schematischer Aufbau des orts-, zeit-, und spektral-aufgelösten Pump-Probe Setups

die angeregte Materialoberfläche auf einen CCD-Chip abgebildet. Bei Raumtemperatur ist das Valenzband (VB) von idealem  $\text{SiO}_2$  vollständig besetzt, während die Elektronendichte im Leitungsband (LB)  $n_e = 0$  beträgt. Im Grundzustand können die optischen Eigenschaften von  $\text{SiO}_2$  somit mittels eines Lorentzmodells approximiert werden. Durch die Bestrahlung mit hochintensiver Pumpstrahlung werden Elektronen vom Valenz- in das Leitungsband angeregt, wodurch sich die optischen Eigenschaften ändern. In dieser Studie werden zwei verschiedene Modelle zur Beschreibung der transienten optischen Eigenschaften von laserangeregtem  $\text{SiO}_2$  verwendet:

Erstens ein Lorentz-Drude Modell

$$\tilde{n}_D^2 = \varepsilon_\infty + \varepsilon_{L,VB}(n_e) + \varepsilon_{D,LB}(n_e) \quad , \quad (1)$$

welches analog zum bisherigen Stand der Forschung die angeregten Elektronen im Leitungsband als quasifrei beschreibt. Der komplexe Brechungsindex  $\tilde{n}_D$  berechnet sich dabei aus der dielektrischen Funktion der Valenzbandelektronen  $\varepsilon_{L,VB}(n_e)$  mittels Lorentzterm, und der dielektrischen Funktion der Leitungsbandelektronen  $\varepsilon_{D,LB}(n_e)$  mittels Drudeterm.

Zweitens ein Lorentz-Lorentz Modell

$$\tilde{n}_L^2 = \varepsilon_\infty + \varepsilon_{L,VB}(n_e) + \varepsilon_{L,LB}(n_e) \quad , \quad (2)$$

welches als neuen Ansatz die angeregten Elektronen im Leitungsband als lokalisiert beschreibt. Der komplexe Brechungsindex  $\tilde{n}_L$  berechnet sich dabei aus der dielektrischen Funktion der Valenzbandelektronen  $\varepsilon_{L,VB}(n_e)$  und der dielektrischen Funktion der Leitungsbandelektronen  $\varepsilon_{L,LB}(n_e)$ , die hierbei beide als gebunden mittels zweier Lorentzterme beschrieben werden.

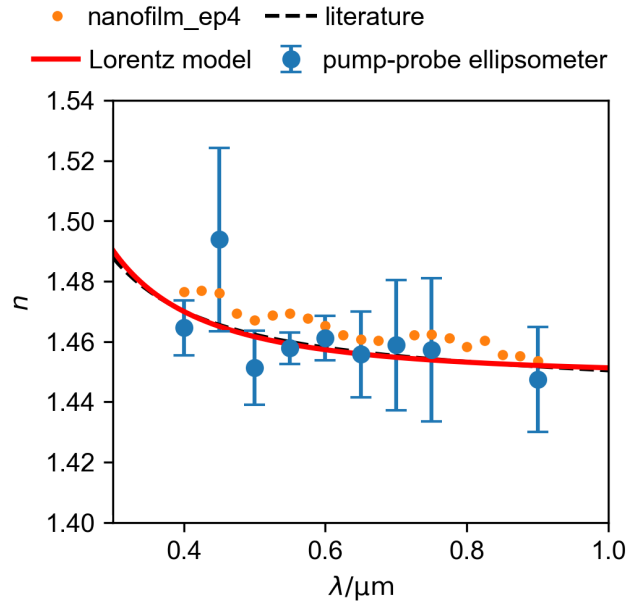


Abbildung 2: Vergleich der gemessenen und modellierten optischen Eigenschaften von  $\text{SiO}_2$  mit Literaturwerten

Die optischen Eigenschaften von  $\text{SiO}_2$  bei Raumtemperatur wurden mittels spektraler Ellispometrie bestimmt (Abbildung 2). Da bei Raumtemperatur keine Elektronen im LB vorhanden sind, sind in diesem Fall das Lorentz-Drude und das Lorentz-Lorentz Modell äquivalent zueinander und werden nur durch den Lorentzterm  $\varepsilon_{L,VB}(n_e)$  beschrieben. Eine genaue Erläuterung der verwendeten Modelle ist in vorangegangenen Studien zu finden [3, 5].

### 3. Ergebnisse und Diskussion

Das Material  $\text{SiO}_2$  wird mit hochintensiver Pumpstrahlung der Fluenz  $4,4 \text{ J/cm}^2$ , der Wellenlänge  $800 \text{ nm}$  und der Pulsdauer  $40 \text{ fs}$  angeregt. Die Probestrahlung mit einer Pulsdauer von etwa  $60 \text{ fs}$  wird unter einem Einfallswinkel von  $60^\circ$  an der angeregten Materialoberfläche reflektiert. Die Wellenlänge der Probestrahlung wird im Bereich  $450 \text{ nm}$  bis  $900 \text{ nm}$  mittels eines optisch parametrischen Verstärkers variiert. Der relative zeitliche Abstand zwischen Pump- und Probestrahlung wird mit einer geometrischen Verzögerungsstrecke im Bereich  $-200 \text{ fs} \leq t \leq 200 \text{ fs}$  bei einer Schrittweite von  $\Delta t = 40 \text{ fs}$  eingestellt. Der resultierende transiente komplexe Brechungsindex  $\tilde{n} = \sqrt{\varepsilon}$ , bestehend aus Brechzahl  $n$  und Extinktionskoeffizient  $k$ , sowie die transiente Reflexionsgradänderung  $R$  sind bei der Spitzenfluenz von  $4,4 \text{ J/cm}^2$  für einige exemplarische Zeitschritte in Abbildung 3 dargestellt. Der Vergleich mit den an die Messwerte approximierten theoretischen Modellen zeigt deutlich, dass

$H = 4.4 \text{ J/cm}^2$

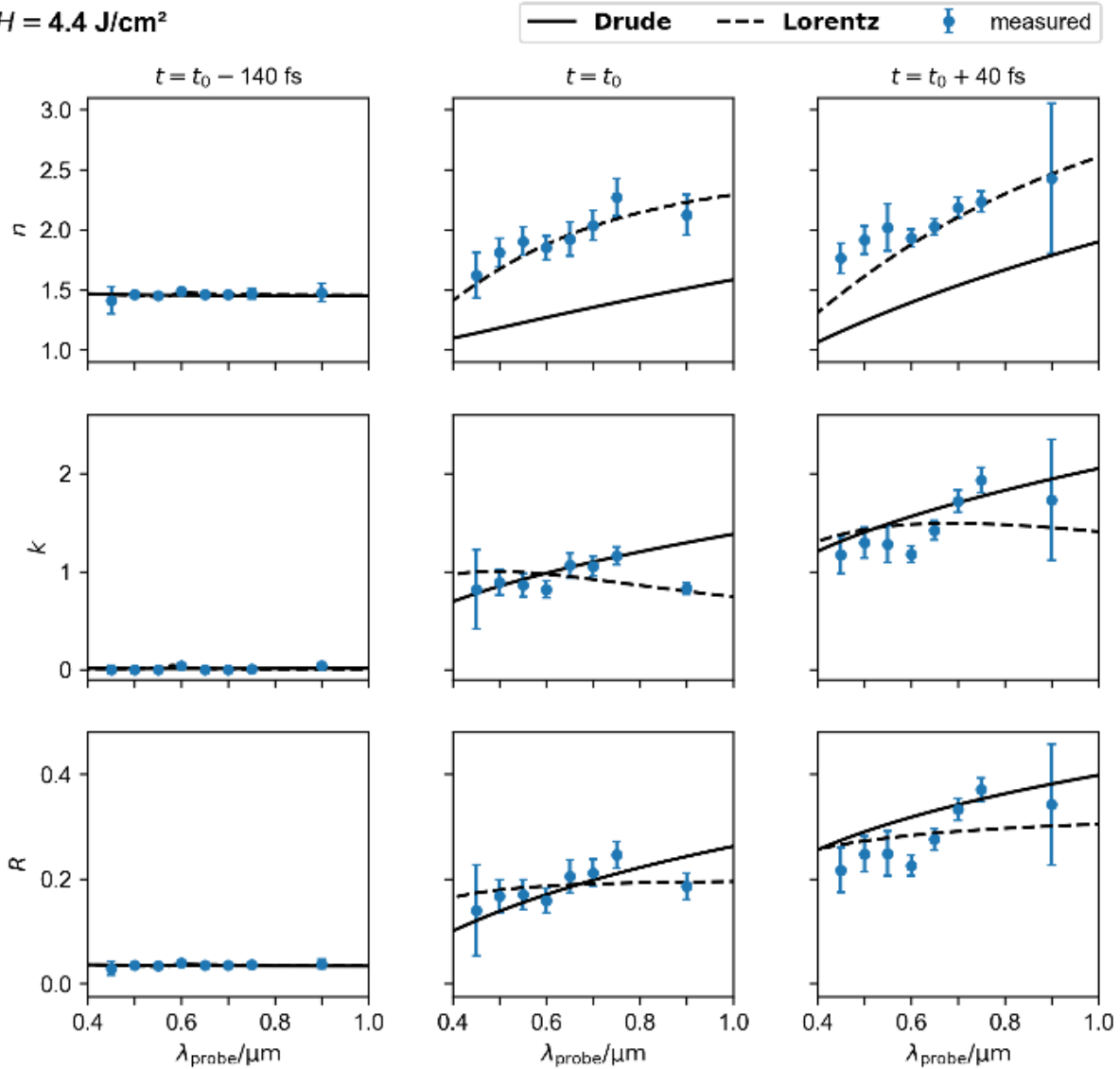


Abbildung 3: Vergleich der gemessenen Brechzahl  $n$ , des Extinktionskoeffizienten  $k$  und des Reflexionsgrades  $R$  von laserangeregtem  $\text{SiO}_2$  mit den theoretischen Modellen Lorentz-Drude und Lorentz-Lorentz zur Beschreibung der transienten optischen Eigenschaften.

das bisher in der Literatur verwendete Lorentz-Drude Modell (Gleichung 1) zwar den transienten Reflexionsgrad und den Extinktionskoeffizienten replizieren kann, jedoch stark von der gemessenen transienten Brechzahl abweicht. Im Gegensatz dazu beschreibt das Lorentz-Lorentz Modell (Gleichung 2) die gemessenen Daten für  $n$ ,  $k$  und  $R$  innerhalb des untersuchten Zeitbereichs wesentlich besser.

#### 4. Zusammenfassung

Das amorphe Material  $\text{SiO}_2$  wurde mit hochintensiver Pump Laserstrahlung ( $4,4 \text{ J/cm}^2$ ,  $800 \text{ nm}$ ,  $40 \text{ fs}$ ) angeregt. Die resultierenden transienten optischen Eigenschaften Brechzahl  $n$ , Extinktionskoeffizient  $k$  und Reflexionsgrad  $R$  wurden mittels Pump-Probe Ellipsometrie gemessen und mit zwei theoretischen Modellen verglichen. Das Lorentz-Drude Modell, welches die angeregten Leitungsbandelektronen als quasifrei beschreibt, kann die ge-

messene transiente Brechzahl nicht replizieren, wohingegen das Lorentz-Lorentz Modell, welches die angeregten Leitungsbandelektronen als lokalisiert betrachtet, alle optischen Parameter  $n$ ,  $k$  und  $R$  im gesamten untersuchten Zeitbereich beschreiben kann. Die Abweichung des Lorentz-Drude Modells zu den experimentell bestimmten Werten impliziert, dass die angeregten Elektronen im Leitungsband von amorphen Dielektrika nicht als quasifrei betrachtet werden können. Die Wechselwirkung der Elektronen mit den sie umgebenden ungeordneten Ionen könnte die Ursache dafür sein, dass die angeregten Leitungsbandelektronen in amorphen  $\text{SiO}_2$  als gebunden betrachtet werden müssen und damit nicht durch ein Lorentz-Drude Modell, sondern durch ein Lorentz-Lorentz Modell beschreibbar sind. Die Ergebnisse dieser Studie erfordern somit eine Erweiterung des bisherigen Stands der Technik für amorphe Dielektrika, um die Laserstrahlung-Materie Wechselwirkung hinreichend beschreiben zu können.

## Literaturverzeichnis

- [1] F. Kotz, P. Risch, K. Arnold, S. Sevim, J. Puigmartí-Luis, A. Quick, M. Thiel, A. Hrynevich, P.D. Dalton, D. Helmer, B.E. Rapp, Nature communications **10**, 1439 (2019)
- [2] M. Kumagai, N. Uchiyama, E. Ohmura, R. Sugiura, K. Atsumi, K. Fukumitsu, IEEE Trans. Semicond. Manufact. **20**, 259 (2007)
- [3] T. Pflug, Dissertation, Technische Universität Chemnitz (2021)
- [4] P. Balling, J. Schou, Rep. Prog. Phys. **76**, 36502 (2013)
- [5] T. Pflug, M. Olbrich, A. Horn, Phys. Rev. B **106**, 1307 (2022)



# Influence of the airborne sound sensor position on the detectability of acoustic emissions during deep penetration laser welding

Andreas Krämer<sup>1,a)</sup>, Ronald Pordzik<sup>1,b)</sup>, Thorsten Mattulat<sup>1,c)</sup>

<sup>1)</sup>BIAS - Bremer Institut für angewandte Strahltechnik GmbH, Bremen, Deutschland

## Abstract

*Zur Überwachung von Laserstrahlschweißprozessen und zur Erkennung bzw. aktiven Vermeidung von Prozessfehlern können neben optischen Messverfahren wie der Pyrometrie auch akustische Verfahren genutzt werden. Um Prozessereignisse zuverlässig zu erfassen, ist es unabdingbar, die jeweiligen Sensoren so zu positionieren, dass spezifische Signalcharakteristika reproduzierbar und signifikant detektierbar sind. Gegenwärtig gibt es wenige Untersuchungen hinsichtlich der gezielten Positionierung von Luftschallsensoren, insbesondere für Prozessemissionen im Ultraschallbereich. In dieser Untersuchung wird daher der Einfluss des Prozessabstandes sowie des Anstellwinkels und der Orientierung des Mikrofons zum Keyhole während eines Laserstrahl-tief-schweißprozesses hinsichtlich der frequenz aufgelösten Detektierbarkeit von akustischen Emissionen untersucht. Es wird gezeigt, dass für einen breiten Ultraschallbereich ein flacher Winkel des Sensors bezogen auf die Probenoberfläche zu einer höheren Signalstärke der akustischen Emissionen gegenüber steilen Winkeln führt.*

*For monitoring laser beam welding processes and detecting or actively avoiding process defects, acoustic based measurements can be used in addition to optical measurement methods such as pyrometry. To reliably detect process events, it is essential to position the respective sensors in such a way that specific signal characteristics are reproducible and significant. However, there are only few investigations regarding the positioning for airborne sound sensors, especially for the detection of process emissions in the ultrasonic range. Therefore, in this research, the influence of the process distance as well as the angle and orientation of the microphone to a laser beam deep penetration welding process is investigated with respect to the detectability of process emissions in different frequency bands. It is shown that for a wide ultrasonic range a flat sensor angle with respect to the sample surface leads to an increased signal strength of the acoustic emissions compared to steep angles.*

## 1. Introduction

Laser beam welding is a widespread joining technique that allows for high welding speeds, high seam qualities and low heat-affected zones. A distinction must be made between heat conduction welding and deep penetration welding. In heat conduction welding mode, the laser power is absorbed at the surface by Fresnel absorption. The heat spreads out into the material volume by thermal conduction and the material melts in the vicinity of the laser beam, forming circular weld cross-sections [1]. Deep penetration welding, on the other hand, exceeds a threshold intensity, causing the material to vaporize and form a keyhole with a high aspect ratio [1]. While there have been initial researches regarding the correlation of acoustic emissions and heat conduction welding [2], most studies have focused on the acoustic process emissions during laser deep penetration welding. The objective of these studies was to gain an understanding of the origin of acoustic process emissions and to obtain process information that can be correlated with process defects. In addition to structure-borne sound sensors, airborne sound sensors have also been used. For example, Duley et al. investigated acoustic emissions during laser beam welding of Al 1100 and were able to identify characteristic acoustic spectra, as well as a dependence on surface oxide contamination [3]. Mao et al. showed that

the acoustic emissions become stronger during the transition from heat conduction welding to deep penetration welding and that there is a correlation between optical and acoustic emission in the low frequency spectrum due to plasma fluctuation [4]. Bastuck set up a model regarding sound generation within deep penetration welding processes and concluded that, in addition to the keyhole as a sound source, parts of the acoustic emissions are generated by evaporation of the surface coatings [5]. Furthermore, he demonstrated the suitability of the acoustic emission detection for process monitoring with respect to decoating processes and full penetration welding. Yusof et al. used synchronized wavelet analysis to improve the classification of airborne sound data into different process regimes [6]. More recently, machine-learning approaches have also been pursued. For example, Tomcic et al. introduced a total of 17 acoustic parameters to analyze which of these parameters were significant for predicting weld penetration depth using Gaussian process regression [7]. Although the authors of these studies developed explanatory approaches regarding the origin of the acoustic process emissions, there is currently no conclusive model. One challenge they faced, in addition to statistical signal fluctuation and the influence of noise, was the strong dependence on sensor positioning [6].

This dependence implies that the position of the airborne sound sensors must be carefully chosen. However, there is no uniform approach between the authors. Thus, in addition to the frequency ranges considered, the distances to the process zone vary by a factor of 12, as do the angles of attack, ranging from 30 ° to 90 °. Frequently, there is also no precise information on the position itself or on the selection process of the position. This severely impairs the reproducibility and thus the transferability of the findings. It's important to note, that the positional sensitivity of airborne sound sensors differ depending on their physical working principle.

The present study therefore aims to investigate on the influence of the sensor position on the signal quality of an exemplary airborne sound sensor, the XARION Eta250, for monitoring laser beam welding processes.

## 2. Experimental setup and methods

To investigate the influence of the sensor position on the signal quality, welding experiments in different metals were conducted. The distance of the airborne sound sensor to the keyhole opening as well as the angle of attack in relation to the specimen surface and the orientation, trailing or leading the process, were varied. The distance was varied between 100 mm and 200 mm, the angle of attack between 15 °, 45 ° and 65 °. The exact positioning was accomplished using a perforated plate, allowing the airborne sound sensor to be mounted at defined positions, as can be seen in Figure 1.

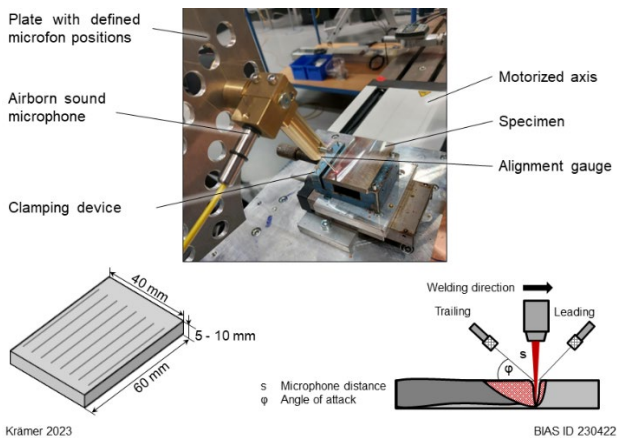


Figure 1: Experimental setup

An Eta250 Ultra microphone (XARION) was used as airborne sound sensor. The frequency range of the microphone ranges from 10 Hz to 1 MHz. The microphone uses a Fabry-Pérot interferometer as working principle. The sound pressure changes the refractive index of the air which changes the optical wavelength of light propagation through the pressure waves. These alternations change the interferences within the interferometer cavity, which are detected by a photodiode and thus leading to changes in the electrical signal [8]. Since the sensor head consists of the Fabry-Pérot cavity, the sensor shows a directive dependence regarding the alignment of the sensor head towards the sound source. Therefore, an alignment gauge was used to align the sensor

towards the pilot laser and thus the subsequent keyhole opening.

Data acquisition was performed without further signal amplification using the NI cRIO-9035 and the NI-9222 module (both National Instruments Corp.) with a sampling rate of 500 kHz. This limited the maximum detectable frequency of the acoustic process emissions to 250 kHz according to the Nyquist-Shannon sampling theorem. Using sliding Fast Fourier Transformations, the time resolved spectrum of frequencies can be calculated, resulting in a 3D acoustic spectrogram. The length of the sliding window in which the individual FFTs were calculated was 2048  $\mu$ s and the overlap between neighboring windows was 256  $\mu$ s.

To determine the acoustic energy in defined frequency bands, the spectrogram is integrated along the selected frequency range for each time step. This provides a time-resolved acoustic energy within defined frequencies. Furthermore, to analyze the acoustic emissions excited by the process, the power spectral density was calculated over the entire recording duration using Welch's method [9]. Here, a window size of 10 ms and an overlap of 5 ms were used.

The laser source used was the TruDisk12002 disk laser (TRUMPF) operating at a wavelength of 1030 nm. The fixed BEO D70 laser optics (TRUMPF) was connected to the laser source using a 600  $\mu$ m fiber. The focal diameter measured with the MSM + HBHP (PRIMES) was 576  $\mu$ m.

Five seams were welded per microphone position. On a single specimen, 8 different seams were welded, each with a different sensor position and after the complete cooling to room temperature. Two different materials were used to investigate the material influence: 2.4068 nickel and 1.0122 mild steel, whose chemical compositions can be found in table 1 and table 2. The specimen dimensions were 60x40x5 mm<sup>3</sup> for nickel and 60x40x10 mm<sup>3</sup> for steel. The specimens were clamped and moved via an axis that provided a constant welding speed of 2.4 m/min. To ensure comparability, an identical welding depth of 2 mm was used. For this purpose, seams were first welded with different laser powers and then metallographic cross sections were analyzed to determine the respective weld penetration depth. Subsequently, the necessary laser powers for achieving the required weld depth were determined by means of linear interpolation. The laser power used to achieve the weld penetration depth was 2400 W for nickel and 1890 W for steel.

Table 1: Chemical composition of 2.4068 nickel

Ni	Fe	Co	Mn	C	Cu	Mg	Ti
99,48	0,22	0,02	0,02	0,02	0,01	0,01	0,01

Table 2: Chemical composition of 1.0122 mild steel

Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
98,57	0,08	0,20	0,52	0,01	0,02	0,16	0,13

### 3. Results

The recorded raw signal of the airborne sound microphone can be transformed into a spectrogram of the acoustic emissions by means of Fourier transformation. The spectrogram shown in Figure 2 shows the emissions from a single seam in nickel. The start of the process is clearly observable at about 0.1 s. Ambient noise from the shielding gas and axis motion, each of which can be viewed in isolation before and after the process, exhibits only low emissions in the non-ultrasonic range.

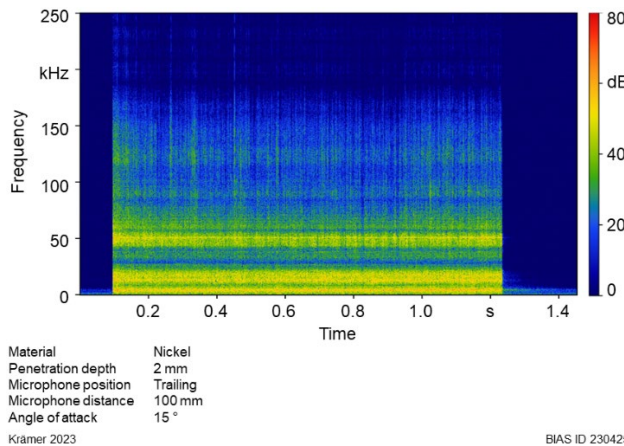


Figure 2: Acoustic 3D spectrogram of a single seam in nickel

Figure 3 shows the power spectral densities (PSDs) acquired from different angles of attack of the airborne sound sensor at constant distance from the process zone for seams in nickel according to the methodology described in section 2. The PSD decreases with increasing frequency. However, a narrow peak at 8 kHz is initially noticeable, as well as broadband peaks at 15 kHz and 50 kHz. Likewise, an additional very prominent narrowband peak at 50 kHz stands out.

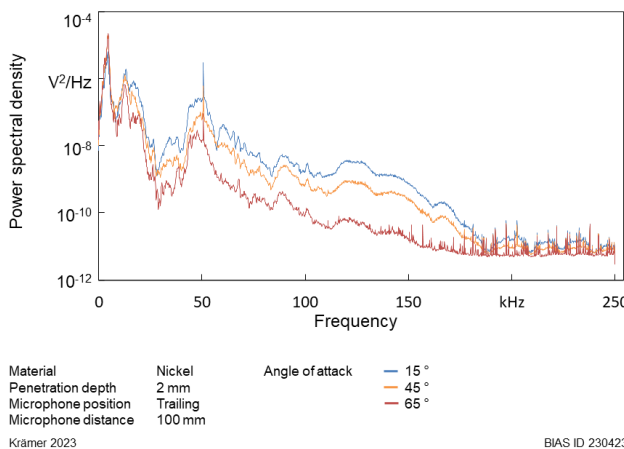


Figure 3: PSDs of seams in nickel depending on the angle of attack

For frequencies above 15 kHz, it can be determined that the signal intensity decreases with increasing angle of attack. Furthermore, single peaks increasingly appear for an angle of 65 ° from 150 kHz on.

Figure 4 shows, due to the higher resolution of the low-frequency ranges, that for frequencies below 10 kHz an angle of attack of 65 ° leads to higher signal intensities compared to 15 °. It is also clear that the narrowband peaks at 50 kHz occur at the exact same frequency regardless of the angle of attack.

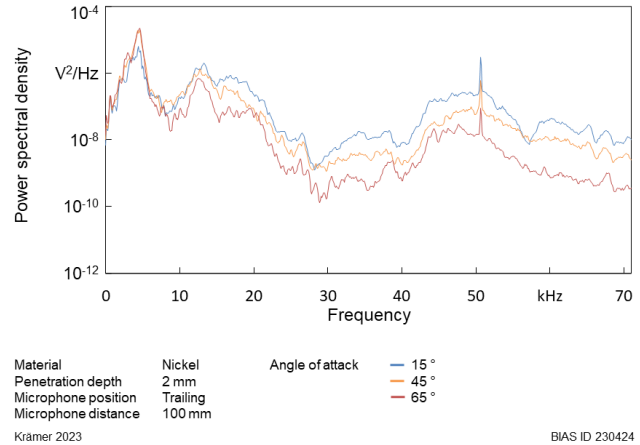


Figure 4: PSDs of seams in nickel depending on the angle of attack, lower frequencies

Regarding the orientation of the airborne microphone, it can be seen in Figure 5 that for frequencies above 100 kHz no differences are apparent as to whether the microphone is trailing or leading the process. Between 25 kHz and 100 kHz, however, an orientation leading the process results in higher signal intensities.

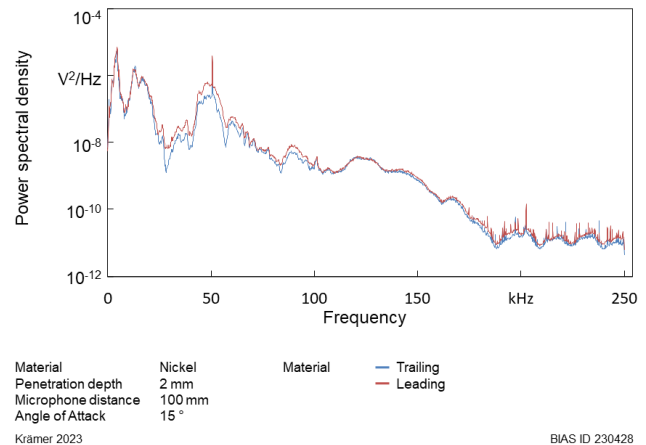


Figure 5: PSDs of seams in nickel depending on the orientation

When the quotient of PSDs of the recordings with angles of attack of 15 ° and 65 ° is formed, as displayed in Figure 6, it becomes clear that the percentage differences increase with increasing frequency. However, a convergence between both signals at 80 kHz as well as only small differences for frequencies above 175 kHz are observed.

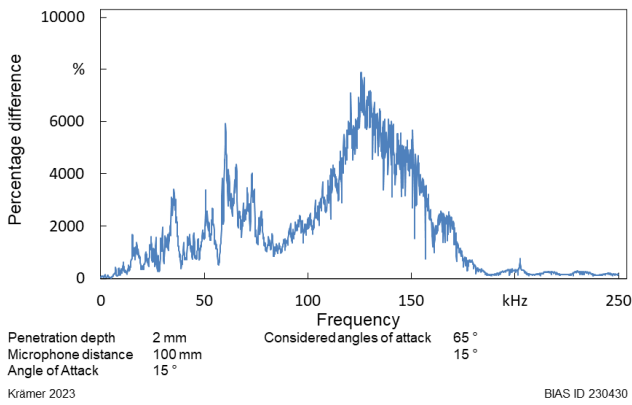


Figure 6: Quotient of the PSDs from an angle of attack of 15 ° and 65 °

Subsequent investigations into the transferability of the angle of attack to another alloy have shown that higher signal intensities are also achieved for seams in steel for frequencies above 15 kHz when the airborne sound sensor is positioned at a flat angle, as can be seen in Figure 7.

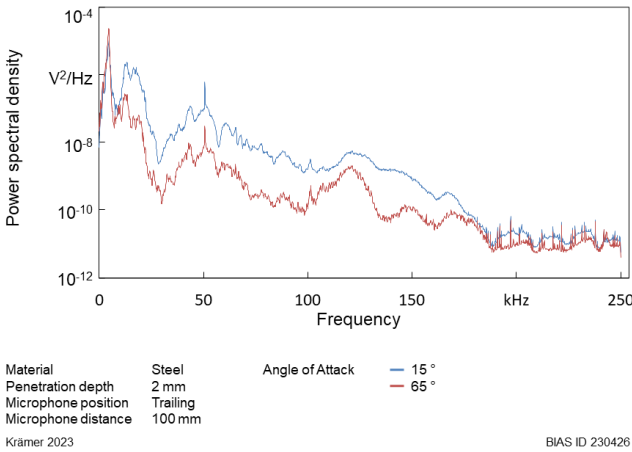


Figure 7: PSDs for seams in steel depending on the angle of attack

A direct comparison of the power spectral density of seams in nickel and steel, each with an identical sensor position, is shown in Figure 8. A high similarity of the curves stands out.

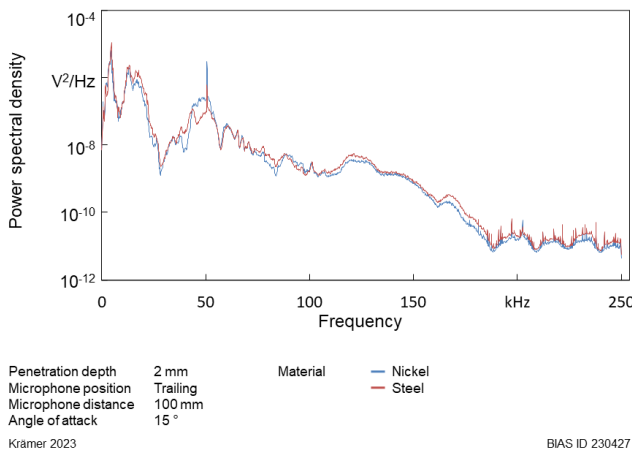


Figure 8: PSDs for seams in nickel and steel for identical sensor positions

Almost identical values can be observed over most frequency ranges. However, significant differences appear in the broadband peak at 50 kHz. Initially, the signal intensity for the seam in nickel drops at about 48 kHz, while the intensity for steel increases here. However, as the peak progresses, the power density for nickel significantly exceeds the PSD for steel. For both materials, however, a narrowband, prominent peak occurs at the same frequency at about 50 kHz.

Figure 9 shows the acoustic energy for the frequency band of 50 kHz to 100 kHz for a trailing and leading position of the sensor for welds in nickel, with equal distances and angles of attack in each case. The data range considered starts at 0.4 s to exclude the effects of process start. The acoustic energy for the leading orientation is significantly higher than for the trailing position. Linear regressions indicate that the energy decreases with increasing process duration in the case of the leading orientation, while it increases in the case of the trailing position. The same behavior can be observed for steel. However, for the frequency band of 100 kHz to 150 kHz, the acoustic energy for both positions increase with increasing process duration.

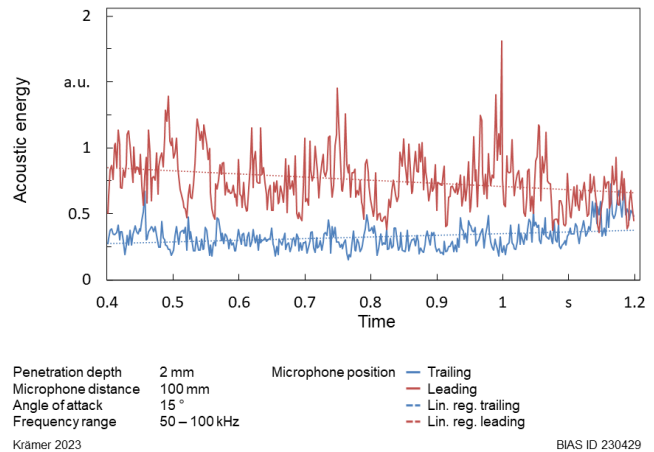


Figure 9: Acoustic energy from 50 – 100 kHz for different orientations in nickel

#### 4. Discussion

In general, during welding with the parameters used, the entire acoustic frequency spectrum under consideration up to 250 kHz is excited of which the frequencies up to 10 kHz exhibit the most pronounced excitations, while the frequencies above 175 kHz are only slightly excited. The prominent narrowband peak at 50 kHz is probably due to relaxation oscillations of the disk laser used. It should also be noted that in low-frequency bands, noise from the axis movement and the shielding gas flow are contained.

As already observed by Yusof et al. [6], the signal intensity strongly depends on the positioning of the sensor. The results show that a low angle of attack with respect to the specimen surface leads to significantly stronger signals for frequencies higher than 10 kHz. This could be observed for nickel as well as for steel. According to

Bastuck's model the acoustic process emissions during laser beam welding originate from surface evaporations due to advancing heat as well as from the keyhole itself [5]. However, since neither of the materials considered has a coating, this effect can be neglected. Accordingly, the origin of the sound can essentially be attributed to the process zone. As Bastuck showed by using structure-borne sound sensors, deep penetration welding is accompanied by strong structure-borne sound emissions, which means that the component itself is mechanically excited by the process. However, the mechanical vibration of the component also excites the ambient air, thus emitting secondary-order airborne sound. This principle is also used in non-destructive ultrasonic testing systems for weld seams. When sound is propagating through air, the sound pressure is attenuated by various effects. As Bass et al. describe, this attenuation depends not only on temperature, humidity and ambient pressure, but also in particular on the distance to the sound source and the sound frequency [10]. The relationship between the distance to the sound source and the sound pressure is exponential.

Due to a flat angle of attack to the specimen surface, the distance to the process remains identical, but the airborne sound sensor is located closer to the vibrating specimen. The higher sound pressure causes stronger signal amplitudes in the sensor. It must also be taken into account that a flat angle of attack increases the angle between the perpendicular axis of the sensor head and the surface of the specimen. Since the microphone is sensitive regarding the angle towards the sound source this effect has to be considered.

The higher sound pressure however is indicated in the differences of the time resolved acoustic energies depending on the orientation of the airborne sound microphone to the process zone. As can be seen in Figure 9, the acoustic energy decreases in the case of a leading position, while it increases for a trailing position. In a trailing position the sensor is not directly above the specimen. As the process is running, the microphone

approaches the sample. This implies that the sensor is closer to the source of secondary-order airborne sound while the distance to the keyhole opening hasn't changed. However, if the sensor is oriented in a leading orientation, it moves away from sample as the process progresses.

Also, considering the differences in power spectral densities as a function of frequency for a steep and flat angle of attack it's indicated that, according to the frequency-dependent attenuation described by Bass et al [9], the airborne microphone must be closer to a sound source in the case of a flat angle of attack.

## 5. Conclusion

The investigations into the positioning of the airborne sound microphone have shown that a flat angle of attack of the sensor relative to the sample surface leads to an increased signal strength of the acoustic process emissions in a wide ultrasonic range compared to steep angles. Likewise, it can be observed that positioning the microphone in front of the process leads to a small signal increase.

## Acknowledgement

The project on which this publication is based was funded by the German Federal Ministry of Education and Research under grant number 03HY119F. The responsibility for the contents of the publication lies with the authors.



Bundesministerium  
für Bildung  
und Forschung

## Contact

Andreas Krämer  
BIAS – Bremer Institut für angewandte Strahltechnik GmbH  
Klagenfurter Straße 5  
28359 Bremen

- a) [kraemer@bias.de](mailto:kraemer@bias.de), ORCID: 0009-0003-8023-0788
- b) [pordzik@bias.de](mailto:pordzik@bias.de), ORCID: 0000-0002-7753-9579
- c) [mattulat@bias.de](mailto:mattulat@bias.de), ORCID: 0000-0002-6964-1565

## References

- [1] J. Bliedtner, H. Müller, and A. Barz, *Lasermaterialbearbeitung: Grundlagen – Verfahren – Anwendungen – Beispiele*. München: Hanser, 2013.
- [2] N. Authier, E. Touzet, F. Lücking, R. Sommerhuber, V. Bruyere, and P. Namy, "Coupled membrane free optical microphone and optical coherence tomography keyhole measurements to setup welding laser parameters," *High-Power Laser Materials Processing: Applications, Diagnostics, and Systems IX*, p. 8, 2020, doi: 10.1117/12.2543999.
- [3] W. W. Duley and Y. L. Mao, "The effect of surface condition on acoustic emissions during welding of aluminium with CO<sub>2</sub> laser radiation," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 27, pp. 1379–1383, 1994.
- [4] Y.-L. Mao, G. Kinsman, and W. W. Duley, "Real-Time Fast Fourier Transform Analysis of Acoustic Emission during CO<sub>2</sub> Laser Welding of Materials," *Journal of Laser Applications*, vol. 5, no. 2, pp. 17–22, 1993, doi: 10.2351/1.4745326.
- [5] M. Bastuck, "In-Situ-Überwachung von Laserschweißprozessen mittels höherfrequenter Schallemissionen," Dissertation, Universität des Saarlandes, 2016.

- [6] M. Yusof, M. Ishak, and M. F. Ghazali, "Classification of weld penetration condition through synchrosqueezed-wavelet analysis of sound signal acquired from pulse mode laser welding process," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 279, p. 116559, 2020, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2019.116559.
- [7] L. Tomcic, A. Ederer, S. Grabmann, M. Kick, J. Kriegler, and M. F. Zaeh, "Interpreting acoustic emissions to determine the weld depth during laser beam welding," *Journal of Laser Applications*, vol. 34, no. 4, 2022, doi: 10.2351/7.0000796.
- [8] B. Fischer, W. Rohringer, N. Panzer, and S. Hecker, "Acoustic Process Control for Laser Material Processing," *Laser Technik Journal*, vol. 14, no. 5, pp. 21–25, 2017, doi: 10.1002/latj.201700029.
- [9] P. Welch, "The use of fast Fourier transform for the estimation of power spectra: A method based on time averaging over short, modified periodograms," *IEEE Trans. Audio Electroacoust.*, vol. 15, no. 2, pp. 70–73, 1967, doi: 10.1109/TAU.1967.1161901.
- [10] H. E. Bass, L. C. Sutherland, A. J. Zuckerwar, D. T. Blackstock, and D. M. Hester, "Atmospheric absorption of sound: Further developments," *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 97, no. 1, 1995, doi: 10.1121/1.412989.

# Nanoskopische 3D-Bildgebung mit laserbasiertem extrem ultraviolettem Licht

Silvio Fuchs<sup>\*1,2,3</sup>, Johann J. Abel<sup>2,3</sup>, Felix Wiesner<sup>2,3</sup>, Martin Wünsche<sup>2,3</sup>,  
Julius Reinhard<sup>2,3</sup>, and Gerhard G. Paulus<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup>Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

<sup>2</sup>Institut für Optik und Quantenelektronik, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Jena, Deutschland

<sup>3</sup>Helmholtz-Institut Jena, Jena, Deutschland

*Die Kohärenztomographie im extremen Ultraviolettbereich (XCT) ist eine neue Methode zur 3D-Vermessung von Nanostrukturen mit Nanometer-Auflösung. Sie verwendet das interferometrische Prinzip der optischen Kohärenztomographie (OCT) um mittels Fourier-Transformation Strukturinformationen zu extrahieren. Ein speziell entwickelter Phasenrekonstruktionsalgorithmus (PR-XCT) ermöglicht artefaktfreie XCT. Experimentell wurden axiale Auflösungen von 24 nm erreicht, laterale Auflösungen von etwa 23  $\mu\text{m}$  und hohe Materialempfindlichkeit. Der PR-XCT-Algorithmus erlaubt quantitative Informationen und markierungsfreie Identifizierung vergrabener Strukturen im Nanometerbereich. Optimierung der Modellparameter ermöglicht zusätzliche Erkenntnisse über Oberflächenrauigkeit und Schichtdicken.*

*Coherence tomography in the extreme ultraviolet (XCT) range is a new method for 3D measurement of nanostructures with nanoscale resolution. It uses the interferometric principle of optical coherence tomography (OCT) to extract structural information by Fourier transform. A specially developed phase reconstruction algorithm (PR-XCT) enables artifact-free XCT. Axial resolutions of 24 nm, lateral resolutions of about 23  $\mu\text{m}$ , and high material sensitivity have been experimentally demonstrated. The PR-XCT algorithm allows quantitative information and label-free identification of buried structures in the nanometer range. Optimization of model parameters provides additional insight into surface roughness and layer thicknesses.*

## 1. Einleitung

Die Kohärenztomographie im extrem ultravioletten Spektralbereich (XUV) - auch XCT genannt - ist eine Abwandlung der optischen Kohärenztomographie (OCT) [1] für den XUV-Spektralbereich. Bei der OCT wird die Strukturinformation in axialer Richtung nicht direkt abgebildet, sondern durch die interferometrische Überlagerung des von der Probe zurückgestreuten Lichts mit einer Referenzwelle rekonstruiert. Infolgedessen hängt die axiale Auflösung nur von der Kohärenzlänge  $l_c = \lambda_0^2 / \Delta\lambda$  (mit  $\lambda_0$  der zentralen Wellenlänge und  $\Delta\lambda$  der spektralen Bandbreite) der Lichtquelle und nicht von den geometrischen Eigenschaften der Strahlung ab. OCT mit breitbandigen sichtbaren und nahinfraroten Lichtquellen erreicht in der Regel axiale (Tiefen-)Auflösungen in der Größenordnung von einigen Mikrometern. Durch Verringerung der zentralen Wellenlänge in den XUV-Spektralbereich kann eine axiale Auflösung im Nanobereich erreicht werden. Darüber hinaus ist diese hohe axiale Auflösung unabhängig von den Fokussierungsbedingungen, was im XUV, wo die Fokussierung mit hoher NA bekanntermaßen schwierig und teuer ist, ein großer Vorteil ist. Die XCT ist am leistungsfähigsten, wenn sie in den spektralen Transmissionsfenstern der Probenmaterialien eingesetzt wird. Das Transmissionsfenster von Silizium (30- 99 eV) entspricht beispielsweise einer Kohärenzlänge von etwa 12 nm, was Anwendungen für die Halbleiterprüfung nahelegt.

## 2. Prinzip

Für OCT sind normalerweise breitbandige Strahlteiler notwendig, um das interferometrische Prinzip der Messung zu ermöglichen. Im XUV-Bereich ist dies jedoch äußerst kompliziert und teuer. Deshalb wird bei der XCT eine Variante des Fourier-Domain-OCT-Schemas verwendet, bei der Strahlteiler vollständig vermieden werden. Bei der XCT dient die Oberflächenreflexion der Probe als Referenzwelle [2]. Dieses Schema führt zu einem robusten und intrinsisch stabilen Versuchsaufbau, bei dem breitbandige XUV-Strahlung ohne weitere Aufspaltung direkt auf die Probe fokussiert wird. Der reflektierte Strahl, d. h. die Überlagerung aller rückgestreuten Teilwellen aus jeder Schicht der Probe, wird mit einem XUV-Spektrometer spektral analysiert [6] (siehe auch Abb. 1).

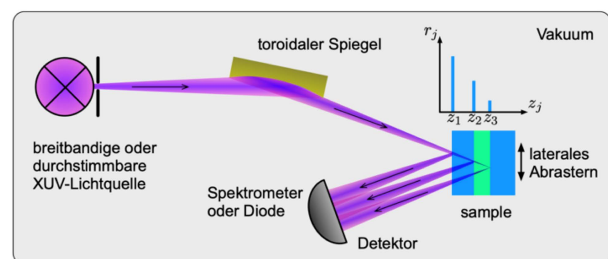


Abbildung 1: Prinzip der XCT. Das Licht der breitbandigen EUV-Quelle wird mit einem toroidalen Spiegel auf die eigentliche Probe fokussiert. Mit einem Spektrometer werden die spektralen Modulationen analysiert und die Tiefenstruktur durch Fourier-Transformation rekonstruiert.

Die Strukturinformation ist in den spektralen Modulationen kodiert und kann so über eine Fourier-Transformation extrahiert werden. Die laterale Auflösung wird durch konventionelle Abbildung und Abtastung der Probe erreicht. Der vereinfachte Aufbau ohne eine eindeutige Referenzwelle hat jedoch einen charakteristischen Nachteil: Die Rekonstruktion liefert nur die Autokorrelation der Tiefenstruktur der Probe und nicht die tatsächliche Struktur, da die Phaseninformation verloren geht. Eine Möglichkeit zur Lösung dieses Problems ist die digitale Rückgewinnung der unbekanntenen Phase. Das zugrundeliegende eindimensionale Phasenrekonstruktionsproblem ist, im Gegensatz zu seinem zweidimensionalen Gegenstück, z. B. bei der kohärenten Beugungsbildgebung, notorisch instabil. Wir haben jedoch erfolgreich einen stabilen eindimensionalen Phasenrekonstruktionsalgorithmus (PR-XCT) entwickelt, der die tatsächliche Probenstruktur aus ihrer Autokorrelation gewinnt und eine artefaktfreie XCT ermöglicht [4].

### 3. Messergebnisse

Die XCT wurde mit breitbandiger XUV-Strahlung aus einer lasergestützten Hohen Harmonischen-Quelle (HHG) durchgeführt, die speziell für die Anforderungen der XCT hinsichtlich spektraler Bandbreite und Ebenheit entwickelt wurde [5]. XCT-Scans [4] von zwei nanometerdünnen, lateral strukturierten, in Silizium eingebetteten Goldschichten sind in Abbildung 2 dargestellt.

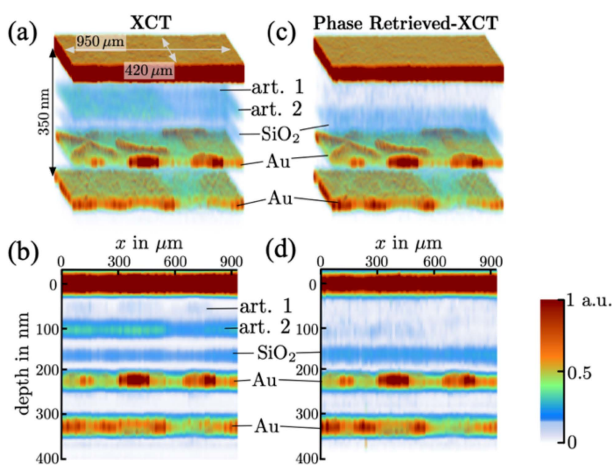


Abbildung 2: XCT-Tomogramm zweier vergrabener Goldschichten in Silizium. Teil (a) und (b) zeigen das XCT Tomogramm in 3D und in Schnittansicht nach direkter Fouriertransformation. Artefakte sind deutlich zu erkennen. Erst mit dem eindimensionalen Phasenrekonstruktionsalgorithmus können die Artefakte beseitigt werden (c) und (d) [4].

Es konnte eine axiale Auflösung von 24 nm erreicht werden. Die laterale Auflösung war durch die Spotgröße des XUV-Fokus auf ca. 23  $\mu\text{m}$  begrenzt. Mit Hilfe der Phasenrekonstruktion konnten alle Artefakte aus dem Tomogramm entfernt werden. Ein weiteres bemerkenswertes Ergebnis ist die hohe Materialempfindlichkeit der XCT. So wurde eine Siliziumdioxidschicht entdeckt, die während des Produktionsprozesses der Probe entstanden ist und nur wenige Nanometer dick ist. Diese Schicht

konnte mit einem Rasterelektronenmikroskop in einem dünnen Schnitt aus der Probe nicht erkannt werden, und auch in einem Transmissionselektronenmikroskop-Bild ist sie nur schwer zu erkennen.

Darüber hinaus ist der PR-XCT-Algorithmus in der Lage, quantitative Informationen über das Material im Inneren der Probe zu extrahieren. So ist eine markierungsfreie, elementspezifische Identifizierung von vergrabenen Strukturen mit einer Tiefenaufklärung im Nanometerbereich möglich. Durch algorithmische Optimierung der Modellparameter werden sogar Erkenntnisse über Oberflächenrauigkeit und Schichtdicken unterhalb der herkömmlichen XCT-Auflösung möglich [6,7].

Abbildung 3 zeigt das Ergebnis einer solchen Messung und Rekonstruktion. Das reflektierte modulierte Spektrum wurde wiederum mit einem modularen XUV-Spektrometer mit Reflexionsgitter vermessen. Abbildung 3(a) zeigt die Tiefenstruktur einer Probe, die aus einer dünnen Titanschicht und einer natürlich gewachsenen Siliziumoxidschicht besteht, die zwischen Siliziumabstandshaltern auf einem Titanoxidsubstrat vergraben ist. Dargestellt sind die Autokorrelation (blaue Linie) sowie die artefaktfreie Struktur (rote Linie) nach eindimensionaler Phasenrekonstruktion. Dieses phasenaufgelöste Signal wurde verwendet, um zusätzlich zur Tiefenstruktur die Reflektivitäten der einzelnen Schichten zu erhalten. Die gemessenen Reflektivitäten wurden mit einem auf dem Matrixformalismus basierenden Modell für die Reflektivität von Mehrschichtgrenzflächen verglichen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 3(b)-(e) dargestellt.

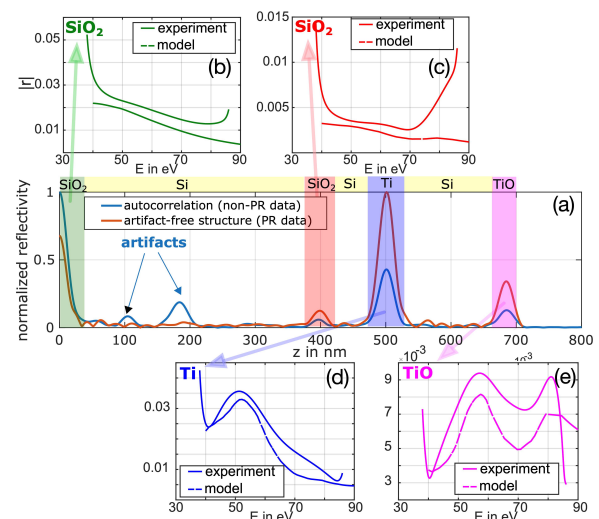


Abbildung 3: Experimentelle materialaufgelöste XCT-Ergebnisse: (a) Die Fourier-Transformation des gemessenen Intensitätsspektrums (blau) enthält Autokorrelationsartefakte. Die artefaktfreie Struktur (rot) wird durch Phasenrekonstruktion gewonnen. Die Peak-Amplituden enthalten nun die Information über die Reflektivitäten der einzelnen Schichten. (b)-(e) Das effektive Reflexionsvermögen einzelner Schichten wird durch eine Fourier-Transformation des entsprechenden Tiefenbereichs ermittelt. Das spektrale Verhalten ermöglicht die Identifizierung von z. B. Titan. [6]



Die Energieabhängigkeit des Reflexionsvermögens von Titan im betrachteten Spektralfenster wird durch die M-Kante des Titans bestimmt. Dieses Verhalten wird im Experiment deutlich reproduziert und ermöglicht die Unterscheidung von Titan im Vergleich zu anderen Materialien mit ähnlichem mittleren Reflexionsvermögen im Silizium-Transmissionsfenster. Aufgrund von Leistungsschwankungen des treibenden Lasers gibt es einen kleinen konstanten Offset im absoluten Reflexionsvermögen. Da die Materialinformationen jedoch eher im Gradienten als im absoluten Offset kodiert sind, ist eine label-freie, elementspezifische Identifizierung vergrabener Strukturen mit einer Tiefenauflösung im Nanometerbereich möglich. Durch algorithmische Optimierung der Modellparameter werden sogar Erkenntnisse über Oberflächenrauigkeit und Schichtdicken unterhalb der herkömmlichen XCT-Auflösung möglich.

XCT kann sehr hohe Sensitivitäten erreichen. Um dies zu demonstrieren, wurden verschiedene Graphenschichten untersucht, die in einer Si-Matrix eingebettet sind. Es wurden verschiedene Proben charakterisiert, die aus unterschiedlichen Mengen an Graphen bestehen, das unter 200 nm dicken Deckschichten aus amorphem Silizium vergraben ist [7]. Um Flächen von 25 mm<sup>2</sup> zu untersuchen, wurde eine laterale Schrittweite von 250 µm gewählt. Die Tiefenauflösung beträgt etwa  $\Delta z = 27$  nm. 3D-Tomografiebilder (Abb. 4b)) zeigen, dass die Reflektivität in dem Bereich, in dem die Graphenschicht abgetrennt wurde, erhöht ist.

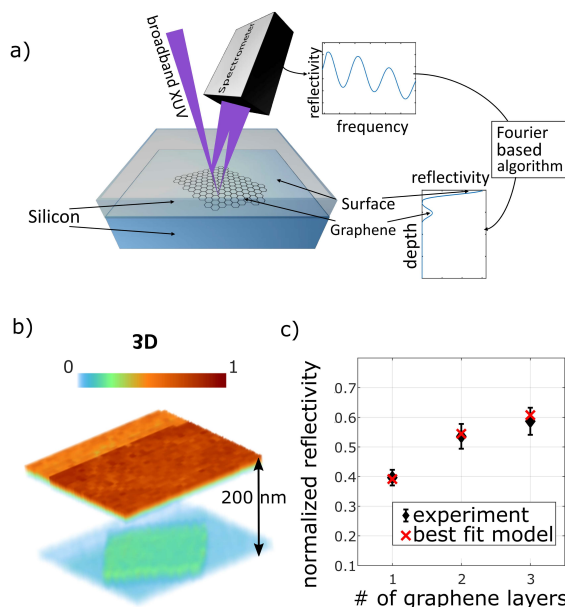


Abbildung 4: Messung von eingebettetem Graphen mittels XUV-Kohärenztomographie: a) Breitband-XUV wird auf eine Probe fokussiert, die aus in Silizium verkapseltem Graphen besteht. Die Interferenz der Reflexionen in unterschiedlichen Tiefen moduliert das reflektierte Spektrum. Durch einen Fourier-basierten Rekonstruktionsalgorithmus kann die Probenstruktur ermittelt werden. b) Tomogramm einer Graphen-Monoschicht unter einer 200-nm-Deckschicht. c) Gemittelte normalisierte Reflektivitäten für drei Proben mit einer Monoschicht, einer Doppelschicht und einer Dreifachschicht aus Graphen im

Vergleich zu einem Modell, das Grenzflächenrauigkeit und native Oxidation berücksichtigt [7].

Ein schwaches Hintergrundsignal einer nativen Oxidschicht unter dem Graphen ist ebenfalls sichtbar. Die XCT kann zwischen Mono-, Doppel- und Dreifachschichten von Graphen unterscheiden, indem sie ein Reflexionsvermögen misst, das mit der Anzahl der Schichten zunimmt (Abb. 4c)). Neben der Anzahl der Graphenschichten wird das Reflexionsvermögen stark von der Rauheit und der Bildung von nativen Oxiden an den Grenzflächen beeinflusst. Wir konnten zeigen, dass durch die Einbeziehung dieser Effekte in ein parametrisiertes Modell die experimentell ermittelten Reflektivitäten reproduziert werden können. Infolgedessen können sogar die Rauigkeiten und Oxiddicken quantifiziert werden. Die Anwendung von XCT zur Charakterisierung von 2D-Materialien ist nicht auf in Silizium eingebettetes Graphen beschränkt. Es kann eine breite Palette von Funktionsschichten und Einbettungsmaterialien abgebildet werden. Wir gehen davon aus, dass die XCT als wichtiges Instrument für die Qualitätskontrolle nanoelektronischer Bauelemente und als Methode zur Untersuchung der Physik solcher Bauelemente weiterentwickelt werden kann.

Die vorgestellten Experimente zeigen eindrucksvoll, dass XCT in vielen Bereichen der Nanobildgebung und Diagnostik vielfältiges Anwendungspotential besitzt. In Zukunft soll die spektrale Auflösung noch weiter gesteigert werden, um noch kleinere Änderungen an Schichtparametern detektieren zu können. Außerdem soll die intrinsische Zeitauflösung der HHG-Quellen ausgenutzt werden, um auch dynamische Effekte mit XCT abzubilden. Außerdem soll durch Kombination mit anderen Bildgebungsmethoden die laterale Auflösung von XCT, die bisher auf den Mikrometerbereich beschränkt ist, weiter verbessert werden, sodass auch dreidimensionale nanoskopische Tomogramme aufgenommen werden können.

## Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung; Bundesministerium für Bildung und Forschung (VIP "X-Coherent"); Thüringer Aufbaubank (2018FGR008, 2015FGR0094); Deutsche Forschungsgemeinschaft (PA 730/9-1).

FW ist Mitglied der Max Planck School of Photonics unterstützt durch das BMBF, der Max Planck Society, und der Fraunhofer Society.

## Kontaktinformationen

Laserinstitut Hochschule Mittweida

Technikumplatz 17, 09648 Mittweida

Prof. Dr. Silvio Fuchs

silvio.fuchs@hs-mittweida.de

## Literaturverzeichnis

- [1] Huang, D., Swanson, E., Lin, C., Schuman, J., Stinson, W., Chang, W., Hee, M., Flotte, T., Gregory, K., Puliafito, C., and Fujimoto, J. G. (1991): *Optical coherence tomography*, Science, 254, p. 1178-1181.
- [2] Fuchs, S., Blinne, A., Rödel, C., Zastra, U., Hilbert, V., Wünsche, M., Bierbach, J., Frumker, E., Förster, E. and Paulus, G. G. (2012): *Optical coherence tomography using broad-bandwidth XUV and soft X-ray radiation*, Appl. Phys. B, vol. 106, p. 789-795.
- [3] Fuchs, S., Rödel, C., Blinne, A., Zastra, U., Wünsche, M., Hilbert, V., Glaser, L., Viefhaus, J., Frumker, E., Corkum, P., Förster, E. and Paulus, G. G. (2016): *Nanometer resolution optical coherence tomography using broad bandwidth XUV and soft x-ray radiation*, Sci. Rep., vol. 6, p. 20658.
- [4] Fuchs, S., Wünsche, M., Nathanael, J., Abel, J. J., Rödel, C., Biedermann, J., Reinhard, J., Hübner, U. and Paulus, G. G. (2017): *Optical coherence tomography with nanoscale axial resolution using a laser-driven high-harmonic source*, Optica, vol. 4, p. 903.
- [5] Wünsche, M., Fuchs, S., Aull, S., Nathanael, J., Möller, M., Rödel, C. and Paulus, G. G. (2017): *Quasi-supercontinuum source in the extreme ultraviolet using multiple frequency combs from high-harmonic generation*, Opt. Express, vol. 25, p. 6936.
- [6] Wiesner, F., Wünsche, M., Reinhard, J., Abel, J. J., Nathanael, J., Skruszewicz, S., Rödel, C., Yulin, S., Gawlik, A., Schmidl, G., Hübner, U., Plentz, J., Paulus, G. G., & Fuchs, S. (2021): *Material-specific imaging of nanolayers using extreme ultraviolet coherence tomography*. Optica, vol. 8(2), p. 230.
- [7] Wiesner, F., Skruszewicz, S., Rödel, C., Abel, J. J., Reinhard, J., Wünsche, M., Nathanael, J., Grünewald, M., Hübner, U., Paulus, G. G., & Fuchs, S. (2022): *Characterization of encapsulated graphene layers using extreme ultraviolet coherence tomography*. Opt. Express, vol. 30, p. 32267.

# Versatile ultrashort pulse laser tunable up to nanosecond range

Tadas Bartulevičius<sup>1</sup>, Mykolas Lipnickas<sup>1</sup>, Karolis Madeikis<sup>1</sup>, Raimundas Burokas<sup>1,2</sup>,  
Deividas Andriukaitis<sup>1</sup> and Andrejus Michailovas<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Ekspla uab, Vilnius, Lithuania

<sup>2</sup>Center for Physical Sciences and Technology, Vilnius, Lithuania

## Abstract

*A versatile patent-pending technology enabling different operation regimes and a unique set of features in the industrial-grade 30 W-level average power femtosecond hybrid laser is introduced in this work. The developed technology, based on the use of an all-in-fiber active fiber loop (AFL), enabled to form GHz bursts of ultrashort laser pulses with any desired pulse repetition rate and any number of pulses in a burst with identical intra-burst pulse separation. Furthermore, the AFL allowed to tune pulse duration from a few hundred femtoseconds to picoseconds and even up to the nanosecond range.*

## 1. Introduction

Ultrashort laser pulses find wide applications in the fields of laser science, and industry. Many micro- and nano-machining tasks require the use of femtosecond or picosecond lasers due to their exceptional performance, superior precision, and minimal heat impact provided by ultrashort light pulses [1,2]. Certain material processing mechanisms respond exclusively to femtosecond pulses due to their significantly higher peak power compared to nanosecond pulses with the same energy. Despite their ability to concentrate energy in a small volume, femtosecond pulses typically result in low ablation efficiency per pulse. On the other hand, nanosecond lasers offer high throughput in material processing using high-energy laser pulses [3]. The ideal laser parameters, including pulse duration, for material processing depend on the material's characteristics. Carefully adjusting laser parameters and operation regimes may ensure optimal laser application outcomes.

Recent advancements in material processing focus on enhancing throughput while retaining the benefits of femtosecond lasers. Ablation-cooled laser material removal mechanism utilizing gigahertz (GHz) bursts of ultrashort laser pulses demonstrated significantly higher ablation efficiency while preserving the quality of ultrafast laser material processing [4]. This breakthrough led to the exploration of new light-matter interaction regimes, driving the development of lasers with enhanced functionality. From that time various techniques for generating megahertz (MHz) and gigahertz (GHz) bursts of pulses have been proposed [5-8]. However, only a few methods offer significant improvements in ultrashort pulse lasers, characterized by unique features and easy implementation in ultrafast fiber or hybrid laser systems, enabling compact, stable, and robust designs.

In this work, we present an ultrafast laser with increased functionality that can offer different operation regimes and a unique set of pulse parameters in a single laser source. This study introduces an innovative patent-

pending technology enabling new operation regimes in ultrashort pulse lasers. Firstly, the developed technology, based on the use of an all-in-fiber active fiber loop (AFL), enables the formation of GHz bursts of ultrashort laser pulses with any desired pulse repetition rate (PRR), any number of pulses in a burst (ranging from 2 pulses to thousands of pulses inside the burst) with identical intra-burst pulse separation [9-11]. Moreover, the AFL allows the tuning of pulse duration from a few hundred femtoseconds to picoseconds and even up to the nanosecond range [12-14]. The research demonstrates two distinct methods for pulse duration adjustment: one through the management of accumulated dispersion and another through pulse spectrum filtration. The AFL was integrated into the industrial-grade 30 W-level average power femtosecond hybrid laser. The developed laser offered a unique set of features and parameters and can be beneficial for most laser applications as it can operate in the single-pulse and GHz-burst (short-, long-bursts, GHz-bursts-in-MHz-bursts) regimes, with the ability to tune pulse duration.

## 2. Experimental setup

The AFL is a versatile technology capable of generating GHz bursts of ultrashort laser pulses and adjusting the characteristics of these pulses, including tuning the pulse duration. This paper introduces the principles and experimental results of GHz burst formation and pulse duration tuning.

The layout of the AFL with acousto-optic modulators (AOM) for GHz burst formation and temporal control of the pulses is depicted in Figure 1. The all-in-fiber AFL comprises the main components responsible for burst formation and temporal control of the pulses/bursts (achieved through acousto-optic modulators), pulse amplification (using ytterbium-doped fiber (YDF) amplifier), dispersion compensation/accumulation (utilizing chirped fiber Bragg gratings (CFBG)), and selection of different operation modes (using optical switch (OS)).

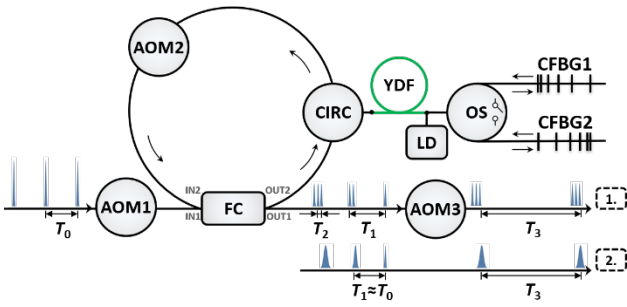


Figure 1: The schematic setup of the AFL used for the GHz burst formation and pulse duration tuning. FC – 2x2 fiber coupler, CIRC – optical circulator, YDF – ytterbium-doped fiber, CFBG1,2 – chirped fiber Bragg gratings, LD – single-mode laser diode, AOM1-3 – acousto-optic modulators, OS – optical switch. Time delays between:  $T_0$  – input pulses,  $T_1$  – a delayed replica of an input pulse and an undelayed replica of the pulse,  $T_2$  – intra-burst pulses,  $T_3$  – pulses or bursts of pulses.

### 3. Results and discussion

#### 3.1. Flexible GHz burst formation

GHz burst formation technique is based on splitting and delaying ultrafast pulses from the MHz oscillator (case #1 in Figure 1). After each round-trip, the delayed replicas of the pulses from previous formation cycles are added to an undelayed input pulse from the initial pulse train. A sequence of bursts with an increasing number of pulses is formed. The third AOM is used as a pulse picker to select only the bursts with a desired number of pulses.

Long bursts may be formed by modulating the initial pulse train using AOM1. When pulses that circulate inside the AFL fill the entire time delay between two input pulses, the AOM1 blocks the next input pulse. Pulses circulating inside the AFL are outcoupled and add up to the pulses outcoupled during the previous time interval thus making the burst longer at each formation cycle. The bursts with a desired number of pulses are selected by the AOM3 determining the burst repetition rate (BRR). The described operation of the AFL allows the formation of short bursts, long bursts, and GHz bursts in a combination of MHz bursts, as shown in Figure 2.

In a short-burst formation regime, 2.2 GHz bursts containing from 2 to 20 pulses were demonstrated. Long bursts from 20 ns to even 1  $\mu$ s width were realized. Furthermore, GHz bursts were formed in a combination of MHz bursts in the so-called burst-in-burst regime.

The AFL possesses distinct features, likely making it the most flexible and versatile among all fiber-based techniques. Firstly, as demonstrated, any number of pulses can be obtained in a burst. During the manufacturing stage of the AFL, any desired PRR within a burst can be selected independently of the initial PRR of a fiber oscillator. The AFL allows for achieving identical intra-burst pulse separation. Furthermore, the amplitude of pulses in a burst can be controlled by adjusting the amplification conditions in the YDF amplifier.

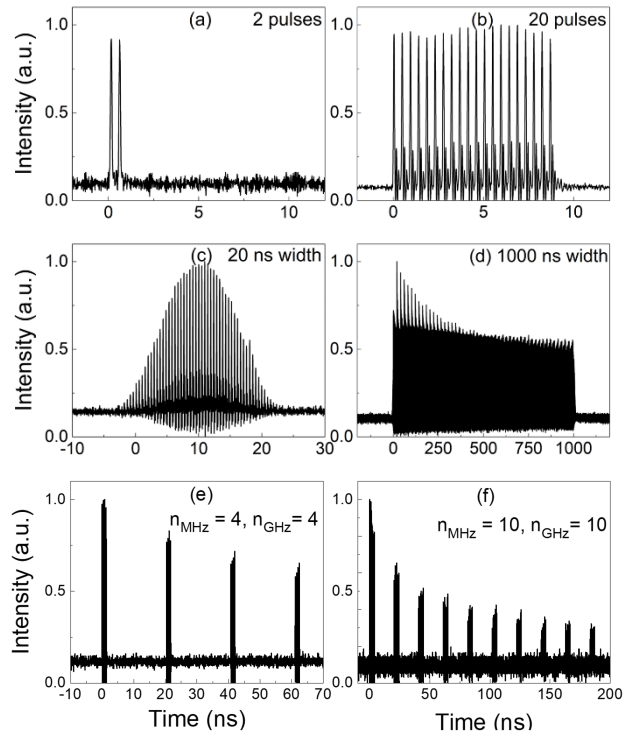


Figure 2: The measured 2.2 GHz intra-burst PRR bursts containing different number of pulses in a-b) short-, c-d) long-, e-f) burst-in-burst formation regimes.

The AFL was integrated into the industrial-grade 30 W-level average power femtosecond laser (*FemtoLux 30, EK-SPLA*) operating in both single-pulse and GHz-burst regimes. Laser pulses were amplified to more than 30 W average output power in both cases. In the single-pulse regime, high-quality 300 fs pulses were obtained. The typical output pulse autocorrelation function at a single-pulse regime is depicted in Figure 3.

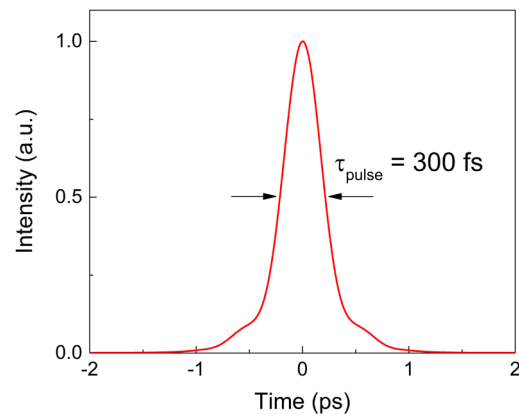


Figure 3: Typical output pulse autocorrelation function at single-pulse regime.

In the GHz burst regime, the GHz bursts, ranging from 2 to more than 1000 pulses, were amplified up to nearly 140  $\mu$ J. The rectangular-like shapes of short bursts were achieved by adjusting the amplification conditions of the fiber amplifier inside the AFL. Longer bursts were pre-shaped using an AOM controlled by an arbitrary waveform generator. Pre-shaping of the bursts was essential to achieve the desired rectangular shape after

amplification and to mitigate the effect of gain saturation. Rectangular-like bursts of pulses measured at the system's output are depicted in Figure 4. The autocorrelation functions (ACF) of the compressed pulses in the GHz burst operation regime are shown in the insets of Figure 4.

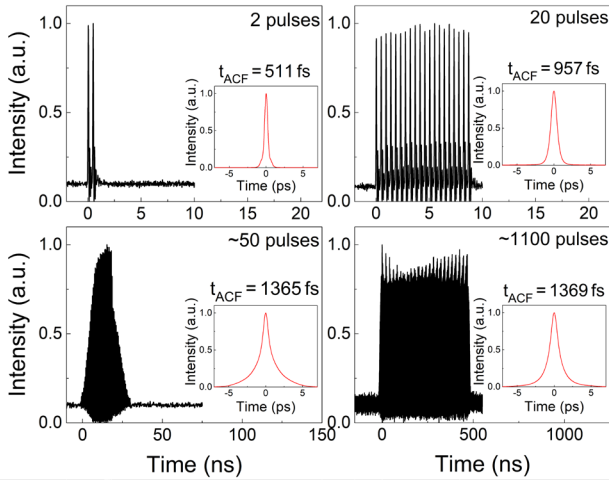


Figure 4: Measured rectangular-like bursts containing 2-1100 pulses, at 31.5 W average output power (135  $\mu$ J burst energy) at the laser output. Inset: Measured ACFs of the compressed pulses.

The average ACF width, at full-width at half-maximum, ranged from 511 fs for a 2-pulse burst to 1369 fs for a 1100-pulse burst. Significant pulse elongation was observed in the GHz-burst regime. The primary factor contributing to the increase in pulse duration was the narrowing of the pulse spectrum caused by the bell-shaped reflectivity profile of the CFBG used for dispersion compensation in the AFL (Figure 5). Nevertheless, despite the evident pulse spectrum narrowing, ultrashort pulse durations of sub-1 ps for Gaussian-shaped pulses were achieved in the GHz-burst regime for different burst widths.

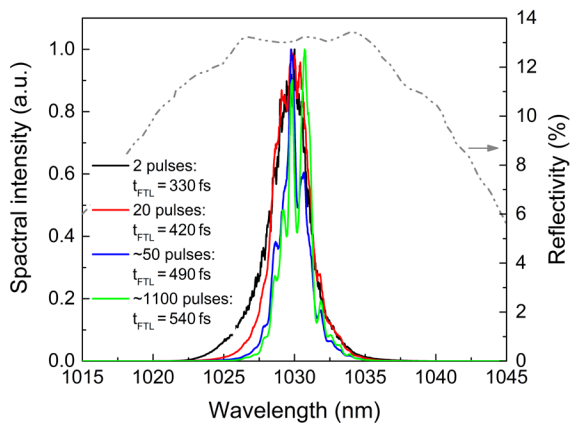


Figure 5: Pulse spectra at the system's output in the GHz-burst regime, with the reflectivity profile of the CFBG used for dispersion compensation shown as a grey dash-dotted line.

### 3.2. Pulse duration tuning

This subsection details the AFL's capability for pulse duration tuning. Two distinct methods for pulse duration adjustment: one through the management of accumulated dispersion and another through pulse spectrum filtration are discussed. The layout of the AFL for temporal control of the pulses is depicted in Figure 1 (case #2).

The AFL for pulse duration tuning, achieved through the management of accumulated dispersion, comprises the same main components described earlier. However, its operation differs. The pulse duration tuning technique relies on controlled dispersion accumulation during each round-trip inside the AFL. In this case, the chirped fiber Bragg grating (CFBG2), of a group delay dispersion (GDD) value of 22.5 ps<sup>2</sup>, is not used to compensate for chromatic dispersion at each round-trip but to introduce additional dispersion. This process effectively stretches the pulses in time. The duration of a single pulse passing through the AFL increases after each round-trip, forming a sequence of pulses with varying durations outside the AFL. A discrete linear increase in pulse duration was achieved, reaching nearly 4 ns after 15 round-trips. Pulses that do not propagate through the loop maintain a duration of a few hundred femtoseconds at the output of the system. This capability allows for pulse duration tuning within a range from a few hundred femtoseconds up to nanoseconds. The envelopes of the different duration pulses are presented in Figure 6.

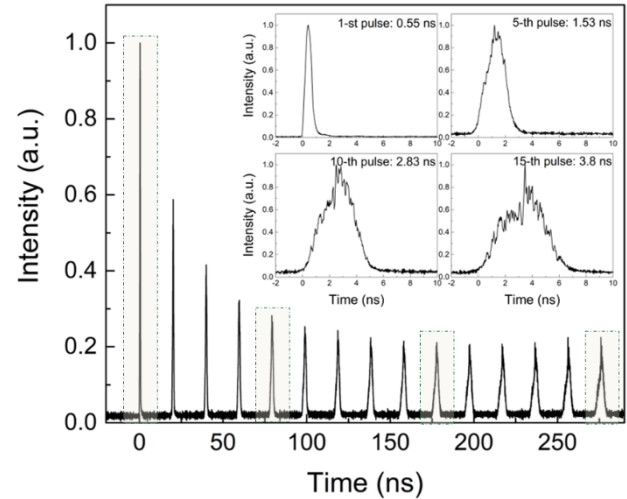


Figure 6: A sequence of pulses and pulse envelopes outside the AFL with pulse duration increase from 0.55 ns to 3.8 ns.

Visible pulse envelope distortion was observed in pulses with the largest amount of accumulated dispersion in the AFL. This distortion was attributed to the quality of the CFBG pulse stretcher used in the AFL. Possible causes include group delay ripples and spectral modulations of the reflectivity profile of the CFBG as the pulse propagated through the element multiple times. The discrete tuning range of the pulse duration is dependent on the dispersion value of the CFBG used in the AFL.

The AFL for pulse duration tuning, achieved through spectrum filtration, incorporates a fiber Bragg grating filter instead of a chirped fiber Bragg grating.

The basic operation of this technique closely resembles that of dispersion management. It relies on the propagation of a single pulse inside the AFL and its duration increase after each round-trip. However, in this case, the pulse duration increase is attributed to the narrowing of the pulse spectrum, achieved using a Gaussian-like filter instead of a CFBG stretcher. The major requirement for the FBG filter is a Gaussian-like reflection spectrum profile, ensuring that the edges of the pulse spectrum are filtered at every round-trip within the AFL. A Gaussian-like FBG filter with a bandwidth of 0.037 nm was utilized in this case.

In the demonstration of this experimental layout, the measured pulse duration varied from about 2.3 ps for the initial pulses that did not propagate through the AFL to over 300 ps after 40 round-trips. The envelopes of pulses with different durations outside the AFL, which incorporated the spectral filter, are shown in Figure 7. The obtained pulse envelopes were bell-shaped and without any distortions. This method is especially suitable for laser systems and applications that demand high temporal quality of pulses and a narrow bandwidth spectrum (in the order of tens of picometers). The discrete pulse duration tuning range was dependent on the bandwidth of the used spectral filter. This technique can be integrated into both broadband and narrowband laser systems, depending on the desired set of laser parameters.

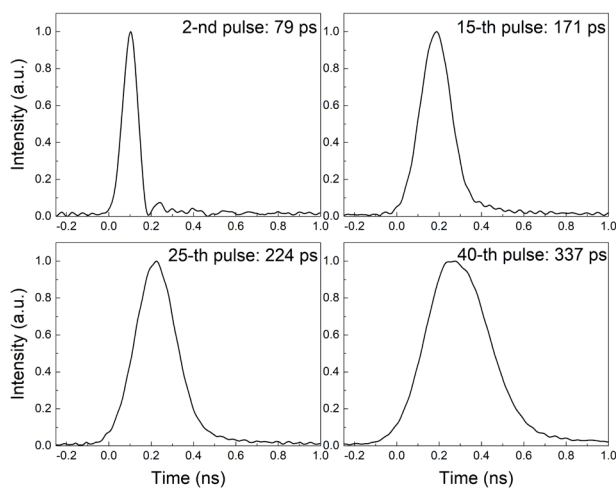


Figure 7: Pulse envelopes outside the AFL that incorporate a Gaussian-like spectral filter with a bandwidth of 0.037 nm. Pulse duration ranged from 79 ps to 337 ps.

## References

- [1] Gao, S. and Huang, H., "Recent advances in micro- and nanomachining technologies," *Front. Mech. Eng.* 12, 18–32 (2017).
- [2] Gedvilas, M., Indrišiusas, S., Voisiat, B., Stankevičius, E., Selskis, A. and Račiukaitis, G., "Nanoscale thermal diffusion during the laser interference ablation using femto-, pico-, and nanosecond pulses in silicon," *Phys. Chem. Chem. Phys.* 20, 12166–12174 (2018).
- [3] Chichkov, B. N., Momma, C., Nolte, S., von Alvensleben, F. and Tünnermann, A., "Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids," *Appl. Phys. A* 63(2), 109–115 (1996).

## 4. Conclusion

A versatile technology, based on the use of the AFL, enabled various laser operation regimes and introduced a unique set of pulse parameters in a single laser source. The ultrafast laser of the increased functionality operated in the single-pulse and GHz-burst (short-, long-bursts, GHz-bursts-in-MHz-bursts) regimes, with the ability to tune pulse duration.

In this work, the developed technology facilitated the formation of GHz bursts of ultrashort laser pulses, allowing for any desired PRR and any number of pulses in a burst with identical intra-burst pulse separation.

The AFL was integrated into the industrial-grade 30 W-level average power femtosecond laser (*FemtoLux 30, EK-SPLA*), operating in flexible single-pulse and GHz burst regimes. In the single-pulse regime, the laser system delivered high-quality 300 fs duration pulses. In the GHz burst regime, bursts containing from 2 up to approximately 1100 pulses were achieved.

Furthermore, the AFL provided the capability to tune the pulse duration from a few hundred femtoseconds to picoseconds and even up to the nanosecond range. Two modifications of the AFL based on dispersion management and spectral filtration were introduced. The pulse duration adjustment technique, based on dispersion accumulation inside the AFL, enabled the realization of the pulse duration tuning range from a few hundred femtoseconds up to nanoseconds (discrete tuning up to 4 ns was demonstrated). The pulse duration tuning technique based on spectral filtration allowed for changing the pulse duration to over 300 ps and narrowing the spectrum bandwidth down to a few picometers, respectively.

The laser output specifications depended on the initial laser parameters and the properties of the main components used in the AFL. The flexibility of the demonstrated laser source to operate in widely tunable single-pulse and GHz-burst regimes provides unprecedented freedom to determine the most suitable combination of ultrafast radiation parameters for a certain material processing application. This makes such a laser indispensable in the development stage of industrial processes.

- [4] Kerse, C., Kalaycıoğlu, H., Elahi, P., Çetin, B., Kesim, D. K., Akçaalan, Ö., Yavaş, S., Aşık, M. D., Öktem, B., Hoogland, H., Holzwarth, R. and Ilday, F. Ö., "Ablation-cooled material removal with ultrafast bursts of pulses," *Nature* 537(7618), 84–88 (2016).
- [5] Rezaei, S., Li, J. and Herman, P. R., "Burst train generator of high energy femtosecond laser pulses for driving heat accumulation effect during micromachining," *Opt. Lett.* 40(9), 2064–2067 (2015).
- [6] Dromey, B., Zepf, M., Landreman, M., O'Keeffe, K., Robinson, T. and Hooker, S. M., "Generation of a train of ultrashort pulses from a compact birefringent crystal array," *Appl. Opt.* 46(22), 5142–5146 (2007).
- [7] Barkauskas, M., Neimontas, K. and Butkus, V., US Patent application publication, US2020/0067260A1 (2020).
- [8] Kerse, C., Kalaycıoğlu, H., Elahi, P., Akçaalan, Ö. and Ilday, F. Ö., "3.5-GHz intra-burst repetition rate ultrafast Yb-doped fiber laser," *Opt. Commun.* 366, 404–409 (2016).
- [9] Bartulevicius, T., Madeikis, K., Veselis, L., Petrauskiene, V. and Michailovas, A., "Active fiber loop for synthesizing GHz bursts of equidistant ultrashort pulses," *Opt. Express* 28(9), 13059–13067 (2020).
- [10] Michailovas, A. and Bartulevicius, T., Published international patent application WO2021/059003 (A1) (2021).
- [11] Bartulevicius, T., Lipnickas, M., Petrauskiene, V., Madeikis, K. and Michailovas, A., "30 W-average-power femtosecond NIR laser operating in a flexible GHz-burst-regime," *Opt. Express* 30, 36849-36862 (2022).
- [12] Bartulevičius, T., Lipnickas, M., Madeikis, K., Burokas, R., Michailovas, A., "Versatile ultrashort pulse laser tunable up to nanosecond range," *Proc. SPIE 12399, Solid State Lasers XXXII: Technology and Devices*, 1239904 (8 March 2023).
- [13] Bartulevicius, T., (not published), Lithuanian Patent Application LT2022 526, filed June 30, 2022.
- [14] Michailovas, A. and Bartulevicius, T., (not published), European Patent Application EP21196873.0, filed Sept. 15, 2021.

# High-speed laser surface texturing by combining direct laser interference patterning with polygon scanner technology

Fabian Ränke<sup>1</sup>, Robert Baumann<sup>1</sup>, Bogdan Voisiat<sup>1</sup>, Marcos Soldera<sup>1</sup>,  
Andrés Fabián Lasagni<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Institute for Manufacturing Technology, Technische Universität Dresden, Dresden, Germany

<sup>2</sup>Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS, Dresden, Germany

## Abstract

*In this work, Direct Laser Interference Patterning (DLIP) is used in conjunction with the polygon scanner technique to fabricate textured polystyrene and nickel surfaces through ultra-fast beam deflection. For polystyrene, the impact of scanning speed and repetition rate on the structure formation is studied, obtaining periodic features with a spatial period of 21  $\mu\text{m}$  and reaching structure heights up to 23  $\mu\text{m}$ . By applying scanning speeds of up to 350 m/s, a structuring throughput of 1.1  $\text{m}^2/\text{min}$  has been reached. Additionally, the optical configuration was used to texture nickel electrode foils with line-like patterns with a spatial period of 25  $\mu\text{m}$  and a maximum structure depth of 15  $\mu\text{m}$ . Subsequently, the structured nickel electrodes were assessed in terms of their performance for the Hydrogen Evolution Reaction (HER). The findings revealed a significant improvement in HER efficiency, with a 22% increase compared to the untreated reference electrode.*

## 1. Introduction

Surface modification of metallic and polymer materials by producing well-defined topographical elements is a highly interesting path to achieve advanced surface functionalities. This leads to the expansion of the potential range of applications in the fields of microfluidics, biomedical technology and electronics [1-3]. There is a wide variety of chemical and physical technologies available micropattern surfaces such as expensive photolithography, wear intensive micro contact printing and chemical etching [4]. Alternative approaches to typical manufacturing processes are laser texturing methods [5]. In particular, the Direct Laser Interference Patterning (DLIP) technology is considered to be a flexible and highly versatile solution for producing highly periodic and deterministic microstructures and thus for functionalizing surfaces. In this process, multiple coherent laser beams are superimposed and focused on a substrate's surface, resulting in the formation of an interference pattern with a periodic distribution of the laser intensity. Furthermore, by controlling the number of the applied laser beams and their overlapping angles, specific geometries and sizes can be produced by local ablation processes at the interference maxima positions [6]. In order to scale-up DLIP processes to industrial production, different beam manipulation systems have been developed aiming to increase process throughput. For example, by applying a static DLIP optical concept with an elongated beam profile, line-like patterns with a maximum throughput of 0.9  $\text{m}^2/\text{min}$  could be fabricated on polycarbonate by moving the substrate at 1 m/s [7]. Other technologies, such as polygon scanners, allow processing speeds of up to 1000 m/s, without the additional movement of the components. However, the disadvantage of this technology is the comparatively low

resolution (~40 - 50  $\mu\text{m}$ ) due to the relatively large diameter of the laser beam at the focus position [8]. The aim of this work is to demonstrate the feasibility of combining polygon scanners with DLIP technique, increasing both resolution as well as throughputs reaching values over 1  $\text{m}^2/\text{min}$ . Furthermore, the optical configuration is employed to functionalize nickel electrodes, typically used for alkaline water electrolysis. In this context, the topography of the fabricated electrodes is characterized using optical confocal microscopy as well as scanning electron microscopy, combined with Fourier analysis. Also the electrochemical performance for the Hydrogen Evolution Reaction (HER) efficiency of the laser-treated electrodes is evaluated.

## 2. Experimental section

For the laser structuring experiments black polystyrene plates (PS) with lateral dimensions of 90 mm x 90 mm and 1.5 mm thickness and commercially nickel sheets (Goodfellow, USA) with a size of 300 mm x 300 mm and a thickness of 0.125 mm were utilized. Before laser structuring the samples were cleaned from contamination with 99.5 % ethanol solution (Supelco, Germany).

The laser structuring through DLIP was realized as described in [12]. The setup consists of a picosecond solid-state laser (Innoslab PX/FX, EdgeWave, Germany) with a maximum pulse energy of 270  $\mu\text{J}$  and maximal average laser power of 470 W. The laser wavelength was 1064 nm and the pulse duration 12 ps. The beam emitted from the laser source is later expanded using a telescope system and then split into two sub-beams by a Diffractive Optical Element (DOE). In order to achieve high scanning speeds, a polygon scanner (PM series, Moewe, Germany) was utilized. The deflected sub-beams are focused onto the material surface by a 420 mm f-theta objective lens. With this optical configuration, the spatial



period  $\Lambda$  of the interference pattern was set to 21.0  $\mu\text{m}$  and 25.0  $\mu\text{m}$  [9,10]. Finally, confocal microscopy images (Sensofar S-Neox, Spain) were captured to evaluate the surface topography of the laser-structured samples. For a more detailed analysis of the surface topography, Scanning Electron Microscopy (SEM) was performed using Zeiss Supra 40VP (Carl Zeiss, Germany). The electrochemical characterization of the treated Ni-electrodes was performed in a conventional three-electrode cell configuration under industrial conditions with 30wt.-% KOH [13]. The activity towards HER was analyzed by overpotential ( $\eta_{\text{HER}}$ )-time curves and steady-state polarization curves. Further information has been published elsewhere [10].

### 3. Results and discussion

#### 3.1. DLIP-polygon based surface structuring

For the first set of experiments, DLIP line-like textures were produced on black PS with a spatial period of 21.0  $\mu\text{m}$ . As process parameters, the scanning speed  $v_{\text{scan}}$  and the laser repetition rate  $f_{\text{rep}}$  were varied to investigate the changes of the structure morphology depending on the mentioned parameters.

The SEM images in Figure 1a and c show multiple line scans with the corresponding DLIP features. The single scan lines are spaced by 75  $\mu\text{m}$ . Confocal images shown in Fig. 1b and d correspond to the same samples displayed in Fig. 1a and c, respectively. Using a scanning speed of 200 m/s (Figs. 1a and b) and a repetition rate of 5 MHz (resulting in a cumulated fluence  $\Phi_{\text{cum}} = 2.8 \text{ J/cm}^2$ ), well-defined periodic lines with a structure height of 6  $\mu\text{m}$  were fabricated. The structure formation was caused by local swelling of the polymer material at the positions corresponding to the maxima of the interference pattern. The origin of the swelling of the material is the absorption of the IR radiation by the black dye within the polymer matrix, that leads to the formation of gaseous by-products, internal pores in the polymer and ultimately to the expansion of the material towards the surface. This phenomenon has already been observed in other publications [7]. At higher cumulative laser fluences of  $\Phi_{\text{cum}}$  of 8.3  $\text{J/cm}^2$  (obtained with scanning speeds  $v_{\text{scan}}$  of 100 m/s), the irradiated areas display a more profound modification of the material surface, with the formation of features with heights between 5 and 12  $\mu\text{m}$ . In this case, the structure formation is driven by a combination of swelling and ablation mechanisms (Fig. 1c, d).

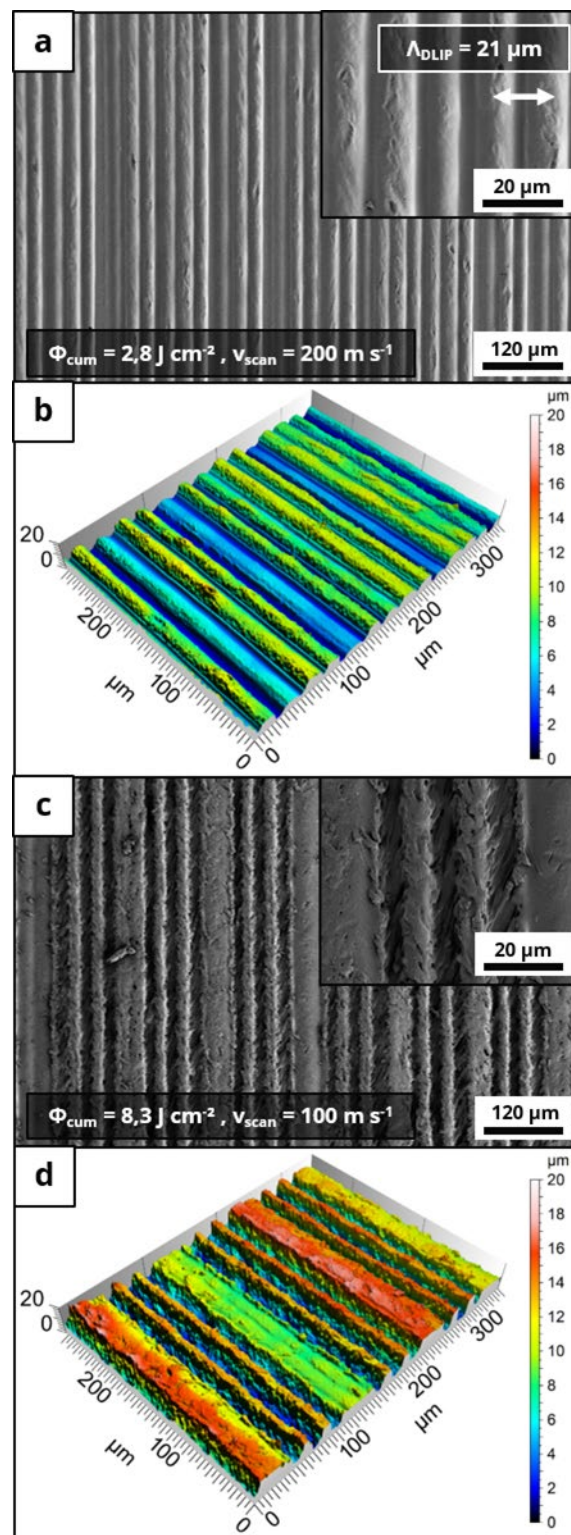


Figure 1: SEM images (a, c) and corresponding 3D CM (b, d) of DLIP structured polystyrene at a repetition rate  $f_{\text{rep}}$  of 5 MHz and different scanning speeds:  $\Phi_{\text{cum}} = 2.8 \text{ J/cm}^2$ ,  $v_{\text{scan}} = 200 \text{ m/s}$  (a, b);  $\Phi_{\text{cum}} = 8.3 \text{ J/cm}^2$ ,  $v_{\text{scan}} = 100 \text{ m/s}$  (c, d); spatial period  $\Lambda = 21.0 \mu\text{m}$ .

The dependency of the resulting structure height with the applied scanning speed at different repetition rates (2 to 5 MHz) is shown in Fig 2.

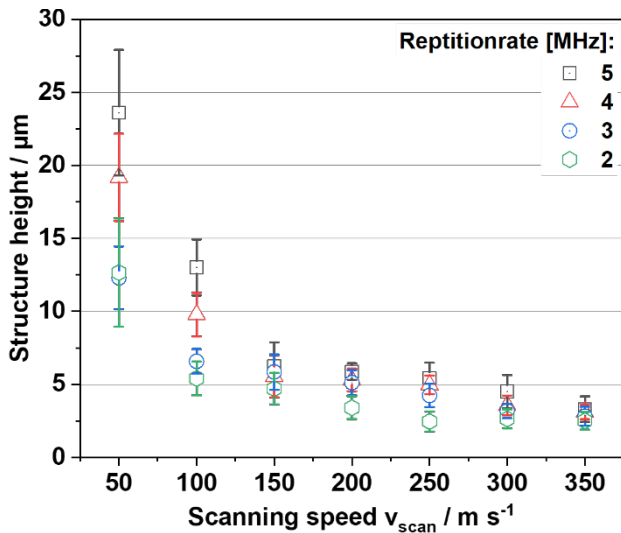


Figure 2: Structure height in dependence of scanning speed and repetition rates  $f_{rep}$ . Modified from [9].

The largest structure heights were achieved for a scanning speed of 50 m/s, ranging from  $\sim 12$  to  $23 \mu\text{m}$  depending on the applied repetition rate  $f_{rep}$ . Whereby the resulting structure height values for the respective repetition rates show a large deviation, indicating a higher irregularity of the surface topography. The decrease in height as the scanning speed increases can be explained by examining the cumulative laser fluence for each parameter set. In case of slower scanning speeds, a higher number of laser pulses per time unit accumulate within a certain area, causing a larger amount of polymer to swell at the maximum positions. On the other hand, higher repetition rates resulted into higher structures, which indicates that pulses with lower fluences per pulse are more suitable to swell the structures efficiently.

For the sample structured at scanning speeds above 200 m/s, the structure height varied from about 3 to  $6 \mu\text{m}$ , depending on the repetition rate. Furthermore, slight deviations in the height of the structures were observed (see error bars), indicating a more homogeneous surface topography.

In addition to the evaluation of the structure heights, the maximum process throughput was determined. The process throughput has been calculated taking into consideration the scanning speed, the separation distance between the scanned lines and the duty cycle of the polygon ( $\sim 50\%$ ). For scanning speeds of 50 and 350 m/s in combination with a line spacing of  $75 \mu\text{m}$ , throughput rates of  $0.11$  and  $0.79 \text{ m}^2/\text{min}$  could be achieved. For an additional increase in the process throughput, the separation distance was raised to  $100 \mu\text{m}$ , resulting in  $1.1 \text{ m}^2/\text{min}$ .

### 3.2. Nickel electrode functionalization

Line-like DLIP features were produced on Ni-electrodes with spatial period  $25.0 \mu\text{m}$ . As process parameters, the scanning speed  $v_{scan}$  as well as the number of consecu-

tive passes  $N$  were varied. In this way, the cumulated laser fluence could be controlled (for further details refer to [10]).

Exemplary results of produced topographies are shown in Figure 3. For instance, the line-like patterns with  $25.0 \mu\text{m}$  period produced using a cumulated fluence ( $\Phi_{cum}$ ) of  $32 \text{ J}/\text{cm}^2$  show not only a well-defined array of grooves ablated at the maxima positions of the interference pattern but also the formation of regular wavy nanostructures known as Laser-induced Periodic Surface Structures (LIPSS). These features are located on the maxima positions of the interference pattern (see insets in Figure 3) and are oriented perpendicularly to the laser polarization (arrows in the insets). In addition, also for the spatial period  $\Lambda$  of  $25.0 \mu\text{m}$ , periodic micro-holes with a diameter of  $1.4 \pm 0.3 \mu\text{m}$  are visible, when using higher cumulated fluences ( $\Phi_{cum} = 640 \text{ J}/\text{cm}^2$ ), see Figure 3b. Furthermore, the appearance of the micro holes affected the straightness of the line-like pattern and led to irregular DLIP micro channels.

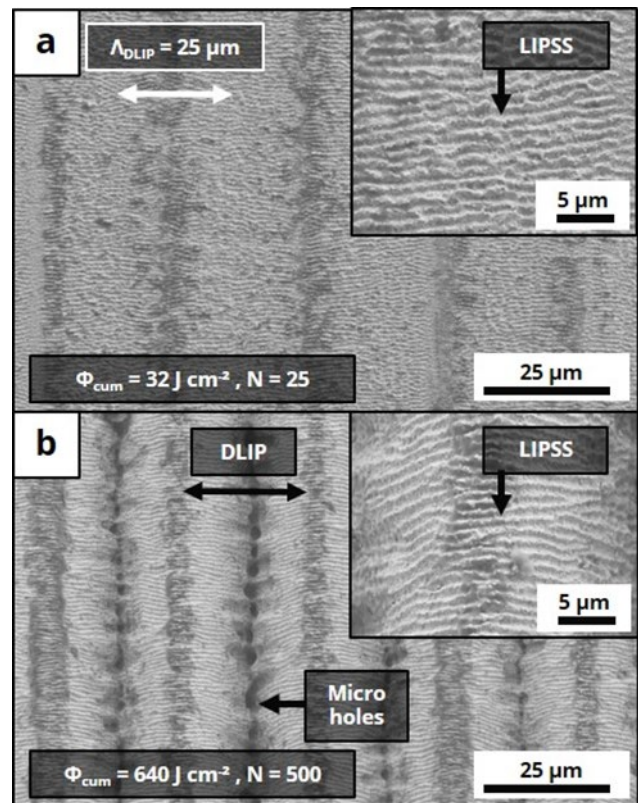


Figure 3: Exemplary SEM images of DLIP line-like structures produced on nickel at a repetition rate of  $8.4 \text{ MHz}$  and scanning speed of  $200 \text{ m/s}$  (modified from [10]).

Using optical confocal microscopy analysis, the dependence of the structure depth as a function of the consecutive passes was determined, as shown in Figure 4. The structure depth of the line-like surface patterns (Figure 4) increased consistently with the number of consecutive passes, as expected. The deepest structures for the line-like textures were achieved at a scanning speed of  $200 \text{ m/s}$ . The relationship between structure depth and scanning speed can be explained in terms of the cumu-

lated laser fluence ( $\Phi_{cum}$ ). Lower structuring speeds result in a higher overlap of laser pulses and thus higher cumulated fluence per position. As a consequence, more material is ablated at the interference maxima positions leading to deeper structures. In general, variations of the structure depth ranging from 1  $\mu\text{m}$  to 13  $\mu\text{m}$  were observed for the line-like patterns

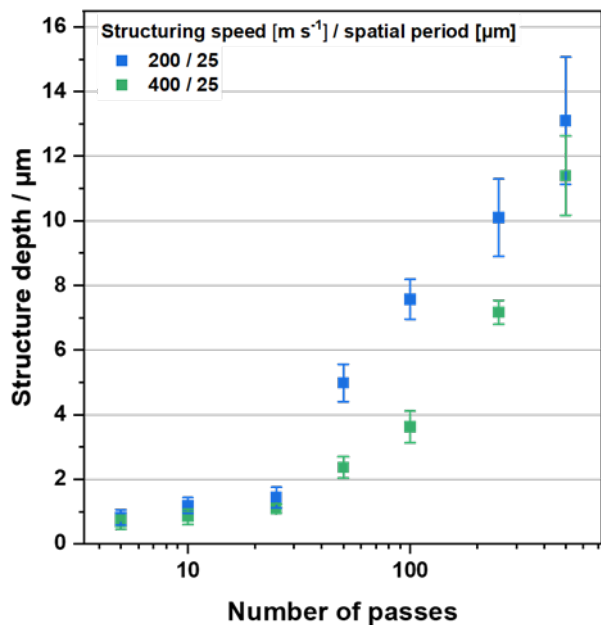


Figure 4: Structure height in dependence of scanning speed and number of consecutive passes. Modified from [10].

### 3.2. Preliminarily electrochemical characterization

Finally, the evaluation of the electro-catalytic activity towards HER in an alkaline medium was conducted on the line-like DLIP-structured nickel electrodes. The results of the investigation for the overvoltage potential are displayed in Figure 5.

The evaluated DLIP samples have a structure period of 25.0  $\mu\text{m}$  and differ in the number of successive passes  $N$ . The aim was to determine the influence of the number of passes on the corresponding overvoltage potential ( $\eta_{HER}$ ).

All recorded curves showed an increasing overpotential over time, whose slopes tend to slow down after 20 to 25 minutes. The increase in the overpotential during the first stage of HER might be related to the reduction of native oxides or hydroxides as well as the formation of a thin nickel hybrid layer of few atoms [11]. In Figure 5, it can be concluded that treating the nickel electrode with DLIP led to significant shift of the overpotential-time curves towards lower overpotential values. Furthermore, it can be noted that the decrease in overpotential is proportional to the number of consecutive passes employed during the fabrication process. This overpotential yield (up to  $361 \pm 21$  mV) denotes an increase of the efficiency of the electrodes for producing hydrogen of 22%.

Further details about the electrochemical results and discussion can be found in [10].

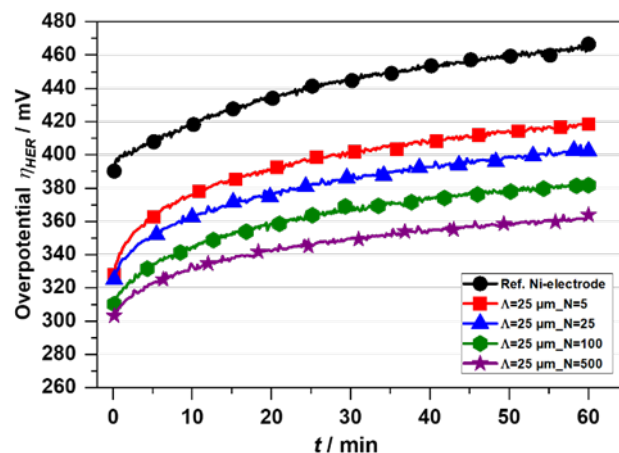


Figure 5: Overpotential-time curve of the hydrogen evolution reaction on the line-like patterned foils compared to the untreated reference at a geometric current density of  $-0.5 \text{ A cm}^{-2}$  in 30wt.% KOH at 333 K for a period of 1 h (modified from [10]).

## 4. Conclusion

In this work, the combination of Direct Laser Interference Patterning and polygon scanner technologies was demonstrated on nickel and polystyrene substrates. Using a high-power picosecond laser source, in conjunction with two-beam DLIP setup, periodic micro structures with line-like geometries could be produced. In this context black polystyrene plates were treated at scanning speeds between 50 and 350 m/s, showing the viability of the process. Line-like patterns exhibiting a spatial period of 21.0  $\mu\text{m}$  and structure heights up to 23  $\mu\text{m}$  were induced either by the local swelling of the material at low cumulated fluences, or by a combination of ablation and swelling at higher fluences. The method allowed reaching outstanding throughputs up to  $1.1 \text{ m}^2/\text{min}$ . Furthermore, nickel foils were textured with line-like patterns with a spatial period 25.0  $\mu\text{m}$  and a maximum structure depth of 13.1  $\mu\text{m}$ . The line-like DLIP-treated samples were employed as electrodes in hydrogen evolution reaction experiments. The results demonstrated that the samples with the most significant increase in surface area exhibited a substantial reduction in overpotential, reaching up to 22% compared to the reference flat Ni electrode.

## Acknowledgments

This project was 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.

The authors also acknowledge the Major Research Instrumentation program of the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG), Project number 432740785.

## References

- [1] Akelah, Ahmed (1986): Technological applications of functionalized polymers, in: *Journal of Material Science*, Nr. 21, S. 2977 - 3001.
- [2] Nemani, Srinivasa Kartik (2018): Surface Modification of Polymers: Methods and Applications, in: *Advanced Materials Interfaces*, Nr. 5, 1801247.
- [3] Hasan, Molla (2015): Functionalization of Metallic Glasses through Hierarchical Patterning, in: *Nano Letters*, Nr. 15, S. 963 - 968.
- [4] Zhang, Xi (2007): Superhydrophobic surfaces: from structural control to functional application, in: *Journal of Materials Chemistry*, Nr. 18, S. 621 - 633.
- [5] Lasagni, Andrés F. (2009): Periodic Micropatterning of Polyethylene Glycol Diacrylate Hydrogel by Laser Interference Lithography Using Nano- and Femtosecond Pulsed Lasers, in: *Advanced Engineering Materials*, Nr. 11, S. B20 - B24.
- [6] Mulko, Lucinda (2022): Structuring and functionalization of non-metallic materials using direct laser interference patterning: a review, in: *Nanophotonics*, Nr. 11, S. 203 - 240.
- [7] Lang, Valentin (2016): World record in high speed laser surface microstructuring of polymer and steel using direct laser interference patterning, in: *Proceedings SPIE*, 9736, 97360Z.
- [8] Schille, Jörg (2016): High-throughput machining using a high-average power ultrashort pulse laser and high-speed polygon scanner, in: *Optical Engineering*, Nr. 55, 96109.
- [9] Ränke, Fabian (2022): High throughput laser surface micro-structuring of polystyrene by combining direct laser interference patterning with polygon scanner technology, in: *Materials Letters X*, Nr. 14, 100144.
- [10] Ränke, Fabian (2023): Nano/microstructuring of Nickel Electrodes by Combining Direct Laser Interference Patterning and Polygon Scanner Processing for Efficient Hydrogen Production, in: *Advanced Engineering Materials*, (submitted).
- [11] Mauer, Anne E. (2007): The role of iron in the prevention of nickel electrode deactivation in alkaline electrolysis, in: *Electrochimica Acta*, Nr. 52, S. 3505 - 3509.

# Highly-dynamic laser technology for ultra-fast and precise micro texturing of three-dimensional surfaces

Florian Rößler<sup>1</sup>, Christian Mikley<sup>2</sup>, André Streek<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup> MOEWE Optical Solutions GmbH, Mittweida, Deutschland

<sup>2</sup> ACSYS Lasertechnik GmbH, Mittweida, Deutschland

<sup>3</sup> Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

*Laser engraving requires a precise ablation per pulse through all layers of a depth map. To transform this process towards areas of a square meter and more within an acceptable time, needs high-power ultra-short pulsed lasers for the precision and a high scan speed for the beam distribution. Scan speeds in the range of several 100 m/s can be achieved with a polygon scanner. In this work, a polygon scanner has been utilized within a roll-engraving machine to treat an 800 x 220 mm<sup>2</sup> (L x Dia) roll with 0.55 m<sup>2</sup> in a laser engraving process. The machine setup, the processing strategy and the data handling has been investigated and result in an efficient large area process. Pre-tests were performed with a multi-MHz-frequency nanosecond-pulsed laser, to investigate the processing strategy. A method to overcome the duty cycle of the polygon scanner was found in the synchronization of two polygons, enabling the use on a single laser source in a time-sharing concept. The throughput and the utilization of the laser source can be increased by the factor of two*

## 1. Introduction

Roll engraving with a laser can enable high resolution texturing with a non-contact tool and increase the fabrication speed. With pulsed lasers, it is necessarily having a pulse-to-pulse distance in the order of magnitude of the pulse diameter to avoid strong pulse overlap, which is associated with thermal damaging.[1,2] Polygon mirror scanners has shown the capability to deflect lasers beams with ultra-high speeds of several 100 m/s and thus, to distribute high laser powers on the target material.[3] Hence, pulses in the MHz-range can be separated from each other or be applied with a small pulse overlap only. The application of high repetition rates reduces the processing time in combination with the fast beam deflection.

Former engraving experiments with nanosecond pulsed lasers and polygon scanners, show very high ablation depth per pulse and also impressive overall engraving depth. However, the surface quality is bad and shows strong roughness in the range of the engraving depth. This indicates, that a big amount of ablated material, especially the molten material, is just pushed from the ablation zone in neighbored regions but not finally extracted from the working area. Thus, the quality must become better. [4]

The utilization of USP lasers has the advantage to ablate a well controllable volume per pulse with small ablation depth. To increase the overall ablation rate, pulse repetition rates up to 50 MHz are state of the art, and thus the repetition rate is much higher compared to nanosecond pulsed system. Additionally, the "cold ablation" also reduces the melt involved in the process nearly complete compared to SP or CW processes, which not only makes the process more controllable, it reduces also the redeposition of material next to the ablation area. This

allows a well-controllable process and engrave very precise with resolutions in the single  $\mu\text{m}$  scale. [5,6]

In this work, a fully integrated roll engraving machine is set-up and utilizing a polygon scanner to treat large areas. Pre-tests and system investigations were performed with a nanosecond pulsed laser.

## 2. Experimental

For the roll engraving, a polygon scanner (PM-series, MOEWE) was mounted on a portal axis for lateral movement along the roll axis, while the roll itself can be moved perpendicular to the axis and can turn around its axis as visible in Fig. 1.

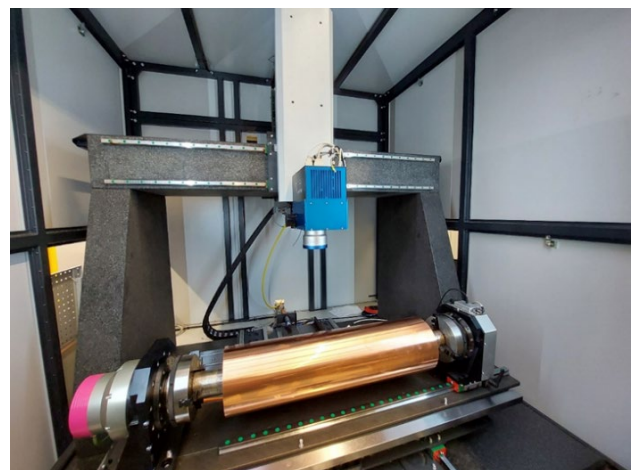


Fig. 1: Roll engraving machine with polygon scanner, copper roll and fiber laser. On the roll, a "puzzle-like" pattern is shown fabricated for test purpose in a black paint with the polygon scanner and a nanosecond pulsed laser.

The roll has a size of 220 x 800 mm and is made of copper. For the first tests, a nanosecond pulsed fiber laser

(200 W MOPA) was used to investigate the process strategy, the laser alignment and the stitching alignment. To avoid material waste, black color was painted to the copper roll and was selectively removed by the laser.

The polygon scanner deflects the laser beam with up to 100 m/s in a line parallel to the roll axis and the roll turns to feed the surface into the scan field. Thus, a ring segments are processed one after another.

### 3. Results and Discussion

The engraving system consist of several individual components that must play together for a successful laser process. First of all, the beam deflection and the machine movement must act together. A linear axis moves the scanner in parallel to the cylinder axis, while the roll rotates during the process. Here it is very important, that the coordinate systems of the axis and the scanner are the calibrated to each other.

Especially the optical distortions of the F-Theta lens can cause position displacements. Therefore, a scan field of 100 x 100 mm<sup>2</sup> was shot on a sensitive material including 5x5 position marks (25 mm spacing). The position error was measured translated in a correction matrix of 256 x 256 positions. This matrix can be used in the scanner to correct the scan field distortions in slow axis by slightly adjusting the galvo position depending on the current position. In fast axis, the laser trigger signal is temporally adjusted to fit the rising edge of the laser trigger to the real position respecting the distortions. At this time, this is performed with a polynomic correction of second order. A correction with matrix is here also an option in the future. With this distortion methods, a scan length of 100 mm was adjusted to the machine coordinates, which is at the same time the stitching size. Thus, a gap or overlap between stitched ring segments was avoided.

During the process, the FPGA based scanner logic contains the processing information, deflects the beam and switches the laser accordingly. An overview of all signals and interfaces is presented in Fig. 2.

For accurate positioning, the scanner needs to know the current machine position all the time and must react to machine movement. This requires a real time communication, which is realized with an interface for up to three axes. This interface does not use any communication protocol but reads directly the incremental encoder signals from the axis position detector. The use of this electric signal allows the scanner logic to the position changes.

Inside the engraving machine, the scanner is a device, that must be able to exchange some status information and get also some external signals from the machine controller. Therefore, a general-purpose interface (GPIO) was integrated in the scanner, to tell the machine some states like system ready or laser process running. In the other direction, a hardware start / stop of the process is able due to electric impulses.

Additionally, a programming interface was introduced, which allow a command-based change of scanner parameters from an external device or application.

The three interfaces allow machine communication, position correlation and configuration changes, which enables full machine integration of the polygon scanner within the operation environment of the machine.

The shape of the roll indicates a rotation to feed the material into the working area, while the polygon scanner is used to distribute the laser radiation in a line parallel to the roll axis. The used f-theta lens with a focal length of 255 mm allows a processing length of this line up to 140 mm or a square of approximately 100 x 100 mm<sup>2</sup>. Due to the curved surface a lateral positioning of the scanned line results in a defocusing, that only a small range of 2.5 mm around the top position was used. The small scan field perpendicular to the fast scanned line is necessary to follow the moving substrate and to have a spare in case a line was skipped, due to any uncertainty. To force the scanner into a nominal working position on top of the roll, the scan field can be defined asymmetric, with only 0.5 mm against (or even smaller) the feed and with 2 mm with the feed. Typically, a line is treated and

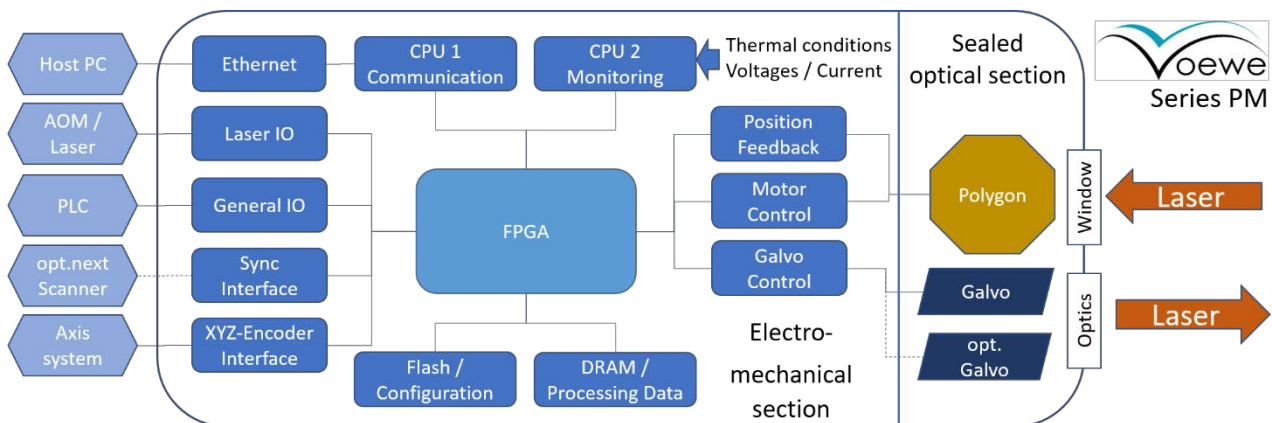


Figure 2: FPGA based data and signal processing inside the scanner and interfaces to the machine environment.

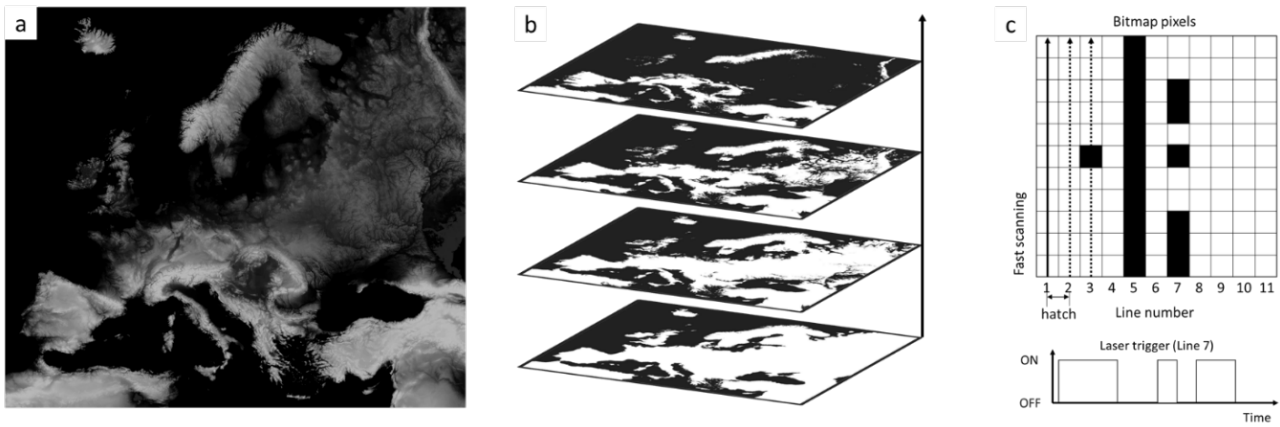


Figure 3: (a) 8-bit depth map of Europe with sea level in black (bit value 0) and mountains gray / white (up to 187), (b) illustration of black / white bitmaps per depth level as done in the FPGA logic of the polygon mirror scanner and (c) laser switching per scanned line according to the bitmap value.

the galvanometer axis follows the feed direction during the polygon is marking the line. After the line is finished the scanner jump to the position of the next line. If the feed rate is smaller or equal to the maximum feed rate, the scanner will wait at the beginning of the scan field (e.g. -0.5 mm) until the next line is feed into the scan field. The maximum possible feed rate is depending on the line frequency of the scanner and the line spacing (hatch) between neighbored lines. An exceeding feed rate causes, that the scanner is not able to treat all lines. After finishing one line, the next line is already in the scan field and with every line mismatch increases and the scanner needs to skip lines.

The start of the process is coupled to the index of the rotation encoder (zero position). After one full stripe is processed, the scanner is moved into the next position and the next stripe will be done.

The working principle of the engraving process with the polygon scanner was demonstrated in the past. Therefore a grayscale image was internally sliced in black and white images and then the laser was triggered according to the pixels as shown in Fig. 3.

For the large size of the roll cylinder and a target resolution of 5-20  $\mu\text{m}$ , the data size of several 10 GB exceeds the memory of the scanner. Therefore, a pre-processing is necessary. In this case, a slicing and cutting in the strip-wise sub-images is a useful way to reduce the data size. The scanner will see only black and white images. To avoid intermediate loading times, a continuous loading algorithm was developed, that replaces already treated lines in the internal memory by loading new lines from a hard drive on an external PC. First tests of the full integrated machine were done with a nanosecond pulsed laser and show a full treated layer of black paint on the copper.

Although the polygon scanner can distribute the laser radiation ultra-fast and can therefore enable significantly higher throughput than conventional beam deflection systems, there is a limitation on the utilization in the optical concept of the scanner. During the operation of a

polygon scanner, the laser beam must be switched off at the edge of the facet. Depending on the beam diameter and the facet size, the relation of operating and waiting time is defined. This duty cycle is between 40 and 60 % in the optical concept of the used polygon scanner. Especially on high power laser sources, which are very expensive at the same time, the low utilization can an economic barrier. An increase of the duty cycle by adapting the geometry is not suitable due to the large diameter and mass, which would result from an enlarged polygon mirror. Hence, a utilization of two scanner devices at a single laser source can increase the utilization of the laser and result in a doubled throughput. A schematic is shown in Fig. 4.

For the synchronization of two scanners, it is necessary, that both polygon mirrors run at the exactly same speed and that they have a defined angular offset to each other. In the case of two scanners, it is 22.5°. Additionally, a fast beam switch is required to distribute the initial laser beam to the scanner devices.

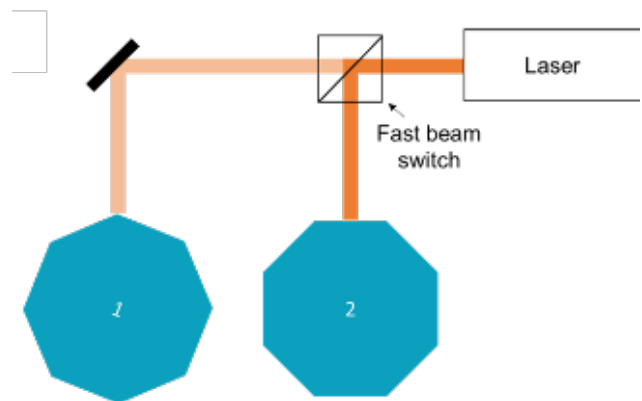


Figure 4: Beam sharing of a single laser beam to two scanners. One scanner is working due the other is in the facet change.

The motor of the polygon scanner is controlled by a position clock signal. By sharing this signal to the motor driver to a second device, both motors can run following the same clock. A new interface is introduced to share this signal. Two plugs where placed, in order to use one plug for clock transmitting and one for reception. This

could be used to build up a chain of following devices in the future.

The synchronization could be enabled successfully and from the company edgewave, a USP-laser with two fast switchable beam outputs was realized. Thus, the fast beam switch is already part of the laser source. In a laboratory setup, the synchronization could be verified practically, by treating different materials with the synchronized scanners.

#### 4. Conclusion

A new machining concept for roll engraving was presented using a fast beam deflection by a polygon mirror scanner. This allows the utilization of high repetition rate ultra-short pulse lasers for engraving with high resolution. The position synchronization between roll movement and laser scanner as well as the electric communication were designed and tested under industrial environment. Also the layer-wise processing strategy was investigated and demonstrated with a seamless stitching

between the laser ablated ring segments. Finally, a strategy for large data handling was investigated and shown under practical conditions.

To increase the throughput further, a synchronization technology of two polygon scanners was developed and investigated. Thus, two scanners with an individual duty cycle of 50% or less can be utilized on a single laser source. Hence, the utilization of the laser source raised close to full load and the throughput is doubled.

#### Acknowledgement

The authors thank for the funding of the German federal ministry of research and education (BMBF) in the program "WIR! – GRAVOmer" supporting under the grant numbers 03WIR2009A, 03WIR2009B, 03WIR2009C in the project "HoLuMi-3D"

#### Literature

- [1] R. Weber, T. Graf, P. Berger, V. Onuseit, M. Wiedenmann, C. Freitag and A. Feuer (2014): Heat accumulation during pulsed laser materials processing, in: *Optics Express*, 22, 11312
- [2] J. Finger and M. Reininghaus (2014): Effect of pulse to pulse interactions on ultra-short pulse laser drilling of steel with repetition rates up to 10 MHz, in: *Optics Express* 22, 18790
- [3] A. Streek, M. Lee (2017): Ultrafast Material Processing with High-Brightness Fiber Lasers: Increasing process speed with high power single-mode fiber lasers and ultrafast polygon scanner, in: *Laser Technik Journal* 14 (4), 22-25
- [4] F. Rößler, M.Müller, A. Streek (2021): High-power nanosecond pulsed laser engraving with an ultra-high speed polygon mirror scanner, in: *Proceedings of 12th Mittweidaer Lasertagung*, 66-68
- [5] B. Jaeggia, B. Neuenschwander, T. Meier, M. Zimmermann, G. Hennig (2013): High precision surface structuring with ultra-short laser pulses and synchronized mechanical axes, in: *Physics Procedia* 41, 319-326
- [6] D.J. Förster, B. Jäggi, A. Michalowski, B. Neuenschwander (2021): Review on Experimental and Theoretical Investigations of Ultra-Short Pulsed Laser Ablation of Metals with Burst Pulses, in: *Materials* 14, 3331.



# Laserschneiden von Batteriefolien mit gepulsten Lasersystemen

M. Sailer<sup>a</sup>, A. Fehrenbacher<sup>a</sup>, Malte Kumkar<sup>a</sup>, Adam Rosowski<sup>b</sup>, Jack Gabzdyl<sup>b</sup>

<sup>a</sup>TRUMPF Laser GmbH, Schramberg, Deutschland

<sup>b</sup>TRUMPF Laser UK Ltd, Southampton, United Kingdom

*Die Nachfrage und Innovation bei der Batterieherstellung steigt zunehmend mit dem wachsenden Bedarf an e-Mobilität. Da mechanische Verfahren bei der Produktion von Batteriezellen oft an ihre Grenzen stoßen, kann der Laser als präzises kontaktloses Werkzeug viele Vorteile bieten gegenüber klassischen mechanischen Bearbeitungsverfahren. Die Wahl der passenden Laser-Technologie gestaltet sich jedoch aufgrund der Komplexität der Folienmaterialien und Elektrodenzusammensetzungen als herausfordernd. Während das Schneiden mit kontinuierlichen Lasern oft zu großen Wärmeeinflusszonen führt, insbesondere bei beschichteten Folien, sind gepulste Laser in der Lage, in der Regel eine bessere Qualität beim Schneiden zu erzielen. Der Beitrag gibt einen Überblick über die Herausforderungen des Laser-Schneidens von Batteriefolien und untersucht die Vor- und Nachteile von Nanosekunden- und Pikosekunden-Lasern für eine Vielzahl von verschiedenen Materialien.*

## 1. Einleitung

Die Herstellung von leistungsfähigen Batterien ist ein entscheidender Bestandteil vieler moderner Technologiezweige. Anwendung finden Batterien vor allem in Bereichen wie tragbarer Elektronik, Elektrofahrzeugen und erneuerbarer Energiespeicherung. Der Wunsch, die globale Abhängigkeit von fossilen Brennstoffen zu reduzieren, fördert die E-Mobilität und damit auch die Batterietechnologie. Lithium-Ionen-Batterien sind hierbei derzeit meist die bevorzugte Technologie für die Elektrifizierung des Verkehrs.

Ein wesentlicher Aspekt der Batterieproduktion sind Batteriefolien, die insbesondere in Lithium-Ionen-Batterien von zentraler Bedeutung sind. Es gibt hierbei zwei Haupttypen von Batteriefolien: Anoden- und Kathodenfolien. Anodenfolien sind die negative Elektrode einer Batterie und für die Aufnahme von Elektronen beim Entladen verantwortlich. Sie bestehen typischerweise aus einer dünnen Kupferfolie im Dickenbereich von 6–10 µm, die mit einer doppelseitigen Graphitschicht beschichtet ist, welche 30–80 µm dick sein kann, was eine Gesamtfoliendicke von bis zu ~0,2 mm ergibt (Abbildung 1, rechts). Kathodenfolien hingegen stellen die positive Elektrode einer Batterie dar und sind für die Abgabe von Elektronen beim Laden verantwortlich. Sie bestehen typischerweise aus einer dünnen Aluminiumfolie im Bereich von 10–15 µm, die mit einem doppelseitigen aktiven Medium auf Lithiumbasis beschichtet ist, das 60–100 µm dick sein kann, was zu einer Gesamtfoliendicke von bis zu 0,2 mm führt (Abbildung 1, links). Die genaue Chemie der Zellen entwickelt sich ständig weiter, aber abhängig von den gewünschten Eigenschaften der Batterie werden sie typischerweise aus Materialien wie Nickel-Kobalt-Aluminiumoxid (NCA), Nickel-Mangan-Kobaltoxid (NMC) oder Lithiumeisenphosphat (LFP) hergestellt. Ein sehr auffälliger Trend der letzten Jahre war der Übergang zu immer dünneren Metallelementen, die

dazu beitragen, das Gewicht und die Kosten der Batterien von morgen zu reduzieren [1-3].

Nach der Beschichtung der dünnen blanken Metallfolien mit den aktiven Schichten müssen die beschichteten Folien, die auf breiten Rollen produziert werden, je nach herzustellendem Zellformat in Form geschnitten werden. Typischerweise gibt es hierbei mehrere Schneidforderungen, vom einfachen geradlinigen Schlitzten über das Ausklinken, wo Laschen in das unbeschichtete Element der Folien geschnitten werden, bis hin zum vollständigen Schneiden von Elektroden, bei dem der Schneidprozess sowohl beschichtete als auch unbeschichtete Bereiche schneiden muss.

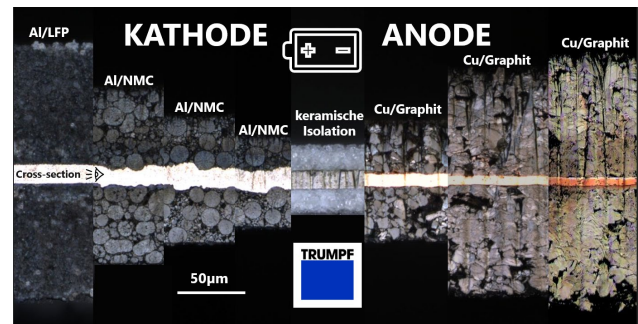


Abbildung 1: Übersicht verschiedener Batteriefolien im Querschnitt. Je nach Anforderung an die Batterie kommen verschiedene Schichtsysteme zum Einsatz in unterschiedlichen Dicken.

Traditionell werden diese Folien und Elektroden oft mechanisch mit unterschiedlichen Werkzeugen geschnitten. Diese erfordern jedoch oft einen erheblichen Wartungsaufwand, um die Anforderungen an die Kantenqualität sicherzustellen. Aufgrund dieser Einschränkungen mechanischer Schneidmethoden wird das Laserschneiden zunehmend zum Trennen von Batteriefolien eingesetzt, da es berührungslose, präzise und genaue Schnitte mit minimalem bis gar keinem Wartungsaufwand ermöglicht.

Hierbei gibt es mehrere Lasertypen, die üblicherweise zum Schneiden von Batteriefolien verwendet werden und mechanische Methoden in aktuellen kommerziellen Anlagen zunehmend ersetzen [4,5].

Neben CW-Lasern sind vor allem gepulste Laser für das Folienschneiden prädestiniert, da sie Vorteile bei der Schnittqualität bieten, insbesondere im Hinblick auf die erzeugten Wärmeeinflusszonen (HAZ), die die Folie beschädigen könnten oder für die korrekte Funktion des Batteriestacks nach der Montage entscheidend sind.

Bei gepulsten Lasern gibt es wiederum zwei Haupttypen von Lasern, die üblicherweise zum Schneiden von Batteriefolien verwendet werden: Nanosekundenlaser und ultrakurz gepulste Laser (UKP-Laser). Beide Lasertypen haben für diese Anwendung ihre eigenen Vorteile und Einschränkungen, und die Wahl des Lasers hängt von den spezifischen Anforderungen des Schneidprozesses ab.

Nanosekundenlaser sind Laser, die Pulse mit einer Dauer von wenigen Nanosekunden bis zu mehreren hundert Nanosekunden aussenden. Aufgrund ihrer hohen Leistung und guten Strahlqualität werden diese Laser häufig für eine Vielzahl von Schneid- und Bearbeitungsanwendungen eingesetzt. Beim Batteriefolienschneiden können ns-Laser hohe Schnittgeschwindigkeiten und eine gute Kantenqualität liefern [6], weisen jedoch je nach Material möglicherweise eine geringere Schneideffizienz auf, was zu einer höheren Wärmeentwicklung im Vergleich zu Ultrakurzpulslasern führen kann.

Ultrakurzpulslaser sind Laser, die Pulse mit einer Dauer von mehreren hundert Femtosekunden bis zu mehreren zehn Pikosekunden aussenden. Diese Laser zeichnen sich durch eine hohe Spitzenleistung und eher moderate Pulsenergie aus. Beim Batteriefolienschneiden können UKP-Laser je nach Material eine verbesserte Effizienz und damit verbunden eine geringere Wärmeentwicklung bieten, was zu einer geringeren Materialverformung und -schädigung führt. Jedoch können je nach Material auch geringere Schnittgeschwindigkeiten beobachtet werden als bei vergleichbaren ns-Systemen.

Aufgrund der fortschreitenden Materialentwicklung sowie der Erweiterung der verfügbaren Laserparameter für kurz- und ultrakurz gepulste Laserquellen stehen Batteriehersteller häufig vor der Herausforderung, die am besten geeigneten Laserquellen für ihre spezifischen Schneidanforderungen zu finden.

## 2. Setup

Zur Bewertung von Geschwindigkeits- und Qualitätsaspekten beim Batteriefolienschneiden wurden mehrere TRUMPF Laserquellen eingesetzt, die alle relevanten zeitlichen Emissionsparameter wie verschiedene Pulsdauern und Pulsrepetitionraten bei höchsten Strahlqualitäten abdecken können. Kombiniert mit durchschnittlichen Leistungen von mehreren Hundert Watt

lässt sich eine hohe Produktivität bei optimaler Schnittqualität erzielen.

Die Größe des Spotdurchmessers ist oft ein entscheidender Faktor für die Bestimmung der Schnittgeschwindigkeit und der Kantenqualität. Je kleiner die Spotgröße, desto schneller ist die Schnittgeschwindigkeit und desto kleiner ist die Wärmeeinflusszone. Aus praktischer Sicht ist jedoch ein angemessener Arbeitsabstand, Scanfeldgröße und Schärfentiefe erforderlich, was die Verwendung von Objektiven mit sehr kurzer Brennweite wiederum einschränkt. Aufgrund des erheblichen Einflusses der Spotgröße wurde sichergestellt, dass alle getesteten Laserquellen und verwendeten Optiken zu vergleichbaren Spotgrößen von  $2w_0 \approx 32\text{--}34 \mu\text{m}$  ( $1/e^2$ ) führten.

### 2.1. ns gepulste Faserlaser

Für die Untersuchung des ns-Regimes wurden TRUMPFs industrielle Faserlaser TruPulse nano verwendet. Diese Laser arbeiten bei 1064 nm und das MOPA-Design (Master Oscillator Power Amplifier) bietet Benutzern eine beispiellose Möglichkeit, die zeitlichen Pulseigenschaften abzustimmen, um Schneideffizienz und Qualität zu optimieren. Die Pulsdauer kann im Bereich von 2–2.000 ns variiert und der Laser bei Frequenzen bis zu 4 MHz betrieben werden.



Abbildung 2: Der ns-Faserlaser TruPulse nano 2060 kann durch seine flexiblen Pulsparameter und eine mittlere Leistung von 600W sowohl qualitative Herausforderungen bewältigen als auch sehr produktiv diverse Batteriefolien schneiden.

Die Abstimmung der Pulsfrequenz des Lasers auf ein konstantes Leistungsniveau ist ein Schlüssel für optimale Schneidergebnisse, da die höchste Schneideffizienz oft nicht mit der höchsten verfügbaren Pulsenergie oder Spitzenleistung verbunden ist. Neben hohen Repräsentationsraten erfordern Schneidanwendungen oft eine hohe Durchschnittsleistung in Kombination mit einer guten Strahlqualität, üblicherweise verwendete Quellen haben je nach Anwendung eine Leistung im Bereich von 100–600 W mit einer Strahlqualität von  $M^2 < 1,6$ . Die Pulsenergie und die Spitzenleistung des TruPulse nano hängt von der Pulsdauer und der Betriebsfrequenz ab.

Gepulste ns-Faserlaser wie der TruPulse nano von TRUMPF eignen sich durch ihre hohe Zuverlässigkeit und Flexibilität hervorragend für Schneidanwendungen,

verdrängen in aktuellen kommerziellen Anlagen oftmals mechanische Trennverfahren [4,5] und bieten eine berührungslose, wartungsfreie „Fit-and-Forget“-Lösung.

## 2.1. Ultrakurzpuls-Slab-Laser

Während UKP-Fasersysteme im Niedrigleistungs- und Energiebereich gut funktionieren, bieten Slab-Laser die gleichen Vorteile einer linearen Verstärkungsplattform in Bezug auf Flexibilität und die Möglichkeit, viel höhere Energieniveaus zu realisieren.

Die Slab-basierte TruMicro 6000-Serie ermöglicht Pulseenergien von bis zu 2 mJ bei einer durchschnittlichen Leistung von 200 W und einer Pulsdauer von 3 ps. Die Wiederholungsrate ist von 100 kHz bis 50 MHz bei voller mittlerer Leistung einstellbar und bietet die Möglichkeit, die Repetitionsrate wie bei den ns-Systemen auf den Prozess abzustimmen. Speziell für Schneidanwendungen entwickelt, bietet ein flexibler Pulse-on-Demand-Modus zudem die Möglichkeit, sicherzustellen, dass beim Schneiden komplexer Konturen die Puls-zu-Puls-Überlappung konstant bleibt, auch wenn die Dynamik des Scanners, beispielsweise bei kleinen Radien, eingeschränkt ist. Zur Demonstration und weiteren Skalierung der Schnittgeschwindigkeit wurde für die Schnittversuche ein Testsystem mit noch höherer Durchschnittsleistung eingesetzt (250 W).



Abbildung 3: Der Slab-basierte TruMicro 6000 bietet aufgrund seiner Flexibilität und ultrakurzen Pulsdauer eine enorme Bandbreite an Parametern um verschiedenste Herausforderungen beim Schneiden von Folien zu bewältigen.

Zur Untersuchung des Einflusses der Pulsdauer im UKP-Bereich wurde ein UKP-Faserlaser der TruMicro 2000-Serie verwendet. Hier bietet TRUMPF die einzigartige Möglichkeit, die Pulsdauer innerhalb von 300 fs – 20 ps per Softwareschnittstelle sehr schnell zu verändern und auf den Prozess abzustimmen, ohne Beeinträchtigung wichtiger Strahlparameter wie Pointing oder Rundheit des Strahls.

## 3. Ergebnisse

### 3.1. Unbeschichtete Metallfolien

Als Schlüsselement für beide Arten von Batteriefolien, Anoden und Kathoden, ist das Schneiden von dünnen Aluminium- und Kupferfolien eine zentrale Anwendung in der Batterieproduktion.

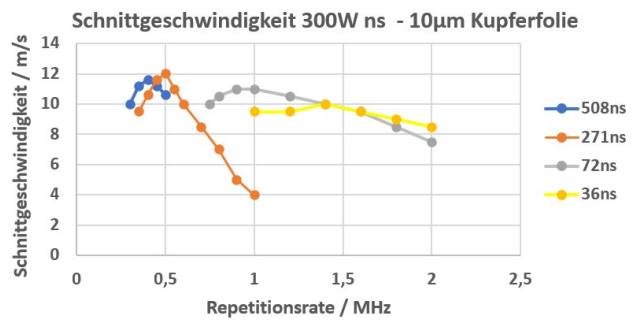


Abbildung 4: Schnittgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Repetitionsrate für verschiedene Pulsdauern im ns-Bereich auf 10µm Kupferfolie. Je nach Pulsdauer gibt es einen optimalen Bereich der Repetitionsrate.

Abbildung 4 zeigt die maximalen Schnittgeschwindigkeiten einer 10-µm-Kupferfolie in Abhängigkeit von der Repetitionsrate für Nanosekunden, Abb. 5 für UKP. Für beide Lasertypen wurden unterschiedliche Pulsdauern untersucht. Sowohl im Nanosekunden- als auch im UKP-Regime profitiert die maximale Schnittgeschwindigkeit von einer optimierten Repetitionsrate. Im UKP-Bereich sind die Ergebnisse weitgehend unabhängig von der verwendeten Pulsdauer. Die maximale Schnittgeschwindigkeit beider Laser lag bei rund 12 m/s in einer Einzelüberfahrt. Die Tatsache, dass die UKP-Ergebnisse nur mit einer Leistung von 100 W und nicht mit 300 W für den ns-Laser erzielt wurden, zeigt, dass das UKP-Schneiden von blanken Kupferfolien etwa dreimal effizienter sein kann als mit Lasern, die im ns-Bereich arbeiten.

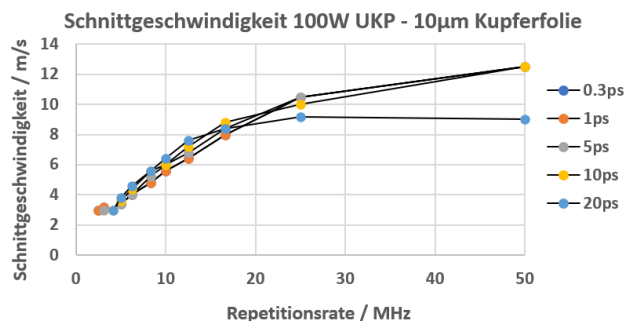


Abbildung 5: Schnittgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Repetitionsrate für verschiedene Pulsdauern im UKP-Bereich auf 10µm Kupferfolie. Die höchsten Schnittgeschwindigkeiten werden für die höchsten Repetitionsraten (50 MHz) erreicht.

Da eine effiziente Energiedeposition innerhalb eines einzelnen Pulses physikalisch begrenzt ist [6–8], ist es häufig erforderlich, höhere Repetitionsraten anstelle höherer Pulsenergien zu verwenden, um die Schneideffizienz zu maximieren und Qualitätsanforderungen zu erfüllen (vergleiche Abbildung 6).

Im Nanosekundenbereich hängen das optimale Energieniveau und die Repetitionsrate bei konstanter mittlerer Leistung von der Pulsdauer ab. Bei längeren Impulsen sind die optimalen Energieniveaus höher, was zu einer niedrigeren optimalen Wiederholungsrate für maximale Schnittgeschwindigkeit führt (Abbildung 4). Dies ist auf

eine erhöhte thermische Eindringtiefe längerer Pulse und eine Wärmeleitung innerhalb der Pulsdauer zurückzuführen. Im Gegensatz dazu erreichen im UKP-Regime, wo die Wärmeleitung innerhalb des Pulses vernachlässigbar ist, alle untersuchten Pulsdauern ähnliche Schnittgeschwindigkeiten. Lediglich bei den höchsten Wiederholraten (50 MHz) und damit niedrigsten Pulsenergien scheinen 20 ps im Vergleich zu kürzeren Pulsen etwas weniger effizient zu sein.

Bei Wiederholungsraten im MHz-Bereich kann aufgrund des kurzen Puls-zu-Puls-Abstands auch die Wärmeakkumulation ein dominierender Faktor sein, der sich auf die Schnittgeschwindigkeit und -qualität auswirkt. Die höchste Effizienz und Schnittgeschwindigkeit stehen in direktem Zusammenhang mit der Zone mit dem geringsten Wärmeeinfluss (HAZ), wie in Abbildung 6 dargestellt.

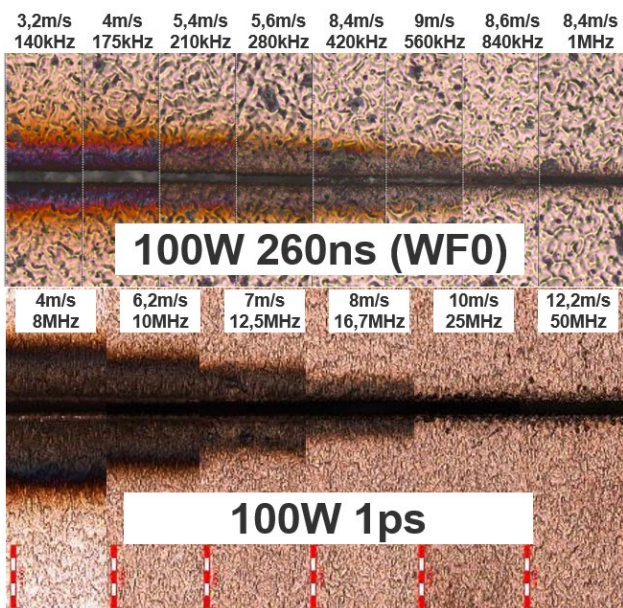


Abbildung 6: Übersicht Schnittqualitäten der Eintrittsseite für verschiedene Repetitionsraten bei konstanter Leistung von 100W und ns-Pulsen (oben) und UKP (unten).

Für Aluminiumfolie wurden ähnliche Abhängigkeiten hinsichtlich der Schnittgeschwindigkeit festgestellt. Vergleicht man also ähnliche Leistungsklassen beider Lasertypen, erreichen UKP-Laser beim Schneiden von dünnen Metallfolien deutlich höhere Schnittgeschwindigkeiten. Bei einer Leistung von 250 W im UKP-Bereich war bei beiden Materialien die Grenze des zur Strahlableitung eingesetzten Scanners erreicht, sodass noch höhere Schnittgeschwindigkeiten über 20 m/s laserseitig möglich gewesen wären.

Da in der Praxis jedoch oftmals deutlich geringere Schnittgeschwindigkeiten ausreichend sind, macht es kostenseitig Sinn unbeschichtete Metallfolien mit ns-Lasersystemen zu schneiden.

### 3.2. Beschichtete Anodenfolien

Abbildung 7 zeigt die zusammengefassten maximalen Schnittgeschwindigkeiten für eine beispielhafte

Graphitanodenbatteriefolie mit einer Kupferfilmdicke von ca. 6 µm. Wie beim Schneiden der reinen Metallfolie liegt der Schlüssel zur Maximierung der Schnittgeschwindigkeit in der Optimierung der zeitlichen Energie-deposition. Es wurde beobachtet, dass die Spitzenleistung, die Pulseenergie und die Repetitionsrate einen erheblichen Einfluss auf die Schnittgeschwindigkeit haben.

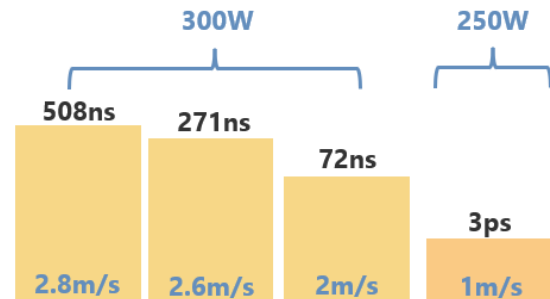


Abbildung 7: Maximal erreichte Schnittgeschwindigkeiten bei vergleichbaren Leistungsklassen in ns- und UKP-Bereich. Auf Anodenmaterial erreichen ns-Lasersysteme deutlich höhere Schnittgeschwindigkeiten.

Die maximal erreichten Schnittgeschwindigkeiten mit ns-Pulsen (Abbildung 7) zeigen, dass längere Pulse mit einer Dauer von 500 ns eine deutlich schnellere Schnittgeschwindigkeit ermöglichen als kürzere Pulse mit 72 ns, mit maximalen Geschwindigkeiten von 2,8 m/s bzw. 2,0 m/s. Im UKP-Bereich führt eine Erhöhung der Repetitionsrate mit den damit verbundenen geringen Pulsenergielevel zu einer höheren Effizienz und Schnittgeschwindigkeit. Wie in Abbildung 8 dargestellt, haben zu hohe Pulsenergien einen übermäßigen Energieeintrag zu Folge und legen den Kupferfilm frei.

Andererseits führen sehr hohe Repetitionsraten zu einer großen Menge an durch Wärmeakkumulation geschmolzenem Material an der Seitenwand des Schnitts. Hervorzuheben ist, dass die optimale Repetitionsrate für UKP (3-7 MHz) deutlich höher ist als die optimale Repetitionsrate für ns-Ergebnisse (~500 kHz) bei ähnlichen Leistungsniveaus.

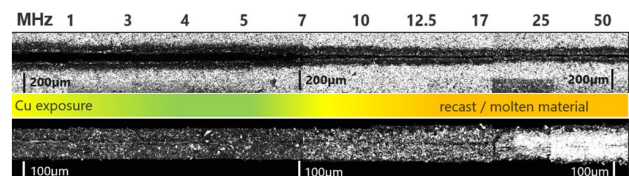


Abbildung 8: Schnittqualität der Eintrittsseite (oben) und der Schnittkante (unten) von einer beispielhaften Anodenfolie. Hohe Pulsenergien führen tendenziell zu einer ungewollten Exposition der Kupferlage, zu hohe Repetitionsenergien führen zu einer deutlichen Schmelzbildung innerhalb der Schnittfuge (rechts).

Es ist zu beachten, dass die optimale Pulsdauer und Repetitionsrate zum Schneiden blanker Folie mit den getesteten gepulsten Lasern von denen zum Schneiden beschichteter Materialien abweichen kann. Wenn bei einem Schneidprozess jedoch sowohl beschichtete als

auch unbeschichtete Folienelemente geschnitten werden müssen, empfiehlt es sich, Parameter zu verwenden, die für das Schneiden beschichteter Folien optimiert sind.

### 3.3. Beschichtete Kathodenfolien

Das Laserschneiden aktiver Kathodenbeschichtungen kann eine größere Herausforderung darstellen, da sich die Chemie der Beschichtung stark auf die Schnittgeschwindigkeit und -qualität auswirkt. Zur Bewertung der Schnittgeschwindigkeit und -qualität wurde eine beispielhafte Lithium-Eisen-Phosphat-Beschichtung (LFP) mit einer Aluminiumschicht von ca. 12 µm und einer Gesamtdicke von etwa 180 µm verwendet.

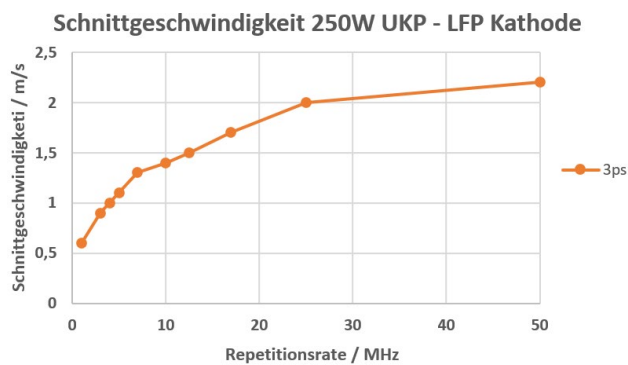


Abbildung 9: Schnittgeschwindigkeit LFP-Kathode in Abhängigkeit der Repetitionsrate für eine Pulsdauer von 3ps. Im UKP-Bereich profitiert der Schneidprozess der Kathode von sehr hohen Repetitionsraten (50MHz)

Im Vergleich zu den Schneidergebnissen des getesteten Anodenmaterials ergeben sich als optimale Parameter für die LFP-Kathode sowohl beim ns- als auch beim UKP-Schneiden höhere Repetitionsraten und damit niedrigere Pulsenergieniveaus (Abbildung 9-11). Darüber hinaus scheinen kürzere Pulse sowohl die Qualität als auch die Geschwindigkeit des Schneidprozesses zu verbessern. Die maximale Schnittgeschwindigkeit bei einer Einzelüberfahrt betrug beim getesteten ns-System ca. 1,2 m/s (Abbildung 11), während das UKP-System mit geringerer Durchschnittsleistung eine maximale Schnittgeschwindigkeit von ca. 2,2 m/s erreichte (Abbildung 12).

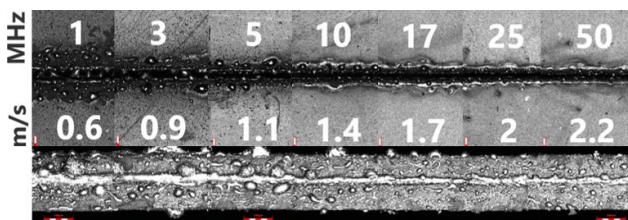


Abbildung 10: Schnittqualität einer LFP-Kathode in Abhängigkeit der Repetitionsfrequenz (Eintritt oben, Kantenqualität unten). Mit steigender Repetitionsfrequenz steigt sowohl die Schnittqualität als auch die Schnittgeschwindigkeit.

Abbildung 10 zeigt die Schnittqualität in Abhängigkeit von verschiedenen Repetitionsraten und den entsprechenden maximalen Schnittgeschwindigkeiten für das UKP-Schneiden. Bei niedrigeren Repetitionsraten bzw.

höheren Pulsenergieniveaus ist ein Trend zu einer stärkeren Schmelztropfen- und Gratbildung am Laserschneideintritt und an der Schneidkante zu beobachten. Höhere Repetitionsraten im Bereich von mehreren zehn MHz bewirken eine deutlich geringere Wärmeeinflusszone bei gleichzeitig höheren Schnittgeschwindigkeiten.

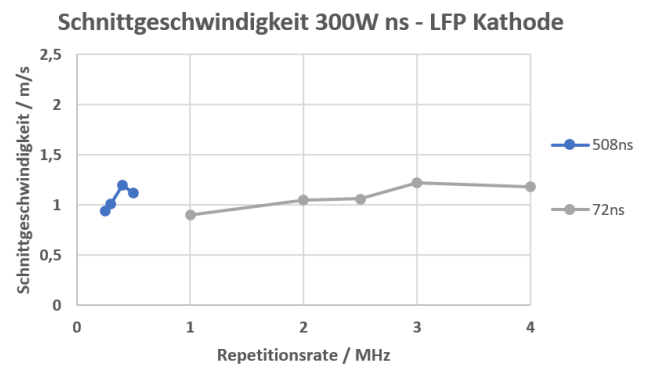


Abbildung 11: Maximal erreichte Schnittgeschwindigkeiten in Abhängigkeit der Repetitionsrate im ns-Bereich (LFP-Kathode).

Um die Schnittqualität noch weiter zu steigern, wurden für das LFP-Material verschiedene Bearbeitungsstrategien getestet. Das Schneiden in einer Überfahrt ist oft das Mittel der Wahl zum Schneiden von Folien, weist jedoch qualitativ einige Einschränkungen auf, wie z. B. eine erhöhte Wärmeeinflusszone (HAZ) im Vergleich zum Multi-pass schneiden, bei welchem das Material in mehreren Überfahrten geschnitten wird. Abbildung 13 (rechts) zeigt beispielhaft eine verbesserte Schnittqualität bei einer Multi-Pass-Schnittstrategie.

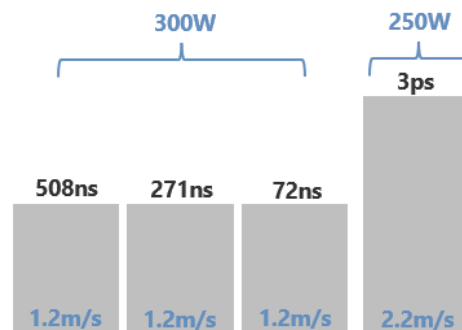


Abbildung 12: Übersicht der maximal erreichten Schnittgeschwindigkeiten bei vergleichbaren Leistungsklassen. UKP-Laser erreichen eine ca. 2-fache Effizienz wodurch deutlich schneller geschnitten werden kann.

### 4. Schlussfolgerungen und Ausblick

Durch die zunehmende Umstellung auf erneuerbare Energien und Elektromobilität werden laserbasierte Schneidverfahren für Batteriefolien immer bedeutender. Allerdings machen unterschiedlichste Schneidanforderungen und die von den Herstellern verwendeten komplexen Materialkombinationen diese Anwendung zu einer großen Herausforderung.

Ein Weg, um die Anforderungen des Schneidens von Batteriefolien zu erfüllen, besteht in der Verwendung von flexiblen Laserplattformen welche eine breite Palette von einstellbaren Parametern bieten und so eine

Optimierung beim Schneiden schwieriger Materialkombinationen ermöglichen. Welcher Lasertyp sich zum Schneiden von Batteriefolien am besten eignet, hängt von verschiedenen Faktoren ab, unter anderem von der gewünschten Schnittgeschwindigkeit, der Kantenqualität und der tolerierten Materialschädigung. Nanosekundenlaser sind für ihre hohe Schnittgeschwindigkeit und gute Kantenqualität bekannt, während UKP-Laser sich über geringere Wärmeentwicklung und minimale Materialschädigung auszeichnen. Im Vergleich zum Schneiden mit Nanosekunden erfordert das UKP-Schneiden deutlich höhere Repetitionsraten im Multi-MHz-Bereich, um ein effizientes Schneiden zu ermöglichen und von den kürzeren Pulsen zu profitieren. Um die besten Ergebnisse beim Batteriefolienschneiden zu erzielen, ist es wichtig, die richtigen Laser- und Parametereinstellungen sorgfältig abzuwägen und auszuwählen. Die flexiblen gepulsten MOPA-Laserplattformen von TRUMPF bieten optimale Parametereinstellungen sowohl für den ns- als auch für den UKP-Bereich. Beide industriell eingesetzten Laserplattformen verfügen über ein breites Spektrum an einstellbaren Parametern, wodurch sie bestens für

die Anforderungen aktueller und zukünftiger Batterieanwendungen geeignet sind.

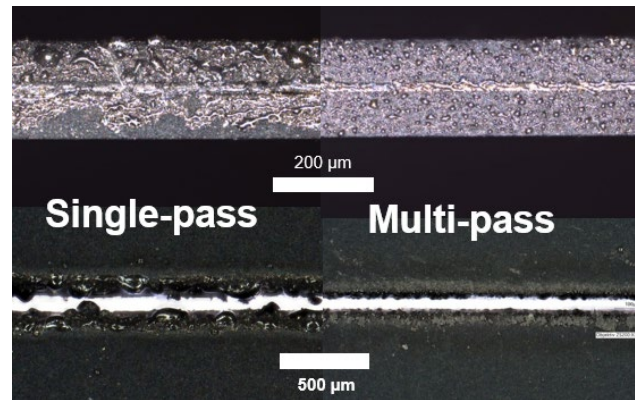


Abbildung 13: LFP-Kathode: Vergleich von einem Single-pass Prozess (links) mit einem Multi-pass Prozess (rechts). Durch Verwendung von mehreren Überfahrten lässt sich die Schnittqualität bei vergleichbarer effektiver Schnittgeschwindigkeit deutlich verbessern.

## Literaturverzeichnis

- [1] Korthauer, Reiner, ed. *Lithium-ion batteries: basics and applications*. Springer, (2018).
- [2] Placke, T., Kloepsch, R., Dühnen, S., & Winter, M. (2017). Lithium ion, lithium metal, and alternative rechargeable battery technologies: the odyssey for high energy density. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 21(7), 1939-1964.
- [3] Nitta, N., Wu, F., Lee, J. T., & Yushin, G. (2015). Li-ion battery materials: present and future. *Materials today*, 18(5), 252-264.
- [4] Kriegler, J., Nguyen, T. M. D., Tomcic, L., Hille, L., Grabmann, S., Jaimez-Farnham, E. I., & Zaeh, M. F. (2022). Processing of lithium metal for the production of post-lithium-ion batteries using a pulsed nanosecond fiber laser. *Results in Materials*, 15, 100305.
- [5] Lutey, A. H., Fortunato, A., Carmignato, S., & Fiorini, M. (2017). High speed pulsed laser cutting of LiCoO<sub>2</sub> Li-ion battery electrodes. *Optics & Laser Technology*, 94, 90-96.
- [6] Raciukaitis, Gediminas, Marijus Brikas, and Mindaugas Gedvilas. "Efficiency aspects in processing of metals with high-repetition-rate ultra-short-pulse lasers." *International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics*. Vol. 2008. No. 1. Laser Institute of America, 2008.
- [7] Neuenschwander, B., Kramer, T., Lauer, B., Jaeggi, B., "Burst mode with ps-and fs-pulses: Influence on the removal rate, surface quality, and heat accumulation," *Proc. SPIE 9350, Laser Applications in Microelectronic and Optoelectronic Manufacturing (LAMOM) XX*, 93500U (2015); doi: 10.1117/12.2076455.
- [8] Kramer, T., Zhang, Y., Remund, S., Jaeggi, B., Michalowski, A., Grad, L., Neuenschwander, B., "Increasing the specific removal rate for ultra short pulsed laser-micromachining by using pulse bursts," *JLMN-Journal of Laser Micro/Nanoengineering* 12(2), 107 (2017); doi: 10.2961/jlmn.2017.02.0011.

# Untersuchungen der Partikelemissionen bei großvolumigen Laser-Ablationsvorgängen

Kristian Kujawa<sup>1</sup>, Lutz Schneider<sup>1</sup>, Stefan Mauersberger<sup>1</sup>, Liliana Kotte<sup>2</sup>,  
Ralf Heidenreich<sup>2</sup>, Frank Gebler<sup>3</sup>, Jörg Schille<sup>1</sup>, Udo Löschner<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida Deutschland

<sup>2</sup> Institut für Luft- und Kältetechnik gGmbH, Dresden, Deutschland

<sup>3</sup> Entstaubungsgeräte Pulsnitz GmbH, Pulsnitz, Deutschland

## Kurzfassung

Die bei der Laserprozessierung freigesetzten Laserrauche bzw. Partikelemissionen zählen zu den Sekundärgefährdungen durch Laserstrahlung und können für den Personenkreis im Laserarbeitsraum als auch für die Anlagentechnik im Umfeld ein Sicherheitsrisiko darstellen. Die dazu innerhalb eines Forschungsvorhabens an ausgewählten Werkstoffen durchgeführten Untersuchungen zeigten, dass Laserrauche größtenteils als alveolengängiger Ultrafeinstaub mit Partikelgrößen im Bereich 100 nm vorliegen. Mit einem neuartigen Abscheidesystem konnte ein hoher Abscheidegrad > 99,99 % erreicht und selbst große Mengen an Laserrauchen verlässlich erfasst und abgeschieden werden. So gelang es, die bzgl. Staubbelastung und Gefahrstoffe geltenden Arbeitsplatzgrenzwerte auch für großvolumige Laserablationsprozesse nachweislich einzuhalten. Die Überprüfung der laserinduzierten Partikelemissionen auf Zünd- und Explosionsfähigkeit ergab ein niedriges Gefahrenpotenzial für Aluminium; die untersuchten Stahlsorten wurden als nicht explosionsfähig eingestuft.

## 1. Einleitung

Laserablationsprodukte entstehen in der Größenordnung von einigen Mikrometern bis zu wenigen Nanometern mit einer großen Fraktion im Bereich 100 nm, s. Abbildung 1. Damit ist ein Großteil der Partikelemissionen alveolengängig oder sie stellen in Form freigesetzter Gefahrstoffe eine echte Gefährdung für die Gesundheit der Beschäftigten am Laserarbeitsplatz dar. Die ultrafeinen Partikel können über mehrere Stunden schwebend in der Luft verbleiben bzw. werden z.B. durch das Öffnen der Maschinentür beim Werkstückwechsel wieder aufgewirbelt und können in den Atembereich gelangen.

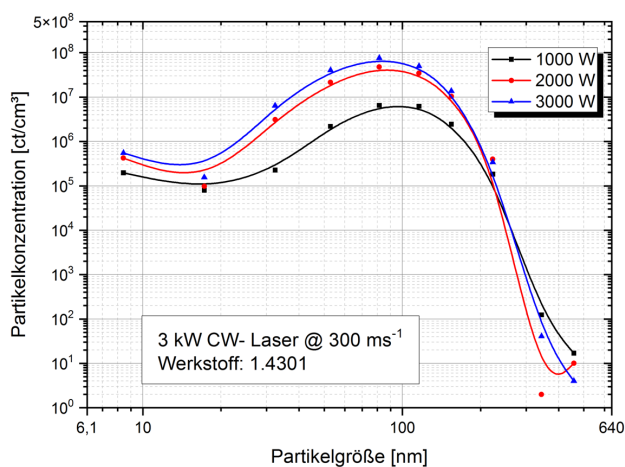


Abbildung 1: Partikelgrößenverteilung der beim Hochrate-Laserabtragen von Stahl entstandenen Laserrauche.

Als Folge können die Ablationsprodukte neben der Gesundheitsgefährdung als Sekundärgefährdung bei Laserprozessen auch teure Anlagenkomponenten kontaminieren oder sich auf die zu bearbeitende Werkstückoberfläche ablagern. Letzteres wiederum verringert die erreichbare Abtrageeffizienz und vermindert die Bearbeitungsqualität im Laserprozess. Somit stellt die vollständige Erfassung und Absaugung der Partikelemissionen bereits am Entstehungsort bis hin zur effektiven Abscheidung eine Grundvoraussetzung für den sicheren Laserbetrieb dar. Das gilt insbesondere für den Einsatz von Hochleistungslasern in der Materialbearbeitung, denn die Menge an Ablationsprodukten skaliert näherungsweise mit der eingesetzten Laserleistung, s. Abbildung 2. Für das Laserabtragen von AlMg4.5Mn mit einem brillanten cw-Laserstrahl bei 3 kW Laserleistung und 100 m/s Strahlablenkgeschwindigkeit wurde beispielsweise eine sehr hohe Abtrage rate von bis zu 1,88 g/min ermittelt.

minieren oder sich auf die zu bearbeitende Werkstückoberfläche ablagern. Letzteres wiederum verringert die erreichbare Abtrageeffizienz und vermindert die Bearbeitungsqualität im Laserprozess. Somit stellt die vollständige Erfassung und Absaugung der Partikelemissionen bereits am Entstehungsort bis hin zur effektiven Abscheidung eine Grundvoraussetzung für den sicheren Laserbetrieb dar. Das gilt insbesondere für den Einsatz von Hochleistungslasern in der Materialbearbeitung, denn die Menge an Ablationsprodukten skaliert näherungsweise mit der eingesetzten Laserleistung, s. Abbildung 2. Für das Laserabtragen von AlMg4.5Mn mit einem brillanten cw-Laserstrahl bei 3 kW Laserleistung und 100 m/s Strahlablenkgeschwindigkeit wurde beispielsweise eine sehr hohe Abtrage rate von bis zu 1,88 g/min ermittelt.

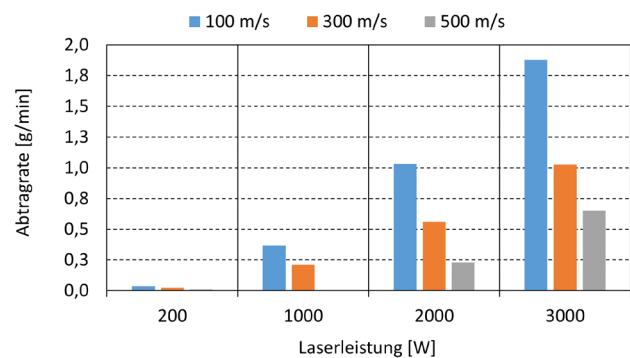


Abbildung 2: Für das Laserabtragen von AlMg4.5Mn ermittelte Abtrageraten. Es wurden ein UKP-Laser mit 200 W mittlerer Laserleistung und ein cw-Faserlaser mit bis zu 3 kW Laserleistung bei unterschiedlichen Strahlablenkgeschwindigkeiten untersucht.

## 2. Ergebnisse

### 2.1 Analyse großvolumiger Partikelemissionen

Die Bestimmung von Partikelgröße und Mengenverteilung (Partikelkonzentration) der laserinduzierten Ablationsprodukte erfolgte mit einem Engine Exhaust Particle Sizer Spectrometer 3090 (EEPS™, TSI Inc.). Die Messsonde wurde im Absaugstrom hinter dem Erfassungselement platziert. Nahezu unbeeinflusst von der eingesetzten Hochleistungs-Laserstrahlquelle und dem angewandten Bestrahlungsregime entstanden bei den untersuchten Laserbearbeitungsprozessen hochdisperse Ablationsprodukte. Beispielhaft dafür sind in Abbildung 3 die Partikelgrößenverteilungen gezeigt, wie sie für das Hochrate-Laserabtragen von AlMg4.5Mn, Edelstahl 1.4301 oder Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Keramik mit einem Ultrakurzpuls-(UKP)-Laser bei 200W mittlerer Laserleistung (Abbildung 3, oben) oder mit einem cw-Faserlaser bei 3 kW Laserleistung (Abbildung 3, unten) erfasst wurden.

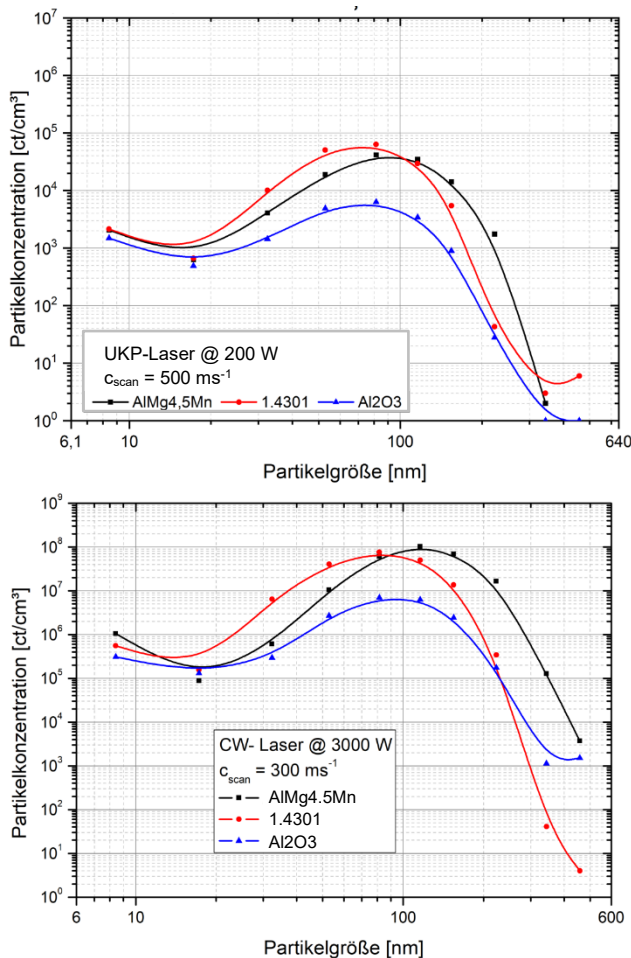


Abbildung 3: Ermittelte Partikelgrößenverteilung für das Laserabtragen von AlMg4.5Mn, Edelstahl 1.4301 und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Keramik mit einem UKP-Laser mit 200 W mittlerer Laserleistung (oben) und einem cw-Faserlaser mit 3 kW Laserleistung (unten) bei unterschiedlichen Strahlablengeschwindigkeiten untersucht.

Die Analyse der entstandenen Partikelemissionen ergab typische Partikelgrößen zwischen 25 nm und 200 nm, wobei ein Großteil der Ablationsprodukte im Bereich zwischen 70 nm und 110 nm zu finden ist, s. Tabelle 1.

Weiterhin zeigte sich, dass sich die Partikelgrößenverteilung nur unwesentlich in Abhängigkeit des Betriebsregimes (cw- oder UKP-Laserbearbeitung), der eingesetzten Laserleistung oder des bearbeiteten Materials ändert. Die Menge an rückständig auf der Probe verbliebenen größeren Partikel waren bezogen auf das Gesamtgewicht des Laserabtrages nahezu vernachlässigbar.

Tabelle 1: Überblick über die im Laserrauch enthaltenen Partikelgrößen mit maximaler Partikelkonzentration.

Partikelgröße mit höchster Partikelkonzentration	UKP-Laser P <sub>av</sub> = 200 W	cw-Laser P <sub>cw</sub> = 3000 W
AlMg4.5Mn	100 nm	110 nm
1.4301	70 nm	80 nm
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Keramik	80 nm	100 nm

Aus diesen Erkenntnissen lässt sich ableiten, dass der entstandene Laserrauch fast vollständig als Ultrafeinstaub vorliegt und damit als alveolengängige A-Staubfraktion eine Gefährdung für die Atemwege darstellt. Im Vergleich mit klassischen Laserbearbeitungsverfahren wie dem Laserstrahlschneiden, Laserbeschriften oder Laserschweißen fällt auf, dass sich die mit modernen Laserstrahlquellen (UKP-Laser bzw. brillanter cw-Faserlaser) in Lasermikrobearbeitungsprozessen erzeugten Partikelemissionen nur geringfügig hinsichtlich Partikelgrößenverteilung und Partikelgröße unterscheiden [1]. Allerdings ist perspektivisch zu erwarten, dass mit der ständigen Weiterentwicklung der Laserstrahlquellen hin zu immer höheren Ausgangsleistungen [2] auch die Abtragraten und folglich auch die Menge an Partikelemissionen ansteigen. Liegen die Gesamtstaubemissionen für die klassische Laserbearbeitung von Stahlwerkstoffen typischerweise im Bereich von unter 1g/min beim Laserbeschriften und Laserstrahlschweißen bis zu 10 g/min beim Laserstrahltrennen [1], so werden diese Emissionsraten zukünftig auch in modernen Lasermikrobearbeitungsverfahren schnell erreicht bzw. übertroffen. Dies ist insbesondere für cw-Laserbearbeitungsprozesse zu erwarten, wie Tabelle 2 aufzeigt.

Tabelle 2: Zusammenstellung der innerhalb der Projektuntersuchungen mit einem UKP-Laser und einem brillanten cw-Faserlaser erreichten Abtragraten.

Erreichte Abtragraten	UKP-Laser P <sub>av</sub> = 200 W	cw-Laser P <sub>cw</sub> = 3000 W
AlMg4.5Mn	0,04 g/min	1,88 g/min
1.4301	0,07 g/min	1,25 g/min

Folglich ergibt sich allein schon aus den innerhalb der Projektuntersuchungen ermittelten hohen Abtragraten die Forderung nach einer geeigneten Erfassungs- und Abscheidelösung, um den Arbeitsplatzgrenzwert (AGW) für A-Staub in Höhe von 1,25 mg/m<sup>3</sup> sicher einzuhalten. Um dies zu unterstreichen gibt die nachfolgende einfache Abschätzung über die beim Hochrate-Laserabtragen durch die Partikelemissionen entstehende Gefährdungslage weiteren Aufschluss. In Abbildung 4 sind die



in einem Bearbeitungsraum der Größe 1 m<sup>3</sup> unter Annahme einer Abtragsrate von 1,9 g/min und eines Absaugstromes von 500 m<sup>3</sup>/h die je nach Erfassungs- und Abscheidegrad vorherrschenden Feinstaubkonzentrationen gezeigt. Bei der Laserbearbeitung ohne Absaugung wird der für A-Staub zulässige Grenzwerte bereits nach einer sehr kurzen Zeit (40 ms) erreicht und auch für Absaugsysteme mit einem Erfassungsgrad von 95 % mit 0,85 s bzw. 99 % mit 6 s ist die Zeit bis zum Überschreiten des AGW im Laserarbeitsbereich sehr kurz. Erst mit einem höheren Erfassungsgrad können die AGWs auch über einen längeren Zeitraum verlässlich eingehalten werden, wie Abbildung 4 beispielhaft für einen Erfassungsgrad von 99,9 % abbildet. Die ermittelten Zeiten gelten jedoch nur für die aus einer von A-Staub ausgehenden Gefährdung. Oftmals liegen neben dem Laserrauch allgemein auch einzelne Legierungselemente bzw. deren Reaktionsprodukte als echte Gefahrstoffe vor. Zum Beispiel entstehen bei der Laserbearbeitung von Edelstahl höhere Konzentrationen von sechswertigen Chromverbindungen (Cr-VI), die ätzend und toxisch auf die Haut und als krebserzeugender Stoff schädigend auf die Atmungsorgane wirken. Zum Schutz vor diesen Gesundheitsgefährdungen sind die in den *Technischen Regeln für Gefahrstoffe* (TRGS) veröffentlichten deutlich kleineren Grenzwerte einzuhalten, was entsprechend sehr hohe Anforderungen an das verlässliche Erfassen und Abscheiden von laserinduzierten Partikelemissionen stellt.

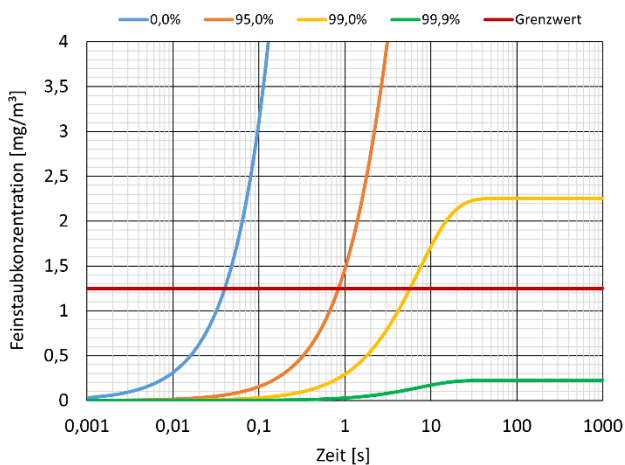


Abbildung 4: Abschätzung der bei unterschiedlichem Absauggrad entstehenden Feinstaubkonzentrationen mit: 1 m<sup>3</sup> Bearbeitungsraum, 500 m<sup>3</sup>/h Absaugstrom und 1,9 g/min Abtragsrate; der AGW ist mit einer roten Linie gekennzeichnet.

Des Weiteren zeigte sich in den Untersuchungen, dass der im Laserprozess freigesetzte Ultrafeinstaub über eine längere Zeit schwebend im Bearbeitungsbereich verbleibt und so auch nach der eigentlichen Laserbearbeitung eine Gefahr für die Anlagenbediener darstellt. In Abbildung 5 ist dazu der zeitliche Verlauf der Partikelemissionen gezeigt, der mit eines eigens dazu entwickelten Sensorprototyp „DUSTY“ aufgenommen wurde. Beim Laserabtragen mit dem brillanten cw-Faserlaser war innerhalb der ersten 3 Sekunden (Abbildung 5, grün markierte Bereiche) nach Bearbeitungsstart eine so hohe

Partikelkonzentration in der Laserbearbeitungskammer entstanden, dass der Sensor bereits seine Sättigung erreicht hatte. Nach Ende der Laserbearbeitung dauerte es trotz nachlaufender Absaugung etwa 15 Sekunden, bis eine Partikelkonzentration gleich dem Niveau vor der Laserbearbeitung erreicht wurde (Abbildung 5, rot markierter Bereich).

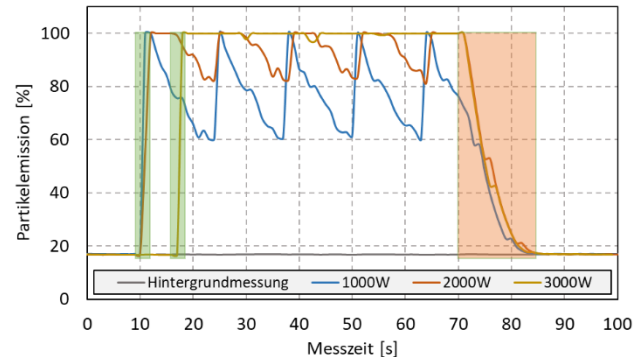


Abbildung 5: Zeitlicher Verlauf der Partikelkonzentration gemessen mit dem Sensorprototyp „DUSTY“.

## 2.2 Konzeption, Auslegung und Charakterisierung einer Flowbox als Erfassungselement

Eine erste Analyse des Absaugverhaltens eines am LHM weitläufig eingesetzten Standard-Erfassungselements (Abbildung 6, oben) ergab, dass die Saugwirkung zur Aufnahme der laserinduzierten Partikelemissionen exponentiell mit zunehmendem Abstand zum Erfassungselement abnimmt.

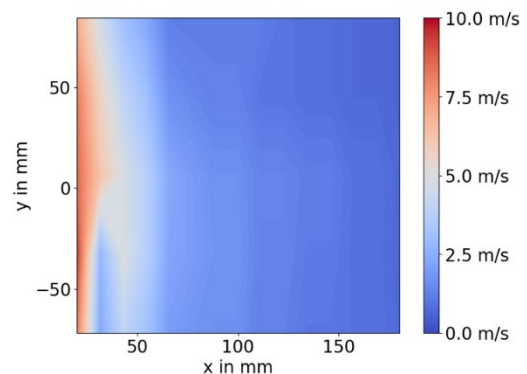
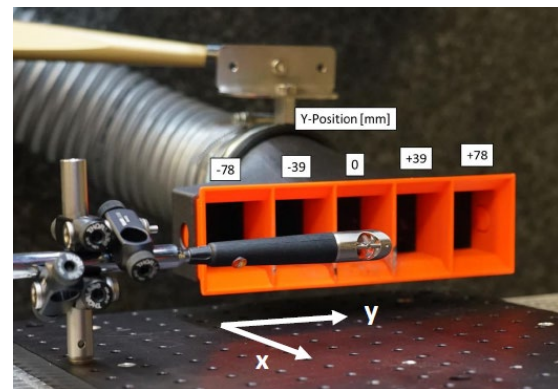


Abbildung 6 Standard-Erfassungselement mit Flügelradsonde (oben) sowie innerhalb eines Arbeitsbereiches von 200 x 200 mm<sup>2</sup> mit einem Volumenstrom 400 m<sup>3</sup>/h aufgenommene Strömungsgeschwindigkeiten (unten).

Beispielhaft dafür ist in Abbildung 6 (unten) eine Übersicht über die mit einer Flügelradsonde an verschiedenen Messpositionen im Laserbearbeitungsfeld aufgenommenen Strömungsgeschwindigkeiten zu sehen. Für den betrachteten Volumenstrom von 400 m<sup>3</sup>/h wird deutlich, dass die Saugwirkung ab einem Abstand von 100 mm nahezu komplett einbricht. Das wiederum führt im Bearbeitungsbereich zu einem völlig unzureichenden Absaugverhalten und hat eine erhöhte Partikelbelastung der Atemluft sowie die Kontamination von Werkstück und technischer Ausstattung mit den Laserabtragprodukten zur Folge.

In Strömungssimulationen mit einem Volumenstrom von 400 m<sup>3</sup>/h konnte die mit zunehmenden Abstand stark nachlassende Absaugwirkung sowohl für das Standard-Erfassungselement als auch für ein weitläufig genutztes Absaugrohr mit 60 mm Durchmesser verifiziert werden, siehe Abbildung 7.

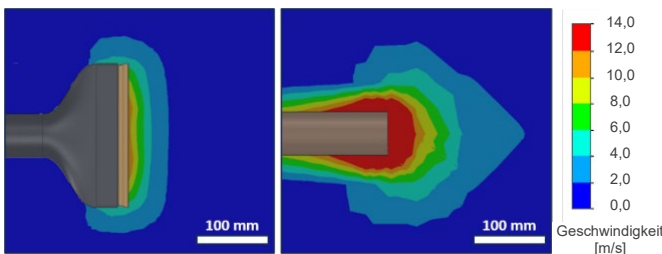


Abbildung 7: Strömungssimulation für ein Standard-Erfassungselement (links) und ein 60 mm Absaugrohr (rechts) bei 400 m<sup>3</sup>/h Volumenstrom.

Um auch größere Arbeitsbereiche abzudecken hat sich in den Strömungssimulationen ein geschlossenes Absaugsystem als eine wesentlich geeignetere Alternative herausgestellt. Innerhalb dieser nachfolgend als Flowbox bezeichneten Kammer ist ein gleichmäßiges Strömungsprofil über einen großen Arbeitsbereich bereitgestellt, s. Abbildung 8 (oben), was für den betrachteten Volumenstrom von 400 m<sup>3</sup>/h entsprechend einen hohen Absauggrad auch für größere Scanfelder mit Abmessungen bis zu 300 x 300 mm<sup>2</sup> erwarten lässt. Basierend auf den Ergebnissen der Simulationsrechnung erfolgte innerhalb eines ersten Ansatzes die Konzeption und der Aufbau einer Flowbox (Generation 1), s. Abbildung 8 (Mitte). Die gleichmäßigen Strömungsbedingungen im Innenraum der Flowbox konnten an 15 Messpunkten mit äquidistanten Abständen nachgewiesen werden. Für einen Volumenstrom von 400 m<sup>3</sup>/h betrug die mittlere Strömungsgeschwindigkeit in der Flowbox 1,5 m/s und war im Arbeitsfeld nahezu frei von Turbulenzen.

Trotz der gleichmäßigen Strömungsverhältnisse bei einer verhältnismäßig hohen Strömungsgeschwindigkeit von 1,5 m/s war das Erfassungs- und Absaugverhalten der Flowbox im Laserprozess unbefriedigend. Die Fokussieroptik verschmutzte zunehmend und musste spätestens nach je 1 Stunde gereinigt werden; zudem waren starke Partikelablagerungen an den Seitenwänden und am Deckel der Flowbox sowie auch im Bearbeitungsfeld zu finden.

Durch die systematische Weiterentwicklung der Flowbox in verschiedenen Ausbaustufen hin zu einem halboffenen System gelang es zunächst, die Verschmutzung der Fokussieroptik durch Partikelablagerungen zu vermeiden. Zusätzlich wurde auf Grundlage von Simulationsergebnissen die Kammerhöhe reduziert, wodurch die Strömungsgeschwindigkeit innerhalb der Flowbox deutlich erhöht werden konnte. Allerdings trugen die innerhalb der 3. Generation der Flowbox durchgeführten Anpassungen nicht dazu bei, die Partikelablagerungen im Arbeitsfeld zu verhindern.

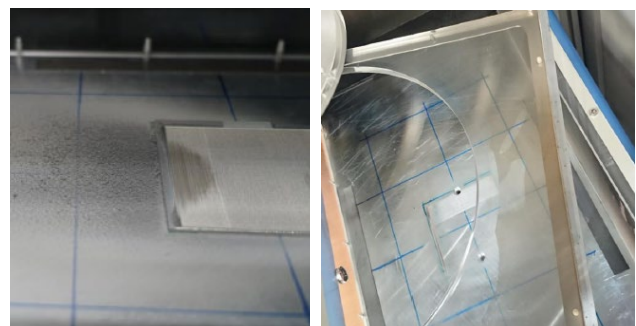
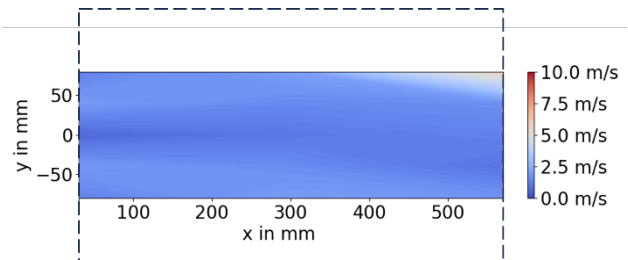
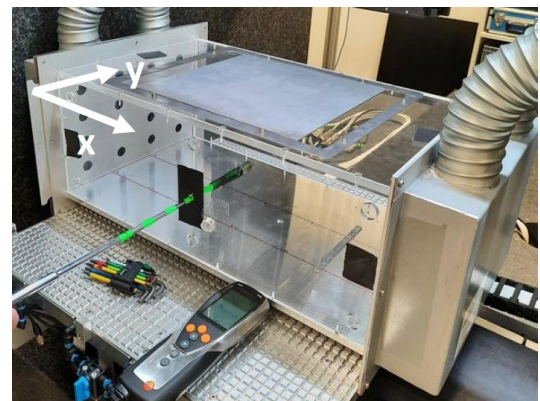
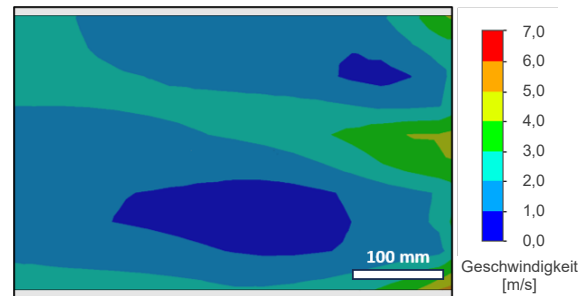


Abbildung 8, oben: Strömungssimulation für die Flowbox bei 400 m<sup>3</sup>/h Volumenstrom, Mitte: Flowbox (1. Generation) mit Durchflusssensor, Mitte: innerhalb der Flowbox mit einem Durchflusssensor aufgenommenes Strömungsprofil; unten Partikelablagerungen im Arbeitsfeld (links) und Verschmutzung von Flowbox-Deckel und Seitenwand (rechts).

Weitere Optimierungen bzgl. des Flowbox-Designs waren ein in Probenrichtung offen gestaltetes Erfassungselement sowie das Entfernen von scharfkantigen Übergängen, Ecken oder Querschnittsänderungen. Dadurch ergaben sich Verbesserungen hinsichtlich der Luftführung, z.B. dass der Luftstrom die Partikel in Richtung Absaugung trägt oder Wirbelbildungen unterdrückt werden. Dies wiederum wirkte sich vorteilhaft auf den Transport der Partikel innerhalb der Flowbox und anschließend auf deren Erfassung aus. Weiterhin wurde die Vorzugsrichtung des Luftstroms entlang der Partikelausbreitung entgegengesetzt zur Schwerkraft ausgerichtet, was das Ablagern von Ablationsprodukten im Scanbereich signifikant reduzierte. Mit der entwickelten Flowbox 7. Generation traten die geringsten Partikelablagerungen im Arbeitsfeld auf, s. Abbildung 9. Selbst nach 60 Minuten Bearbeitungszeit war das Scanfeld nahezu komplett frei von abgetragenen Partikeln; Verschmutzungen wurden lediglich im Bereich der Ansaugöffnungen festgestellt, s. Abbildung 9 unten rechts.

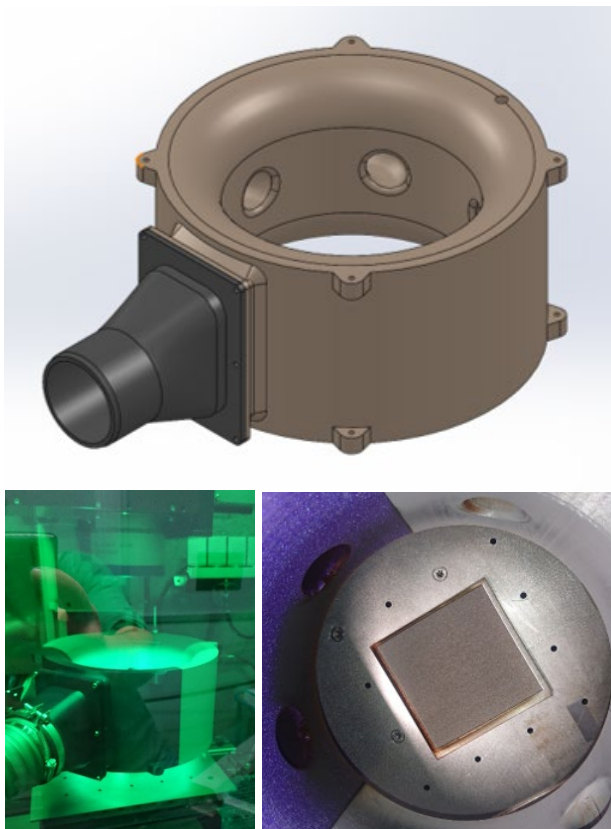


Abbildung 9: Flowbox 7. Generation. oben: CAD-Modell; unten links: Flowbox im Laserprozess; unten rechts: Blick auf das Bearbeitungsfeld.

### 2.3 Erfassung und Abscheidung von großvolumigen Partikelemissionen

Die entwickelte Flowbox wurde in Verbindung mit einem Prototyp eines neuartigen Abscheidegeräts zur Erfassung und Abscheidung von im Hochnrate-Laserprozess entstehenden großvolumigen Partikelemissionen eingesetzt. Das Abscheidesystem arbeitete dabei in geschlossener Betriebsweise ohne Luftabfuhr nach außen. Für die Bewertung der Wirksamkeit des Abscheidesystems

wurden die im Rohgas (vom Erfassungselement aufgenommener partikellastiger Luftstrom) und im Reingas (gereinigter Luftstrom nach dem Abscheidesystem) enthaltenen Partikelkonzentration verglichen. Die Bewertung der im Roh- und Reingas befindlichen Partikel erfolgte mit einem Messsystem der Cambustion Ltd. Dabei wurde ein Aerodynamic Aerosol Classifier (AAC) mit einem Kondensationskernzähler (CPC) kombiniert (Abbildung 10). Dadurch konnten die Partikel auch im Nanobereich klassiert und präzise gezählt werden. Der für die Rohgasmessungen eingesetzte EEPSTM ist nicht für so geringe Konzentrationen, wie im Reingas zu detektieren sind, geeignet. Zusätzlich wurden Messungen zu den Staubinhaltsstoffen durchgeführt, um stoffspezifische Abscheidegrade für die Gefahrstoffe zu ermitteln.

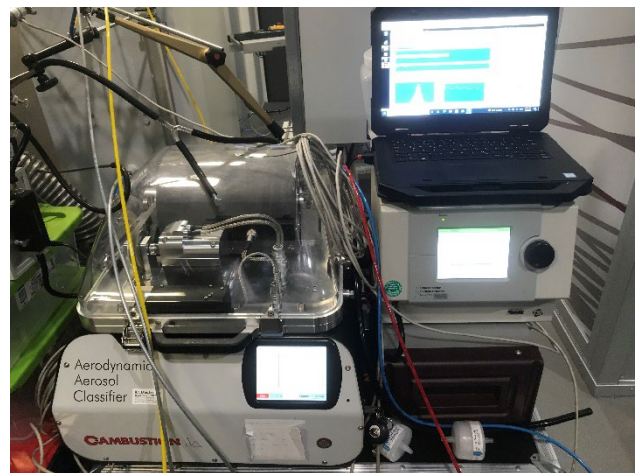


Abbildung 10: Messaufbau zur Bestimmung des Fraktionsabscheidegrades am Abscheidesystem.

Das neue Abscheidesystem zeichnete sich durch einen hohen Abscheidegrad für die Gesamtstaubbelastung und für die Einzelstoffe aus, s. Abbildung 11. Daraus geht hervor, dass sowohl die sogenannten Rohgaskonzentrationen als auch die Abscheidegrade elementspezifisch stark variieren. In Abbildung 11 (unten) wird auch deutlich, dass die für Feinstaub bzw. Gefahrstoffe geltenden Arbeitsplatzgrenzwerte bzw. Toleranzkonzentrationen eingehalten wurden. Somit stellt das neue Abscheidekonzept auch für großvolumige Laserablationen eine wirksame technische Schutzmaßnahme zum Schutz vor Gefährdungen durch laserinduzierten Partikelemissionen dar. Gemäß Gefahrstoffverordnung hat der Arbeitgeber, z.B. durch Arbeitsplatzmessungen oder andere geeignete Methoden, sicherzustellen, dass die gesetzlichen Grenzwerte eingehalten und die verwendeten technischen Schutzmaßnahmen regelmäßig überprüft werden.

### 2.4 Untersuchungen zur Brand- und Explosionsfähigkeit lasergenerierter Feinstäube

Innerhalb der Gefährdungsbeurteilung sind die vom Laserprozess für die Beschäftigten am Laserarbeitsplatz ausgehenden Brand- und Explosionsgefahren als Gefährdungsfaktoren zu bewerten. Das erfordert beispielsweise auch die Überprüfung und Beurteilung der Brand-

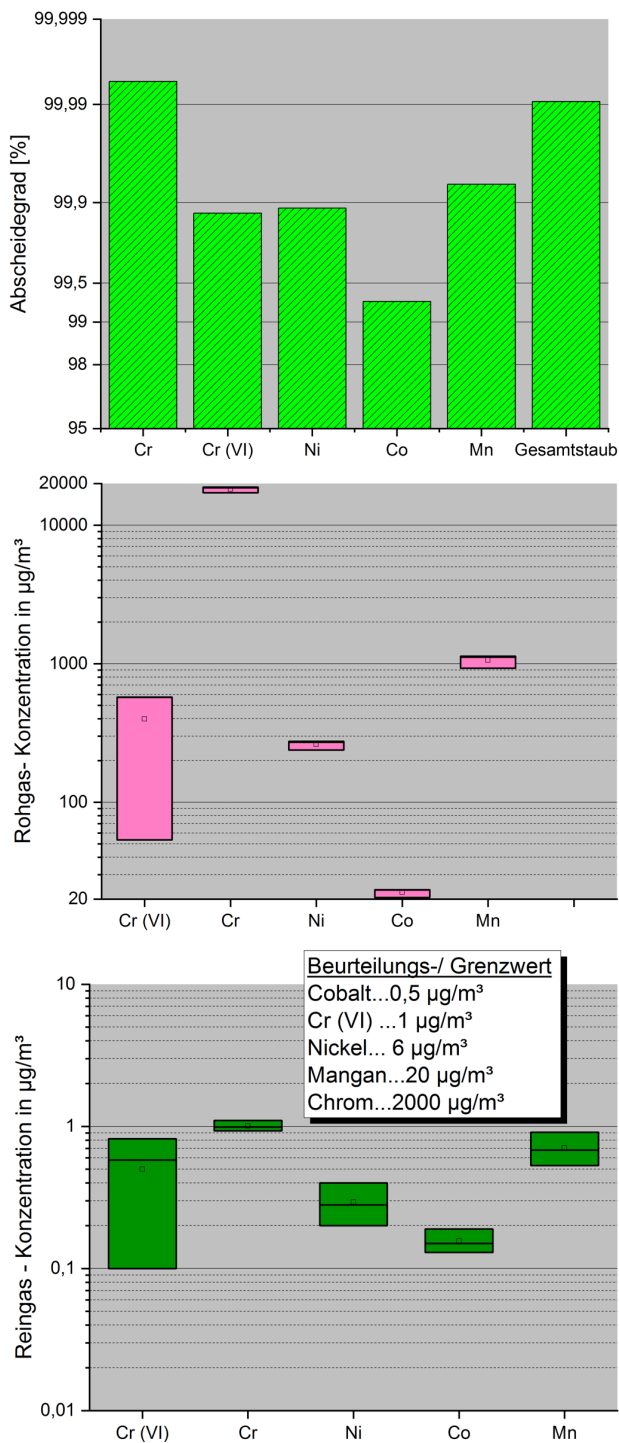


Abbildung 11 oben: Stoffspezifischer Abscheidegrad für die beim Laserabtragen von Edelstahl 1.4301 entstandenen Laserrauche sowie die im Rohgas (Mitte) und Reingas (unten) gemessenen Partikelkonzentrationen. Die AGW sind aus [3] und die Toleranzkonzentrationen aus [4] entnommen.

und Explosionsfähigkeit des beim Laserabtragen entstehenden Laserstaub-Luft-Gemisches. Allerdings ist oftmals der Wissensstand über die durch Laserstaub potentiell bestehenden Brand- und Explosionsgefährdungen eher gering und das diesbezüglich Aktivitätsniveau zur Verbesserung des Arbeits- und Gesundheitsschutzes unverhältnismäßig. Um hier Abhilfe zu schaffen wurden im Forschungsvorhaben verschiedene, für das Laserabtragen repräsentativ hergestellte Feinstaubfraktionen hergestellt.

Das Staub/Luft-Gemisch aus den untersuchten Edelstahl-Feinstaub-Fraktionen konnte innerhalb der Prüfung auf Explosionsfähigkeit nicht gezündet werden. Somit lassen sich die beim Laserabtragen von 1.4301 Edelstahl entstehenden Ablationsprodukte als nicht explosionsfähig einstufen. Das aus einer Fraktion AlMg4.5Mn-Laserstaub hergestellte Staub/Luft-Gemisch hingegen stellte sich als explosionsfähig heraus, wobei die hohe Mindestzündenergie  $MZE > 1 \text{ kJ}$  auf ein relativ niedriges Gefahrenpotenzial der Staubentzündung durch elektrostatische Entladung hinweist. Folgende weitere explosionstechnische Kenngrößen wurden für den AlMg4.5Mn-Laserstaub ermittelt: Druckanstiegsgeschwindigkeit  $dp/dt = 84 \text{ bar/s}$ , Explosionsüberdruck  $p_{ex} = 5,7 \text{ bar}$  sowie die staubspezifische Kenngröße  $K_{st} = 23 \text{ bar m/s}$ . Aus letzterem Wert lässt sich die Staubexplosionsklasse 1 ableiten, deren obere Grenze auf  $200 \text{ bar m/s}$  festgelegt ist.

Im Rahmen der Überprüfung der Brennbarkeit konnte keine hergestellte Staubfraktion entzündet oder angebrannt werden und sie lassen sich entsprechend mit der Brennzahl BZ1 klassifizieren.

### 3. Handlungsempfehlungen

Für einen sicheren Laseranlagenbetrieb bei großvolumigen Laserablationen können aus den vorgestellten Erkenntnissen bezüglich Absaugstrategie, Partikelhandling und allgemeine Arbeitssicherheit folgende Handlungsempfehlungen abgeleitet werden:

1. Unabhängig von Material, Bearbeitungsregime und Laserart gehören die Laserrauche (mittlere Partikelgröße  $\approx 0,1 \mu\text{m}$ ) zur alveolengängigen A-Staubfraktion und müssen mit für diese Partikelgröße geeigneter Filtertechnik abgeschieden und fachmännisch entsorgt werden. Für Ultrafeinstaub gelten besondere Handlungsempfehlungen der Berufsgenossenschaften [5].
2. Das Abscheideverhalten der Filtertechnik ist elementspezifisch, so dass selbst bei einem ermittelten hohen Abscheidegrad für den Gesamtlaserrauch nicht garantiert ist, dass auch die Arbeitsplatzgrenzwerte für einzelne Elemente/Fraktionen im Laserrauch eingehalten werden. Nur die Durchführung einer gesonderten Messung gibt hier vollständigen Aufschluss und Sicherheit bezüglich der im Laserprozess freiwerdenden Partikel und des anlagenspezifischen Abscheideverhaltens.
3. Die Absaugung der im Laserprozess freiwerdenden Ablationsprodukte muss möglichst nahe am Werkstück erfolgen, damit eine vollständige Erfassung der Partikelemissionen im Arbeitsraum gewährleistet werden kann. Insbesondere bei größeren Arbeitsbereichen ( $> 100 \text{ mm}$ ) ist eine individuelle Anpassung des Erfassungselementes an das entsprechende Werkstück bzw. die entsprechende Prozessgeometrie sinnvoll bzw. notwendig. Der Volumenstrom der Absaugung muss außerdem ausreichend groß dimensioniert werden.
4. Da vollständig geschlossene Prozesskammern (vgl.

Flowbox 1. Generation) zu nicht akzeptablen Verschmutzungen der Optiken und Werkstücke selbst führen, sind (halb-)offene Absaugsysteme empfohlen. Hierbei besteht jedoch die Gefahr, dass Anteile der Partikelemissionen nicht von der Prozessabsaugung erfasst werden und in den Maschinenraum gelangen. Diese Partikel können zum einen empfindliche Maschinenkomponenten, insbesondere Optiken und optische Messsysteme verschmutzen und zum anderen eine Gesundheitsgefahr für Anlagenbediener darstellen. Aus diesem Grund sollte neben der primären Prozessabsaugung zusätzlich eine sekundäre Maschinenraumabsaugung erfolgen.

5. Nach Beendigung des Laserprozesses muss eine angemessene Nachlaufzeit der Absaugung eingehalten werden, um rückständige im Maschinenraum befindliche Partikel abzusaugen. Eine zusätzliche Überwachung der Partikelkonzentration durch einen geeigneten Sensor (vgl. „Dusty“) sowie einer automatisierten Türfreigabe/-verriegelung ist aus Sicht der Arbeitssicherheit zielführend.

6. Verwirbelungen bzw. Turbulenzen innerhalb des Luftstroms im Bereich der Bearbeitungszone sollten möglichst vermieden werden. Durch die Wirbel können Partikel aus der primären Absaugzone herausgetragen werden, sodass sie nicht von der Prozessabsaugung erfasst werden und in den Maschinenraum gelangen. Ursachen für Verwirbelungen bzw. Turbulenzen sind „scharfe“ Ecken und Kanten im Bereich des Absaugstromes und insbesondere Crossjets, die sehr häufig zum Schutz des Fokussierobjektivs vor Verschmutzungen eingesetzt werden. Auf den Einsatz von Crossjets sollte daher, wenn möglich, verzichtet werden.

7. Die untersuchten Laserstäube von 1.4301 waren nicht zündfähig; die Ablationsprodukte von AlMg4.5Mn wiesen ein relativ niedriges Gefahrenpotenzial der Staubentzündung auf. Die Metallstäube oxidierten bereits während der Laserprozessierung vollständig, was deren Zündfähigkeit herabsetzte. Insbesondere bei Laserprozessen, die unter Schutzgas-Atmosphäre stattfinden, kann diese Oxidation nicht erfolgen, sodass diese Ablationsprodukte sehr wahrscheinlich zündfähig bzw. explosionsfähig sind. In diesem Fall sind geeignete Explosionsschutzmaßnahmen (Bemehlung der Absaugung, spezielle explosionsgeschützte Filter und Abscheidevorrichtung etc.) einzuhalten.

8. Sekundärgefährdungen in Laserprozessen, zu denen die laserinduzierten Partikelemissionen aber auch die davon ausgehende Brand- und Explosionsgefahr zählen, sind Bestandteil der Gesamtgefährdungsbeurteilung, die in Verantwortung des Betreibers liegt und vor Inbetriebnahme der Lasereinrichtung schriftlich erstellt werden muss. In den meisten Fällen liegen für die zu bear-

beitenden Materialien und eingesetzten Laserprozessparameter nur unzureichende Erkenntnisse vor. Die dann notwendige Informationsermittlung muss in fachkundigen Messungen und Prüfungen erfolgen. Entsprechende Dienstleistungsangebote werden von den Autoren bereitgestellt.

#### 4. Zusammenfassung

Die bei Laserbearbeitungsprozessen freigesetzten Laserrauhe bzw. Partikelemissionen entstehen zum Großteil als alveolengängiger A-Staub und stellen somit eine gesundheitliche Gefahr für die Beschäftigten am Laserarbeitsplatz dar. In dieser Arbeit wurde ein neuartiges Erfassungs- und Abscheidekonzept vorgestellt, mit dem es nachweislich gelang, auch für großvolumige Laserablationen die bzgl. Feinstaub und Gefahrstoffe geltenden Arbeitsplatzgrenzwerte einzuhalten. Eine grundlegende Charakterisierung der unter Hochrate-Laserbedingungen ergab für die freigesetzten Laserrauhe Partikelgrößen im Bereich 100 nm. Die Partikelgrößenverteilung war nahezu unbeeinflusst vom Laserregime (UKP- bzw. cw-Laser) und Material (AlMg4.5Mn, 1.4301, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Keramik). Unter Einsatz eines neuartigen Abscheidesystems konnte ein Gesamtabscheidungsgrad von > 99,99 % erreicht werden, was die gesetzlich verankerten Arbeitsplatzgrenzwerte bzw. Toleranzkonzentrationen einhalten lässt. Der Abscheidungsgrad zeigte sich dabei stark elementabhängig und variierte für die im Absaugstrom detektierten Edelstahl-Legierungselemente zwischen 99,3 % und 99,92 %.

Die Überprüfung der von den Partikelablagerungen ausgehenden Brand- und Explosionsgefahr ergab lediglich für AlMg4.5Mn-Laserstaub ein relativ niedriges Gefahrenpotenzial der Staubentzündung. Das Brennverhalten der untersuchten Stäube ließ sich mit der Brennzahl BZ1 einstufen.

#### Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die Förderung des Projekts „Absaug- und Abscheideeinrichtung für großvolumige Laser- Ablationsvorgänge - AAFLA“ mit der Fördernummer KK5002702CM0.



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie



#### Kontaktdaten

Dr. Jörg Schille | schille@hs-mittweida.de

## Literaturverzeichnis

- [1] VDI Handbuchreihe: Laser in der Materialbearbeitung Band 8 - Sicherheitstechnische und medizinische Aspekte bei der Laserstrahlmaterialbearbeitung (1998). VDI-Technologiezentrum Physikalische Technologien. ISBN: 3-00-002234-1.
- [2] Jörg Schille, Udo Löschner (2021): Ultrashort pulse lasers in high-rate laser micro processing–Quo vadis? in: *Adv. Opt. Techn.*, 2021, 10(4-5), 233–237.
- [3] TRGS 900 Arbeitsplatzgrenzwerte (Fassung vom 02.07.2021).
- [4] TRGS 910 Risikobezogenes Maßnahmenkonzept für Tätigkeiten mit krebserzeugenden Gefahrstoffen (Fassung vom 01.07.2022).
- [5] <https://www.dguv.de/ifa/fachinfos/nanopartikel-am-arbeitsplatz/beurteilung-von-schutzmassnahmen/index.jsp> [25.10.2023].

# Untersuchungen zur Herstellung rotationssymmetrischer mikrooptischer Bauelemente auf Basis der sequentiellen Maskenprojektion

Eric Syrbe, Sebastian Büttner, Michael Pfeifer, Steffen Weißmantel

Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

*Die Mikrostrukturierung mittels Fluorlaser ermöglicht die Herstellung von Mikrooptiken in Gläsern und anderen Materialien mit großer Energiebandlücke. Für die Strukturierung von Mikrolinsen haben wir eine neue Herstellungsmethode und den dafür benötigten Experimentaufbau entwickelt. Der Prozess basiert auf dem Maskenprojektionsverfahren und nutzt eine Vielzahl unterschiedlicher Kreismasken, die nacheinander im Laserstrahlengang platziert werden, um einen ringförmigen Ablationsbereich zu formen. Durch die Verwendung eines entsprechend konzipierten Maskensatzes ist es möglich, eine Oberfläche mit einer definierten sphärischen Form herzustellen. Es werden der gesamte Prozess, der Experimentaufbau sowie die Ergebnisse vorgestellt.*

## 1. Einleitung

Aktuelle technische Innovationen beruhen häufig auf einer verbesserten Effizienz oder einer kompakteren Bauweise. Letzteres erfordert eine Miniaturisierung der eingebauten Teile, was eine ständige Herausforderung für die beteiligten Fertigungsverfahren darstellt. Treibende Kräfte dahinter sind u.a. die Computer- und Kommunikationstechnologien, denn die Datenübertragung über das klassische Kupferkabel ist in der Übertragungsgeschwindigkeit begrenzt und wird umso anfälliger für elektromagnetische Störfelder, je größer die übertragene Datenmenge pro Sekunde ist. Eine Lösung bietet die optische Datenübertragung, die unempfindlich gegenüber Störeinflüssen ist und eine geringe Signaldämpfung aufweist, so dass Signale über weite Strecken nahezu verlust- und fehlerfrei übertragen werden können. Die Einkopplung der optischen Signale in immer kleinere wellenleitende Strukturen, wie bspw. Monomode-Fasern, erfordert Mikrooptiken mit bestmöglicher Formgenauigkeit und geringer Oberflächenrauheit. Um diese Anforderungen zu erfüllen, wurde eine breite Palette von Verfahren entwickelt. Für die Herstellung von Mikrooptiken aus Polymeren werden vor allem Präge- [1] und additive Verfahren [2,3] eingesetzt. Großes Entwicklungspotential besteht jedoch noch bei der Herstellung von Mikrooptiken in Glasmaterialien und besonders in hochwertigem Quarzglas. Nur wenige Verfahren eignen sich für die Bearbeitung dieses Materials, das meistgenutzte ist die Lithografie. Die neuesten Entwicklungen setzen jedoch zunehmend Femtosekunden- [4] und CO<sub>2</sub>-Laser [5] oder eine Kombination aus beiden [6] ein, um die gewünschte Linsenqualität zu erreichen. Der Ansatz, den wir seit einigen Jahren verfolgen, ist die Kombination von Excimer-Lasern mit dem Maskenprojektionsverfahren. Es wurde erfolgreich gezeigt, dass mit den zahlreichen Strukturierungsmethoden, die im Laufe der Jahre entwickelt wurden, verschiedenste Mikrooptiken hergestellt werden können. Doch wie auch bei anderen Laserstrukturierungsverfahren ist die erreichbare Qualität immer noch eine große Herausforderung. Das Ziel der Untersuchungen besteht nun darin, den Einfluss der erneuten Ablagerung von Debris im Ablationsbereich

während des Strukturierungsprozesses zu verringern. Bei der zuletzt entwickelten Methode wird eine rotierende Maske verwendet, bei der die Ablagerungen vor den aktuellen Ablationsbereich und damit stets in den folgenden Ablationsbereich geschoben werden, was zu Unregelmäßigkeiten in der Struktur und ihrer Oberfläche führt [7]. Um dieses Problem zu lösen, wurde die Strategie für die Linsenstrukturierung auf eine vollflächige Strukturierungsmethode umgestellt, bei der der Abtragsbereich schrittweise verkleinert wird und immer innerhalb des vorherigen Bereichs liegt. Daher befindet sich nach der Strukturierung fast kein Debris mehr innerhalb des Ablationsbereichs. Um diese sich allmählich verändernde Maskengeometrie zu erreichen, wird eine Kombination aus einem Satz kreisförmiger Masken sowie Kreisblenden verwendet.

## 2. Grundlagen und Methoden

### 2.1. Prozess

Das verwendete System besteht aus dem gepulsten Fluorlaser LPF 220i der Firma Coherent (Deutschland) GmbH und der Mikrobearbeitungsstation EX-157. Eine detaillierte Beschreibung der Anlage ist in einer früheren Arbeit [8] enthalten, da das System identisch ist. Der Fluorlaser ist aufgrund seiner Strahlcharakteristik nicht für die direkt schreibende Strukturierung geeignet. Daher wird das Maskenprojektionsverfahren angewendet. Um die Laserpulsfluenz  $H$  gleichmäßig über die Maskenfläche zu verteilen, wird der Laserstrahl homogenisiert. So wird eine gleichmäßige Abtragstiefe erreicht, wenn die Laserpulsschwellfluenz des zu strukturierenden Materials überschritten wird. Diese hängt von der verwendeten Laserwellenlänge und der Laserpulsdauer ab. Der Fluorlaser emittiert Photonen mit einer Wellenlänge von 157 nm bei einer Pulsdauer von 25 ns. Die Wellenlänge, die einer Photonenenergie von 7,9 eV entspricht, ist für die Bearbeitung von hochtransparenten technischen Gläsern von besonderem Interesse. Die Differenz zwischen Photonenenergie und Energiebandlücke wirkt sich direkt auf die Verarbeitungsqualität aus. Je höher die Photonenenergie im Verhältnis zur Bandlückenenergie des zu strukturierenden Materials ist, desto besser

ist die Oberflächenqualität des Materials, da die Absorptionsbedingungen besser sind. Andererseits bestimmt die Energiebandlücke, welches optische Material als Maskenmaterial und Maskenträgermaterial im Laserrohstrahl für die entsprechende Wellenlänge des Lasers verwendet werden kann. Für das Ziel, eine ganzflächige Behandlung zu realisieren, ist eine Kombination mehrerer Masken und Kreisblenden erforderlich. Genauer gesagt soll ein ringförmiger Ablationsbereich mit variablen inneren und konstanten äußeren Radien geformt werden. Die Kreisaperturen des Maskenhalters definieren die Außenlinie des Ablationsbereichs und damit die Kontur der Mikrooptik. Der Innenradius des Ablationsbereichs wird durch einen Satz spezieller kreisförmiger Masken definiert. Die Herstellung der Masken wird im folgenden Abschnitt beschrieben.

## 2.2. Maskenherstellung

Als Maskenträgersubstrat wurde Kalziumfluorid gewählt, da dieses Material aufgrund seiner hohen Energiebandlücke von 12,2 eV für die verwendete Laserwellenlänge transparent ist. Die 50 verwendeten Maskensubstrate haben einen Durchmesser von 5 mm und eine Dicke von 0,5 mm, um optische Verluste möglichst gering zu halten. Für die innere Begrenzung des ringförmigen Ablationsbereichs wird ein undurchsichtiger Bereich aus Tantal mittels Laserpulsabscheidung auf dem Maskensubstrat erzeugt. Dabei ist es wichtig, dass die Beschichtungsbereiche sehr präzise mittig auf dem Substrat positioniert werden. Für die Strukturierung von Mikrolinsen entsprechen diese Bereiche Kreisen mit unterschiedlichen Radien, die konzentrisch zum Substrat liegen müssen. Um die präzise Positionierung zu erreichen, wurde ein Maskenhalter für den Beschichtungsprozess entwickelt. Der Halter besteht aus drei Metallplatten: der Rückplatte, der Substrathalterplatte und der Frontplatte. Die Substrathalterplatte ist 0,5 mm dick und mit 56 Löchern von je 5 mm Durchmesser versehen, so dass die Kalziumfluoridsubstrate ideal in diese Löcher passen. Anders als die Rückplatte, ist die Frontplatte mit 56 Löchern von 4 mm Durchmesser versehen, um eine Seite der Substrate für die Beschichtung freizulegen. Um die Beschichtungsfläche zu verändern, wird eine zusätzliche dünne Tantalfolie zwischen die Substrathalter- und der Frontplatte gelegt und fixiert. In diese Folie wurden Löcher mit jeweils größer werdenden Durchmessern geschnitten. Alle drei Platten haben zusätzlich Befestigungs- und Justagelöcher für eine präzise Positionierung mit Hilfe von Passstiften, wodurch alle Beschichtungsgebiete konzentrisch zu den runden Substraten sind. Anschließend werden die Substrate im Halter mittels Laserpulsabscheidung beschichtet. Abbildung 1 zeigt die beschichteten Kalziumfluorid-Substrate. Aufgrund der Löcher in der Beschichtungsmaske (Tantalfolie) hat jeder Bereich einen individuellen Radius, so dass in der Bearbeitungsebene 50 verschiedene Abtragsgrößen mit einem Radius von 1  $\mu\text{m}$  bis 50  $\mu\text{m}$  in 1  $\mu\text{m}$ -Schritten genutzt werden können.



Abbildung 1: 56 Kalziumfluoridsubstrate im Beschichtungshalter mit tantalbeschichteten Maskenbereichen. Frontplatte und Tantalfolie wurden entfernt.

## 2.3. Experimentaufbau

Der sequentielle Abtrag von Material mit unterschiedlichen Maskengeometrien erfordert den schnellen Wechsel der Masken im Laserstrahl. Hierfür wurde ein motorisiertes Maskenrad entwickelt (siehe Abbildung 2). Die beschichteten Substrate werden wiederum mit drei lasergeschnittenen Platten gehalten: eine Vorder- und eine Rückplatte mit Löchern von 4 mm Durchmesser und eine Zwischenplatte mit Löchern von 5 mm Durchmesser. Diese 4 mm großen Löcher sind für die Außenkontur jeder Mikrooptik verantwortlich und bilden somit die zuvor erwähnte Kreisapertur mit konstantem Radius. Die Löcher im Maskenrad befinden sich auf einem Kreis mit einem Radius von 50 mm.

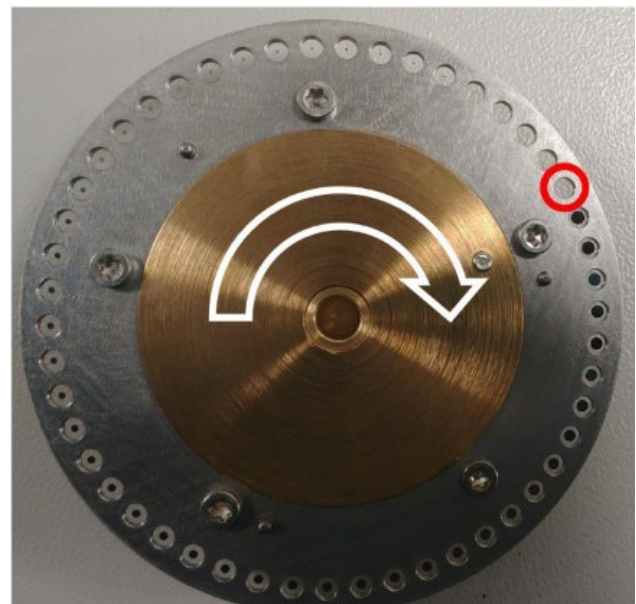


Abbildung 2: Maskenrad (roter Kreis: kleinste Maske, weißer Pfeil: Drehrichtung).

Das Maskenrad wird von einem Schrittmotor mit einem 33:1-Getriebe angetrieben. Der verwendete Motor-Encoder hat eine Genauigkeit von 4.000 Inkrementen pro 360°. Außerdem wird ein Hall-Sensor zur Referenzierung der Drehbewegung (Homing) benötigt, damit sich zum



Prozessbeginn stets die gleiche Maske im Laserstrahl befindet. Die gesamte Baugruppe wird auf einer Linearachse platziert (siehe Abbildung 3). Somit können die Masken auf die Position des Laserstrahls justiert werden.

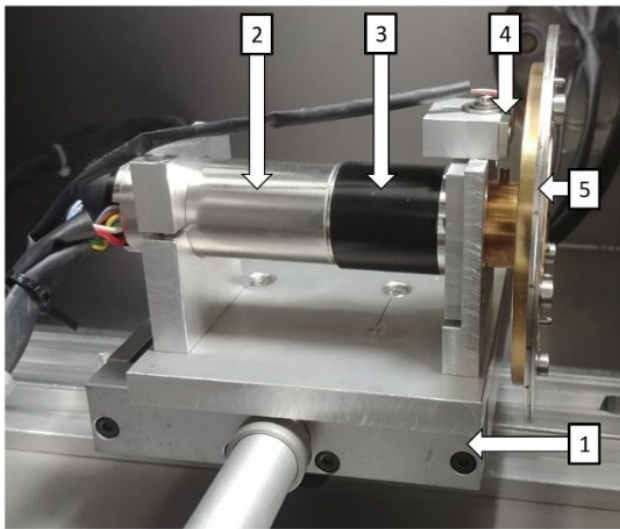


Abbildung 3: Experimentaufbau: Linearachse (1), Schrittmotor (2), 33:1 Getriebe (3), Hall-Sensor (4) und Maskenrad (5).

## 2.4. Berechnung der Prozessparameter

Es sind zwei unterschiedliche Prozessmethoden möglich. Bei Methode 1 wird während des Strukturierungsprozesses das Maskenrad mit einer Geschwindigkeit rotiert, die mit der Laserrepetitionsrate synchronisiert ist. Somit kann eine Mikrooptik in etwa 0,25 s fertiggestellt werden, wenn alle 50 Masken verwendet werden und der Laser mit seiner maximalen Pulswiederholrate von 200 Hz emittiert. Für diese Methode wird jedoch ein speziell für die zu strukturierende Mikrooptik angefertigter Maskensatz benötigt. Mit diesem Maskensatz wird eine industrielle Fertigung identischer Linsen ermöglicht. Bei Methode 2 wird die Drehbewegung an jeder Maskenposition gestoppt. Danach wird jeweils die für die Zielstruktur benötigte Anzahl an Laserpulsen emittiert. Aufgrund von Beschleunigungs- und Abbremszeiten führt dies zu Bearbeitungszeiten von etwa einer Minute pro Mikrooptik, was deutlich langsamer als Methode 1 ist. Dafür ist diese zweite Methode flexibler, da eine Maske mehrfach verwendet werden kann und somit insgesamt mehr Masken mit verschiedenen Durchmessern im Maskenrad gehalten werden können. Da viele verschiedene Mikrolinsen strukturiert werden sollen, wird für diese Studie die zweite Methode verwendet. Die Anzahl der Laserpulse und der benötigte Maskensatz werden durch einen Soll-Ist-Vergleich berechnet. Der Ausgangspunkt jeder Berechnung ist der angestrebte Krümmungsradius, der die Form der Mikrolinse definiert sowie die Laserpulsfluenz, die die Abtragstiefe pro Laserpuls bestimmt. Da die Linse rotationssymmetrisch ist, kann die Berechnung auf zwei Dimensionen vereinfacht werden. Der Linsenmittelpunkt liegt immer bei  $r = 0 \mu\text{m}$ . Das Zielprofil wird dann mittels einer Kreisgleichung mit dem Ziel-Krümmungsradius berechnet.

Die Berechnung des tatsächlichen Profils beginnt mit dem Radiuswert  $r_{m,1}$ , der der ersten Maske im verwendeten Maskensatz entspricht. Die erforderliche Abtragstiefe  $z$  für jeden Maskenradius  $r_m$  ergibt sich aus der Differenz der Profiltiefe für den aktuellen Maskenradius zu der Profiltiefe für den vorherigen Maskenradius. Die entsprechende Anzahl der Laserpulse ergibt sich aus dem ganzzahlig gerundeten Verhältnis von benötigter Abtragstiefe und Abtragstiefe pro Laserpuls  $\Delta z$ . Das Ergebnis dieses schrittweisen Berechnungsverfahrens ist in Abbildung 4 beispielhaft dargestellt.

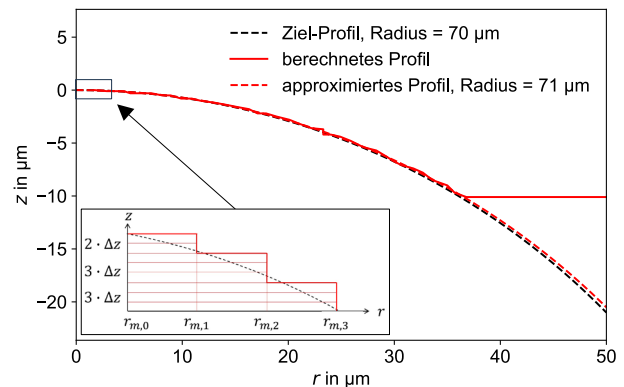


Abbildung 4: Beispielhaftes Ergebnis der Soll-Ist-Vergleichsrechnung für ein vorgegebenes Ziel-Profil.

## 3. Ergebnisse

Es werden Laserpulsfluenzen von  $H = 0,5 \text{ J/cm}^2$  bis  $2,0 \text{ J/cm}^2$  und Ziel-Radien von  $50 \mu\text{m}$  bis  $250 \mu\text{m}$  verwendet, um den optimalen Parametersatz für jede Zielstruktur zu ermitteln. Wie Abbildung 5 zeigt, sind prinzipiell mit dem beschriebenen Versuchsaufbau Mikrolinsen herstellbar.

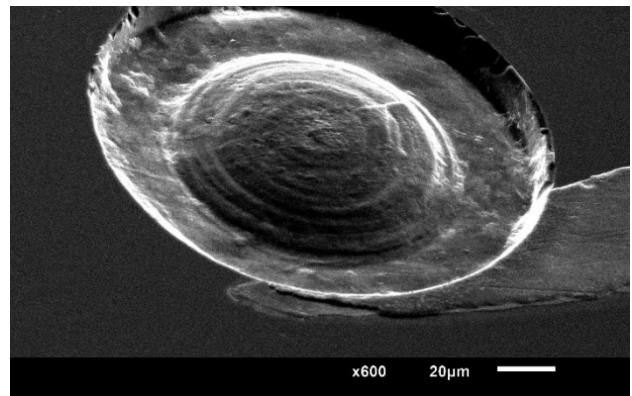


Abbildung 5: Rasterelektronenaufnahme einer Mikrolinse mit  $H = 1,0 \text{ J/cm}^2$  und dem Zielkrümmungsradius  $250 \mu\text{m}$ .

Nach dem Strukturierungsprozess werden die Mikrolinsen mit einem Laser-Scanning-Mikroskop vermessen. Die Höhendaten werden dann mit einem Python-Programm analysiert, das eine Kugelfunktion an die Daten approximiert, wobei der Radius als variabler Approximationsparameter dient. Dieser Radius ist der „gemessene Radius“.

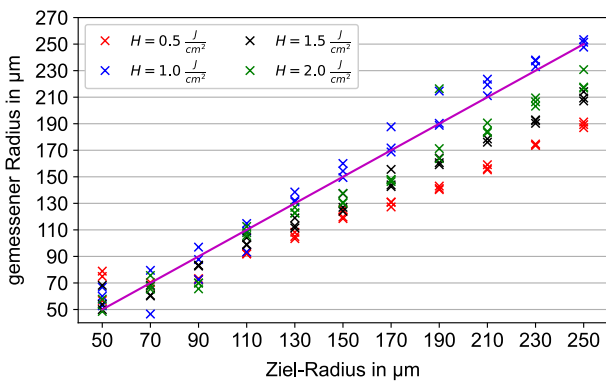


Abbildung 6: Vergleich der gemessenen Radien der Linsenstrukturen mit den jeweiligen Ziel-Radien für verschiedene Laserpulsfluenzen. Die lila Linie zeigt den idealen Krümmungsradius.

Jeder Parametersatz wurde dreimal strukturiert, was theoretisch zu drei identischen Linsen führen sollte. Dies ist notwendig, um später eine Aussage über die Prozessstabilität treffen zu können. In den Abbildungen in diesem Kapitel stellt jeder Punkt jeweils das Ergebnis für eine Mikrolinse dar. Abbildung 6 zeigt, dass die gemessenen Radien der Strukturen mit  $H = 1,0 \text{ J/cm}^2$  am wenigsten von dem Ziel-Radius abweicht, wobei eine Struktur aus jedem Parametersatz fast genau den Ziel-Radius aufweist. Für die anderen Laserpulsfluenzen ist der Radius deutlich kleiner. Das Verhältnis zwischen gemessenem und angestrebtem Radius bleibt für alle Parameterkombinationen annähernd konstant:  $H = 0,5 \text{ J/cm}^2$ : 0,75;  $H = 1,5 \text{ J/cm}^2$ : 0,84;  $H = 2,0 \text{ J/cm}^2$ : 0,88. Diese konstanten Abweichungen deuten auf einen Fehler bei der Messung der Laserpulsfluenz hin, der durch Anwendung eines Korrekturfaktors für jede Laserpulsfluenz minimiert werden könnte. Dieser Faktor kann iterativ angepasst werden, indem eine Reihe von Linsen mit unterschiedlichen Ziel-Radien strukturiert und die Radiusabweichung berechnet wird.

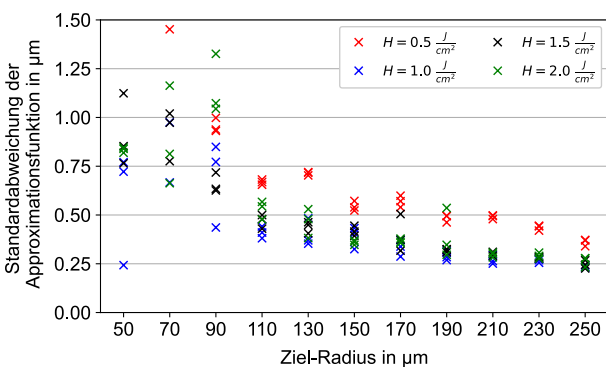


Abbildung 7: Standardabweichung der Approximationsfunktion für jede ausgewertete Linse.

Die Berechnung der Standardabweichung für jede approximierete Kugel, wie in Abbildung 7 dargestellt, kann als Indikator für die Formgenauigkeit jeder Linse verwendet werden. Es ist festzustellen, dass größere Ziel-Radien zu geringeren Standardabweichungen führen. Die mit  $H = 1,0 \text{ J/cm}^2$  strukturierten Linsen weisen im Allgemeinen die geringsten Standardabweichungen auf,

was bedeutet, dass sie der Form einer idealen Kugel am besten entsprechen. Dann folgen die Linsen mit  $H = 1,5 \text{ J/cm}^2$  und  $H = 2,0 \text{ J/cm}^2$  mit etwas höheren Standardabweichungswerten. Die Linsen mit  $H = 0,5 \text{ J/cm}^2$  weisen im Allgemeinen die höchsten Standardabweichungen auf. Da diese Linsen zusätzlich noch am weitesten vom Ziel-Radius entfernt sind, eignet sich die Laserpulsfluenz  $H = 0,5 \text{ J/cm}^2$  nicht für die Strukturierung einsetzbarer Mikrolinsen. Kleine Werte des Ziel-Radius führen zu hohen Standardabweichungen, da diese Linsen dazu neigen, abzusplittern, wodurch sie als Optiken unbrauchbar sind. Abbildung 8 zeigt ein Beispiel für eine solche Mikrolinse.

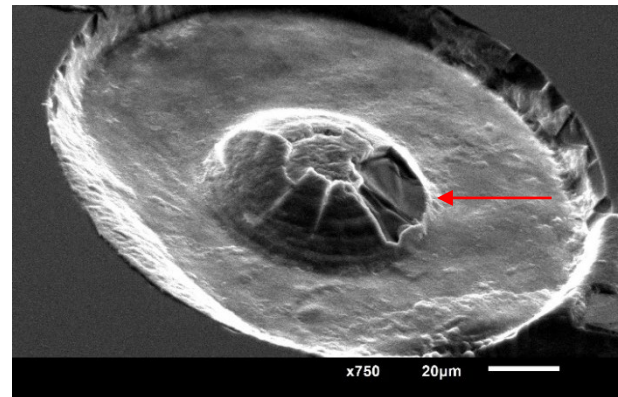


Abbildung 8: Rasterelektronenaufnahme einer Mikrolinse mit  $H = 1,0 \text{ J/cm}^2$  und dem Zielkrümmungsradius  $50 \mu\text{m}$ . Der rote Pfeil zeigt auf die deutlich sichtbaren Abplatzungen.

Das Abplatzen ist auch der Grund für die gemessenen Radiusabweichungen für die kleinsten Ziel-Radien von  $50 \mu\text{m}$  und  $70 \mu\text{m}$ , wie in Abbildung 9 dargestellt. Das Abplatzen tritt jedoch bei keiner Mikrolinse mit einem Ziel-Radius von  $90 \mu\text{m}$  und größer auf. Mit dieser Strukturierungsmethode können demnach Mikrolinsen mit einem Krümmungsradius  $\geq 90 \mu\text{m}$  hergestellt werden.

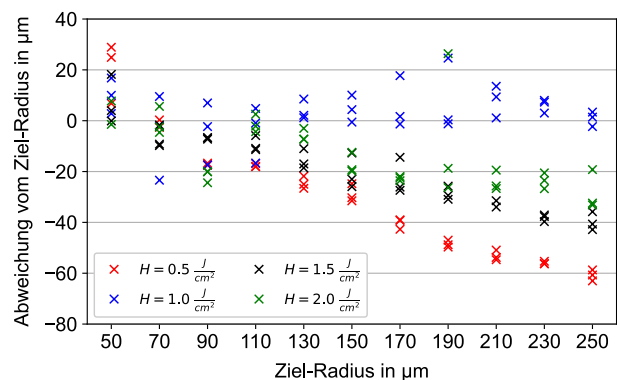


Abbildung 9: Abweichung des jeweils gemessenen Radius vom Zielradius für verschiedene Laserpulsfluenzen.

Abbildung 9 zeigt erneut, dass die Laserpulsfluenz von  $H = 1,0 \text{ J/cm}^2$  am besten für die Herstellung von Mikrolinsen geeignet ist, die einen bestimmten Ziel-Radius aufweisen sollen. Zur weiteren Analyse dieser Linsen im Hinblick auf die Wiederholgenauigkeit des Strukturierungsprozesses kann die Abweichung vom mittleren gemessenen Radius für jeden Ziel-Radius berechnet werden. Das Ergebnis ist in Abbildung 10 dargestellt. Die

Linsen mit einer Ziel-Radius von 70  $\mu\text{m}$  und 190  $\mu\text{m}$  weisen mit 18  $\mu\text{m}$  bzw. 16  $\mu\text{m}$  die größte Abweichung auf. Die geringste Abweichung tritt bei den Linsen mit den größten Ziel-Radius von 230  $\mu\text{m}$  und 250  $\mu\text{m}$  mit jeweils maximal 3  $\mu\text{m}$  auf. Dies entspricht einer Abweichung vom mittleren gemessenen Radius von etwa 1%, was auf eine gute Wiederholbarkeit der Strukturierungsergebnisse für die entsprechenden Prozessparameter hindeutet.

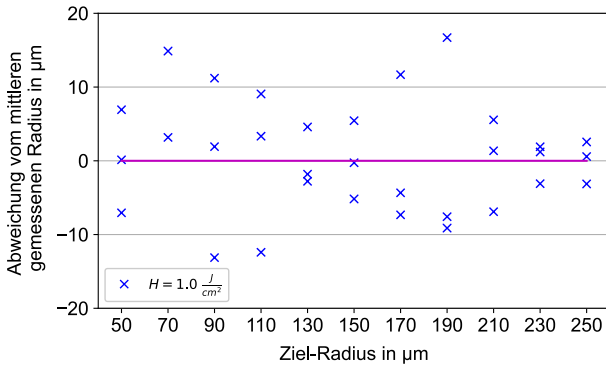


Abbildung 10: Abweichung vom mittleren gemessenen Radius für jeden Ziel-Radius bei einer Laserpulsfluenz von  $H = 1,0 \text{ J/cm}^2$ . Die lila Linie zeigt die ideale Abweichung von 0  $\mu\text{m}$ .

Die Laserpulsfluenz von  $H = 1,0 \text{ J/cm}^2$  führt auch zu den insgesamt kleinsten mittleren quadratischen Rauheitswerten mit  $S_q \approx 80 \text{ nm}$ , wie in Abbildung 11 dargestellt. Dieser Wert wurde durch eine Faltung der Höhendaten mit einem Gaußfilter erhalten. Dabei wurde die Filterstandardabweichung so gewählt, dass sie einer definierten Grenzwellenlänge von  $\lambda_c = 8 \mu\text{m}$  entspricht. Für alle Linsen nimmt  $S_q$  mit zunehmendem Ziel-Radius ab. Ursache hierfür ist, dass für die Herstellung von Mikrooptiken mit einem größeren Radius weniger Laserpulse pro Maskenposition benötigt werden. Die Oberflächenrauheit für alle Ziel-Radius größer als 170  $\mu\text{m}$  liegt generell unter 130 nm, was in Bezug auf die Design-Wellenlänge für die optische Datenübertragung von 1.310 nm gleich  $\lambda/10$  ist.

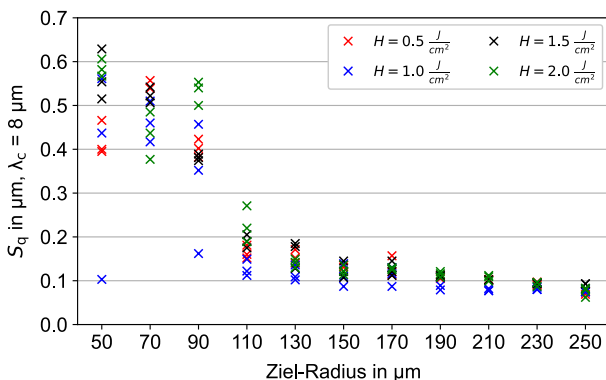


Abbildung 11: Berechnete Oberflächenrauheit  $S_q$  für jede strukturierte Linse.

Die Linsen mit der besten Formgenauigkeit wurden mit einer Laserpulsfluenz von  $H = 1,0 \text{ J/cm}^2$  strukturiert. Zur weiteren Analyse der Oberflächenrauheit können verschiedene Grenzwellenlängen  $\lambda_c$  für die Berechnung

verwendet werden, wie in Abbildung 12 mit  $\lambda_c = (2,5; 8,0; 25) \mu\text{m}$  gezeigt. Je kleiner die Grenzwellenlänge ist, desto geringer ist die Rauheit. Für den Ziel-Radius von 250  $\mu\text{m}$  betragen die drei Rauheitswerte für die entsprechenden Grenzwellenlängen von (2,5; 8,0; 25)  $\mu\text{m}$  jeweils (38; 74; 172) nm. 38 nm liegt unter  $\lambda/30$  bezogen auf die Designwellenlänge.

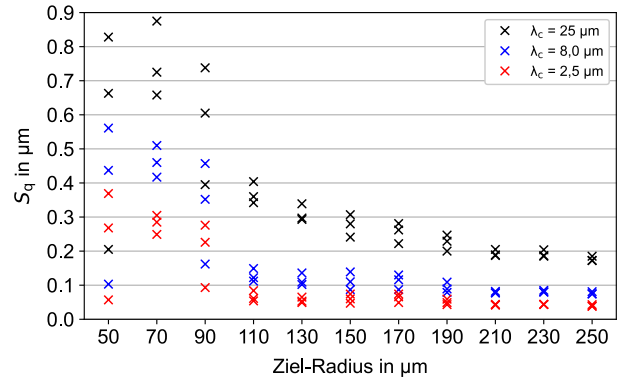


Abbildung 12: Mit verschiedenen Grenzwellenlängen berechnete Oberflächenrauheit  $S_q$  für jede mit  $H = 1,0 \text{ J/cm}^2$  strukturierte Linse.

Eine weitere Möglichkeit, jeder Struktur einen Rauheitswert zuzuordnen, ist bereits in Abbildung 7 durch die Standardabweichung jeder Approximationsfunktion gegeben. Diese Werte können als Oberflächenrauheit interpretiert werden, die übrig bleibt, wenn die ideal angepasste Linsenform als Welligkeit von den gemessenen Höhendaten subtrahiert wird, da die Formel für die Standardabweichung der Formel für die Oberflächenrauheit entspricht. Diese Rauheitswerte beziehen sich jedoch nicht auf eine bestimmte Grenzwellenlänge, sondern sind vielmehr ein Hinweis auf den Wellenfrontfehler, den eine ebene Welle beim Durchgang durch die Mikrolinse erhalten würde.

Letztlich hängt die Berechnung und der zu erreichende Wert der Oberflächenrauheit von der Anwendung ab, für die die Mikrooptik eingesetzt werden soll.

Hinsichtlich einer Prozessoptimierung gibt es zwei mögliche Ansatzpunkte. Erstens wurde bei der Auswertung der erzeugten Mikrooptiken eine Abweichung der Positionierung der einzelnen Masken zueinander festgestellt, wie beispielhaft in Abbildung 13 dargestellt. Dieser Fehler kann auf ein Getriebespiel im Motor zurückzuführen sein, das durch einen Umbau des Motorencoders direkt auf das Maskenrad behoben werden könnte. Der Fehler kann auch durch einen Ausrichtungsfehler bei der Herstellung des Maskenrads oder bei der Befestigung des Maskenrads an der Motorachse verursacht werden. Beides könnte dazu führen, dass die Masken nicht konzentrisch zur Motorachse positioniert sind, was die Fehlausrichtung der Masken erklären würde. Die Lösung dieses Problems würde zu Linsen führen, die besser der idealen Kugelform entsprechen und gleichzeitig auch glatter sind, je nachdem, welche Methode zur Berechnung der Rauheit verwendet wird.

Zweitens verliert der Fluorlaser langsam an Leistung, wenn er nicht mit seiner nominalen Pulsfrequenz von 200 Hz emittiert. Da das Maskenrad an jeder Maskenposition stoppt, bis die erforderliche Anzahl von Laserimpulsen emittiert wurde, liegt die effektive Pulsfrequenz weit unter 200 Hz.

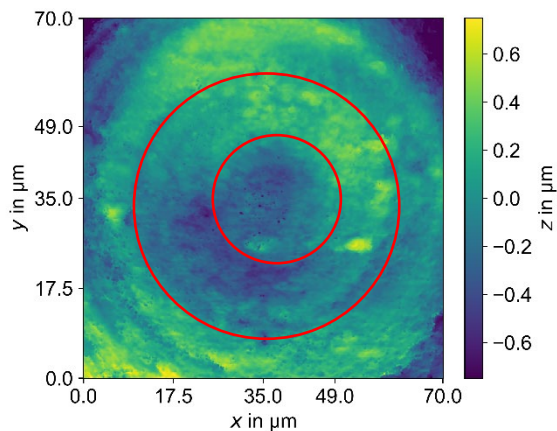


Abbildung 13: Fehler bei der Ausrichtung der einzelnen Masken zueinander. Die roten Kreise zeigen jeweils die innere Kante zweier Ablationsbereiche, die nicht ideal konzentrisch sind.

Sobald ein optimaler Parametersatz für einen geforderten Ziel-Radius gefunden wurde, besteht der nächste Schritt darin, die Gesamtprozesszeit zu reduzieren, indem der verwendete Maskensatz entsprechend auf die

Ziel-Linsengeometrie optimiert wird. Dadurch sollen die effektive Pulsfrequenz erhöht und die lokalen Abweichungen von der idealen Linsenform weiter verringert werden.

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

Die Kombination von sequentieller Maskenprojektion und Mikrostrukturierung mittels Fluorlaser ermöglicht die Herstellung von rotationssymmetrischen Mikrooptiken. Zu diesem Zweck wurde ein Experimentaufbau mit einem rotierenden Maskenrad konzipiert und gebaut. Unter Vorgabe der Laserpulsfluenz und eines Strukturparameters, wie z.B. dem Zielkrümmungsradius einer Linsengeometrie, wird die erforderliche Maskensequenz und die Anzahl der Laserpulse pro Maske berechnet. Die Auswertung der mit diesen Parametern erzeugten Strukturen zeigt, dass die Berechnungsmethode prinzipiell zum Erreichen der Zielgeometrien führt. Die gemessenen Radien der mit einer Laserpulsfluenz von  $H = 1,0 \text{ J/cm}^2$  hergestellten Mikrolinsen weichen nur gering vom jeweiligen Zielradius ab, wobei eine Struktur aus jedem Parametersatz nahezu exakt dem vorgegebenen Zielradius entspricht. Die Oberflächenrauheit  $S_q$  dieser Strukturen nimmt mit größerem Zielkrümmungsradius ab, wobei die kleinsten  $S_q$ -Werte bei etwa 80 nm liegen.

#### Literaturverzeichnis

- [1] Moore, S., Gomez, J., & Lek, D. (2016): Experimental study of polymer microlens fabrication using partial-filling hot embossing technique, in: *Microelectronic Engineering*, 162, 57–62.
- [2] Bückmann, T., Schittny, R., Thiel, M., & Kadic, M. (2014): On three-dimensional dilational elastic metamaterials, in: *New Journal of Physics*, 16(3).
- [3] Kim, J. Y., Brauer, N. B., Fakhfour, V., & Boiko, D. L. (2011): Hybrid polymer microlens arrays with high numerical apertures fabricated using simple ink-jet printing technique, in: *Optical Materials Express*, 1(2), 259.
- [4] Hua, J.-G., Liang, S.-Y., Chen, Q.-D., Juodkazis, S., & Sun, H.-B. (2022): Free-Form Micro-Optics Out of Crystals: Femtosecond Laser 3D Sculpturing, in: *Advanced Functional Materials*, 32(26).
- [5] Zhao, L., Cheng, J., Yin, Z., Yang, H., Liu, Q., Tan, C., et al. (2022): Rapid CO<sub>2</sub> laser processing technique for fabrication of micro-optics and micro-structures on fused silica materials, in: *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 236(1-2), 100–110.
- [6] Sohn, I.-B., Choi, H.-K., Noh, Y.-C., Kim, J., & Ahsan, M. S. (2019): Laser assisted fabrication of micro-lens array and characterization of their beam shaping property, in: *Applied Surface Science*, 479, 375–385.
- [7] Buettner, S., Pfeifer, M., & Weissmantel, S. (2020): Fabrication of Micro Spiral Phase Plates in Fused Silica using F2-Laser Microstructuring, in: *PHOTOPTICS 2020* (pp. 114–121). Setúbal, Portugal: SCITEPRESS - Science and Technology Publications Lda.
- [8] Buettner, S., Pfeifer, M., & Weissmantel, S. (2019): Manufacturing of Cylindrical Micro Lenses and Micro Lens Arrays in Fused Silica and Borosilicate Glass using F2-Laser Microstructuring, in: *PHOTOPTICS 2019* (pp. 66–72). Setúbal, Portugal: SCITEPRESS - Science and Technology Publications Lda.

# Lasermikrobearbeitung – Prozesssicher in der Großserienfertigung

Peter Leipe

SITEC Industrietechnologie GmbH, Chemnitz, Deutschland

*Als berührungsloses Werkzeug hat sich der Laser seit vielen Jahren in der Bearbeitung unterschiedlichster Materialien etabliert. Nicht nur, weil durch Lasertechnologien herkömmliche Fertigungsprozesse effizienter und ressourcenschonender gestaltet werden können, sondern auch, weil die Herstellung neuer Produkte erst möglich wurde. Insbesondere Kurzpuls- und Ultrakurzpuls laser erlauben die Mikrobearbeitung in den Verfahren Mikrobohren, Mikrostrukturieren und Mikroabtragen und die reproduzierbare Herstellung technischer Produkte, u.a. Membranen, Düsen, Matrizen oder medizinischer Instrumente. Werkstoffe und Legierungen, wie Edelmetalle, rostbeständige Chromstähle, Titan, Nitinol, aber auch Kunststoffe und Borosilikatglas lassen sich mit dem Laser bearbeiten. An verschiedenen Beispielen wird gezeigt, wie ultrakleine und ultragenau Geometrien prozesssicher mit Produktionsanlagen made by SITEC in Großserie gefertigt werden.*

## 1. Produkte und Technologien bei SITEC

SITEC ist seit Jahrzehnten ein weltweiter Systemlieferant für automatisierte Produktionsanlagen und Partner in der Serienfertigung von Präzisionsbauteilen. Dem Einsatz innovativer Technologien widmet das Unternehmen seine ganze Aufmerksamkeit und entwickelt serienreife Lösungen zur Lasermaterialbearbeitung. Das Spektrum reicht vom Laserschweißen, Laserfeinschneiden und Laserhärten kleinster lokaler Flächen bis hin zum Mikrobohren, Mikrostrukturieren und Mikroabtragen im 3D-Bereich. Anwendungsorientiert setzt SITEC unterschiedliche Laserstrahlquellen wie CO<sub>2</sub>-, Dioden-, Faser-, Scheiben- und Ultrakurzpuls laser ein. Letztere bieten völlig neue Möglichkeiten zur Ultrapräzisionsbearbeitung im Mikrometerbereich, auch für temperaturempfindliche Materialien.

In der Mikrobearbeitung kann das Unternehmen auf ein langjähriges Technologie-Know-How zurückgreifen und ist maßgeblich für die Qualifizierung des Laserprozesses verantwortlich.

## 2. Anforderungen an die Großserienfertigung

Um einen reibungslosen und effizienten Produktionsprozess in der industriellen Großserienfertigung sicherzustellen, müssen die Produktionsanlagen und -prozesse verschiedenen Anforderungen gerecht werden.

Dazu gehören kurze Taktzeiten, eine konsistente Qualität, effiziente und prozesssichere Fertigungsprozesse, der Einsatz von Automatisierungstechnologien und Robotik, skalierbare Produktionsanlagen für eine maximale Flexibilität hinsichtlich der Ausbringung, energieeffiziente Maschinen und Technologien sowie eine kontinuierliche Prozessoptimierung und zuverlässige Services.

## 3. Laser als flexibles Werkzeug in der automatisierten Fertigung

Aufgrund seiner Eigenschaften und Anwendungsvielfalt hat sich der Laser als flexibles Werkzeug zunehmend in der automatisierten Fertigung etabliert.

Insbesondere die Skalierbarkeit des Energieeintrags, die hohe und dosierbare Energiedichte, kurze Rüst- und Taktzeiten, dem Einsatz einer Laserquelle für unterschiedliche Prozesse und der ununterbrochene 24/7-Einsatz bieten höchste Effizienz. Darüber hinaus ermöglichen die hohe Präzision und Reinheit des Laserverfahrens die Entwicklung völlig neuer Produkte und ist in vielen Branchen zu Hause. All diese Eigenschaften machen den Laser in der automatisierten Fertigung zu einem vielseitigen Werkzeug und tragen zu einer effizienten und präzisen Produktion bei.

## 4. Bearbeitung von Glas zur Erzeugung funktionaler Geometrien

Zur Vermeidung von Spannungen oder Schädigungen durch Mikrorisse während der Glasbearbeitung ist der Laser gegenüber mechanischen Bearbeitungsverfahren äußerst effizient und brilliert mit einer hoher Oberflächengüte.

Glassubstrate werden u.a. als Trägerwerkstoffe in der Telekommunikationstechnik eingesetzt. In diesem Zusammenhang hat SITEC den Prozess zum Einbringen mehrerer hundert Langlöcher (0,5 mm breit) in ein 2,3 mm dickes Glassubstrat mittel Lasers entwickelt. Zur schnellen und effizienten Bearbeitung wurde ein grüner Nanosekundenlaser und Scanner exelliSCAN14 eingesetzt. Nach der Prozessvalidierung wurde die Produktion der Glassubstrate innerhalb der Fertigung auf Produktionsanlagen made by SITEC in Serie realisiert.



Abbildung 1: Laserschneiden von Langlöchern in Glas

Bei der Gestaltung der Geometrien zur Bearbeitung von Glas sind nahezu keine Grenzen gesetzt. So lassen sich beispielsweise auch pyramidenartige 3D-Geometrien präzise und mit hoher Oberflächengüte in Glassubstrate mittels Laser herstellen.

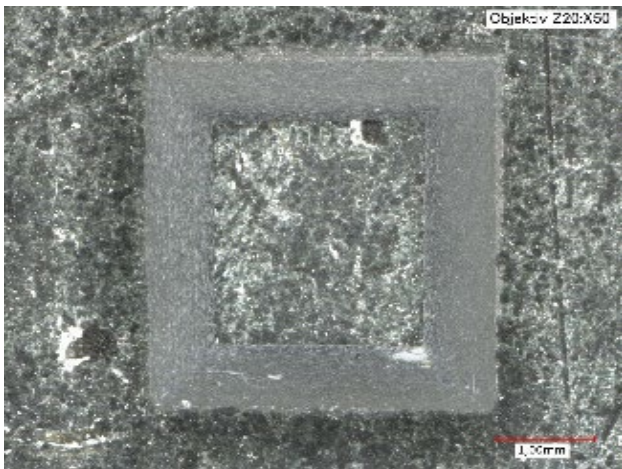


Abbildung 2: 3D-Geometrie in Glassubstrat

Insbesondere für die Medizin- und Labortechnik ist die effiziente Bearbeitung von Glassubstraten in Serie relevant. Durch schichtweises Laserabtragen wird eine dreidimensionale Strukturierung von Kanälen und Kavitäten möglich, um beispielsweise Flüssigkeiten zur Analyse zu führen.

## 5. Herstellung von 3D-Geometrien durch Laserabtragen

Wird die mikrometeregenaue Erzeugung von funktionsbestimmenden Geometrien gewünscht, bietet SITEC die Technologie zum Laserabtragen unterschiedlicher Materialien. Mithilfe des Verfahrens wird Material zur Funktionalisierung von Oberflächen oder zur 3D-Strukturierung bzw. Herstellung von 3D-Geometrien abgetragen.

Anwendung findet diese Technologie unter anderem zur Herstellung von Industrier Werkzeugen aus Hartmetall oder synthetischen Diamanten, wie spezielle Bohrer, Fräser und deren Spanleitgeometrien. Mit herkömmlichen Verfahren lassen sich diese Werkstoffe nur äußerst schlecht bearbeiten. Insbesondere im Bergbau und der Bauindustrie können Maschinenstillstände durch Werkzeugausfälle negative Auswirkungen auf die Produktivität haben. Äußerst lange Werkzeug-Standzeiten sind deshalb zwingend notwendig.

SITEC hat zur Herstellung optimierter Bohrkopfgeometrien mittels Laserabtragen hocheffiziente Produktionsanlagen geliefert. Dafür kam ein Nanosekundenlaser mit infraroter Wellenlänge zum Einsatz. Darüber hinaus wurde eine wechselweise Vermessung der Oberfläche mittels Kamerasystem während der 3D-Bearbeitung integriert, um den Abtrag durch die unterschiedliche Materialstruktur konstant zu realisieren.

## 6. Oberflächenfunktionalisierung durch Laserstrukturieren

Die Oberflächenfunktionalisierung spielt insbesondere in der Medizintechnik eine wichtige Rolle, um eine verbesserte Biokompatibilität und Haftung von Zellen und Geweben an beispielsweise Implantaten zu ermöglichen oder die Haftung von Zellen beim temporären Einsatz wie bei Knochenschrauben zu vermeiden. Dies kann durch das gezielte Einbringen von Mikro- und Nanostrukturen gefördert werden.

Zahnimplantate verfügen über eine komplexe 3D-Geometrie der Schraubenfläche, welche für ein verbessertes Anwachsverhalten strukturiert werden können. Dafür hat SITEC den Prozess auf einer hochpräzisen 5-Achs-Lasermikrobearbeitungsanlage des Unternehmens entwickelt. Auch hier kommt ein UKP-Laser mit parameterabhängiger Laserleistungsregelung sowie Scannertechnik zum Einsatz.

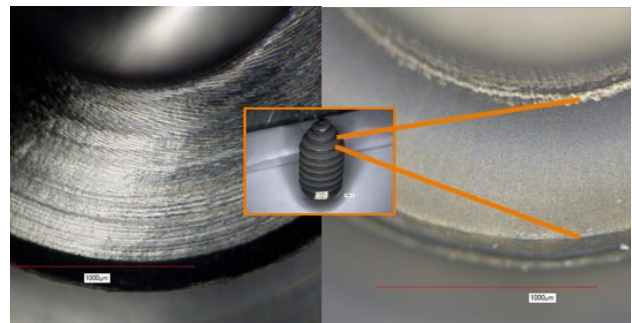


Abbildung 3: Oberflächenstrukturierung von Zahnimplantaten

## 6. Automatisierte Fertigung ultrakleiner Bohrungen in Membranen mittels Laser

### 6.1 Technologieentwicklung + Setup

Feinste und hochpräzise Bohrungen verschiedenster Formen können im Mikrometerbereich mit dem UKP-Laser erzeugt werden. Mikrobohrungen definieren und regulieren beispielsweise den Partikeldurchfluss in medizinischen Filtern. Präzision und Geometrie der Mikrobohrungen spielen unter anderem bei der Vernebelung von Medikamenten durch Inhalationsgeräte oder beim Einsatz medizinischer Membranen zur Regeneration komplexer Knochendefekte eine wesentliche Rolle.

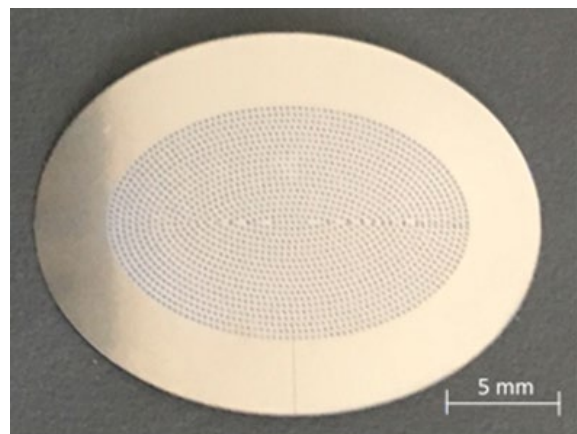


Abbildung 3: Membran mit Mikrobohrungen

Für die Herstellung von medizinischen Membranen wird typischerweise Titan Grade 1 in Materialdicken von 10-50 µm verwendet. Ziel ist es, Löcher ab 10 µm nach einem definierten Design in die Membran einzubringen.

Im Rahmen der Prozessentwicklung zur effizienten Herstellung von Membranen mit 5.000 Löchern und einem Lochdurchmesser von 40 µm mit einer Toleranz von ± 5 µm kam im ersten Schritt ein Femtosekundenlaser (Spirit 1030-100 SHG, exelliSCAN14 von Scanlab) zum Einsatz, sodass die Löcher durch Perkussionsbohren erzeugt wurden. Mehrere schnelle Laserimpulse erzeugen dabei tiefe und präzise Löcher mit geringerer Pulsenergie.

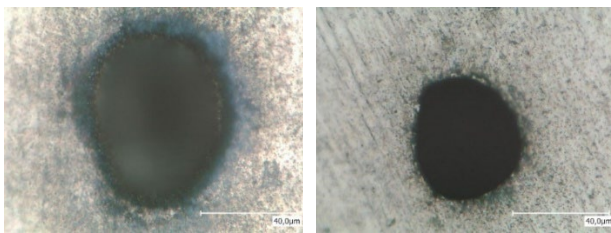


Abbildung 2: Schritt 1 - Strahleintritt links, Strahlaustritt rechts durch Perkussionsbohren mit Femtosekundenlaser

Im Ergebnis dieses Setups bildete sich jedoch die Strahlgeometrie im Lochdurchmesser ab und die Taktzeit von 5 min war zu lang, was den Anforderungen hinsichtlich der Lochqualität und Effizienz im Herstellprozess nicht genügte.

Im zweiten Schritt wurde deshalb das technische Setup komplett angepasst. Als Laser wurde ein TruPulse 5050 von Trumpf und der Scanner PregSys von Scanlab eingesetzt. Mittels Trepanierbohren wurden zwar hervorragend runde Löcher erzeugt, doch die Taktzeit war mit 5 min für den Zielpreis pro Membran weiterhin ineffizient.

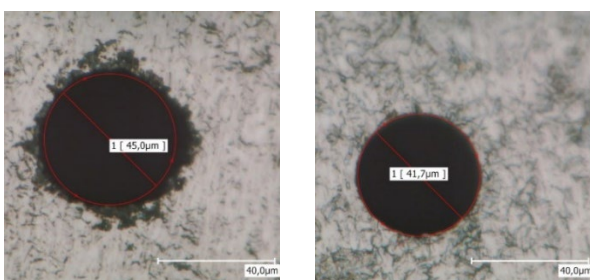


Abbildung 3: Schritt 2 - Strahleintritt links, Strahlaustritt rechts durch Trepanierbohren

Im dritten Schritt wurde der Lasers nochmals modifiziert. Zum Einsatz kam ein Nanosekundenlaser 5 ns grün 532 nm von Edgewave und wieder der Scanner exelliSCAN 14 von Scanlab. Die Ergebnisse bildeten nun das beste Verhältnis zwischen der Qualität der Bohrung und Taktzeit. Letztere beträgt nun 3 min für 5.000 Bohrungen.

Nach dem Einbringen der Mikrobohrungen wird das finale Design der Membran (Abbildung 1) mit dem gleichen Laser-Setup ebenfalls ausgeschnitten.

Die Prozessentwicklung zur effizienten Fertigung der Membranen war damit abgeschlossen.



Abbildung 4: Schritt 3 - Strahleintritt links, Strahlaustritt rechts durch Perkussionsbohren mittels Nanosekundenlaser

## 6.2 Gesamtprozess zur Serienfertigung der Membranen

Im Rahmen der SITEC Serienfertigung konnte nun das validierte Setup in die Laserbearbeitungsanlage der eigens entwickelten Baureihe LS integriert werden, um im industriellen Maßstab die Membran fertigen zu können.

Für den automatisierten und effizienten Fertigungsprozess unterschiedlicher Membrantypen entwickelte das Unternehmen im internen Vorrichtungsbau die entsprechenden Mehrfachvorrichtungen. Membranen unterschiedlicher Designs werden so hochflexibel mit einer Kapazität von 80.000 Teilen pro Jahr produziert, verpackt und in höchster Qualität geliefert (Abbildung 5).

Prozessablauf:

1. Folie von Rolle zwischen Vorrichtungunterteil und -oberteil klemmen
2. Folie manuell trennen
3. Vorrichtung auf Rollenbahn setzen und in Laseranlage positionieren und spannen
4. NC-Programm starten
5. Lasermikrobohren + Laserschneiden der Membran
6. Membran aus Vorrichtung entnehmen, prüfen und i.O.-Teile verpacken

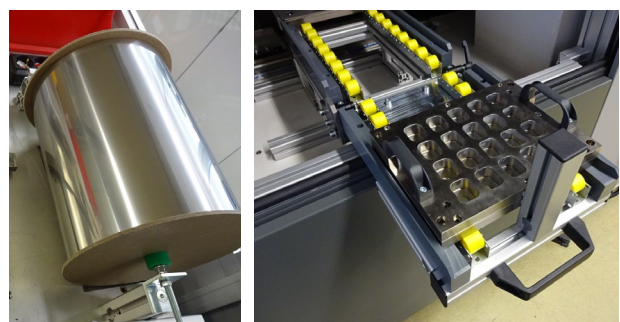


Abbildung 5: Be- und Entladen der Laseranlage mittels Mehrfachvorrichtung zum Laserbohren der Membran

## 7. Zusammenfassung

Der Einsatz des Lasers mit seinen vielfältigen Verfahren zur Mikrobearbeitung ermöglicht heute die effiziente und reproduzierbare Herstellung von Präzisionsteilen in Großserie. Extreme Genauigkeiten, eine flexible

Prozessführung und die sehr hohe Verfügbarkeit gewährleisten eine exzellente Produktivität rund um die Uhr.

SITEC entwickelt und liefert Produktionssysteme zur Lasermikrobearbeitung mit unterschiedlichen Automatisierungsgraden oder integriert die Laserbearbeitung in laufende Fertigungsprozesse. Schlüsselfertige Komplettlösungen auf Basis modularer Anlagenkonzepte einschließlich der Integration von produktspezifischer Montage- und Prüftechnologien mit 100%iger Rückverfolgbarkeit gewährleisten höchste Flexibilität und Sicherheit.

Auch nach Inbetriebnahme garantiert das SITEC-Service-Team und Partner in Europa, Asien und Amerika einen schnellen und kompetenten Service vor Ort. Mit SITEC connACT bietet das Unternehmen für alle Produktionsanlagen ein digitales Datenökosystem mit Echtzeitschnittstelle zur kontinuierlichen Prozessvisualisierung, Expertenanalyse und weiteren Services. Mit der Plattformstrategie setzt das Unternehmen mit der N+P Informationssysteme GmbH neue Maßstäbe für die intelligente Produktion.

Darüber hinaus ist SITEC ein langjährig erfahrener Partner für die Technologie- und Produktentwicklung und fertigt im Kundenauftrag Prototypen sowie Klein- bis Großserien bis zu mehreren Millionen Stück pro Jahr in zertifizierter Qualität nach IATF 16949 für Zukunftsbranchen.

In enger Zusammenarbeit mit Partnern aus Industrie und Forschung entwickeln wir unsere technologischen Kompetenzen in der Lasermaterialbearbeitung kontinuierlich weiter.

### **Kontakt Daten**

SITEC Industrietechnologie GmbH  
Bornaer Straße 192  
09114 Chemnitz

Ansprechpartner:  
Dipl.-Ing. SFI Peter Leipe  
Leiter Lasertechnologiezentrum  
peter.leipe@sitec-technology.de



# Tribologische Untersuchungen mikrostrukturierter B<sub>4</sub>C-Schichten

Falko Jahn<sup>1</sup>, Steffen Weißmantel<sup>1</sup>

<sup>1</sup>) Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

## **Abstract.**

*Im Rahmen der vorgestellten Ergebnisse wird das Potential von dünnen Borkarbid-Schichten (B<sub>4</sub>C) hinsichtlich tribologischer Anwendungen untersucht.*

*Dafür werden stöchiometrische B<sub>4</sub>C-Schichten mit verschiedenen mechanischen Eigenschaften mittels Laserpulsabscheidung auf Stahl mit Schichtdicken von 1 µm abgeschieden. Diese teils superharten Schichten werden anschließend durch Lasermikrostrukturierung mit Mikrostrukturen versehen, deren Einflüsse auf die tribologischen Eigenschaften anschließend mittels ball-on-disc-Verfahren im Tribometerversuch bestimmt werden. Die Charakterisierung sowohl der unstrukturierten als auch der strukturierten Bereiche erfolgt neben Rasterelektronenmikroskopie und Atomkraftmikroskopie insbesondere durch Ultrananointendation zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften.*

*In the context of the presented results, thin boron carbide coatings (B<sub>4</sub>C) are investigated concerning their potential for tribological applications.*

*Stoichiometric B<sub>4</sub>C thin films with varying mechanical properties are deposited onto steel using pulsed laser deposition (PLD). Film thicknesses are in the range of > 1 µm. Subsequently, these partially super hard coatings are modified with certain structures using laser micro structuring. The influence of these microstructures on the tribological behavior of the films is investigated using ball-on-disc measurements. Both the modified and the nonmodified regions of the thin films are characterized by scanning electron microscopy, atomic force microscopy and instrumented ultrananointendation in order to estimate the mechanical properties.*

## **1 Einleitung und Stand der Technik**

Borkarbid (B<sub>4</sub>C) ist das dritthärteste bisher bekannte Material mit Härten im Bereich von 29 bis 41 GPa [1] und im Extremfall sogar von bis zu 49 GPa [2]. Es zeichnet sich durch hohe thermische und chemische Widerstandsfähigkeit aus. Diese und andere Eigenschaften wie z.B. eine geringe Dichte von 2,52 g/cm<sup>3</sup> [1] prädestinieren dieses Material für tribologische Anwendungen. Insbesondere bei thermisch oder chemisch anspruchsvollen Umgebungsbedingungen könnten B<sub>4</sub>C-Schichten Reibung und Verschleißverhalten verbessern.

Industriell wird B<sub>4</sub>C hauptsächlich über karbothermische oder magnesiothermische Reduktion [1] als feste Brocken erzeugt, die anschließend gemahlen und als Pulver weiterverarbeitet werden (z.B. über Heißpressen). Auch die Abscheidung als Schicht wird mit verschiedenen Technologien erforscht und angewendet. Im Wesentlichen sind dies zum einen die verschiedenen Variationen der chemischen Gasphasenabscheidung (Chemical Vapor Deposition, CVD), u.a. Laser CVD [3], Plasma Enhanced CVD [4,5] oder Hot Filament CVD [1,6]. Zum anderen werden besonders in den letzten Jahren verschiedene Zerstäubungs-Technologien (Sputtern) erforscht, z.B. Pulsed Magnetron Sputtering [7,8], DC Magnetron Sputtering [9–11] und RF Sputtern [12–14].

Laserpulsabscheidung (Pulsed Laser Deposition, PLD) wird bereits seit über 32 Jahren als Technologie für die Erzeugung von B<sub>4</sub>C-Schichten untersucht [15]. Seitdem ist dieses Thema konstant Gegenstand zahlreicher

Publikationen [1,16–23]. Besonderheiten dieses Verfahrens sind beispielsweise die Beibehaltung der Stöchiometrie des Targets bei der Abscheidung und die besonders hohen kinetischen Energien der schichtbildenden Teilchen, welche zu herausragenden Schichteigenschaften führen.

Seit noch längerer Zeit ist B<sub>4</sub>C Gegenstand der Forschung im Hinblick auf tribologische Anwendungen. Bereits vor über 50 Jahren untersuchten Samsonov et.al. heißgepresste B<sub>4</sub>C-Proben auf ihren Reibwert bei Temperaturen > 1000 °C [24], was 1985 durch Tkachenko et.al. mit Untersuchungen zum Hochtemperaturverschleiß solcher Proben ergänzt wurde [25]. Schon damals wurde bei höheren Temperaturen an Atmosphäre die Bildung einer B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Grenzschicht und damit verbunden eine B(OH)<sub>3</sub>-Schicht berichtet.

Diese oxidierte Grenzschicht geht einher mit einer darunterliegenden Schicht graphitisierten Kohlenstoffs und der Bildung einer Schmierschicht aus Borsäure, was zu einer deutlichen Minderung des Reibwertes führt. Diese tribochemischen Reaktionen waren in der Folge Inhalt weiterer Untersuchungen [26–28]. Stark abhängig von Gegenkörper, Temperatur, Luftfeuchtigkeit, Reibgeschwindigkeit oder Last wurden Reibwerte zwischen 0.03 und 0.9 ermittelt [28–30].

Alle genannten Untersuchungen fanden entweder an heißgepresstem B<sub>4</sub>C statt [24–26,29] oder an B<sub>4</sub>C-Schichten, die mit verschiedenen Magnetron-Sputter-Prozessen erzeugt wurden [27,28,30]. Dementsprechend erreichen die berichteten Proben auch nur relativ geringe

Härtewerte bis zu 31 GPa. Untersuchungen an mittels PLD hergestellten  $B_4C$ -Schichten, die auch über höhere Schichthärten verfügen (bis 48 GPa), konnten nur sehr wenige gefunden werden. An dieser Stelle setzen die vorliegenden Untersuchungen an und erweitern so den aktuellen Stand des Wissens.

## 2 Material und Methoden

### 2.1 Beschichtungstechnik

Die Beschichtung der Proben erfolgt in der in Abbildung 1 schematisch dargestellten PLD-Anlage der Firma Creavac GmbH. Wie für PVD-Verfahren üblich, findet der Verdampfungsprozess im Hochvakuum ( $10^{-6}$  bis  $10^{-7}$  mbar) in einem Rezipienten statt. Die hochenergetischen Laserpulse eines KrF-Excimerlasers Coherent Leap 150K x2 (instabiler Resonator,  $\lambda = 248$  nm,  $\tau = 30$  ns,  $Q_{Puls} = 0,7$  J) werden auf das Opfermaterial (sog. Target) fokussiert und führen zur schlagartigen Verdampfung desselben. Für einen homogenen Abtrag des Targets wird dieses in gleichmäßigen Spiralen unter dem Strahl bewegt. Die Ablationsfluenz beträgt bei allen Proben  $8 \text{ J/cm}^2$  bei einer Pulsfrequenz von  $f_{Puls} = 150$  Hz.

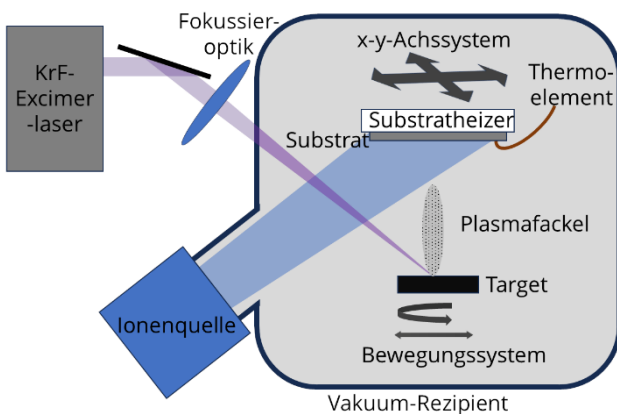


Abbildung 1: Schematischer Aufbau der PLD-Beschichtungsanlage

Die atomaren und teils ionisierten schichtbildenden Teilchen kondensieren auf dem gegenüberliegenden, 150 mm entfernten Substrat und bilden dort eine dichte Schicht. Zur Verbesserung der Schichtdickenhomogenität kann das Substrat über ein x-y-Achssystem relativ zum Target bewegt werden. Die Temperatur der Substratoberfläche kann mittels Heizelements und -controller eingestellt und mittels eines Thermoelements vom K-Typ bestimmt werden.

Die Schichten werden auf polierten Stahlsubstraten abgeschieden mit Targets der Firmen Plansee (für  $B_4C$ , heißgepresst) und Avalux (für WC). Zur Vorbehandlung werden die Substrate in einer Reinigungsstrecke entfettet und die Oberfläche wird unmittelbar vor der Beschichtung durch Beschuss mit Ar-Ionen (bis zu 3 min, 600 eV, 20 mA) gereinigt und aktiviert.

### 2.2 Strukturierungstechnik

Die Einbringung von Mikrostrukturen in die erzeugten  $B_4C$ -Schichten erfolgt mit einem KrF-Excimerlaser LPX Pro 305F der Firma Coherent ( $\lambda = 248$  nm,  $\tau = 25$  ns,  $Q_{Puls} = 1,1$  J). Der schematische Aufbau der eingesetzten Mikrostrukturierungsanlage ist in Abbildung 2 dargestellt.

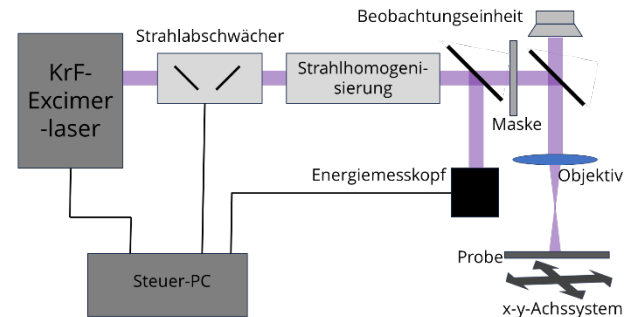


Abbildung 2: Schematischer Aufbau der Excimerlaser-Mikrostrukturierung mittels Maskenprojektion

Der Rohstrahl des Lasers wird über einen komplexen optischen Aufbau zu einem homogen verteilten Flat-Top-Profil mit den Abmessungen  $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$  geformt. Über ein spezielles Objektiv wird eine Maske aus Tantal-Folie auf die zu strukturierende Probe im Abbildungsmaßstab 15:1 verkleinert abgebildet. Dies ermöglicht es, mit einem Puls die durch die Maske vorgegebenen Strukturen innerhalb eines Bildfeldes von maximal  $1,3 \text{ mm} \times 1,3 \text{ mm}$  zu erzeugen. Die Probe wird über ein x-y-Achssystem relativ zum Strahl bewegt, so dass auch größere Flächen bearbeitet werden können. Eine CCD-Kamera, die in den Strahlengang eingekoppelt wird, ermöglicht die Beobachtung des Mikrostrukturierungsprozesses.

Über einen Energiemesskopf und eine Strahlabschwächer-Einheit kann die exakt gewünschte Fluenz eingestellt werden. Für die präsentierten Strukturierungen werden jeweils 20 Pulse bei einer Fluenz von  $0,75 \text{ J/cm}^2$  appliziert.

### 2.3 Messtechnik

Die Borkarbidsschichten werden nach der Beschichtung, sowie nach der Mikrostrukturierung und nach Durchführung der tribologischen Tests charakterisiert.

Die Oberfläche wird mittels Rasterelektronenmikroskop (REM) JSM6510LV von Jeol betrachtet ( $10 \text{ kV}$  Beschleunigungsspannung und  $30^\circ$  Schrägstellung) und die Topografie der erzeugten Strukturen wird mittels Atomkraftmikroskop (AFM) Nanosurf NaniteAFM untersucht.

Die mechanischen Eigenschaften der Schichten werden mittels Ultrananointendation nach der Methode von Oliver und Pharr [31] mit einem UNHT<sup>3</sup>-Messkopf der Firma Anton Paar bestimmt. Nach der Strukturierung werden die Messpunkte gezielt in die strukturierten Bereiche gesetzt, um Eigenschaftsänderungen durch die Lasereinwirkung zu messen.

Die tribologischen Messungen werden mit einem Revestest von CSM Instruments durchgeführt. Die als Gegenkörper fungierende Kugel aus Kaltarbeitsstahl (1.3505, Durchmesser 3 mm) wird mit einer konstanten Last von 1 N für jede Messung insgesamt 1000 Durchgänge über eine Strecke von je 10 mm bidirektional mit einer Geschwindigkeit von 200 mm/s über die jeweilige Oberfläche bewegt. Dies erfolgt trocken unter Laborklima (Raumluftfeuchtigkeit im Bereich 40 % - 50 %).

Die abgetragenen Volumina werden optisch mittels konfokalen Laserscanning-Mikroskops (LEXT von Olympus) bestimmt.

### 3 Ergebnisse und Diskussion

#### 3.1 Beschichtung

Wie frühere Untersuchungen bereits gezeigt haben [32], hat die Oberflächentemperatur des Substrates bei der Abscheidung von  $B_4C$ -Schichten einen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Schicht. Da insbesondere eine höhere Schichthärte auch die tribologischen Eigenschaften der Schichten beeinflussen kann (z.B. Verschleißverhalten), werden drei Stahlproben mit  $B_4C$  bei den Substrattemperaturen 49 °C, 200 °C und 400 °C beschichtet. Die Substrattemperatur von 49 °C erfolgt dabei ohne externe Heizung. Die erhöhte Temperatur ist nur auf die kinetische Energie der schichtbildenden Teilchen zurückzuführen.

Aufgrund der mangelhaften Schichthaftung des Borkarbid auf der blanken Stahloberfläche werden zunächst mittels PLD 100-200 nm WC als Haftvermittlerschicht bei Raumtemperatur abgeschieden.

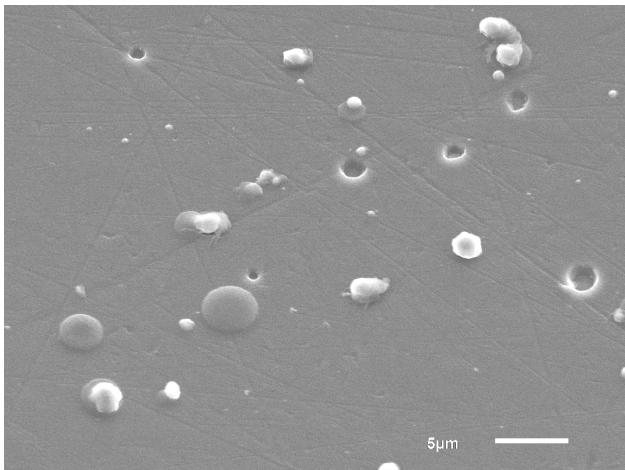


Abbildung 3: REM-Aufnahme einer erzeugten  $B_4C$ -Schicht mit zahlreichen Droplets und Pinholes (Sekundärelektronen, 3000fache Vergrößerung)

Abbildung 3 zeigt exemplarisch die Schichtoberfläche der  $B_4C$ -Schicht, die mit einer Substrattemperatur von 200 °C abgeschieden wurde. Deutlich zu sehen sind die Partikel (sog. Droplets), die sich in der Schicht eingelagert haben. Dieser störende Effekt ist für die Laserpulsabscheidung der meisten Materialien charakteristisch und resultiert aus geringen schmelzflüssigen Anteilen bei der Ablation. Diese Droplets können sich lösen und

hinterlassen Löcher in der Schicht, die bis zum Substrat reichen können (sog. Pinholes).

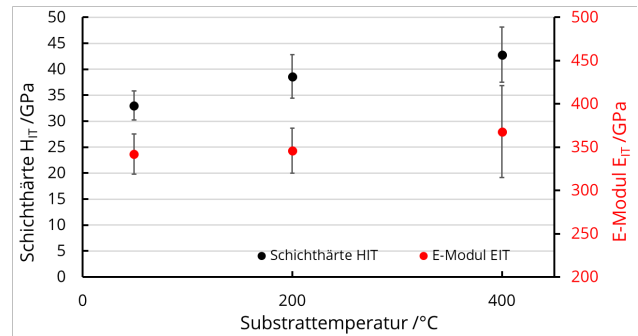


Abbildung 4: gemessene mechanische Schichteigenschaften bei steigender Substrattemperatur während der Abscheidung

Je nach Oberflächentemperatur des Substrates bei der Beschichtung weisen die erzeugten Borkarbidsschichten verschiedene mechanische Eigenschaften auf. Die Ergebnisse der Ultrananointendation sind in Abbildung 4 dargestellt und bestätigen die bereits zuvor beobachtete Korrelation [32]. Mit zunehmender Substrattemperatur steigt die Schichthärte von 33 GPa bei Raumtemperatur auf 43 GPa bei 400 °C. Das E-Modul dagegen steigt nur gering von 340 GPa auf 370 GPa. Die Ursache für diesen Zusammenhang ist bislang nicht abschließend geklärt und daher Gegenstand aktueller Untersuchungen.

#### 3.2 Mikrostrukturierung

Die Lasermikrostrukturierung der  $B_4C$ -Schichten erzeugt ein regelmäßiges Raster (Periodenabstand  $\Lambda = 60 \mu m$ ) von kreisförmigen Strukturen (Durchmesser  $\varnothing 25 \mu m$ ), das in Abbildung 5 zu sehen ist.

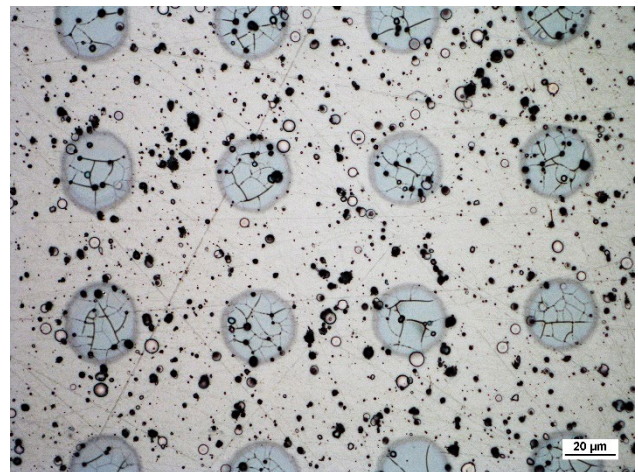


Abbildung 5: in  $B_4C$ -Schicht erzeugtes Raster kreisförmiger Mikrostrukturen ( $\varnothing 25 \mu m$ ,  $\Lambda = 60 \mu m$ )

Bei genauerer Betrachtung der Mikrostrukturen ist zu erkennen, dass kaum Material abgetragen wurde. Es handelt sich somit nicht um eine Änderung der Oberflächentopografie, sondern um eine selektive Modifizierung. In der vergrößerten REM-Aufnahme einer solchen Struktur (siehe Abbildung 6) wird deutlich, dass der Bereich vermutlich aufgeschmolzen und dann wieder erkaltet ist. Auch einzelne Spannungsrisse, die vom zu

schnellen Abkühlen verursacht worden sein könnten, sind zu sehen.

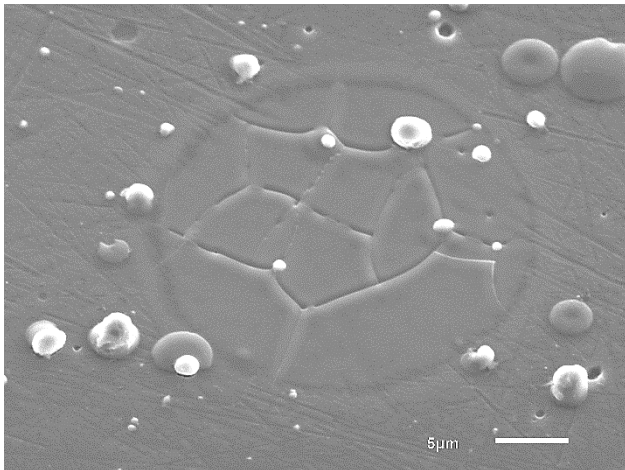


Abbildung 6: REM-Aufnahme der in die  $B_4C$ -Schichten eingebrachten Strukturen (Sekundärelektronen, 3000fache Vergrößerung)

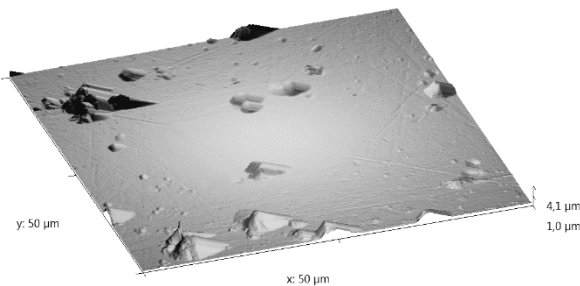


Abbildung 7: mittels Mikrostrukturierung eingebrachte Umschmelzungen in  $B_4C$ -Schichten, aufgenommen via AFM

AFM-Messungen der Strukturen bestätigen, dass ein möglicher Abtrag der Schicht zumindest nicht messbar ist (siehe Abbildung 7). Allenfalls kann der bestrahlte Bereich dadurch erkannt werden, dass in ihm die ursprünglichen Rauheiten der Schicht geglättet sind. Dies eröffnet die Frage, ob die mechanischen Eigenschaften des Borkarbid in den strukturierten Bereichen gleichgeblieben sind, oder ob sie durch den Umschmelzprozess beeinträchtigt wurden.

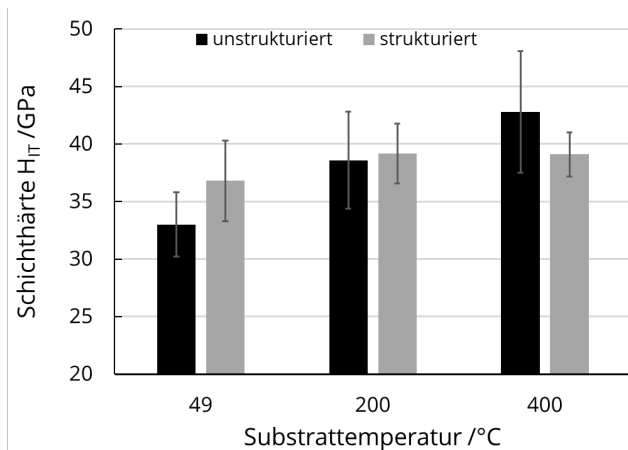


Abbildung 8: Änderung der Schichthärte durch Einwirkung der Laserstrahlung bei verschiedenen Ausgangshärten

Wie die Indentationsergebnisse in Abbildung 8 zeigen, wurde die Härte der Schicht in den bestrahlten Bereichen geändert. Es zeigt sich, dass die Härte der modifizierten Bereiche in allen drei untersuchten Schichten etwa gleich groß war (37 bis 39 GPa). Dies bedeutet für die bei Raumtemperatur abgeschiedene Schicht einen signifikanten Härteanstieg, für die bei 400 °C abgeschiedene Schicht dagegen einen signifikanten Härteabfall. Die Auswirkungen dieser lokalen Eigenschaftsänderungen auf das tribologische Verhalten werden im nachfolgenden Abschnitt untersucht.

### 3.3 Tribologische Untersuchungen

Abbildung 9 zeigt den Verlauf der Reibungskoeffizienten für die verschiedenen unstrukturierten Schichten über den Verlauf der gesamten Reibstrecke. Es zeigt sich, dass die Schichthärte keinen klaren Einfluss auf die ermittelten Reibwerte hat. Für alle untersuchten Schichten liegt der Reibwert im Bereich von 0,5 bis 0,7. Diese vergleichsweise hohen Werte stimmen aber gut mit verschiedenen Literaturwerten überein [30], wobei die komplexen Abhängigkeiten von den verschiedenen Einflussfaktoren die Vergleichbarkeit einschränken.

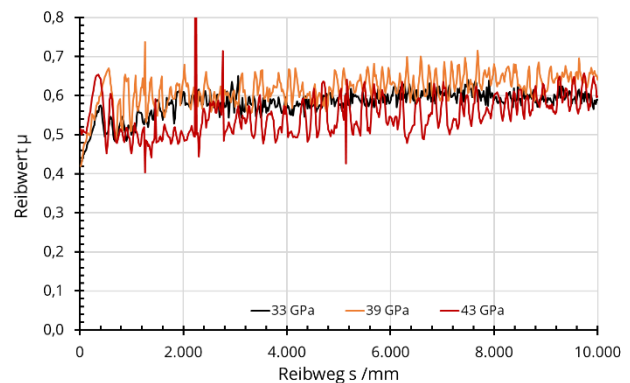


Abbildung 9: Verlauf der Reibungskoeffizienten bei trockener Reibung der unstrukturierten Schichten gegen die Stahlkugel 1.3505 (10 m, bidirektional, Last 1 N)

Zudem scheint die Reibung bei der weicheren Schicht mit 33 GPa Schichthärte deutlich gleichmäßiger zu verlaufen, während die Messwerte auf den härteren Schichten starken Schwankungen unterliegen. Die Ursache für dieses Verhalten konnte im Rahmen der durchgeführten Untersuchungen nicht gefunden werden. Es liegt aber nahe, dass es einen Zusammenhang zwischen dem unsteten Reibungsverhalten und den Verschleißkoeffizienten der jeweiligen Schichten gibt.

Diese Verschleißkoeffizienten sind in Abbildung 10 sowohl für die jeweiligen Gegenkörper als auch für die Schichten dargestellt. Der Verschleiß der Stahlkugel liegt etwa eine Größenordnung über dem Verschleiß der Schichten, was den Erwartungen entspricht. Unerwartet dagegen ist, dass einerseits der Kugverschleiß unabhängig von der Schichthärte der  $B_4C$ -Schicht ist und dass sich andererseits der Schichtverschleiß mit steigender Schichthärte mehr als verdoppelt (von  $2,9 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$  bei 33 GPa auf  $6,6 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$  bei 43 GPa).

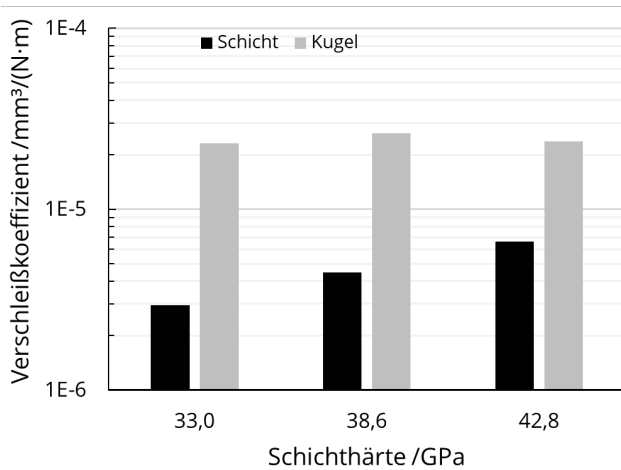


Abbildung 10: Auswirkung der Schichteigenschaften auf das Verschleißverhalten der B<sub>4</sub>C-Schicht bei trockener Reibung gegen Stahl 1.3505

Eine Erklärung für diesen überraschenden Effekt konnte bislang nicht gefunden werden. Etwas Vergleichbares ist in der Literatur bislang noch nicht beschrieben. Es ist durchaus denkbar, dass neben dem abrasiven Verschleiß die komplexen tribochemischen Prozesse, die im ersten Abschnitt erwähnt wurden, eine wichtige Rolle dabei spielen. Einen Hinweis darauf liefern die EDX-Mapping-Daten einer Schleifspur, die in Abbildung 11 dargestellt sind.

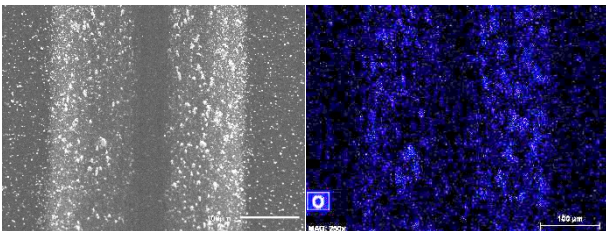


Abbildung 11: REM-Aufnahme (links) der Schleifspur (Sekundärelektronen, 250fache Vergrößerung) und EDX-Messung des Sauerstoffgehalts im gleichen Bereich (rechts)

Wie in der rechten Abbildung zu sehen ist, kann in den beiden Randbereichen der Schleifspur ein deutlich höherer Sauerstoffgehalt im Vergleich zur einfachen Schicht detektiert werden. Insbesondere viele größere und kleinere Schleifpartikel, die im Sekundärelektronenbild links sichtbar sind, weisen einen höheren Anteil auf, als die Umgebung. Dies kann darauf hindeuten, dass auch hier in der Berührungszone der beiden Körper aufgrund tribochemischer Prozesse B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> entstanden ist. Signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen Schichten konnten jedoch nicht festgestellt werden.

Ein möglicher Erklärungsansatz wäre, dass die entstandenen Schleifpartikel in den härteren Schichten stärker als zusätzliches Abrasivkorn wirken. Fraglich ist jedoch, ob in diesem Fall der Abtrag des Stahlgegenkörpers gleichbleiben würde. Es bleibt festzuhalten, dass ohne zusätzliche Untersuchungen kaum eine befriedigende Erklärung für das beobachtete Phänomen gefunden werden kann.

Die Untersuchungen des tribologischen Verhaltens der modifizierten Bereiche zeigte nur geringe Änderungen des Reibungskoeffizienten bei den Schichten mit 33 GPa und 43 GPa. Eine Ausnahme macht in dieser Reihe die mittelharte Schicht mit 39 GPa, bei der die Strukturierung zu einer deutlichen Erhöhung des Reibwertes von 0,6 – 0,7 auf 0,7 – 0,8 führt (siehe Abbildung 12).

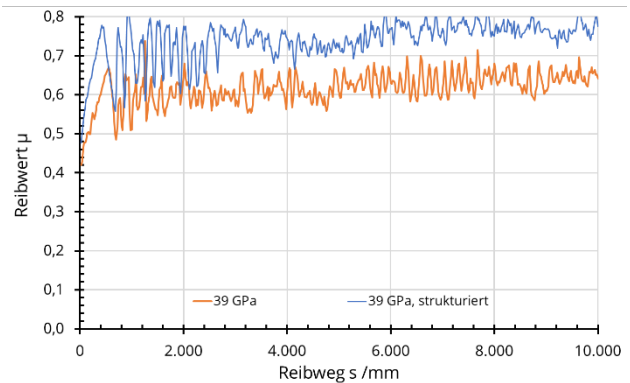


Abbildung 12: Auswirkungen der Mikroumschmelzungen auf den Reibwert der B<sub>4</sub>C-Schicht bei trockener Reibung gegen Stahl 1.3505

Auch dieses Verhalten ist nicht ohne weiterführende Untersuchungen zu erklären, da gerade bei der Schicht mit ursprünglich 39 GPa Schichthärte die umgeschmolzenen Mikrobereiche sich hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften kaum vom Rest der Schicht unterscheiden (ebenfalls 39 GPa Härte). Es kann somit vermutet werden, dass die Änderung der mechanischen Schichteigenschaften durch die Modifizierung nicht den entscheidenden Einfluss auf das tribologische Verhalten hat.

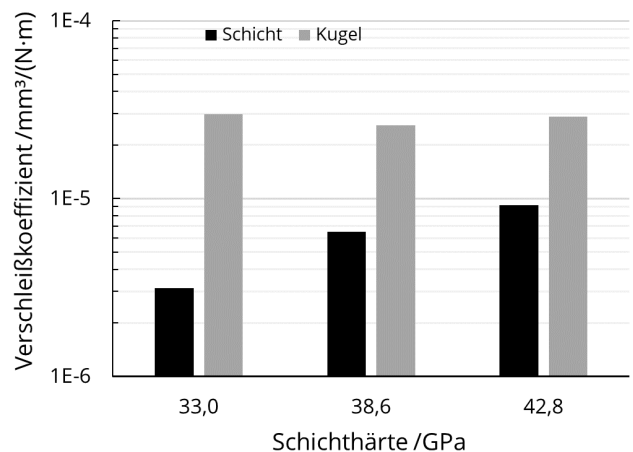


Abbildung 13: Die Mikroumschmelzungen verschlechtern das Verschleißverhalten der B<sub>4</sub>C-Schicht bei trockener Reibung gegen Stahl 1.3505

Es muss auch festgestellt werden, dass die Mikrostrukturierung der B<sub>4</sub>C-Schichten in der vorgestellten tribologischen Beanspruchung nicht zu einer Verbesserung der Verschleißfestigkeit führt, sondern diese im Gegenteil sogar verschlechtert (siehe Abbildung 13). Während der Kugerverschleiß bei allen Konstellationen nur geringfügig größer wird, steigt der Schichtverschleiß teilweise deutlich an. Bei der superharten Schicht mit 43 GPa

führt die Mikromodifizierung beispielsweise zu einem Anstieg des Verschleißkoeffizienten von  $6,6 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N}\cdot\text{m})$  um fast 40 % auf  $9,2 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N}\cdot\text{m})$ . Die prinzipiell schlechtere Verschleißbeständigkeit mit zunehmender Schichthärte ist aber auch bei den modifizierten Proben festzustellen.

#### 4 Zusammenfassung und Ausblick

Die mittels PLD abgeschiedenen  $\text{B}_4\text{C}$ -Schichten variieren in ihrer Schichthärte zwischen 33 GPa und 43 GPa je nach Substrattemperatur während der Abscheidung. Die Bestrahlung dieser Schichten mit UV-Laserpulsen eines KrF-Excimerlasers im Rahmen der Mikrostrukturierung führt zu lokal definierten Umschmelzungen und damit verbunden zu Änderungen der mechanischen Eigenschaften in diesen Bereichen. Die Härte der kreisförmigen Mikrostrukturen liegt bei allen Schichtvarianten bei 37 bis 39 GPa.

Tribologische Untersuchungen sowohl der unstrukturierten  $\text{B}_4\text{C}$ -Schichten als auch der mit Mikrostrukturen modifizierten Bereiche führen zu unerwarteten Ergebnissen. Der Reibungskoeffizient bei der trockenen Reibung gegen einen Stahlgegenkörper zeigt keine signifikante Abhängigkeit von der Härte der Schicht oder von der Anwesenheit mikrostrukturierter Bereiche und liegt im Bereich zwischen 0,5 bis 0,7 mit teils starken Schwankungen. Einzig bei der  $\text{B}_4\text{C}$ -Schicht, die bereits die gleiche Härte wie die umgeschmolzenen Bereiche hat,

verschlechtert sich der Reibwert durch die Strukturen messbar.

Der Verschleiß der  $\text{B}_4\text{C}$ -liegt in der Größenordnung von  $10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N}\cdot\text{m})$  und damit etwa um Faktor 10 niedriger, als für die Stahlkugel. Allerdings zeigen die  $\text{B}_4\text{C}$ -Schichten sowohl unstrukturiert als auch strukturiert überraschenderweise eine Verschlechterung der Verschleißfestigkeit mit steigender Schichthärte. Dieses Phänomen konnte nicht erklärt werden und bedarf weiterer Forschung.

Weiterführende Untersuchungen sind nötig zum besseren Verständnis der zu Grunde liegenden Mechanismen und zur Klärung der aufgetretenen Fragen. Dazu gehören neben der Variation der Strukturen (u.a. Variation der Laserquelle zu UKP-Lasern, Variation des strukturierten Anteils an der Gesamtoberfläche oder der Strukturform) auch die Untersuchung weiterer Parameter der Tribologieversuche (z.B. Reibgeschwindigkeit, Last, Reibweg oder Gegenkörpermaterial).

#### Kontakt Daten

Falko Jahn

Laserinstitut Hochschule Mittweida  
Technikumplatz 17  
09648 Mittweida

E-Mailadresse: jahn@hs-mittweida.de

#### Literaturverzeichnis

- [1] Suri, A.K. (2010): Synthesis and consolidation of boron carbide: a review, in: *International Materials Reviews*, 2010, Nr. 55, 4-40.
- [2] Andrievski, R.A. (2012): Micro- and nanosized boron carbide: synthesis, structure and properties, in: *Russ. Chem. Rev.*, 2012., Nr. 81, 549-559.
- [3] Oliveira, J. (1999): Laser-assisted CVD of boron carbide at atmospheric pressure, in: *Applied Surface Science*, 1999, Nr. 138-139, 159-164.
- [4] Bute, A. (2019): Composition dependent microstructure and optical properties of boron carbide ( $\text{B}_x\text{C}$ ) thin films deposited by radio frequency-plasma enhanced chemical vapour deposition technique, in: *Materials Research Bulletin*, 2019, Nr. 109, 175-182.
- [5] Bute, A. (2020): Boron carbide thin films deposited by RF-PECVD and PLD technique: A comparative study based on structure, optical properties, and residual stress, in: *Materials Chemistry and Physics*, 2021, Nr. 258, 123860.
- [6] Sezer, A.O. (2001): Chemical vapor deposition of boron carbide, in: *Materials Science and Engineering*, 2001, Nr. B 79, 191-202.
- [7] Saito, K. (2014): Deposition of Amorphous Boron Carbide Films with Pulsed Magnetron Sputtering and Evaluation of their Mechanical Properties, in: *AMR*, 2014, Nr. 970, 97-101.
- [8] Wang, C. (2016): Microstructure, hardness and toughness of boron carbide thin films deposited by pulse dc magnetron sputtering, in: *Ceramics International*, 2016, Nr. 42, 6342-6346.
- [9] Lai, C.-C. (2022): Effect of substrate roughness and material selection on the microstructure of sputtering deposited boron carbide thin films, in: *Surface and Coatings Technology*, 2022, Nr. 433, 128160.
- [10] Shin, S.J. (2021): Oblique angle deposition of boron carbide films by magnetron sputtering, in: *Journal of Applied Physics*, 2021, Nr. 130, 125305.
- [11] Bayu Aji, L.B. (2022): Effect of substrate temperature on sputter-deposited boron carbide films, in: *Journal of Applied Physics*, 2022, Nr. 131, 75304.
- [12] Bao, R. (2009): Transitions of Boron Carbide to B-C-N Thin Film, in: *MRS Proc.*, 2009, Nr. 1204.
- [13] Pasqual, E. (1999): Boron carbide thin films deposited by tuned-substrate RF magnetron sputtering, in: *Diamond and Related Materials*, 1999, Nr. 8, 402-405.
- [14] Nehate, S.D. (2021): Influence of Substrate Temperature on Electrical and Optical Properties of Hydrogenated Boron Carbide Thin Films Deposited by RF Sputtering, in: *Coatings*, 2021, Nr. 11, 196.
- [15] Donley, M.S. (1991): Low Temperature Synthesis of Carbide Thin Films by Pulsed Laser Deposition (PLD), in: *MRS Proc.*, 1991, Nr. 235, 107.
- [16] Castillo, H.A. (2011): Substrate temperature influence on boron carbide coatings grown by the PLD technique, in: *Surface and Coatings Technology*, 2011, Nr. 205, 3607-3612.
- [17] Zemsky, D. (2007): Structure and morphology of pulsed laser deposited boron carbide films: Influence of deposition

- geometry, in: *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 2007, Nr. 102, 104309.
- [18] Sun, H. (2004): Chemical Structure and Micro-Mechanical Properties of Ultra-Thin Films of Boron Carbide Prepared by Pulsed-Laser Deposition, in: *Tribology Letters*, 2007, Nr. 17, 99-104.
- [19] Szörényi, T. (2004): The combined effect of laser fluence and target deterioration in determining the chemical composition of pulsed laser deposited boron carbide films, in: *Surface and Coatings Technology*, 2004, Nr. 180-181, 127-131.
- [20] Aoqui, S. (2002): Preparation of boron carbide thin film by pulsed KrF excimer laser deposition process, in: *Thin Solid Films*, 2002, Nr. 407, 126-131.
- [21] Kokai, F. (2002): Effect of laser fluence on the deposition and hardness of boron carbide thin films, in: *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 2002, Nr. 74, 53-536.
- [22] Derkach, O.N. (1997): Pulsed laser deposition of boron carbide: spectroscopic study of laser ablation plasma, in: *Laser Applications in Microelectronic and Optoelectronic Manufacturing II, SPIE*, 1997, 48-58.
- [23] Caricato, A.P. (2019): Wavelength, fluence and substrate-dependent room temperature pulsed laser deposited B-enriched thick films, in: *Applied Surface Science*, 2019, Nr. 483, 1044-1051.
- [24] Samsonov, G.V. (1970): Temperature dependence of the coefficients of friction of boron and silicon carbides in a vacuum, in: *Powder Metall Met Ceram*, 1970, Nr. 9, 587-589.
- [25] Tkachenko, Y.G. (1985): High-temperature friction and some properties of hot-pressed boron carbide, in: *Inst. of Materials Science, Academy of Sciences of the Ukrainian SSR*, 23:12.
- [26] Cao, X. (2019): The Tribological Performances of the Boron Carbide Films Tested under Wet Air and Wet N<sub>2</sub> Conditions, in: *Tribology Letters*, 2019, Nr. 67.
- [27] Cuong, P.D. (2006): Effects of relative humidity on tribological properties of boron carbide coating against steel, in: *Surface and Coatings Technology*, 2006, Nr. 201, 4230-4235.
- [28] Gogotsi, Y. (1992): Tribochemical interactions of boron carbides against steel, in: *Wear*, 1992, Nr. 154, 133-140.
- [29] Zhang, W. (2021): A review of tribological properties for boron carbide ceramics, in: *Progress in Materials Science*, 2021, Nr. 116, 100718.
- [30] Sonber, K. (2015): Tribological properties of boron carbide in sliding against WC ball, in: *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2015, Nr. 51, 110-117.
- [31] Oliver, W.C. (1992): An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, in: *J. Mater. Res.*, 1992, Nr. 7, 1564-1583.
- [32] Jahn, F. (2021): Properties of Boron Carbide Thin Films Deposited by Pulsed Laser Deposition, in: *Surface and Coatings Technology*, 2021, 127480.

# Spektrale Verbreiterung in Multipasszellen bis 2 mJ Impulsenergie

Kilian Fritsch<sup>1</sup>, Kevin Schwarz<sup>2</sup>, Martin Kellert<sup>3</sup>, Christian Franke<sup>1</sup>, Mikhail Pergament<sup>3</sup>,  
Franz Kärtner<sup>3,4</sup> und Oleg Pronin<sup>1,2</sup>

<sup>1)</sup> n2-Photonics GmbH, Hamburg, Deutschland

<sup>2)</sup> Helmut-Schmidt-Universität / Universität der Bundeswehr Hamburg, Hamburg, Deutschland

<sup>3)</sup> Deutsches Elektronen-Synchrotron (DESY), Hamburg, Deutschland

<sup>4)</sup> Physics Department & The Hamburg Centre for Ultrafast Imaging, University of Hamburg, Hamburg, Deutschland

*Wir präsentieren erste Ergebnisse mit einem Prototyp der nächsten Ausbaustufe unseres kommerziellen Spektralverbreiterungs- und -komprimierungssystems basierend auf der Multipasszellentechnologie. Er ist für 2,0 mJ Eingangsenergie bei 0,9 ps Impulsdauer ausgelegt und soll komprimierte Ausgangsimpulse von unter 100 fs liefern. Bei der vollen Eingangsenergie wurde eine spektrale Verbreiterung auf 30 nm Bandbreite bei -10 dB mit einem Fourier-Transformlimit von 0.11 ps erzielt wurde. Die Transmission der Durchschnittsleistung betrug dabei 90,5 %.*

*We present first results with a prototype of the next development stage of our commercial spectral broadening and compression system based on the multi-pass cell technology. It is designed for 2.0 mJ input energy at 0.9 ps pulse duration and is expected to deliver compressed output pulses of below 100 fs. At the full input energy of 2.0 mJ a spectral broadening to 30 nm bandwidth at -10 dB with a Fourier transform limit of 0.11 ps as achieved. The transmission of the average power was 90.5 %.*

## 1. Einleitung

Bekanntermaßen erreichen vielfach verwendete Verstärkermaterialien für Ultrakurzpuls-Hochleistungsleiter, z. B. Yb:YAG oder Yb:YVO, ihr unteres Impulsdauerlimit in der Praxis bei etwa 250 fs, bedingt durch ihre Emissionsbandbreite. Kürzere Laserimpulse werden üblicherweise durch spektrale Verbreiterung mittels Selbstphasenmodulation (SPM) und anschließender Phasenkomensation in den Lasern nachgelagerten Impulskompressoren erzeugt. Seit einigen Jahren etabliert sich hier, neben der bekannten Fasertechnologie zunehmend die Selbstphasenmodulation in Freistrahlsgeometrie innerhalb einer Multipasszelle (MPC) [1]. Es kommen sowohl Gase als auch Festkörper in der MPC als optisch nichtlineares Medium zum Einsatz. Abbildung 1 zeigt einen typischen Strahlengang, wobei die MPC in der meist verwendeten Herriott-Geometrie [2] aufgebaut ist. Diese wurde auch in dem hier präsentierten Experiment verwendet.

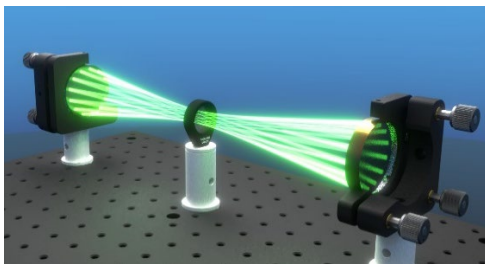


Abbildung 1: Simulierter Strahlengang durch eine MPC in Herriott-Geometrie mit Festkörpermedium in der Symmetrieebene.

Durch die ausgezeichnete Stabilität der MPC und ihren wartungsarmen Betrieb eignet sie sich besonders für zuverlässige und prozessstabile Industrieanwendungen. Im Forschungsumfeld wurden mit der MPC-Technologie bereits Impulsdauern von unter 20 fs [3] erzeugt und Durchschnittsleistungen von über 0,5 kW prozessiert [4]. Die momentan größte verwendete Impulsenergie liegt bei 150 mJ [5]. Die Firma „n2-Photonics GmbH“ ist eine Ausgründung aus dem Lehrstuhl für Lasertechnologie und Spektroskopie von Prof. Dr. Pronin der Helmut-Schmidt-Universität und beschäftigt sich mit der Kommerzialisierung von Impulskompressionseinheiten basierend auf der MPC-Geometrie. Bei der 12. Mittweidaer Lasertagung stellten wir die Kompression von 100 µJ Impulsenergie von 250 fs zu 40 fs bei 10 W Durchschnittsleistung vor [6]. Dieses Jahr präsentieren wir erste Ergebnisse des Prototyps der nächsten Ausbaustufe, welche 2 mJ Impulsenergie verarbeiten soll.

## 2. Auslegung des Systems

Die Auslegung erfolgt für einen Gaußschen Eingangsimpuls mit Energie von  $E = 2$  mJ und Impulsdauer  $\tau = 0,9$  ps. Es ergibt sich eine Impulsspitzenleistung von  $P_{\text{peak}} = 2,1$  GW. Diese liegt damit mehrere Größenordnungen über den kritischen Leistungen von Festkörpermaterialien im Megawatt-Bereich, weshalb bei der weiteren Auslegung nur Gase als nichtlineare Medien berücksichtigt werden.

Der wichtigste Parametersatz für die Auslegung eines MPC-Systems sind die Krümmungsradien der MPC-Spiegel  $R$  sowie deren Separation  $L$ . Nach [7] lässt sich die minimal benötigte MPC-Länge  $L_{\text{min}}$  bei gegebenen  $R$ ,



Zerstörschwelle der Optiken  $J_d$ , Ionisationsschwelle des Prozessgases  $I_{\text{ion}}$  und Zentralwellenlänge  $\lambda$  wie folgt berechnen:

$$L_{\min} = \frac{2RE^2}{E^2 + \lambda^2 R^2 J_d^2}$$

$$L_{\min} = R - \sqrt{R^2 - \frac{16E^2}{\lambda^2 \tau^2 J_{\text{ion}}^2}}$$

Es ist der jeweils größere Wert als minimale MPC-Länge ausschlaggebend. Für den präsentierten Prototyp wurde die Paarung aus  $R = 0,6 \text{ m}$  und  $L = 1,16 \text{ m}$  gewählt, basierend auf der Ionisationsschwelle  $I_{\text{ion}} = 10^{13} \frac{\text{W}}{\text{cm}^2}$  sowie der Herstellerangabe der Zerstörschwelle der Optiken inklusive eines Sicherheitsfaktors.

Anschließend gilt es die gesamte erforderliche optische Nichtlinearität abzuschätzen. Diese wird üblicherweise durch das aufgesammelte B-Integral  $B_{\text{ges}}$  quantifiziert. Es gilt nach [8]:

$$\frac{\Delta\omega}{(\Delta\omega)_0} \approx [1 + 0,19 \cdot B_{\text{ges}}^2]^{\frac{1}{2}} \propto \frac{900 \text{ fs}}{90 \text{ fs}} \approx 10,0$$

Die Bandbreiten der Winkelfrequenzen in obiger Formel sind über das quadratische Mittel definiert. Es wird vereinfachend angenommen, dass diese direkt proportional zur Impulsdauer sind. Es folgt, dass  $B_{\text{ges}} \approx 22,8 \text{ rad}$  angestrebt werden muss.

In der gewählten MPC-Konfiguration können 17 volle Umläufe auf den Zellen spiegeln untergebracht werden, d. h. der Laserimpuls passiert 34-mal das nichtlineare Medium. Das angestrebte B-Integral pro Umlauf durch die MPC beträgt also etwa  $0,67 \text{ rad}$ . Der Gasdruckkörper, in dem sich die MPC befindet, ist so dimensioniert, dass er mit genügend Druck beaufschlagt werden kann um dieses B-Integral zu erreichen.

### 3. Numerische Simulation

Zur Bestätigung der analytischen Auslegung wurde auf deren Grundlage eine eindimensionale numerische Simulation durchgeführt, die in diesem Abschnitt beschrieben wird. Die Eingangsenergie von  $2,0 \text{ mJ}$  sowie Impulsdauer von  $0,9 \text{ ps}$  sind Grundlage für die Simulationsrechnung. Die nichtlineare Propagation in einer MPC ist ein komplexes dreidimensionales physikalisches Problem. Um dieses mit unserem eindimensionalen Simulationsprogramm berechnen zu können, wurden die Annäherungen aus [9, Abbildung 1b)] verwendet. Des Weiteren wurde die Dispersionsfreiheit der Optiken und eine Reflektivität von  $99,9 \%$  der MPC-Spiegel angenommen. Für die Berechnung der Intensität galt die Annahme einer idealen Gaußschen Strahlform ( $M^2 = 1,0$ ). In der Simulation wurde Argon mit  $1,5 \text{ bar}$  absolutem Druck angenommen, wobei die Dispersion und der nichtlineare Brechungsindex des Gases linear zu ihrem Referenzwert bei Atmosphärendruck skaliert wurden.

Abbildung 2 zeigt das Ergebnis der Simulation als Vergleich zwischen dem angenommenen

Eingangsspektrum und dem berechneten Ausgangsspektrum. Es erstreckt sich über  $30 \text{ nm}$  Bandbreite bei  $-10 \text{ dB}$  und besitzt somit ein Fourier-Transformlimit (FTL) von etwa  $90 \text{ fs}$ . Der Gasdruck wurde in der Simulation nicht weiter erhöht, obwohl eine stärkere Verbreiterung möglich scheint. Allerdings erreicht das Spektrum bei einer Bandbreite von  $30 \text{ nm}$  die Bandbreite der gechirpten Spiegel, die für das spätere Experiment zur Verfügung stehen. Bei einem breiteren Ausgangsspektrum könnte die Dispersionskompensation zur Impulskompression also nicht durchgeführt werden.

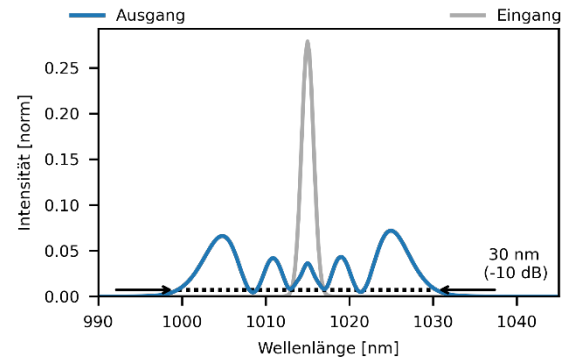


Abbildung 2: Vergleich des Eingangs- und Ausgangsspektrums in die numerische Simulation.

Die leichte Asymmetrie im Spektrum lässt sich durch das Eintreten von „self-steepening“ erklären. Hierdurch entsteht eine Asymmetrie in der Steilheit der Impulsflanken, welche die Frequenzverschiebung durch die Selbstphasenmodulation bestimmt. Dadurch kommt es im Spektrum zu einer einseitig stärkeren Verbreiterung. Die Impulslängung während der Propagation durch die chromatische Dispersion des Gases betrug lediglich  $7,5 \%$ , da die Ausgangsimpulse aus der MPC ohne nachgeschaltete Phasenkorrektur durch gechirpte Spiegel bei  $0,97 \text{ ps}$  lag. Eine Dispersionskompensation während der Propagation scheint bei diesen niedrigen Gasdrücken nur wenig effizienzsteigernd.

### 4. Experimentelle Resultate

Das gezeigte Experiment wurde am DESY mit dem in [10] veröffentlichten Lasersystem durchgeführt. Zur Zeit der Durchführung wurde die Ausgangsenergie auf  $2,0 \text{ mJ}$  bei  $10 \text{ kHz}$  Wiederholrate beschränkt. Abbildung 3 zeigt eine schematische Darstellung des Versuchsaufbaus, bestehend aus dem Treiberlaser selbst, der MPC nach der in 2. beschriebenen Auslegung und einer zwischengeschalteten Modenanpassung. Diese ist notwendig, da eine MPC, ähnlich einem optischen Resonator, eine Eigenmode besitzt. Sie ist durch ihre Selbstreproduktion bei jedem Umlauf durch die MPC charakterisiert. Bei Lasersystemen im Millijoule-Bereich ist es äußerst wichtig, dass der Eingangsstrahl der Eigenmode der MPC möglichst identisch ist. Andernfalls entstehen durch die Modenfehlanspassung unterschiedlich große Strahldurchmesser auf den MPC-Spiegeln. Dies verursacht dabei auch zwangsläufig kleinere Strahldurchmesser auf den Spiegeln als sie die Eigenmode aufweisen würde. Kleine

Strahldurchmesser können schnell die Fluenz auf der dielektrischen Spiegelbeschichtung über ihre Zerstörschwelle heben, weshalb zuerst die Modenanpassung des Treiberlasers an die MPC optimiert wurde.

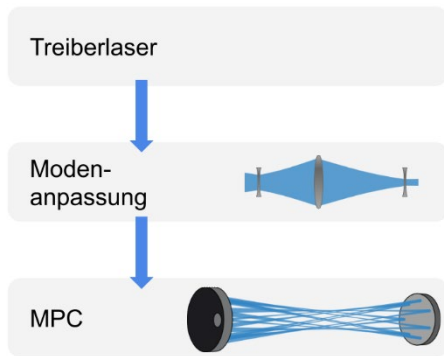


Abbildung 3: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus

Die Modenanpassung wurde mit Hilfe eines optischen Systems bestehend aus drei Linen mit den Brennweiten 1,0 m, 1,5 m und 2,0 m umgesetzt. Die Erzeugung des ersten Fokus in der MPC übernahm ein gekrümmter Spiegel mit 2,5 m Brennweite. Abbildung 4 zeigt das Ergebnis der Optimierung der Linenabstände als Projektion der Leckage eines MPC-Spiegels auf einen CMOS-Sensor.

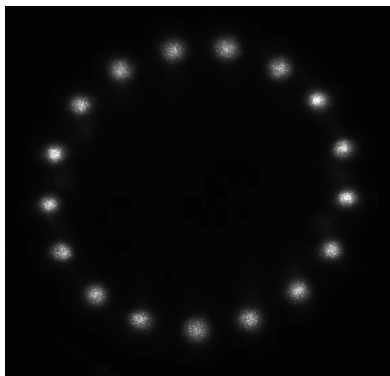


Abbildung 4: Projektion der Leckage durch einen MPC-Spiegel auf einen CMOS-Sensor

Es sind alle 17 vollen Umläufe in der MPC zu sehen. Alle Projektionen besitzen ähnliche Größe, was darauf schließen lässt, dass die Eingangsmode in die MPC der Eigenmode der MPC entspricht.

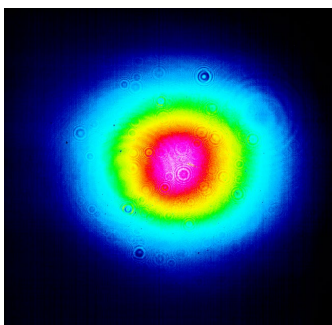


Abbildung 5: Strahlprofil aus der MPC bei 1,5 bar Argon-Druck und 2,0 mJ Eingangsenergie

Anschließend wurde das Ausgangsstrahlprofil bei 2,0 mJ Impulsenergie untersucht, siehe Abbildung 5.

Es zeigt keine Anzeichen für ein Beschneiden des Strahls im optischen System oder Indikatoren für ein erhöhtes B-Integral in der MPC, wie zum Beispiel konzentrische Beugungsmuster um die Strahlmitte. Zusammen mit der Transmission der Durchschnittsleistung von 90,5 % lässt dies auf eine erfolgreiche Justage des Systems schließen.

Abbildung 6 zeigt einen Vergleich des im vorherigen Abschnitt simulierten Ausgangsspektrums und dem tatsächlich gemessenen.

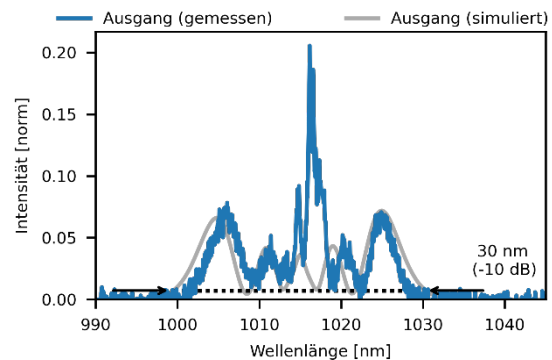


Abbildung 6: Vergleich gemessenes Ausgangsspektrum aus der MPC bei 1,5 bar Argon-Druck und 2,0 mJ Eingangsenergie mit der numerischen Simulation

Es lässt sich feststellen, dass die Bandbreite des Simulationsergebnisses mit der des gemessenen Spektrums übereinstimmt. Auch die Modulation des Spektrums lässt sich übertragen, da beide Spektren vier lokale Minima aufweisen. Jedoch stimmt die Modulationstiefe in den Spektren nicht überein. Sie fällt im Experiment wesentlich geringer als in der Simulationsrechnung aus. Eine mögliche Erklärung hierfür ist die Annahme der Dispersionsfreiheit der MPC-Spiegel. Sollten diese wider Erwarten leicht positive Dispersion einführen, würde dies zu einer Abschwächung der Modulation im Spektrum führen. Des Weiteren ist das gemessene Spektrum leicht asymmetrisch, wobei das lokale Maximum bei 1005 nm höher ausfällt als das bei 1028 nm. In der Simulationsrechnung ist dieses Verhältnis umgekehrt.

Zur weiteren Evaluierung wurde das FTL des gemessenen Ausgangsspektrums berechnet und in Abbildung 7 dargestellt. Mit etwa 113 fs voller Halbwertsbreite ist es noch vergleichbar mit dem Simulationsergebnis von 90 fs. Möglicherweise wurden in der Simulation die Verluste zu gering eingeschätzt. Es weist außerdem die SPM-typischen zeitlichen Seitenstrukturen auf.

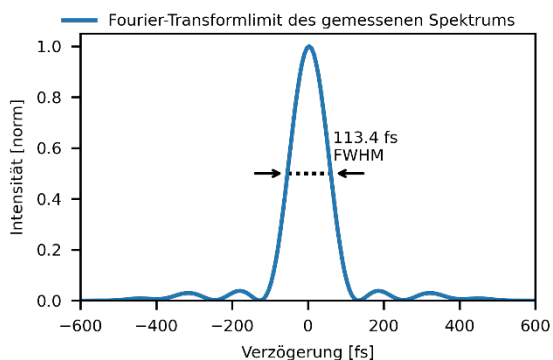


Abbildung 7: Fourier-Transformlimit des gemessenen Spektrums aus Abbildung 6.

## 5. Fazit und Ausblick

Das präsentierte Impulskompressionsystem erreicht die erwartete spektrale Verbreiterung basierend auf der numerischen Simulation. Die Bandbreite und spektrale Form stimmen annähernd überein. Die volle Halbwertsbreite der FTLs variieren mit 113 fs für das Experiment und 90 fs für die Simulation mehr als 10 %, was vermut-

lich durch zu gering geschätzte Verluste in der Simulation erklärt werden kann. Es konnte mit 90,5 % eine hohe Transmission der Durchschnittsleistung mit gutem Strahlprofil erreicht werden. Durch die Optimierung der Modenanpassung wurde sichergestellt, dass die MPC-Spiegel auch bei 2,0 mJ Impulsenergie nicht zerstört werden.

Im nächsten Schritt gilt es, die Impulskompression mittels geschirpter Spiegel nachzuweisen sowie die Strahlqualität und räumlich-spektrale Homogenität zu untersuchen. Abschließend soll das System mit erhöhter Eingangsimpulsenergie untersucht werden um seine Grenzen zu bestimmen.

Diese Experimente dienen als Erfahrungsgrundlage für die Auslegung einer weiteren Entwicklungsstufe der kommerziellen MPC-Impulskompressoren hin zu 10 mJ Eingangsenergie.

## Kontaktinformationen

Ansprechpartner: Kilian Fritsch

Korrespondenz: info@n2-photonics.de

## Literaturverzeichnis

- [1] Schulte, J.; Sartorius, T.; Weitenberg, J.; Vernaleken, A.; Russbuedt, P. (2016): Nonlinear pulse compression in a multi-pass cell. In *Optics letters* 41 (19), pp. 4511–4514. DOI: 10.1364/OL.41.004511.
- [2] Herriott, D.; Kogelnik, H.; Kompfner, R. (1964): Off-Axis Paths in Spherical Mirror Interferometers. In *Appl. Opt.* 3 (4), p. 523. DOI: 10.1364/AO.3.000523.
- [3] Fritsch, K.; Poetzlberger, M.; Pervak, V.; Brons, J.; Pronin, O. (2018): All-solid-state multipass spectral broadening to sub-20 fs. In *Optics letters* 43 (19), pp. 4643–4646. DOI: 10.1364/OL.43.004643.
- [4] Russbuedt, P.; Weitenberg, J.; Schulte, J.; Meyer, R.; Meinhardt, C.; Hoffmann, H. D.; Poprawe, R. (2019): Scalable 30 fs laser source with 530 W average power. In *Opt. Lett.* 44 (21), p. 5222. DOI: 10.1364/OL.44.005222.
- [5] Pfaff, Y.; Barbiero, G.; Rampp, M.; Wang, H.; Klingebiel, S.; Teisset, C. Y. et al.: Multipass Cell Based Spectral Broadening of High Energy and High Average Power Thin-Disk Amplifiers. In: *Ultrafast Optics 2023 - UFOXIII*. Ultrafast Optics. Bariloche, Río Negro. Washington, D.C.: Optica Publishing Group, M4.3.
- [6] Fritsch, K.; Franke, C.; & Pronin, O. (2021). Effiziente Impulskompression im industriellen Kontext mittels Multipasszellen. In *12. Mittweidaer Lasertagung* (No. 003, pp. 036-039). Hochschule Mittweida.
- [7] Hanna, M.; Délen, X.; Lavenu, L.; Guichard, F.; Zaouter, Y.; Druon, F.; Georges, P. (2017): Nonlinear temporal compression in multipass cells: theory. In *J. Opt. Soc. Am. B* 34 (7), p. 1340. DOI: 10.1364/JOSAB.34.001340.
- [8] Pinault, S. C.; Potasek, M. J. (1985): Frequency broadening by self-phase modulation in optical fibers. In *J. Opt. Soc. Am. B* 2 (8), p. 1318. DOI: 10.1364/JOSAB.2.001318.
- [9] Daher, N.; Guichard, F.; Jolly, S. W.; Délen, X.; Quéré, F.; Hanna, M.; Georges, P. (2020): Multipass cells: 1D numerical model and investigation of spatio-spectral couplings at high nonlinearity. In *J. Opt. Soc. Am. B* 37 (4), p. 993. DOI: 10.1364/JOSAB.386049.
- [10] Pergament, M.; Kellert, M.; Demirbas, U.; Thesinga, J.; Reuter, S.; Liu, Y. et al. (2023): 100-mJ, 100-W cryogenically cooled Yb:YLF laser. In *Opt. Lett.* 48 (11), pp. 2833–2836. DOI: 10.1364/OL.489397.

# Herstellung photokatalytisch aktiver Keramikbauteile durch selektives Lasersintern

Stefan Gronau<sup>1</sup>, Christian Berger<sup>2</sup>, Gabriela Schimo-Aichhorn<sup>3</sup>, Franziska Saft<sup>2</sup>, Sarah Seiringer<sup>3</sup>, Uwe Scheithauer<sup>2</sup>, Robby Ebert<sup>1</sup>, André Streek<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

<sup>2</sup>Fraunhofer IKTS, Dresden, Deutschland

<sup>3</sup>TIGER Coatings GmbH & Co KG, Wels, Österreich

*Nach Angaben der Vereinten Nationen haben mehr als 2 Milliarden Menschen keinen direkten Zugang zu sicherem Trinkwasser [1]. Da konventionelle Kläranlagen und bestehende dezentrale Systeme derzeit nicht in der Lage sind, die zunehmende Menge an Spurenstoffen anthropogenen Ursprungs wie Arzneimittelrückstände sicher und zuverlässig zu entfernen oder zurückzuhalten, droht die Anzahl weiter zu steigen. Photokatalytisch aktive Keramikfilter könnten diese Lücke schließen und damit die Wasserqualität verbessern.*

*Das selektive Lasersintern bietet hierbei die Möglichkeit, Filterelemente aus photokatalytisch aktiver Vollkeramik herzustellen, die eine lange Lebensdauer und eine große aktive Oberfläche gewährleisten. Da die photokatalytisch aktive Phase der Keramik bei zu hohen Temperaturen schnell zerstört wird, werden die Keramikpartikel in eine Duroplast-Matrix eingehüllt, die mit niedrigen Laserleistungen aufgeschmolzen werden kann. Die damit hergestellten Grünkörper können nachträglich bei definierten Temperaturen ausgehärtet, entbindert und gesintert werden und sollen damit ihre photokatalytische Aktivität behalten.*

*According to the United Nations, more than 2 billion people have no direct access to safe drinking water [1]. As conventional wastewater treatment plants and existing decentralized systems are currently unable to safely and reliably remove or retain the increasing amount of trace substances of anthropogenic origin, such as pharmaceutical residues, the number threatens to rise further. Photocatalytically active ceramic filters could close this gap and thus improve water quality.*

*In this context, selective laser sintering offers the possibility of producing filter elements made of photocatalytically active solid ceramics that ensure a long service life and a large active surface area. Since the photocatalytically active phase of the ceramic is quickly destroyed at excessively high temperatures, the ceramic particles are encased in a thermoset matrix that can be melted with low laser powers. The green bodies produced in this way can be subsequently cured, debinded and sintered at defined temperatures and should thus retain their photocatalytic activity.*

## 1. Einleitung

Der 3D-Druck bietet sich durch seine Weiterentwicklung in immer mehr Anwendungsfällen als beste Option der möglichen Fertigungsverfahren an, insbesondere wenn es komplexe Strukturen oder Einzelfertigungsteile geht, teilweise aber auch bei der Fertigung größerer Stückzahlen. Eine weitere Möglichkeit bietet sich Rahmen des CerAM SLS-Projekts, bei dem mittels SLS photokatalytisch aktive keramische Komponenten entwickelt und hergestellt werden, die in der Lage sind, Spurenverunreinigungen wie zum Beispiel pharmazeutische Rückstände im Trinkwasser sowie ausgewählte Abwässer abzubauen. Das ist insofern von Bedeutung, da sich Spurenstoffe anthropogenen Ursprungs, insbesondere persistente und bioakkumulierende Human- und Tierarzneimittel und deren Abbauprodukte, zunehmend in der aquatischen Umwelt anreichern, was Risiken für die Flora und Fauna, aber auch für Menschen birgt [2][3]. Eine vielversprechende Technik für den Abbau dieser Spurenstoffe ist die Photokatalyse. TiO<sub>2</sub> oder genauer gesagt dessen kristalline Form Anatas ist ein geeigneter

Photokatalysator für diesen Zweck, da es die Energie von ultravioletter Strahlung (UV-A, UV-C) absorbiert und auf eine reaktive Verbindung überträgt, wodurch häufig die Bildung von Radikalen und dadurch chemische Reaktionen ausgelöst werden. Der photokatalytisch initiierte Schadstoffabbau erfordert einen hohen Oberflächenkontakt zwischen Spurenschubstanz und Katalysator/Licht sowie eine relativ lange Verweilzeit. Allerdings sind photokatalytische Technologien derzeit noch nicht ausgereift genug, um auf den Markt zu kommen. Die Gründe dafür sind fehlende Trägerstrukturen, geringe Haltbarkeit und energetische Ineffizienzen. CerAM SLS setzt an diesen Grenzen an und schafft mit Hilfe von Additive Manufacturing und keramischen Bauteilen aus photokatalytisch aktivem TiO<sub>2</sub> die Basis für eine fortschrittliche und innovative Lösung.

Zum einen bietet sich das SLS als Fertigungsverfahren an, da hiermit sowohl Vollkeramiken mit langer Standzeit hergestellt werden können, zum anderen auch durch die Möglichkeit, Keramiken mit optimierten Ober-

flächen herzustellen, die eine größtmögliche photokatalytische Aktivität pro Volumen erzielen können. Des Weiteren bietet sich der 3D-Druck als Fertigungsmethode an, da sich mit ihm individuell benötigte Komponenten leicht anpassen und kostengünstig fertigen lassen, was für dezentrale oder semizentrale Systemlösungen, die eine erhöhte Flexibilität erfordern, von Vorteil ist. Das trifft vor allem in Regionen und Anwendungsfällen zu, bei denen keine entsprechende Wasserinfrastruktur vorhanden ist (z. B. Campingwagen oder Raumfahrt).

Dabei gibt es jedoch weitere Hindernisse zu überwinden, die auf der polymorphen Natur von  $TiO_2$  beruhen: Das photokatalytisch aktive Anatas verwandelt sich nämlich je nach Material bei einer Wärmebehandlung zwischen  $600\text{ }^\circ\text{C}$  und  $1.100\text{ }^\circ\text{C}$  (vgl. mit Abb. 3) in photokatalytisch nicht aktives Rutil, was sich mit der üblichen Sintertertemperatur von  $TiO_2$  überschneidet, die normalerweise bei  $1.400\text{ }^\circ\text{C}$  liegt. Daher muss das entwickelte Ausgangsmaterial für den SLS-Druck eine hohe Sinteraktivität bei einer sehr niedrigen Sintertertemperatur aufweisen, um eine vollständige Umwandlung von Anatas in Rutil zu vermeiden und gleichzeitig eine ausreichende mechanische Stabilität des gesinterten Teils zu erreichen.

## 2. Bisherige Ergebnisse

### 2.1. Herstellung des Ausgangsmaterials

Um ein geeignetes  $TiO_2$ -Ausgangsmaterial als Basis für das herzustellende SLS-Pulver zu finden, wurden verschiedenste auf dem Markt erhältliche  $TiO_2$ -Pulver vom IKTS nach DIN 52980 auf ihre photokatalytische Aktivität getestet, wobei jedoch statt Methylblau der Farbstoff Rhodamin B (AppliChem GmbH, CAS-No. 81-88-9) verwendet wurde, da sich dieser im Gegensatz zu Methylblau auch bei Bestrahlung mit solarem UV-Licht über mehrere Stunden mit einer hohen Stabilität auszeichnet und sich nur geringfügig abbaut. Abb. 1 zeigt beispielhaft die Abbauraten von ein paar dieser getesteten Pulver. Werte über 1 sind dabei auf Messfehler durch Trübungen der gemessenen Lösung während der Versuchsdurchführung zurückzuführen.

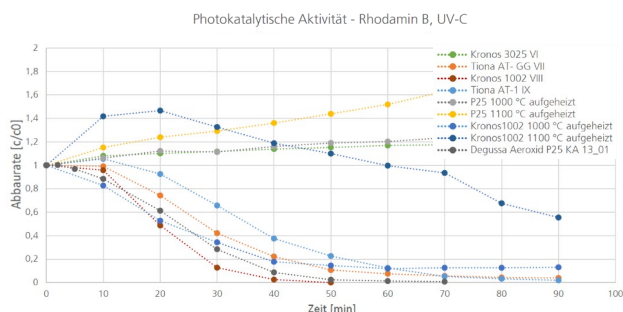


Abbildung 1: Abbaurate von Rhodamin B für verschiedene  $TiO_2$ -Pulver bei einer Bestrahlung mit UV-C

Wie in der Legende von Abb. 1 schon ersichtlich ist, wurde von den Pulvern mit besseren Ergebnissen der Einfluss der Vorsintertertemperatur auf die photokatalyti-

sche Aktivität ermittelt, um daran die Sintertemperaturen der Grünteile optimieren zu können. Wie zu erwarten, nahm bei zu großer Vorsintertertemperatur die photokatalytische Aktivität der Pulver ab, da sich die aktive Phase Anatas in nicht aktives Rutil umwandelte. Dabei gab es jedoch Unterschiede bei den einzelnen Pulvern, bei denen die Umwandlung teils bei niedrigeren, teils erst bei höheren Temperaturen stattfand. Die Ergebnisse zeigten jedoch auch, dass ein gewisses Verhältnis von Anatas zu Rutil die photokatalytische Aktivität noch einmal steigern kann, wodurch zum Beispiel für das Pulver Kronos1002 ein Maximum der Abbaurate bei einer Vorsintertertemperatur von  $1.000\text{ }^\circ\text{C}$  aufgezeigt werden konnte (Abb. 2 und Abb. 3). Der Einfluss des Rutil-Anteils und anderer Faktoren wurde auch in weiteren Veröffentlichungen untersucht, die das Verhalten bestätigen [4-8]. Durch das Vorsintern kam es auch zu einer Verringerung der spezifischen Oberfläche der Pulver, was weiterhin einen negativen Einfluss auf die Abbaurate des Rhodamin B hat, wobei die Abnahme der spezifischen Oberfläche stark vom verwendeten Pulver abhängig war (Abb. 3).

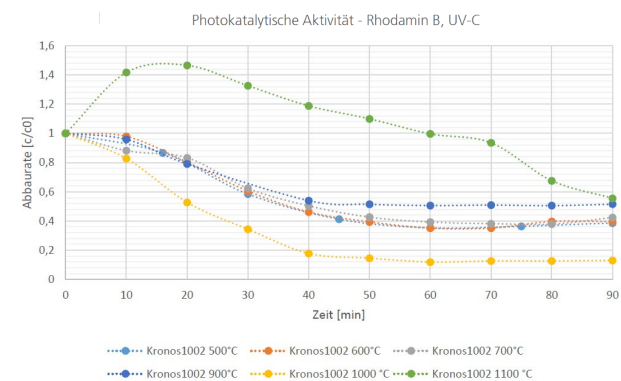


Abbildung 2: Einfluss des photokatalytischen Effekts in Abhängigkeit der Sintertertemperatur bei Kronos1002

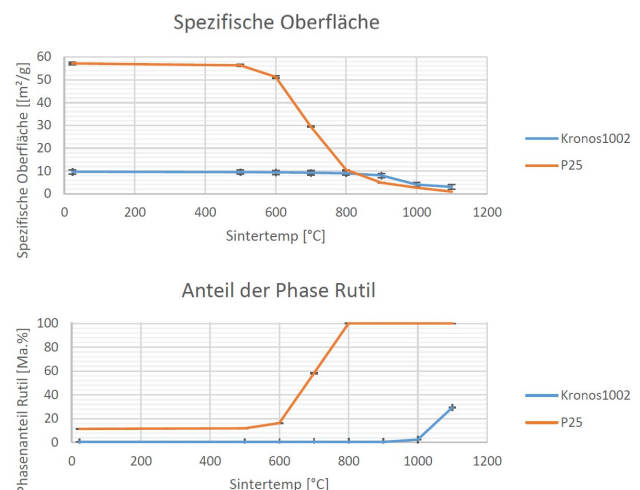


Abbildung 3: Einfluss der Sintertertemperatur auf die spezifische Oberfläche und den Anteil der Rutil-Phase bei den Pulvern Kronos1002 und P25

Mit den fortschreitenden Erkenntnissen im Bereich der photokatalytischen Aktivität der möglichen zum Einsatz kommenden Pulver entwickelte die Firma TIGER

Coatings GmbH und Co. KG verschiedene SLS-Pulver, mit denen anschließend erste Versuche unternommen wurden. Dabei konnte TIGER auf Know-How aus den letzten Jahren zurückgreifen, in denen wichtige Erkenntnisse über die Handhabung und Leistungsfähigkeit von duroplastischen SLS-Ausgangsmaterialien gewonnen werden konnten [9]. Während des Drucks werden die Polymerpulverschichten durch lokale Laserbestrahlung erhitzt und somit geschmolzen/gesintert. Spezifisch für den Druck von Duroplasten ist, dass das Polymer bei jedem Druckvorgang zumindest teilweise ausgehärtet wird und mit den vorherigen Schichten eine teilweise vernetzte Einheit bildet. Um eine Vernetzungsreaktion einzuleiten, enthält das polymere Ausgangsmaterial neben Harzen auch Härter, Katalysatoren und Beschleuniger sowie Flussmittel, Absorber, Additive, Füllstoffe, Weichmacher und Pigmente in unterschiedlichen Konzentrationen. Die Zusammensetzung wird entsprechend modifiziert, um als polymere Bindemittelmatrix für das SLS von Keramik zu dienen.

Durch die stetige Anpassung der Polymermatrix konnten die mechanischen Eigenschaften gedruckter Grünteile deutlich gesteigert werden. Des Weiteren konnten der Keramik-Anteil des SLS-Pulvers von anfangs um die 25 Vol.-% auf bis zu rund 46 Vol.-% gesteigert werden. Ein möglichst hoher Anteil an Keramik ist wünschenswert, da hierbei die Schrumpfung und Rissanfälligkeit beim Sinterprozess verringert werden kann. Jedoch benötigen die Grünteile ausreichend gute mechanische Eigenschaften, um für die Nachbearbeitungsschritte handelbar zu bleiben. Zum Stand der Veröffentlichung konnte durch weitere Optimierungen der Polymermatrix ein Volumenanteil von 39,5 %  $\text{TiO}_2$  bei gleichzeitig ausreichend hoher mechanischer Stabilität der daraus produzierten Grünteile erreicht werden.

Um eine möglichst hohe photokatalytisch aktive Oberfläche zu erreichen, ist das Ziel im Projekt, auch entsprechende Mikrostrukturen herzustellen, die zum Beispiel als Einsatz in größeren Strukturen die Effektivität der späteren Anwendung deutlich erhöhen sollen. Dafür wird das am LHM entwickelte Mikro-SLS eingesetzt, wo im Projekt Fokusdurchmesser von bis zu  $23 \mu\text{m}$  und Schichtdicken bis zu  $3 \mu\text{m}$  eingesetzt wurden. Da die von TIGER hergestellten Pulver mit einem  $d_{90}$  um die  $85 \mu\text{m}$  für diesen Prozess deutlich zu groß sind, wurden mit Hilfe eines Windsichters die Feianteile dieses Pulvers fraktioniert. Entsprechend der Erfahrungen am LHM in Bezug auf Korngrößen für das Mikro-SLS wurden dabei Fraktionen mit einem  $d_{90}$  von ca.  $11 \mu\text{m}$  hergestellt.

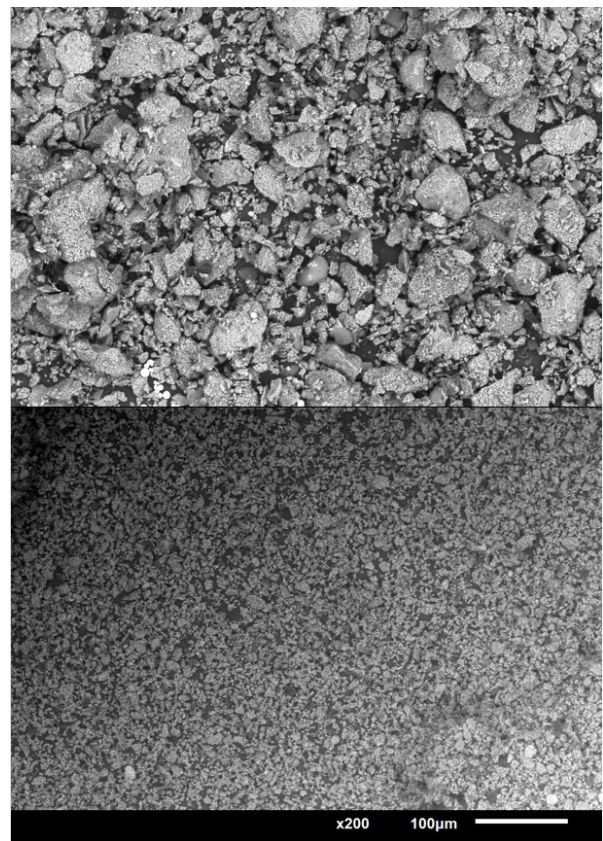
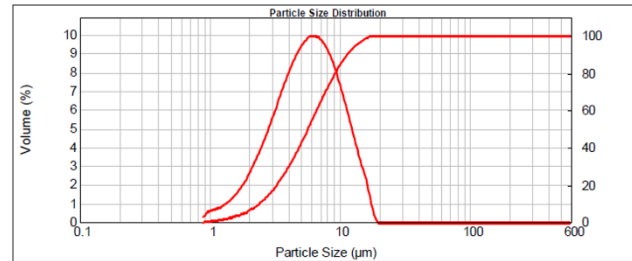
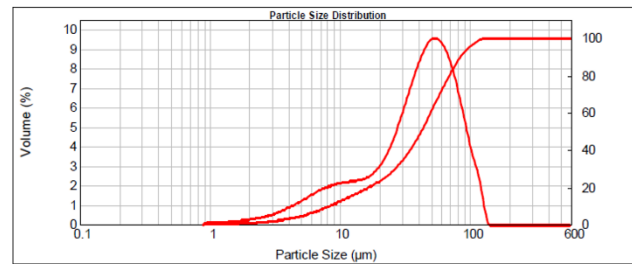


Abbildung 4: Partikelgrößenverteilung eines der verwendeten Ausgangsmaterialien und des daraus fraktionierten Feinguts für das Mikro-SLS (oben) und dazugehörige REM-Bilder (unten)

## 2.2. Ergebnisse SLS und Mikro-SLS

Für die Bearbeitung des SLS-Pulvers standen verschiedene Anlagen und Verfahren zur Verfügung: Neben zwei kommerziell verfügbaren SLS-Druckern (Sintratec Kit mit  $445 \text{ nm}$  Wellenlänge, Farsoon HT252P sowie ein Prodways P1000 mit jeweils  $10,6 \mu\text{m}$  Wellenlänge und Sinterit Lisa X mit  $976 \text{ nm}$  Wellenlänge) noch eine selbst entwickelte Mikro-SLS Anlage am LHM mit  $1.060 \text{ nm}$  Wellenlänge. Zusätzlich wurden noch Versuche mit einer VPP-Anlage (Lithoz CeraFab 8500 mit  $450 - 470 \text{ nm}$ ) durchgeführt.

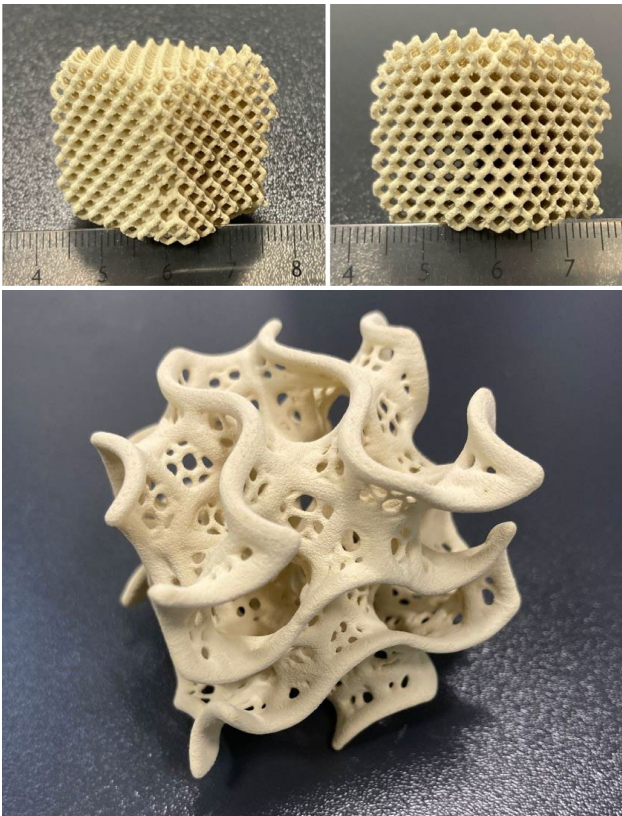


Abbildung 5: Mittels kommerziell verfügbarer SLS-Drucker und nachträglicher Entbinderung und Sinterung hergestellte Gitter- und Gyroidstruktur (unten: Kantenlänge ca. 5 cm) aus Titandioxid-Keramik

Nach aktuellem Stand konnten mittels SLS und nachträglicher Entbinderung/Sinterung photokatalytisch aktive Keramikstrukturen mit Dichten bis 75 % bei einer Schwindung von bis zu 31 % hergestellt werden. Um derartige Werte zu erreichen und die Keramiken rissfrei herzustellen, wurden auch die Sinterparameter vom IKTS fortlaufend optimiert.

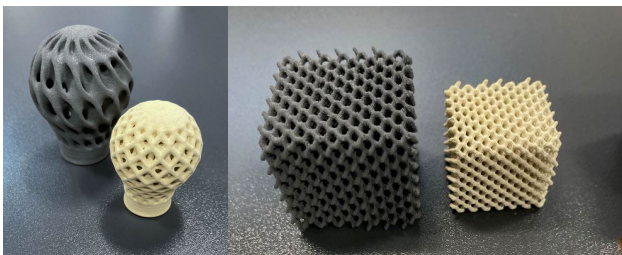


Abbildung 6: Vergleich der Größe von Grünkörpern zu den gesinterten Körpern

Die Parametersuche für das Mikro-SLS gestaltete sich dagegen ungleich schwerer, zumal aufgrund von technischen Problemen die Zielfraktion des Pulvers verspätet zur Verfügung stand. Nachdem daher anfänglich mit einer gröberen Fraktion von  $d_{90} = 32 \mu\text{m}$  mit defokussiertem Strahl vergleichbar mit den Versuchen auf den kommerziell verfügbaren Anlagen problemlos feste Grünkörper hergestellt werden konnten, war das mit einer feineren Fraktion eines vergleichbaren Ausgangspulvers von  $d_{90} = 11 \mu\text{m}$  nicht mehr so einfach möglich. Ein identisches Ausgangspulver stand bei der Erzeugung der feineren Fraktion nicht mehr zur Verfügung. Ein negativer

Einfluss auf die Untersuchungen wird nachfolgend aber nicht angenommen, da das Ausgangspulver weiterentwickelt wurde, die Grünteilherstellung auf den kommerziell verfügbaren SLS-Druckern vergleichbar gut funktionierte und dabei festere Grünkörper erzeugt wurden. Die Ergebnisse sollen aber mit identischem Ausgangsmaterial verifiziert werden.

Durch die feinere Fraktion hat sich der Pulveraufzug deutlich verschlechtert. Obwohl am LHM eine große Erfahrung bei der Verarbeitung sehr feiner Pulver besteht, unterscheiden sich die im Projekt verwendeten Pulver stark von bisher genutzten: So handelte es sich hier um Pulver mit spratziger statt sphärischer Partikelform, die sehr geringe (Schütt-)Dichten aufwiesen und aus mehreren Komponenten bestanden (verhältnismäßig weiches Polymer und harte Keramik). Während üblicherweise vor allem metallische Mikropulver mit hohen Drücken fließfähiger gemacht und dabei hohe Dichten in der Pulverschicht erzeugt werden können [10], wird das Polymer-Keramik-Pulver bei hohen Drücken zu einem kompakten Körper gepresst, der zu verringerter Fließfähigkeit führt und bei dem der harte Keramikanteil die Pulverpartikel deformieren und sich in Maschinenbauteile einarbeiten kann. Daher bestand hier vorerst die Aufgabe, ein optimales Rakelregime zu finden, bei dem eine notwendige Kompaktheit erzeugt und dabei eine ausreichende Fließfähigkeit für einen konstanten Schichtaufzug gewährleistet werden konnte. Ein ausreichend guter Schichtaufzug konnte schließlich durch Optimierung des Rakelregimes und einer Zugabe von 0,2 Gew.-% Fluidmittel erreicht werden. Dabei wurde eine Fluidmittelmischung genutzt, die TIGER dem Ausgangsmaterial schon zugemischt hat und für dieses optimiert wurde. Es kann davon ausgegangen werden, dass für die Feingut-Fraktion eine eigens optimierte Fluidmittelmischung benötigt wird. Weiterhin ist es wahrscheinlich, dass sich der Anteil der Fluidmittelmischung oder anderer Bestandteile im Feingut durch den Mahl- und/oder Sichtprozess vergrößert bzw. verändert hat, was zu mechanisch instabileren Bauteilen führte. Einen Hinweis darauf gab das Ausheizen der Pulverfraktionen, bei dem im Feingut ein Gewichtsverlust von 36,4 %, beim Grobgut ein Gewichtsverlust von nur 34,2 % festgestellt wurde, was auf einen geringeren  $\text{TiO}_2$ -Anteil und/oder einem höheren Anteil anderer Bestandteile wie dem Fluidmittel zurückzuführen ist.

Dass eine andere chemische Zusammensetzung im Feingut der Haupteinflussfaktor für die Bearbeitbarkeit war, zeigt auch der Umstand, dass die mit dem Feingut erzeugten Bauteile eine geringere mechanische Stabilität aufwiesen und im Gegensatz zur gröberen Fraktion nur mit Plasmabildung bei der Bearbeitung feste Bauteile erzeugt werden konnten. Inwieweit durch die Plasmaerzeugung die photokatalytische Aktivität der  $\text{TiO}_2$ -Keramik eingeschränkt wird, muss noch ermittelt werden.

Trotz der genannten Schwierigkeiten konnten Mikro-Grünteile generiert werden, deren Festigkeit jedoch im Vergleich zu Bauteilen mit der gröberen Fraktion geringer ist und diesbezüglich durch Anpassung des Ausgangsmaterials bzw. Feinguts weiter optimiert werden muss.

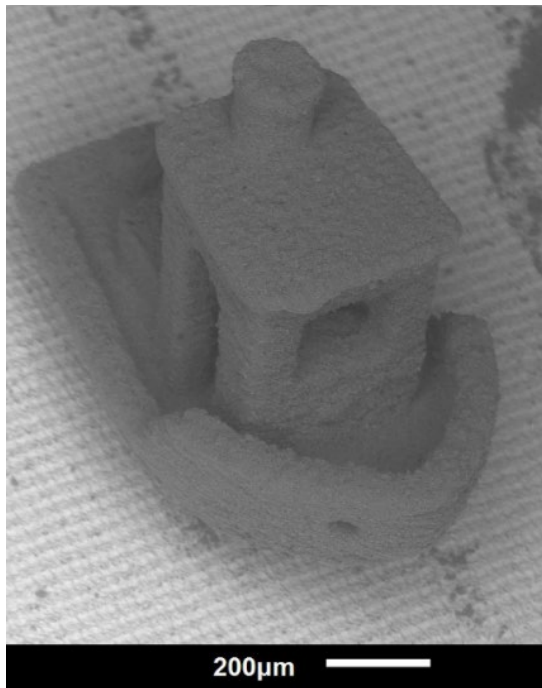


Abbildung 7: REM-Aufnahme eines Mikro-Grünteil-Benchys mit Strukturgrößen bis 50 µm

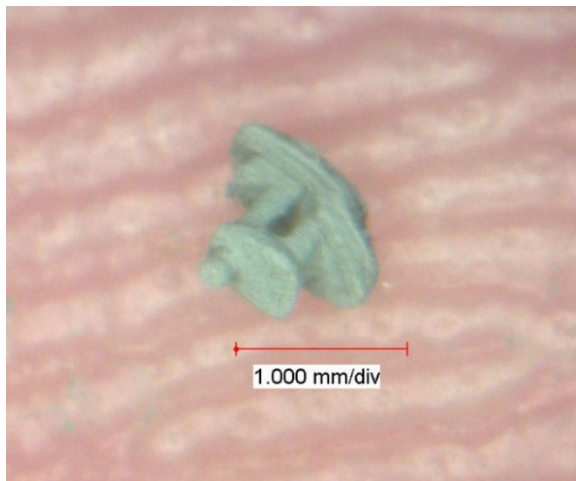


Abbildung 8: Lichtmikroskop-Aufnahme eines Mikro-Grünteil-Benchys auf einer Fingerspitze

### 3. Zusammenfassung und Ausblick

Bei den mittels kommerzieller SLS-Anlagen sowie VPP gedruckten und gesinterten Probeplatten konnte der Erhalt der photokatalytischen Aktivität der TiO<sub>2</sub>-Keramiken nachgewiesen werden. Aufgrund einer deutlich niedrigeren Oberfläche im Gegensatz zu den in Lösung gemessenen Pulverproben in Abb. 1 war die Abbaurrate hierbei jedoch deutlich geringer und somit schlecht miteinander vergleichbar. Eine Steigerung der Abbaurrate soll nachfolgend mit Topologie-optimierten Bauteilen stattfinden.

Im Fall des Mikro-SLS steht eine Untersuchung für den Erhalt der photokatalytischen Aktivität noch aus. Jedoch stehen auch noch weitere Arbeiten bei der Optimierung des Feinguts an, um die mechanische Stabilität der Bauteile erhöhen und um dadurch eventuell die Bauteile leichter von Restpulver befreien zu können. Momentan haftet das Mikro-Pulvers stark an den gefertigten Grünkörpern an und ist nur schwer davon entfernbar, wodurch es immer wieder dazu kommt, dass die Grünkörper bei der Befreiung vom Pulver zerstört werden. Eine Steigerung der Stabilität der Bauteile und eine bessere Fließfähigkeit des eingesetzten Pulvers würde ein „Entpacken“ deutlich erleichtern. Hierbei soll auch untersucht werden, ob sich eine etwas gröbere Fraktion sowohl vom Fließverhalten als auch von der Zusammensetzung als vorteilhaft erweist. Ebenso soll ein Ausgangspulver ohne vorherige Zugabe von Fluidmittel zur Verfügung gestellt werden, um einen Einfluss dessen auf das Feingut auszuschließen und die Herstellung einer dafür optimierten Fluidmischung zu ermöglichen.

Eine weitere hohe Hürde wird die Sinterbarkeit der Mikro-Grünteile darstellen, bei denen noch nicht feststeht, welche minimalen Strukturgrößen hierbei schlussendlich möglich sind.

### Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

Das Projekt "CerAM SLS" wurde durch das Forschungs- und Innovationsprogramm Horizon 2020 der Europäischen Union unter der Fördervereinbarung Nr. 958174 gefördert.

Die Autoren bedanken sich bei der Sächsischen Aufbau-bank (SAB) für die Finanzierung des Projektes CeramSLS – Antragsnummer: 100630574, welches im Rahmen der Richtlinie EuProNet gefördert wurde sowie beim österreichischen Bundesministerium für Klimaschutz, Umwelt, Energie, Mobilität, Innovation und Technologie (BMK), das dieses Projekt im Rahmen des Programms Produktion der Zukunft (FFG 892468) fördert.



**Bundesministerium**  
Klimaschutz, Umwelt,  
Energie, Mobilität,  
Innovation und Technologie



Diese Maßnahme wird mitfinanziert mit Steuermitteln auf Grundlage des vom Sächsischen Landtag beschlossenen Haushaltes.

### Kontakt Daten

Laserinstitut Hochschule Mittweida  
Technikumplatz 17  
09648 Mittweida  
Ansprechpartner: Stefan Gronau  
gronau@hs-mittweida.de



## Literaturverzeichnis

- [1] Vereinte Nationen (2023), *The Sustainable Development Goals Report*, <https://unstats.un.org/sdgs/report/2023/The-Sustainable-Development-Goals-Report-2023.pdf> [22.10.2023]
- [2] Umweltbundesamt (2016), *Pharmaceuticals in the environment: Global occurrence and potential cooperative action under the Strategic Approach to International Chemicals Management (SAICM)*, <https://www.umweltbundesamt.de/en/publikationen/pharmaceuticals-in-the-environment-global> [22.10.2023]
- [3] Umweltbundesamt (2014), *Arzneimittel in der Umwelt - vermeiden, reduzieren, überwachen*, [https://www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/378/publikationen/01.08.2014\\_hintergrundpapier\\_arzneimittel\\_final\\_.pdf](https://www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/378/publikationen/01.08.2014_hintergrundpapier_arzneimittel_final_.pdf) [22.10.2023]
- [4] Deanna C. Hurum, Alexander G. Agrios, Kimberly A. Gray, Tijana Rajh & Marion C. Thurnauer (2003): *Explaining the Enhanced Photocatalytic Activity of Degussa P25 Mixed-Phase TiO<sub>2</sub> Using EPR*, *The Journal of Physical Chemistry B* 107, 19, 4545–4549, <https://doi.org/10.1021/jp0273934> [22.10.2023]
- [5] Virginia Collins-Martínez, Alejandro Lopez Ortiz & Alfredo Aguilar Elguézabal (2007): *Influence of the Anatase/Rutile Ratio on the TiO<sub>2</sub> Photocatalytic Activity for the Photodegradation of Light Hydrocarbons*. *International Journal of Chemical Reactor Engineering*, Volume 5, <https://doi.org/10.2202/1542-6580.1613> [22.10.2023]
- [6] Ren Su, Ralf Bechstein, Lasse Sørensen, Ronnie T. Vang, Michael Sillassen, Björn Esbjörnsson, Anders Palmqvist & Flemming Besenbacher (2011): *How the Anatase-to-Rutile Ratio Influences the Photoreactivity of TiO<sub>2</sub>*, *The Journal of Physical Chemistry* 115, 49, 24287 – 24292, <https://doi.org/10.1021/jp2086768> [22.10.2023]
- [7] Takamasa Ishigaki, Yusuke Nakada, Naoki Tarutani, Tetsuo Uchikoshi, Yoshihiro Tsujimoto, Masaaki Isobe, Hironori Ogata, Chenning Zhang & Dong Hao (2019): *Enhanced visible-light photocatalytic activity of anatase-rutile mixed-phase nano-size powder given by high-temperature heat treatment*, *Royal Society Open Science* 7: 191539, <https://doi.org/10.1098/rsos.191539> [22.10.2023]
- [8] Jingxiang Low, Jiaguo Yu, Mietek Jaroniec, Swelm Wageh, & Ahmed A. Al-Ghamdi (2017), *Heterojunction Photocatalysts*, *Advanced Materials* 29: 1601694, <https://doi.org/10.1002/adma.201601694> [22.10.2023]
- [9] TIGER Coatings GmbH & Co. KG: <https://www.tigital-3dset.com/> [22.10.2023]
- [10] André Streek, Martin Erler, Robby Ebert & Udo Löschner (2016). *Untersuchungen zum Hochrate-Mikro-SLM*, *Lasermaterialbearbeitung in der digitalen Produktion*, DVS-Berichte Band 328, Düsseldorf: DVS Media, 2016, ISBN: 978-3-945023-66-2, S.217-226

# Verfahren zur Funktionalisierung von Textilien mittels laserbasierter Pulverbeschichtung

Michael Seiler<sup>1</sup>, Julia Ullrich<sup>2</sup>, Sarath Chandra Meda<sup>1</sup>, Annika Gambke<sup>2</sup>, Andrea Barz<sup>1</sup>,  
Andreas Neudeck<sup>2</sup>, Jens Bliedtner<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Jena, Deutschland

<sup>2</sup>Textilforschungsinstitut Thüringen-Vogtland e.V., Greiz, Deutschland

## Kurzfassung

Anwendungen im Bereich smarte Textilien gewinnen in den letzten Jahren zunehmend an Bedeutung. Häufig ist die elektrische Leitfähigkeit der textilen Strukturen die Grundvoraussetzung für sensorische und aktorische Aufgaben. Leitende Strukturen, die mit momentan existierenden Technologien erzeugt werden, erfüllen jedoch nicht das hohe textile Anforderungsprofil an Widerstandsfähigkeit wie Waschbarkeit und Flexibilität. Bisherigen Lösungen, wie leitfähigen Garnen mangelt es an Knickbruchbeständigkeit und bei der Verwendung von leitfähigen Tinten ist die elektrische Leitfähigkeit zu gering. Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Generierung elektrisch leitfähiger Strukturen mit Hilfe einer laserbasierten Pulverbeschichtungstechnologie. Dabei werden zwei möglich industriell einsetzbare Varianten vorgestellt und bewertet. Für die Beschichtung wird ein Gemisch aus TPU Pulver und Silberpartikeln verwendet. Dieses wird durch CO<sub>2</sub>-Laserstrahlung auf dem Textil fixiert. Die entstehenden Strukturen werden mit analytischen und mikroskopischen Methoden ausgewertet.

During the last years the applications of smart textiles have increasingly important in industry. The electrical conductivity of textile structures is often the basic requirement for sensor and actuator tasks. However, conductive structures produced with currently existing technologies do not meet the high textile requirement profile for resistance, washability and flexibility. Previous solutions, such as conductive yarns, show a lack of break resistance and applying conductive inks, the electrical conductivity is too low. This work deals with the generation of electrically conductive structures using a laser-based powder coating technology. Two possible industrially applicable variants are presented and evaluated. A mixture of TPU powder and silver particles is used for the coating, which is deposited to the textile by CO<sub>2</sub> laser radiation. The resulting structures are evaluated by analytical and microscopic methods.

## 1. Einleitung

Der Alltag des Menschen im 21. Jahrhundert ist durch eine fortschreitende Digitalisierung geprägt. Dies spiegelt sich bspw. in einer wachsenden Vernetzung zwischen Bedienern und Geräten. Dafür werden sensorische Daten aufgenommen, verarbeitet und visuell aufbereitet. Gegenwertig werden die Endgeräte, wie smarte Uhren oder Brustgurte, separat am Körper getragen. Seit vielen Jahren beschäftigen sich nationale und internationale Hersteller und Institute mit der Umsetzung bekannter und neuer Techniken für textile Produkte. Vorrangiges Ziel ist die Funktionalisierung textiler flächiger Waren zur Herstellung sogenannte „E-Textiles“ oder „Smart Textiles“. Grundlegende Voraussetzungen dafür sind textilintegrierte leitfähige Strukturen mit hoher Designfreiheit. Jedoch erfüllen bestehende Systeme nicht vollständig die Anforderungen des Marktes vor allem hinsichtlich Widerstandsfähigkeit und notwendiger individueller Fertigung [1,2]. Mit bestehenden Technologien lassen sich keine Produkte anfertigen, die eine hohe Flexibilität aufweisen sowie an das textile Anforderungsprofil v.a. in Bezug auf Waschbarkeit, Abrieb- und Knickbruchbeständigkeit angepasst sind und trotzdem hohe und homogene leitfähige Eigenschaften garantieren. Ein

aktueller Überblick im Bereich der Smart Textiles für Produkte und Entwicklungen ist in [3–5] einzusehen. Ein Überblick zur Erzeugung von Textilsubstraten mit integrierten, leitfähigen Eigenschaften ist in Abbildung 1 dargestellt.

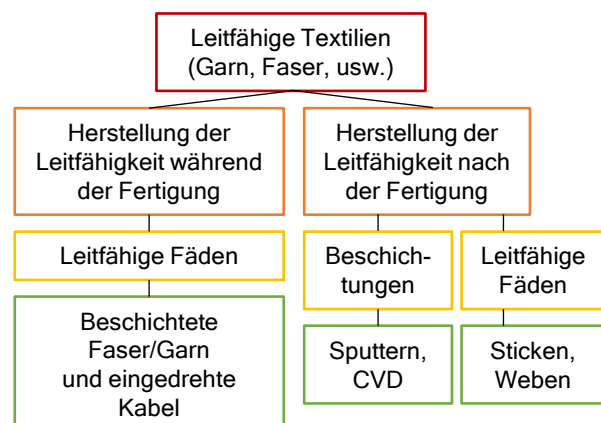


Abbildung 1: Überblick zur Erzeugung von Textilsubstraten mit integrierten, leitfähigen Eigenschaften, in Anlehnung an [2]

Eine Möglichkeit der Realisierung von leitfähigen Strukturen ist die Integration leitfähiger Garne, Drähte und Litzen. Nach wie vor mangelt es den Strukturen an

Knickbruchbeständigkeit und zuverlässigen Kontaktstellen. Der Einsatz von leitfähigen Polymeren und Tinten, die digital appliziert werden können, erhält die textile Haptik, scheitert jedoch meist an der geforderten Leitfähigkeit [6].

## 2. Zielstellung und Motivation

Das TITV Greiz entwickelte in den letzten Jahren eine Technologie zur Herstellung von textilen Substraten mittels Funktionspulver. Dieser neue Ansatz verbindet Grundlagen aus der elektrostatischen Pulverbeschichtung und dem additiven Verfahren des elektiven Lasersinterns von Polymeren. Die Pulverbeschichtungstechnologie des TITV Greiz zeigt in bisherigen Arbeiten vielversprechende Ergebnisse zur Erzeugung hochfunktionalisierter Beschichtungen, die sehr flexibel und knickbruchbeständig sind sowie Waschbeständigkeit aufzeigen [7]. Die bisher verwendete, manuelle Pulverapplikation mittels Rakel und Schablone mit flächiger Fixierung ist zeit- und kostenintensiv und für die Industrie wenig relevant. Die Designfreiheit ist durch Herstellung der Schablonen eingeschränkt und keine individualisierte Fertigung möglich.

Das Ziel dieser Arbeit ist daher die Entwicklung eines digitalen und selektiven Auftrags- und Fixierverfahrens für eine reproduzierbare Fertigung und den Einsatz in der Industrie. Im Vordergrund steht die Generierung filigraner, flexibel gestaltbarer Strukturen und elektrischer Widerständen mit einer lateralen Auflösung < 1500 µm. Zur Realisierung werden zwei Lösungsansätze verfolgt. Das TITV Greiz untersucht einen zweistufigen Prozess, bei dem ein Pulvergemisch auf das textile Substrat aufgebracht und anschließend mit Laserstrahlung fixiert wird. Vorteilhaft ist in diesem Fall, dass ein homogenes Pulvergemisch eingesetzt wird, welches als solches auch auf der Textiloberfläche appliziert werden kann. Die EAH Jena entwickelt einen einstufigen Prozess, bei dem die verwendeten Pulver in einem Laserkopf mit Düse vereint werden. Die Fixierung des Pulvergemisches erfolgt simultan mit dem Auftrag. Der Vorteil dieser Prozessführung besteht zum einen in der Möglichkeit das Verhältnis der Pulver während des Prozesses zu variieren und zum anderen in einer erwarteten höheren Haftfestigkeit der Funktionsschicht. Die Abbildung 2 zeigt schematisch beide zu entwickelnden Prozessvarianten.

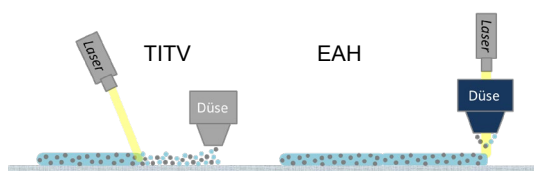


Abbildung 2: Schematische Darstellung beider Lösungsansätze (links: einstufig am TITV, rechts: zweistufig an der EAH)

## 3. Vorstellung der verwendeten Pulver

Für die Entwicklung des Verfahrens werden verschiedene Kunststoffpulver und Funktionspigmente auf ihre

Eignung untersucht. Die Auswahl umfasst folgende Pulver:

Ausgewählte Pulverbinder:

- Thermoplastisches Polyurethan (TPU), Luvosint, Fa. Lehmann & Voss GmbH
- Thermoplastisches Polyurethan (TPU), Rowalit, Fa. Rowak AG

Ausgewählte leitfähige Funktionspigmente:

- Silber Flakes, ES-4, DODUCO GmbH
- Versilberte Aluminiumpigmente, eConduct Al 202000, Eckart GmbH
- Silberpulver, AGP, DODUCO GmbH

Beide Gruppen umfassen ein TPU Trägermaterial, dass in verschiedenen Masseprozenten mit leitfähigen Funktionspartikeln gemischt werden kann. Zum gegenwertigen Stand ist das Gemisch hochgefüllt mit einem Massenanteil von 60-80 % an Funktionspigmenten, um eine ausreichende Leitfähigkeit zu gewährleisten.

Durch verschiedene Analysemethoden konnten über die Datenblätter hinaus die Eigenschaften der Pulver geprüft bzw. verifiziert werden. In Tabelle 1 sind die relevanten Eigenschaften zusammengefasst.

Tabelle 1: Relevante Eigenschaften der verwendeten Pulver

Bezeichnung	Rowalit	Luvosint	ES-4	202000	AGP
Schüttdichte in g/cm <sup>3</sup> (gemessen)	0,440	0,517	2,719	1,445	2,921
D50 in µm (Hersteller)	-	50	15-25	15-21	20-40
D50 in µm (gemessen)	67,7	89,1	-	21,6	30,1
förderbar mit GTV	-	✓	✓	✓	✓

Die Schüttdichte (DIN EN ISO 60) und die Rieselfähigkeiten (DIN EN ISO 6186) konnten an der EAH Jena mit zwei an die jeweilige DIN Norm angelehnten Aufbauten bestimmt werden [8,9]. Die Messungen zur Partikelgrößenverteilung wurden mit dem Mastersizer 2000 der Firma Malvern durchgeführt. Die allgemeine Möglichkeit der Förderung der gewählten Pulver konnte mit dem Pulverförderer PF2/2 der Firma GTV Verschleißtechnik untersucht werden.

## 4. Entwicklung und Aufbau der Anlagentechnik

In diesem Kapitel soll die Umsetzung beider Prozesse in Form der entwickelten Anlagentechnik dargestellt werden.

Zweistufiger Prozess am TITV Greiz

Die Entwicklung des zweistufigen Prozesses (Abbildung 2 links) bedient sich des Prinzips des selektiven Lasersinterns (SLS). Dabei wird die Energie der Laserstrahlung lokal begrenzt durch die zuvor aufgebraute Partikel des Pulvers absorbiert, wodurch diese gezielt verschmelzen. Die Herstellung der Pulvermischungen erfolgt im Vorfeld durch gezielte Dosierung der Komponenten und

anschließende Durchmischung in einem Labormischer. Im ersten Schritt wird ein vorher hergestelltes Pulvergemisch aus leitfähigen Funktionspigmenten und polymeren Pulverbinder (3) auf das textile Substrat (2) über Bewegung der Portalachsen (4) aufgebracht. Dies erfolgt mittels einer vibrationsgesteuerten Pulverdüse (1), die in Abbildung 3 dargestellt ist.

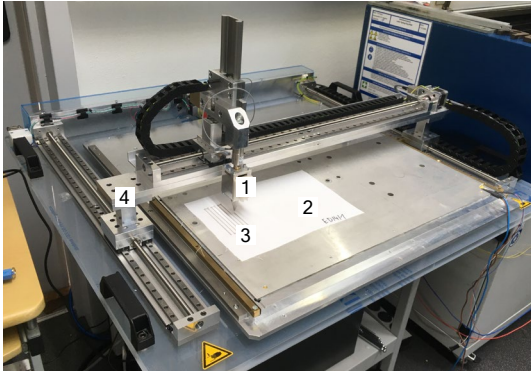


Abbildung 3 Anlage zur Applikation feiner Strukturen mittels vibrationsgesteuerter Pulverdüse

Im Anschluss erfolgt in einem separaten Schritt die selektive Fixierung des Pulvergemisches mittels eines CO<sub>2</sub>-Lasers ZING 10000 der Firma EPILOG (Abbildung 4).



Abbildung 4: CO<sub>2</sub>-Lasers EPILOG ZING Modell 10000 zur Fixierung der Pulverstruktur

Die Herausforderung des zweistufigen Prozesses liegt zum einen in der Erarbeitung geeigneter Parameter zum Aufbringen feiner Pulverbahnen mit der Pulverdüse und zum anderen in der Abstimmung der Laserparameter auf die verschiedenen Pulvermischungen und Textilsubstrate. Darüber hinaus sind Optimierungen der angestrebten Layouts für die digitale Applikation notwendig.

#### Einstufiger Prozess an der EAH Jena

Die Entwicklung des einstufigen laserbasierten Prozesses basiert auf dem Prozess und der Anlagentechnik des Laserauftragschweißens (LAS), dessen Grundprinzip in Abbildung 3 zu sehen ist.

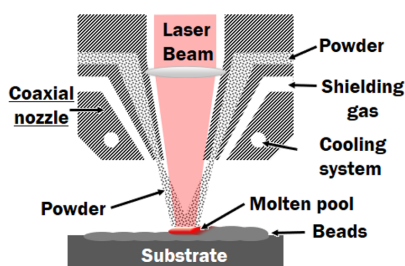


Abbildung 5: Grundprinzip des Laserauftragschweißens nach [10]

Der Verfahrensunterschied ist, dass beim LAS die Laserstrahlung auf die metallische Werkstoffoberseite fokussiert ist, um dort ein Schmelzbad zu Erzeugung in das Pulvermaterial eingebracht wird. In dieser Arbeit soll das Textilsubstrat weder umgeschmolzen oder zerstört werden, daher wird zusätzlich zur Laserleistung die Fokusslage oberhalb des Substrats variiert, um das geförderte Pulvergemisch anzuschmelzen mit dem Ziel, dass es auf dem Textilsubstrat anhaftet. Der Aufbau ist in Abbildung 6 schematisch dargestellt.

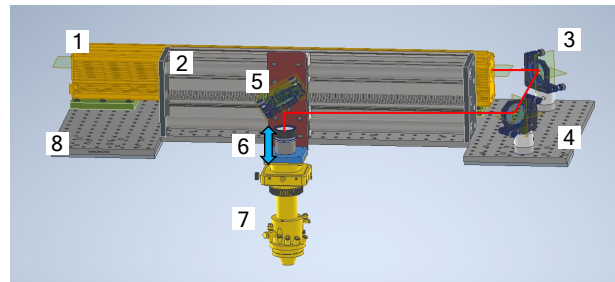


Abbildung 6: Schematischer Aufbau des einstufigen Laserprozesses an der EAH Jena

Ausgehend von der CO<sub>2</sub>-Laserquelle der Firma Synrad (1) wird die Strahlung über drei Spiegelelemente (3, 4, 5) in eine Meniskuslinse (6) geleitet. Diese ist beweglich gelagert und die der Einstellung der Fokusebene hinter der Pulverdüse der Firma GTV Verschleißtechnik GmbH (7). Alle Komponenten sowie die x-Achse (2) sind auf einem angepassten Breadboard (8) aufgebaut, dass sich auf der y- und z-Achse befindet, um die nötigen Zustellbewegungen durchzuführen. Der Düsenkopf bietet drei Einstellgrößen, um den Pulverfokus zu variieren. Über die Verstellmöglichkeit der Meniskuslinse (2) kann dieser zum Substrat sowie zum Laserstrahl optimiert werden. Für die gewünschte Einstellung des Pulvergemischs wird der Pulverförderer PF2/2 der Firma GTV Verschleißtechnik GmbH verwendet. Wie aus Tabelle 1 ersichtlich sind vier der 5 Pulver förderbar. Die ermittelten Förderparameter sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2 Parameter der Pulverförderung

Pulver	Drehzahl	Rührer	Trärgas
Rowalit	1 U/min	80%	8 l/min
Luvosint	2 U/min	30%	5 l/min
Eckart	2,5 U/min	30%	5 l/min
ES-4	1,7 U/min	80%	5 l/min
AGP	1,3 U/min	30%	4 l/min

## 5. Zusammenfassung und Ausblick

Nach dem erfolgreichen Aufbau und der Inbetriebnahme der Anlagentechnik erfolgt nun die systematische Parametruntersuchung zum Auftrag und der Laserfixierung des Pulvers. Am Beispiel der Abbildung 7 sind die bisher umgesetzten Verfahrensbewegungen für den Pulverauftrag erkennbar.

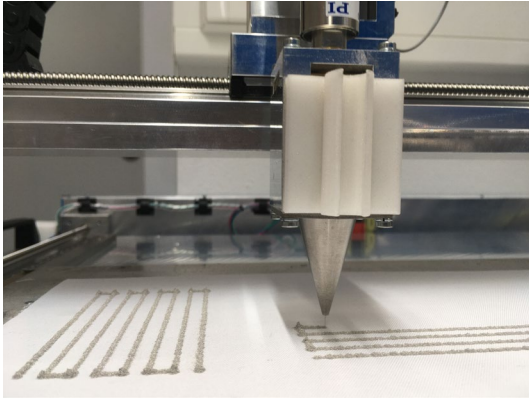


Abbildung 7: Separater Pulverauftrag mittels Vibrationsdüse am TITV Greiz

Durch die kontinuierliche Pulverförderung entstehen an den Start- und Umkehrpunkten momentan Anhäufungen des Pulvers, was weiter optimiert werden muss bevor es zu Fixierung kommt. Die finalen Leiterbahnen werden mit Prüftechnik am TITV auf ihre Zielparameter, wie Widerstand und Haftfestigkeit, geprüft.

### Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

Die Autoren bedanken sich für die Förderung des Vorhabens (IGF Vorhabens Nummer 22558 BR) bei der

### Literaturverzeichnis

- [1] Perenzoni, Matteo, Lucio Pancheri, und David Stoppa (2014): Compact SPAD-based pixel architectures for time-resolved image sensors. *Sensors*, 14, 11957-11992.
- [2] Castano, Lina M., und Alison B. Flatau (2014): Smart fabric sensors and e-textile technologies: a review. *Smart Materials and structures*, 23, 053001.
- [3] Dias, Tilak (2015): *Electronic textiles: Smart fabrics and wearable technology*. Woodhead Publishing.
- [4] Gehrke, Inga, et al. (2019): *Smart textiles production: Overview of materials, sensor and production technologies for industrial smart textiles*. MDPI-Multidisciplinary Digital Publishing Institute.
- [5] Kirstein, Tünde (2013): *Multidisciplinary know-how for smart-textiles developers*. Elsevier.
- [6] Neudeck, Andreas, Zimmermann, Yvonne und Möhring, Uwe (2017): *Digital Printed InteractiveTextiles*, Proceedings of the Techtexil Symposium, Frankfurt a. M..
- [7] Gambke, Annika: (2022): *New and promising technologies to combine textile structures with LEDs*, ICM – International Congress Center Messe München, Poster.
- [8] DIN EN ISO 60:2000-01: *Kunststoffe - Bestimmung der scheinbaren Dichte von Formmassen, die durch einen genormten Trichter abfließen können (Schüttdichte)*, Beuth Verlag GmbH, Berlin.
- [9] DIN EN ISO 6186:2023-10: *Kunststoffe - Bestimmung der Rieselfähigkeit*, Beuth Verlag GmbH, Berlin.
- [10] Ahn, Dong-Gyu (2021): Directed energy deposition (DED) process: State of the art. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, 8, 703-742.

Industriellen Gemeinschaftsforschung aus dem Bundeshaushalt. Zusätzlich möchten wir den Partner/innen aus dem Industriebereich für die bisherigen Unterstützungen und für die inhaltlichen Diskussionen danken.

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

### Kontakt Daten

Ernst-Abbe-Hochschule Jena  
 Carl-Zeiss-Promenade 2  
 07745 Jena  
 Michael Seiler  
 michael.seiler@eah-jena.de

Textilforschungsinstitut Thüringen-Vogtland e.V.  
 Zeulenrodaer Straße 42  
 07973 Greiz  
 Julia Ullrich  
 j.ullrich@titv-greiz.de

# Entwicklung eines CO<sub>2</sub>-Laser Bearbeitungsprozesses für die Herstellung optischer Faserendflächen

Jan Bachale<sup>1</sup>, André Streek<sup>1</sup>, Georg Kuka<sup>2</sup>

<sup>1</sup>) Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

<sup>2</sup>) advanced fiber tools GmbH, Mittweida, Deutschland

*In der Medizintechnik, insbesondere in der minimal invasiven Chirurgie, wird der Laser häufiger als ein ideales Werkzeug genutzt, um operative Eingriffe mit kleinstmöglichem Trauma sehr effizient durchzuführen. Dabei muss die Strahlung des Lasers in der minimal invasiven Laserchirurgie in eine medizinische Lasersonde eingekoppelt und zumeist mithilfe eines Katheters zum Ort der Behandlung geführt werden. Mit der Entwicklung von Laserquellen hin zu höheren Ausgangsleistungen, besserer Laserstrahlqualität und stärkerer Fokussierbarkeit ist auch die Entwicklung neuer Lichtwellenleiter notwendig. Im Rahmen eines geförderten ZIM-Projektes wurden neuartige Verfahrensprinzipien zur Herstellung von proximalen Endflächen durch Laserpolieren und die Realisierung unterschiedlicher End-Cap-Formen zur Laserstrahlformung am distalen Faserende entwickelt. Positive Begleiterscheinungen der neuentwickelten Lasertechnologien sind u.a. die Verbesserung der Oberflächenrauheit, der Abbau mechanischer Spannungen an den Endflächen und eine hohe Reproduzierbarkeit.*

## 1. Einleitung

Lichtwellenleiter sind Hilfsmittel, die elektromagnetische Wellen von der Quelle zum Einwirkort leiten. Mit der Entwicklung von Laserquellen hin zu höheren Ausgangsleistungen, besserer Laserstrahlqualität und stärkerer Fokussierbarkeit ist auch die Entwicklung neuer Lichtwellenleiter notwendig. Die elektromagnetischen Wellen werden im Kern (Core) des Wellenleiters geführt (Abb. 1). Der Faserkern besteht häufig aus Quarz (SiO<sub>2</sub>) und der Fasermantel aus Fluor-dotiertem Quarz.

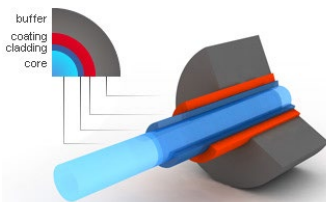


Abbildung 1: prinzipieller Aufbau eines optischen Lichtwellenleiters

Da der Einsatz des Lasers in medizinischen Anwendungen stetig zunimmt, steigt damit der Bedarf an speziellen Lichtwellenleitern. Je nach Anwendung werden Laser mit unterschiedlichen Wellenlängen eingesetzt. Der Wellenlängenbereich reicht dabei von 180 nm -10.600 nm, wobei Laserstrahlung im Wellenlängenbereich 180 nm – 3.000 nm mittels optischer Fasern bis zur Wirkstelle geführt werden kann. Gerade dieser Bereich ist auch der typische Anwendungsfall für fast alle medizinischen Applikationen.

## 2. Motivation

Bei der Konfektionierung eines optischen Wellenleiters mit einem Steckverbinder werden am Ende des Wellenleiters zunächst der Buffer und das Coating entfernt und der Wellenleiter in den Stecker eingeführt. Es erfolgt die Fixierung z.B. durch Einkleben der Faser im Stecker. Im nächsten Arbeitsschritt wird das aus dem Stecker überstehende Wellenleiterende mit einem Faserbruchgerät getrennt. Im Idealfall brechen die Fasern, so dass sie den Qualitätsanforderungen genügen. Die Firma advanced fiber tools hat den Anspruch, ihre Kunden mit qualitativ hochwertigen Produkten zu beliefern. Das Brechen der Fasern ist jedoch von einem engen Parameterfeld abhängig. Weicht nur ein Parameter wie Zugkraft, Schärfe des Diamanten bzw. der Keramikklinge, Temperatur, Luftfeuchte usw. ab, so kommt es zu Bruchschadensbildern, die eine Auslieferung qualitätsbedingt an den Endabnehmer nicht ermöglichen. Diese Fasern müssen aufwändig durch mehrere Polierschritte nachbearbeitet werden. Abbildung 2 zeigt eine gebrochene Faserendfläche mit einem akzeptablen Bruchergebnis. Der Bruch stellt den technisch befriedigenden Fall dar, der nach gegenwärtigem Stand der Technik mit konventionellen mechanischen Bruchgeräten (Fiber-Cleaver) erreicht werden kann. Typische Randerscheinungen, insbesondere für Faserdurchmesser > 200 µm, sind Ausplatzungen im Bereich des Einschlages der Diamantklinge und Bereiche erhöhter Rauigkeit auf der gegenüberliegenden Seite des „Klingenanrisses“.

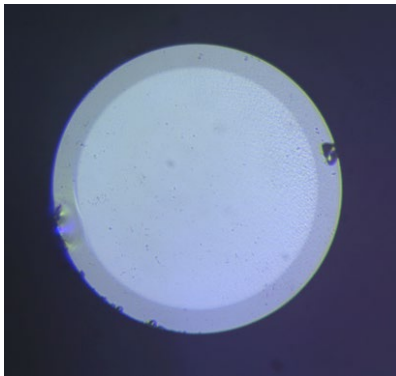


Abbildung 2: Endfläche einer konventionell gebrochenen Glasfaser (im Anwendungsbereich medizinischer Lasersonden); der Faserkern des Lichtwellenleiters erscheint als heller Kreis; die Querschnittsfläche des Fasermantels (Cladding) als dunkler Ring

Wird der Faserkern beim Faserbrechen beschädigt oder bilden sich Bereiche mit erhöhter Oberflächenrauigkeit auf der gebrochenen Faserendfläche (Abbildung 5 – rechte Abbildung), so würde sich das Risiko einer Schädigung der Faserendfläche durch Einkopplung leistungsstarker Laserstrahlung stark erhöhen, da Strahlung in den Fasermantel gebrochen bzw. gestreut wird. In Folge dessen muss der Faserbruch-Prozess wiederholt werden, was den Arbeitsaufwand bei der Lasersonden-Herstellung erhöht.

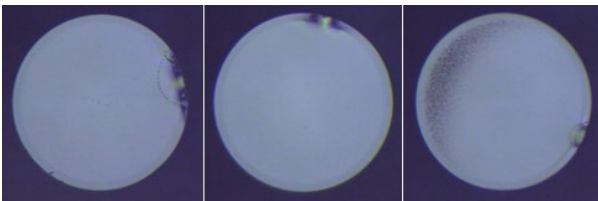


Abbildung 3: Beispiele inakzeptabler Bruchergebnisse

In allen Faserbrüchen ragt der „Anriss“ bis in den lichtführenden Kernbereich hinein. Zudem setzt in der rechten Abbildung ein Bereich mit sichtbar erhöhter Oberflächenrauigkeit die Bruchqualität stark herab.

Im Rahmen des ZIM-Projektes wurde ein neuartiges Verfahrensprinzip zur Herstellung der Endflächen entwickelt. Die optischen Faserendflächen sollten nicht mehr durch ein mechanisches Verfahren erzeugt werden, sondern mittels eines speziellen Lasermaterialbearbeitungsverfahrens.

Merkmale des im ZIM-Projekt entwickelten innovativen Laserverfahrens:

- Vermeidung des Klingeneinschlages
- Beseitigung der markanten Oberflächenrauheit
- Hohe Reproduzierbarkeit (einhergehend mit erhöhter Ausbeute)
- Abbau mechanischer Eigenspannungen an den Endflächen
- Langfristige Kostenreduzierung bei der Herstellung der medizinischen Lasersonden

Die optischen Fasern, deren Durchmesser im Bereich von 270 - 1000 µm liegen, sind eingangsseitig (proximal)

mit Fasersteckern konfektioniert. Die Einkopplung der Laserstrahlung in die medizinische Lasersonde wird zu meist über Linsensystemen realisiert. Die Linse bzw. das Linsensystem fokussiert die Strahlung auf die Endfläche des Wellenleiters. Die Optiken werden so gewählt, dass der optische Kern des Lichtwellenleiters nicht überstrahlt wird, andernfalls würde dies in den meisten Fällen, insbesondere bei hohen Laserleistungen, zur Zerstörung des Wellenleiters führen.

Im Bereich der minimal-invasiven Chirurgie ist der Trend hin zu immer kleineren Sonden, Kameras und Instrumenten weiter ungebrochen. Kleinere Lasersonden verwenden zwangsläufig Lichtwellenleiter mit kleineren Kerndurchmessern, wodurch die Intensitäten an den proximalen Faserendflächen des Lichtwellenleiters stark zunehmen (halber Durchmesser = vierfache Intensität).

Durch spezielle an- oder umgeschmolzene Faseroptiken am distalen Ende der medizinischen Lasersonde, auch als bare fiber bezeichnet (Abbildung 6), kann eine gezielte Strahlformung und -umlenkung am Fasersondenaustritt realisiert werden und diese somit für die jeweilige minimal invasive Operationsmethode adaptiert werden.

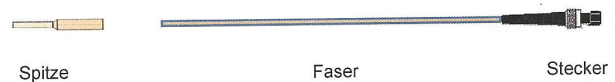


Abbildung 4: prinzipieller Aufbau einer bare fiber

Bare fiber Spitzenformen können mit verschiedenen Abstrahlcharakteristiken für spezielle Einsatzzwecke genutzt werden.

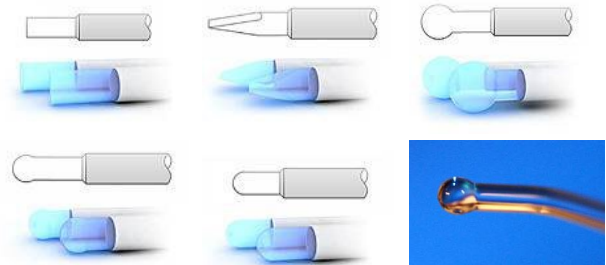


Abbildung 5: bare fiber Spitzenformen

Das Einsatzgebiet der bare fiber bei medizinischen Anwendungen ist sehr vielfältig. So werden diese zum Beispiel in der Augenheilkunde, der Urologie, der Dermatologie, der Gastroenterologie, der Ophthalmologie und der Venenchirurgie eingesetzt.

Alle Spitzenformen koppeln die Laserstrahlung in Verlängerung der Faser aus und je nach Form kann die Laserstrahlung gebündelt, fokussiert oder zerstreut werden.

Im Projekt wurden zum einen die Technologien des Laserpolierens proximaler Endflächen durch Einzelpulse und zum anderen das Laserschneiden/-laserpolieren proximaler und distaler Endflächen entwickelt.

### 3. Realisierung laserpolierter proximaler und lasergeschnittenen/-polierten distalen Faserendflächen

#### 3.1. Anlagentechnik

Grundlage für die Polieruntersuchungen an den proximalen Faserendflächen war die Realisierung einer speziellen Bearbeitungsstation. Ausgestattet wurde die Anlage mit folgenden Grundkomponenten:

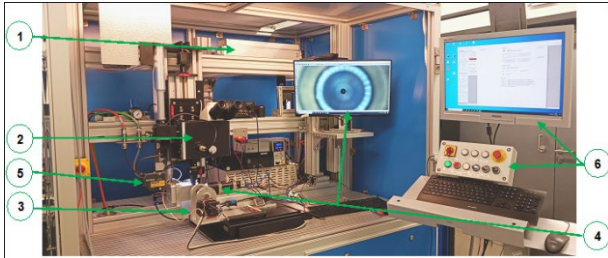


Abbildung 6: Laseranlage – Konfiguration zum Laserpolieren mit Einzelpulsen und zum Laserschneiden / -polieren

Anlagenkomponenten:

- 1.) CO<sub>2</sub>-Laser
- 2.) Spezielle Bearbeitungsoptik
- 3.) 5-Achs-System mit X-Y-Z Linearachsen und rotatorische Dreh-Schwenkachse
- 4.) Beobachtungskamera mit Monitor
- 5.) Linientriangulationssensor
- 6.) Maschinensteuerung mit Monitor

Ein CO<sub>2</sub>-Laser der Firma Coherent mit 100 W Laserleistung wurde vom Projektpartner AFT angeschafft und in die Bearbeitungsanlage integriert. Die Laserstrahleigenschaften des CO<sub>2</sub>-Lasers, wie Laserstrahlleistung und -strahlkaustiken für die verschiedenen Brennweiten wurden mit einem Primes Power- und Fokusmonitor vermessen. Für die Optik mit 50 mm Brennweite wurde ein Fokusbrenndurchmesser von 83  $\mu\text{m}$  und für die 25 mm Brennweiten von 69  $\mu\text{m}$  ermittelt.

Für die genaue Positionierung des zu bearbeitenden Faserendes wurde im Rahmen einer Praktikumsarbeit eine motorisch gesteuerte Dreh-Schwenkvorrichtung konstruktiv gestaltet, aufgebaut und die Maschinensteuerung integriert. Die Besonderheiten dieser Vorrichtung sind zum einen, dass der Dreh- und Schwenkpunkt des Faserendes sich mit dem Bearbeitungspunkt des Lasers in jeder beliebigen Stellung der Dreh-Schwenkvorrichtung deckt und zum anderen, dass eine Rundlaufgenauigkeit von  $<10 \mu\text{m}$  eingehalten werden kann.:

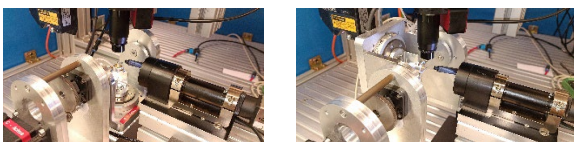


Abbildung 7: Dreh-Schwenk-Vorrichtung in Bearbeitungsstellung

Links: senkrecht auf die Faserendfläche zum Laserpolieren mit Einzelpulsen

Rechts: senkrecht zur Fasermantelfläche zum Laserschneiden/-polieren

#### 3.2. Laserpolieren proximaler Faserendflächen

Zur konzentrischen Ausrichtung des Laserstrahles auf die zu polierende proximale Faserendfläche wurde eine spezielle Bearbeitungsoptik entwickelt und konstruiert. Bedingt durch die Wellenlänge des CO<sub>2</sub>-Lasers können zur Strahlführung nur nichttransparente Optiken eingesetzt werden. So dass für die optische Beobachtung im sichtbaren Wellenlängenspektrum über ein Binokular ein zusätzlicher Strahlengang in den Laser-Strahlengang eingespiegelt werden musste.

Mit dieser speziellen Bearbeitungsoptik kann zum einen eine optische Justierung mittels Binokulars konzentrisch auf dem Faserende vorgenommen werden, ohne den aktiven Laserstrahl für eine Positionierung zu verwenden. Wahlweise können Optiken mit verschiedenen Brennweiten für die Laserbearbeitung zur Variation des Strahldurchmessers und der Laserstrahlkaustik eingesetzt werden. Derzeit stehen 3 Optiken für die Laserbearbeitung zur Verfügung:

- Konvexlinse mit 50 mm Brennweite
- Konvexlinse mit 25 mm Brennweite
- Asphärische Linse mit 25 mm Brennweite

Auf die Möglichkeit statt des Binokulars eine Kamera einzubauen, wurde aufgrund der schlechten optischen Auflösung verzichtet und stattdessen eine externe 18M-Pixel Kamera mit Zoom-Objektiv für Positionierung und Prozessbeobachtung, sowie für die Qualitätsbeurteilung nach dem Laserbearbeitungsprozess eingesetzt

Durch die systematische Variation verschiedener Parameter wie Laserleistung, Pulsdauer-Pulsabstand, Größe des Laserstrahldurchmessers auf der Faseroberfläche sowie Einzel- bzw. Mehrpulsverfahren konnten Parametersätze ermittelt werden, mit denen faseroptische Endflächen mit sehr guten Qualitätskriterien, wie sehr glatten Oberflächen mit sehr geringer Rauheit, sehr geringer Oberflächenwelligkeit und geringste Kantenverrundungen herstellbar sind. Die Bearbeitung der Faserendflächen durch Einzel- bzw. Mehrfachpulse erfolgte dabei stets senkrecht zur proximalen Faseroberfläche. Die Bearbeitungszeiten lagen je nach Anzahl der Laserpulse bei weniger als einer bis maximal 4 Sekunden, was eine deutliche Verkürzung der Bearbeitungszeit im Vergleich zu mechanisch gebrochenen und polierten Faserendflächen bedeutet.

Mit jedem Parametersatz wurden jeweils 5-10 Proben angefertigt, um die Stabilität der Untersuchungsergebnisse nachzuweisen

Die laserpolierten Faserendflächen wurden mit verschiedenen Auswerteverfahren beurteilt. So konnten durch lichtmikroskopische Aufnahmen im Auf- und Durchlichtverfahren die Oberflächenrauheit und der Transmissionsgrad bewertet werden. Eine Auswertung der Faserendflächen mittels Rasterelektronenmikroskopie war nicht zielführend, da die laserpolierten Oberflächen zu glatt waren.

Als eine bessere und viel schnellere Methode zur Beurteilung der Faserendflächentopologie erwies sich die



Auswertung mittels konfokaler Laser-Scanning-Mikroskopie. Die Messungen der Form und Oberflächenrauheit erfolgen dabei zerstörungsfrei im Submikrometerbereich. Alle laserbearbeiteten Faserendflächen wurden im Anschluss an die Bearbeitung direkt im Laserlabor einer lichtmikroskopischen Auswertung im Auf- und Durchlichtverfahren unterzogen. Nach den Parameter-Testfeld-Untersuchungen wurde alle laserbearbeiteten Endflächen mittels Laserscanning-Mikroskopie hinsichtlich ihrer Oberflächentopologie, wie Rauigkeit, Oberflächenwelligkeit und Kantenverrundung ausgewertet. Die besten laserpolierten Faserendflächen wurden anhand der Auswertungen mit mechanisch polierten Endflächen der Firma AFT einem qualitativen Vergleich unterzogen. So konnten laserpolierte Endflächen mit besseren Rauheiten ( $R_a$  0,009  $\mu\text{m}$ ) als bei mechanisch polierte Endflächen ( $R_a$  0,011-0,025  $\mu\text{m}$ ) erzielt werden.

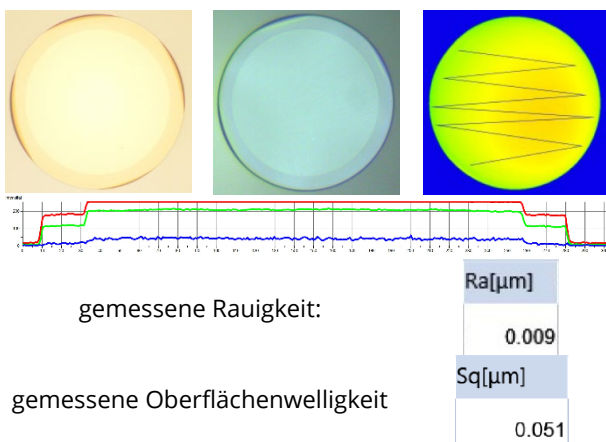


Abbildung 8: laserpolierte proximale Faserendfläche

Der Projektpartner AFT beauftragte das Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS mit Untersuchungen zur Streuung der mechanisch bearbeiteten und laserpolierten Endflächen in Abhängigkeit von der Präparationsart. Auch bei diesen Untersuchungen hat sich gezeigt, dass die laserpolierten Faserendflächen qualitativ besser sind als die mechanisch bearbeiteten Endflächen.

### 3.3. Realisierung verschiedener End Cap Formen an distalen Faserendflächen

Durch spezielle an- oder umgeschmolzene Faseroptiken am distalen Ende der medizinischen Lasersonde, auch als bare fiber bezeichnet, kann eine gezielte Strahlformung und -umlenkung am Faserendenaustritt realisiert werden und diese somit für die jeweilige minimal invasive Operationsmethode adaptiert werden. Dazu wurden die Lichtwellenleiterfasern in der Dreh-Schwenkvorrichtung positioniert und die Schwenkachse unter verschiedenen Winkeln angestellt. Die Untersuchungen zur Realisierung der verschiedenen End Cap Formen erfolgte vorwiegend an Faser mit 270  $\mu\text{m}$  Durchmesser, als auch an Fasern mit 1000  $\mu\text{m}$  Durchmesser. Prinzipiell wurden die Bearbeitungsprogramme zur Realisierung der End Cap Formen so programmiert, das als

erstes ein Laserschneidprozess der gebrochenen Faserenden und im Anschluss ein Umschmelz- und Polierprozess mit definierter Abkühlphase durch einen Gasstrom erfolgte. Zu Beginn wurde die Schwenkvorrichtung auf  $90^\circ$  gedreht und eine Faser bei einer Drehgeschwindigkeit von 1 U/sec lasergeschnitten und laserpoliert. Dabei ergab sich am Faserende ein stumpfer Winkel von  $13^\circ$ . Durch Korrektur der Schwenkvorrichtung auf  $82,7^\circ$  konnten dann senkrechte, plane Endflächen durch Laserschneiden/Polieren erzeugt werden. Dadurch wurde nicht nur eine höhere Qualität für die proximale Einkopplung und distale Auskopplung der Laserstrahlung erzielt, sondern auch die Effizienz der Herstellung von Faserendflächen in optischer Qualität konnte deutlich verbessert werden.

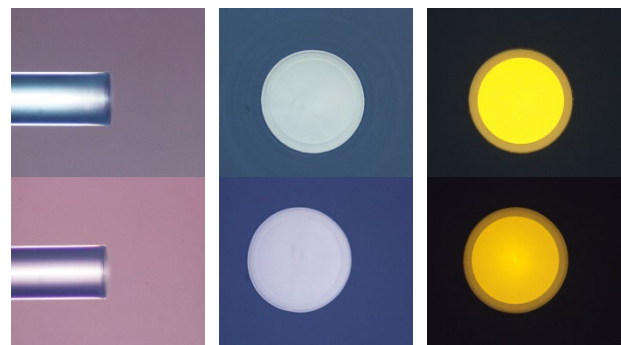


Abbildung 9: 270 $\mu\text{m}$  Faser lasergeschnitten/-poliert

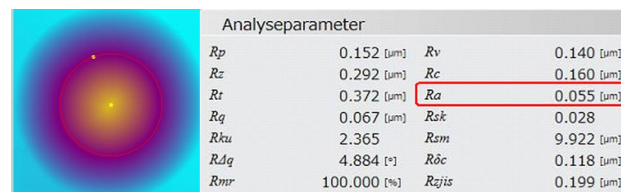


Abbildung 10: Messergebnisse der Rauigkeit

Durch Änderung des Anstellwinkels der Schwenkachse wurden verschiedene runde Spitzenformen mit verschiedenen Winkeln am Faserende realisiert. Bei einem Anstellwinkel der Schwenkachse von  $125^\circ$  ergab sich sogar eine Spitze die einen Winkel von  $49,5^\circ$  aufweist. Dies bedeutet das an den laserbearbeiteten Flächen die Laserstrahlung totalreflektiert wird und nicht mehr in Richtung des Faserendes austritt, sondern seitlich weggestrahlt wird.

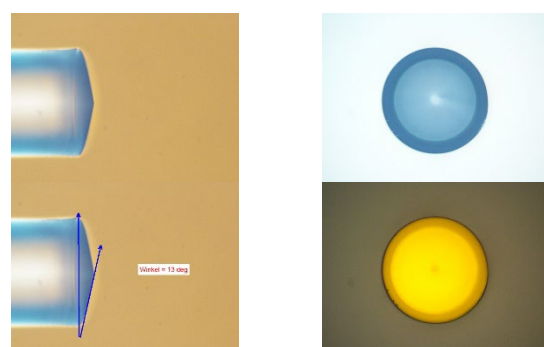


Abbildung 11: 270  $\mu\text{m}$  Faser lasergeschnitten/-poliert, Winkel  $13^\circ$

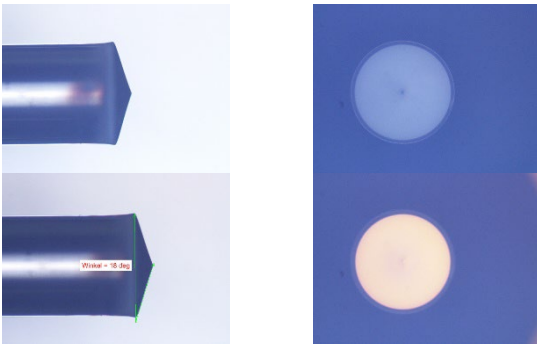


Abbildung 12: 1 mm Faser lasergeschnitten/-poliert, Winkel 18°

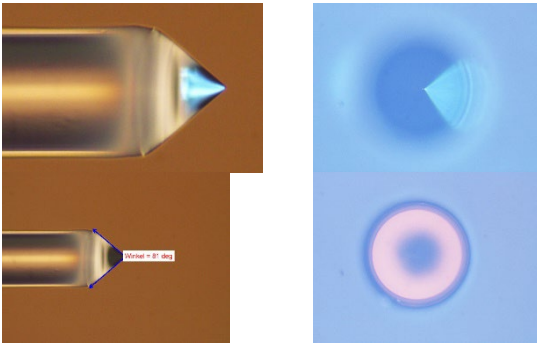


Abbildung 13: 270 µm Faser lasergeschnitten/-poliert mit 81° Spitze

Durch Änderung der Laserpulsparameter konnten im weiteren Verlauf der Untersuchungen dann auch sphärische bzw. ballige End Cap Formen am Faserende erzielt werden. Das Bearbeitungsregime dabei ähnelt dem vorher beschriebenen Verfahren, nur das nach dem Laserschneiden eine Zustellung des Laserstrahles in Richtung Faser erfolgt. Je nach Zustellung konnte mehr oder weniger Material geschmolzen werden. Dadurch konnten unterschiedliche kugelförmige End Cap Formen realisiert werden.

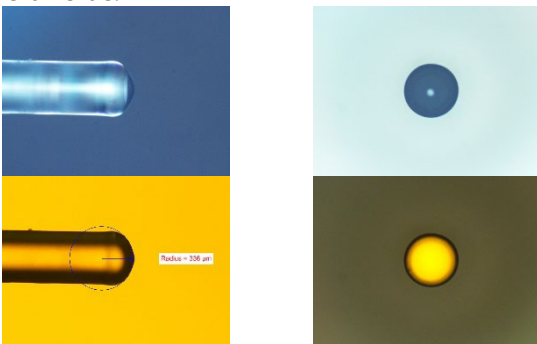


Abbildung 14: 270 µm Faser mit runder Endfläche, Radius 332 µm

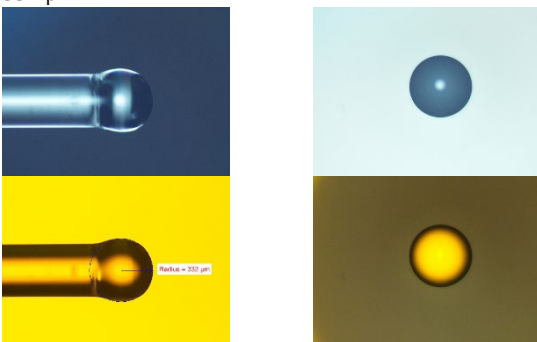


Abbildung 15: 270 µm Faser mit Kugelform, Radius 332 µm

Schräge, senkrechte Spitzenformen ergaben sich, indem die Fasern unter einem Winkel linear unter dem Laserstrahl verfahren wurde.

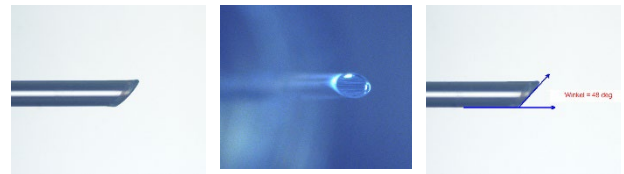


Abbildung 16: 270 µm Faser lasergeschnitten/-poliert mit abgeflachter Spitze, Winkel 48°

Somit konnten die wichtigsten End Cap Formen mittels Laserschneid- und Polierverfahren im Projekt realisiert werden. Zusätzlich dazu wurden Untersuchungen angestellt End Cap Formen zu realisieren, die mechanisch nicht herstellbar sind. So konnte beispielsweise ein Zwiebelturm am Faserende, eine konvexe Vertiefung und eine trapezförmige Struktur im Inneren des Faserendes hergestellt werden.

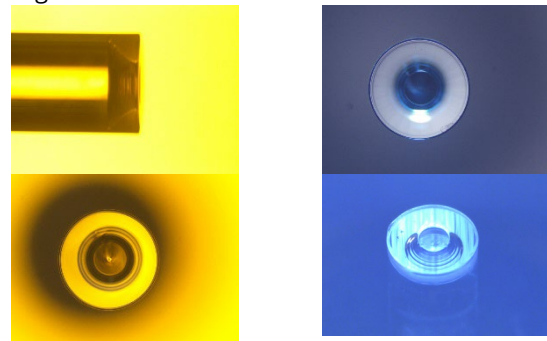


Abbildung 17: 1 mm Faser, Trapezstruktur im Innern des Faserendes

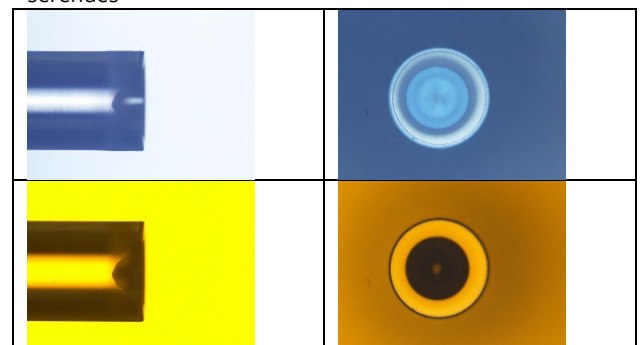


Abbildung 18: 1 mm Faser, konkave Vertiefung im Innern des Faserendes

Nicht geplant, aber zufällig bei den Untersuchungen hat sich das Laserbiegen der Fasern ergeben. Durch Variation der Laserparameter konnten verschiedene Biegewinkel am distalen Faserende erzeugt werden.

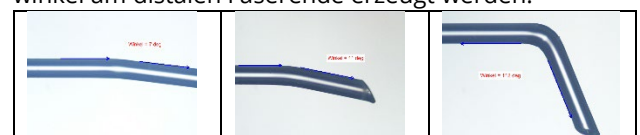


Abbildung 19: 270 µm Faser lasergebogen mit verschiedenen Winkeln

Dies kann vorteilhaft bei den Operationsmethoden sein, da das Faserende besser an die zu behandelnde Stelle geführt werden kann. Die Biegungen der Fasern dürfen

dabei nicht größer als der Totalreflexionswinkel werden, da sonst die Laserstrahlung schon an der Biegestelle aus der Faser austreten würde. Die Ergebnisse der Laseruntersuchungen sind im beiliegenden Dokument aufgeführt.

Alle an das Faserende angebrachten End Cap Formen dienen dazu, die Behandlungslaserstrahlung als gebündelte oder gestreute Laserstrahlung in Faserrichtung abzugeben. Alle mittels CO<sub>2</sub>-Laserbearbeitung hergestellten End Cap Formen können in weniger als 30 sec realisiert werden, was zu einer deutlichen Produktivitätssteigerung führt.

#### 4. Zusammenfassung / Fazit / Ausblick

Im Projekt konnte nachgewiesen werden, dass proximale Endflächen mittel Lasereinzelpulse in optischer Qualität hergestellt werden können. Effizienter erwies sich jedoch das Laserschneiden/-polieren von senkrechten, planen Endflächen, da die Faserendflächen vor der Laserbearbeitung nicht mit Faserbruchgeräten getrennt und vorgepoliert werden müssen. Somit können die normal gebrochenen Fasern in einem SMA-Stecker fixiert werden und im Anschluss direkt der Laserbearbeitung zugeführt werden. Damit ergibt sich eine große Zeiterparnis bei der Herstellung proximaler Endflächen, was zu einer deutlichen Produktivitätssteigerung führt. Ein erstes Konzept zur Umsetzung der Technologie des Laserschneidens/-polierens in die Produktion bei der Firma AFT wurde dazu erarbeitet.

#### Literaturverzeichnis

- [1] Keiron Boyd; Simon Rees; Nikita Simakow; Jae MO Daniel; Robert Swain; Eric Mies; Alexander Hemming; W Andrew Clarkson, John Haub (Jahr): *High precision 9.6 μm CO<sub>2</sub> laser end-face processing of optical fibres*, #239852 -Received 27 Apr 2015; revised 22 May 2015; accepted 25 May 2015; published 29 May 2015, (C) 2015 OSA 1 Jun 2015 | Vol. 23, No. 11 | DOI:10.1364/OE.23.015065 | OPTICS EXPRESS 15065
- [2] Optische Fasern mit geformten Endflächen; Photonics News; 2012
- [3] Side-Fire Fasern für die Medizintechnik; Photonics News; 2013
- [4] Sebastian Tack; Praktikumsbericht: „Erstellung einer mechanischen Konstruktion zum Rotieren und Schwenken einer Quarzfaser; Mittweida; Juli 2021
- [5] Sebastian Tack; Bachelorarbeit: „Entwicklung einer Vorrichtung zur adaptiven Lagekorrektur eines Fokuspunktes“; Mittweida; Oktober 2022
- [6] advanced fiber tools GmbH; Online Katalog „OPTICAL FIBERS ARE OUR PASSION“; <https://advanced-fiber-tools.de/res/uploads/dokumente/aft-catalogue.pdf>
- [7] advanced fiber tools GmbH; Technische Dokumentation „Medizinische Lasersonde“; (ophthalmologische/chirurgische); UMDNS 17-193; Kap.2/Ausgabe:2014-05-07; Änderung: Kap 2: 2020-06-26; Revision: 3

#### Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

Das Projekt COLA (KK5002704TS1) wurde gefördert durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWi) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages im Rahmen des Programms „Zentrales Innovationsprogramm Mittelstand (ZIM)“. Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Unterstützung.

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

#### Kontaktdaten

Laserinstitut Hochschule Mittweida  
Technikumplatz 17  
09648 Mittweida

Prof. Dr.-Ing. André Streek

E-Mail: [streek@hs-mittweida.de](mailto:streek@hs-mittweida.de)

# Prozesscharakterisierung des Laserstrahlhärtens bei dünnwandigen Bauteilen mit angepasstem Strahlprofil

Michael Güpner, Frank Rempt, Andreas Hopf, Jens Bliedtner  
Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Jena, Deutschland

*Stahl ist nach wie vor einer der wichtigsten metallischen Werkstoffe unserer Zeit. Ein großer Vorteil gegenüber anderen Metallen ist die temperaturabhängige Mehrphasigkeit des Gefüges. Bei Temperaturen von ca. 800 °C kann ein Gittertyp dichter Packung eingestellt werden und durch eine rasche Abschreckung auch im festen Aggregatzustand erhalten bleiben. Die Härte und die Verschleißbeständigkeit des Bauteils steigen erheblich an. In der vorliegenden Veröffentlichung wird die Steigerung der Einhärtetiefe im Bereich des Laserstrahlhärtens durch die Anpassung der Strahlgeometrie und Intensitätsverteilung an die Beschaffenheit der zu härtenden Zone des Bauteils dargelegt. Hierbei werden speziell dünnwandige, verzugsgefährdete Bauteile wie Dorne oder Messerschneiden betrachtet. Durch die Kombination aus angepasster Intensitätsverteilung und großem Aspektverhältnis kann der geometriebedingte Wärmestau für den Härteprozess nutzbar gemacht werden. Im Rahmen der Charakterisierung des Laserstrahlhärteprozesses konnten Einhärtetiefen von bis zu 8 mm erreicht werden.*

## 1. Einleitung

Stahl ist nach wie vor einer der wichtigsten metallischen Werkstoffe unserer Zeit. Ein großer Vorteil gegenüber anderen Metallen ist die temperaturabhängige Mehrphasigkeit des Gefüges. Bei Temperaturen von ca. 800 °C kann ein Gittertyp dichter Packung eingestellt werden und durch eine rasche Abschreckung auch im festen Aggregatzustand erhalten bleiben. Die Härte und die Verschleißbeständigkeit des Bauteils können in der Randzone gesteigert werden. Ein Werkstoff bei dem sehr hohe Härtewerte bei hochbelasteten Bauteilen durch Randschichthärtprozesse erreicht werden können, ist der Stahl 1.3505 (100Cr6). Dies ist ein übereutektoider, legierter Stahl, der aufgrund seiner chemischen Zusammensetzung zu den Vergütungsstählen zählt. Der Werkstoff findet Anwendung unter anderem in Kugel-, Nadel- und Rollenlagern, Werkzeugen für die Holzbearbeitung, Reibahlen aber auch bei Zentrierspitzen und Bördelwerkzeugsitzen [1].

## 2. Grundlagen und Ansatz

Nach [2, 3, 4] sind die Haupteinflussfaktoren für das Laserstrahlrandschichthärten neben dem gewählten Werkstoff die Intensität verbunden mit der erreichten Laserleistung und der Wechselwirkungszeit. Dem Stand der Wissenschaft und Technik können vielfältige Strahlformen, Intensitätsverteilungen und Bearbeitungsverfahren (statisch, quasisimultan oder simultan) entnommen werden, um eine möglichst homogene Umwandlungszone mit scharfer Abgrenzung zum umgebenden Material zu generieren und dadurch ein exakteres Abbild der Intensitätsverteilung zu erzeugen. Bewährte Mittel für die Modifikation der Intensitätsverteilung sind determinierte optische strahlformende Elemente oder eine dynamische Leistungsanpassung während des Prozesses [3, 4].

Variable Strahlformungssysteme werden bei der dynamischen Bearbeitung aktuell gegenüber der

determinierten Strahlformung bevorzugt. Der Laserhärteprozess soll möglichst flexibel gestalten werden, um eine bauteilunabhängige Modifikation der Oberfläche zu ermöglichen. Dabei erzeugen bspw. hochdynamische Scansysteme ein anpassbares, quasisimultanes Intensitätsprofil. Diese flexible und sehr dynamische Anpassbarkeit der Intensitätsverteilung eröffnet ein großes Anwendungsspektrum, weist jedoch im Vergleich zu den determinierenden Systemen einen deutlich komplexeren Aufbau bei zusätzlich geringerer Strahlqualität auf.

Die mit einer konventionellen, laserbasierten Prozessführung erreichbaren maximalen Einhärtungstiefen liegen allgemein bei Stahlwerkstoffen im Bereich von 2 - 2,5 mm und sind nicht durch Anpassung der Werkstoffe oder der Intensitätsverteilung erweiterbar [2, 4, 5, 6]. In Bezug auf dem Werkstoff 1.3505 ist die Einhärtetiefe auf ca. 1 mm begrenzt [7, 8, 9].

Um die Einhärtungstiefe bspw. auf 4 mm zu erhöhen, ist ein hoher technologischer Aufwand und die Integration eines zusätzlichen Abschreckmediums erforderlich. Potenzielle Wärmestaubereiche dünnwandiger Bauteilstrukturen werden schon während des Prozesses gekühlt, um ein wärmestauinduziertes Umschmelzen zu unterbinden. Die kritische Abkühlgeschwindigkeit aus dem Austenitbereich oberhalb der  $A_{C3}$ -Temperatur wird mit Hilfe einer Kryogenkühlung unterschritten [10].

Im Folgenden wird ein alternativer Ansatz genutzt, um die Einhärtungstiefe zu vergrößern. Im Vergleich zum Stand der Technik sollen Bauteilstrukturen mit großem Aspektverhältnis bearbeitet werden. Aus den zuvor genannten Applikationsbeispielen für den Werkstoff 1.3505 werden daher konusförmige Bauteile betrachtet. Der in vielen Fällen unerwünschte Effekt des Wärmestaus an dünnwandigen Bauteilstrukturen soll gezielt genutzt werden, um die Einhärtungstiefe zu steigern und gleichzeitig eine homogene Einhärtungszone zu erzeugen. Dazu wird ein Strahlprofil durch die Integration eines determinierten optischen Elementes generiert,

welches auf die im Vorhinein bestimmten, industriellen Bauteilgeometrien angepasst ist. Der Wärmestau an dünnwandigen Strukturen wird nicht als Limitationsfaktor gesehen, sondern soll bewusst genutzt werden, um das Härteergebnis zu optimieren.

### 3. Versuchsaufbau und -durchführung

Während der Versuchsdurchführung wurden Konusse mit Spitzenwinkel von 7 bis 60 Grad berücksichtigt, die aus Rundmaterial mit dem Durchmesser von 10 mm gefertigt wurden.

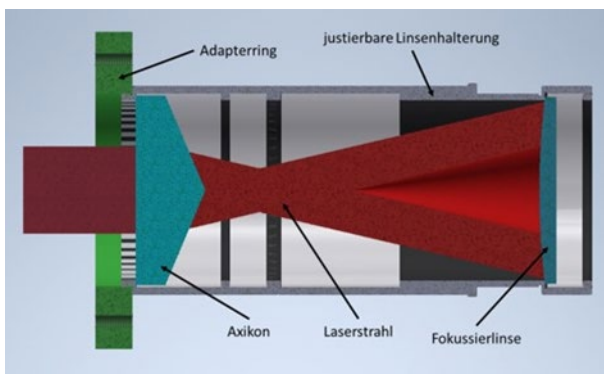


Abb. 1) Strahlformungseinheit mit Fokussierung und Axikon

Als Strahlquelle wurde der Multimodefaserlaser Rofin F1015 genutzt. Das Lasersystem hat eine Wellenlänge von 1070 nm und eine maximale Ausgangsleistung von 1500 W. Nach der Kollimationseinheit ( $f_{kol} = 70$  mm) der Multimodefaser wurde eine justierbare Tubuseinheit in den optischen Strahlengang integriert, welche die Fokussierung ( $f_{fok} = 400$  mm) und das strahlformende Element (Axikon mit Alphawinkel 0,5 Grad) aufnimmt (Abb. 1).

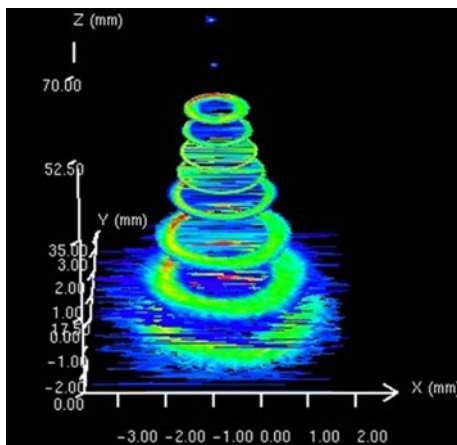


Abb. 2) Strahlanalyse des Ringprofils in Abhängigkeit des Arbeitsabstands

Anschließend wurde die Strahlgeometrie und die Intensitätsverteilung in Abhängigkeit des Arbeitsabstandes messtechnisch bestimmt (Abb. 2). In der Wechselwirkungszone wurde ein Ringprofil mit einem Außendurchmesser von 4 mm und einer Ringbreite von 0,3 mm auf den Konussen abgebildet. Variiert wurden der Konuswinkel, die Laserleistung und die Einstrahldauer. Die Prozessführung erfolgte statisch, also ohne Relativbewegung zwischen Bauteil und Laserstrahl.

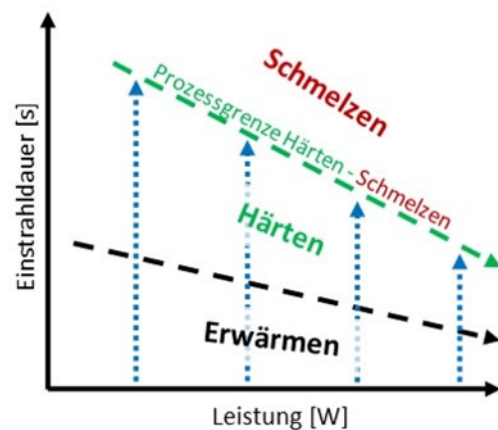


Abb. 3) Prozessfenster des Laserstrahlhärtens

Leistung und Einstrahldauer wurden experimentell so aufeinander abgestimmt, dass nahe der Prozessgrenze Härten – Schmelzen prozessiert wurde (Abb. 3). Dadurch können die Parametersätze energetisch mit einander verglichen und auch das Umwandlungsvermögen in der Wechselwirkungszone gesteigert werden.

Die Proben wurden während der experimentellen Ermittlung der Prozessgrenze Härten – Schmelzen einer makro- und mikroskopischen Sichtprüfung auf Schmelzerscheinungen an der Oberfläche unterzogen. Lagen die Proben innerhalb des Prozessfensters wurde eine werkstofftechnische Probenpräparation vorgenommen. Die Konusse wurden mechanisch getrennt, geschliffen und poliert. Im Anschluss daran erfolgte die Härtemessung nach Vickers und eine Kaltätzung zur Visualisierung des Gefüges. Für die Grundhärte des Werkstoffs konnten ca. 280 HV<sub>0,2</sub> messtechnisch ermittelt.

### 4. Ergebnisse und Diskussion

Zur Erarbeitung eines tieferen Prozessverständnisses wurde der Härteprozess in Abhängigkeit verschiedener Spitzenwinkel durch eine thermisch-transiente FE-Simulation abgebildet. Um eine Vergleichbarkeit der simulierten und prozessierten Härteergebnisse zu gewährleisten, wurde die Abmessung der Ringverteilung und die eingestrahlte Laserleistung (125 W) über den gesamten Versuchsumfang konstant gehalten.

Abb. 4 illustriert die Temperatur im Bereich der Wechselwirkungszone, wo ein Teil der Mantelfläche des Konus und die Ringverteilung direkt miteinander interagieren. Es ist zu erkennen, dass der Spitzenwinkel keinen signifikanten Einfluss auf die Aufheizdauer innerhalb der Wechselwirkungszone besitzt. Die Zieltemperatur von ca. 1200 °C im Inneren der Wechselwirkungszone, im Bereich Symmetrieachse des Konus, wird innerhalb von 0,1 - 0,3 s erreicht. Das schnelle Erreichen und Überschreiten der Umwandlungstemperatur bewirkt eine gute Homogenisierung im Austenitbereich, was zur Ausprägung kleiner Austenitkörner beiträgt. Das Prozessieren deutlich über der Umwandlungs- (ca. 800 °C), nahe der Schmelztemperatur, steigert das Umwandlungsvermögen.

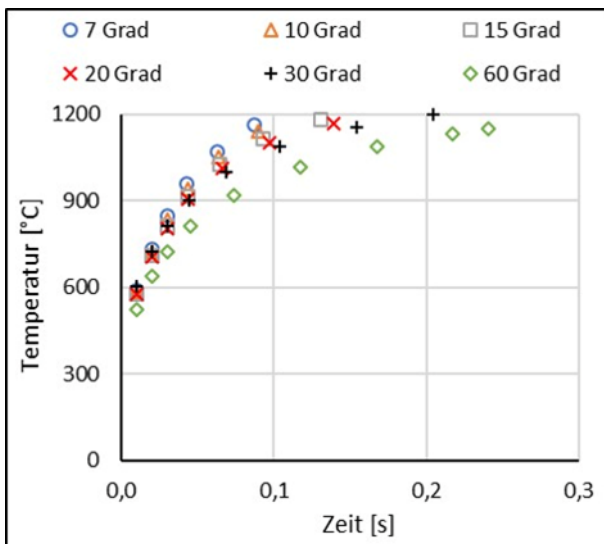


Abb. 4) Thermisch-transiente FE-Simulation der Erwärmung in der durch den Laserstrahl direkt bestrahlten Wechselwirkungszone

Ein anderes Verhalten konnte bei der Simulation der Erwärmung der Spitze der Konusstruktur ermittelt werden. Der Temperaturgradient breitet sich bei allen Spitzenwinkeln mit einer gleichen Geschwindigkeit aus, da dieser von dem Wärmeleitkoeffizienten des Stahls abhängig ist. Jedoch ist bei geringeren Spitzenwinkeln die Strecke sowie das zu erwärmende Volumen zwischen der Wechselwirkungszone und dem Spitzenvolumen größer. Das Spitzenvolumen benötigt somit bei kleineren Winkeln mehr Zeit um auf die notwendige Austenitierungstemperatur erwärmt zu werden. Die Dauer liegt im Bereich von ca. 15 bis 25 s. Dieses Verhalten limitiert die Durchhärbarkeit der Konusstrukturen. Beispielsweise kann bei sehr kleinen Scheitelwinkeln der Effekt auftreten, dass am oberen Ende des Konus die Umwandlungstemperatur noch nicht erreicht wurde, während in der direkt durch den Laserstrahl bestrahlten Zone bereits der Schmelzprozess einsetzt. In diesem Fall müsste entweder das Ringprofil weiter an die Geometrie des Bauteils angepasst werden oder eine zeitliche Steuerung der Laserleistung vorgenommen werden.

In der Abb. 5 ist der Vergleich von der Simulation, des Prozessleuchtens und der werkstofftechnischen Präparation, während der Erwärmungsphase für einen Spitzenwinkel von 20 Grad dargestellt. Bei konstanter Leistung wurde die Wechselwirkungszeit sukzessive erhöht. Im zeitlichen Verlauf ist ein sich ausbreitender Wärmestau in Richtung der Bauteilmitte und der Spitze erkennbar.

Nach einer Wechselwirkungszeit von 0,5 s ist die direkte Wechselwirkungszone des Ringstrahlprofils auf der Bauteiloberfläche dargestellt. Ausgehend von der lateral zugeführten Schutzgasabdeckung bildet sich ein nicht vollständig homogenes Wärmeprofil über den Umfang der Probe aus.

Nach einer Bearbeitungszeit von 6 s (Abb. 5) wechselwirken die an der Oberfläche erzeugten und umfänglich

verteilten Temperaturfelder miteinander und verbinden sich in der Mitte der Probe zu einer einheitlichen Wärmezone. Die Spitze wird an diesem Zeitpunkt auf Temperaturen über 500 °C erwärmt. Die Temperaturen in der Spitze reichen noch nicht aus, um ein austenitisches Übergangsgefüge zu erzeugen und somit eine Härtung zu ermöglichen. Im Bereich der einheitlichen Wärmezone kann mit Hilfe der werkstofftechnischen Probenpräparation eine Härtung in genau dem Bereich der überschrittenen Austenitierungstemperatur dargestellt werden. Die Härtung ist jedoch nicht stetig und befindet sich nicht in dem Bereich der maximal möglichen Härte.

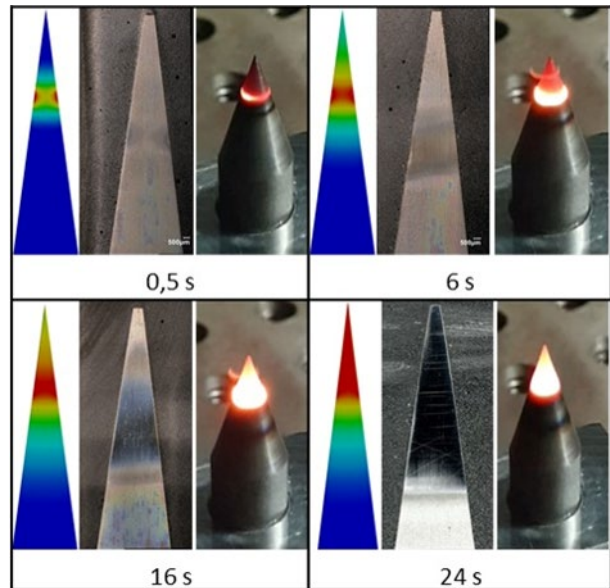


Abb. 5) Vergleich von FE-Simulation, Prozessleuchten und werkstofftechnisch präparierter Wechselwirkungszone in Abhängigkeit der Bearbeitungsdauer während der Erwärmungsphase

Die gewünschte Wärmezone bildet sich im Verlauf der nächsten 10 s (Abb. 5) weiter aus und erreicht eine durchschnittliche Temperatur über den Bereich der Wechselwirkungszone von  $T > 1225$  °C. Bei dieser hohen Temperatur bildet sich ein durchgängig homogenes, austenitisches Gefüge innerhalb dieser Zone aus, wodurch eine Härtung in der Abkühlphase begünstigt wird. Weiterhin ist sowohl in Richtung der Spitze als auch in die Richtung des Bauteilvolumens eine dreiphasige Zonenbildung zu erkennen, welche sich aus dem Bereich mit Maximalhärte, einer un stetigen Härte in der Übergangszone und dem Grundwerkstoff zusammensetzt.

Nach 24 s wird das Optimum der Bearbeitungszeit in der Simulation erreicht (Abb. 5). Die Spitze oberhalb der Wechselwirkungszone wird in der Simulation und der visuellen Prozessbeobachtung vollständig auf die austenitische Umwandlungstemperatur erwärmt. Eine weitere Erhöhung der Bearbeitungszeit führt lediglich zu einer starken Erwärmung des gesamten Bauteils und damit zur Reduktion der Maximalhärte. Dadurch wird der Temperaturgradient zum Erreichen der kritischen

Abkühlgeschwindigkeit verringert und die erreichte Härte nimmt ab.

Insgesamt bestätigen die Erkenntnisse aus dem Prozessleuchten, der Probenpräparation und der Härtemessung die Ergebnisse der Simulation sehr gut.

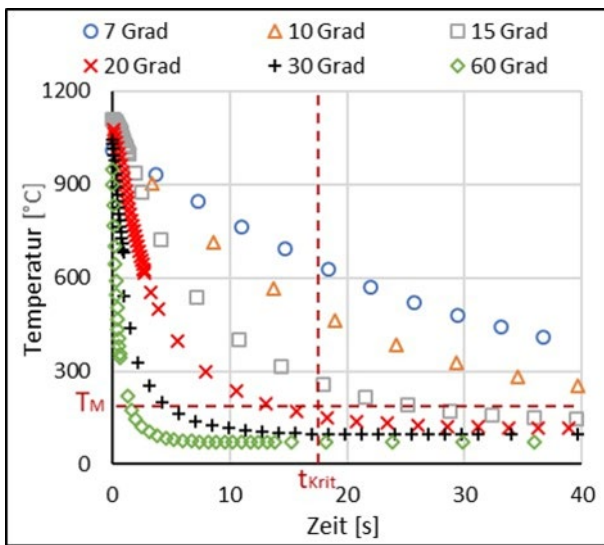


Abb. 6) Thermisch-transiente FE-Simulation des Abkühlphase im Bereich der Bauteilspitze in Abhängigkeit des Konuswinkels

Neben der homogenen Durchwärmung des Konus über die Umwandlungstemperatur, ist eine rasche Abkühlung in dem Bereich der Martensitstarttemperatur für eine erfolgreiche Härtung notwendig. Die Abkühlung des Bauteilvolumens sollte dabei aus einem hohen Temperaturbereich innerhalb der ersten 18 s auf unter 150 °C fallen, um die kritische Abkühlgeschwindigkeit und die Martensitstarttemperatur zu erreichen [11]. Durch die lange Erwärmung der Bauteile mit kleinem Spitzenwinkel, zum Erreichen der Austenitisierungstemperatur in der Spitze, wird neben dem Volumen zwischen Spitze und Wechselwirkungszone auch das gesamte Bauteilvolumen während der Bearbeitung erwärmt.

Ähnlich wie bei der Kohlenstoffdiffusion der Konzentrationsunterschied, ist auch bei der Wärmeleitung der Temperaturunterschied zwischen zwei Punkten von entscheidender Bedeutung für den Wärmefluss. Je geringer dabei der Temperaturunterschied zwischen zwei Punkten ist, desto kleiner ist auch der Wärmetransport, um eine ausgeglichene Temperatur einzustellen. Ziel der schnellen Bearbeitung mittels Laserstrahlung ist das Erreichen einer möglichst hohen Temperatur in dem zu härtenden Volumen bei gleichzeitig geringer Erwärmung des gesamten Bauteilvolumens. Dieser Zustand kann auf Grundlage der Simulation jedoch nur bis zu einem Spitzenwinkel von rund 20 Grad eingestellt werden (Abb. 6). Bei kleineren Winkeln reicht der Temperaturunterschied innerhalb des Bauteilvolumens zwischen der Spitze und dem Grundmaterial nach der Erwärmung nicht mehr aus, um eine Wärmeabfuhr aus der Bearbeitungszone zu generieren, die unterhalb von 18 s und damit unterhalb der kritischen Abkühlzeit liegt. Die Ergebnisse der experimentellen Versuchsdurchführung an

Konusen mit Spitzenwinkeln von 15 Grad bestätigten diese Aussage. Eine Härtung konnte partiell oberhalb der Wechselwirkungszone erreicht werden. Allerdings gelang es nicht eine komplett Durchhärtung der Spitze, auch im obersten Bereich, zu erzielen.

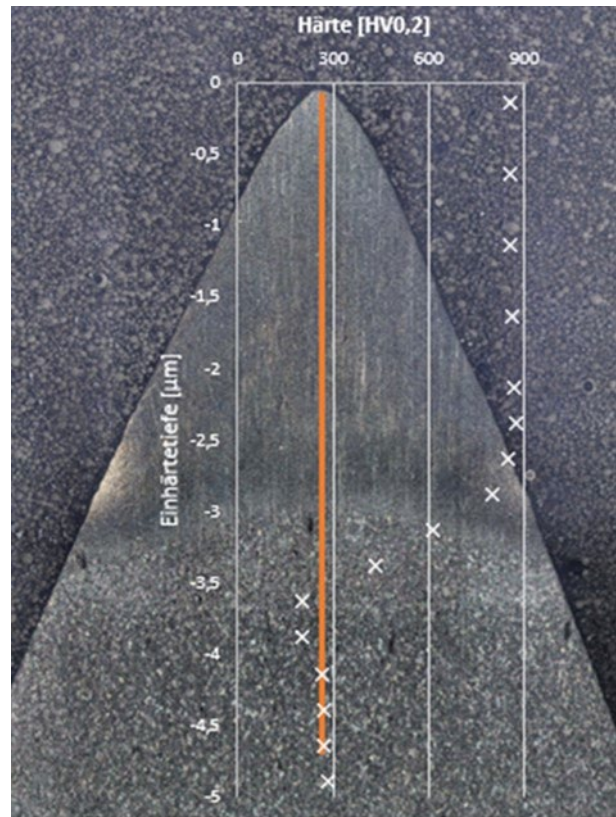


Abb. 7) Härteverlauf nach Vickers ausgehend von der Konusspitze für einen Spitzenwinkel von 45 Grad

Eine vollständige Durchhärtung, wie exemplarisch in Abb. 7 bei einem Winkel 45 Grad dargestellt, konnte bei Spitzenwinkeln zwischen 20 und 60 Grad erreicht werden. Abb. 7 zeigt den Härteverlauf im präparierten Bauteil. Beginnend von der Spitze wurde die erste Messung in einer Tiefe von 0,135 mm durchgeführt, um den Mindestabstand zu einer Bauteilkante bei der Vickers-Härtemessung einzuhalten. Die folgenden Messeindrücke wurden in einem Abstand von 0,5 mm erzeugt. In dieser Abbildung ist die Korrelation zwischen der Härtebestimmung durch den Ätzvorgang und der Härtemessung nach Vickers ersichtlich. Die erreichte Maximalhärte liegt im Bereich von 850 - 900 HV0,2. Dies entspricht der maximal einstellbaren Härte des Werkstoffs 1.3505. Oberhalb der Wechselwirkungszone ist die Ausbildung eines Härteplateaus zu beobachten. Im Bereich von 3 mm Tiefe erfolgt ein nahezu linearer Härteabfall in der Übergangszone auf die Grundhärte von ca. 280 HV0,2.

Die Einhärtetiefe steigt mit abnehmendem Spitzenwinkel an. Gemessen von der Bauteilspitze sind sehr große Einhärtetiefen im Bereich von 3 bis 8 mm erzeugt worden (Abb. 8). Die Größe der Umwandlungstiefe zeigt ein inverses Verhalten im Vergleich zur Einhärtetiefe und steigt mit abnehmenden Spitzelwinkel an.

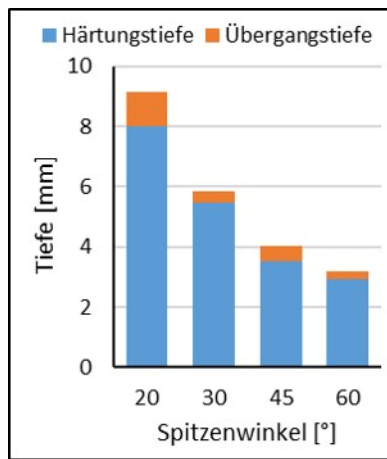


Abb. 8) Tiefe der Härte- und der Übergangstiefe in Abhängigkeit des Spitzenwinkels

Abschließend ist in Abb. 9 das energiespezifische Volumen in Abhängigkeit des Spitzenwinkels dargestellt. Dies ist ein Maß für den Prozesswirkungsgrad.

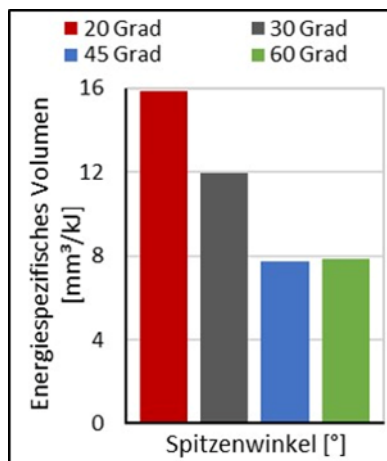


Abb. 9) Energiespezifisches Volumen in Abhängigkeit des Spitzenwinkels

Das energiespezifische Volumen kann aus dem Verhältnis von umgewandelten Volumen zu Leistung und Bearbeitungsdauer berechnet werden. Durch die

Reduzierung des Spitzenwinkels von 60 auf 20 Grad kann das energiespezifische Volumen auf 16 mm³/kJ verdoppelt werden, obwohl die Bearbeitungsdauer ansteigt. Je größer das Aspektverhältnis bzw. je geringer die Wandstärke des Bauteils desto größer ist der nutzbare Wärmestau. Durch die Nutzung des Wärmestaus kann neben der Einhärtetiefe auch der Prozesswirkungsgrad gesteigert werden.

## 5. Zusammenfassung

Durch die Adaption des Strahlprofils an die Geometrie des Bauteils durch vergleichsweise simple optische Systeme können auch bei einer statischen Bearbeitung mit dem Laserstrahl sehr gute Härteergebnisse erzielt werden. Durch das Prozessieren von konusförmigen Bauteilen mit einer Ringverteilung konnten bei dem Werkstoff 1.3505 Maximalhärten von bis zu 900 HV0,2 eingestellt werden. Die maximale Einhärtetiefe konnte durch die Reduzierung des Spitzenwinkels auf 20 Grad auf bis zu 8 mm gesteigert werden. Der durch die dünnwandige Geometrie der Bauteile induzierte Wärmestau unterstützt den Härteprozess und wirkt sich positiv auf den Prozesswirkungsgrad aus. Der Härteprozess ist durch eine thermisch-transiente FE-Simulation gut beschreibbar. Die experimentellen Ergebnisse der Härteversuche zeigten eine gute Korrelation mit den aus der Simulation gewonnen Erkenntnissen. So konnten bspw. in Übereinstimmung von Simulation und Experiment Konuswinkel kleiner 20 Grad, wegen dem Überschreiten der kritischen Abkühlzeit, nicht komplett durchgehärtet werden.

## Danksagung

Die Ergebnisse wurden im Rahmen des Forschungsvorhabens ZF4039618TV9 gewonnen, das mit finanziellen Mitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert wurde. Dafür sei an dieser Stelle herzlich gedankt.

## Literaturverzeichnis

- [1] <https://www.ausasteel.com/fichas/Lagerstahl-100Cr6-AUSA.pdf>. (Zugriff: 24.02.2023).
- [2] Graf, T.; Hügel, H. (2014): Laser in der Fertigung - Grundlagen der Strahlquellen, Systeme, Fertigungsverfahren, 3. Aufl., Wiesbaden: Springer-Vieweg-Verlag.
- [3] Blöhs, W. (1997): Laserstrahlhärten mit angepassten Strahlformungssystemen. Dissertationsschrift, Stuttgart: B.G. Teubner-Verlag.
- [4] Burger, D. (1988): Beitrag zur Optimierung des Laserhärtens. Dissertationsschrift. Stuttgart: Universität Stuttgart.
- [5] <https://www.scanson.de/products/rlh-a/> (Zugriff: 10.04.2023).
- [6] Bonß, S. et al. (2007): Variable Bearbeitungsoptik zum Laserstrahlhärten – Strahlformungssysteme mit Scannerspiegeln erlauben flexible Bearbeitung. In: Laser Technik Journal Nr. 2, S. 39-42, Wiley-VCH Verlag GmbH und Co. KGaA.
- [7] Anusha, E.; Kumar, A.; Shariff, S. M. (2020): A novel method of laser surface hardening treatment inducing different thermal processing condition for Thin-sectioned 100Cr6 steel, In: Optics & Laser Technology, Bd. 125.
- [8] Lasota, I.; Protsenko, V.; Matyushkin, A.; Kuznetsov M.; Gook S. (2020): Laser surface hardening of engine camshaft cams, Materials Today: Proceedings, Bd. 30, Elsevier Ltd.
- [9] Capello, E.; Previtali, B. (2007): Optimization of production rate in diode laser hardening, In: Journal of Laser Applications, Bd. 20.
- [10] Klocke, F.; Gräfe, S.; Schulz, M.; Zheng, G. (2017): Laser hardening of thin walled parts with cryogenic cooling, In: Proceedings of International Conference on Lasers in Manufacturing (LiM).
- [11] Orlich, J.; Pietrzeniuk, H.-J. (1973): Atlas der Wärmebehandlung der Stähle, Düsseldorf: Verlag Stahleisen M. B. H.



# Untersuchungen zum Hochgeschwindigkeits-Mikro-SLM unter Einsatz eines Polygonspiegelscanners

Florian Heinrich, Martin Erler, André Streek  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

*Der Einsatz von Polygonspiegelscannern zur ultraschnellen Strahlableitung im Mikro-SLM besitzt das Potential, die Effizienz dieses Fertigungsverfahrens um ein Vielfaches zu steigern. Durch die hohen Scangeschwindigkeiten von bis zu 100 m/s kann die Bestrahlungszeit deutlich reduziert werden, ohne dabei die hohe Auflösung des Verfahrens zu beeinträchtigen. In ersten Untersuchungen zeigte sich, dass aufgrund der kurzen Wechselwirkungszeiten im Bereich einiger 100 ns und der Verwendung von hohen mittleren Laserleistungen die Verdampfung von Pulvermaterial den für die Schichtbildung maßgeblichen Prozess darstellt. Die so entstehenden Schmelzspuren weisen eine inhomogene Oberflächenstruktur sowie eine hohe Porosität auf. Durch die Anpassung der Prozessparameter konnten dennoch Strukturbreiten kleiner 100  $\mu\text{m}$  und relative Dichten größer 94 % erzeugt werden.*

## 1. Einleitung

Die additive Fertigung als innovative und zukunftssträchtige Technologie gewann über die letzten Jahre stetig an Relevanz. Insbesondere pulverbettbasierte Verfahren zur Herstellung metallischer Komponenten besitzen einen großen Anteil an dieser Entwicklung [1]. Das Mikro-SLM als eine Weiterentwicklung des Selektiven Laserstrahlschmelzens (SLM) ermöglicht dabei die Generierung von metallischen Bauteilen mit Strukturgrößen von unter 50  $\mu\text{m}$  und stellt einen Fokuspunkt der aktuellen Forschungsbemühungen dar [2]. Als Kompromiss für die hohe Auflösung musste bisher eine geringere Produktivität in Kauf genommen werden, da aufgrund der notwendigen Reduzierung des Fokusbereichs auf unter 40  $\mu\text{m}$  und der Schichtdicke auf unter 10  $\mu\text{m}$  die Volumenbaurrate des Mikro-SLM um ein Vielfaches kleiner ist als die des herkömmlichen SLM [3,4]. Eine Möglichkeit zur Steigerung der Volumenbaurrate unter gleichzeitiger Beibehaltung der hohen Auflösung des Verfahrens ist die Vergrößerung der Scangeschwindigkeit, welche einen der wichtigsten Prozessparameter in der lasergestützten additiven Fertigung darstellt. Übliche Werte für die Scangeschwindigkeit im Mikro-SLM betragen 1 – 2 m/s. Der Einsatz eines Polygonspiegelscanners zur ultraschnellen Strahlableitung ermöglicht die Erhöhung der Scangeschwindigkeit auf über mehr als 100 m/s und besitzt somit das Potential, die Produktivität des Mikro-SLM um ein Vielfaches zu steigern [5]. Allerdings ist es für einen erfolgreichen Bauprozess notwendig, eine Mindestmenge an Energie in das Pulver einzubringen, um sowohl das Pulver wie auch einen Teil des unter dem Pulver befindlichen festen Materials aufzuschmelzen, um während der Erstarrung der Schmelze eine stoffschlüssige Verbindung zu erzeugen [6]. Dies erfordert bei der Nutzung der hohen Scangeschwindigkeiten eine deutliche Erhöhung der mittleren Laserleistung [5].

Das Ziel dieser Arbeit war es, einen ersten systematischen Überblick über das Prozessverhalten und die

erzeugbaren Bauteileigenschaften des Hochgeschwindigkeits-Mikro-SLM bei der Nutzung von ultrahohen Scangeschwindigkeiten und hohen mittleren Laserleistungen zu verschaffen.

## 2. Versuchsaufbau und Material

Alle Versuche wurden auf einer Mikro-SLM-Forschungsanlage durchgeführt, welche mit einem 400 W Faserlaser des Herstellers IPG ausgestattet ist. Der Laserstrahl besitzt eine Wellenlänge von 1070 nm, ein  $M^2$  von 1,19 und wird mithilfe einer F-Theta-Optik auf einen Durchmesser von 23  $\mu\text{m}$  fokussiert. Die Strahlableitung erfolgt über einen selbstentwickelten Polygonspiegelscanner, dessen Aufbau und Funktionsweise in Abbildung 1 dargestellt ist. Der Strahl wird durch einen rotierenden Polygonspiegel auf einer Linie entlang der sogenannten fast axis auf der Bearbeitungsfläche abgelenkt. In dieser Richtung werden die charakteristischen ultrahohen Scangeschwindigkeiten erreicht. Ein Galvanometerspiegel ist für die Ablenkung des Strahls entlang der slow axis und damit für die parallele Versetzung der durch den Polygonspiegel erzeugten Linien verantwortlich.

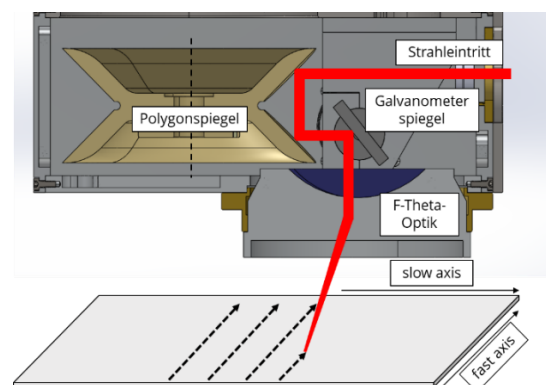


Abbildung 1: Schematische Darstellung der Funktionsweise des genutzten Polygonspiegelscanners.

Durch die linienhafte Bearbeitung ist ein Polygonscanner im Vergleich zu einem Galvanometerscanner nicht in der Lage, gekrümmte Konturen zu bestrahlen. Ebenso

ist keine bidirektionale Bestrahlung oder Drehung der Bestrahlungsrichtung möglich. Der realisierbare Scangeschwindigkeitsbereich ist abhängig von der Drehzahl, mit welcher der Polygonspiegel konstant rotieren kann, und der Brennweite der F-Theta-Optik. Die minimale Scangeschwindigkeit betrug in den Untersuchungen 50 m/s.

Als Material wurde ein Pulver aus Edelstahl 17-4PH mit einer Korngröße von  $d_{90} = 10 \mu\text{m}$  des Herstellers Sandvik Osprey verwendet. Der Pulveraufzug erfolgte mit einer Weiterentwicklung des bereits in früheren Veröffentlichungen vorgestellten Druckbeschichters [7]. Der Bauprozess fand unter einer Argonatmosphäre mit einem Sauerstoffgehalt von 0,1 % statt.

### 3. Erzeugung dünner Wandstrukturen

#### 3.1 Versuchsdurchführung

Das Ziel der ersten Versuche war es, ein Prozessfenster für die Nutzung von ultrahohen Scangeschwindigkeiten anhand von Einzelspuren und die minimalen, erreichbaren Strukturgrößen zu ermitteln. Die Erzeugung dieser Einzelspuren stellte sich allerdings als nicht möglich heraus, da diese sich teilweise bereits während der Bestrahlung, spätestens aber beim Beschichtungsprozess von der Substratplattform ablösten. Erst durch die enge Aneinanderreihung von mindestens vier Bestrahlungslinien konnten feste Strukturen generiert werden. Zur Untersuchung des Einflusses der Scangeschwindigkeit, sowie des Abstandes und der Anzahl der Bestrahlungslinien wurden Wände mit einer Breite von vier bzw. zehn Bestrahlungslinien, sowie Volumenkörper mit den in Tabelle 1 dargestellten Parametern generiert.

Tabelle 1: Untersuchte Parameter für die Erzeugung von Wandstrukturen.

Parameter	Wert
<i>mittlere Laserleistung in W</i>	350
<i>Scangeschwindigkeit in m/s</i>	50, 60, 70, 80, 90, 100
<i>Linienabstand in <math>\mu\text{m}</math></i>	10, 20
<i>Schichtdicke in <math>\mu\text{m}</math></i>	5
<i>Anzahl Bestrahlungslinien</i>	4, 10, 100 (Volumen)

Die erzeugten Proben wurden zunächst hinsichtlich ihrer Oberflächenstruktur mithilfe von Rasterelektronenmikroskopie (REM) ausgewertet. Für die Beurteilung der Porosität sowie zur Bestimmung der Wandstärken wurden im Anschluss Querschliffe der Bauteile angefertigt, welche mittels Laserscanningmikroskop fotografiert wurden. Die Messung der Wandstärken erfolgte mit einer Bildbearbeitungssoftware.

#### 3.2 Ergebnisse und Diskussion

Die Grenzen des Prozessfensters konnten in den Versuchen nicht ermittelt werden, da mit allen untersuchten Parametern ein Bauprozess möglich war. Allerdings stellten sich im Prozess häufiger Probleme im Pulveraufzug ein, d.h. dass eine Pulverschicht insbesondere in den Bereichen um und auf den Bauteilen deutlich

erkennbare Fehlstellen aufwies, wodurch es teilweise zur Beschädigung von Bauteilen und damit zum Prozessabbruch kam. Das Auftreten dieses fehlerhaften Pulveraufzugs war zufällig und zeigte keine Abhängigkeit von den genutzten Parametern. Der Grund für dieses Verhalten waren Überhöhungen der Bauteile insbesondere im Bereich der Wandstrukturen (siehe Abbildung 2).

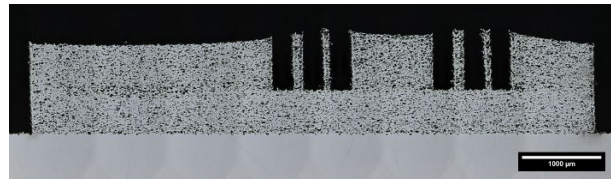


Abbildung 2: Querschliff eines Bauteils mit deutlichen Überhöhungen im Bereich der Wandstrukturen.

Zur Entstehung dieser Überhöhungen kam es aufgrund der starken Verdampfung von Pulvermaterial während der Bestrahlung. Dieses Verhalten lässt sich anhand der Oberflächenmorphologie, sowie der Querschliffe der Wandstrukturen erkennen. In Abbildung 3 ist die REM-Aufnahme sowie der Querschliff einer Wand mit einer Linienanzahl von vier Bestrahlungslinien, einem Linienabstand von  $10 \mu\text{m}$  sowie einer Scangeschwindigkeit von 50 m/s dargestellt.

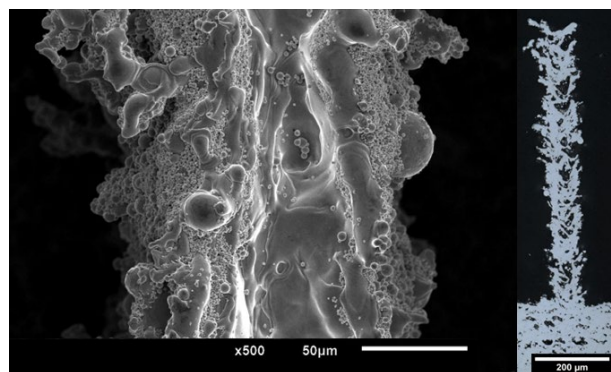


Abbildung 3: REM-Aufnahme der Oberflächenmorphologie (links) und Querschliff (rechts) einer dünnen Wand mit 50 m/s und einer Breite von vier Bestrahlungslinien.

Die Deckfläche weist eine stark inhomogene Nöpfchenstruktur auf, d.h. dass die Ränder der Wand überhöht sind, während sich in der Mitte ein Tal ausgebildet hat. Durch die im Prozess auftretenden hohen Intensitäten kommt es trotz der kurzen Wechselwirkungszeiten zwischen Laserstrahl und Pulverbett zur Verdampfung von Pulver und somit zur Entstehung einer Dampfkapillare in der Mitte der Schmelzspur. Die schmelzförmigen Bestandteile werden durch den so entstandenen Gasdruck seitlich aufgeworfen und bilden nach der Erstarrung die in Abbildung 3 erkennbaren Überhöhungen, während in der Mitte der Spur weniger Material zurückbleibt. Eine Erhöhung der Scangeschwindigkeit hat zur Folge, dass durch die verringerte Wechselwirkungszeit weniger Energie in das Pulver eingebracht und somit weniger Material verdampft wird. Dies lässt sich anhand der Wände erkennen, welche mit einer Scangeschwindigkeit von 100 m/s erzeugt wurden (siehe Abbildung 4). Die

Näpfchenstruktur ist weniger stark ausgeprägt, allerdings ist die Deckfläche weiterhin sehr inhomogen und weist keine einheitlichen Schmelzspuren auf. Bei Betrachtung des Querschliffes fällt auf, dass die Struktur eine deutlich schlechtere vertikale Vernetzung im Vergleich zur in Abbildung 3 dargestellten Wand besitzt, d.h., dass die einzelnen Schichten teilweise keine ausreichende stoffschlüssige Verbindung untereinander ausgebildet haben, da nicht ausreichend Energie in das Pulver eingebracht wurde. Die so entstehende Struktur ist zwar in horizontaler Richtung gut vernetzt und bildet eine geschlossene Deckfläche, weist allerdings im Querschnitt eine deutlich höhere Anzahl an Poren auf.

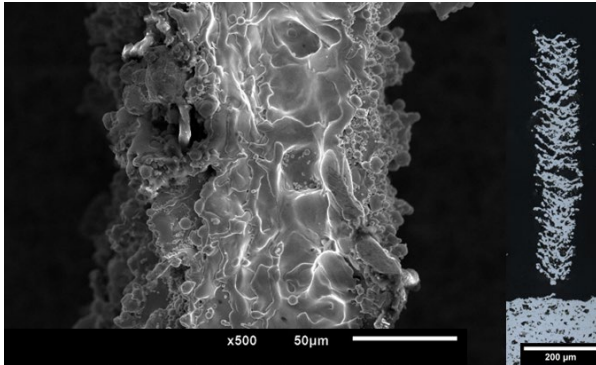


Abbildung 4: REM-Aufnahme der Oberflächenmorphologie (links) und Querschliff (rechts) einer dünnen Wand mit 100 m/s und einer Breite von vier Bestrahlungslinien.

Erst die Erzeugung einer Dampfkapillare durch die Nutzung geringerer Scangeschwindigkeiten ermöglicht die vertikale Vernetzung der Struktur, da der Laserstrahl einerseits tiefer in das Pulverbett eindringen kann und andererseits ein Teil der erzeugten Schmelze durch den Gasdruck nach unten verdichtet wird und so besser eine stoffschlüssige Verbindung mit dem darunter befindlichen festen Material bilden kann. Ein ähnlicher Effekt wurde bereits beim am Laserinstitut Hochschule Mittweida entwickelten Lasermikrosintern beobachtet, bei welchem gütegeschaltete Laserstrahlung, anstatt der im Mikro-SLM üblichen kontinuierlichen Strahlung zum Einsatz kommt [8]. Durch die Nutzung der ultrahohen Scangeschwindigkeiten sind die Wechselwirkungszeiten im Bereich einiger 100 ns allerdings vergleichbar, so dass geschlussfolgert werden kann, dass zur Erzeugung dichter Strukturen bei der Verwendung kurzer Wechselwirkungszeiten eine induzierte Verdampfung von Pulvermaterial notwendig ist.

Die mit dieser Verdampfung einhergehenden Überhöhungen stellen für den Beschichtungsprozess ein Problem dar, da der Beschichter an diesen anstößt. Das Auftreten dieser Überhöhungen nahezu ausschließlich bei den Wandstrukturen lässt sich damit erklären, dass durch die Aneinanderreihung und Überlappung mehrerer Bestrahlungslinien die Überhöhungen schrittweise abgetragen werden. Erst, wenn keine weitere Linie bestrahlt wird, was ausschließlich an den Rändern der Bauteile auftritt, verbleibt die Überhöhung. Dies lässt sich

gut an den Wänden mit einer Breite von zehn Bestrahlungslinien erkennen (siehe Abbildung 5).

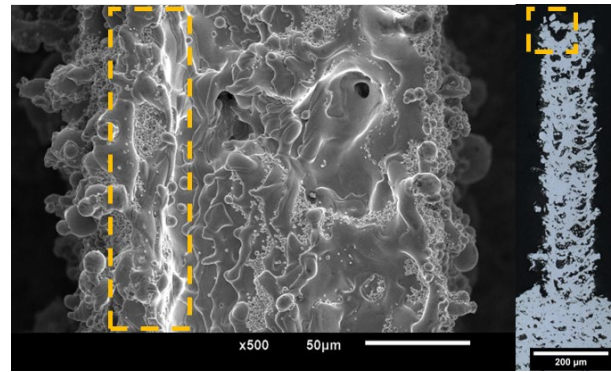


Abbildung 5: REM-Aufnahme der Oberflächenmorphologie (links) und Querschliff (rechts) einer dünnen Wand mit 50 m/s und einer Breite von zehn Bestrahlungslinien. Gelb markiert ist die Überhöhung am linken Seitenrand.

An den Rändern der Wand, insbesondere am linken Rand, sind die Überhöhungen gut zu erkennen. Die Mitte der Wand weist dagegen keine Überhöhung auf und ist, trotz ihrer Inhomogenität, relativ eben. Die Erzeugung der Wandstrukturen war deshalb problematisch, da hier aufgrund der größeren Anzahl an Rändern der Beschichtungsprozess stärker gestört wurde als im Bereich des Vollmaterials, welches lediglich eine Randüberhöhung aufwies.

Die Ergebnisse der Wandstärkenmessung sind in Abbildung 6 dargestellt. Die geringste gemessene Wandbreite beträgt  $68 \pm 2,2 \mu\text{m}$  und wurde mit einer Scangeschwindigkeit von 50 m/s erzeugt. Eine Erhöhung der Scangeschwindigkeit hatte eine Zunahme der Wandstärke zur Folge. Dieses Verhalten lässt sich mit der stärkeren horizontalen Vernetzung erklären, da sich die Schmelze aufgrund des geringeren Gasdrucks besser in dieser Richtung ausbreiten kann.

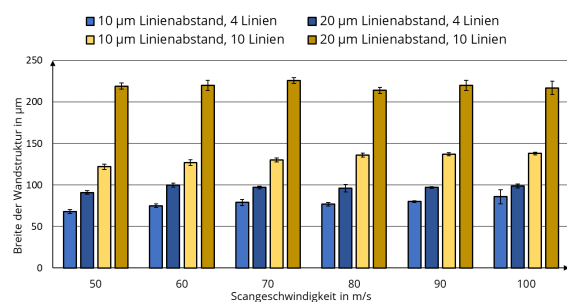


Abbildung 6: Wandbreite in Abhängigkeit von Scangeschwindigkeit, Linienabstand und Anzahl an Bestrahlungslinien.

## 4. Parameterstudie zur relativen Dichte

### 4.1 Versuchsdurchführung

Das Ziel der nachfolgend dargestellten Untersuchungen war es, anhand von Messwerten den Einfluss der verschiedenen Prozessparameter auf die realisierbaren Bauteileigenschaften zu ermitteln. Die relative Dichte stellt dabei einen der wichtigsten Werte zur Beurteilung

der Prozessqualität dar und berechnet sich aus dem prozentualen Verhältnis von Bauteildichte zur Dichte des Vollmaterials. Angestrebt werden hohe relative Dichten nahe 100 %. Eine Übersicht über die untersuchten Parameter ist in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2: Untersuchte Parameter für die Parameterstudie zur relativen Dichte.

Parameter	Wert
mittlere Laserleistung in W	350
Scangeschwindigkeit in m/s	50, 60, 70, 80, 90, 100
Linienabstand in $\mu\text{m}$	10, 15, 20
Schichtdicke in $\mu\text{m}$	3, 5, 10, 15

Es wurden Proben entsprechend des in Abbildung 7 dargestellten Testfeldes in Form einer Stufenpyramide erzeugt. Diese Form wurde gewählt, um in der späteren Auswertung die Unterscheidung zwischen den einzelnen Parametern zu erleichtern.

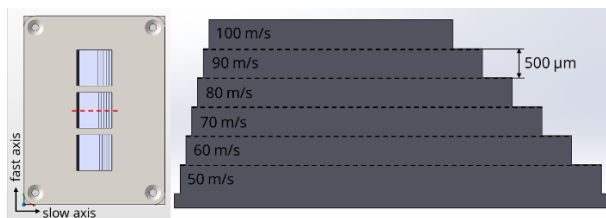


Abbildung 7: Testfeld zur Ermittlung der relativen Dichte mit Anordnung und Ausrichtung der Proben (links) sowie Darstellung des Querschnittes eines Bauteils (rechts).

Von den Proben wurden Querschliffe angefertigt und von diesen mittels Laserscanningmikroskop Aufnahmen gemacht. Die Messung der relativen Dichte erfolgte bildanalytisch, indem der Flächenanteil der Poren an der Gesamtfläche des Querschnittes mithilfe einer Bildbearbeitungssoftware bestimmt wurde.

## 4.2 Ergebnisse und Diskussion

Die Ergebnisse der Messung für eine Schichtdicke von 5  $\mu\text{m}$  sind in Abbildung 8 dargestellt. Wie bereits im vorherigen Kapitel festgestellt, führt eine Erhöhung der Scangeschwindigkeit zu einer Verringerung der relativen Dichte bzw. zu einer Erhöhung der Porosität aufgrund der geringeren, in das Pulver eingebrachten Energie. Ein geringerer Linienabstand hat eine höhere relative Dichte aufgrund der dadurch erzeugten stärkeren Überlagerung der Bestrahlungslinien zur Folge. Allerdings führt dies auch zu einem größeren Anteil an abgetragenem Material, da, wie bereits diskutiert, jede Bestrahlungslinie einen Teil der vorangegangenen, erstarrten Schmelzspur verdampft. Bei Betrachtung der Ergebnisse lässt sich vermuten, dass eine weitere Verringerung des Linienabstandes auf unter 10  $\mu\text{m}$  eine weitere Erhöhung der relativen Dichte ermöglicht. Dies konnte in der hier vorgestellten Arbeit allerdings nicht ausreichend untersucht werden und erfordert daher weiterführende Forschungsbemühungen.

Die höchste relative Dichte bei einer Schichtdicke von 5  $\mu\text{m}$  wurde mit einem Wert von  $88,2 \pm 1,4 \%$  gemessen, welcher deutlich unter den angestrebten 100 % liegt.

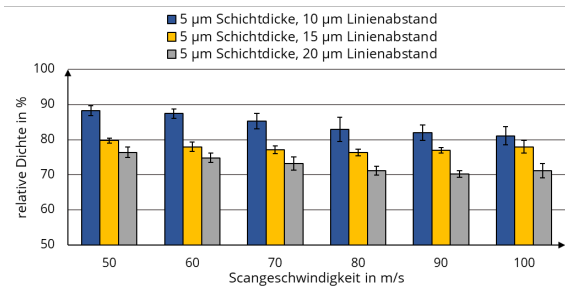


Abbildung 8: Relative Dichte in Abhängigkeit der Scangeschwindigkeit und des Linienabstandes für eine Schichtdicke von 5  $\mu\text{m}$ .

Zur Beurteilung des Einflusses der Schichtdicke sind in Abbildung 9 die relativen Dichten für jede Schichtdicke bei einer Scangeschwindigkeit von 50 m/s und 10  $\mu\text{m}$  Linienabstand sowie die dazugehörigen Querschliffaufnahmen dargestellt.

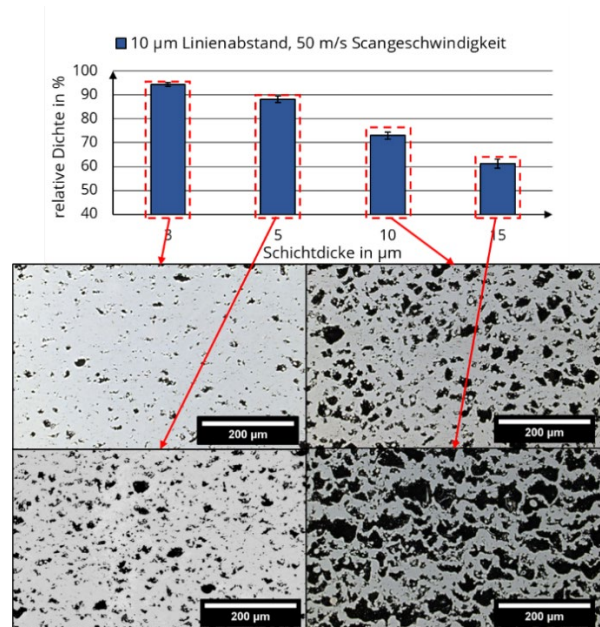


Abbildung 9: Relative Dichte in Abhängigkeit der Schichtdicke für einen Linienabstand von 10  $\mu\text{m}$  und einer Scangeschwindigkeit von 50 m/s.

Es ist klar zu erkennen, dass geringere Schichtdicken höhere relative Dichten ermöglichen. Die in den Untersuchungen höchste gemessene relative Dichte von  $94,30 \pm 0,81 \%$  wurde mit einer Schichtdicke von 3  $\mu\text{m}$  erreicht. Die im Prozess für hohe relative Dichten notwendigen hohen Intensitäten führen bei einer Verringerung der Schichtdicke sehr wahrscheinlich neben der Verdampfung von Pulver zur teilweisen Ablation des unter dem Pulver befindlichen festen Materials. Es wird vermutet, dass dadurch Fehlstellen in der vorherigen Schicht ausgeglichen werden können, indem diese Bereiche durch den Abtrag von oben geöffnet werden und die Schmelze der aktuellen Schicht die so entstandenen offenen Poren schließt. Die partielle Ablation der vorherigen Schicht hätte zudem eine Vergrößerung der

Schichtdicke der nächsten Schicht zur Folge. Es wurde bereits gezeigt, dass die tatsächliche Dicke der Pulverschicht im Prozess um ein Vielfaches größer ist als die konstruktive Schichtdicke [5]. Dieser Effekt würde durch das Verdampfen im Hochgeschwindigkeits-Mikro-SLM weiter verstärkt werden. Die sich so selbst einstellende tatsächliche Pulverschichtdicke scheint vorteilhaft für die Erzeugung dichter Strukturen zu sein.

Bei einer Vergrößerung der Schichtdicke zeigen sich in den Querschliffen deutlich porösere Strukturen, da hier trotz der hohen Intensitäten die Pulverschicht nur stellenweise vollständig durchgeschmolzen werden konnte. Dadurch entsteht wieder eine vorrangig horizontale Vernetzung mit einer entsprechend geringen relativen Dichte.

## 5. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit erfolgten die ersten systematischen Untersuchungen zum Hochgeschwindigkeits-Mikro-SLM von Edelstahl, bei welchem die ultraschnelle Ablenkung des Laserstrahls mithilfe eines Polygonspiegelscanners realisiert wurde. Dabei stellte sich die

Verdampfung von Pulver- und Substratmaterial als der für das Verfahren entscheidende Prozess heraus.

Durch den entstehenden Gasdruck wird schmelzförmiges Material aufgeworfen und bildet so nach der Erstarrung eine Näpfchenstruktur mit überhöhten Rändern. Durch die Aneinanderreihung und Überlappung mehrerer Bestrahlungslinien können diese Überhöhungen abgetragen werden. In den Untersuchungen stellte sich eine Mindestanzahl von vier Linien heraus und es konnten dünne Wände mit Strukturbreiten von unter 70 µm generiert werden.

Die höchste gemessene relative Dichte lag bei über 94 % und wurde mit einer Schichtdicke von 3 µm sowie einer Scangeschwindigkeit von 50 m/s erzeugt. Die theoretische Volumenbaurrate bei einem Facettennutzungsgrad von 20 % ergibt sich zu einem Wert von 1,08 cm<sup>3</sup>/h und liegt damit im Bereich des herkömmlichen Mikro-SLM [4]. Allerdings bietet die Polygonscantechnik das Potential, durch eine Erhöhung der Facettenanzahl sowie des optischen Setups, den Facettennutzungsgrad und damit die Produktivität des Hochgeschwindigkeits-Mikro-SLM um ein Vielfaches zu steigern.

## Literaturverzeichnis

- [1] AMPOWER Report 2022, S. 4f.
- [2] Schniedenharn, M.; Belting, M.; Batista, R.; Meiners, W.; & Weisheit, A. (2013): Micro scale laser based additive manufacturing for metals, in: *International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics*, Laser Institute of America, 2013, S. 661-666.
- [3] Fischer, J.; Kniepkamp, M.; & Abele, E. (2014). Micro laser melting: Analyses of current potentials and restrictions for the additive manufacturing of micro structures, in: *2014 International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas at Austin.
- [4] Heinrich, F. (2022): Untersuchungen zum Hochgeschwindigkeits-Mikro-SLM unter Einsatz eines Polygonspiegelscanners (Masterarbeit).
- [5] Streek, A.; Erler, M.; Ebert, R.; & Löschner, U. (2016): Untersuchungen zum Hochrate-Mikro-SLM, in: *Lasermaterialbearbeitung in der digitalen Produktion, DVS-Berichte, 328*, S. 217-226.
- [6] Streek, A. (2017): Lasermikrosintern (Dissertation).
- [7] Drechsel, J.; Erler, M.; Ebert, R.; & Exner, H. (2019): Pulver- und Prozessuntersuchungen für die generative Fertigung von Edelstahlbauteilen mittels Mikro-SLM, in: *Scientific Reports, 11. Mittweidaer Lasertagung*, S. 125-129.
- [8] Regenfuss, P.; Streek, A.; Hartwig, L.; Klötzer, S.; Brabant, T.; Horn, M.; & Exner, H. (2007): Principles of laser micro sintering, in: *Rapid Prototyping Journal, 13(4)*, S. 204-212.

# Entwicklung eines SLM-Prozesses für die Fertigung eines topologieoptimierten Aufbohrwerkzeuges

Matthias Horn<sup>1</sup>, Marie Peter<sup>2</sup>, Jan Arndt<sup>3</sup>, Sascha Grieser<sup>4</sup>, André Streek<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

<sup>2</sup> Institut für Werkzeugmaschinen und Produktionsprozesse, Technische Universität Chemnitz, Chemnitz, Deutschland

<sup>3</sup> PDSVISION GmbH, Hamburg, Deutschland

<sup>4</sup> GBZ Mannheim GmbH & Co.KG, Frankenthal, Deutschland

*Mittels des additiven Pulverbettverfahrens Selective Laser Melting (SLM) können schichtweise Bauteile mit gleichwertigen Werkstoffeigenschaften des Vollmaterials generiert werden, wodurch sich viele Vorteile gegenüber den traditionellen Fertigungsprozessen ergeben. So können Features wie innenliegende Bohrungen für Kühlschmiermittel, bionische Strukturen zur Gewichtsreduktion oder Verstärkungen entsprechend mechanischer Belastungen in das Bauteil integriert werden. Ein weiterer Ansatz ist Gegenstand des ZIM-Projektes „FlexROUND“ und wird hier dargestellt. Durch Einbringung von filigranen Strukturen bzw. Gitternetzen in Bauteile soll eine definierte elastische Verformung unter Vorgabe einer konkreten Belastung ermöglicht werden. Dies geschieht durch Variation der Elementarzellegeometrie und der Anpassung der Gitterkonstante um eine gewünschte Nachgiebigkeit zu erhalten. Durch gezielte Veränderung der Füllstrategie können somit elastische Wände aus nur einer einzelnen Laserspür generiert werden. Erste Prüfkörper aus Werkzeugstahl 1.2709 wurden im orthogonalen Drehversuch am Material AW-2007 und C45 getestet und deren Verformung über entsprechende Sensorik erfasst. Die aufgenommenen mechanischen Kennwerte wurden in einer Werkstoffdatenbank zusammengetragen und dienen als Basis für die simulationsbasierte Auslegung neuer Gitternetze für eine definierte Verformung bei entsprechender Belastung. Die gezeigten Ergebnisse fließen später in die Entwicklung eines Bohr- und Reibwerkzeuges für die CFK-Bearbeitung ein, um die Prozessstabilität zu steigern, die Werkzeugstandzeit zu erhöhen und die Bohrlochqualität zu verbessern.*

## 1. Einleitung

Die additiven Verfahren halten immer mehr Einzug in die Serienproduktion und kommen weg vom Klischee, ein zu kostenintensives Fertigungsverfahren zu sein, das nur für den Prototypenbau geeignet ist. Damit einhergehend erfordert es ebenso eine stetige Weiterentwicklung des Verfahrens Selective Laser Melting (SLM), um eine hohe Prozessstabilität gewährleisten zu können. Dies geschieht vorrangig durch Integration von entsprechender Sensorik wie zum Beispiel Thermokameras. Diese erfassen die Temperatur des Schmelzbades und anhand der Daten kann der Energieeintrag mittels Laser im Prozess gesteuert werden (Melt-Pool-Monitoring) [1]. Durch Simulation des Energieeintrages im Laserprozess können Eigenspannungen lokal ermittelt werden, die zu Verzug am Werkstück führen könnten [2]. Durch Anpassung der CAD-Daten bzw. der Stützstrukturen kann dem entgegengewirkt werden. Die meisten am Markt erhältlichen CAD-Systeme haben bereits ein Topologietool integriert, mit dem sich Optimierungen am Design des Bauteils verwirklichen lassen, die der Funktionalität im späteren Einsatzbereich zuträglich sind. Somit können solche Gitternetze in Bauteile in ihrer Form, Größe und Ausdehnung entsprechend dem Kraftfluss bei Beanspruchung folgen [3]. Damit wird sowohl eine Reduktion der Produktionszeit, des Materialverbrauches als auch des Energieeinsatzes erreicht.

Dieses Feature wurde im Projekt FlexROUND in abgewandelter Form genutzt, um lokal am Bauteil elastische Bereiche zu integrieren. Im speziellen sollten Gitternetze eine definierte elastische Verformung bei entsprechender Belastung zulassen. Der ideale Aufbau der Netze wurde über eine Simulation bestimmt. Dies betraf die Größe und Form der Elementarzellen (kleinste Einheit im Netz). Die Zellenanzahl und die Zellwandstärke wurden zuvor berechnet.

## 2. Motivation

Die Zahl der am Markt verfügbaren additiv gefertigten Werkzeuge ist noch relativ überschaubar aber stetig wachsend. Durch den schichtweisen Aufbau bieten sich eine Vielzahl von neuen Möglichkeiten in der Gestaltung der Werkzeuge, ebenso Materialeinsparungen durch Leichtbau und übergreifende Funktionalitäten durch Hybridbauweise.

Die Firma Mapal zeigt in ihrem Technologie Report 08 dafür einige Beispiele ihrer additiv gefertigten Produkte [4]. Neben einem Schneidplattenbohrer mit integrierter Kühlmittelzufuhr, einer Außenreibahle mit Leichtbauweise wird auch ein HTC-Futter gezeigt, welches in Hybridbauweise hergestellt wurde.

Einen anderen Ansatz verfolgt die Firma Komet, die ihr Fräswerkzeug mit beliebig vielen Schneiden je nach Be-

darf und Anwendung ausstatten kann. Durch die Vorzüge des SLM –Verfahrens werden die Kühlkanäle so angeordnet, das diese zugleich kühlen und zum Entspannen verwendet werden [5].

Die hier gezeigten Ergebnisse fließen in die Entwicklung eines Bohr- und Reibwerkzeuges für die Bearbeitung von kohlenstoffaserverstärktem Kunststoff (CFK) ein, wodurch die Prozessstabilität gesteigert werden soll, indem die Werkzeugstandzeiten erhöht bzw. die Bohrlochqualität verbessert wird.

### 3. Experimentelle Durchführung

#### 3.1. Ermittlung optimaler SLM Parameter

Die folgenden Ergebnisse wurden auf der Industrieanlage SLM 280 HL der Firma SLM-Solutions AG generiert. Als Ausgangswerkstoff wurde der Werkzeugstahl 1.2709 gewählt. Das Pulvermaterial vom Hersteller Oerlikon AM ist sphärisch und besitzt eine Korngrößenverteilung im Bereich von 8 µm bis 105 µm, wobei der  $d_{90}$ -Wert bei rund 32 µm liegt. Da bis dato keine spezifischen Druckparameter für das Material zugänglich waren, wurden diese über entsprechende Versuche und Testkörper ermittelt. Zuerst wurden Einzelspuren / -wände erzeugt um die Spurbreite zu ermitteln. Damit konnte der Spurlinienabstand (Hatch) für die flächige Füllung abgeschätzt werden. Durch weitere Untersuchungen und Variation der Laserleistung und der Strahlablenkungs -

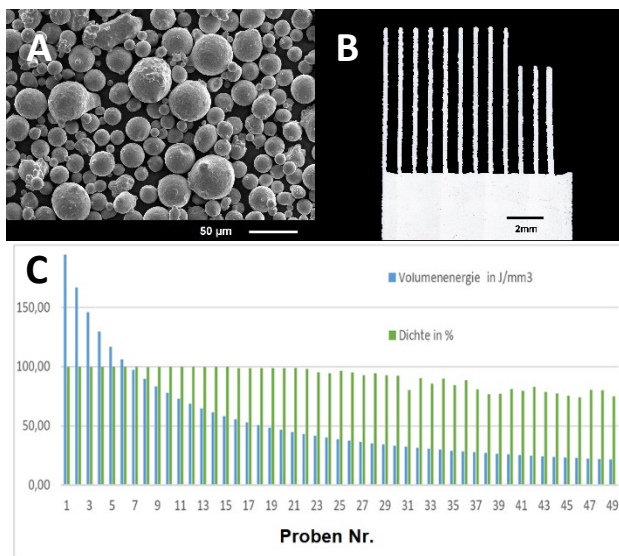


Abbildung 1: **A:** REM Aufnahme Pulvermaterial; **B:** Querschliffbild Einzelwände; **C:** Dichte vs. Volumenenergie @ 30 µm

geschwindigkeit konnten schlussendlich Parameter gefunden werden, die eine Dichte von 99,8% im Gefüge erzielten. Diese Untersuchungen wurden sowohl für die Schichtstärken 50 µm, 30 µm als auch für 20 µm durchgeführt. Wie in Abbildung 1C aufgezeigt, konnten hohe Dichtewerte auch mit Volumenenergien < 50 J/mm³ nachgewiesen werden. Für die Prozessstabilität wurde jedoch im Weiteren eine Energie von 65 J/mm³ bei einer Schichtstärke von 30 µm eingesetzt.

#### 3.2. Simulation von elastischen Teststrukturen

Für die Simulation der elastischen Gitter kam die Software PTC Creo zum Einsatz. Auch hier war für das Material 1.2709 noch keine Materialdatenbank angelegt. Erfasste mechanische Kennwerte (Dichte, Härte, Zugfestigkeit) vom gedruckten Pulvermaterial 1.2709 und Spannungs-Dehnungskurven additiv gefertigter Zugproben bildeten die Einstiegsparameter für nachfolgende Modellberechnungen. Im weiteren Vorgehen konnten fortlaufend neue Messdaten eingepflegt werden, wodurch die späteren Simulationsdaten ziemlich präzise die real ermittelten Daten widerspiegeln konnten.

Zur Feststellung relevanter Einflussgrößen fanden Simulationen mit orthotropen Materialeigenschaften statt. Adressierbare Parameter bildeten beispielsweise die Belastungsrichtung in X/Y/Z, die Aufbaurichtung im Laserprozess, die Zellwandstärke, die Art der Füllung (Einzellinien oder Fläche) und das Setzungsverhalten des generierten Materiales.

Erste Untersuchungen erfolgten an einer simulierten 2D Wabenstruktur mit einer Elementarzelle ähnlich einer Bienenwabe, um diese dann mit realen Kennwerten vergleichen zu können. Die Probekörper (Abb.2) hatten eine Größe von 30 x 30 x 30 mm³, wobei die Deckflächen aus jeweils einer 1 mm starken Platte bestanden, um den additiv gefertigten Körper auch mechanisch belasten zu können. Untersucht wurden zwei Wabengrößen (unterschiedliche Wabenanzahl) mit einer konstruierten Wandstärke von 600 µm.

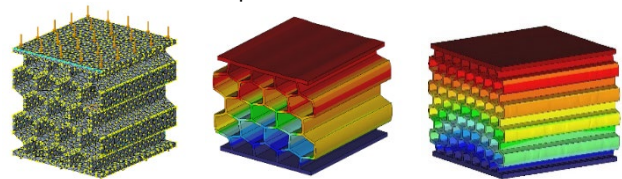


Abbildung 2: **links:** Testkörper mit Wabenstruktur in FEM-Simulation; **mitte/rechts:** simulierte Belastung an Testkörpern mit unterschiedlichen Gittern

Für das Gitter mit großen Waben (Abb.2 mitte) ergab die Simulation bei einer Belastung von 10 kN eine maximale elastische Verformung von rund 1,33 mm. Das Gitternetz mit kleineren Elementarzellen (Abb. 2 rechts) war dagegen stabiler und verformte sich nur um 1,11 mm.

Mittels einer Druck-Zugprüfmaschine der Firma Zwick/Roell wurden die Prüfkörper mit definierten Lasten geprüft und deren reale elastische Verformung ermittelt. Beginnend mit einer Last von 500 N und stetiger Steigerung von weiteren 500 N je Messung ergab sich für das kleine Wabengitter ein mittlerer Wert von 1,04 mm Nachgiebigkeit bei 10 kN Maximallast. Das Gitter mit größeren Waben war auch hier elastischer und verformte sich maximal um 1,29 mm.

Anhand vergleichbarer Resultate erwiesen sich die ersten Einstiegsparameter der Simulation als zufrieden stellend. Im Weiteren wurde die Wandstärke von 200 µm bis zu 1 mm variiert und vermessen.

Probleme ergaben sich bei der Erstellung des Baujob-Files mit der Slice-Software von Autodesk Netfabb. Die Volumenkörper werden von Außenkonturlinien (Outline) begrenzt. Diese weisen einen definierten Abstand zum eigentlichen Füllparameter des Volumenkörpers auf. Da in diesem Fall die Wandstärke von 200  $\mu\text{m}$  in den Bereich der Outline fiel, wurden die Wände somit nur aus einer bzw. zwei Laserspuren realisiert. Der Abstand der Spuren zueinander musste daher händisch angepasst werden. Bei Wandstärken ab 400  $\mu\text{m}$  konnte die Software wie üblich angewendet werden. Im Nachgang wurde auch der Einfluss der unterschiedlichen Belichtungsstrategien für die dünnen Wände untersucht. Dabei konnte keine eindeutige Abhängigkeit von der Füllstrategie, ob Einzellinien oder Outline mit Füllung, festgestellt werden. Die Wandstärke nach der Fertigung, erfasst mit einem Lichtmikroskop der Firma Keyence, betrug ein um 60 – 80  $\mu\text{m}$  geringeren Wert als der konstruktiv vorgegebene, wohl bedingt durch die Parameteranpassung. Auf Basis dieser Erkenntnis lassen sich die Kennwerte der Simulation präziser anpassen.

Nach ersten Messungen im Drehversuch mit Werkzeugen aus Vollmaterial war ersichtlich, dass nur eine maximale Beanspruchung von 2500 N erreicht wurde. In diesem Zusammenhang erfolgte für die Einzelwaben bzw. sehr dünnwandigen Gitternetze nochmals ein Abgleich mit den Simulationsdaten (Abb. 3).

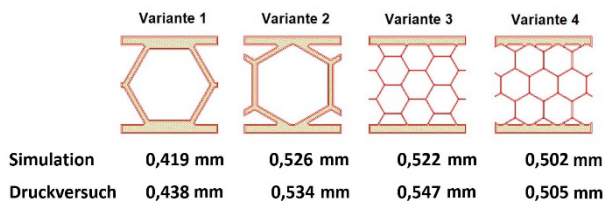


Abbildung 3: verschiedene Einzelwaben bzw. Gitter und dazugehörige Messdaten der Verformung (mm)

In Abbildung 4 rechts sind die Messkurven einer Testreihe dargestellt. Es ist im unteren Bereich bei einer Belastung von 1000 N und einer Verformung von ca. 0,3 mm ein Graph zu erkennen, der einen abweichenden, flacheren Anstieg als die restlichen Messkurven hat. Dieses Verhalten bei der ersten Kraftbelastung konnte wiederholt festgestellt werden und wird als Setzung im Materialgefüge interpretiert. Ein Einfluss der Oberflächenrauheit, infolge geglätteter Unebenheiten, konnte ausgeschlossen werden. Die Oberfläche wurde hierfür nach dem 3D Druck zusätzlich glasperlengestrahlt, überfräst oder poliert und vermessen. Dabei konnte die mittlere Flächenrauheit  $s_a$  von 7,2  $\mu\text{m}$  (unbehandelt) auf 0,32  $\mu\text{m}$  reduziert werden und dennoch ergaben sich ähnliche Kurvenverläufe.

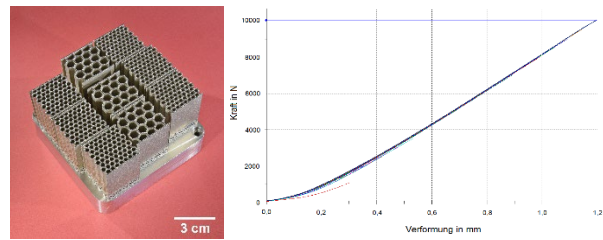


Abbildung 4: **links:** Testkörper mit Wabenstruktur; **rechts:** Diagramm: Kraft (N) zu Verformung (mm)

Abschließend konnte mit der Simulationssoftware eine Ermüdungsanalyse mit 2 Mio. Lastwechseln von 1500 N durchgeführt werden. Daraus resultierte, dass ein Sicherheitsfaktor bei der konstruktiven Auslegung der Simulationsdaten zu berücksichtigen ist. Mittels eines Schwingungstests wurden die 2 Mio. Lastwechsel bei einer Frequenz von 5 Hz ohne Versagen des additiv gefertigten Materials bzw. der filigranen Netzstruktur erfolgreich getestet.

### 3.3. Bohrwerkzeug / Bohrversuche

Die vorliegenden Ergebnisse sollten genutzt werden, um ein Bohr- und Reibwerkzeug für die CFK-Bearbeitung zu optimieren. Diese Optimierung soll dazu dienen, die Prozessstabilität zu steigern, die Werkzeugstandzeit zu erhöhen und die Bohrlochqualität zu verbessern. Bei der Herstellung von Bohrungen in CFK kommt es in der Regel zu starken Rundheitsabweichungen aufgrund der anisotropischen Eigenschaften der Fasern. Um dieses Problem zu vermeiden, werden meist dreischneidige Werkzeuge genutzt, da sich die Schneiden somit gegenseitig abstützen können [6, 7]. Das Ziel des im Projekt neuentwickelten Werkzeuges ist es, die unterschiedlichen auftretenden Prozesskräfte während einer Werkzeugumdrehung zu kompensieren, indem die Schneide kraftgesteuert nachgibt. Aus diesem Grund wurde ein zweischneidiges Werkzeug konstruiert, das den Rundheitsfehler durch die flexibel gelagerte Schneide kompensieren sollte. Abbildung 5 zeigt das Werkzeug sowie die Komponente, in der die flexible Wabenstruktur untergebracht ist. Die Reibschneide (1) ist durch den Stift (4) in einem Drehpunkt gelagert und soll somit den Enddurchmesser der Bohrung fertigen. Zum Eintritt der Reibschneide ist diese flexibel gelagert, indem diese in einer Art Kassette (2) geführt wird. In dieser Kassette wird die nachgiebige Struktur eingebracht wodurch die Schneide in der Lage ist sich je nach Stärke der einwirkenden Kräfte zu bewegen.

In der Simulation hat sich ergeben, dass eine Kassette mit einem Wabengitter nicht die erforderliche Nachgiebigkeit erreichen würde, weswegen eine Kassette mit einer einzelnen Wabenstruktur additiv gefertigt wurde. Um die tatsächliche Nachgiebigkeit des Werkzeuges zu ermitteln, wurde das Werkzeug zunächst in einem statischen Versuch getestet.



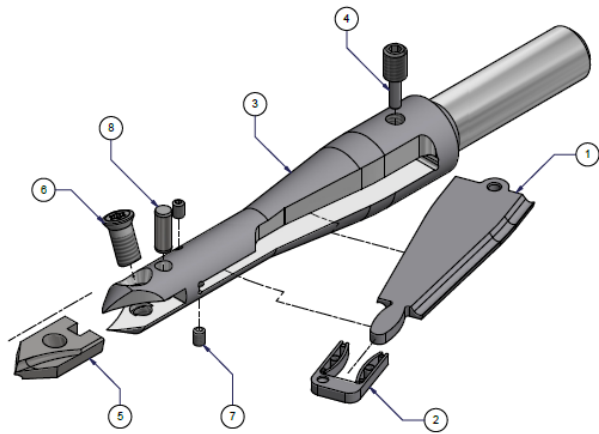


Abbildung 5: Innovatives Aufbohrwerkzeug mit flexibel gelagerter Reibschneide

Dazu wurde es in Richtung der Nachgiebigkeit mit einer gezielten Kraft gegen einen Anschlag gefahren, wobei die Kraft mit einem Rotationsdynamometer der Firma Kistler gemessen wurde. Auf der gegenüberliegenden Seite wurde der Ausschlag der Schneide mit einer Messuhr gemessen. Dabei zeigte sich eine lineare Nachgiebigkeit der Wabenstruktur (Abbildung 6), die vergleichbar ist mit der zuvor simulierten Verformung.

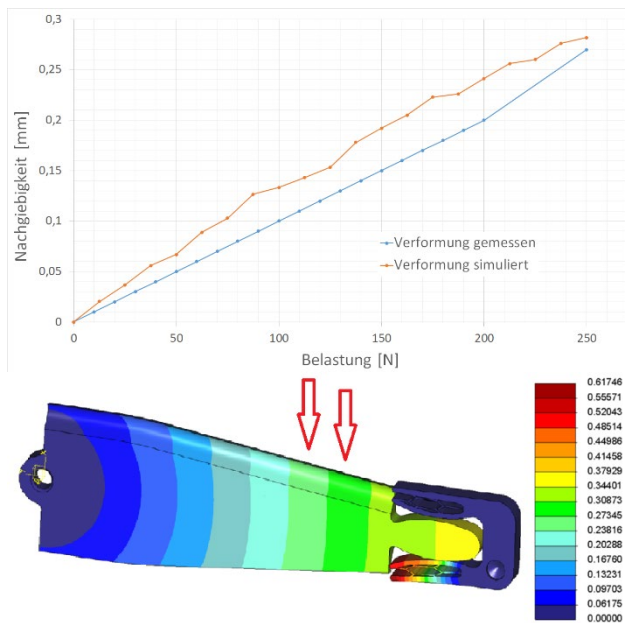


Abbildung 6: **oben:** statische Nachgiebigkeit der Wabenstruktur im Bohrwerkzeug **unten:** simulierte Belastung auf die Reibschneide und Verformung der Kassette mit Wabenstruktur

Anschließend wurde das Werkzeug im Bohrversuch getestet. Die Versuchswerkstücke bestanden aus unidirektionalem CFK und Gewebe-CFK. Die Drehzahl für den Reibprozess betrug  $n = 400 \text{ min}^{-1}$  bei einem Vorschub von  $f = 91,2 \text{ mm/min}$ . Die Prozesskräfte wurden mit dem Rotationsdynamometer der Firma Kistler gemessen. Um

den Rundheitsfehler der Bohrungen zu ermitteln, wurden diese im Anschluss mit einem Koordinatenmessgerät vermessen.

Bei den Versuchen traten keine Schwingungen oder störenden Frequenzen auf. Die Prozesskraftverläufe bestätigten dies. Die Messungen des Koordinatenmessgerätes zeigten, dass die Enddurchmesser von 15 mm mit einer maximalen Abweichung von +0,032 mm im Gewebe-CFK und +0,118 mm im unidirektionalem CFK erreicht wurden. Insgesamt wurde eine Rundheit mit einer maximalen Abweichung von 0,008 mm in Gewebe-CFK und von 0,018 mm in unidirektionalem CFK erreicht.

Die Ergebnisse zeigen, dass eine Prozessstabilisierung mit dem Einsatz von nachgiebigen Strukturen in einem Bohrwerkzeug für CFK erreicht werden kann.

#### 4. Zusammenfassung / Fazit / Ausblick

Nachdem geeignete Aufbauparameter für den Werkzeugstahl 1.2709 ermittelt wurden, konnten erste mechanische Kennwerte für die Simulationsdatenbank erfasst werden. Als Gitternetz wählte man eine Wabenstruktur und simulierte die Variation der Elementarzellegröße und Zellwandstärke und fertigte diese. Anhand von definierten Druckbelastungen wurde die elastische Verformbarkeit der Netze ermittelt und mit den Simulationsdaten abgeglichen. Nach Integration dieser elastischen Strukturen in ein Bohrwerkzeug erfolgte der Nachweis unter Realbedingungen im Prozess. Es konnte erfolgreich eine Nachgiebigkeit des Werkzeuges nachgewiesen werden.

Im Weiteren soll die Simulationssoftware PTC Creo um ein Feature erweitert werden, das es ermöglicht, Topologieoptimierung am Werkstückdesign mit der Funktionalität der Nachgiebigkeit zu verschmelzen. Für die CFK-Bearbeitung ist geplant, das bereits existierende Aufbohrwerkzeug mit flexiblen Elementen auszustatten, um eine gleichmäßige Abnutzung der Schneiden und damit eine verbesserte Prozessstabilität und Qualität zu erreichen.

#### Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

Das Projekt META-flexROUND (FKZ: 16KN087145) wurde gefördert durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages. Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Unterstützung.

## Literaturverzeichnis

- [1] Spears, Thomas G., Gold, Scott A. (2016): *In-process sensing in selectiv laser melting (SLM) additive manufacturing*, Integrating Materials and Manufacturing Innovations, 2016
- [2] <https://www.simufact.de/simufact-additive.html>
- [3] Teufelhart, S. (2016): *Belastungsoptimiertes Design von Gitterstrukturen für die additive Fertigung nach dem bionischen Prinzip der kraftflussgerechten Gestaltung*, Dissertation, Technische Universität München
- [4] Mapal (2018): *Mapal Technologie Report 08: Additive Fertigung*, <https://mapal.com/de-de/mediathek/technologyreport>, 29.09.2023
- [5] Komet (2017): <https://www.youtube.com/watch?v=ZIH5a4Oy1xo>, 29.09.2023
- [6] Sauer, K., Dix, M., Putz, M. (2018): *Process Forces Analysis and a New Feed Control Strategy for Drilling of Unidirectional Carbon Fiber Reinforced Plastics (UD-CFRP)*, Journal of Manufacturing and Materials Processing, 2018
- [7] Piquet, R., Ferret, B., Lachaud, F., Swider, P. (2000): *Experimental analysis of drilling damage in thin carbon/epoxy plate using special drills*, Composite Part A: Applied Science and Manufacturing, 2000, 31, S. 1107 - 1115

# Optimierung der Strahlenschutzeinhausung für UKPL-Maschinen

Sebastian Kraft<sup>1</sup>, Jörg Schille<sup>1</sup>, Udo Löschner<sup>1</sup>

<sup>1</sup>) Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

*Infolge der raschen Entwicklung in der Lasertechnik werden in modernen Laserbearbeitungsmaschinen immer öfter Ultrakurzpuls-Laser (UKPL) verwendet. Die vielseitigen Einsatzmöglichkeiten eröffnen industrielle Anwendungen in den Bereichen der Oberflächenfunktionalisierung, Medizin und vielen mehr. Durch die Eigenschaften der UKPL-Strahlung können neben der Primärgefährdung durch die Laserstrahlung auch Sekundärgefährdungen wie die laser-induzierte Röntgenstrahlung entstehen. Um diese meist weiche Röntgenstrahlung abzuschirmen und die Reglementierung nach §17 StrlSchV einzuhalten, wird die Abschwächung der Röntgenstrahlung von verschiedenen Materialien berechnet, validiert und an spektralen Verteilungen aus der Literatur angewendet. Dadurch soll es ermöglicht werden, die Schutzfunktion der UKPL-Maschineneinhausung an verschiedene Szenarien anzupassen und zu optimieren.*

## 1. Einleitung

Ultrakurzpuls-Laser (UKPL) werden seit Jahrzehnten in Spezialanwendungen großflächig eingesetzt. Diese erstrecken sich von der Nutzung in der Forschung für Analytik und Messtechnik bis zum Hauptgebiet der kommerziellen Nutzung, der Anwendung in der Medizin, speziell in der Augenheilkunde. Durch den rasanten Anstieg der verfügbaren mittleren Leistung von UKPL-Systemen rücken diese in den Fokus des industriellen Einsatzes in der klassischen Bearbeitung von Metallen und technischen Materialien. Auch hier wird die hohe Präzision infolge der guten räumlichen und zeitlichen Energiekonzentration ausgenutzt. Dabei können hochintensive Pulse mit Spitzenintensitäten  $I_0$  weit über  $1 \text{ TW/cm}^2$  erzeugt werden und durch die folgend angeregten Plasmen besteht die Möglichkeit der Emission von Röntgenphotonen. Diese laser-induzierte Röntgenstrahlung als Sekundäremission bei UKPL-Prozessen ist seit den 1990er bekannt. Infolge der Entwicklung bei Hochleistungs-UKPL in den letzten Jahren rückte diese Gefährdung wieder in den Blickpunkt.

## 2. Strahlenschutz bei UKPL-Maschinen

### 2.1. Gesetzliche Bestimmungen innerhalb der BR Deutschland

In Deutschland reglementiert das Strahlenschutzgesetz StrlSchG bzw. die Strahlenschutzverordnung StrlSchV den Betrieb und die Zulassung von Geräten mit ionisierender Strahlung. Der Bremsstrahlungsanteil der laser-induzierten Strahlung folgt dabei der MAXWELL-BOLTZMANN-Verteilung [1]–[3]. Aufgrund der Verteilung existiert theoretisch keine maximale Energie der Röntgenphotonen und Lasermaschinen können somit nicht als Störstrahler klassifiziert werden. Störstrahler sind laut §5 (37) StrlSchG auf Elektronenenergien  $< 1 \text{ MeV}$  begrenzt. Dadurch werden die UKPL-Anlagen in die Gruppe der Anlagen zur Erzeugung von ionisierender Strahlung gezählt. Laut Anlage 3 Teil C StrlSchV können diese Anlagen in zwei Fällen genehmigungs- und anzeigefrei nach §7 StrlSchV betrieben werden, diese sind:

- eine Bauartzulassung laut §17 StrlSchV

„Die Bauart einer Anlage zur Erzeugung ionisierender Strahlung, die nicht zur Anwendung am Menschen bestimmt ist, darf nach § 45 Absatz 1 Nummer 1 des Strahlenschutzgesetzes nur dann zugelassen werden, wenn sichergestellt ist, dass die Ortsdosisleistung im Abstand von 0,1 Meter von der berührbaren Oberfläche der Vorrichtung 1 Mikrosievert durch Stunde bei normalen Betriebsbedingungen nicht überschreitet.“

- der Betrieb mit niedrigen Bestrahlungsstärken und geringer Ortsdosisleistung laut Anlage 3 Teil C: Absatz 2 Satz 2 StrlSchV

„Genehmigungs- und anzeigefrei ist der Betrieb von Anlagen zur Erzeugung ionisierender Strahlung, in denen durch das Auftreffen von Laserstrahlung nach § 2 Absatz 3 Satz 1 der Arbeitsschutzverordnung zu künstlicher optischer Strahlung auf Material ionisierende Strahlung erzeugt werden kann, falls die Bestrahlungsstärke der Laserstrahlung  $1 \times 10^{13} \text{ Watt pro Quadratmeter}$  nicht überschreitet und die Ortsdosisleistung in 0,1 Meter von der berührbaren Oberfläche 1 Mikrosievert durch Stunde nicht überschreitet.“

Zusammenfassend gesagt, muss unabhängig von den angewendeten Ordnungsparagrafen die Ortsdosisleistung auf maximal  $1 \mu\text{Sv/h}$  in 10 cm zur berührbaren Oberfläche begrenzt werden. Dabei sind Messgrößen für die Ortsdosen laut Anlage 18 StrlSchV:

- die Umgebungsäquivalentdosis  $H^*(10)$
- die Richtungs-Äquivalentdosis  $H'(3, \Omega)$  in 3 mm Tiefe
- die Richtungs-Äquivalentdosis  $H'(0,07, \Omega)$  in 0,07 mm Tiefe.

### 2.2. Laser-induzierte Röntgenstrahlung in UKPL-Maschinen

Die Dosisleistung und spektrale Verteilung der laser-induzierten Röntgenstrahlung während modernen Hochleistungslaseranwendungen sind stark von den Laser-, Prozess- und Materialparametern abhängig [1]–[17]. In

einer Vielzahl von Untersuchungen mit NIR-UKPL konnten Richtungs-Äquivalentdosisleistungen  $H'(0,07)$  bis in den Sv/h-Bereich nachgewiesen werden. Ohne das Wissen über die spektrale Verteilung dieser Strahlung kann jedoch nur eine sehr ungenaue Schätzung der Abschirmung durchgeführt werden. Die laser-induzierte Röntgenstrahlung weist neben der Bremsstrahlung nach MAXWELL-BOLTZMANN auch die charakteristische Strahlung der bearbeiteten Materialien auf. Dabei ist das Verhältnis aus diesen beiden Anteilen ist nicht konstant zueinander und der Anteil des Linienspektrums der charakteristischen Strahlung kann die Bremsstrahlung in Bezug auf die Dosisleistung überwiegen.

Tabelle 1: Übersicht der Messbedingungen der exemplarischen spektralen Röntgenstrahlungsverteilung aus eigenen Versuchen, der Literatur und der Theorie. Materialien: Edelstahl (StSt), Titanlegierung (Ti), Wolfram (W)

Name	Material	Messabstand $d_0/m$	Richtungs-Äquivalentdosisleistung $H'(0,07) / mSv/h$	Spitzenintensität $I_0 / 10^{13} W/cm^2$	Quelle
(1)	---	0,2	1.000	---	[18]
(2)	W	0,4	2,8	30	[19]
(3)	StSt	0,1	46	(1,5 ± 0,4)	
(3)	Ti	0,1	28	(1,5 ± 0,4)	
(4)	StSt	0,1	0,4	(7,8 ± 0,6)	

Um die Auswirkung der verschiedenen Abschirmmaterialien genauer zu untersuchen, werden insgesamt fünf Prozesse genutzt, siehe Tabelle 1. Davon sind vier reale spektrale Verteilungen (2-4) und eine theoretische Bremsstrahlungsverteilung ohne charakteristische Strahlung (1), mit den oben benannten Fehlerquellen, ausgewählt. Diese Beispiele zeigen die messbare spektrale Verteilung bei verschiedensten Prozess- und Laserparametern, zu bearbeiteten Materialien, in diversen Messabständen  $d_0$  und Dosisleistungen. Die Spektren sind in Abbildung 1 dargestellt.

Neben den zur Validierung genutzten Prozessen, siehe Abschnitt 4, wird ein ‚worst-case‘ Spektrum [19] mit bis zu 40 keV Photonenenergie genutzt und soll die maximal mögliche Exposition darstellen. Durch die Weiterentwicklung der Laserquellen kann sich der ‚worst-case‘ in Zukunft weiter zu höheren Dosisleistungen oder Photonenenergien verschieben.

Als theoretischer möglicher Ansatz wird eine Verteilung mit einer Dosisleistung  $H'(0,07) = 1 Sv/h$  mit vergleichbarer Elektronentemperatur wie das ‚worst-case‘-Spektrum genutzt. Solche hohen Dosisleistungen wurden in der Literatur für Hochleistungslaseranwendungen berechnet [18].

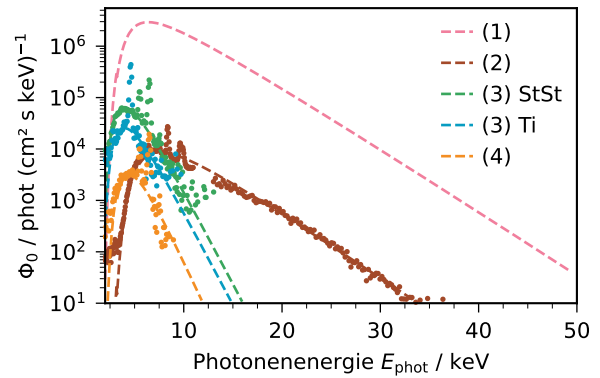


Abbildung 1: Spektrale Verteilung der laser-induzierten Röntgenstrahlung, vgl. Tabelle 1, aus eigenen Untersuchungen (3) und (4), siehe Sektion 4, der Literatur (2) [19] und einer theoretischen Bearbeitung (1) angelehnt an [18]. Die gestrichelten Linien zeigen die Verteilung nach MAXWELL-BOLTZMANN des Bremsstrahlungsanteils.

### 2.3. Berechnung der Röntgenstrahlungsbildschirmung

Die Ausbreitung der Ortsdosis wird aus den gemessenen spektralen Verteilungen der Röntgenstrahlung bestimmt. Diese Energiedosen (Qualitätsfaktor  $Q$  von 1 für Photonen) beschreiben die absorbierte Energie in einem Volumen in der Tiefe  $d_p$  im Gewebe der Dichte  $\rho_{tis}$  [20]. Die Richtungs-Äquivalentdosis

$$H'(d_p) = \frac{1}{\rho_{tis}} \int_0^{\infty} \Phi_0(E) \frac{E_{Phot}}{\Delta E} e^{-\mu_{tis}(E)d_p} \mu_{tis}(E) dE$$

kann aus dem normierten energiedispersiven Photonfluss  $\Phi_0$  (Röntgenspektrum) durch Integration berechnet werden. [18] Die Absorption des  $d_p$ -dicken Gewebes wird durch das LAMBERT-BEER'sche Gesetz berücksichtigt. Infolge der sehr weichen Röntgenstrahlung bei der Laserbearbeitung wird hier der Maximalwert ( $\Omega = 0$ ) der Richtungs-Äquivalentdosis in einer Tiefe von 0,07 mm betrachtet.

Ausgehend von den oben gezeigten spektralen Verteilungen kann der Einfluss der Ausbreitung in der Prozessumgebung, d. h. Atmosphäre und Einhausung, bestimmt werden. Die lineare Absorption der Strahlung wird durch die Aneinanderreihung von  $d_i$ -dicken Schichten

$$\frac{\Phi_1(E)}{\Phi_0(E)} = \prod_i e^{-\mu_i(E)d_i}$$

mittels der Absorptionskoeffizienten der Materialien  $\mu$  aus der NIST-Datenbank [21] bestimmt. Neben der der Absorption verringert sich der Fluss mit zunehmendem Abstand zur Strahlungsquelle. Unter Annahme einer Punktquelle reduziert sich der Photonfluss ausgehend vom Messort  $d_0$  durch das Abstandsgesetz

$$\frac{\Phi_1(E)}{\Phi_0(E)} = \frac{d_0^2}{(d_0 + \sum_i d_i)^2}$$

Durch diese simple Abschätzung der Ausbreitung der Röntgenstrahlung können neben der Berechnung mit

einlagigen Materialien auch Stapel von verschiedenen Materialien genutzt werden. Außerdem können dadurch auch Messungen in verschiedenen Abständen infolge der teilweise verschiedenen Messbedingungen an real existierenden Maschinen verglichen werden.

## 2.4. Validierung der Berechnung

Zur Überprüfung der gezeigten Berechnungsvorschrift wurden UKP-Laserbearbeitungsszenarien mit entstehender Röntgenstrahlung untersucht. Dazu wurde ein NIR-UKP-Laser ( $\lambda = 1030 \text{ nm}$ ,  $\tau_H = 600 \text{ fs}$ ,  $P_{av/\max} = 80 \text{ W}$ ) innerhalb einer vollumschlossenen Anlage in zwei verschiedenen Szenarien eingesetzt.

Zum einen wurde eine hochrepetierende Bearbeitung ( $f_P = 1,6 \text{ MHz}$ ,  $P_{av} = 30 \text{ W}$ ) mit einer Spitzenintensität von  $I_0 = (1,5 \pm 0,4) \cdot 10^{13} \text{ W/cm}^2$  eingesetzt. Hierbei wurde eine Strahlbewegung durch einen Galvanometer-scanner durchgeführt und der Laserstrahl durch eine  $f$ -Theta Optik ( $f = 167 \text{ mm}$ ,  $w_{0,86} = 15,5 \mu\text{m}$ ) fokussiert. Die Pulsabstände während der unidirektionalen Bearbeitung lagen bei  $0,88 \mu\text{m}$  und Linienabstände von  $20 \mu\text{m}$  wurden genutzt. Die entstehende Röntgenstrahlung,

Spektrien (3) in Tabelle 1, bei der Bearbeitung von Edelstahl (X5CrNi18-10) und Titanlegierung (TiMo4) wurde untersucht und abgeschwächt, siehe Tabelle 1.

Zum anderen wurde eine Bearbeitung mit Festoptik, Spektrum (4), ( $f = 80 \text{ mm}$ ) und Achsenbewegung bei  $f_P = 5 \text{ kHz}$  und einem Pulsabstand von  $1 \mu\text{m}$  untersucht. Hier wurde ein bidirektionaler Prozess mit einer Spitzenintensität von  $I_0 = (7,8 \pm 0,6) \cdot 10^{13} \text{ W/cm}^2$  auf den Edelstahlproben durchgeführt.

Die Validierung wurde durch die Abschirmung des Messgerätes mit dünnen Folien verschiedener Materialien durchgeführt. Dazu wurden Metallfolien, Aluminiumfolie mit  $13 \mu\text{m}$  und Messing-, Stahl- und Edelstahlfolie mit  $25 \mu\text{m}$ , verwendet und durch eine federbelastete Vorrichtung vor dem Messgerät gehalten. In der Messreihe (4) wurden außerdem Kunststofffolien aus Polyethylen (PE) und Polyethylenterephthalat (PET) verwendet. Diese wiesen mit  $200 \mu\text{m}$  bzw. einem mm dickere einzelne Lagen auf. Die Ergebnisse der Messungen stimmen gut mit den berechneten Werten überein, siehe Abbildung 2. Die initiale Messung des Spektrums  $d = 0$  wurde mit einem SILIX Spektrometer durchgeführt. Um den Einfluss des Messgerätes zu reduzieren, wurden die beiden Messserien (3) mit einem Ortsdosimeter OD-02 aufgezeichnet und die Messserie (4) mit dem SILIX durchgeführt. Der Einfluss der beiden Messgeräte ist im kleinen Dosisleistungsbereich unterhalb  $10 \mu\text{Sv/h}$  sichtbar. Die Werte mit dem OD-02 stimmen mit der Berechnung auch in diesem Bereich noch gut überein, wohingegen dass SILIX hier im Bereich der Ansprechschwelle rangiert.

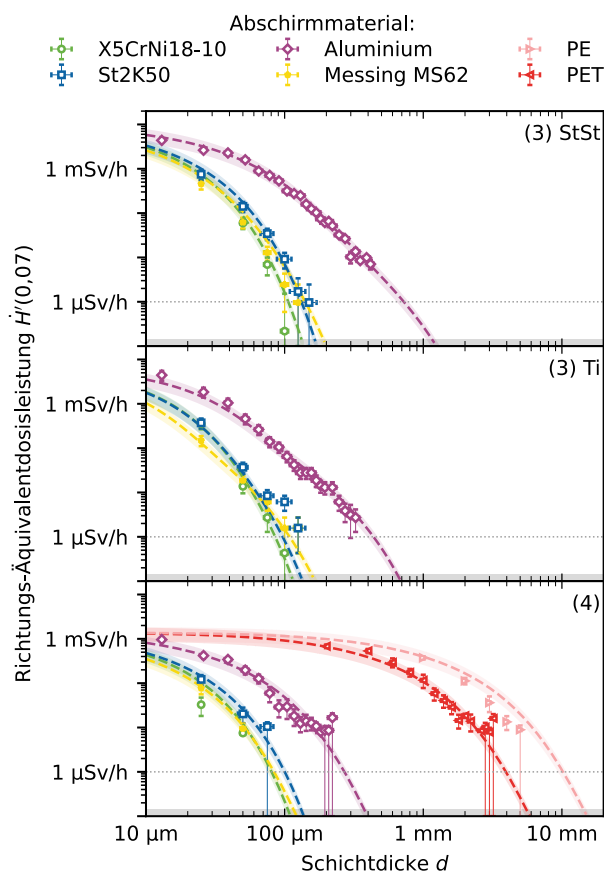


Abbildung 2: Validierung (Marker) der berechneten Dosisleistungsverläufe (gestrichelte Linien) infolge der Abschwächung durch verschiedene Materialien. Die Fehler zeigen die  $2\sigma$ -Abweichungen der Dosisleistungen und die farbigen Bereiche markieren einen  $\pm 20\%$ -Bereich der Berechnungen. Der graue Bereich ( $80 \pm 60$ ) nSv/h zeigt den Bereich der natürlichen Röntgenstrahlung im Labor zur Unterscheidung zwischen laser-induzierter und natürlicher Strahlung.

## 3. Anwendungsmöglichkeiten

Durch die gute Übereinstimmung von den gemessenen Dosisleistungen mit den berechneten Werten können folgend verschiedenste Szenarien bezüglich der Anlagendimensionierung durchgespielt werden. Denkbare Möglichkeiten der Anwendung wären z.B.:

- Definition der Dicke der Schutzeinhausung von UKPL-Maschinen aus realen Messungen im F&E-Prozess oder bei Änderung der Prozessstrategie oder Upgrade der Laserquelle in existierenden Anlagen
- Entwicklung von Schutzwänden aus Schichtsystemen für ökonomische und ökologische Optimierung

### 3.1. Bestimmung der Schutzeinhausung

Bespielsweise sollen ausgehend von den spektralen Verteilungen in Abschnitt 2.2 die Richtungs-Äquivalentdosisleistungen  $H'(0,07)$  auf die Vorgaben des StrlSchG abgeschwächt werden, um einen genehmigungs- und anzeigefreien Betrieb der Anlage zu ermöglichen. Dazu wird die Schichtdicke der Materialien stetig erhöht, bis die Forderung von maximal  $1 \mu\text{Sv/h}$  in  $10 \text{ cm}$  Abstand zur berührbaren Oberfläche an Luft erreicht wird. Aus der Fülle der zur Verfügung stehenden Materialien werden

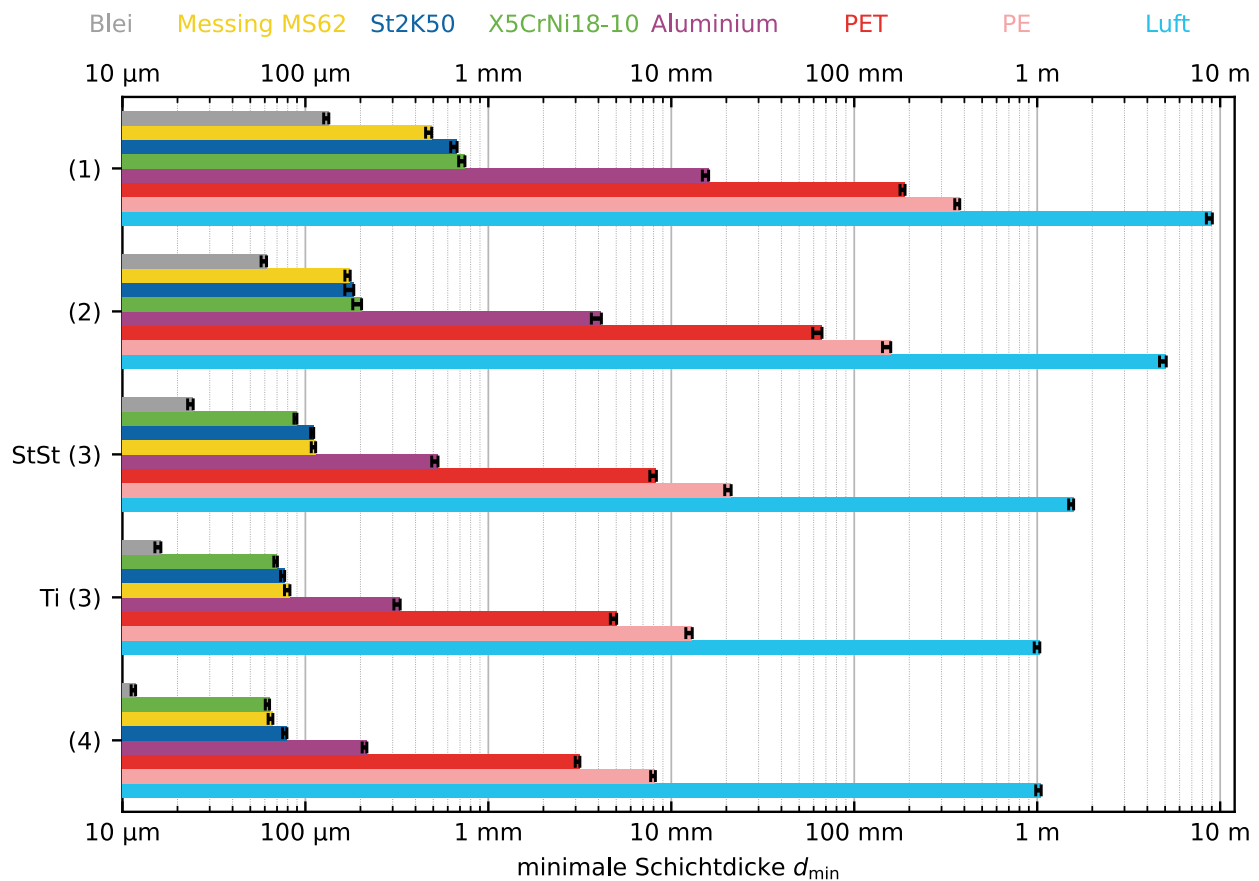


Abbildung 4: Minimale Schichtdicken von einlagigen Materialien zur Reduzierung der spektralen Verteilungen der laser-induzierten Röntgenstrahlung, siehe Tabelle 1 und Abbildung 1, auf  $H'(0,07) = 1 \mu\text{Sv/h}$  in 10 cm Abstand zur berührbaren Oberfläche an Luft ausgehend vom Messort  $d_0$ . Die Fehlerbalken geben den ermittelten Dickenbereich an, ausgehend von  $\pm 20\%$ -fehlerbehafteten Messung der spektralen Verteilung an  $d_0$ .

gängige Materialien für Schutzeinhausungen ausgewählt. Neben den Materialien aus den Untersuchungen in Abschnitt 2.4: Aluminium, Stahl, Edelstahl, Messing und den Kunststoffen PE und PET werden die Werte für Blei und an Luft bestimmt. Die Werte für Luft sollen dabei für einen offenen Betrieb der Anlage stehen.

In Bezug auf die realen spektralen Verteilungen, Tabelle 1 (2-4), zeigen die Berechnungen der minimalen Schichtdicken, Abbildung 4, dass die Metalle, wie z.B. Stahl, Edelstahl und Messing, die weiche laser-induzierte Strahlung bereits nach ca. 200 µm auf die gewünschte Dosisleistung reduziert haben. Im Falle des ‚worst-case‘-Spektrums, würde Blei mit ca. 70 µm die geringste Schichtdicke benötigen. Für Aluminium hingegen würde aufgrund der geringen Absorption eine Wandstärke von ca. 4,5 mm notwendig sein. Maschineneinhausungen von mehreren mm-Wandstärke sind jedoch unüblich und der Gewichtsvorteil einer Aluminiumwand würde hier durch die geringe Schutzwirkung zunichte gemacht. Für unsere Laserprozesse, Tabelle 1 (3) und (4), sind hingegen unter 500 µm Aluminium theoretisch ausreichend.

Beim Bremsstrahlungsspektrum, Tabelle 1 (1), würde im Vergleich deutlich mehr Material zur Abschirmung benötigt werden, da das Spektrum deutlich härter ist. Wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, kann durch die nicht

beachtete charakteristische Strahlung hier ein großer Fehler auftreten. Nichtsdestotrotz würde eine Stahl Dicke von < 1 mm ausreichen, um die Röntgenstrahlung ausreichend abzuschwächen.

Von Einhausungen aus den Kunststoffen ist selbst bei der weichen Strahlung abzusehen bzw. würden eine mehrere 10 mm-dicke Wand notwendig werden, um eine ausreichende Schutzwirkung zu erzielen. Der Betrieb von offenen Anlagen hingegen würde einen Mindestabstand von mehreren Metern benötigen um die Strahlungsbelastung auf ein Niveau unterhalb von 1 µSv/h abzusenken. Da die berührbare Fläche aber in diesem Falle das Laserplasma wäre, würde eine Bauartzulassung nicht infrage kommen und auch hinsichtlich der Primär- und anderer Sekundärgefährdungen würde kein ausreichender Schutz entstehen.

### 3.2 Entwicklung von Schutzeinhausung

Neben der Wahl eines Materials mit genügend Schutzwirkung gegenüber der Röntgenstrahlung darf hier der Schutz von der Primärgefährdung der Laserstrahlung nicht unterschlagen werden. Untersuchungen mit hochbrillanter NIR-Laserstrahlung bei Hochleistungsprozessen zeigten, dass Aluminium eine höhere Widerstandskraft aufweist als Stahlwerkstoffe [22]. Dazu könnten spezielle Verbundplatten oder Mehrschichtkonzepte

genutzt werden, welche eine Kombination aus Laser- und Strahlenschutz darstellen.

#### 4. Zusammenfassung

Moderne Laseranlagen werden zunehmend mit Hochleistungslasern ausgestattet und benötigen neben dem Schutz gegen die primäre Gefährdung der Laserstrahlung auch einen Schutz gegen die auftretenden Sekundärgefährdungen. Bei Prozessen mit hochintensiver Laserstrahlung kann dabei Röntgenstrahlung in beträchtlich hohen Dosisleistungen entstehen. Der Betrieb von Anlagen zur Erzeugung ionisierender Strahlung wird durch das StrlSchG in Deutschland reglementiert. Dabei ist es für einen genehmigungs- und anzeigefreien Betrieb mit einer Bauartzulassung notwendig die Ortsdosisleistung auf  $1 \mu\text{Sv/h}$  in 0,1 m Entfernung zur berührbaren Oberfläche zu reduzieren. Infolge der komplexen Abhängigkeiten der Laser-, Prozess und Materialparameter auf die emittierte Röntgenstrahlung ist es schwierig eine allgemeingültige Vorhersage auf die mögliche Gefährdung zu treffen.

Um mögliche Schutzeinhausung der Maschinen zu charakterisieren, wurden hier verschiedene spektrale

Verteilungen von laser-induzierter Strahlung aus Grundlage genutzt, um die Abschirmwirkung von verschiedenen Materialien darzustellen. Die Berechnungen für diese Verteilungen zeigen, dass Metallen/Legierungen, wie Messing und Stahl, ab 1 mm Dicke eine ausreichende Schutzwirkung aufweisen und die Richtungs-Äquivalentdosisleistung  $H'(0,07)$  auf unterhalb von  $1 \mu\text{Sv/h}$  reduziert. Die Verwendung von Aluminium kann jedoch nur bedingt eine vergleichbare Abschirmung mit geringen Schichten unterhalb von 1 mm aufweisen. Infolge der geringen Absorption sollte von Kunststoff oder Luft (offene Anlage) abgesehen werden, um einen ausreichenden Schutz zu garantieren.

Die hiergezeigten Berechnungen sollen als Denkanstoß für die Auslegung von UKPL-Anlagen dienen, jedoch müssen die notwendigen Prüfungen der Schutzeinrichtung messtechnisch überprüft werden.

#### Kontakt Daten

Technikumplatz 17, 09648 Mittweida

Sebastian Kraft

kraft@hs-mittweida.de

#### Literaturverzeichnis

- [1] Legall, Herbert; Bonse, Jörn; Krüger, Jörg (2020): Review of X-ray exposure and safety issues arising from ultra-short pulse laser material processing in: *Journal of radiological protection: Official journal of the Society for Radiological Protection*.
- [2] Legall, Herbert; Bonse, Jörn; Krüger, Jörg (2021): Emission of X-rays during ultrashort pulse laser processing, Lasers in Manufacturing Conference. München.
- [3] Schille, Joerg; Kraft, Sebastian; Pflug, Theo; Scholz, Christian; Clair, Maurice; Horn, Alexander; Loeschner, Udo (2021): Study on X-ray Emission Using Ultrashort Pulsed Lasers in Materials Processing in: *Materials*, 14, 16, 1–18.
- [4] Barkauskas, V.; Plukis, A. (2022): Prediction of the irradiation doses from ultrashort laser-solid interactions using different temperature scalings at moderate laser intensities in: *Journal of radiological protection*, 42, 1.
- [5] Behrens, R.; Pullner, B.; Reginatto, M. (2019): X-Ray emission from materials processing lasers in: *Radiation protection dosimetry*, 183, 3, 361–374.
- [6] Garmatina, A. A.; Shubnyi, A. G.; Asadchikov, V. E.; Nuzdin, A. D.; Baranov, A. I.; Myasnikov, D. V.; Minaev, N. V.; Gordienko, V. M. (2021): X-ray generation under interaction of a femtosecond fiber laser with a target and a prospective for laser-plasma x-ray microscopy in: *Journal of Physics: Conference Series*, 2036, 1, 12037.
- [7] Holland, Julian; Weber, Rudolf; Sailer, Marc; Graf, Thomas (2022): Influence of Pulse Duration on X-ray Emission during Industrial Ultrafast Laser Processing in: *Materials*, 15, 6.
- [8] Kraft, Sebastian; Böttcher, Katrin; Bonse, Jörn; Schille, Jörg; Löschner, Udo; Krüger, Jörg (2023): Unwanted X-ray emission in ultrashort pulse laser processing, Lasers in Manufacturing Conference. München.
- [9] Legall, Herbert; Schwanke, Christoph; Bonse, Jörn; Krüger, Jörg (2019): The influence of processing parameters on X-ray emission during ultra-short pulse laser machining in: *Applied Physics A*, 125, 8.
- [10] Legall, Herbert; Schwanke, Christoph; Pentzien, Simone; Dittmar, Günter; Bonse, Jörn; Krüger, Jörg (2018): X-ray emission as a potential hazard during ultrashort pulse laser material processing in: *Journal of Applied Physics*, 124, 6.
- [11] Mosel, Philip; Sankar, Pranitha; Düsing, Jan Friedrich; Dittmar, Günter; Püster, Thomas; Jäschke, Peter; Vahlbruch, Jan-Willem; Morgner, Uwe; Kovacev, Milutin (2021): X-ray Dose Rate and Spectral Measurements during Ultrafast Laser Machining Using a Calibrated (High-Sensitivity) Novel X-ray Detector in: *Materials*, 14, 16.
- [12] Mosel, Philip; Sankar, Pranitha; Zulqarnain; Appi, Elisa; Jusko, Christoph; Zuber, David; Kleinert, Sven; Düsing, Jan; Mapa, Jose; Dittmar, Günter; Püster, Thomas; Böhmer-Brinks, Petra; Vahlbruch, Jan-Willem; Morgner, Uwe; Kovacev, Milutin (2022): Potential hazards and mitigation of X-ray radiation generated by laser-induced plasma from research-grade laser systems in: *Optics express*, 30, 20, 37038–37050.
- [13] Rucker, Jan; Fricke, Alexandra; Kahle, Martin (2022): Unwanted x-ray emission during ultra-short pulse laser material processing and the influence of processing parameters in: *Procedia CIRP*, 111, 850–854.
- [14] Schille, Jörg; Kraft, Sebastian; Kattan, Dany; Löschner, Udo (2022): Enhanced X-ray Emissions Arising from High Pulse Repetition Frequency Ultrashort Pulse Laser Materials Processing in: *Materials*, 15, 8.
- [15] Stolzenberg, Ulf; Schmitt Rahner, Mayka; Pullner, Björn; Legall, Herbert; Bonse, Jörn; Kluge, Michael; Ortner, Andreas; Hoppe, Bernd; Krüger, Jörg (2021): X-ray Emission Hazards from Ultrashort Pulsed Laser Material Processing in an Industrial Setting in: *Materials*, 14, 23.
- [16] Valle Brozas, F.; Crego, A.; Roso, L.; Peralta Conde, A. (2016): Laser-based X-ray and electron source for X-ray fluorescence studies in: *Applied Physics B*, 122, 8.

- [17] Holland, Julian; Weber, Rudolf; Hagenlocher, Christitan; Graf, Thomas (2023): Process monitoring during ultrafast laser processing by means of soft X-ray emission, Lasers in Manufacturing Conference. München.
- [18] Weber, Rudolf; Giedl-Wagner, Roswitha; Förster, Daniel J.; Pauli, Anton; Graf, Thomas; Balmer, Jürg E. (2019): Expected X-ray dose rates resulting from industrial ultrafast laser applications in: *Journal of Applied Physics*, 125, 9.
- [19] Böttcher, Katrin; Schmitt Rahner, Mayka; Stolzenberg, Ulf; Kraft, Sebastian; Bonse, Jörn; Feist, Carsten; Albrecht, Daniel; Pullner, Björn; Krüger, Jörg (2022): Worst-Case X-ray Photon Energies in Ultrashort Pulse Laser Processing in: *Materials*, 15, 24.
- [20] Krieger, Hanno (2013): *Strahlungsmessung und Dosimetrie*.
- [21] Seltzer, Stephen (1995): Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients, NIST Standard Reference Database 126.
- [22] Weinhold, Sebastian (2008): Inbetriebnahme eines 3 kW Faserlasers unter Beachtung der Lasersicherheit und erste Versuche zum Lasertiefschweißen. Diplomarbeit. Hochschule Mittweida - University of Applied Sciences. Mittweida. Laserinstitut Hochschule Mittweida.



# Strukturiertes ta-C als alternative Verschleißschutzschicht für mechanisch belastete Oberflächen in Knie-Endoprothesen

Alexander Kratsch<sup>(a)</sup>, Maren Nieher<sup>(a)</sup>, Vadym Voropai<sup>(b)</sup>, Joachim Döring<sup>(b)</sup>, Wilhelm Kirchner<sup>(c)</sup>, Bernd Giggel<sup>(d)</sup>, Steffen Weißmantel<sup>(a)</sup>

(a) Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

(b) Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, Magdeburg, Deutschland

(c) Atherna GmbH, Berlin, Deutschland

(d) Vorrichtungsbau Giggel GmbH, Boesdorf, Deutschland

## Kurzfassung

*Wir verglichen die Reib- und Verschleißigenschaften von verschiedenen beschichteten CoCrMo-Proben unter Belastungen, wie sie typischerweise im Knie auftreten. Es wurden verschiedene ta-C-Beschichtungen und die in der Medizin verbreiteten TiNbN-Beschichtungen verglichen. Dabei wurden die bei Ball-on-Disk-Tribometerversuchen an der Tribometerspitze entstehenden Kalotten ausgewertet. Wir konnten feststellen, dass unsere strukturierten ta-C-Oberflächen, gegenüber den üblichen Beschichtungen, weniger als 1/40 des Verschleißes zeigen, bei einer gleichzeitigen Reibwertreduzierung um bis zu 80%.*

## Abstract

*Ziel des Projektes war es, Implantate zu entwickeln, welche langlebiger als bisher übliche Knieimplantatlösungen sind, besonders in Bezug auf Verschleiß der artikulierenden Flächen. Hierfür sollten Verschleiß mindernde Hartstoffschichten aus biokompatiblen Kohlenstoff (ta-C) und reibungsmindernde laserinduzierte Strukturen auf neuartigen CoCrMo-Implantaten aufgebracht werden. Wir konnten in angepassten tribologischen Untersuchungen zeigen, dass unsere Schicht-Struktur-Systeme, gegenüber TiNbN-Schichten auf gleichem Substrat, deutlich verbesserte mechanische Eigenschaften aufweisen. So zeigten diese einen auf 1/40 reduzierten Reibungsverschleiß bei gleichzeitiger Reibwertreduzierung ~1/5.*

## 1. Einleitung

Mit 115.581 durchgeführten Erstopoperationen in 2021 gehören Knie-Endoprothesen zu den in Deutschland am zweithäufigsten durchgeführten Eingriffen dieser Art. Ebenso wurden im EPRD Jahresbericht 2021 13.961 Revisionseingriffe an Kniegelenken verzeichnet. Sie sind damit anteilig häufiger als bei Hüftgelenken. Zu den häufigsten Gründen dafür zählen unter anderen Lockerungen (24%), Infektionen (15%), Progression von Arthrose (6%) und Implantatverschleiß (5,5%) [1]. Bei den am häufigsten implantierten, ungekoppelten Kniegelenkendoprothesen wird ein Zwischenlager (Inlay/Insert) aus Polyethylen zwischen metallischer Femurkomponente und metallischer Tibiakomponente eingebracht. Probleme stellen hier aktuell PE- und Metallabrieb sowie Metallionenfreisetzung dar. Dies kann zu adversen Reaktionen führen [2]. Darunter zählen Schädigungen im umgebenden Weichteil- und Knochengewebe, chronische Gelenkentzündungen mit Gelenkergüssen, Schmerzen und Bewegungseinschränkungen [3,4,5]. Abrieb findet vor allem an den artikulierenden Flächen des Gelenks statt. Ziel des Projektes war es, das PE-Inlay wegzulassen und das Gelenk aus zwei CoCr28Mo6-Komponenten zu fertigen und diese mit bioverträglichen, geschlossenen, harten amorphen Kohlenstoffschichten zu versehen, sog. ta-C, insbesondere die artikulierenden Flächen. Zusätzlich sollte ermittelt werden, inwiefern Mikrostrukturen

die Reibung reduzieren und den Verschleiß der beschichteten Bereiche beeinflussen. Diese Schicht-Struktur-Systeme sollen idealerweise einen geringeren Verschleiß als die in der Endoprothetik üblichen TiNbN-Beschichtungen aufweisen. Ziel ist es, den Patientenkomfort durch längere Standzeiten und reduzierte Komplikationswahrscheinlichkeiten gegenüber den Standardlösungen zu erhöhen und dadurch auch die Krankenkassen zu entlasten.

## 2. Material und Methoden

### 2.1 Proben

Um Reibung und Verschleiß zu testen, wurde eine Reihe von identischen runden, flachen, polierten Plättchen aus CoCr28Mo6 (kurz: CoCrMo) gefertigt. Diese wurden mit den in *Tabelle 1* aufgeführten Regimen per Pulsed Laser Deposition (PLD) beschichtet und/oder strukturiert. Um die bestmögliche Schicht-Struktur-Kombination zu ermitteln, sollten mehrere Schichtsysteme getestet werden. Zur Schichterstellung der Kohlenstoffbeschichtungen wurde das an der Hochschule Mittweida entwickelte Pulsed-Laser-Deposition-Verfahren (PLD) verwendet. Es wurde durchgehend mit spannungsfreien Schichten gearbeitet. Hierfür wurde das Laserentspannungsverfahren verwendet [6,7]. Zur Haftvermittlung zwischen Substratmaterial und Kohlenstoffschicht wurde eine 25nm starke Tantal-Schicht ebenfalls mit PLD abgeschieden.

TiNbN Beschichtungen wurden per Plasma-Arc-Deposition Verfahren aufgebracht. Diese Schichten hatten eine Stärke von 4,5µm.

Für die reibungsmindernden Strukturen wurden High Spatial Frequency Laser Induced Periodic Surface Structures (HSF-LIPSS oder „Ripple“) gewählt. Deren reibungsmindernden Eigenschaften wurden bereits mehrfach nachgewiesen [8,9,10].

Zur Strukturierung wurde ein Femtosekundenlaser mit  $\lambda=775\text{nm}$  Wellenlänge,  $\tau=150\text{fs}$  Pulsdauer und  $f=1\text{kHz}$  Pulsfrequenz verwendet. Für die Laser-Direktstrukturierung von CoCrMo wurde eine Spitzenfluenz von  $H=0,6\text{J}/\text{cm}^2$  eines gaußförmigen Strahlprofils mit einem Strahldurchmesser von  $2w_0=120\mu\text{m}$  verwendet. Für die Direktstrukturierung einer Kohlenstoffbeschichteten Oberfläche wurden  $H=5\text{J}/\text{cm}^2$  Spitzenfluenz verwendet. Die Puls-zu-Puls-Distanz (ÜLP) zwischen 70% und 80% des Strahldurchmessers in beide Vorschubrichtungen, bei zeilenweiser Verfahrensweise. Jede Struktur wurde mit einer Laserstrahlüberfahrt hergestellt. Um zu gewährleisten, dass die Tribometerspitze eines Ball-on-Disk-Tribometers immer dieselbe Vorschubrichtung in Relation zur Ripple-Orientierung hat, sind die Ripple konzentrisch („tangential“) oder sternförmig („radial“) auf den runden Proben orientiert. Es wurden ebenfalls Tests an unstrukturierten Proben durchgeführt. Einige der strukturierten Proben wurden zunächst strukturiert und anschließend mit einer  $2\mu\text{m}$  starken ta-C-Schicht versehen. Andere wurden mit  $6\mu\text{m}$  a-C und anschließend  $2\mu\text{m}$  ta-C beschichtet und zuletzt strukturiert. Die folgende Tabelle gibt einen Überblick über die verwendeten Proben und deren Nomenklatur, welche im Folgenden verwendet wird.

Probenname:	CPx1	CPx2µ	CPT2µ	CPT8µ	CPxTiNbN
<b>Probenstrukturierung</b>					
Typ	-	-	tangentiale Ripple, vor Beschichtung	tangentiale Ripple, nach Beschichtung	-
Laserdaten	-	-	90mW; 0,6J/cm <sup>2</sup> 1kHz; τ=150fs; λ=775nm; f=810; w <sub>0</sub> =100µm	310mW; 5J/cm <sup>2</sup> 1kHz; τ=150fs; λ=775nm; f=810; w <sub>0</sub> =52µm	-
Vorgehen	-	-	25 Plse pro Oberflächenpunkt, 80% ÜLP in X und Y, eine Überfahrt	70% Überlapp in beide Richtungen; 1 Überfahrt	-
<b>Schichtdaten</b>					
Material	-	ta-C	ta-C	ta-C	TiNbN
Methode	-	PLD	PLD	PLD	Plasma-Arc
Dicke [µm]	-	2	2	6µ aC + 2µ taC	4,5µm
Entpannt	-	ja	ja	ja	ja
Haftschrift	-	25nm Tantal	25nm Tantal	25nm Tantal	keine

Tabelle 1: Probendaten

## 2.2 Tribometer

Der bisherige Kenntnisstand zu reibungsmindernden Oberflächenstrukturen lässt sich gut mit folgenden zwei Zitaten zusammenfassen: „Es gibt keine Standardlösung für alle Gleitbedingungen“ von *Schneider et al.* und „Die

Suche einem Set von Textur-Parametern, welche optimal für alle Anwendungen und für alle Operationsbedingungen sind, wird wahrscheinlich vergebens sein.“ Von *Braun et al.* [11,12]. Tatsächlich zeigte sich, dass dieselbe Struktur bei unterschiedlichen Drücken oder Vorschubgeschwindigkeiten gegenüber unbehandelten Oberflächen sowohl reibungsmindernde als auch reibungssteigernde Eigenschaften haben kann. Vor diesem Hintergrund ist es nötig, dass der Reibungstest an den Anwendungsfall angepasst wird, speziell der Anpressdruck, die Vorschubgeschwindigkeit und das verwendete Gleitmittel. Alle Tribometertests wurden bei 25°C und Normalatmosphäre mit 70% Luftfeuchte durchgeführt.

Die entsprechenden Werte für Kniegelenke wurden dem Gangzyklus entnommen. Genauere Informationen zu diesem können der Norm ISO 14243-1 bis 3 und diversen Veröffentlichungen entnommen werden [13,14]. Diese verorten den Vorschub bei 40 bis 50mm/s und den Anpressdruck bei  $p_{max}=340\text{N}/\text{mm}^2$ . Um Tribometer, welche zur Messung von Verschleiß und Reibung gemäß DIN 50324 verwendet werden, an diesen Druck anzupassen, musste der Radius der Tribometerspitze verändert werden. Der Maximaldruck einer Kugel-Ebene-Pressung kann mit den Gleichungen der Hertzschen Pressung berechnet werden. Es gilt:

$$p_{max} = \frac{1}{\pi} \sqrt[3]{\frac{1,5F_N}{r^2} \left(\frac{E}{1-\nu^2}\right)^2}, \quad (1)$$

wobei  $p_{max}$  der Druck am Kugelzenit ist,  $F_N$  die Anpresskraft,  $r$  der Radius der Kugel,  $E$  ist der E-Modul und  $\nu$  die Querkontraktionszahl. Um den angestrebten Anwendungsfall gerecht zu werden, musste die Spitze ebenfalls aus CoCrMo gefertigt werden. Ebenso wurden die Tribometerspitzen auf dieselbe Art beschichtet und strukturiert wie die Plättchen. Daher können für den E-Modul und die Querkontraktionszahlen die Werte von ta-C verwendet werden [15]:

- $E=512.650\text{ MPa}$
- $\nu=0,2$

Gemäß (1) erhält man bei einem Kugeldurchmesser von 32mm und gegebenen  $p_{max}$  eine Normalkraft von  $F_N=0,61\text{N}$ . Die Eigenschaften und die im Folgenden verwendete Nomenklatur der Tribometerspitzen ist in *Tabelle 2* aufgeführt.

Bez.	CSxu	CSx2μ	CSt2μ	CSx8μ	CSt8μ	CSxTiNbN
<b>Spitzenstrukturierung</b>						
Typ	-	-	tangentiale Ripple, vor Beschichtung	-	tangentiale Ripple, nach Beschichtung	-
Laserdaten	-	-	90mW; 0,6J/cm <sup>2</sup> 1kHz; τ=150fs; λ=775nm; f=810; w_0=100μm	-	310mW; 5J/cm <sup>2</sup> 1kHz; τ=150fs; λ=775nm; f=810; w_0=52μm	-
Vorgehen	-	-	25 Plse pro Oberflächenpunkt, 80% ÜLP in X und Y, eine Überfahrt	-	70% Überlapp in beide Richtungen; 1 Überfahrt	-
<b>Schichtdaten</b>						
Material	-	ta-C	ta-C	ta-C	ta-C	TiNbN
Methode	-	PLD	PLD	PLD	PLD	Plasma-Arc
Dicke [μm]	-	2μ	2μ	6μ aC; +2μ taC	6μ aC; 2μ taC	4,5μm
Entpannt	-	ja	ja	ja	ja	ja
Haftschicht	-	25nm Tantal	25nm Tantal	25nm Tantal	25nm Tantal	keine

Tabelle 2: Tribometerspitzenaten

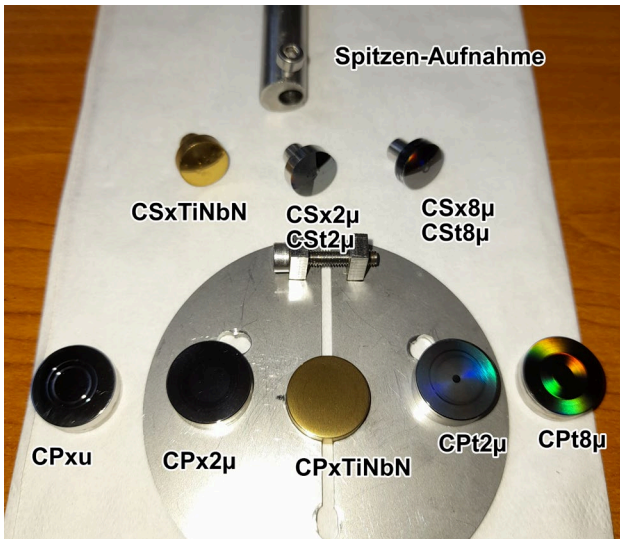


Abbildung 1: Tribometerspitzenaufnahme, Tribometerspitzen und -Proben. Tribometerspitzen wurden halbseitig strukturiert. Es können immer mehrere Punkte auf einer Spitzenoberfläche für Reibungstests verwendet werden.

Als Schmiermittel wurde Bovine Sinovialflüssigkeit mit 20mg/l Protein verwendet, welche ähnliche rheologische Eigenschaften wie Gelenkschmiere hat [16,17].

Wir verwendeten für die folgenden Tribometerversuche eine Normalkraft von  $F_N=1N$ , einen Vorschub von  $v=40mm/s$  und eine Gesamtstrecke von  $s=1600m$ . Da sich der Strömungswiderstand des Schmiermittels auf den gemessenen Reibungswert auswirkt, besonders bei niedrigen Lasten  $F_N$ , wurde gleichzeitig in regelmäßigen Abständen eine sog. Blindreibung gemessen. Dafür wurde die Tribometerspitze minimal von der Probenoberfläche angehoben und eine Messung des Reibungswertes durchgeführt. Die Werte wurden interpoliert und von dem direkt gemessenen Reibungswerteverlauf abgezogen. Dies war nötig, da festgestellt wurde, dass sich der Blindreibungswert über den Verlauf der Messung veränderte.

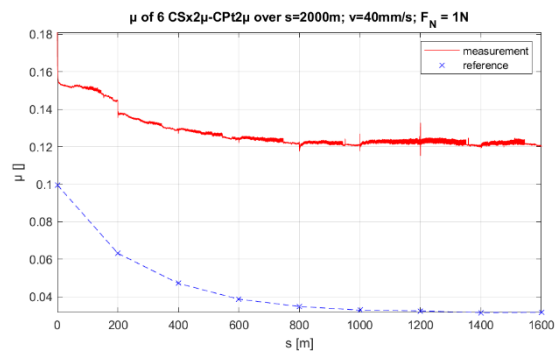


Abbildung 2: Reibungsverlauf für die Paarung CSx2μ-Cpt2μ über  $s=1600m$  mit  $v=40mm/s$ . Rot: gemessener Reibungsverlauf; blau: gemessene Bildreibung (reference). Die gestrichelte Linie wurde interpoliert.

### 2.3 Verschleiß

Um den Verschleiß zu bestimmen, wurden die Kontaktstellen der Tribometerspitze nach dem Versuch per Laser-Scanning-Mikroskop Olympus OLS40-SU vermessen. Der unbeeinflusste Bereich der Höhendaten wurde verwendet, um die Krümmung im gesamten Messbereich herauszurechnen. Es wurde eine Unterscheidung zwischen Kratzervolumen und reinem Kalottenvolumen gemacht. Letzteres ist das verschlissene Volumen, wenn es keine Kratzer gäbe. Kratzervolumen ist das verschlissene Volumen, wenn es nur Kratzer gäbe. Dies wurde über digitale Bildverarbeitung mithilfe von handgefertigten Binärmasken gemacht. Die Kalotte (ohne Kratzer) wurde dafür durch ein Kugelsegmentvolumen und einem 2D-Polynom der Stufe 3x3 angenähert.

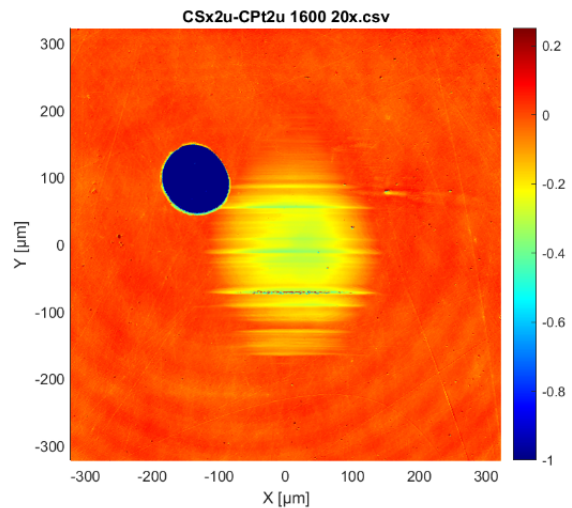


Abbildung 3 Kalotte an der Tribometerspitze CSx2μ nach dem Reibungstest an Cpt2μ; sphärische Krümmung und 2D-Polynom herausgerechnet (oben links: Schichtfehler)

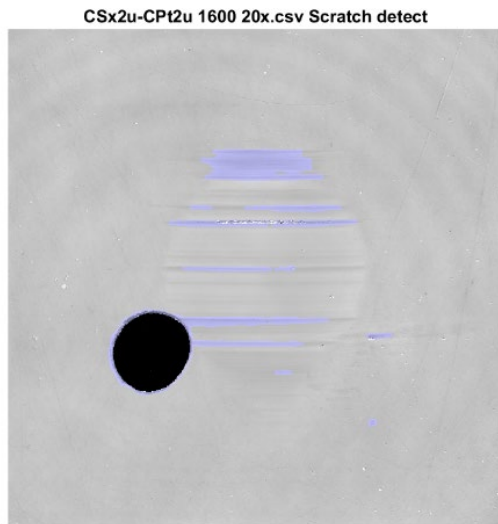


Abbildung 4: Kratzerdetektion; Blau: erkannte Kratzer (Ausplatzung wird ignoriert)

Durch die Unterscheidung dieser Werte konnten Versagensmechanismen besser beurteilt werden. Der Verschleiß  $W$  wurde über die Verschleißvolumen  $V_k$  (Kalotte) und  $V_s$  (Kratzer) berechnet mit:

$$W = \frac{V}{s \cdot F_N} \quad (2)$$

Werte für Kratzer und Kalotten wurden separat berechnet.

### 3. Auswertung und Ergebnisse

#### 3.1 Reibung

Die getesteten Probe-Spitze-Paarungen sind der folgenden Tabelle aufgeführt.

Getestete Paarungen für Reibungstests (grün)						
	CSxu	CSx2μ	CSt2μ	CSx8μ	CSt8μ	CSxTiNbn
CPxu	11					
CPx2μ	9	5	7	1	3	
CPt2μ	10	6	8	2	4	
CPt8μ	22	20	21	16	18	
CPxTiNbn						24

Tabelle 3: Getestete Paarungen für Reibungstests (grün); alle mit  $v=40\text{mm/s}$ ;  $s>1600\text{m}$ ;  $F_N=1\text{N}$  und  $200\text{m}$  Einlaufstrecke

Es wurden folgende Versuchsparameter verwendet:

- $v=40\text{mm/s}$
- $F=1\text{N}$
- Schmiermittel: Bovine Sinovialflüssigkeit (20g/l Protein)
- $s=1600\text{m}$
- Material der Tribometerspitze: CoCrMo
- Spurradius  $r_s=[3...5]\text{mm}$
- Spitzenradius auf Probe  $r=16\text{mm}$
- Messung der Blindreibung alle  $200\text{m}$

Es wurden folgende Reibungsverläufe über  $s=1600\text{m}$  gemessen:

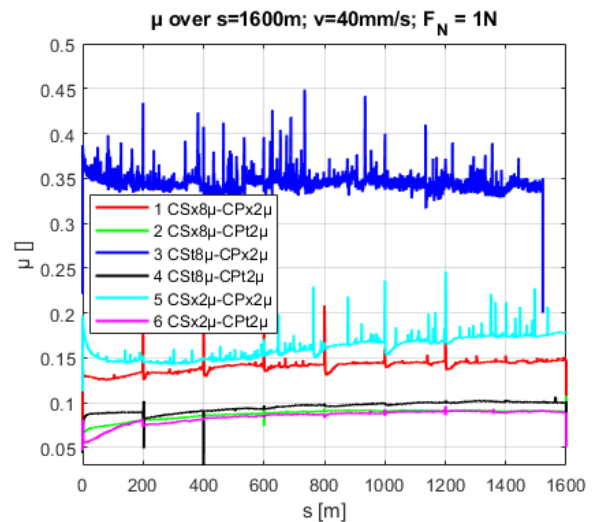


Abbildung 5: Reibungsverläufe gemäß der Paarungen von Tabelle 3; ohne Blindreibung

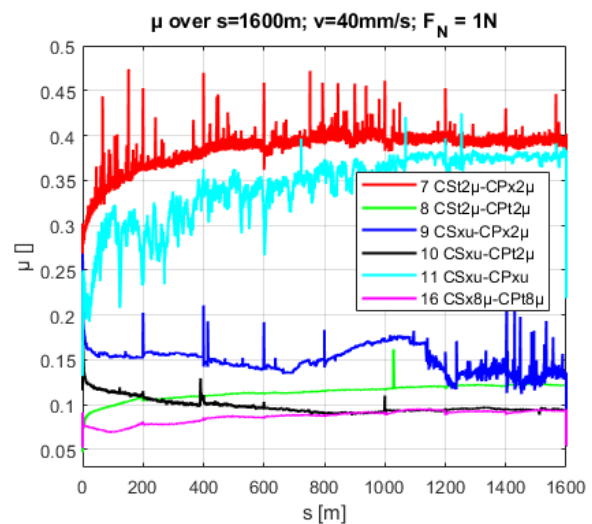


Abbildung 6: Reibungsverläufe gemäß der Paarungen von Tabelle 3; ohne Blindreibung

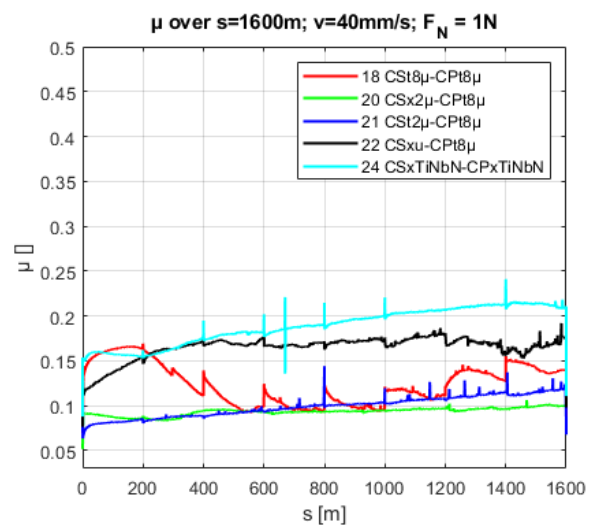


Abbildung 7: Reibungsverläufe gemäß der Paarungen von Tabelle 3; ohne Blindreibung

Alle Tests wurden nach  $200\text{m}$  Einlaufstrecke durchgeführt. (nähere Erläuterungen dazu im nächsten Kapitel).

Als Vergleichsgröße dieser Reibungsverläufe könne die Maximal- und Minimalreibungswerte herangezogen werden. Die folgende Tabelle zeigt die ermittelten Maximal- und Minimalreibungswerte.

Id-Nr.	Paarung	$\mu$ [ ] min	$\mu$ [ ] max
6	CSx2 $\mu$ -Cpt2 $\mu$	0,055	0,091
2	CSx8 $\mu$ -Cpt2 $\mu$	0,069	0,092
16	CSx8 $\mu$ -Cpt8 $\mu$	0,069	0,094
20	CSx2 $\mu$ -Cpt8 $\mu$	0,084	0,099
4	Cst8 $\mu$ -Cpt2 $\mu$	0,083	0,101
21	Cst2 $\mu$ -Cpt8 $\mu$	0,066	0,115
8	Cst2 $\mu$ -Cpt2 $\mu$	0,072	0,123
10	CSxu-Cpt2 $\mu$	0,095	0,136
1	CSx8 $\mu$ -CPx2 $\mu$	0,124	0,145
18	Cst8 $\mu$ -Cpt8 $\mu$	0,093	0,167
9	CSxu-CPx2 $\mu$	0,124	0,171
5	CSx2 $\mu$ -CPx2 $\mu$	0,14	0,176
22	CSxu-Cpt8 $\mu$	0,113	0,176
24	CSxTiNbN-CPxTiNbN	0,154	0,213
3	Cst8 $\mu$ -CPx2 $\mu$	0,33	0,35
11	CSxu-CPxu	0,23	0,38
7	Cst2 $\mu$ -CPx2 $\mu$	0,27	0,4

Tabelle 4: Gemessene maximal- und Minimalreibungskoeffizienten  $\mu$  während des Versuches

Es war deutlich ersichtlich, dass gerippte Proben bei Paarung mit unstrukturierten Spitzen die geringste Reibung aufwiesen. Die Paarung CSx2 $\mu$ -Cpt2 $\mu$  besaßen eine um 46% reduzierte Reibung gegenüber der Paarung CSx2 $\mu$ -CPx2 $\mu$  und eine um 57% reduzierte gegenüber der Paarung der von TiNbN beschichteten Gleitpartnern. Die Paarung CSx8 $\mu$ -Cpt2 $\mu$  besaßen eine um 36% reduzierte Reibung gegenüber CSx8 $\mu$ -CPx2 $\mu$ . Paarungen, bei denen beide Gleitpartner gerippt waren, landen im Mittelfeld der Verteilung gemessener Reibungswerte. Dies kann eventuell darauf zurückgeführt werden, dass die Strukturen ineinandergreifen und somit den Reibungswert erhöhen.

Bemerkenswert ist auch, dass Paarungen, bei denen der unbewegte Partner (die Tribometerspitze) strukturiert war und der bewegte nicht, die gemessenen Reibungswerte mit am höchsten waren. Möglicherweise wird der Planing-Effekt des Schmiermittels abgeschwächt, wenn sich der strukturierte Gleitpartner permanent an derselben Stelle in Kontakt befindet. Ein weiterer Grund könnte sein, dass durch die schnellere Abnutzung der Strukturen, bedingt durch die kleinere Auflagefläche und den permanenten Kontakt, die Strukturen schneller verformen, wodurch ein Impuls auf den Tribometertaster übertragen wird.

### 3.2 Verschleiß

Aus Vorversuchen wurde ersichtlich, dass ein Großteil des Verschleißes am Anfang der Reibstrecke stattfindet. Wir konnten diesen Effekt nachweisen, indem eine Reibstrecke mit folgenden Parametern gefahren wurde:

- $v=40\text{mm/s}$
- $F=1\text{N}$

- Schmiermittel: Bovine Sinovialflüssigkeit (20g/l Protein)
- $s=200\text{m}$
- Paarung: CSx2 $\mu$ -Cpt2 $\mu$
- Spurradius  $r_s=4\text{mm}$
- Spitzenradius  $r=16\text{mm}$

Anschließend wurde ein weiterer Test mit einer identischen Spitze auf derselben Probe und derselben Spur gefahren, aber mit einer Reibstrecke von  $s=2000\text{m}$ . Die Auswertung erfolgte gemäß Kap. 2.2.

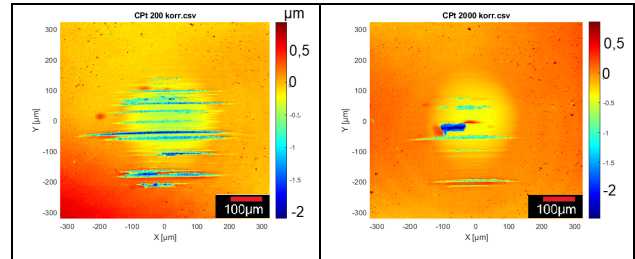


Abbildung 8: Verschleißbilder der Paarung CSx2 $\mu$ -Cpt2 $\mu$  in identischer Spur, an der Kalottenspitze, gemessen mit Laser-Scanning-Mikroskopie; links: Reibstrecke  $s=200\text{m}$ ; rechts:  $s=2000\text{m}$ . Die lange Reibstrecke wurde als zweites gefahren

Der gleiche Versuch mit der Probe CPx2 $\mu$  zeigte ein ähnliches Bild, womit die Ripple als Ursache ausgeschlossen werden können.

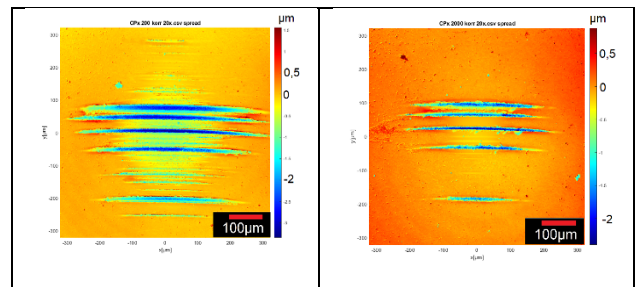


Abbildung 9: Verschleißbilder, in identischer Spur auf Probe, für Paarung CSx2 $\mu$ -CPx2 $\mu$ ; Reibstrecke links  $s=200\text{m}$ ; rechts  $s=2000\text{m}$ . Die lange Reibstrecke wurde als zweites gefahren.

In beiden Fällen fiel auf, dass die Zahl und das Volumen der Kratzer bei der kürzeren Reibstrecke höher war als bei der langen Reibstrecke und die Kalottenvolumen sind etwa gleichgroß. Aufgrund des Unterschiedes der Streckenlängen  $s$ , ist der Verschleiß, bei gleichem Volumen  $V$  auf der kurzen Reibstrecke gemäß (2) entsprechend zehnmal größer.

		Verschleiß	
		Kalotte	Kratzer
Probe	$s$ [m]	$W_k$ [ $\mu\text{m}^3/\text{J}$ ]	$W_s$ [ $\mu\text{m}^3/\text{J}$ ]
CPx2 $\mu$	200	130,8	328,9
CPx2 $\mu$	2000	1,2	14,6
Cpt2 $\mu$	200	90,8	82,4
Cpt2 $\mu$	2000	8	3,3

Tabelle 5: Ermittelter Verschleiß für unterschiedliche Reibstrecken sequenzieller Tests in den selben Spuren

Bei einer REM-Untersuchung der Kratzer fielen kleine Ausplatzungen an deren Rändern auf. Es wird vermutet, dass der Kratzerrand eine Schwachstelle in der Schicht

ist, an der weitere Schichtsplitter, bei andauernder Belastung, herausbrechen und dass ähnliche Prozesse auch auf der Spur der Probe an kleinen Schichtfehlern stattfanden. Die herausgebrochenen Schichtsplitter gerieten zwischen die Gleitpartner und konnten dort ihrerseits Kratzer hinterlassen. Es kam zu einer Art Kaskadenversagen. Dieses kommt dann zum Erliegen, wenn sich keine Schwachstellen mehr in der Schicht befinden, welche durch den Reibungsvorgang oder lose Schichtsplitter herausbrechbar sind. Dadurch verursachte der erste Reibungsversuch einen wesentlich höheren Verschleiß als der zweite auf derselben Spur, da bei diesem die meisten derartigen Schwachstellen bereits von der Spur beseitigt wurden.

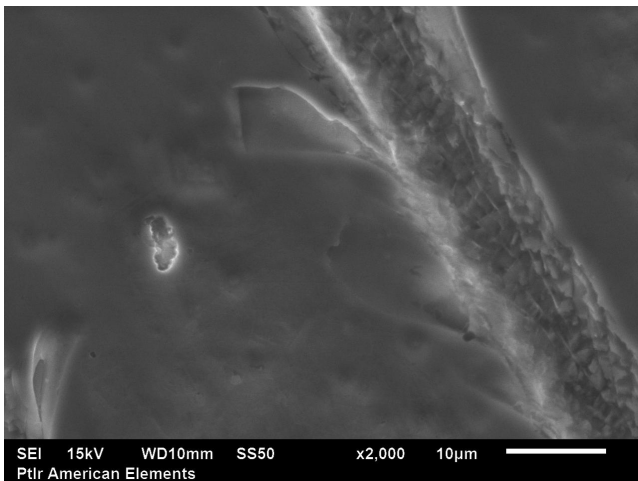


Abbildung 10: Ausplatzungen der Schicht am Kratzerrand von CSx2μ nach s=2000m

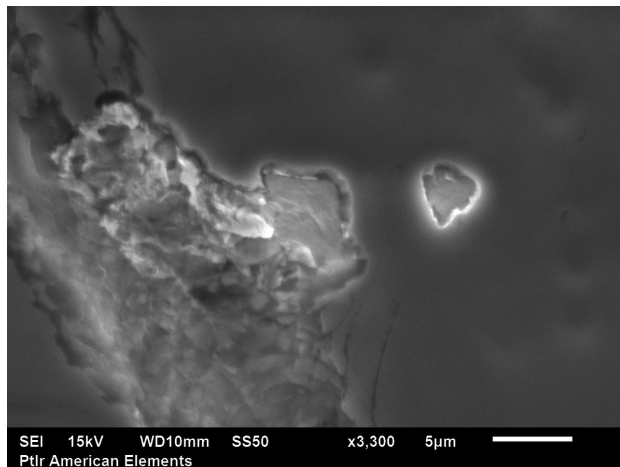


Abbildung 11: Ausplatzungen der Schicht am Kratzerrand von CSx2μ nach s=2000m

Um diesen Effekt so gering wie möglich zu halten, wurden alle Reibungsversuche für Strecken  $s \geq 1600m$  auf einer Spur einer Probe immer nach einer Einlaufstrecke von 200m durchgeführt. Das betraf auch die Versuche in Kap. 3.1. Die Kontaktstellen dieser Versuche wurden anschließend gemäß Kap. 2.2 auf Verschleiß untersucht. Es wurden folgende Werte für den Verschleiß verschiedener Probe-Spitze-Paarungen gemessen:

Id.-Nr.	Paarung	Verschl. Kalotte W <sub>k</sub> [μm <sup>3</sup> /J]	Verschl. Kratzer W <sub>s</sub> [μm <sup>3</sup> /J]
2	CSx8μ-CPt2μ	0,046	0,06
20	CSx2μ-CPt8μ	0,62	0
5	CSx2μ-CPx2μ	0,71	0,04
16	CSx8μ-CPt8μ	0,92	0,074
21	CSt2μ-CPt8μ	0,97	0,85
3	CSt8μ-CPx2μ	1,38	0,45
7	CSt2μ-CPx2μ	1,9	0,63
1	CSx8μ-CPx2μ	2,12	0,28
6	CSx2μ-CPt2μ	5,3	5,7
4	CSt8μ-CPt2μ	5,58	3,1
18	CSt8μ-CPt8μ	8,65	5,18
22	CSxu-CPt8μ	12,7	x
8	CSt2μ-CPt2μ	31,6	0
24	CSxTiNbn-CPxTiNbn	48,2	0
11	CSxu-CPxu	63,5	x
9	CSxu-CPx2μ	2140	x
10	CSxu-CPt2μ	5650	x

Tabelle 6: Kalotten- und Kratzerverschleiß für alle Paarungen. Mit „x“ notierte Verschleißarten konnten mit gegebenen Mitteln nicht gemessen werden

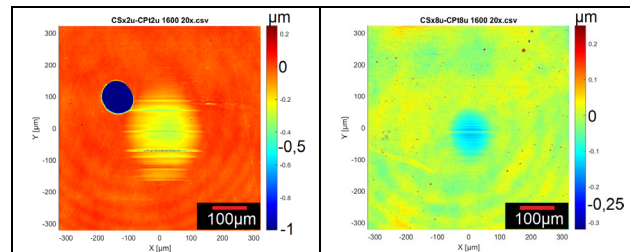


Abbildung 12: Verschleiß bei Paarung CSx2u-CPt2u

Abbildung 13: Verschleiß bei Paarung CSx8u-CPt8u

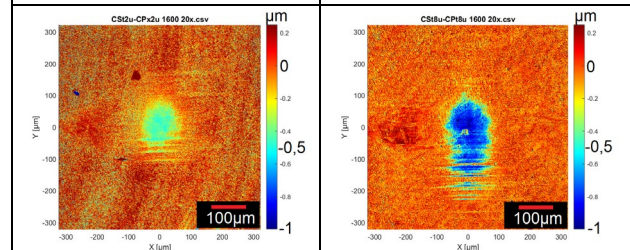


Abbildung 14: Verschleiß bei Paarung CSt2u-CPx2u

Abbildung 15: Verschleiß bei Paarung CSt8u-CPt8u

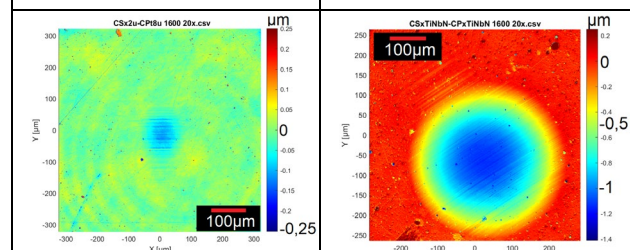


Abbildung 16: Verschleiß bei Paarung CSx2u-CPt8u

Abbildung 17: Verschleiß bei Paarung CSxTiNbn-CPx-TiNbn

Dies sind dieselben Paarungen wie die für die Ermittlung der Reibungswerte in Kap. 3.1. Die Kalotte und die Reibungswerte wurden jeweils mit denselben Versuchen gemessen.

Betrachtet wurden zunächst der Verschleiß an den Kohlenstoffschichten. An diesen fiel auf, dass unstrukturierte, beschichtete Spitzen (CSx...) den geringsten Kalottenverschleiß aufweisen, speziell, wenn diese einen strukturierten Reibpartner hatten. Den höchsten Kalottenverschleiß wiesen Spitzen ohne jegliche Behandlung auf (CSxu...) dieser lag bei Paarungen gegen harte Schichten um mehrere Größenordnungen über dem von Beschichteten. Unter den kohlenstoffbeschichteten Spitzen war der Kalottenverschleiß auf den nach der Beschichtung strukturierten ta-C-Schicht (CSt8 $\mu$ ) am höchsten. Dieses Verhalten kann mit dem bekannten Verhalten von amorphen Kohlenstoffschichten erklärt werden. Diese sind mit 33GPa (a-C) oder 67GPa (ta-C) Nanoindentations-Härte wesentlich härter als die CoCrMo-Legierung mit <1GPa [18,19] und verschleifen dadurch entsprechend langsamer. Ebenso ist bekannt, dass Laserbestrahlung von ta-C dieses in a-C umwandeln kann [20], die dadurch verringerte Härte erklärt, warum die CSt8 $\mu$ -Spitzen generell einen höheren Kalottenverschleiß aufwiesen. Dies konnte auch durch Messung der Raman-Streuung der Oberflächen nachgewiesen werden.

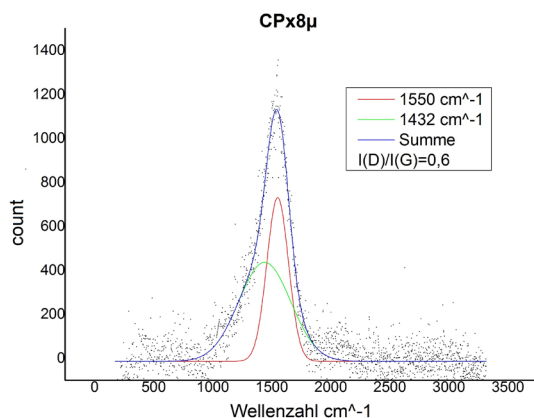


Abbildung 18: Raman-Spektrum der ta-C-Beschichtung vor der Laserstrukturierung

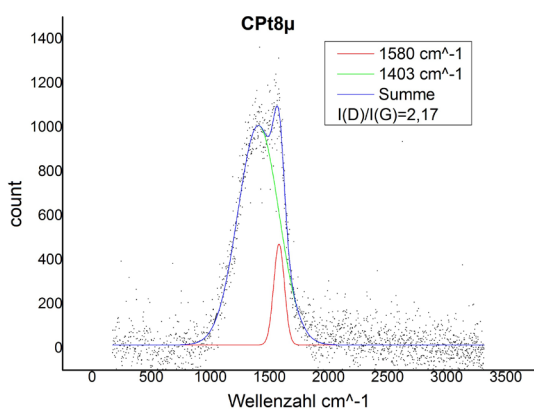


Abbildung 19: Raman-Spektrum nach der Laserstrukturierung; D-Peak wird dominanter, weist auf höheren Anteil sp<sup>2</sup>-hybridisierten Kohlenstoffes hin

Der Kalottenverschleiß der TiNbN-beschichteten Paarung war mit 48,2 $\mu\text{m}^3/\text{J}$  höher als alle getesteten Kohlenstoffbeschichtungen. Das ist ein rund 70-fach größerer Verschleiß als die besten ta-C-beschichteten Paarungen mit 0,62 $\mu\text{m}^3/\text{J}$  (CSx2 $\mu$ -CPT8 $\mu$ ) und 0,71 $\mu\text{m}^3/\text{J}$  (CSx2 $\mu$ -CPx2 $\mu$ ). Dies ist vor allem zurückzuführen auf die geringere Härte dieser Schichten [21]. Anders als bei vielen Kohlenstoffbeschichtungen entstehen hier keine Kratzer. Es wurde ausschließlich Kalottenverschleiß festgestellt. Dies kann auf die verbesserten Hafteigenschaften der Schicht auf dem Grundmaterial liegen und dem geringeren Härteunterschied. Wenn das darunterliegende Substratmaterial sich besser scherend verformen lässt als die obere Schicht, kann letztere simultaner Verformung leichter brechen, wenn die Streckgrenze bei gleicher elastischer Verformung eher erreicht wird. Wie oben gezeigt, können Schichtsplitter zwischen die Reibpartner geraten und dort lokal erhöhten Verschleiß bewirken oder ihrerseits weitere Schichtsplitter auslösen. Trotz derartiger verschleißbegünstigender Effekte, konnte in unseren Versuchen gezeigt werden, dass mit amorphen Kohlenstoffschichten, bei ansonsten gleichen Belastungsbedingungen, längere Standzeiten gegenüber TiNbN-Beschichtungen möglich sind.

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

Wir konnten zeigen, dass Gleitpaarungen, bei denen der bewegte Partner mit Rippen versehen wurde und der unbewegte unstrukturiert ist, die Reibung gegenüber komplett unstrukturierten, aber ansonsten gleichen Oberflächen, um >40% reduziert werden kann. Ebenso konnten wir zeigen, dass die Reibung unstrukturierter ta-C-Beschichtungen, gegenüber den in der Endoprothetik gebräuchlichen TiNbN-Beschichtungen, ihrerseits eine um bis zu 57% reduzierte Reibung besitzen. Bewegte und unbewegte Gleitpartner beiderseits mit Rippen zu versehen konnte keine weitere Reduzierung der Reibung bewirken, ebenso wie nur den unbewegten zu strukturieren. Beides zeigte tatsächlich höhere Reibungswerte als Paarungen, bei denen nur der bewegte Partner strukturiert wurde.

Generell konnte bei den per PLD abgeschiedenen Kohlenstoffschichten sowohl Kratzerverschleiß als auch Kalottenverschleiß festgestellt werden. Es wird vermutet, dass der Kratzerverschleiß aufgrund des Härteunterschiedes und der unterschiedlichen elastischen Dehnungsgrenzen zwischen Schicht- und Substratmaterial entsteht und eventuellen Schichtfehlern, an denen sich Schichtsplitter leicht ablösen können, welche dann ihrerseits zwischen die Gleitpartner geraten können und dort weitere Oberflächenschäden hinterlassen.

Der niedrigste Kalottenverschleiß wurde bei kohlenstoffbeschichteten Paarungen gemessen, bei denen der der starre Gleitpartner unstrukturiert war und der bewegte gerippt. Gleitpaarungen bei denen beide Partner oder nur der starre strukturiert wurden, neigen zu schlechteren Kalottenverschleißwerten. Verglichen mit dem Kalo-

ttenverschleiß der TiN-beschichteten Paarung, konnten die besten kohlenstoffbeschichteten Paarungen einen etwa 70-fach kleineren Verschleiß erreichen. Zusammen mit der reduzierten Reibung könnten die hier vorgestellten neuartigen PLD-beschichteten CoCrMo Gelenkteile eine Verbesserung hoch beanspruchter Gelenkpaarungen in der Endoprothetik bewirken. Der kritische Faktor der Kohlenstoffschichten bleibt der splinternde Charakter des Verschleißes, welcher sich in unseren Versuchsreihen in Form von Kratzverschleiß gezeigt hat. Die auf die Art herausgelösten Schichtsplitter treten stochastisch auf und korrelieren nicht mit dem Kalottenverschleiß. Hier gilt es, die Schichteigenschaften weiter Richtung Haftung, Elastizität und Härteprofil an das Substratmaterial anzupassen. In weiteren Versuchsreihen gilt es herauszufinden, inwiefern sich der Kratzverschleiß biologisch auswirken könnte oder ob er in anwendungsnahen Bedingungen gemäß ISO 14243-1 und

ISO 14243-3 (Kniesimulator) zu weiteren verschleißverstärkenden Kaskadenversagen führen kann.

### Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

Die Autoren bedanken sich für die Unterstützung externer Firmen und den BMWK für die Finanzierung des Projektes und die Zuarbeit.

### Kontakt Daten

Kratsch, Alexander

Technikumplatz 17; 09648 Mittweida

Tel.: 03727 58 1443

Mail: [kratsch@hs-mittweida.de](mailto:kratsch@hs-mittweida.de)

### Literaturverzeichnis

- [1] Deutsche Gesellschaft für Orthopädie und orthopedische Chirurgie: Endoprothesengedächter Deutschland, Jahresbericht 2022; 2022; ; ISBN: 978-3-949872-00-6
- [2] Willert, H.-G. et al.: Metal-on-metal bearings and hypersensitivity in patients with artificial hip joints: A clinical and histomorphological study (2005) *Journal of Bone and Joint Surgery - Series A*, 87 (1), pp. 28-36
- [3] Whitehouse, Michael R.; Endo, Makoto; Masri, Bassam A. (2013): Adverse local tissue reaction associated with a modular hip hemiarthroplasty. In: *Clinical orthopaedics and related research* 471 (12), S. 4082-4086. DOI: 10.1007/s11999-013-3133-1
- [4] Bitar, Diana; Parvizi, Javad (2015): Biological response to prosthetic debris. In: *World journal of orthopedics* 6 (2), S. 172-189. DOI: 10.5312/wjo.v6.i2.172
- [5] Kretzer, Jan Philippe; Reinders, Joern; Sonntag, Robert; Hagmann, Sebastien; Streit, Marcus; Jeager, Sebastian; Moradi, Babak (2014): Wear in total knee arthroplasty--just a question of polyethylene? Metal ion release in total knee arthroplasty. In: *International orthopaedics* 38 (2), S. 335-340. DOI: 10.1007/s00264-013-2162-4
- [6] "S. Weißmantel, D. Rost, G. Reißer, M. Nieher: Laserpulsabscheidung von spannungsfreien superharten amorphen Kohlenstoffschichten (ta-C), In: *Scientific Reports, Journal of the University of Applied Sciences Mittweida* 5/2006, S.41-44"
- [7] "Erzeugung von superharten amorphen Kohlenstoffschichten mit niedrigen inneren Spannungen durch sukzessives Laserpulsabscheiden und -tempern, In: *Galvanotechnik* 97 (2006), Nr. 4, S.948"
- [8] Naoki Yasumaru, Kenzo Miyazaki, Junsuke Kiuchi, Control of tribological properties of diamond-like carbon films with femtosecond-laser-induced nanostructuring, *Applied Surface Science*, Volume 254, Issue 8, 2008, p. 2364-2368, ISSN 0169-4332, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2007.09.037>.
- [9] Wang, Z.; Zhao, Q.; Wang, C. Reduction of Friction of Metals Using Laser-Induced Periodic Surface Nanostructures. *Micromachines* 2015, 6, 1606-1616. <https://doi.org/10.3390/mi6111444>
- [10] Chen, CY., Chung, CJ., Wu, BH. et al. Microstructure and lubricating property of ultra-fast laser pulse textured silicon carbide seals. *Appl. Phys. A* 107, 345-350 (2012). <https://doi.org/10.1007/s00339-012-6822-9>
- [11] Daniel Braun, Christian Greiner, Johannes Schneider, Peter Gumbsch, Efficiency of laser surface texturing in the reduction of friction under mixed lubrication, *Tribology International*, Volume 77, 2014, p. 142-147, ISSN 0301-679X, <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2014.04.012>.
- [12] Schneider J, Djamiykov V, Greiner C.; Friction reduction through biologically inspired scale-like laser surface textures. *Beilstein J Nanotechnol.* 2018 Sep 26;9:2561-2572. doi: 10.3762/bjnano.9.238.
- [13] Ranuša, M.; Wimmer, M.A.; Fullam, S.; Vrbka, M.; Křupka, I. Analysis of Friction in Total Knee Prosthesis during a Standard Gait Cycle. *Lubricants* 2021, 9, 36. <https://doi.org/10.3390/lubricants9040036>
- [14] T. Schwenke, L.L. Borgstede, E. Schneider, T.P. Andriacchi, M.A. Wimmer, The influence of slip velocity on wear of total knee arthroplasty, *Wear*, Volume 259, Issues 7-12, 2005, Pages 926-932, ISSN 0043-1648, <https://doi.org/10.1016/j.wear.2005.01.049>.
- [15] Wolfgang Tillmann, Nelson Filipe Lopes Dias, Carlo Franke, David Kokalj, Dominic Stangier, Carl Arne Thomann, Jörg Debus, Mechanical properties and adhesion behavior of amorphous carbon films with bias voltage controlled TiCx interlayers on Ti6Al4V, *Diamond and Related Materials*, Volume 115, 2021, 108361, ISSN 0925-9635, <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2021.108361>.



- [16] Bortel, E.L.; Charbonnier, B.; Heuberger, R. Development of a Synthetic Synovial Fluid for Tribological Testing. *Lubricants* 2015, 3, 664-686. <https://doi.org/10.3390/lubricants3040664>
- [17] Guenther, L.E.; Pyle, B.W.; Turgeon, T.R.; Bohm, E.R.; Yss, U.P.W.; Schmidt, T.A.; Brandt, J.M. Biochemical analyses of human osteoarthritic and periprosthetic synovial fluid. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part H* 2014, 228, 127-139
- [18] Implantatsstahl - Datenblatt; 9.9135, CoCrMo, ASTM, ISO-5832-12
- [19] Umrechnungstabelle nach DIN EN ISO 18265:2014-02, stahlhärterei Haupt, 12-2017
- [20] T. Roch, A. Lasagni, E. Beyer, Nanosecond UV laser graphitization and delamination of thin tetrahedral amorphous carbon films with different sp<sup>3</sup>/sp<sup>2</sup> content, *Thin Solid Films*, Volume 519, Issue 11,2011, p. 3756-3761,ISSN 0040-6090,<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2011.01.338>.
- [21] Gonzalez-Carmona, J.M.; Mambuscay, C.L.; Ortega-Portilla, C.; Hurtado-Macias, A.; Piamba, J.F. TiNbN Hard Coating Deposited at Varied Substrate Temperature by Cathodic Arc: Tribological Performance under Simulated Cutting Conditions. *Materials* 2023, 16, 4531. <https://doi.org/10.3390/ma16134531>

# Spectroscopic Pump-Probe-Reflectometry of NIR Excited Silicon

Philipp Lungwitz, Nick Börnert, Theo Pflug, und Alexander Horn  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

## Abstract

During laser mater interaction of ultrashort pulsed laser radiation ( $\lambda_{\text{pump}}=1950 \text{ nm}$ ,  $\tau_H < 50 \text{ fs}$ ) with silicon, the resulting nonlinear excitation of electrons by NIR radiation also affects to the optical properties in the visual spectral range. Imaging pump-probe reflectometry enables the measurement of the transient reflectivity for different probe wavelengths ( $420 \text{ nm} < \lambda_{\text{probe}} < 1000 \text{ nm}$ ,  $\tau_H < 100 \text{ fs}$ ) and time delays up to  $\Delta t=500 \text{ ps}$  after irradiation. Assigning the spatial coordinates to local fluences allows a fluence dependent interpretation as well. Below the fluence for material modification  $H_{\text{th}}$ , a reduction of reflectivity was detected which become more and more significant with an increasing probe wavelength. For fluences above  $H_{\text{th}}$ , the reflectivity increases rapidly after irradiation and features a local minimum between  $\Delta t = 2 \text{ ps}$  and  $\Delta t = 50 \text{ ps}$  for all probe wavelengths.

## 1. Introduction

Silicon has established itself as a base material in the field of integrated optics over the past decades [1]. The fabrication of low-loss silicon waveguides is enabled by the high refractive index contrast to silicon dioxide ( $\Delta n = 2.02$ ) as surrounding dielectric as well as by the transparency for the important telecommunication wavelengths  $\lambda = 1.3 \text{ }\mu\text{m}$  and  $\lambda = 1.55 \text{ }\mu\text{m}$ . Due to the high third-order optical nonlinearity and the high Kerr and Raman gain coefficients of silicon, effective nonlinear interaction with low-power electromagnetic radiation is already achieved in short waveguides. Optical systems based on nonlinear optical effects such as self-phase modulation, cross-phase modulation, stimulated Raman scattering, or four-wave mixing can thus be realized [2]. Two-photon absorption is a crucial limitation here, since free charge carriers are generated, and absorption losses occur. To avoid this undesired processes, the used wavelengths of the electromagnetic radiation can be shifted further into the mid-infrared range. Losses can thus be reduced and the waveguide performance improves, opening up new fields of potential applications in the mid-IR wavelength range. [3]

The largest difference of irradiating silicon with wavelengths in the mid-IR range compared to wavelengths in the VIS / NIR range is given by the optical penetration depth

$$\delta_{\text{opt}} = \frac{1}{\alpha} \quad (1)$$

derived from Lambert-Beer's law

$$I(z) = I_0 \cdot e^{-\alpha \cdot z} \quad (2)$$

with the absorption coefficient

$$\alpha = \frac{4\pi\kappa}{\lambda} \quad (3)$$

including the extinction coefficient  $\kappa$  and the wavelength  $\lambda$ . The absorption coefficient  $\alpha$  decreases strongly exponentially with increasing wavelength, resulting in an exponential increase of the optical penetration depth (see Table 1).

Table 1: Absorption coefficient and optical penetration depth in silicon at different wavelengths [4; 5].

wavelength $\lambda$	absorption coefficient $\alpha$	optical penetration depth $d_{\text{opt}}$
500 nm	$12200 \text{ cm}^{-1}$	820 nm
1 $\mu\text{m}$	$61,6 \text{ cm}^{-1}$	162 $\mu\text{m}$
2 $\mu\text{m}$	$2,7 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^{-1}$	3,7 m

In the VIS/NIR, the laser radiation is absorbed in a very thin surface layer, while silicon has a pure transmittance of  $T \approx 1$  in the mid-IR. The change in the transient optical properties after irradiation lead to an increased carrier concentration at the surface due to absorption, which decreases again a few picoseconds after the excitation by diffusion into the bulk material, resulting in a decrease of reflectance. [6; 7]

## 2. Material and methods

In pump-probe reflectometry, a sample material is excited by intense pump laser radiation and the resulting changes in the optical properties of the material are measured with the probe laser radiation. The schematic experimental setup is shown in Figure 1.

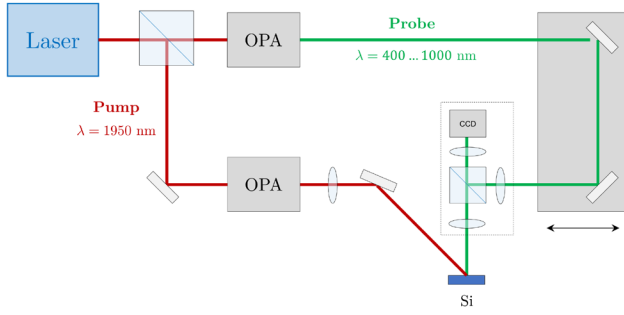


Figure 1: Schematic experimental setup for performing pump-probe reflectometry.

A Ti:sapphire ultrashort pulse laser system (Coherent Inc., Astrella,  $\lambda = 800$  nm,  $\Delta\lambda = 35$  nm,  $Q_P = 7.5$  mJ,  $\tau_H = 35$  fs,  $f_P = 1$  kHz,  $M^2 = 1.25$ ) is used as the laser beam source. A beam splitter is used to split the beam into pump and probe laser beams, each of whose wavelengths can be adjusted by an optical parametric amplifier (Light Conversion Inc., TOPAS Prime,  $240$  nm  $\leq \lambda \leq 20$   $\mu$ m,  $\tau_H < 100$  fs). The optical path length of the probe laser radiation can be varied by a mechanical delay line, allowing a time delay of up to 4 ns relative to the pump laser radiation. A fused silica lens with a focal length of  $f = 150$  mm is used to focus the pump laser radiation. The angle of incidence of the pump laser radiation on the material is  $53^\circ$ . The probe laser radiation irradiates the surface perpendicular, propagates through a microscope setup and is imaged onto a CCD chip with a magnification of 20. The setup of the pump-probe microscope is described in detail in [8]. Three measurements are necessary for the evaluation of the transient relative change of reflectance, being calculated by

$$\Delta R/R = \frac{(R_i - b_0) - (R_0 - b_0)}{(R_0 - b_0)}. \quad (4)$$

Thereby, at an image of the reflected intensity  $R_0$  before excitation (probe only) and an image of the reflected intensity  $R_i$  after excitation (pump + probe) at the time  $t_0 + \Delta t$  are recorded.  $t_0$  represents the zero-delay between the pump and the probe laser radiation and is defined as the time at which both the peak intensity of the pump laser radiation and the peak intensity of the probe laser radiation irradiate the sample surface. The absolute reflectance results from The absolute transient reflectance can be calculated by

$$R = R_v \cdot (1 + \Delta R/R) \quad (5)$$

and the reflectance  $R_v$  of the pristine surface is measured by a commercial ellipsometer (Accurion nanofilm\_ep4),

To determine the laser beam diameter in the focal position, the method of the quadratic diameter according to Liu [9] is used. Due to the incidence of the laser

radiation at an angle of  $53^\circ$ , the effective cross-sectional area of the beam on the sample is determined from the two ellipse semi-axes and then, using the radius of equivalence  $w_0^*$ , the effective fluence

$$H_0 = \frac{2 \cdot Q_P}{\pi \cdot w_0^{*2}} \quad (6)$$

is calculated.

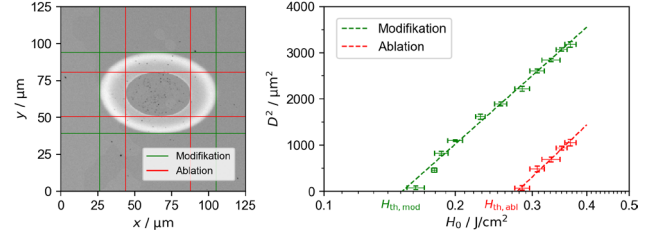


Figure 2: Left: Single pulse structure on silicon, location of the diameters on the example of a structure at the parameters  $\lambda = 1950$  nm,  $H_0 = 0.36$  J/cm<sup>2</sup>. Right: Logarithmic dependence of the square diameter  $D^2$  as a function of the fluence  $H_0$ .

Two distinct regions can be identified in the ablation structures (see Figure 2 left). In the bright outer area, no material removal takes place and the silicon surface is just modified. In the darker inner region, material removal occurs. The threshold fluences  $H_{th,mod}$  and  $H_{th,abl}$  can be determined for both areas (see Table 2).

**Table 2:** beam dimensions and threshold fluences of silicon

y semi-axis $w_y$	$(43.5 \pm 1.0) \mu\text{m}$
x semi-axis $w_x$	$(62.1 \pm 1.3) \mu\text{m}$
radius of equivalence $w_0^*$	$(52.0 \pm 1.0) \mu\text{m}$
modification threshold fluence $H_{th,mod}$	$(0.15 \pm 0.02) \text{ J/cm}^2$
ablation threshold fluence $H_{th,abl}$	$(0.28 \pm 0.08) \text{ J/cm}^2$

## Experimental result

Using the pump-probe setup described above, imaging pump-probe reflectometry enables time- and spatially-resolved measurements of the transient relative change of reflectance  $\Delta R/R$ . Figure 3 includes the temporal evolution of  $\Delta R/R$  at selected time points after excitation for fluence  $H_0 = 0.31$  J/cm<sup>2</sup>.

Immediately after excitation by the pump laser radiation, the  $\Delta R/R$  increases sharply in the center. After a few picoseconds, a decrease of  $\Delta R/R$  starts in the center of the excited region. From about  $t > t_0 + 200$  ps, ring-like structures with magnification of  $\Delta R/R$  are obtained, being no longer exclusively due to changes in the optical properties of silicon, rather topological changes in the surface already starting at  $t > t_0 + 100$  ps [10].

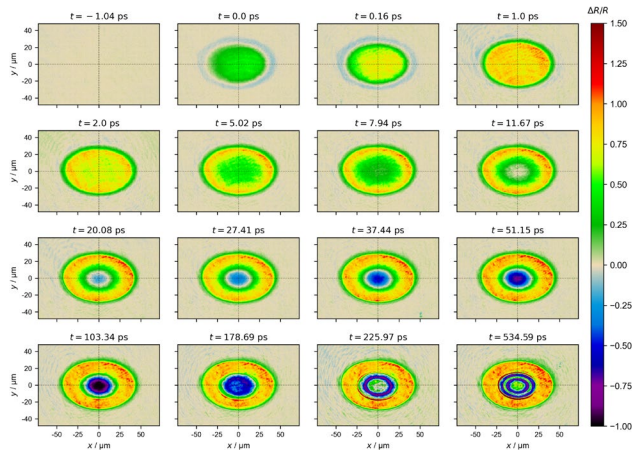


Figure 3: Time course of the spatially resolved transient relative change of reflectance  $\Delta R/R$  for  $\lambda_{\text{probe}} = 500$  nm upon irradiation with the wavelength  $\lambda_{\text{pump}} = 1950$  nm and the pulse peak fluence  $H_0 = 0.31$  J/cm<sup>2</sup>.

The temporal evolution of  $\Delta R/R$  can be represented by lining up the cross-sections (see dashed lines in figure 3) in the  $y$ -direction or in the  $x$ -direction, as shown in Figure 4 for  $H_0 = 0.31 \frac{\text{J}}{\text{cm}^2} > H_{\text{th,abl}}$  and three other fluences in the ranges  $H_{\text{th,abl}} < H_0 < H_{\text{th,mod}}$ ,  $H_0 = H_{\text{th,mod}}$  and  $H_0 < H_{\text{th,mod}}$ .

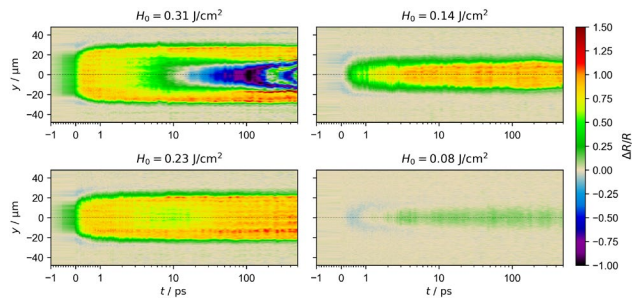


Figure 4: Temporal evolution of the spatially resolved transient relative change of reflectance  $\Delta R/R(y)$  at  $x = 0$  for different pulse peak fluences  $H_0$  for the probe wavelength  $\lambda_{\text{probe}} = 500$  nm.

The comparison of the different fluences represents and validates the determined threshold fluences. At  $H_0 = 0.23$  J/cm<sup>2</sup>, a pronounced change in  $\Delta R/R$  takes place, but no material ablation yet, which is why this fluence is used in the following measurements for the spectroscopic investigation of  $\Delta R/R$ .

For the spectroscopic investigation of  $\Delta R/R$ , six wavelengths of the probe laser radiation in the range  $420 \text{ nm} \leq \lambda_{\text{probe}} \leq 1000 \text{ nm}$  are used. The temporal evolution of  $\Delta R/R$  is visualized in Figure 5.  $\Delta R/R$  increases with increasing wavelength. This observation is consistent with the increase in reflectance with increasing wavelength of the probe laser radiation described in [7] and [6]. Thus, the fundamental dependence  $\Delta R/R(\lambda_{\text{probe}})$  appears to be comparable for excitation in the mid-IR wavelength range as in the VIS range. Additionally, the nearly unchanged reflectance after the steep increase until the end of the investigated time scale agrees with investigations in [6].

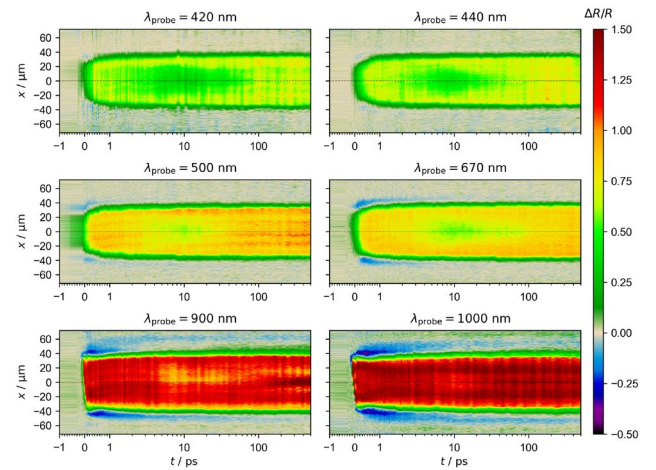


Figure 5: Temporal evolution of the spatially resolved transient relative change of reflectance  $\Delta R/R(x)$  at  $y = 0$  and the pulse peak fluence  $H_0 = 0.23$  J/cm<sup>2</sup> for six different probe wavelengths.

The behavior of  $\Delta R/R$  in the range  $t_0 + 2 \text{ ps} \leq t \leq t_0 + 50 \text{ ps}$  is also noticeable. At all probe wavelengths, a temporary decrease in reflectance can be observed here. Also, immediately after the excitation at time  $t_0$ , a significant decrease in  $\Delta R/R$  can be seen in the outer region of the interaction area, which is annular in a single ablation structure (Figure 3). Depending on the probe wavelength, this effect varies in intensity.

## Discussion

For discussion of the transient reflectance, a fluence-resolved plot of  $\Delta R/R$  can be used, showing the change  $\Delta R/R$  as a function of the local fluence in  $x$ - or  $y$ -direction. The spatial resolution can be transformed into the fluence-resolved plot in Figure 6 due to the known Gaussian-shaped intensity distribution of the pump laser radiation. The dashed line represents the modification threshold fluence  $H_{\text{th,mod}} = 0.15$  J/cm<sup>2</sup> and demonstrates that the annular decrease in  $\Delta R/R$ , being observed immediately after excitation, occurs below this threshold fluence. Therefore, different nonlinear excitation mechanisms may become effective at the different fluences, which can only be estimated here via the time dependence, but cannot be assigned in a defined way. The transient decrease of  $\Delta R/R$  in the range  $t_0 + 2 \text{ ps} \leq t \leq t_0 + 50 \text{ ps}$  at all probe wavelengths by approximately the same value of about 25 % is probably caused by electron-hole interactions [11; 12]. When an electron of the semiconductor is excited from the valence band into the conduction band due to the absorption of a photon, the positively charged hole remains in the valence band and due to the coulomb interaction an exciton is formed. The exciton can move freely through the crystal. In the range between about 2 and 50 ps after photoexcitation, these excitons dissociate, i. e., the electron and hole separate and move away independently.

On the other hand, reduction of  $\Delta R/R$  could be shock-wave induced by transient spallation. For fluences

above threshold fluence for ablation, spallation starts at 10 to 50 ps after irradiation, as seen in figure 4.

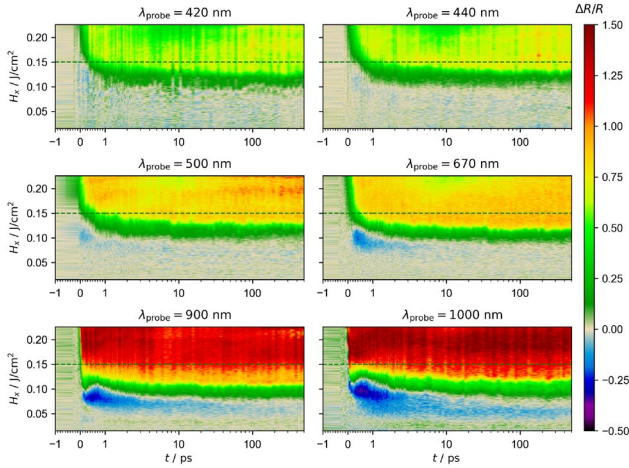


Figure 6: Temporal evolution of the fluence-resolved transient relative change of reflectance  $\Delta R/R (H_x)$  for different probe wavelengths. The dashed line represents the modification threshold fluence  $H_{th,mod} = 0.15 \text{ J/cm}^2$ .

To discuss the spectral dependence  $\Delta R/R$ , the absolute reflectance  $R$  is calculated using equation (4). For this purpose, measurements were performed on a commercial ellipsometer (Accurion nanofilm\_ep4) at the probe wavelengths used in the range  $420 \text{ nm} \leq \lambda_{probe} \leq 1000 \text{ nm}$ . In the ground state before irradiation, the complex refractive index of silicon as a semiconductor can be described in a first approximation with the Lorentz model, since almost all electrons are in the valence band and the conduction band is almost empty. The ellipsometrically determined reflectance  $R(\lambda)$  (Figure 7). agrees with the literature [4] When silicon is excited by irradiation with intense pump laser radiation, the electron density in the conduction band increases. The electrons in the conduction band can be described as a nearly free electron gas using the Drude model, while the occupation number in the valence band decreases. If bound electrons (interband transitions) and free electrons in the conduction band (intra-band transitions) interact simultaneously with the electromagnetic radiation, the dielectric function can be described by a superposition of the Lorentz model and the Drude model

$$\epsilon_r(\omega) = 1 - \frac{\omega_p}{\omega^2 - i\Gamma\omega} + \frac{e^2}{m_e \epsilon_0} \frac{n_d N_0 - n_e}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\Gamma_0 \omega} \quad (7)$$

With the plasma frequency  $\omega_p$  and the damping constant  $\Gamma$  for the Drude term and the resonance frequency  $\omega_0$ , and the damping constant  $\Gamma_0$  for the Lorentz term [13]. In addition, the total number of electrons remains constant. An increase of the electron density  $n_e$  in the conduction band results in a decrease of the electron density in the valence band or in other bound states to  $n_d N_0 - n_e$ , where  $n_d$  is the dipole or atomic density and  $N_0$  is the number of electrons per atom or dipole unit.

For the approximation of the dielectric function, it is assumed that at the time  $t = t_0 - 2 \text{ ps}$  no excited states exist yet. Thus, the Lorentz model

$$\epsilon_r(\omega) = 1 + \frac{e^2 n_d}{m_e \epsilon_0} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\Gamma_0 \omega} \quad (8)$$

can be applied to determine the resonant frequency  $\omega_0 = 6.19 \cdot 10^{15} \text{ Hz}$  and the damping constant  $\Gamma_0 = 1.48 \cdot 10^{15} \text{ s}^{-1}$ . Assuming that  $\omega_0$  and  $\Gamma_0$  remain approximately constant within the first 10 to 100 ps after excitation, these parameters form the starting point for the excited-state dielectric function simulation. Starting at  $t_0$ , states in the conduction band are occupied, increasing the electron density. The simulation results for selected time points are visualized in Figure 7 (orange curve).

The experimentally determined trajectories  $R(\lambda)$  (red measurement points in figure 7) can be reproduced qualitatively well by the Drude-Lorentz model. Both the minima of the reflectance between 600 and 800 nm and the characteristic decrease of the reflectance at  $t = t_0 + 10,6 \text{ ps}$  over the entire spectral range can be seen.

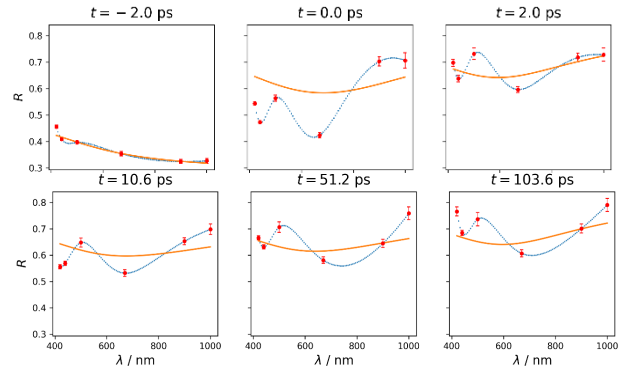


Figure 7: Spectral profile of the reflectance  $R(\lambda)$  at different times  $t$  after excitation by the pump laser radiation. Red: reflectometry measurement data, blue: interpolated data (using cubic spline), orange: approximation of the Drude-Lorentz model with the approximation parameters electron density  $n_e$  and damping constant  $\Gamma$ .

The temporal evolution of the simulation parameters electron density  $n_e$  and damping constant  $\Gamma$  is visualized in figure 8. The figure shows very clearly the increase in electron density. A slight decrease of the electron density at  $t = t_0 + 10.6 \text{ ps}$  in analogy to the reflectance is also observed. In addition, the damping constant shows a clear maximum at this time. The saturation of the electron density suggests that, after about 2 ps, all valence electrons have been excited into the conduction band, and thus, the electron density cannot increase further, also corresponding to the observed saturation of the reflectance.

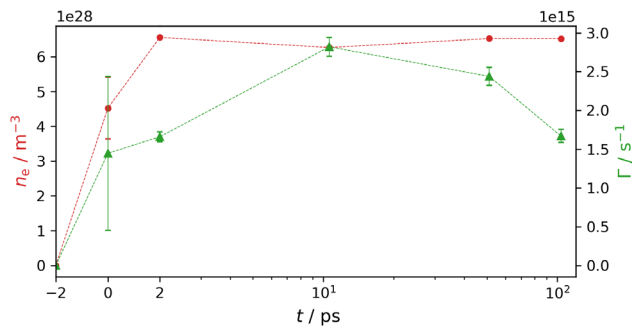


Figure 8: Approximated temporal evolution of the electron density  $n_e$  (red) and the damping constant  $\Gamma$  (green) by means of the Drude-Lorentz model.

## Summary

In this work, the spectral reflectance  $R(\lambda)$  of silicon was investigated upon excitation with ultrashort pulsed laser radiation in the mid-IR region at wavelength  $\lambda_{\text{pump}} = 1950 \text{ nm}$ . Using spectroscopic pump-probe reflectometry in the wavelength range  $420 \text{ nm} \leq \lambda_{\text{probe}} \leq 1000 \text{ nm}$ , a stronger increase in reflectance with increasing probe wavelength was found. For excitation at  $\lambda_{\text{pump}} = 1950 \text{ nm}$ , two additional effects not previously reported in the literature for silicon were also

observed. Below the modification threshold fluence, an annular decrease in reflectance can be seen after excitation, which is more pronounced with increasing probe wavelength. In addition, the reflectance of silicon decreases temporarily by up to 25% in the range between 2 to 50 ps after excitation, independent of the probe wavelength. This observation can possibly be attributed to the exciton formation and dissociation occurring in this time domain. The spectral variation of the reflectance was then approximated by means of a Drude-Lorentz model based on the experimentally determined data, using the electron density and the attenuation constant as approximation parameters. The experimental curve  $R(\lambda)$  could be qualitatively approximated by this model.

Since only the reflectance can be determined by means of reflectometry, but not the complete complex refractive index, the simulation is not unambiguous and represents only a first approach for the theoretical description of the excitation mechanisms and interaction processes taking place. A validation of the results is planned by means of spectroscopic pump-probe ellipsometry in further investigations.

## Literaturverzeichnis

- [1] Müller, J. (2013) Charakterisierung integriert-optischer Silizium-Wellenleiter.
- [2] Lin, Q.; Painter, O. J.; Agrawal, G. P. (2007) Nonlinear optical phenomena in silicon waveguides: modeling and applications in: *Optics express* 15, Nr. 25, pp. 16604–16644.
- [3] Osgood, R. (2010) Nonlinear silicon photonics in: *SPIE Newsroom*.
- [4] Schinke, C. et al. (2015) Uncertainty analysis for the coefficient of band-to-band absorption of crystalline silicon in: *AIP Advances* 5, H. 6, S. 67168.
- [5] Shkondin, E. et al. (2017) Large-scale high aspect ratio Al-doped ZnO nanopillars arrays as anisotropic metamaterials in: *Optical Materials Express* 7, H. 5, S. 1606.
- [6] Shank, C. V.; Yen, R.; Hirlimann, C. (1983) Time-Resolved Reflectivity Measurements of Femtosecond-Optical-Pulse-Induced Phase Transitions in Silicon in: *Physical Review Letters* 50, H. 6, S. 454–457.
- [7] Bergner, H. et al. (1987) Reflectivity and Transmittance Investigations of Photoexcited Charge Carriers in Silicon in the Picosecond Time Domain in: *Applied Physics A* 43, H. 2, S. 97–104.
- [8] Pflug, T. et al. (2021) Fluence-Dependent Transient Reflectance of Stainless Steel Investigated by Ultrafast Imaging Pump-Probe Reflectometry in: *The Journal of Physical Chemistry C* 125, H. 31, S. 17363–17371.
- [9] Liu, J. M. (1982) Simple technique for measurements of pulsed Gaussian-beam spot sizes in: *Optics letters* 7, Nr. 5, pp. 196–198.
- [10] Linde, D. von der; Sokolowski-Tinten, K.; Bialkowski, J. (1997) Laser-solid interaction in the femtosecond time regime in: *Applied Surface Science* 109-110, S. 1–10.
- [11] Ganesan, A.; Houtepen, A.; Crisp, R. (2018) Quantum Dot Solar Cells: Small Beginnings Have Large Impacts in: *Applied Sciences* 8, H. 10, S. 1867.
- [12] Marri, I.; Ossicini, S. (2021) Multiple exciton generation in isolated and interacting silicon nanocrystals in: *Nanoscale* 13, Nr. 28, pp. 12119–12142.
- [13] Rakic, A. D. et al. (1998) Optical properties of metallic films for vertical-cavity optoelectronic devices in: *Applied optics* 37, Nr. 22, pp. 5271–5283

# Untersuchungen zur Laserfilamentierung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung

Lucas Naumann, Jörg Schille, Theo Pflug, Alexander Horn, Udo Löschner  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

*Femtosekunden-Ultrakurzpulslaser haben sich zu etablierten Werkzeugen in der Mikro- und Nanomanufaktur entwickelt und erweisen sich als äußerst attraktive Quellen für die Erzeugung von Ripple-Strukturen in verschiedenen Anwendungen der modernen Oberflächentechnik und -funktionalisierung. Diese Beliebtheit gründet auf ihren einzigartigen Vorteilen in der Materialbearbeitung, darunter die verminderte thermische Diffusion, die nichtlineare Multiphotonenanregung von Ladungsträgern, die interne Modifikation transparenter Materialien und die reproduzierbare Auflösung im Nanometerbereich. Diese Arbeit widmet sich der Erzeugung von Filamenten mithilfe ultrakurz gepulster Laserstrahlung. Dabei wird die Ausbreitung von Filamenten in transparenten Materialien erläutert und ihr Einsatz als alternative Methode zur Materialbearbeitung diskutiert. Eine Besonderheit ist es dabei Strahlen mit unterdrückter Beugung auszubreiten, was eine außergewöhnlich große Schärfentiefe schafft.*

## 1. Einleitung

Die Induzierung eines Filaments mittels ultrakurz gepulster Laserstrahlung ist das Ergebnis des Zusammenspiels von optischer Kerr-Selbstfokussierung und Defokussierungseffekten. Dabei ergibt sich der räumlich und zeitlich abhängige Brechungsindex

$$n(r, t) = n_0 + n_2 I(r, t) \quad (1)$$

aus einem linearen und einem intensitätsabhängigen nichtlinearen Anteil. Bei geringen Intensitäten können die nichtlinearen Anteile vernachlässigt werden. Dies ist jedoch nicht der Fall, wenn die Intensität des Laserstrahls ausreichend hoch ist, wodurch der nichtlineare Kerr-Effekt zu einer Erhöhung des Brechungsindex führt. Bei der Verwendung von Laserstrahlung mit einer gaußförmigen räumlichen Intensitätsverteilung wechselwirkt der zentrale Teil des Strahls aufgrund des nichtlinearen Anteils  $n_2 I(r, t)$  mit einem erhöhten Brechungsindex. Dadurch propagieren die zentralen Anteile der Strahlung langsamer durch das Medium, wodurch die Wellenfront konkav wird. Infolgedessen kommt es zur Selbstfokussierung, d.h. zu einer Fokussierung der Laserstrahlung ohne zusätzliche Linse. Dieser Effekt wurde erstmals von Kelly beschrieben [1]. Die Voraussetzung für die Selbstfokussierung ist eine initial ebene Wellenfront sowie das Überschreiten der kritischen Leistung  $P_{cr}$ . Für Laserstrahlung mit gaußförmiger räumlicher Intensitätsverteilung beträgt diese kritische Leistung

$$P_{cr} = 3,72 \frac{\lambda_0^2}{4\pi n_0 n_2}, \quad (2)$$

mit der Wellenlänge der Laserstrahlung  $\lambda_0$ , und den linearen und nichtlinearen Anteilen des Brechungsindex  $n_0$  und  $n_2$  [2]. Aufgrund seiner Intensitätsabhängigkeit wird der Brechungsindex des Materials  $n_2$  bei konstanter Pulsenergie hauptsächlich durch die Pulsdauer  $\tau_H$  der Laserstrahlung bestimmt. Die Nichtlinearität in Luft besteht dabei aus zwei Teilen: der unmittelbaren Reaktion der Elektronen und der verzögerten Antwort der

Atomkerne. Bei kürzeren Pulsen ist der Beitrag der Nichtlinearität durch die Antwort der Atomkerne geringer [3]. Dies führt zu einem niedrigeren effektiven nichtlinearen Brechungsindex  $n_2 I(r, t)$  und damit zu einer höheren kritischen Leistung. Die Induzierung eines Laserfilamentes ist grundsätzlich sowohl in Gasen, Flüssigkeiten als auch Festkörpern möglich und somit unabhängig vom vorliegenden Aggregatzustand. Die Position der Strahltaile eines Selbstfokussierten Gaußstrahles kann mittels [2]

$$z_{sf} = \frac{0,367 \cdot L_R(w_{86})}{\sqrt{\left(\left(\frac{P_{pk}}{P_{cr}}\right)^{\frac{1}{2}} - 0,852\right)^2 - 0,0219}} \quad (3)$$

abgeschätzt werden.  $L_R$  ist dabei die Rayleighlänge,  $P_{pk}$  die Pulsspitzenleistung des Lasers und  $P_{cr}$  die kritische Leistung. Abbildung 1 veranschaulicht die Lage der Strahltaile in Abhängigkeit vom Rohstrahldurchmesser.

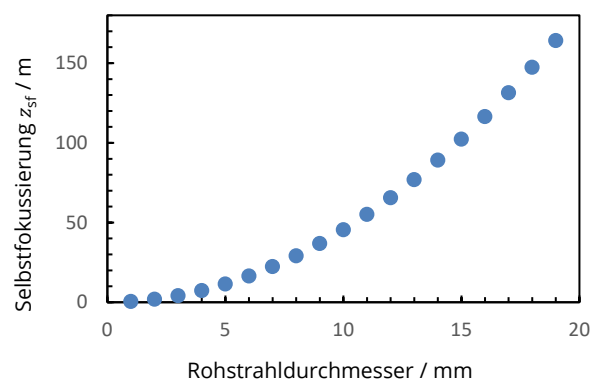


Abbildung 1: Abstand der Selbstfokussierung zur Strahlquelle in Abhängigkeit des Rohstrahldurchmessers

Durch die Selbstfokussierung und der damit einhergehenden rasch ansteigenden Intensität kommt es zur Ionisation der umgebenden Luft und zur Bildung freier

Elektronen. Die dominierenden Mechanismen für die Ionisation sind hierbei die Multiphotonenionisation und die Tunnelionisation. Das gebildete Plasma führt zu einer lokalen Verringerung des Brechungsindex im Ausbreitungsmedium im Vergleich zur Umgebung, wodurch das Plasma defokussierend auf die Laserstrahlung wirkt [4]. Solange der verbleibende Strahl die kritische Leistung noch überschreitet, führt der Kerr-Effekt wieder zu einer Fokussierung. Dieses Wechselspiel zwischen der Kerr-Selbstfokussierung und der Defokussierung führt schließlich zur Propagation der Strahlung in einem Gleichgewichtszustand, man spricht von einem sogenannten *self-trapped beam* [5]. Die Laserintensität im Kern des Filaments wird entlang des Verlaufs auf einen nahezu konstanten Wert im Bereich von  $\sim 10^{13}$ - $10^{14}$  W/cm<sup>2</sup> begrenzt und der Filamentkern hat einen Durchmesser von  $\sim 100$   $\mu$ m [6]. Der äußere Filamentbereich kann dabei jedoch wesentlich größer sein. Ein Laserfilament bietet somit entscheidende Vorteile für die Lasermaterialbearbeitung. Aufgrund der nahezu nichtvorhandenen Divergenz des Laserfilaments ist die im Material deponierte Energiedichte von der axialen Position des Wechselwirkungsbereichs von Laserstrahlung und Materialoberfläche unabhängig. Dadurch können Oberflächen beliebiger Topografien, wie gekrümmte oder freigeformte Werkstücke bearbeitet werden, ohne die Fokusposition der Laserstrahlung auf dem Werkstück fortlaufend nachregeln zu müssen. Zunächst wird der Aufbau zum Induzieren eines Laserfilaments mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung am Laserinstitut Mittweida beschrieben und anschließend das Filament lateral und axial bezüglich der Abtragscharakteristik untersucht.

## 2. Experimentelles Vorgehen

Das Filament wurde mit einem Ti:Sapphire Femtosekundenlaser (Astrella, Coherent Inc) induziert. Der Laser emittierte Laserstrahlung mit einer räumlich und zeitlich gaußförmigen Intensitätsverteilung. Die Wellenlänge beträgt 800 nm, die Pulsdauer 40 fs und die maximale Pulsenenergie 7 mJ. Die Materialbearbeitung erfolgte in horizontaler Ebene, wobei das Probenmaterial entlang der Ausbreitungsrichtung im Bereich der Filamentbildung verschoben wurde, um den Materialabtrag in der Strahlkaustik zu erfassen. Für die vorliegenden Laserparameter beträgt der Wert der kritischen Leistung 9-10 GW, welche sowohl experimentell nachgewiesen als auch mit der Literatur abgeglichen wurde [7]. Die theoretisch ermittelte Position des Filaments bei der Selbstfokussierung mit den gegebenen Laserparametern liegt bei 55 m wie in Abbildung 1 dargestellt ist. Um die Propagationslänge der Strahlung bis zur Selbstfokussierung zu verkürzen und so die Erzeugung des Filaments im Labor zu ermöglichen, wurde der Ausgangsstrahl mit einem Rohstrahldurchmesser von 11 mm extern fokussiert, wobei die Fokusslage sowohl von der Brennweite  $f$  der Linse als auch von der Selbstfokussierung  $z_{sf}$  beeinflusst wurde. Die neue Fokusposition kann durch

$$\frac{1}{f'} = \frac{1}{z_{sf}} + \frac{1}{f} \quad (4)$$

berechnet werden [8]. Der theoretisch ermittelte Fokus für die verwendete Brennweite von 1 m liegt bei 0,98 m. Die geometrische Fokussierung hat zusätzlich den Vorteil, dass der Fokuspunkt über lange Distanzen nur geringfügige laterale Abweichungen aufweist. Bei längeren Brennweiten können Turbulenzen und Luftverwirbelungen die Dichte und damit den Brechungsindex  $n$  der Luft zusätzlich beeinflussen, wodurch die laterale Position des Laserfilaments verschoben werden kann.

Die in Fotopapier erzeugten Strukturen wurden anschließend mit einem Lichtmikroskop von Keyence untersucht und die Ablationskrater vermessen. Um die Plasmaausbildung des gesamten Filaments aufzunehmen und die Unterschiede der verwendeten Brennweiten gegenüberzustellen, wurden Bildaufnahmen mit einer zusätzlichen Kamera aufgenommen. Für die Bildaufnahmen wurde das Probenmaterial entfernt, und der Strahl wurde nach ca. 3 m mit einer Strahlfalle blockiert. Zur erleichterten Detektion des Abtrags im Filament wurde Fotopapier (Burn Paper) aufgrund der niedrigen Abtragsschwelle verwendet. Zunächst wurde die Abtragsschwelle nach der Methode von Liu [9] für Fotopapier untersucht. Dabei werden die gemessenen Abtragsdurchmesser auf dem Material für verschiedene Laserfluenzen quadriert und über den Logarithmus der Fluenz der Laserstrahlung dargestellt. Der Schnittpunkt der resultierenden Kurve mit der Abszissenachse ergibt dann die Schwellfluenz.

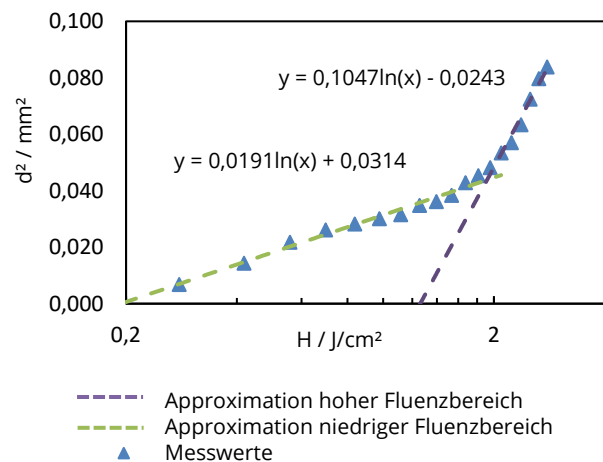


Abbildung 2: Quadrierte Abtragsdurchmesser über die Pulsspitzenfluenz in Fotopapier zur Bestimmung der Schwellfluenz.

In Abbildung 2 ist der quadratische Durchmesser der in Fotopapier erzeugten Abtragkrater in halblogarithmischer Darstellung in Abhängigkeit von der Fluenz dargestellt. Deutlich erkennbar sind zwei verschiedene Abtragsregime, welche im Folgenden als niedriger und hoher Fluenzbereich bezeichnet werden. Im Bereich bis etwa 2 J/cm<sup>2</sup> zeigt sich ein linearer Anstieg des Durchmessers. Die berechnete Schwellfluenz  $H_{thr}$  für diesen Bereich beträgt 0,19 J/cm<sup>2</sup>. Ab 2 J/cm<sup>2</sup> nehmen die quadrierten Abtragsdurchmesser ebenfalls linear, aber mit einem wesentlich größeren Anstieg zu. Für diesen hohen Fluenzbereich liegt die Schwellfluenz bei 1,26 J/cm<sup>2</sup>.



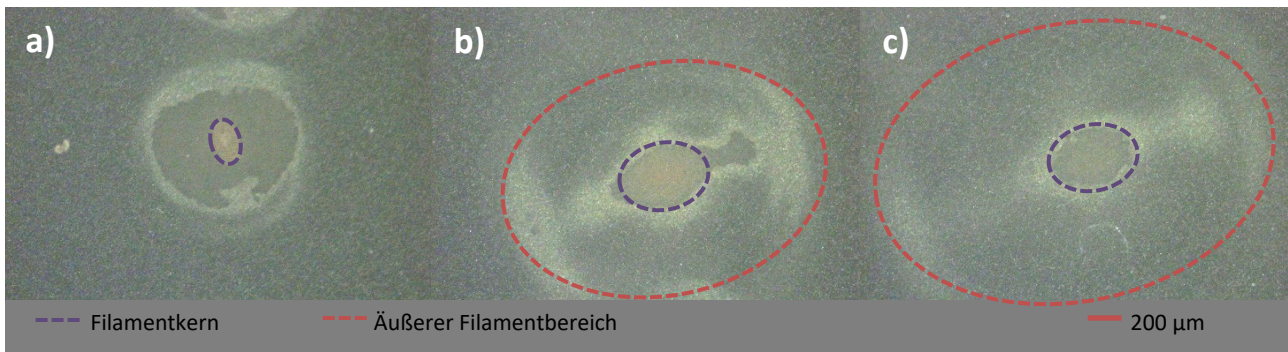


Abbildung 3: a) bis c): Lichtmikroskopische Aufnahmen des Abtrags auf Fotopapier im Strahlverlauf bei a)  $z = 102$  cm, b)  $z = 110$  cm und c)  $z = 115$  cm. Der geometrische Fokus lag bei  $z = 100$  cm.

### 3. Ergebnisse und Diskussion

#### Filament-Laserabtragen von Fotopapier

In Abbildung 3 sind die durch das Filament auf dem Fotopapier erzeugten Abtragstrukturen als Lichtmikroskopische Aufnahmen dargestellt. Es bilden sich zwei Bereiche heraus, gut zu sehen in Abb. 3b). Im Zentrum bildet sich ein deutlicher Abtrag heraus, welcher in der Abbildung mit violett markiert wurde. Dieser Bereich wird im weiteren als Filamentkern bezeichnet. Um diesen Bereich herum bildet sich eine ringförmige, helle Verfärbung des Materials. Dieser Bereich ist in der Abbildung mit rot markiert und stellt die Material beeinflusste Zone dar, welche vom äußeren Filamentbereich gebildet wird. Wie in Abbildung 3 zu sehen ist, divergiert der äußere Filamentbereich von Abb. 3b) zu Abb. 3c) sehr stark, während der Filamentkern nahezu konstant bleibt. In Abbildung 4 sind die gemessenen Radien für Filamentkern und äußeren Bereich in axialer Richtung aufgetragen. Wie schon in Abbildung 3 zu sehen, divergiert der äußere Filamentbereich sehr stark im gesamten Verlauf nach dem Fokus im Vergleich zum Filamentkern. Von  $z = 1$  m bis  $z = 1,15$  m verdreifacht sich der Radius des äußeren Filamentbereiches, wobei der Radius des Filamentkern konstant bleibt. Vergleichend ist zu den experimentell ermittelten Werten der theoretisch zu erwartende Verlauf der Strahlkaustik,

$$w(z) = w_{86} \sqrt{1 + \left( z \frac{\lambda}{k \cdot \pi \cdot w_{86}^2} \right)^2} \quad (5)$$

dargestellt, wie er unter normalen Fokussierbedingungen mit einer Brennweite  $f = 1000$  mm entstehen würde, s. Abb. 3, rote Linie. Dabei ist  $z$  die Position in axialer Richtung und  $k$  die Strahlgüte. Es ist zu sehen, dass der starke Anstieg des äußeren Filamentbereiches gut mit dem theoretischen Wert der berechneten Strahlkaustik übereinstimmt. Beide Verläufe zeigen einen ähnlichen Anstieg nach dem Fokus. Ein zeitlich und räumlicher Gaußstrahl besitzt die Besonderheit gegenüber anderen Strahlverteilungen, sich bei der Propagation im Medium zu reproduzieren. Das Verhalten konnte in diesen Untersuchungen nicht nachgewiesen werden. Die vorgestellte Strahlverteilung, welche in Abb. 3 b) bis c) zu sehen ist, entsteht erst durch einen Transformationsprozess im Fokusbereich und ist auf die Filamentbildung

zurückzuführen. Vor dem Fokus konnte ein Gaußabtrag im Material festgestellt werden mit einer kreisförmigen Abtragskaustik und einer materialbeeinflussten Zone direkt um den Abtrag. Dieser Gaußstrahl hat seinen Fokus bei  $0,98$  m, was sich mit dem theoretisch ermittelten Fokus von Selbstfokussierung und geometrischer Fokussierung deckt. Im Zentrum des Abtrages bildet sich anschließend ein zweites Abtragsregime heraus. Zu sehen ist dies in Abb. 3 a) mit violetter Umrandung. Der Filamentkern hat hier einen Radius von ca.  $100 \mu\text{m}$ , steigt anschließend auf etwa  $250 \mu\text{m}$  an und ist von  $z = 1,05$  m bis  $1,2$  m konstant. Die Abtragscharakteristik in axialer Richtung ist stark von dem Verhalten der Fluenz in Abhängigkeit vom Rohstrahldurchmesser geprägt. Vergleichend wurde deshalb der effektive Abtragsradius in Abbildung 4 dargestellt. Dieser lässt sich aus der Beschreibung des gaußförmigen Fluenzprofils in radialer Richtung herleiten und wird mit  $r_{eff}^2 = w_{86}^2(z)/2 \cdot \ln(H_{0(z)}/H_{thr})$  beschrieben. Für die Berechnung wurde die vorher ermittelte Schwellfluenz  $H_{thr} = 0,19 \text{ J/cm}^2$  verwendet. Zur besseren Vergleichbarkeit wurde der Fokus des Filamentkerns und des effektiven Abtragsradius übereinandergelegt. Die theoretische Kurve stimmt gut mit den experimentellen Ergebnissen vor dem Fokus überein.

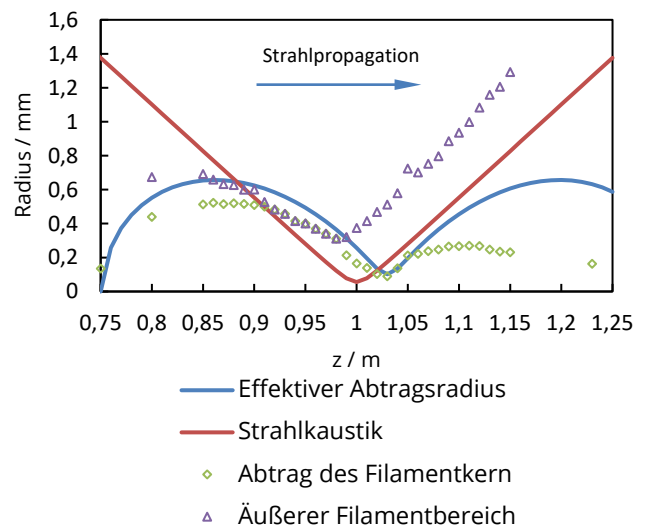


Abbildung 4: Gemessene Abtragsradien für Filamentkern und äußeren Filamentbereich über die Distanz in axialer Richtung. Zusätzlich theoretische Kaustik und effektiver Abtragsradius.

Nach Durchlaufen des Fokus ist der Abtrag nicht charakteristisch für einen Gaußstrahl, womit sich der Einfluss des Filaments erkennen lässt. Der Abtragsradius ist deutlich geringer als der zu erwartenden theoretische Abtrag und verläuft dort nahezu konstant. Dies ist der in der Literatur erwähnte *self trapped beam*, welcher sich typischerweise bei einem Filament ausbildet.

#### Geometrische Fokussierung

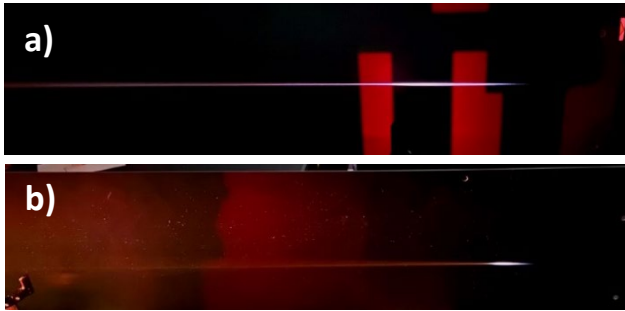


Abbildung 5: Laserfilamentpropagation mit einer verwendeten Linse a)  $f = 1000$  mm und b)  $f = 500$  mm.

In Abbildung 5 sind Aufnahmen mit zwei verschiedenen Fokussierungen zu sehen. Abbildung 5 a) zeigt die Fokussierung mit 500 mm, dabei wird im Bereich des Fokus ein starkes Plasma erzeugt. Je kürzer die Brennweite der Linse ist, desto intensiver wird das erzeugte Plasma und desto enger rücken geometrischer und neuer Fokus  $f$  durch den Effekt der Selbstfokussierung zusammen. Resultat ist eine kürzere Filamentlänge und eine stärkere

Divergenz nach der Fokussierung im Vergleich zu längeren Brennweiten. Für lange Brennweiten nimmt das erzeugte Plasma im Fokusbereich ab, wodurch die Strahlung weniger stark gebeugt wird. Es ist anschließend eine intensivere Plasmabildung im weiteren Verlauf zu erkennen. Das Filament hat eine größere Ausdehnung in axialer Richtung und divergiert deutlich geringer im weiteren Strahlverlauf.

#### Zusammenfassung

Am Laserinstitut Mittweida konnte ein Laserfilament mit einer Wellenlänge von 800 nm, 40 fs Pulsdauer und der maximalen Pulsenergie von 7 mJ induziert werden. Zur Realisierung im Labor wurde dafür eine Linse mit einer Brennweite  $f = 1000$  mm zur Fokussierung eingesetzt. Das Filament ist charakterisiert durch einen Filamentkern und einen äußeren Filamentbereich. Dieser äußere Bereich erfährt im Gegensatz zum Filamentkern starke Beugung. Der Filamentkern konnte über 15 cm einen nahezu konstanten Abtrag bei der Bestrahlung von Fotopapier von 500  $\mu\text{m}$  Durchmesser erzeugen. Dabei ist erzielte Ergebnis im Wechselwirkungsbereich von Laserstrahlung und Materialoberfläche nahezu unabhängig von der axialen Position. Einsatz könnte diese Art der Materialbearbeitung beispielsweise in der Erzeugung von LIPSS auf 3D-Bauteilen finden [10].

#### Literaturverzeichnis

- [1] P. L. Kelley (1965): *Self-Focusing of Optical Beams* in: *physical review letters*, 15, 1005.
- [2] J. H. Marburger (1975): *Self-Focusing: Theory*, 4, 35–110.
- [3] Jean-Francois Ripoche (1997): *Determination of the time dependence of  $n_2$  in air* in: *Optics Communications*, 135, 310–314.
- [4] B. La Fontaine (1999): *Filamentation of ultrashort pulse laser beams resulting from their propagation over long distances in air* in: *Phys. Plasmas*, 6, 1615–1621.
- [5] R. Y. Chiao (1964): *Self-Trapping of Optical Beams* in: *physical review letters*, 1964, 13, 479.
- [6] J. Kasparian (2000): *The critical laser intensity of self-guided light filaments in air* in: *Applied Physics B*, 71, 877–879.
- [7] W. Liu (2005): *Direct measurement of the critical power of femtosecond Ti:sapphire laser pulse in air* in: *Optics Express*, 13, 15.
- [8] Talanov, V. I. (1970): *Focusing of Light in Cubic Media* in: *Journal of Experimental and Theoretical Physics Letters*, 1970, 11, 199.
- [9] J. M. Liu (1982): *Simple technique for measurements of pulsed Gaussian-beam spot sizes* in: *Optics Letters*, 7, 196–198.
- [10] A. Braun (1995): *Self-channeling of high-peak-power femtosecond laser pulses in air* in: *Optics Letters*, 20, 73–75.

# Hochrateglätten von Edelstahl mittels 5 kW Multimode-Laser

Linda Pabst, Robby Ebert, André Streek

Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

*Die Oberflächenrauheit beeinflusst wesentlich die Eigenschaften, Funktionalität und die visuelle Erscheinung von Werkstücken. Deshalb wurde das Hochrate-Laserglätten an Edelstahl X5CrNi18/10 (1.4301) untersucht. Die Stahlbleche wurden vor der Bearbeitung sandgestrahlt, dadurch konnte eine homogene, raue Oberfläche erzeugt werden. Die Oberflächenrauheit des Ausgangsmaterials betrug  $S_a = 0.42 \mu\text{m}$ . Durch die Kombination eines 5 kW Multimode Faserlasers mit einer ultraschnellen Strahlablenkung mittels Polygonscanner können sehr hohe Geschwindigkeiten und damit hohe Flächenraten umgesetzt werden. Durch das Laserglätten konnte eine minimale Oberflächenrauheit von  $S_a = 0.11 \mu\text{m}$  erzielt werden, was einer Verbesserung der Oberflächenrauheit von 74% entspricht. Die Flächenrate für die Bearbeitung betrug dabei  $800 \text{ cm}^2/\text{min}$ .*

---

## 1. Einleitung

Die Oberflächenbeschaffenheit eines Produktes hat einen entscheidenden Einfluss auf den optischen Eindruck und die funktionalen Eigenschaften wie Verschleißfestigkeit, Gleiteigenschaften oder Biokompatibilität. [1,2,3] Die Oberflächenrauheit hat dabei einen wesentlichen Einfluss auf diese Funktionseigenschaften. Daher stellt die Oberflächenbehandlung einen abschließenden Bearbeitungsschritt in der industriellen Fertigung dar. Trotz aller technischen Entwicklungen wird das Glätten bzw. Polieren meist noch manuell durchgeführt. Das maschinelle / manuelle Polieren ist in der Regel ein mehrstufiger Prozess und daher sehr zeitaufwendig. Die Bearbeitungszeiten liegen typischerweise zwischen 10 und 30 min/cm<sup>2</sup>, was Flächenraten von 0.1 bis 0.033 cm<sup>2</sup>/min entspricht. [1,2] Zudem muss das manuelle Polieren von qualifizierten Facharbeitern durchgeführt werden, was zu sehr hohen Produktionskosten führt. [4].

Es besteht daher die Notwendigkeit, den Prozess des Oberflächenglättens zu automatisieren. Als alternatives Verfahren hat sich in den letzten Jahren das Laserglätten oder Laserpolieren entwickelt. [1] Es basiert auf dem Aufschmelzen einer dünnen Schicht auf der Werkstückoberfläche. Die Oberflächen- und Grenzflächenspannung der Schmelze bewirkt beim Erstarren eine Glättung der Oberfläche. [1,2,5] Das Laserpolieren ist somit ein formerhaltendes Polierverfahren, da durch das Umschmelzen ein lokaler Materialausgleich erfolgt, im Gegensatz zum klassischen Polieren, das ein abtragendes Verfahren ist. [1]

Grundsätzlich unterscheidet man beim Laserpolieren zwei Verfahrensvarianten, das Makro- und das Mikropolieren. Beim Makropolieren wird kontinuierliche Laserstrahlung (cw) eingesetzt. Die Abtragtiefen liegen zwischen 20 und 100  $\mu\text{m}$ . Damit können grobe Unebenheiten und große Rauheiten wie Erodierstrukturen, Fräs- oder Drehriefen entfernt werden. Die Flächenrate liegt typischerweise zwischen 1.2 und 8.4 cm<sup>2</sup>/min. Im Gegensatz dazu wird beim Mikropolieren mit gepulster Laserstrahlung (pw) gearbeitet. Die Umschmelztiefe beträgt

hier nur wenige  $\mu\text{m}$ . Dadurch wird vor allem der Glanzwert der Oberfläche erhöht, während grobe Unebenheiten unbeeinflusst bleiben. Die Ausgangsoberfläche sollte daher geschliffen oder feingefräst sein und eine geringe Rauheit aufweisen. Typische Flächenraten beim Mikropolieren liegen zwischen 6 und 60 cm<sup>2</sup>/min. [1,3,5]

Eine weitere Möglichkeit ist die Kombination von kontinuierlicher und gepulster Laserstrahlung für einen Glättungsprozess. Durch den Einsatz von kontinuierlicher Laserstrahlung wird die Ausgangsoberfläche bereits geglättet und homogenisiert. Die so erzeugte Oberfläche ist für eine nachfolgende Bearbeitung mit gepulster Laserstrahlung besser geeignet, um die Oberflächenrauheit weiter zu reduzieren und den Glanzwert deutlich zu erhöhen. Der kombinierte Prozess führt zu einer signifikanten Reduzierung der Rauheit und zu einem maximalen Glanzwert der Oberfläche bei gleichzeitig angemessener Bearbeitungsgeschwindigkeit. [6,7]

Die erreichbaren Rauheiten beim Laserstrahlpolieren sind abhängig von den thermophysikalischen Eigenschaften des Werkstoffes, der Rauheit und Homogenität der Ausgangsoberfläche sowie den Bearbeitungsparametern. Die erreichbaren Oberflächenrauheiten werden durch die Ausgangsrauheit, das Bearbeitungsregime und die gewünschte Endrauheit bestimmt. [4] Die minimal erreichbaren Rauheiten beim Laserpolieren liegen bei ca. 0.05 - 0.5  $\mu\text{m}$ . [1] Damit eignet sich das Laserpolieren besonders für Anwendungen, bei denen keine Spiegelglanzoberfläche gefordert ist und das Hauptaugenmerk auf der Funktionalität des Endproduktes liegt. [1,8]

Das Laserpolieren ist gut automatisierbar, hat eine hohe Reproduzierbarkeit und kann auch für komplexe 3D-Geometrien eingesetzt werden. Darüber hinaus können nahezu alle Werkstoffe bearbeitet werden und auch ein selektives Polieren einzelner Bereiche ist möglich. [1,8] Das Laserpolieren kann somit zu einer signifikanten Zeit- und Kostenersparnis gegenüber dem konventionellen, manuellen Polieren führen. [1] Darüber hinaus entstehen beim Laserpolieren keine gesundheits- oder umweltschädlichen Schleif- und Polierabfälle. [2] Durch den

thermischen Prozess und das Umschmelzen der Oberfläche treten zudem Nebeneffekte wie die Erhöhung der Korrosionsbeständigkeit und der Oberflächenhärte oder die Verbesserung der Gleiteigenschaften auf, die sich bei vielen Produkten als vorteilhaft erweisen. [8]

Über das Laserglätten von verschiedenen Metallen [1,3,5,9,10], aber auch von Kunststoffen und Gläsern [11] sind zahlreiche Berichte veröffentlicht worden. Das Laserglätten eignet sich auch zur Nachbearbeitung von additiv gefertigten Bauteilen. Anhaftendes Pulver kann entfernt und die hohe Rauheit additiv gefertigter Bauteile deutlich reduziert werden. [12]

Willenborg berichtet über eine Reduzierung der Ausgangsrauheit von  $R_a \sim 1 - 4 \mu\text{m}$  auf  $R_a < 0.2 \mu\text{m}$  bei einer Flächenrate von 3 - 12  $\text{cm}^2/\text{min}$  für Nickel-, Titan- und Kobolt/Chrom-Legierungen. [1]

Burzig et al. erreichten für eine Aluminiumlegierung mit einer hohen Ausgangsrauheit von  $R_a = 2.17 \mu\text{m}$  unter Verwendung eines cw-Lasers mit einer maximalen Laserleistung von 4 kW eine Flächenrate von 20 bis 60  $\text{cm}^2/\text{min}$  bei einer minimalen Rauheit von  $R_a = 0.15 - 0.20 \mu\text{m}$ , entsprechend einer Rauheitsreduzierung von 91 - 93%. [9]

Die höchste Flächenrate von  $A_R = 124 \text{ cm}^2/\text{min}$  wurde von Giorleo et al. für das Laserglätten von Titan mit gepulster Laserstrahlung im grünen Wellenlängenbereich berichtet. Die hohe Flächenrate ging jedoch auf Kosten der Rauheitsreduzierung. Die Ausgangsrauheit von  $R_a = 0.58 \mu\text{m}$  konnte nur um 28% auf  $R_a = 0.42 \mu\text{m}$  reduziert werden. [10]

Durch die Kombination einer kontinuierlichen Laserquelle mit einer Leistung von 600 W und einer gepulsten Laserquelle mit einer mittleren Leistung von 80 W bei einer Pulsdauer von 1.3  $\mu\text{s}$  konnten Zhou et al. auf Stahl eine Rauheitsreduzierung von  $S_a = 877 \text{ nm}$  auf  $S_a = 142 \text{ nm}$  mit einer Flächenrate von 48  $\text{cm}^2/\text{min}$  erzielen. Durch die Zwei-Strahl-Kombination wurde eine effektivere und effizientere Glättung gegenüber den Einzelverfahren erreicht. [7]

Kumstel erreichte mit einer kontinuierlichen Laserstrahlleistung bis 1 kW bei gaußförmiger Strahlverteilung eine Flächenrate von 0.6 - 1.8  $\text{cm}^2/\text{min}$  auf Stahl mit einer minimalen Rauheit von  $R_a = 0.15 - 0.20 \mu\text{m}$  bei Ausgangsrauheiten von  $R_a = 0.4 - 0.5 \mu\text{m}$ . Dabei führte eine Vergrößerung des Strahldurchmessers bei gleichzeitiger Erhöhung der Laserleistung nur zu einer unwesentlichen Erhöhung der Flächenrate. Eine weitere Erhöhung der Flächenrate führte zu einer Erhöhung der Rauheit. Somit konnte nicht die gesamte zur Verfügung stehende Laserleistung für die Bearbeitung genutzt werden. Durch den Einsatz einer komplexen Strahlformung „line with cut triangle“ konnte die Flächenrate bei gleichzeitiger Reduzierung der erreichbaren Rauheit um den Faktor 5 - 10 auf 6.2 - 10  $\text{cm}^2/\text{min}$  gesteigert werden. [13]

In diesem Paper wird ein Laserglätungsprozess mit ultraschneller Strahlableitung mittels Polygonscanner in

Kombination mit einer cw-Hochleistungslaserquelle mit 5 kW Laserleistung vorgestellt. Durch die ultraschnelle Strahlableitung konnte die hohe Laserleistung im Glätungsprozess umgesetzt und damit industrierelevante Prozesszeiten erreicht werden.

## 2. Experimenteller Aufbau

Für die Untersuchungen wurde ein cw-Multimode-Laser YLS-5000-S4-WW der Firma IPG Photonics GmbH eingesetzt. Der Laser hatte eine maximale Ausgangsleistung von 5 kW bei einer zentralen Wellenlänge von 1070 nm und einem  $M^2$  von 10. Für die Bearbeitung wurde eine Optik mit einer Brennweite von 420 mm verwendet, wodurch sich ein Fokusradius von  $w_{86} = 140 \mu\text{m}$  auf der Probenoberfläche ergab. Die Rayleighlänge betrug  $z_R = 5.8 \text{ mm}$ . Bei allen Untersuchungen wurde die maximale Leistung von 5 kW verwendet, um eine möglichst hohe Flächenrate zu erzielen. Damit wurde eine konstante Intensität von 16.2  $\text{MW}/\text{cm}^2$  erreicht. Für die ultraschnelle Strahlableitung wurde ein Polygonscanner der Firma MOEWE Optical Solutions GmbH eingesetzt. Die Bearbeitung erfolgte unter Normalatmosphäre.

Als Probenmaterial wurde Edelstahl X5CrNi18/10 (1.4301) verwendet. Das Probenmaterial wurde vor der Bearbeitung glasperlengestrahlt, um die Rauheit des Ausgangsmaterials zu erhöhen. Die Ausgangsrauheit betrug  $S_a = 0.420 \pm 0.015 \mu\text{m}$ . Abbildung 1 zeigt eine Mikroskopaufnahme der unbearbeiteten Materialoberfläche.

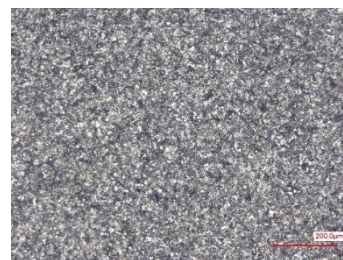


Abbildung 1: Mikroskopbild der Ausgangsoberfläche

Um die Wirkung der Laserbearbeitung auf die Materialoberfläche beurteilen zu können, wurde die Probe vor und nach der Bearbeitung entsprechend analysiert. Damit konnte der Einfluss der verschiedenen Prozessparameter auf die Oberflächeneigenschaften ermittelt werden.

Zum einen wurde die Probenoberfläche optisch mittels Lichtmikroskop untersucht und zum anderen die Oberflächenrauheit  $S_a$  mit einem Laser-Scanning-Mikroskop (Olympus Lext 3D OLS4100) nach DIN EN ISO 4288 bestimmt. Für die Glanzmessung wurde ein Rhopoint IQ 20/60/80 Gloss Haze DOI Meter verwendet. Die Glanzwerte wurden unter einem Winkel von 20° gemessen, entsprechend für Hochglanzproben, um eine höhere Genauigkeit und Auflösung zu erreichen. Die Messfläche betrug ca. 6 mm x 6.4 mm. Der Glanzwert wurde gemäß der internationalen Norm ISO2813 in der Glanzeinheit GU gemessen. Um eine mögliche Oxidation bei der Bearbeitung unter Normalatmosphäre festzustellen wurden EDX-Messungen durchgeführt. Für die Rauheits-

EDX- und Glanzmessung wurden pro Parameterkombination fünf verschiedene Oberflächen gemessen und entsprechend der Mittelwert und die Standardabweichung berechnet.

### 3. Ergebnisse und Diskussion

Die Versuche wurden mit kontinuierlicher Laserstrahlung hoher Leistung und ultraschneller Strahlablenkung mittels Polygonscanner durchgeführt. Bei allen Untersuchungen wurde die maximale Laserleistung von 5 kW verwendet um eine möglichst hohe Flächenrate zu erzielen. Damit ergab sich eine konstante Intensität von  $16.2 \text{ MW/cm}^2$ , die Scangeschwindigkeit und der Linienabstand wurden variiert.

Abbildung 2 zeigt beispielhaft einige Mikroskopaufnahmen der bearbeiteten Oberfläche mit unterschiedlichen Scangeschwindigkeiten und Linienabständen.

Bei geringen Linienabständen von 5, 10 und 15  $\mu\text{m}$ , entsprechend einer hohen Linienüberlappung von 98 - 95%, wurde eine erhöhte Welligkeit der Oberfläche sowie eine starke Oxidation bei allen untersuchten Scangeschwindigkeiten festgestellt. Durch den geringen Linienabstand wurde lokal sehr viel Wärme in die Materialoberfläche eingebracht, was zu einer langen Schmelzphase und damit zu Schmelzbadinstabilitäten und Oxidation führte. Bei Linienabständen von 25 bis 50  $\mu\text{m}$  wurde eine homogene Glättung der Oberfläche erreicht und es wurde keine sichtbare Oxidation festgestellt, siehe Abbildung 2. Bei einer weiteren Erhöhung des Linienabstandes auf 100  $\mu\text{m}$  wurden bereits Trennungen der einzelnen Bearbeitungslinien festgestellt, obwohl die Linienüberlappung noch 64% betrug, siehe Abbildung 2 rechts. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass das Strahlprofil eine Gaußverteilung aufwies. Dadurch reichte die Intensität nur im mittleren Bereich des Strahls aus, um die Materialoberfläche aufzuschmelzen. Mit zunehmender Entfernung vom Strahlzentrum nahm die Intensität ab und es fand nur noch eine Erwärmung des Materials statt. Somit wurde die Materialoberfläche trotz des Linienüberlappes nicht mehr vollständig bearbeitet.

Bei einer niedrigen Scangeschwindigkeit von 100 m/s konnte eine deutliche Welligkeit und Oxidation der Oberfläche festgestellt werden. Aufgrund der geringen Bearbeitungsgeschwindigkeit und des relativ großen Linienüberlapps waren der thermische Energieeintrag und die Verweilzeit hoch was zu einer langen Schmelzphase und damit zu Schmelzbadinstabilitäten führte. Bei höheren Scangeschwindigkeiten wurde die Bearbeitungsfläche homogen aufgeschmolzen und es konnte eine deutliche Glättung erreicht werden, vergleiche Abbildung 2 mit dem unbearbeiteten Ausgangsmaterial Abbildung 1. Mit zunehmender Scangeschwindigkeit verringerte sich die Lasereinwirkzeit und damit der Energieeintrag, dadurch konnte die Materialoberfläche homogen aufschmelzen und wieder erstarren und es wurde keine sichtbare Oxidation festgestellt, siehe Abbildung 2. Bei sehr hohen Scangeschwindigkeiten von

250 m/s und mehr wurde aufgrund der geringen Einwirkzeit nicht mehr die gesamte bearbeitete Fläche homogen aufgeschmolzen und eine sichtbar rauere Materialoberfläche entstand, siehe Abbildung 2 unten.

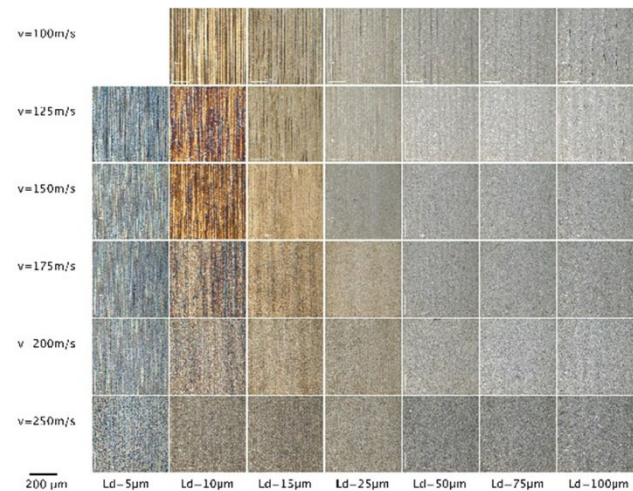


Abbildung 2: Mikroskopbilder der bearbeiteten Flächen bei verschiedenen Bearbeitungsgeschwindigkeiten  $v$  und Linienabständen  $L_d$

Für das Laserglätten mit einer Leistung von 5 kW wurden bei Scangeschwindigkeiten von 125 bis 175 m/s und Linienabständen von 25 - 50  $\mu\text{m}$  optisch die besten Bearbeitungsergebnisse, eine homogen geglättete Oberfläche ohne Oxidation, erzielt.

In der Abbildung 3 wird die gemessene Oberflächenrauheit  $S_a$  in Abhängigkeit von der Scangeschwindigkeit  $v$  bei verschiedenen Linienabständen  $L_d$  dargestellt. Die mittlere Oberflächenrauheit des Ausgangsmaterials (Ref) betrug  $S_a = 0.420 \pm 0.015 \mu\text{m}$ . Bei fast allen untersuchten Bearbeitungsparametern konnte eine Reduzierung der Ausgangsrauheit erreicht werden. Lediglich bei einem sehr hohen Linienabstand von 150  $\mu\text{m}$  und einer Scangeschwindigkeit von 100 m/s wurde eine höhere Rauheit als beim Ausgangsmaterial erreicht. Grundsätzlich wurde bei einer Scangeschwindigkeit von 100 m/s bei allen untersuchten Linienabständen eine höhere Rauheit gemessen als bei höheren Bearbeitungsgeschwindigkeiten. Durch die geringe Scangeschwindigkeit war sowohl die eingebrachte Energie als auch die Verweilzeit hoch, was zu einem starken Aufschmelzen des Materials und damit zu einer starken Schmelzbadynamik führte. Dadurch wurde die Oberfläche deutlich welliger und rauer, siehe Abbildungen 2 und 3.

Mit zunehmender Scangeschwindigkeit nahm die Oberflächenrauheit bis zu einem lokalen Minimum ab, wobei die Lage des Minimums vom Linienabstand abhing. Je höher die Scangeschwindigkeit war, desto geringer war der Linienabstand, bei dem die minimale Rauheit erreicht wurde, siehe Abbildung 3 sowie Tabelle 1. Mit zunehmendem Linienabstand musste die Scangeschwindigkeit reduziert werden, um noch ausreichend thermische Energie in das Material einzubringen um die Oberfläche homogen aufzuschmelzen und zu glätten. Die erzielbare Flächenrate hing im Wesentlichen vom

Linienabstand ab. Mit zunehmendem Linienabstand nahm die Flächenrate zu, siehe Tabelle 1.

Bei einer weiteren Erhöhung der Scangeschwindigkeit nahm die Oberflächenrauheit wieder zu. Durch den geringeren Energieeintrag und die relativ hohen Bearbeitungsgeschwindigkeiten wurde das Material nicht mehr ausreichend aufgeschmolzen, um die hohe Ausgangsrauheit auszugleichen.

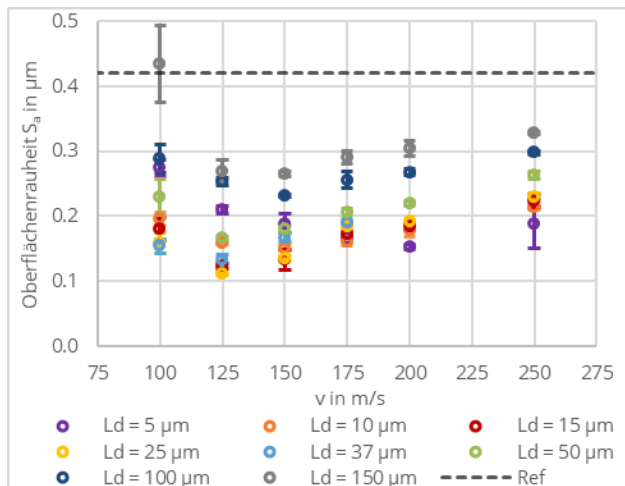


Abbildung 3: Oberflächenrauheit in Abhängigkeit der Bearbeitungsgeschwindigkeit bei verschiedenen Linienabständen

Tabelle 1: minimal erzielte Oberflächenrauheit bei den untersuchten Scangeschwindigkeiten und dazugehörige Linienabstände und Flächenraten

v in m/s	Ld in µm	S <sub>a</sub> in µm	A <sub>R</sub> in cm <sup>2</sup> /min
100	37	0.154 ± 0.012	984
125	25	0.111 ± 0.003	852
150	15	0.133 ± 0.016	600
175	10	0.160 ± 0.005	466
200	5	0.153 ± 0.003	266

Darüber hinaus wurden bei hohen Linienabständen von 100 und 150 µm, entsprechend einer Linienüberlappung von 64 bzw. 47%, siehe Abbildung 3 dunkelblau und grau, bei allen untersuchten Scangeschwindigkeiten höhere Rauheitswerte ermittelt. Bei Verwendung eines Gaußschen Strahlprofils reichte diese Überlappung nicht mehr aus, um das Material vollständig aufzuschmelzen und die Oberfläche ausreichend zu glätten.

Die optimale Scangeschwindigkeit unter den vorliegenden Bedingungen lag bei 125 m/s, wobei eine geringere Rauheit im Bereich zwischen S<sub>a</sub> = 0.11 und 0.16 µm über einen relativ großen Bereich der Linienüberlappung erreicht werden konnte, siehe Abbildung 3. Die optimalen Linienabstände lagen zwischen ca. 15 und 37 µm, entsprechend einer Linienüberlappung von 95 bis 87% in Abhängigkeit von der Scangeschwindigkeit. Durch die Verwendung eines gaußförmigen Strahlprofils war der erforderliche Überlapp hoch, um eine homogene Umschmelzung der Oberfläche und eine geringe Rauheit zu erzielen.

Die minimale Rauheit von S<sub>a</sub> = 0.111 ± 0.003 wurde bei einer Scangeschwindigkeit von v = 125 m/s und einem Linienabstand von L<sub>d</sub> = 25 µm erreicht, was einer Rauheitsreduzierung von 73.6% gegenüber dem Ausgangsmaterial entsprach. Bei einer Scangeschwindigkeit von 125 m/s und einem Strahldurchmesser von 280 µm ergab sich eine kurze Verweilzeit von 2.2 µs, und bei einem Linienabstand von 25 µm war die Linienüberlappung mit 91% sehr hoch und das Material wurde ca. 11 mal umgeschmolzen. Bei diesen Bearbeitungsparametern betrug die Flächenrate A<sub>R</sub> = 852 cm<sup>2</sup>/min und die Bearbeitungszeit t<sub>B</sub> = 11.7 min/m<sup>2</sup>.

Bei einer nur geringfügig höheren Rauheit von S<sub>a</sub> = 0.133 ± 0.008 µm konnte eine höhere Flächenrate von A<sub>R</sub> = 1262 cm<sup>2</sup>/min und eine Bearbeitungszeit von t<sub>B</sub> = 7.9 min/m<sup>2</sup> erzielt werden. Dies entsprach einer Erhöhung der Flächenrate um 48% bei einer Rauheitsreduzierung von 68.3%. Die Scangeschwindigkeit betrug v = 125 m/s und der Linienabstand L<sub>d</sub> = 37 µm. Der Linienüberlapp war dabei mit 87% immer noch hoch, was auf die Verwendung eines gaußförmigen Strahlprofils zurückzuführen war.

In [10] wird die höchste Flächenrate von A<sub>R</sub> = 124 cm<sup>2</sup>/min für das Laserglätten von Titan erreicht. Die hohe Flächenrate ging jedoch auf Kosten der Rauheitsreduzierung. Die Ausgangsrauheit von R<sub>a</sub> = 0.58 µm konnte nur um 28% auf R<sub>a</sub> = 0.42 µm reduziert werden. [10] Damit war das hier vorgestellte Laserpolierverfahren um den Faktor 10 schneller bei gleichzeitig deutlich besserer Rauheitsreduzierung von 63%. In [3] wird für einen Werkzeugstahl eine Reduzierung der Ausgangsrauheit von R<sub>a</sub> = 0.6 µm auf R<sub>a</sub> = 0.29 µm, entsprechend einer Reduzierung um 52%, bei einer Flächenrate von 37.25 cm<sup>2</sup>/min berichtet. [3] Die Endrauheit war damit höher und die Flächenrate sowie die Rauheitsreduktion niedriger im Vergleich zu den hier vorgestellten Ergebnissen. Bei einer Aluminium-Druckgusslegierung konnte in [9] jedoch eine deutlich höhere Rauheitsreduzierung von 91 - 93% von R<sub>a</sub> = 2.17 µm auf R<sub>a</sub> = 0.2 - 0.15 µm bei einer Flächenrate von 20 - 60 cm<sup>2</sup>/min im Vergleich zu den vorliegenden Ergebnissen erzielt werden. [9] In [13] wird für Stahl bei vergleichbaren Ausgangs-(R<sub>a</sub> = 0.4 - 0.5 µm) und Endrauheiten (R<sub>a</sub> = 0.15 µm) mit einer Laserleistung von 1.5 kW eine Flächenrate von 10 cm<sup>2</sup>/min erreicht [13], entsprechend wird in den vorliegenden Untersuchungen mit nur 3.3-facher Laserleistung eine 126-fach höhere Flächenrate erzielt. Dementsprechend konnten mit dem hier vorgestellten Laserpolierverfahren ähnliche Rauheitswerte wie in der Literatur beschrieben erreicht werden, jedoch waren die erzielten Flächenraten aufgrund der hohen eingesetzten Laserleistung bei gleichzeitig schneller Strahlableitung deutlich höher.

Durch die Bearbeitung an Normalatmosphäre konnte es durch die Bearbeitung zu einer Oxidation der Oberfläche kommen. Zur Untersuchung einer möglichen Oxidation wurden EDX-Messungen durchgeführt.

Das glasperlengestrahlte Ausgangsmaterial hatte eine Sauerstoffkonzentration in Gewichtsprozent von  $4.9 \pm 1.0\%$ . Durch das Glasperlenstrahlen wurde die Sauerstoffkonzentration im Vergleich zum ungestrahlten Material deutlich erhöht. Das Material vor dem Glasperlenstrahlen hatte eine Sauerstoffkonzentration von nur  $0.8 \pm 0.3\%$ . Woher diese Erhöhung der Sauerstoffkonzentration kam und wie diese verhindert werden kann, ist Gegenstand weiterer Untersuchungen. Es wird vermutet, dass ein kleiner Teil des Strahlmittels in die Materialoberfläche eingearbeitet wurde und dort verblieb. Dafür spricht, dass auch der Siliziumgehalt der gestrahlten Proben im Vergleich zu den ungestrahlten Proben deutlich erhöht war.

Abbildung 4 zeigt die Sauerstoffkonzentration in Gewichtsprozent in Abhängigkeit der Scangeschwindigkeit bei verschiedenen Linienabständen. Bei sehr geringen Linienabständen von  $5 \mu\text{m}$  (siehe Abbildung 4, violett) konnte eine deutlich höhere Sauerstoffkonzentration im Vergleich zum Ausgangsmaterial (Ref) festgestellt werden, bei diesen Parametern kam es zu einer starken Oxidation des Materials, was auch an einer deutlichen Verfärbung der Materialoberfläche erkennbar war, siehe Abbildung 2. Durch den hohen Linienüberlapp von  $98\%$  wurde das Material durch die mehrfache Überfahrt stark erhitzt und die Temperatur über einen gewissen Zeitraum gehalten, wodurch das Material mit dem Sauerstoff der Umgebungsluft reagieren konnte.

Auch bei Linienabständen von  $10$  und  $15 \mu\text{m}$  konnte teilweise eine Erhöhung der Sauerstoffkonzentration im Vergleich zum Ausgangsmaterial festgestellt werden. Hier betrug der Linienüberlapp noch  $96 - 95\%$  und die thermische Belastung des Materials war hoch. Mit zunehmendem Linienabstand konnte bei allen Scangeschwindigkeiten eine Abnahme der Sauerstoffkonzentration festgestellt werden. Im Vergleich zum Ausgangsmaterial wurde eine geringere Sauerstoffkonzentration gemessen. Entweder wurde das an der Oberfläche verbliebene Strahlmittel abgetragen oder es wurde in die Schmelze eingemischt und war somit an der Oberfläche nicht mehr messbar.

Die niedrigsten Sauerstoffkonzentrationen wurden bei hohen Linienabständen von  $100$  und  $150 \mu\text{m}$ , entsprechend einem Linienüberlapp von  $64\%$  bzw.  $47\%$  erreicht. Weiterhin wurden die geringsten Sauerstoffkonzentrationen bei einer Scangeschwindigkeit von  $125 \text{ m/s}$  erreicht. Bei höheren Scangeschwindigkeiten wurden bei gleichem Linienabstand etwas höhere Sauerstoffkonzentrationen gemessen. Dies könnte wiederum damit zusammenhängen, dass das Material mit zunehmender Scangeschwindigkeit nicht mehr ausreichend umgeschmolzen wurde, um das verbliebene Strahlmittel in das Material zu mischen.

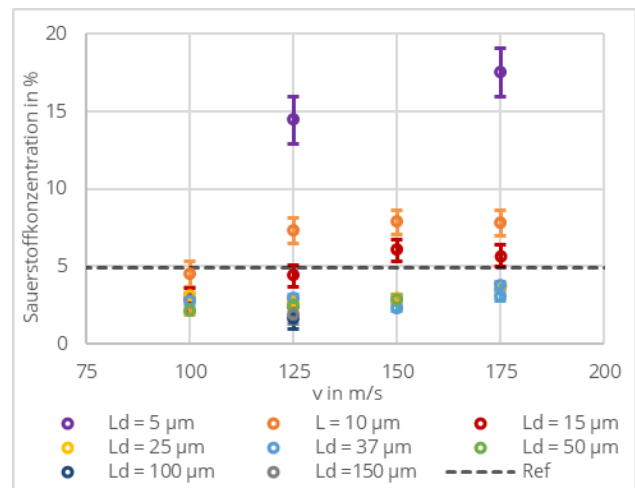


Abbildung 4: Sauerstoffgehalt an der Oberfläche in Abhängigkeit der Bearbeitungsgeschwindigkeit  $v$  bei verschiedenen Linienabständen  $L_d$

Die geringste Sauerstoffkonzentration von ca.  $2\%$  wurde bei Linienabständen von  $100$  und  $150 \mu\text{m}$  (siehe Abbildung 4 dunkelblau und grau) und einer Scangeschwindigkeit von  $125 \text{ m/s}$  erreicht, wobei jedoch schlechtere Rauheitswerte erzielt wurden. Bei den Parametern mit der geringsten Oberflächenrauheit von  $125 \text{ m/s}$  und Linienabständen von  $25$  und  $37 \mu\text{m}$  betrug die Sauerstoffkonzentration zwischen  $2.75$  und  $3\%$ . Damit war die Sauerstoffkonzentration in den lasergeglätteten Proben zwar niedriger als im Ausgangsmaterial, aber immer noch deutlich höher als im ungestrahlten Material.

Der Glanzwert des Ausgangsmaterials war mit  $10 \pm 0.5 \text{ GU}$  sehr niedrig, was auf das Glasperlenstrahlen und die hohe Ausgangsrauheit zurückzuführen war. Der Glanzwert in Abhängigkeit von der Scangeschwindigkeit bei verschiedenen Linienabständen ist in Abbildung 5 dargestellt.

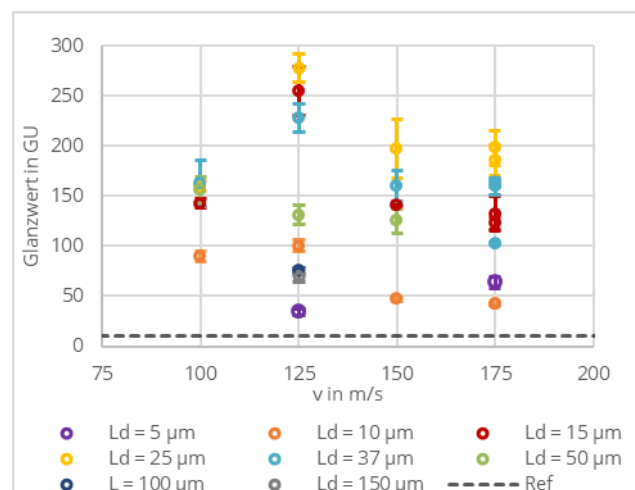


Abbildung 5: Glanzwert in Abhängigkeit der Scangeschwindigkeit  $v$  bei verschiedenen Linienabständen  $L_d$

Bei allen untersuchten Parametern konnte eine Erhöhung des Glanzwertes gegenüber dem Ausgangsmaterial (Ref) erreicht werden. Bei sehr kleinen Linienabständen von  $5$  und  $10 \mu\text{m}$  sowie bei großen Linienabständen von  $100$  und  $150 \mu\text{m}$  war der erzielte Glanzwert am

geringsten, bedingt durch die hohe Oxidation bei kleinen Linienabständen sowie die nur noch unvollständige Glättung bei großen Linienabständen, siehe auch Abbildung 2.

Die höchsten Glanzwerte wurden bei einer Scange-  
schwindigkeit von 125 m/s, sowie bei Linienabständen von 25 µm (gelb) erreicht, siehe Abbildung 5. Damit wurden die besten Glanzwerte bei den gleichen Parametern gemessen, bei denen auch die geringste Rauheit ermittelt wurde, vergleiche Abbildung 3 und 5. Der höchste erzielte Glanzwert betrug 275 GU, was einer Verbesserung von 96% gegenüber dem Ausgangsmaterial entsprach.

Die deutliche Verbesserung des Glanzwertes zeigte, dass das Hochrateglätten vergleichbare Ergebnisse liefert wie das Mikropolieren mit gepulster Laserstrahlung, da gerade beim Mikropolieren eine deutliche Erhöhung des Glanzwertes erreicht wird, wohingegen beim Makropolieren mit cw-Lasern der Glanzwert nahezu unverändert bleibt. [3,5]

Die ultraschnelle Strahlablenkung führte zu kurzen Einwirkzeiten, so dass nur dünne Oberflächenschichten im µm-Bereich aufgeschmolzen wurden. Das Verfahren war somit vergleichbar mit dem Mikropolieren, bei dem gepulste Laserstrahlung verwendet wird. [1,3,5] Durch die wesentlich höheren applizierten Leistungen konnten jedoch wesentlich höhere Flächenraten erzielt werden.

#### 4. Zusammenfassung

Das Hochrate-Laserglätten von Edelstahl X5CrNi18/10 (1.4301) wurde untersucht. Die Proben wurden vor der Bearbeitung glasperlengestrahlt, wodurch eine homogene, raue Oberfläche mit einer Ausgangsrauheit von  $S_a = 0.42 \mu\text{m}$  erzeugt werden konnte. Durch die Kombination eines 5 kW Multimode Faserlasers mit einer ultraschnellen Strahlablenkung mittels Polygonscanner konnten sehr hohe Geschwindigkeiten und damit hohe Flächenraten realisiert werden. Durch das Laserglätten konnte eine minimale Oberflächenrauheit von

$S_a = 0.11 \mu\text{m}$  erzielt werden, was einer Verbesserung der Oberflächenrauheit um 74% entsprach, bei einer Flächenrate von  $A_R = 852 \text{ cm}^2/\text{min}$ . Bei einer geringfügig höheren Rauheit von  $S_a = 0.13 \mu\text{m}$  konnte eine Flächenrate von  $A_R = 1262 \text{ cm}^2/\text{min}$  erreicht werden, was einer Steigerung der Flächenrate um 48% bei einer Rauheitsreduzierung um 68.3% entsprach.

Die Bearbeitungszeit betrug schließlich nur noch 7.9 – 11.7 min/m<sup>2</sup>. Damit eröffnet das Verfahren völlig neue Anwendungsfälle. Damit war das Verfahren um den Faktor 21 bis 1052 mal schneller als das konventionellen Laserstrahlglätten. Damit wurden industrierelevante Prozesszeiten für das Laserstrahlglätten erreicht.

Gleichzeitig wurde auch der Glanzwert der Oberfläche deutlich erhöht. Der Glanzwert des Ausgangsmaterials war, bedingt durch das Glasperlenstrahlen und die hohe Ausgangsrauheit sehr niedrig. Durch das Laserstrahlglätten konnte der Glanzwert auf bis zu 275 GU gesteigert werden, was einer Verbesserung von 96% gegenüber dem Ausgangsmaterial entsprach. Die höchsten Glanzwerte wurden dabei bei den Parametern erzielt, bei denen auch die Rauheit am geringsten war. Somit konnte das Erscheinungsbild der Werkstoffoberfläche sichtbar verbessert werden.

#### Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

Die Autoren danken für die Zuwendungen im Rahmen des Förderprogramms „Zentrales Innovationsprogramm Mittelstand“ des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie (BMWi) für die Finanzierung des Projektes „SmoothLaser“ (KK5002705SY1).

#### Kontaktdaten

Laserinstitut Hochschule Mittweida  
Technikumplatz 17  
09648 Mittweida  
Linda Pabst  
pabst@hs-mittweida.de

#### Literaturverzeichnis

- [1] Willenborg, Edgar, Ross, Ingo, Kumstel, Judith, Flemmer, (2013): Werkzeugmaschine für das Laserpolieren, in: Werkstattstechnik online, 103, H. 6
- [2] Nüsser, Christian (2010): Gepulster Laserstrahl poliert Implantatoberflächen, in: Maschinenmarkt 44, 28 -30
- [3] Sassmannhausen, Astrid, Brenner, Andreas, Finger, Johannes (2021): Ultrashort pulse laser polishing by continuous surface melting, in: Journal of Materials Processing Tech., 293, 117058
- [4] Krishnan, Arun, Fang, Fengzhou (2019): Review on mechanism and process of surface polishing using lasers, in: Frontiers of Mechanical Engineering, 14, 299-319
- [5] Ross, Ingo, Temmler, André, Willenborg Edgar, Poprawe, Reihnhart, Teler, Marco (2015): Investigation of the influence of laser surface modifications on the adhesive wear behavior in dry cold extrusion of aluminum, in: Lasers in Manufacturing Conference
- [6] Temmler, André, Willenborg, Edgar, Wissenbach, Konrad (2012): Laser Polishing, in: Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering, 8243, 19
- [7] Zhou, Yongquan, Zhao, Zhenyu, Zhang, Wei, Xiao, Haibing, Xu, Xiaomei (2019): Experiment Study of Rapid Laser Polishing of Freeform Steel Surface by Dual-Beam, in: Coatings, 9, 324
- [8] Bestenlehrer, Alexander (2015): Laserpolieren in der industriellen Anwendung, in: LASER MAGAZIN, 3, 11-12
- [9] Burzic, Bahrudin, Hofele, Markus, Mürdter, Steffen, Riegel, Harald (2016): Laser polishing of ground aluminum surfaces with high energy continuous wave laser, in: Journal of Laser Applications, 29, 01701



- [10] Giorleo, L., Ceretti, E., Giardini, C. (2015): Ti surface laser polishing: effect of laser path and assist gas, in: Procedia CIRP, 33, 446-451
- [11] Richmann, Annika, Willenborg, Edgar, Wissenbach, Konrad (2010): Polieren optischer Präzisionsoberflächen mit Laserstrahlung, in DGaO Proceedings
- [12] Yung, K.C., Zhang, S.S., Duan, L (2019): Laser polishing of additive manufactured tool steel components using pulsed or continuous-wave lasers, in: The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 105, 425-440
- [13] Kumstel, Judith (2017): Enhancement of the area rate for laser macro polishing, in: Lasers in Manufacturing Conference

# Charakterisierung von laserinduzierten Schockwellensignalen für die zerstörungsfreie Vermessung von Asphaltsschichten

Manuel Pfeiffer, Jörn Hübelt, Steffen Weißmantel  
Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

Ziel dieser Untersuchungen war die Charakterisierung der laserinduzierten Signalerzeugung auf Asphaltkörpern, welche speziell für die Entwicklung und Anwendung einer neuartigen opto-akustischen Messtechnologie für eine mobile, berührungslose, zerstörungsfreie Bestimmungsmethode des strukturellen Zustands von Asphaltfahrbahnen von Bedeutung ist. Diese Art der Messtechnologie basiert auf der Impulseinkopplung hochenergetischer Laserpulse, die in die Fahrbahnoberfläche eingetragen werden und aus der Auswertung der Ausbreitungs- und Reflexionsmustern der so generierten Körperschallwellen. Notwendig hierfür waren Versuche in Abhängigkeit von verschiedenen Laserparametern (Pulsenergie, Fluenz und Strahlradius) zur Generierung von Schockwellensignalen mit ausreichend hoher Signalstärke für die Anwendung einer MASW-Vermessungsmethode (MASW – „Multichannel Analysis of Surface Waves), welche so für die anschließende Signalzuordnung in einem horizontal geschichteten Medium (Asphaltfahrbahn) umgesetzt werden kann.

## 1. Motivation und Zielstellung

Im heutigen Straßenbau stellt die Erhaltung der vorhandenen Verkehrsinfrastruktur den Schwerpunkt in Deutschland dar. Um eine gezielte Erhaltungsplanung zu realisieren ist es daher nötig die Ursachen für Straßenschäden vorausschauend oder zeitnah zu erkennen und genau zu lokalisieren. Gemäß aktuellen Richtlinien für die Bewertung der strukturellen Substanz von Asphaltbefestigungen [1] werden hierfür aufwendig und mit Straßensperrungen verbundene Kernbohrungen unternommen, welche lediglich punktuell und unter hohem Aufwand zeitverzögert ausgewertet werden können.

Ausgehend von dieser Ausgangslage entstand ein Verbundprojekt zur Entwicklung und Anwendung einer alternativen, neuartigen opto-akustischen Messtechnologie für eine mobile, berührungslose, zerstörungsfreie Bestimmungsmethode des strukturellen Zustands von Asphaltfahrbahnen.

In diesem in-situ, flächendeckend anwendbaren Verfahren wird in die Fahrbahnbefestigung ein Körperschallfeld induziert und anschließend durch ein Array von Beschleunigungsaufnehmern in unterschiedlichen Entfernungen zur Quelle detektiert. Die so akquirierten örtlich verteilten Beschleunigungs-Zeitverläufe können mit Hilfe eines multimodalen Modells basierend auf der MASW-Methode („Multichannel analysis of surface waves“ [2, 3]) weiterverarbeitet werden, wodurch Angaben zum Steifigkeitsmodul einzelner Schichten der Fahrbahn und in einem nächsten Schritt Aussagen zum Zustand der Fahrbahn möglich sind. Hintergrund für die Signalzuordnung mittels MASW-Methode ist die dispersive Ausbreitungsgeschwindigkeit von Oberflächenwellen, hier speziell der untersuchten Rayleighwellen, oder Biegewellen in geschichteten Festkörpern mit verschiedenen Eigenschaften [4].

Die dafür notwendige Signalanregung wurde dahingegen entwickelt, dass ein Impulseintrag durch

hochenergetische Laserpulse und infolgedessen eine laserinduzierte Schockwellensignalanregung erfolgt (siehe Abbildung 1). Der Vorteil eines solchen optischen Kräfteintrags ist ein berührungs- und nahezu zerstörungsfreies Anregungsverfahren, wodurch eine schnelle und mobile Messung und infolgedessen eine kontinuierliche und flächendeckende Fahrbahnprüfung erst ermöglicht wird.

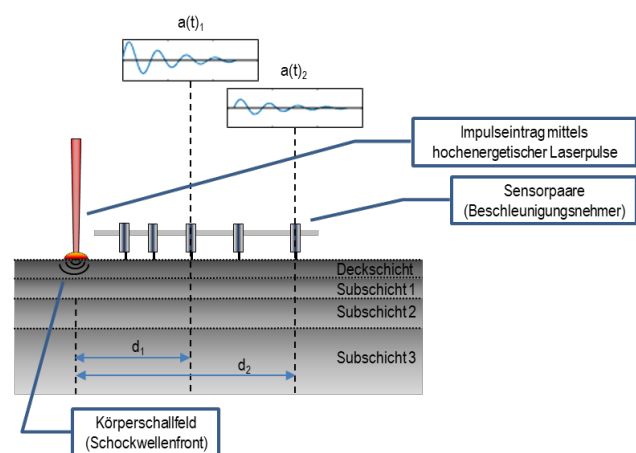


Abbildung 1: Schematische Darstellung des MASW-Verfahrens zur zerstörungsfreien Bewertung der strukturellen Substanz von mehrschichtigen Asphaltfahrbahnen. Der Impulseintrag und infolgedessen die Schockwellenanregung erfolgt durch hochenergetische Laserpulse berührungslos.

Hierfür wurden in der Vergangenheit sowohl grundlegende Versuche an Asphaltprobekörpern zur Bestimmung von generellen Einflussfaktoren hinsichtlich der laserinduzierten Signalgenerierung [5] als auch Untersuchungen zu den notwendigen Voraussetzungen zur Generierung von laserinduzierten Schockwellensignalen mit Frequenzen von 1 Hz bis mindestens 20 kHz mit ausreichender Signalstärke & Signalreichweite für die Anwendung der angestrebten opto-akustischen Vermessungsmethode für Asphaltfahrbahnen vorgenommen [6].

Gegenstand der hier dargestellten Untersuchungen war es nun aufbauend darauf die Signaleigenschaften, speziell die mittlere Pegelstärke  $L_m$  in Abhängigkeit von den Laserparametern (Pulsenergie, Fluenz und Strahlradius auf der Probenoberfläche) zu charakterisieren. Ziel war es die laserinduzierten Schockwellensignale ausreichend zu verstärken, dass eine berührungslose Signalerfassung mittels Laservibrometer bei der Asphaltvermessung ermöglicht wird. Hintergrund dieser Charakterisierung war außerdem die Reduzierung von Störsignalen u. a. die bei der Signalgenerierung sekundär entstehenden Signale durch Luftschallwellen, welche ebenfalls bei der Signaldetektion erfasst werden und dadurch die Datenverarbeitung negativ beeinflussen können.

## 2. Grundlagen zur laserinduzierten Schockwellenanregung

Die laserinduzierte Schockwellenanregung basiert auf der Absorption hochenergetischer Laserpulse in der Probekörperoberfläche. Bei ausreichend kurzen Pulsdauern im Nanosekundenbereich und gleichzeitig hohen Laserpulsfluenzen  $> 30 \text{ J/cm}^2$  erfolgt infolge des Materialabtrags vom Probekörper mit Abtragstiefen pro Puls von 10 nm bis 100 nm eine explosionsartige Plasmabildung. Durch die Plasmaexpansion wird ein Rückstoß hervorgerufen, in dessen Folge eine resultierende Schockwellenfront im Probekörper entsteht (siehe Abbildung 2) und sich in Form eines Körperschallfeldes u. a. als Rayleighwellen und Biegebewelle ausbreitet.

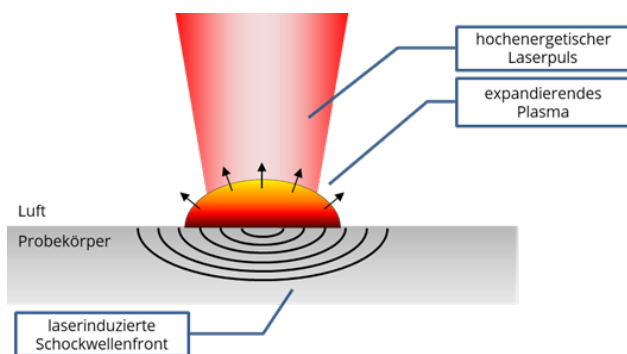


Abbildung 2: Schematische Darstellung der Generierung von Körperschallwellen in Form einer sich ausbreitenden Schockwellenfront durch den Eintrag hochenergetischer Laserpulse und dadurch als Folge eines so erzeugten, expandierenden Plasmas.

Das so generierte Schockwellenprofil folgt dabei grob den zeitlichen Eigenschaften der verwendeten Laserstrahlung, wobei der Schockwellendruck von der Laserstrahlwellenlänge, der Pulsdauer, der Fokus-Spot-Größe sowie vom Probekörpermaterial selbst als auch von der Art der Plasmaexpansion abhängt [7].

## 3. Anlagentechnik und experimentelle Details

Die Grundlage für die Untersuchungen zur Schockwellenanregung mittels hochenergetischer Laserpulse bildete ein Quantel Festkörperlaser-System der YG Serie mit

einer Wellenlänge von 1064 nm, einer Pulsdauer von 12 ns und einer maximalen Pulsenergie auf der Probenoberfläche von bis zu 400 mJ. Die Pulsrepetitionsrate konnte im Bereich von 1 - 10 Hz variiert werden. Für die Untersuchungen an den Asphaltprobekörpern wurde eine Objektivbrennweite von  $f = 200 \text{ mm}$  verwendet.

Das für die Untersuchungen genutzte Probenmaterial bestand aus 1,2 m x 0,8 m x 0,2 m großen geschichteten Asphaltplatte mit einer 60 mm dicken AC 16 DS 50/70 Deckschicht und einer 140 mm dicken AC 22 TS 50/70 Tragschicht.

Allgemein erfolgte die Aufnahme der erzeugten laserinduzierten Signale unter Verwendung eines Datenerfassungssystems NI cDAQ-9178 mit einem Schall- und Schwingungsmessmodul (Modell NI 9232) der Firma National Instruments. Die Datenaufzeichnungsdauer eines Messversuchs betrug zwischen 1 und 30 Sekunden, wobei die Datenaufzeichnung durch an der Asphaltplatte angebrachte IEPE (Integrated Electronics Piezo Electric) Beschleunigungsnehmer mit der Modellbezeichnung 352C33 von der Firma PCB Piezotronics, oder mit Hilfe eines Laservibrometers erfolgte. Für die Darstellung der aufgenommenen Signale und die weitere Verarbeitung der Daten wurde das Programm MatLab (Version R2018b) der Firma MathWorks genutzt.

## 4. Eigenschaften der erzeugten laserinduzierten akustischen Signale

Grundlegend sind für die Asphaltvermessung mit Schockwellensignalen nicht einzelne frequenzabhängigen Signalstärken entscheidend, sondern wichtig ist, dass ein kontinuierlich starkes Frequenzspektrum erzeugt werden kann. In [6] konnte bereits gezeigt werden, dass mit Hilfe der laserinduzierten Signalerzeugung ein solches kontinuierliches Frequenzspektrum im Bereich von 1 Hz bis 20 kHz auf Asphaltprobekörpern erzeugt werden kann. Für eine weitergehende Charakterisierung und zur Beschreibung der Abhängigkeiten von den Laserparametern kann dahingehend nun auf die Betrachtung einer durchschnittlichen Signalstärke dieser laserinduzierten akustischen Signalverläufe zurückgegriffen werden. Die Bestimmung der durchschnittlichen Signalstärke erfolgt durch Bestimmung des Mittelungspegels  $L_m$  des frequenz- und zeitabhängigen Signalverlaufs  $L_p(f,t)$  wie folgt:

$$L_m(f) \text{ dB} = 10 \cdot \lg \left( \frac{1}{T} \cdot \int_0^T 10^{\frac{L_p(f,t)}{10 \text{ dB}}} dt \right) \text{ dB},$$

wobei  $T$  der Zeitdauer der Messung entspricht. Die so ermittelte Abhängigkeit der mittleren Pegelstärke  $L_m$  der akustischen Signale von der verwendeten Laserpulsenergie  $Q$  für unterschiedliche Messentfernungen zum Ort der Signalanregung ist in der nachfolgenden Abbildung 3 dargestellt.

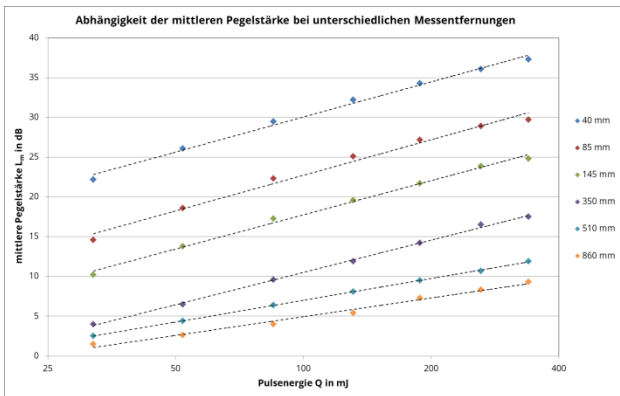


Abbildung 3: Darstellung der gemessenen Werte für die mittlere Pegelstärke  $L_m$  der laserinduzierten Signale in Abhängigkeit von der verwendeten Laserpulsenergie  $Q$  auf der Probekörperoberfläche für unterschiedliche Messentfernungen zum Ort der Signalanregung.

Hierbei ist zu erkennen, dass die Werte für die mittlere Pegelstärke  $L_m$  der akustischen gemessenen Signale mit zunehmender Pulsenergie zunehmen. Der Verlauf der Zunahme beschreibt dabei eine logarithmische Abhängigkeit. Weiterhin ist zu erkennen, dass bei vergleichbaren Pulsenergien die mittlere Pegelstärken mit zunehmender Entfernung zum Ort der Signalanregung sinken. Dieser Signalabfall ist, wie in [6] beschrieben auf die Materialdämpfung durch das Asphaltmaterial und dessen Zusammensetzung zurückzuführen und grundsätzlich unabhängig von der Art der Signalanregung. Ausgehend von den gemessenen Verläufen der mittleren Pegelstärken  $L_m$  und der bestimmten Signalabschwächung konnten so Energieschwellen für die mindestens notwendigen Laserpulsenergien abgeleitet werden um bestimmte Pegelstärken der akustischen Signale in Abhängigkeit von der Messentfernung zu erhalten. Die Pulsenergieschwellen sind für mittlere Pegelstärken  $L_m$  von 0 dB, 5 dB und 10 dB in der folgenden Abbildung 4 dargestellt.

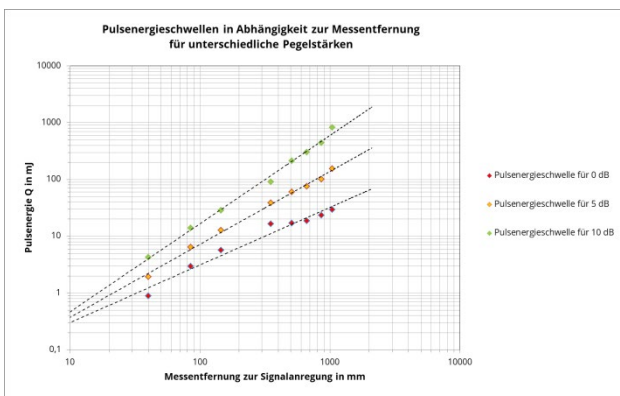


Abbildung 4: Darstellung der ermittelten Pulsenergieschwellen, welche in Abhängigkeit von der Entfernung zur Signalanregung mindestens überschritten werden müssen, um mittlere Signalpegelstärken  $L_m$  von 0 dB, 5 dB und 10 dB auf den Asphaltprobekörpern zu erreichen.

Diese Abhängigkeit bildet die Grundlage für die Parameterwahl der Laserstrahlung bei der Asphaltvermessung. Für beispielsweise eine durchschnittliche Signalstärke der messbaren laserinduzierten akustischen Signale von 5 dB in einer Messentfernung von 1000 mm müsste eine

Pulsenergie von ca. 200 mJ mit dem angegeben optischen Setup verwendet werden.

Bei weiteren Untersuchungen in Hinblick auf die Zusammensetzung der erzeugten laserinduzierten akustischen Signale musste festgestellt werden, dass unabhängig von der Signalerfassung (kontaktbehaftete IEPE Sensoren oder kontaktlose laservibrometrische Messung) ein hoher Signalanteil der gemessenen Verläufe auf die bei der Signalgenerierung sekundäre auftretenden Luftschallwellen und nicht auf die eigentlich bei der Asphaltvermessung nutzbaren Schockwellensignale zurückzuführen ist. Hintergrund der Entstehung dieser Schallwellen ist die Plasmaexpansion vom Probekörper und infolgedessen die Kompression des Luftraums über der Materialoberfläche. Ein K.O.-Kriterium für die Asphaltvermessung stellen diese Luftschallsignale nicht dar, da diese aufgrund unterschiedlicher Ausbreitungsgeschwindigkeiten in der finalen Datenauswertung von einander getrennt werden können. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Schallsignale über den Luftraum beträgt ca. 340 m/s und die der Schockwellensignale im Asphaltmaterial mindestens 1500 m/s. Eine laservibrometrische Messaufzeichnung, in der der Unterschied beider Signalanteile sichtbar ist, kann in der nachfolgenden Abbildung 5 betrachtet werden.

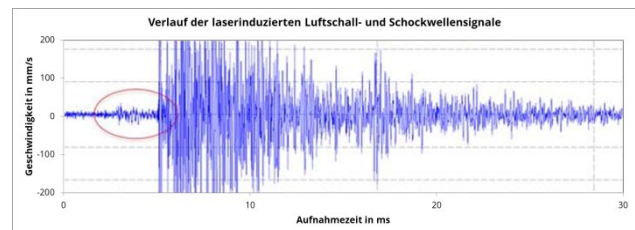


Abbildung 5: Messaufzeichnung der laserinduzierten akustischen Signale auf dem Asphaltprobekörper. Die im roten Bereich markierten Signalausschläge werden aufgrund der höheren Ausbreitungsgeschwindigkeit dem, für die Asphaltvermessung notwendigen Schockwellensignal zugeordnet.

Infolgedessen wurde zur Optimierung der mittleren Pegelstärke  $L_m$  bei der laserinduzierten Signalgenerierung die akustischen Signalanteile und insbesondere die der Schockwellensignale im Asphaltmaterial einzeln betrachtet. Zur Bestimmung des Luftschallsignalanteils wurde ein von dem Probematerial entkoppelter Sensor verwendet. Die Datenerfassung der Schockwellensignale erfolgte unter Verwendung eines Luftschallabsorbers (Aluminiummantelrohr mit Abdeckung und poröser Kunststofffüllung) um den Ort der Signalzeugung herum. Die ermittelten durchschnittlichen Signalstärken der jeweiligen Signalanteile gegenüber dem Gesamtsignal sind in der Abbildung 6 dargestellt. Bei diesen Versuchen konnte außerdem ein Einfluss der Fokusposition bzw. der Größe der bestrahlten Materialoberfläche auf die einzelnen Signalanteile festgestellt werden.

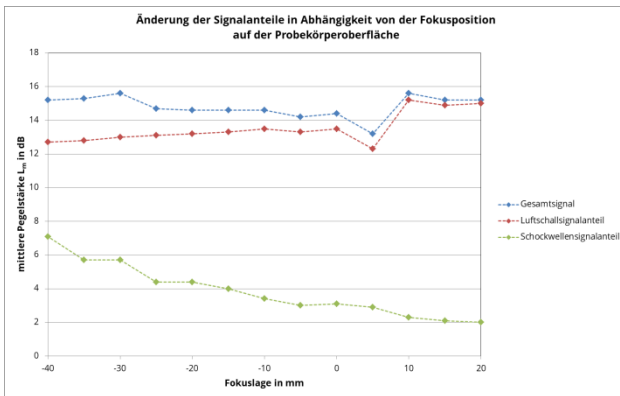


Abbildung 6: Darstellung der Änderung der mittleren Pegelstärke  $L_m$  der laserinduzierten Signalanteile in Abhängigkeit von der Fokusposition auf der Probekörperoberfläche (Fokuslage 0 mm  $\hat{=}$  Fokuspunkt der Laserstrahlung liegt direkt auf der Materialoberfläche). Ein positiver Wert der Fokuslage bedeutet, dass sich die Fokusposition über der Probekörperoberfläche befindet und sich somit der Abstand zwischen Objektiv und Oberfläche vergrößert.

Die experimentell ermittelten Werte zeigen, dass die Verhältnisse der Signalanteile von Schockwelle und Luftschall abhängig von der verwendeten Fokuslage sind. Eine positive Fokuslage (Fokuspunkt liegt oberhalb der Materialoberfläche) bewirkt aufgrund der hohen Pulsenergie eine zusätzliche Plasmabildung in der Luft (Luftdurchschlag), wodurch weniger Pulsenergie für die eigentliche Schockwellenbildung auf der Materialoberfläche zur Verfügung steht und dadurch der Signalanteil der Luftschallsignale am gemessenen Gesamtsignal steigt. Bei einer negativen Fokuslage konnte hingegen ein deutlicher Anstieg der Schockwellensignale gegenüber einem gleichbleibenden Gesamtsignal ermittelt werden. Hintergrund hierfür ist, dass durch den Druck bei der Plasmaexpansion ein höherer Kräfteintrag bei der Schockwellengenerierung durch eine gleichmäßigere Energieverteilung auf eine größere Materialoberfläche infolge der Defokussierung erreicht werden konnte. Diesen Effekt kann man bei der Vermessung der von Probekörpern ausnutzen um so die gewünschten Schockwellensignale, hier speziell für die Asphaltvermessung im Nachgang zu optimieren.

## 5. Generierung von laserinduzierten Schockwellensignalen für die Vermessung von Asphaltsschichten.

Ausgehend von den Erkenntnissen bzgl. der Eigenschaften der erzeugten laserinduzierten akustischen Signale kann abgeleitet werden, dass die Erzeugung der für die Asphaltvermessung notwendigen Schockwellensignale in Asphalt von dem Energieeintrag pro Fläche (der Laserstrahlfluenz) und ebenfalls von der Größe der bestrahlten Materialoberfläche maßgeblich abhängt. Hierfür wurden für die Bestimmung der mittleren Pegelstärke  $L_m$  der laserinduzierten Schockwellensignale Versuche unter Verwendung eines Luftschallabsorbers in Abhängigkeit von der Laserstrahlfluenz durchgeführt. Die Datenerfassung erfolgt dabei in einer Messentfernung von

200 mm zum Ort der Signalerzeugung und die Variation der Größe der bestrahlten Materialoberfläche durch Änderung der Fokusposition bzgl. der Probekörperoberfläche oder durch Anpassung der Objektivbrennweite im optischen Setup der Anlagentechnik. Als Kennwert und zur Gegenüberstellung der Messergebnisse wird die Größe der bestrahlten Materialoberfläche über den jeweils auf der Asphaltkörperoberfläche resultierenden Strahlradius  $\omega$  angegeben. Die so ermittelten Verläufe für die durchschnittliche Signalstärke der laserinduzierten Schockwellensignale sind in der nachfolgenden Abbildung 7 dargestellt.

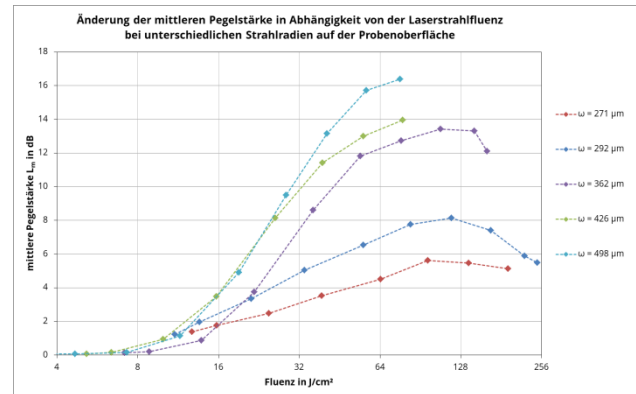


Abbildung 7: Darstellung der Änderung der gemessenen mittleren Pegelstärke  $L_m$  der laserinduzierten Schockwellensignale in Abhängigkeit von der Laserstrahlfluenz für unterschiedlich verwendete Strahlradien  $\omega$  auf der Asphaltprobekörperoberfläche.

Die Messergebnisse zeigen, dass bis zu einem gewissen Punkt die Werte für die mittlere Pegelstärke  $L_m$  der Schockwellensignale mit zunehmender Laserstrahlfluenz ansteigen. Bei Fluenzen über dieses Signalpegelmaximums hinaus sinkt der Wert wieder ab. Grund hierfür ist ein starker Anstieg des Luftschallsignals aufgrund der Art der Plasmaexpansion und der Energieabsorption bzw. -abschirmung bei sehr hohen Fluenzwerten. Für eine detailliertere Betrachtung der Ursache müssten jedoch noch weiterführende Untersuchungen auf diesem Gebiet vorgenommen werden. Für die Vermessung von Asphaltsschichten bedeutet hier das Signalpegelmaximum, dass der Signalanteil der laserinduzierten Schockwellensignale am Gesamtsignalanteil (Luftschallsignal + Schockwellensignal) seinen größtmöglichen Wert erreicht hat. Aus den Untersuchungen ergab sich unabhängig vom verwendeten Strahlradius  $\omega$  ein Signalpegelmaximum auf Asphalt bei ca. 95 J/cm². Weiterhin konnte eine grundsätzliche Schwellfluenz von 8,75 J/cm² für die laserinduzierte Schockwellensignalerzeugung auf Asphalt aus den Daten ermittelt werden.

Neben der verwendeten Laserstrahlfluenz kann die durchschnittliche Signalstärke der Schockwellensignale weiterhin durch den verwendeten Strahlradius  $\omega$  auf der Asphaltprobekörperoberfläche beeinflusst werden. Die Messergebnisse zeigen, dass bei vergleichbaren Fluenzwerten höhere mittlere Pegelstärken  $L_m$  mit größeren Strahlradien erreicht werden konnten. Eine solche Abhängigkeit der mittleren Pegelstärken  $L_m$  der

laserinduzierten Schockwellensignale von dem verwendeten Strahlradius  $\omega$  auf der Asphaltoberfläche ist für die Fluenz zum Erreichen des Signalpegelmaximums auf Asphalt von  $95 \text{ J/cm}^2$  und einer nicht optimalen Fluenz von  $50 \text{ J/cm}^2$  in Abbildung 8 dargestellt.

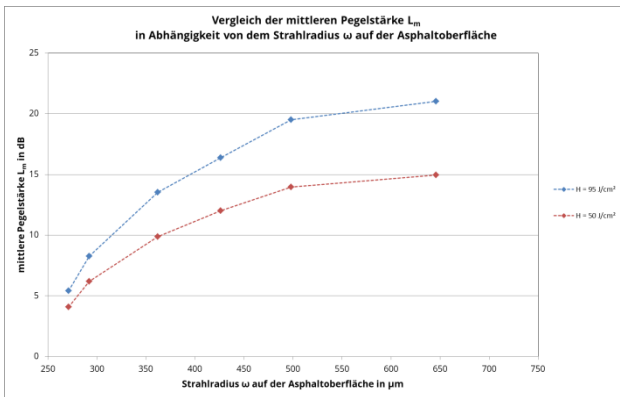


Abbildung 8: Vergleich der Werte der mittleren Pegelstärke  $L_m$  der laserinduzierten Schockwellensignale in Abhängigkeit von der Größe der bestrahlten Asphaltoberfläche (bestimmt über Strahlradius  $\omega$ ) bei Verwendung von Laserstrahlfluenzen von  $50 \text{ J/cm}^2$  und  $95 \text{ J/cm}^2$  (Signalpegelmaximum für Asphalt).

## 6. Zusammenfassung

Für die Charakterisierung der Abhängigkeiten der laserinduzierten akustischen Signale von den verwendeten Laserparametern konnte gezeigt werden, dass die Betrachtung der durchschnittlichen Signalstärke, in Form der mittleren Pegelstärke  $L_m$  geeignet ist. Die Untersuchungen ergaben, dass mit Zunahme der Pulsenergie ebenfalls eine Zunahme der mittleren Pegelstärke  $L_m$  erfolgt. Eine detailliertere Analyse der Signalanteile von Luftschallwellen und Schockwellen am akustischen Gesamtsignal ergab jedoch unterschiedliche Abhängigkeiten und Anteilsverhältnisse. Das für die Asphaltvermessung relevante Schockwellensignal, welches sich im Material selbst und mit einer höheren Geschwindigkeit als das Luftschallsignal ausbreitet, hat einen optimalen Wert für den Energieeintrag pro Fläche bis zu diesem die durchschnittliche Pegelstärke ansteigt und anschließend

## Literaturverzeichnis

- [1] FGSV. „Richtlinien zur Bewertung der strukturellen Substanz des Oberbaus von Verkehrsflächen mit Asphaltdeckschicht“, *RSO Asphalt 13*, Köln: FGSV-Verlag, 2013.
- [2] C. B. Park, R. d. Miller, J. Xia, „Multichannel analysis of surface waves“, *GEOPHYSICS*, Volume 64, Nr. 3, S. 800-808, 1999. DOI: 10.1190/1.1444590.
- [3] N. Jafri, et al., „Assessment of soil compaction properties based on surface wave techniques“, *E3S Web of Conferences*, Volume 34 EDP Sciences, S. 01002, 2018. DOI: 10.1051/e3sconf/20183401002.
- [4] L. Cremer, und M. Heckl, „Körperschall: physikalische Grundlagen und technische Anwendungen“, Springer-Verlag, 2013. DOI: 10.1007/978-3-642-49922-7.
- [5] M. Pfeiffer, J. Hübel und S. Weißmantel, „Grundlagen zur laserinduzierten Schockwellenanregung in Asphaltkörpern“, *12. Mittweidaer Lasertagung*, Nr. 003, S. 147-152, 2021. DOI: 10.48446/opus-12842.
- [6] M. Pfeiffer, J. Hübel und S. Weißmantel, „Erzeugung von laserinduzierten Schockwellensignalen für die Vermessung von Asphaltkörpern“, *12. Mittweidaer Lasertagung*, Nr. 003, S. 106-112, 2021. DOI: 10.48446/opus-12868.
- [7] M. Boustie, L. Berthe, T. Resseguier, M. Arrigoni, „Laser shock waves: Fundamentals and Applications“, *1st International symposium on laser ultrasonics: science, technology and applications*, Volume 6, 2008.

wieder abfällt. Für Asphaltschichten beträgt dieser Fluenzwert für das Signalpegelmaximum der Schockwellen ca.  $95 \text{ J/cm}^2$  und bedeutet hier, dass der Signalanteil der laserinduzierten Schockwellensignale am Gesamtsignalanteil (Luftschallsignal + Schockwellensignal) seinen größtmöglichen Wert erreicht hat. Eine Signalerzeugung ohne Luftschallsignal ist grundsätzlich nicht möglich, da beide auf den gleichen Entstehungsmechanismus durch das expandierende Plasma zurückzuführen sind. Weiterhin konnten die Untersuchungen zeigen, dass bei Verwendung der optimalen Laserstrahlfluenz die mittleren Pegelstärken  $L_m$  zusätzlich mit Vergrößerung des verwendeten Strahlradius  $\omega$  auf der Asphaltoberfläche erhöht werden können. Hieraus ergibt sich, dass das optische Setup der Anlagentechnik bei der laserinduzierten Schockwellengenerierung entsprechend der maximal zur Verfügung stehenden Pulsenergie angepasst werden muss. Für die zerstörungsfreie Vermessung von Asphaltschichten durch die neuartige optoakustischen Bestimmungsmethode mit Hilfe von laserinduzierten Schockwellensignalen kann die notwendige Pulsenergie  $Q$  in Abhängigkeit von dem verwendeten Strahlradius  $\omega$  der Abbildung 9 entnommen werden.

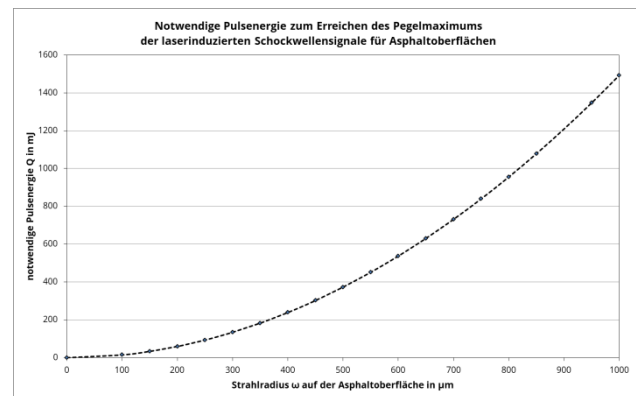


Abbildung 9: Darstellung der ermittelten notwendigen Pulsenergie  $Q$  in Abhängigkeit von der Größe der bestrahlten Probeoberfläche (bestimmt über Strahlradius  $\omega$ ) zum Erreichen des Signalpegelmaximums der laserinduzierten Schockwellensignale in Asphaltkörpern.

# Fallstudie zur Bildung einer Oberflächenlegierung auf gesintertem Wolframkarbid mit ultrakurzen MHz- bis GHz-Burstimpulsen

Philipp Rebentrost<sup>1)</sup>, Andy Engel<sup>1)</sup>, Daniel Metzner<sup>1)</sup>, Steffen Weißmantel<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida, Deutschland

*Die Autoren dieser Arbeit berichten über die Erzeugung und Nutzung von hochfrequenten kombinierten MHz- und GHz- Bursts aus ultrakurzen Laserpulsen, um eine Oberflächenlegierung auf dem Verbundwerkstoff WC - Co zu bilden. Die resultierenden Topographien, Abtragtiefen und chemischen Zusammensetzungen der bestrahlten Materialoberflächen wurden im Hinblick auf die Modifikation der Oberfläche des gewählten Verbundwerkstoffes charakterisiert, dessen Elemente Wolframkarbid (WC) und Kobalt (Co) die Bildung einer Oberflächenlegierung nur in einer gemeinsamen metastabilen flüssigen Phase zulassen. Die Ergebnisse dieser Fallstudie zeigen, dass mit hochfrequenten Bursts ultrakurzer Laserpulse im untersuchten Parameterbereich die Bildung einer Oberflächenlegierung möglich ist, ohne dass sich die chemische Zusammensetzung von WC und Co tendenziell ändert.*

---

## 1. Einleitung

In den Untersuchungen von Metzner et al. wurde der Verbundwerkstoff Wolframkarbid (WC - Co) mit ultrakurzen Laserpulsen im Burstmodus bestrahlt, wobei Burstpuls - Wiederholfrquenzen von 80 MHz [1] und 5 GHz [2] verwendet wurden. Anhand von REM - Aufnahmen konnte gezeigt werden, dass im bestrahlten Bereich die Metallmatrix (Co) und die als Verstärkung dienenden WC - Partikel nicht mehr zu unterscheiden waren. Analysen der chemischen Zusammensetzung ergaben, dass sich das Verhältnis von Co zu WC nach der Bestrahlung nicht verändert hatte. Die Autoren begründeten dieses Phänomen mit der Entstehung einer überhitzten Schmelze, da bei einer vergleichsweise langsamen Erwärmung das Kobalt verdampfen würde, bevor sich das Wolframkarbid in der Schmelzphase befindet [3, 4]. In [1] wurden jedoch Risse im erstarrten Schmelzfilm beobachtet, die auf eine hohe Wärmeakkumulation aufgrund der langen Wechselwirkungszeit des gesamten MHz - Bursts (80 MHz, bis zu acht Pulse pro Burst und eine Fluenz von 0,5 bis 2,5 J/cm<sup>2</sup>) von etwa 90 ns zurückgeführt wurden. Bei der Verwendung von GHz - Bursts (5 GHz, bis zu 25 Pulse pro Burst) wurden diese Risse aufgrund der viel kürzeren Wechselwirkungszeit des gesamten Burstpulszuges von wenigen Nanosekunden und der hohen Plasmaabschirmung zwar vermieden, aber eine erkennbare Topographie der erstarrten Schmelze bildete sich erst bei einer sehr hohen Anzahl von Pulsen pro GHz-Burst aus. Außerdem konnte die Energieverteilung der GHz - Burstpulse in [2] nicht eingestellt werden, was zu einer schwierigen Interpretation bzw. Vergleichbarkeit der Ergebnisse in Abhängigkeit von der Fluenz pro Puls und dem zeitlichen Energieeintrag innerhalb eines GHz - Bursts führte. Beide Studien konzentrierten sich auf optimale Laserparameter im Hinblick auf maximale Abtragseffizienz und minimale Oberflächenrauheit. Die Tatsache, dass es in bestimmten Parameterbereichen zu einem Aufschmelzen und Vermischen der Elemente des

Verbundwerkstoffs kommt, wurde eher beiläufig beschrieben und nicht im Detail diskutiert.

Das Ziel dieser Fallstudie ist eine detaillierte Charakterisierung des erstarrten Schmelzfilms hinsichtlich einer möglichen Legierungsbildung auf zementiertem Wolframkarbid unter Verwendung ultrakurzer Burstpulse in Abhängigkeit von der Fluenz pro Puls und den Intra-Burst - Pulswiederholfrquenzen im MHz- und GHz- Bereich. Diese Fallstudie baut auf den Erkenntnissen aus [1] und [2] auf und konzentriert sich auf eine detaillierte Charakterisierung der umgeschmolzenen Schicht, sowohl in Bezug auf die erzeugte Topographie als auch auf die Dicke der Schicht. Als wissenschaftliche Neuheit werden verschiedene Burst - Modi kombiniert. Der erste Modus ist der MHz - Burst, der in [1] zu einer besonders hohen Wärmeakkumulation führte. Nach den Erkenntnissen von [2] wird jeder einzelne MHz - Burstpuls in einen Doppelpuls aufgespalten, dessen Wiederholrate höher ist, als die des MHz - Bursts, um Rissbildung durch übermäßige thermische Belastung zu vermeiden. Darüber hinaus wurde in dieser Arbeit und in dieser Burst - Kombination zum ersten Mal die Fluenz pro Puls in einem Bereich unterhalb und oberhalb der Ablationsschwelle variiert. Diese Variationen ermöglichen es, zu untersuchen, inwieweit freie Konvektion (Fluenzen unterhalb der Ablationsschwelle) und erzwungene Konvektion (oberhalb der Ablationsschwelle) einen Einfluss auf die Schmelzdyamik der erzeugten Topographie haben, und Einblicke in diese zu gewinnen.

## 2. Experimentelle Details und analytische Methoden

### 2.1 Optischer Aufbau

Für die Experimente wurde ein Festkörperlaser (Fuego™, Time Bandwidth) mit einer maximalen mittleren Leistung  $P_{avg}$  von 40 W, einer Pulsdauer von 10 ps und einer Wellenlänge  $\lambda$  von 1064 nm verwendet. Der Laser war in der Lage, Bursts mit einer bestimmten Anzahl  $n_{int}$  von bis zu acht Pulsen pro Burst mit einer Burst - Pulswiederholungszeit von 12 ns zu erzeugen, was einer Wiederholungszeit von 80 MHz entspricht (Abbildung 1 (b)).

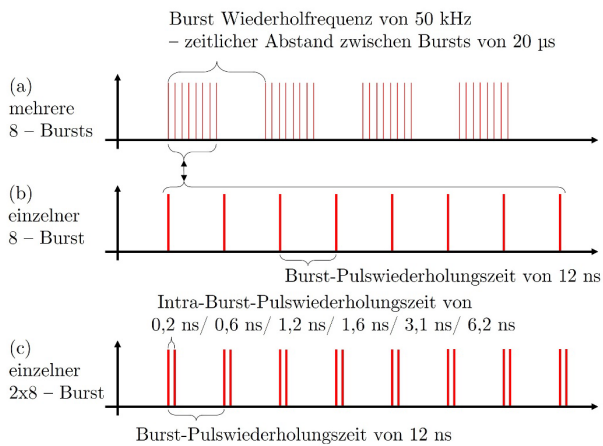


Abbildung 1: Von der Laserstrahlquelle erzeugte Mehrfachbursts (a), anfänglicher MHz - Burst mit acht Burstspulsen (b), Aufteilung jedes MHz - Burstpulses in einen Doppelpuls (2x8 Burst) mit Hilfe der externen Verzögerungsstrecke (c).

Die interne FlexBurst - Technologie realisiert eine Gleichverteilung der gesamten Burstenergie  $Q_{Burst}$  auf die Anzahl der Pulse pro Burst. Der zeitliche Abstand zwischen den einzelnen Bursts wird durch die Burst - Wiederholungszeit  $f_b$  beschrieben (Abbildung 1 (a)). Die Realisierung externer Doppelpulse erfolgte durch Aufspaltung jedes Pulses der Anzahl  $n_{int}$  in einem MHz - Burst in zwei Teilpulse der Anzahl  $n_{ext}$  (Abbildung 1 (c)). Daher wurde, wie in Abbildung 2 schematisch dargestellt, eine externe Verzögerungsstufe nach dem Prinzip eines Michelson - Interferometers verwendet. Die geometrische Überlagerung der erzeugten Burstpulse wurde mit Hilfe des „Video - Modes“ eines Primes Microspot - Monitors vor und nach der Strukturierung überprüft. Die Gesamtzahl der Pulse  $n$  pro Burst entsprach der Anzahl  $n_{ext} = 2$  multipliziert mit der Anzahl  $n_{int}$ , die in dieser Arbeit als  $2 \times n_{int}$  - Burst bezeichnet wurde. Ein f - Theta - Objektiv mit einer Brennweite von 100 mm wurde verwendet, um die Laserstrahlung auf der Materialoberfläche auf einen Radius  $\omega_0$  von 15  $\mu\text{m}$  zu fokussieren (gemessen mit Primes MicrospotMonitor nach ISO 11146). Zur Ablenkung der Laserstrahlung auf der Probenoberfläche wurde ein Galvanometer - Scannerkopf der Firma Aerotech GmbH verwendet.

### 2.2 Gewählte Parameter

Für die Charakterisierung der erstarrten Schmelze wurden Flächen mit einer Abmessung von 5 mm Länge und

12 mm Breite erzeugt. Um eine homogene Oberflächenbestrahlung mit einem Strahltaillendurchmesser von 30  $\mu\text{m}$  zu gewährleisten, wurde ein geometrischer Burst und ein Linienversatz von 3  $\mu\text{m}$  gewählt (Abbildung 3). Die verwendete Burst - Wiederholungszeit  $f_b = 50$  kHz mit dem verwendeten Burstabstand ergab eine Scangeschwindigkeit von 15 cm/s. Die Begrenzung des Parameterbereichs erfolgte in Bezug auf die Anzahl der Pulse pro Burst, den zeitlichen Burst - Pulsabstand und die Fluenz pro Puls. Ein 2x8 - Burst, bestehend aus  $n_{ext} = 2$  und  $n_{int} = 8$ , wurde verwendet, was zu  $n = 16$  Pulsen pro Burst führte. Der untersuchte Bereich der Verzöge-

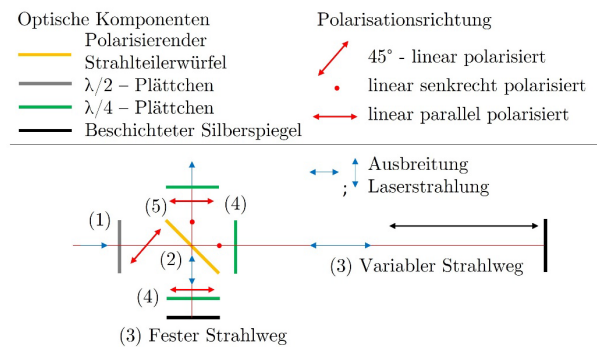


Abbildung 2: Schematischer Aufbau zur Burstzeugung aus einem Einzelpuls mit stufenlos einstellbarer Verzögerung sowie Energieverteilung zwischen den 2 Burstspulsen.

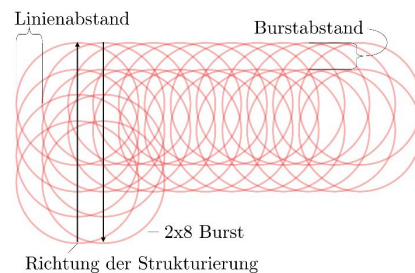


Abbildung 3: Schematische Darstellung der Bestrahlung der Materialoberfläche.

rungszeiten, die auch als Intraburst - Pulswiederholungszeit bezeichnet wird, war auf 0,2 ns bis 6,2 ns begrenzt, was um ein Vielfaches kürzer ist als die von der Laserquelle bereitgestellte interne Verzögerungszeit von 12 ns. Die Fluenz pro Puls eines Bursts, gegeben durch Gleichung (1)

$$H_0 = \frac{2Q_{burst}}{n\pi\omega_0^2} = \frac{2P_{avg}}{n\pi\omega_0^2 f_B} \quad (1)$$

wurde von 0,17 J/cm<sup>2</sup> bis 0,32 J/cm<sup>2</sup> gewählt. Somit wird ein Fluenzbereich abgedeckt, der sowohl unterhalb als auch oberhalb der Multipuls - Ablationsschwelle von zementierten Wolframkarbid bei etwa 0,25 J/cm<sup>2</sup> [5] liegt. Um den Einfluss der Anzahl der Überfahrten auf die resultierende Topographie zu untersuchen und genaue Messungen der Ablationstiefen zu gewährleisten, wurde die Anzahl der Überfahrten bis zu zehn variiert. Eine detaillierte Übersicht über den untersuchten Parameterbereich findet sich in Tabelle 1.



Tabelle 1: Untersucher Parameterbereich in Bezug auf die Verzögerungszeit zwischen den extern erzeugten Doppelpulsen (1) in ns, die Fluenz pro Puls (2) in J/cm<sup>2</sup> und die Anzahl der Überfahrten (3)

(1)	0,2	0,6	1,2	1,6	3,1	6,2
(2)	0,17	0,21	0,24	0,28	0,32	
(3)	1	4	10			

### 2.3. Probencharakterisierung und Analysemethoden

Die Versuche wurden mit dem Metallmatrix - Verbundwerkstoff WC - Co (Feinkorn Carbideur 902, Carbideur Hartmetall AG), bestehend aus 90 % WC als keramische Verstärkung und 10 % Co als Bindephase, durchgeführt. Die Verwendung konfokaler Laserscanning - Mikroskopie (Olympus Lext 3D OLS4100) diente der quantitativen Analyse der resultierenden Ablationstiefen und der gemittelten Oberflächenrauigkeit  $S_a$  nach ISO 25178. Alle Messungen wurden mit einer Grenzwellenlänge von 30  $\mu\text{m}$  (entsprechend dem Strahltaillendurchmesser  $2 \omega_0$ ) durchgeführt, um das Welligkeitsprofil aus den Werten zu entfernen. Darüber hinaus wurden qualitative Analysen mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) sowie Analysen der chemischen Zusammensetzung mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) durchgeführt (Jeol JSM - 6512 V mit Xflash® Detektor 5010). Es ist zu beachten, dass gemäß ISO 25178 die Oberflächenrauigkeit  $S_a$  eine Größe ist, die aus einer Flächenmessung ermittelt wird. Rauheit und Welligkeit werden durch eine vordefinierte Grenzwellenlänge unterschieden. Die Rauheitsdaten der konfokalen Laser - Scanning - Mikroskopie werden daher nicht durch Unterschiede in der Welligkeit der Topographie beeinflusst, die durch REM - Bilder sichtbar gemacht werden. Um die Tiefe des erstarrten Schmelzfilms zu charakterisieren, wurden die Proben geschnitten und in Harz (Technovit® 5071) eingebettet. Nach dem Aushärten des Harzes erfolgte das Schleifen und Polieren in drei Schritten: Das erste Schleifen erfolgte mit Schleifpapier (SiC 320), gefolgt von einer Diamantschleiflösung (monokristalliner Diamant 9  $\mu\text{m}$  und 3  $\mu\text{m}$ , Struers GmbH Dia - Duo) und abgeschlossen mit einer Oxidpoliersuspension (SiO<sub>2</sub>, Struers GmbH OP - S NonDry).

### 3. Ergebnisse und Diskussion

In dieser Studie wurden die Diskussionen und Interpretationen der bestrahlten WC - Co - Oberfläche durch die Klassifizierungen in Gruppen hinsichtlich der erzeugten Topographie der erstarrten Schmelze und des Einflusses des Schmelzfilms auf die nicht bestrahlte, geschliffene Materialoberfläche in Abhängigkeit von der Fluenz pro Puls, der Anzahl der Überfahrten und der Pulsfolgezeit innerhalb des Pulses vorgenommen. Die Klassifizierung in Gruppen wurde nach folgenden Punkten durchgeführt:

- 1) Im Vergleich zur Bulk - Oberfläche bleibt die resultierende Topographie tendenziell unverändert, geringe Dicke der Schmelzschicht, keine

messbare Ablationstiefe.

- 2) Bildung von selbstorganisierten Porenstrukturen. Aufgrund der großen Rauheit und Welligkeit sind keine Aussagen über eine gemittelte Ablationstiefe möglich.
- 3) Geschlossener erstarrter Schmelzfilm mit Erhöhungen entsprechend dem geometrischen Burst- und Linienversatz. Höchste Ablationstiefen.

Bei der Einteilung der Gruppen (1) bis (3) ist zu beachten, dass es im untersuchten Parameterbereich keine scharfen Übergänge von Gruppe (1) zu (2) oder von Gruppe (2) zu (3) gab. So existierten Parametervariationen, bei denen Strukturen der Gruppe (1) bereits erste Merkmale der Gruppe (2) aufwiesen. Es dominierten aber die Merkmale der Gruppe (1), sodass eine Zuordnung zur Gruppe (2) nicht sinnvoll war. Gleiches gilt für die Grenzen zwischen den anderen Gruppen.

### 3.1 Ergebnisse der Oberflächenanalyse

Im untersuchten Parameterbereich wurden die ermittelten Ergebnisse nach den beschriebenen Gruppen klassifiziert, wie in Abbildung 4 dargestellt ist. Durch die Verwendung einer Überfahrt können die Gruppen (1) und (3) unterschieden werden, wobei die Gruppe (1) den Fluenzbereich pro Puls kleiner bis gleich und die Gruppe (3) größer als die in Lickschat et al. [5] vorgestellte Multi - Puls - Ab-

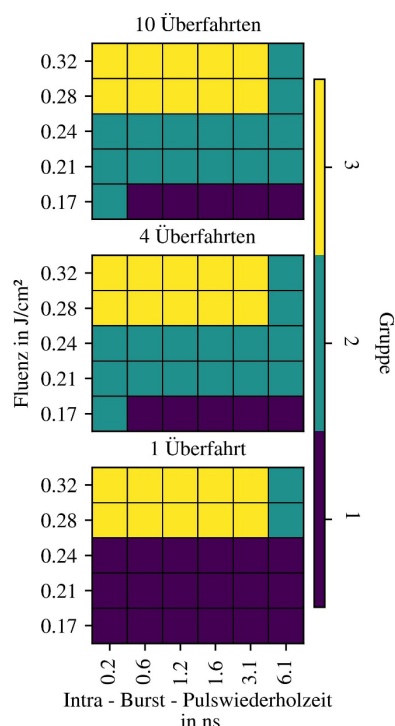


Abbildung 4: Einteilung der Ergebnisse in die drei vorgestellten Gruppen in Abhängigkeit von der Anzahl der Überfahrten, der Intra-Burst - Pulswiederholungszeit und der Fluenz pro Puls.

tionsschwelle darstellt. Folglich wurden, wie in Abbildung 5 gezeigt, Ablationstiefen nur bei 0,28 J/cm<sup>2</sup> und 0,32 J/cm<sup>2</sup> für Gruppe (3) gemessen. Bei der Verwendung von vier

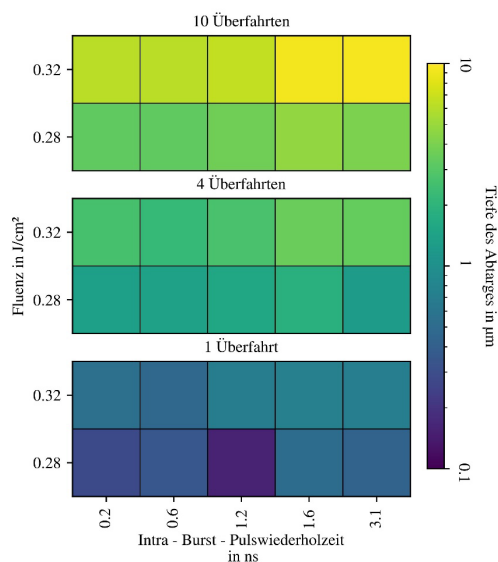


Abbildung 5: Gemessene Ablationstiefen in Abhängigkeit von der Fluenz pro Puls, der Anzahl der Überfahrten und der Intra-Burst-Pulswiederholungszeit.

und zehn Überfahrten ergaben sich höhere Ablationstiefen, wobei insbesondere bei 10 Überfahrten folgende Charakteristika in Abhängigkeit von der Verzögerungszeit deutlich werden (Abbildung 6 (3)):

#### 0,2 ns bis 1,2 ns:

Die gemessenen Ablationstiefen bei 0,2 ns bis 1,2 ns mit etwa 3 µm bei 0,28 J/cm² und 6 µm bei 0,32 J/cm² waren tendenziell gleich. In diesem Zeitbereich ist die Abschirmung der Pulsenergie des zweiten Pulses auf ein durch den ersten Puls induziertes dichtes Plasma besonders hoch [6, 7], was die Abtragsrate deutlich reduziert [2, 8, 9].

#### 1,6 ns bis 3,1 ns:

Das hochdynamische Plasma dehnt sich weiter aus und wird dünner, so dass in der Intra-Burst-Pulswiederholungszeit von 1,6 ns bis 3,1 ns [10, 11, 12] weniger Pulsenergie des zweiten Pulses abgeschirmt wird. Dadurch deponiert der zweite Puls deutlich mehr Pulsenergie in der Materialoberfläche und die Oberflächentemperatur steigt durch die Wärmeakkumulation. Die höhere Menge an

deponierter Pulsenergie und die Wärmeakkumulation sind der Grund für die höheren gemessenen Ablationstiefen von bis zu 10 µm im Vergleich zu einer Intra-Burst-Pulswiederholungszeit zwischen 0,2 ns und 1,2 ns. Eine zusätzliche Klassifizierung der vorgestellten drei Gruppen erfolgte quantitativ anhand der Oberflächenrauigkeit ( $S_a$ ) und qualitativ anhand von REM-Bildern der bestrahlten WC - Co - Oberflächen. Die gemessenen  $S_a$  - Werte bei einer Überfahrt und einer Fluenz von kleiner oder gleich 0,24 J/cm² ergaben vergleichbare Werte bei einer Intra-Burst-Pulswiederholungszeit von 0,2 ns im Vergleich zur nicht bestrahlten Oberfläche ( $S_a = 216$  nm) (Abbildung 6, links). Eine weitere Erhöhung der Intra-Burst-Pulswiederholungszeit führte zu einem leichten Anstieg der Oberflächenrauigkeit bis auf 311 nm. Auf den in Abbildung 7 (A, B) dargestellten REM-Bildern ist bei einer Überfahrt und Fluenzen pro Puls, die kleiner als die Ablationsschwelle sind, ein erstarrter Schmelzfilm zu erkennen. Die Glättung der bestrahlten Oberfläche bei Fluenzen pro Puls unterhalb der Ablationsschwelle wird durch freie Konvektion aufgrund von Dichte- und Spannungsunterschieden im Schmelzbad verursacht, die durch hohe Temperaturgradienten entstehen. Die Glättung der Oberfläche durch freie Konvektion, die auch als Marangoni - Effekt bekannt ist, hängt stark von der Dicke des Schmelzfilms ab (siehe [13, 14]). Da in dieser Studie die Topographie der Schleifrippen auf der unbestrahlten Materialoberfläche nach der Bestrahlung mit einer einzigen Überfahrt (Abbildung 7 A, B) noch zu sehen sind, wird angenommen, dass der Schmelzfilm für eine vollständige Glättung durch freie Konvektion zu dünn ist. Aufgrund der geringen Dicke des Schmelzfilms und der nahezu unveränderten Oberfläche wird dieser Parameterbereich der Gruppe 1 zugeordnet. Die Topographie in Form von Schleifriefen der Bulk - Oberfläche ist jedoch noch erkennbar, daher wurde dieser Parameterbereich der Gruppe (1) zugeordnet (Abbildung 4). Die Verwendung einer Überfahrt und Fluenzen pro Puls oberhalb der Ablationsschwelle führte zu einer Reduktion der Oberflächenrauigkeit auf ein Minimum von 140 nm in einem Zeitbereich von bis zu 3,1 ns (Abbildung 6, links). Die Verringerung der Oberflächenrauigkeit durch die Verwendung von GHz-

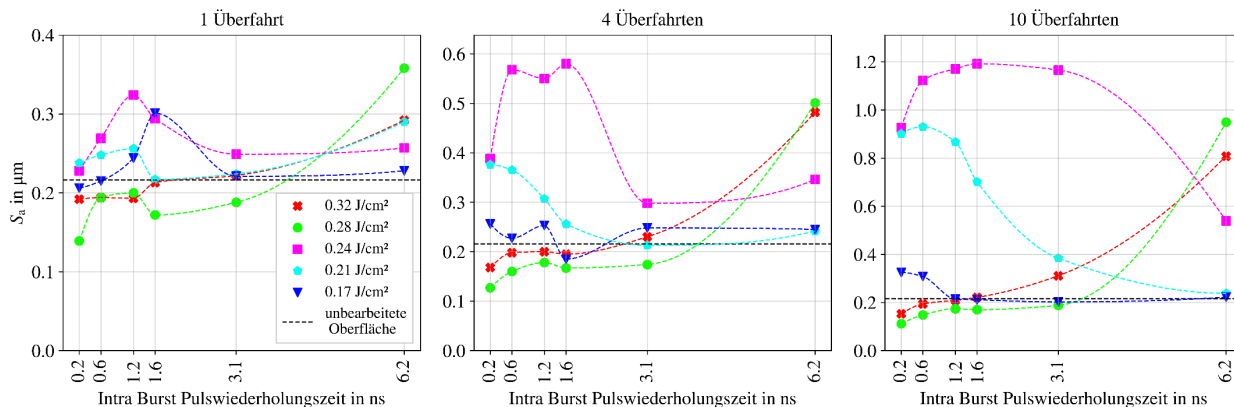


Abbildung 6: Oberflächenrauigkeit  $S_a$  in µm in Abhängigkeit von der Fluenz pro Puls, der Intra-Burst-Pulswiederholungszeit innerhalb des Bursts und der Anzahl der Überfahrten. Die gestrichelte Linie bezieht sich auf die Oberflächenrauigkeit des nicht bestrahlten Materials.

Burstpulsen und Fluenzen oberhalb der Ablationsschwelle wurde bereits in mehreren Studien nachgewiesen [2, 11, 15]. Der Hauptmechanismus wurde auf eine periodische Anregung eines dichten Plasmas zurückgeführt, wobei die Wechselwirkung von geschmolzenem Material und Plasmadruckwellen eine thermomechanische Glättung der Materialoberfläche bewirkt. Diese erzwungene Konvektion wird in der Visualisierung der Topographie in Abbildung 7 - (C) deutlich. Die einzelnen runden Strukturen der erstarrten Schmelze wurden nach dem „Piston“ - Effekt [16, 17] durch Zwangskonvektion gebildet, wobei die Schmelze symmetrisch nach außen gedrückt wird und am Rand der Kavität als Wulst erstarrt. Der Abstand zwischen den einzelnen Ausbuchtungen und der Abstand zwischen den Ausbuchtungslinien entspricht dem vordefinierten Burst-

oder gleich der Ablationsschwelle (bis  $0,24 \text{ J/cm}^2$ ) stiegen die gemessenen  $S_a$  - Werte bei allen untersuchten Intraburst - Pulswiederholungszeiten an. Das Maximum von  $1,2 \mu\text{m}$  befand sich bei  $0,24 \text{ J/cm}^2$ , zehn Überfahrten und  $1,6 \text{ ns}$ . Dieser signifikante Anstieg der Oberflächenrauheit bei vier und zehn Überfahrten wird durch die Bildung einer selbstorganisierten Porenstruktur erklärt, wie in Abbildung 7 (B) dargestellt und folglich der Gruppe (2) zugeordnet ist (Abbildung 4). Dieses Phänomen wurde auch in der Studie von Metzner et al. [18] bei der Burst - Bestrahlung von CoCrMo und TiAlV mit Fluenzen pro Puls unterhalb der Ablationsschwelle und einer Pulswiederholungszeit innerhalb eines Bursts von  $80 \text{ MHz}$  beobachtet. Eine grundlegende Erklärung für diese Porenbildung ist jedoch nicht Stand der Technik. Anhand der vergrößerten Darstellung

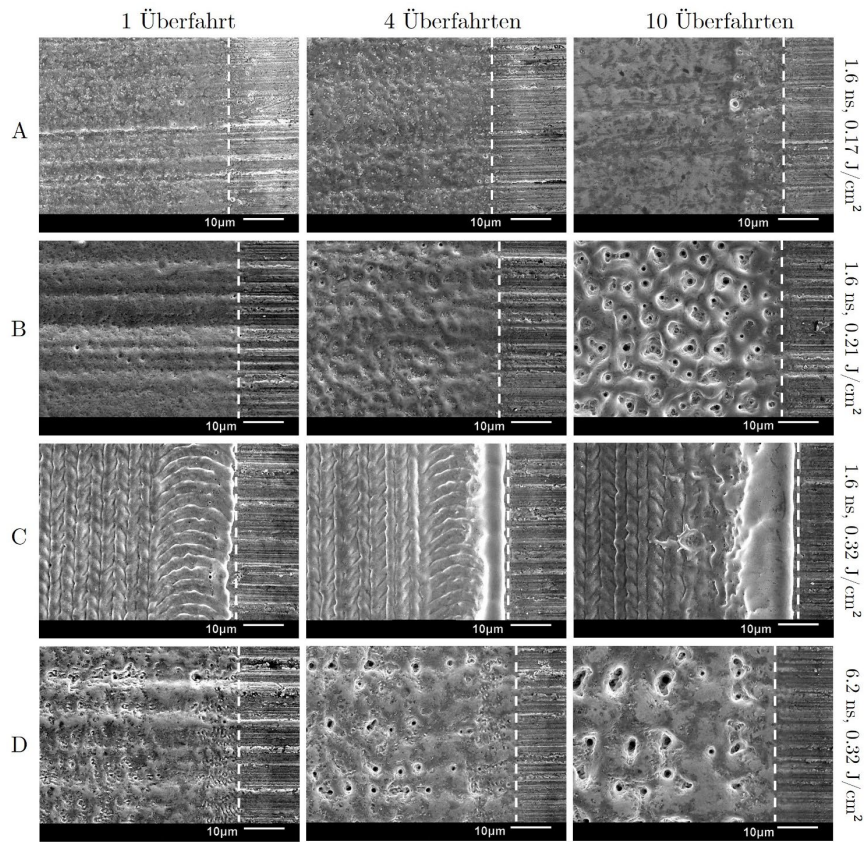


Abbildung 7: REM - Bilder der bestrahlten und teilweise unbestrahlten Materialoberfläche unter Verwendung von 2x8 Bursts bei 1/4/10 Überfahrten mit Fluenzen pro Puls und Intraburst - Pulswiederholungszeiten: (A)  $0,17 \text{ J/cm}^2$  und  $1,6 \text{ ns}$ , (B)  $0,21 \text{ J/cm}^2$  und  $1,6 \text{ ns}$ , (C)  $0,32 \text{ J/cm}^2$  und  $1,6 \text{ ns}$ . Nicht bestrahlte und bestrahlte Oberfläche sind beispielhaft durch eine gestrichelte Linie getrennt.

und Linienversatz von  $3 \mu\text{m}$ . Folglich wurde dieser Parameterbereich von  $0,28 \text{ J/cm}^2$  und  $0,32 \text{ J/cm}^2$  der Gruppe (3) bis zu einer Intraburst - Pulswiederholungszeit von  $3,1 \text{ ns}$  zugeordnet (Abbildung 4). Bei  $6,2 \text{ ns}$  wurden im Vergleich zu kürzeren Intraburst - Pulswiederholungszeiten deutlich höhere  $S_a$  - Werte mit bis zu  $360 \text{ nm}$  für eine Überfahrt gemessen (Abbildung 6, links). Dieser Anstieg der Oberflächenrauheit kann auf einen inhomogen erstarrten Schmelzfilm zurückgeführt werden (Abbildung 7 (D)). Abbildung 6 zeigt ebenfalls den Einfluss der Anzahl der Überfahrten auf die Oberflächenrauigkeit der bestrahlten WC - Co - Oberfläche. Im Parameterbereich mit Fluenzen kleiner

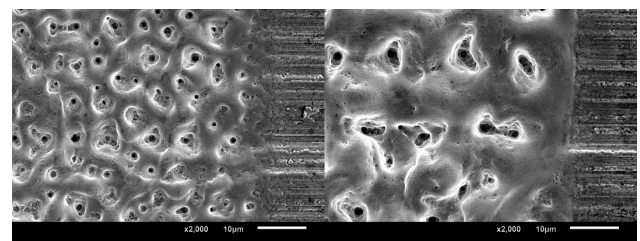


Abbildung 8: REM-Aufnahmen der erzeugten Porenstruktur (Gruppe (2)) bei zehn Überfahrten, einer Intraburst-Pulsfolgezeit von  $1,6 \text{ ns}$  und  $0,21 \text{ J/cm}^2$  (links)/  $0,24 \text{ J/cm}^2$  (rechts)

der erstarrten Schmelze in Abbildung 8 bei einer Fluenz pro Puls von  $0,21 \text{ J/cm}^2$  und  $0,24 \text{ J/cm}^2$  ist die resultierende Dimension der Porenstruktur nicht nur von der Anzahl der Überfahrten, sondern auch von der Fluenz abhängig. Bei Fluenzen pro Puls oberhalb der Ablationsschwelle ( $0,28 \text{ J/cm}^2$  und  $0,32 \text{ J/cm}^2$ ), wie in Abbildung 6 dargestellt, wurden nahezu unveränderte  $S_a$  - Werte bei Intraburst - Puls wiederholungszeiten bis zu  $3.1 \text{ ns}$  in Abhängigkeit von der Anzahl der Überfahrten gemessen, was zu der in Gruppe (3) kategorisierten Topographie der Schmelzaufwürfe führte (Abbildung 7 (C)). Ausgehend von einer Überfahrt und einem inhomogenen erstarrten Schmelzfilm bei  $6,2 \text{ ns}$  wurde mit einer weiteren Zunahme der Anzahl der Überfahrten eine Porenstruktur erzeugt, die der Gruppe (2) zugeordnet wurde.

### 3.2 Ergebnisse der Querschnittsanalysen

Die ausgewählten Parametervariationen und die von ihnen erzeugten Strukturen, die in diesem Abschnitt dargestellt und diskutiert werden, sind repräsentativ für die zuvor genannten Gruppen und wurden ausgewählt, weil sie keine Merkmale anderer Gruppen aufweisen. Es wird über die Ergebnisse der Querschnittsanalysen berichtet. In Parameterbereichen, die den resultierenden Topographien der bestrahlten WC - Co - Oberflächen in Gruppe (1) entsprechen, wurden sehr dünne Tiefen erstarrter Schmelze von wenigen Nanometern beobachtet (Abb. 9), was im Wesentlichen der energetischen Eindringtiefe der Laserstrahlung entspricht [5]. Die bestrahlten Materialoberflächen der Gruppe (2) zeigten sehr inhomogene Tiefen der erstarrten Schmelze von wenigen Nanometern (Abbildung 10, rote Markierung) bis zu mehreren Mikrometern (Abbildung 10, grüne Markierung) aufgrund von Porenbildung. Die Topographien der Gruppe (3) zeigten im Vergleich zu Gruppe (2) einen deutlich homogeneren erstarrten Schmelzfilm und im Vergleich zu Gruppe (1) eine deutlich dickere umgeschmolzene Schicht mit einem Maximum von  $1 \mu\text{m}$  (Abbildung 11). Die periodische Agglomeration der erstarrten Schmelze entspricht dem Prozessparameter des geometrischen Linienversatzes von  $3 \mu\text{m}$ . Die Analysen der chemischen Zusammensetzung wurden an Querschnitten der Gruppe (2) an den größtmöglichen Mengen erstarrter Schmelze durchgeführt (Abbildung 13). In dieser Abbildung stellen die roten Markierungen den unbeeinflussten Bereich und die grünen Markierungen die erstarrte Schmelze dar. Die Verteilung der Verstärkungsphase (WC - Partikel) und der Metallmatrix (Co) ist in den nicht beeinflussten Bereichen des Verbundwerkstoffs aufgrund der visuellen Unterscheidung zwischen ihnen eindeutig erkennbar (Abbildung 12 (a)). Die in Abschnitt 2.3 angegebenen Konzentrationen von  $90 \%$  für WC und  $10 \%$  für Co beziehen sich auf die Angaben des Herstellers aus einer makroskopischen, gemittelten Mengenverteilung bei der Herstellung des Komposits. Die EDX - Analysen wurden jedoch an Querschnittsprofilen mit einer Messfläche im Mikrometerbereich durchgeführt (Abbildung 12 (a)-(d)). Daher wurden die in der erstarrten

Schmelze (grünes Rechteck) ermittelten Elementkonzentrationen nicht mit den Herstellerangaben verglichen, sondern mit den Messwerten aus dem unbeeinflussten Bereich (rotes Rechteck) auf derselben Messfläche derselben Probe. Die in Tabelle 2 angegebenen Konzentrationen sind für WC (W+C)  $89 \%$  und Co  $10,6 \%$  im unbeeinflussten Bereich. Im Bereich der erstarrten Schmelze wurden  $89,4 \%$  für WC und  $10,4 \%$  für Co ermittelt. Die Feinkorngröße der WC - Partikel liegt im Bereich von  $0,8$  bis  $1,3 \mu\text{m}$ . Die mikro-

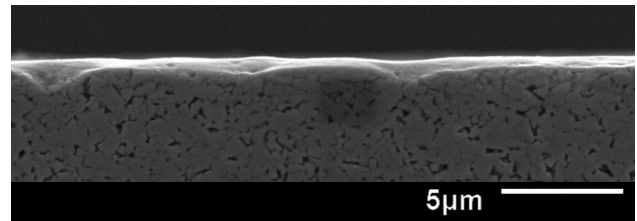


Abbildung 9: REM-Aufnahme des Querschnitts der strukturierten Oberflächen. Parameter:  $3,1 \text{ ns}$ ,  $0,24 \text{ J/cm}^2$ , 1 Überfahrt.

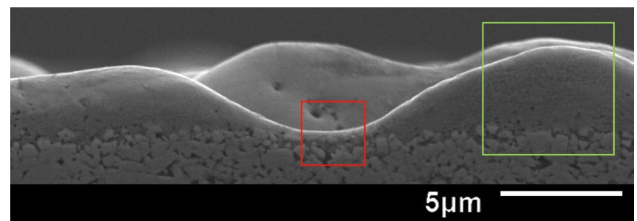


Abbildung 10: REM-Aufnahme des Querschnitts der strukturierten Oberflächen. Parameter:  $3,1 \text{ ns}$ ,  $0,24 \text{ J/cm}^2$ , 10 Überfahrten.

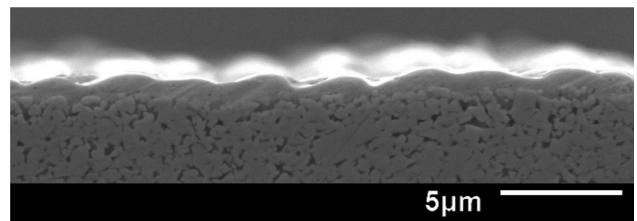


Abbildung 11: REM-Aufnahme des Querschnitts der strukturierten Oberflächen. Parameter:  $1.2 \text{ ns}$ ,  $0.32 \text{ J/cm}^2$ , 4 Überfahrten.

skopische Inhomogenität zwischen der Metallmatrix und der darin enthaltenen Verstärkungsphase kann bei einer mikroskopischen EDX - Analyse eines geschliffenen Querschnittsprofils zu einer leichten Erhöhung oder Verringerung des WC- und Co-Gehalts führen, je nachdem, wo der Querschnitt erstellt wurde. In den Bereichen der erstarrten Schmelze ist eine visuelle Unterscheidung der WC - Körner und des Co im Vergleich zum unbeeinflussten Bereich kaum möglich (Abbildung 12 (a) und (d)). Berücksichtigt man die Messabweichungen, so ist die chemische Zusammensetzung der erstarrten Schmelze im Vergleich zum unbeeinflussten Bereich tendenziell gleich. Aufgrund der homogenen Verteilung der untersuchten Elemente im Querschnitt der erstarrten Schmelze und der nahezu unveränderten Zusammensetzung kann der Schluss gezogen werden, dass sich während der Bestrahlung WC - Co mit  $2 \times 8$  Bursts sowohl die Metallmatrix Co als auch die WC - Körner gleichzeitig in einer flüssigen Phase befanden und durch

freie bzw. erzwungene Konvektion vermischt wurden.

Tabelle 2: Prozentuale Konzentration der Elemente bezogen auf das normierte Atomgewicht für den unbeeinflussten Bereich sowie den resultierenden Bereich der erstarrten Schmelze.

El.	unb. Material		erstarrte Schmelze	
	norm. C [wt. %]	Error (1 $\sigma$ ) [wt. %]	norm. C [wt. %]	Error (1 $\sigma$ ) [wt. %]
W	86.7	0.9	85.7	0.7
C	2.3	0.3	3.7	0.1
Co	10.6	0.5	10.4	0.5

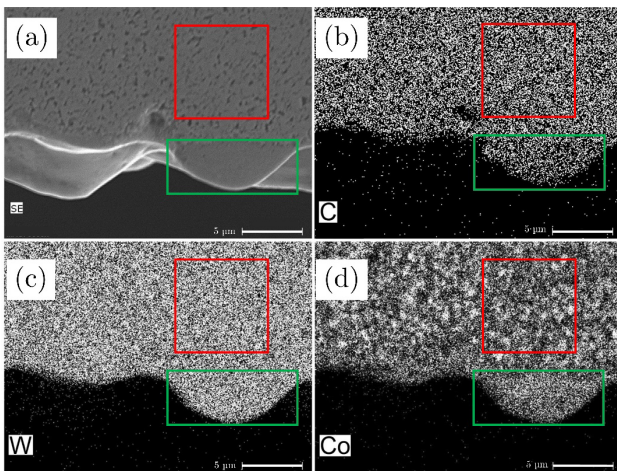


Abbildung 12: SEM - Bild a) und EDX - Analyse eines Querschnitts, 2x8 - Burst mit einer Intraburst - Pulswiederholungszeit von 1,2 ns, einem Linien- und Burstabstand von 3  $\mu\text{m}$ , einer Fluenz von 0,24 J/cm<sup>2</sup> sowie 10 Überfahrten für die Elemente Kohlenstoff b), Wolfram c) und Kobalt d).

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel dieser Fallstudie war die Charakterisierung der erstarrten Schmelze auf dem Verbundwerkstoff WC - Co, die durch die Verwendung von Burst - Pulsen erzeugt wurde. Ausgehend von acht ultrakurzen Pulsen in einem Burst mit einer Pulswiederholungszeit von 12 ns wurde eine externe Verzögerungsstufe verwendet, um die Pulsenergie jedes Pulses gleichmäßig in einen Doppelpuls zu teilen, der als 2x8 - Burst bezeichnet wird. Die Intraburst - Pulswiederholungszeit zwischen den Doppelimpulsen innerhalb des Bursts wurde von 0,2 ns bis 6,2 ns variiert. Eine scannende Oberflächenbestrahlung wurde mit einer Pulsdauer von 10 ps und einer Wellenlänge von 1064 nm mit Fluenzen von 0,17 J/cm<sup>2</sup> bis 0,32 J/cm<sup>2</sup> durchgeführt, was einem Fluenzbereich entsprach, der kleiner bis größer als die Multipuls - Abtragsschwelle des untersuchten WC - Co war. Um den Einfluss mehrerer Überfahrten auf die resultierende Topographie zu untersuchen, wurde die Anzahl auf bis zu zehn variiert. Die Charakterisierung der bestrahlten Materialoberflächen erfolgte in drei Gruppen, die in erster Linie durch die Abtragstiefen, Oberflächenrauigkeiten und

Topographien definiert wurden. Gruppe (1) umfasste Parameterbereiche, in denen kein Materialabtrag gemessen werden konnte und die erstarrte Schmelze keinen Einfluss auf die Topographie des unbestrahlten Rohmaterials zeigte, die hauptsächlich durch Schleifriefen geprägt war. Der Gruppe (2) wurden Parameterbereiche zugeordnet, in denen sich eine selbstorganisierende Porenstruktur ausbildete, die eine signifikante Erhöhung der Oberflächenrauigkeit bewirkte. Aufgrund dieser Porenstruktur konnte keine Abtragtiefe angegeben werden. Der Parameterbereich, in dem die Fluenz pro Puls höher als die Ablationsschwelle war, führte zu Gruppe (3) mit messbaren Ablationstiefen und einer Topographie aus erstarrten Schmelzaufwürfen. Die Verwendung einer Überfahrt führte hauptsächlich dazu, dass die Gruppen (1) und (3) entstanden, mit dem Bereich des Übergangs von Gruppe (1) in Gruppe (3) nahe der Ablationsschwelle. Eine Erhöhung der Anzahl der Überfahrten führte zu einer teilweisen Verschiebung von Gruppe (1) zu (2) aufgrund der Bildung einer Porenstruktur, deren physikalische Erklärung noch nicht Stand der Technik ist. Die Analysen der Querschnitte ergaben, dass die Poren hauptsächlich durch eine Ansammlung erstarrter Schmelze mit einer Tiefe von einigen Mikrometern gebildet wurden. Im Vergleich zum Rohmaterial, wo eine Differenzierung der Verbundkomponenten aus WC - Körnern und einer Metallmatrix aus Co offensichtlich war, ist die chemische Zusammensetzung der erstarrten Schmelze tendenziell unverändert und eine Differenzierung der Verbundkomponenten in diesem Bereich nicht möglich. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass sich die keramischen und metallischen Komponenten während der Bestrahlung gleichzeitig in einer flüssigen Phase befanden, was zur Bildung einer Oberflächenlegierung durch Konvektion führte. Neuartige Oberflächenlegierungen auf Verbundwerkstoffen, deren Elemente in einer Schmelzphase deutlich unterschiedliche Temperaturbereiche aufweisen, bieten die Möglichkeit völlig neuer Oberflächeneigenschaften in Bezug auf elektrische, chemische und mechanische Eigenschaften. Im Vergleich zu Verbundwerkstoffen, deren Komponenten nur eine makroskopische Homogenität aufweisen, zeichnen sich Legierungen durch eine mikroskopische Homogenität der einzelnen Komponenten aus. In diesem Zusammenhang und auf Basis der Erkenntnisse aus dieser Studie werden in weiteren Studien Untersuchungen zu den tribologischen Eigenschaften der erzeugten Schmelzstrukturen und den Bindungszuständen innerhalb der Oberflächenlegierung durchgeführt.

#### Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Unterstützung durch den Europäischen Sozialfonds für Deutschland (ESF) im Rahmen der Förderprojekte LaNa-Sax Nr. 100649226 und DigiLAS-Sax Nr. 10060265 - REACT-EU: Als Teil der Reaktion der Union auf die COVID-19-Pandemie finanziert.

## Literatur

- [1] D. Metzner, P. Lickschat, S. Weißmantel, Investigations of qualitative aspects with burst mode ablation of silicon and cemented tungsten carbide, *Applied Physics A* 125 (6) (2019). doi:10.1007/s00339-019-2696-4.
- [2] D. Metzner, P. Lickschat, S. Weißmantel, High-quality surface treatment using GHz burst mode with tunable ultrashort pulses, *Applied Surface Science* 531 (2020) 147270. doi:10.1016/j.apsusc.2020.147270.
- [3] Y. Zhang, J. R. G. Evans, S. Yang, Corrected values for boiling points and enthalpies of vaporization of elements in handbooks, *Journal of Chemical & Engineering Data* 56 (2) (2011) 328–337. doi:10.1021/je1011086.
- [4] A. S. Kurlov, A. I. Gusev, Tungsten carbides and W-C phase diagram, *Inorganic Materials* 42 (2) (2006) 121–127. doi:10.1134/S0020168506020051.
- [5] P. Lickschat, D. Metzner, S. Weißmantel, Fundamental investigations of ultrashort pulsed laser ablation on stainless steel and cemented tungsten carbide, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 109 (3-4) (2020) 1167–1175. doi:10.1007/s00170-020-05502-8.
- [6] A. Semerok, C. Dutouquet, Ultrashort double pulse laser ablation of metals, *Thin Solid Films* 453-454 (2004) 501–505. doi:10.1016/j.tsf.2003.11.115.
- [7] D. Scuderi, O. Albert, D. Moreau, P. P. Pronko, J. Etchepare, Interaction of a laser-produced plume with a second time delayed femtosecond pulse, *Applied Physics Letters* 86 (7) (2005) 071502. doi:10.1063/1.1864242.
- [8] T. Hirsiger, M. Gafner, S. M. Remund, M. W. Chaja, A. Urniezius, S. Butkus, B. Neuenschwander, Machining metals and silicon with GHz bursts: Surprising tremendous reduction of the specific removal rate for surface texturing applications, in: G. Račiukaitis, C. Molpeceres, A. Narazaki, J. Qiao (Eds.), *Laser Applications in Microelectronic and Optoelectronic Manufacturing (LAMOM) XXV*, SPIE, 01.02.2020 - 06.02.2020, p. 27. doi:10.1117/12.2543948.
- [9] K. Obata, F. Caballero Lucas, K. Sugioka, Material processing at GHz burst mode by femtosecond laser ablation, *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* (2021). doi:10.2961/jlmn.2021.01.2004.
- [10] D. J. Förster, S. Faas, S. Gröninger, F. Bauer, A. Michalowski, R. Weber, T. Graf, Shielding effects and redeposition of material during processing of metals with bursts of ultrashort laser pulses, *Applied Surface Science* 440 (2018) 926–931. doi:10.1016/j.apsusc.2018.01.297.
- [11] D. J. Förster, B. Jäggi, A. Michalowski, B. Neuenschwander, Review on experimental and theoretical investigations of ultrashort pulsed laser ablation of metals with burst pulses, *Materials (Basel, Switzerland)* 14 (12) (2021). doi:10.3390/ma14123331.
- [12] Y. Furukawa, S. Inoue, M. Hashida, Temporal change in laser penetration length of titanium and platinum for double-pulse ablation measured by a novel ablation method, *Journal of Laser Applications* 33 (1) (2021) 012023. doi:10.2351/7.0000325.
- [13] H. Shen, Y. Pan, J. Zhou, Z. Yao, Forming mechanism of bump shape in pulsed laser melting of stainless steel, *Journal of Heat Transfer* 139 (6) (2017). doi:10.1115/1.4035710.
- [14] F. Fraggelakis, G. D. Tsibidis, E. Stratakis, Ultrashort pulsed laser induced complex surface structures generated by tailoring the melt hydrodynamics, *Opto-Electronic Advances* 5 (3) (2022) 210052. doi:10.29026/oea.2022.210052.
- [15] D. Metzner, P. Lickschat, S. Weißmantel, Optimization of the ablation process using ultrashort pulsed laser radiation in different burst modes, *Journal of Laser Applications* 33 (1) (2021) 012057. doi:10.2351/7.0000352.
- [16] A. Bogaerts, Z. Chen, D. Bleiner, Laser ablation of copper in different background gases: comparative study by numerical modeling and experiments, *Journal of Analytical Atomic Spectrometry* 21 (4) (2006) 384. doi:10.1039/B514313F.
- [17] G. A. J. Markillie, H. J. Baker, F. J. Villarreal, D. R. Hall, Effect of vaporization and melt ejection on laser machining of silica glass micro-optical components, *Applied Optics* 41 (27) (2002) 5660. doi:10.1364/AO.41.005660.
- [18] D. Metzner, P. Lickschat, S. Weißmantel, Surface treatment on cobalt and titanium alloys using picosecond laser pulses in burst mode, *Applied Physics A* 127 (1) (2021). doi:10.1007/s00339-020-04179-w.

# Spektrale und optische Überwachung des selektiven Entschichtens von Oberflächenmaterial auf Glasproben

Clemens Richter <sup>2</sup>, Karsten Schmiedel <sup>1,2</sup>, Tobias Baselt <sup>1,2,3</sup>, Peter Hartmann <sup>1,2,3</sup>

<sup>1</sup>) Fraunhofer IWS, Institut für Werkstoff- und Strahltechnik, Dresden, Deutschland

<sup>2</sup>) Westsächsische Hochschule Zwickau (WHZ), Leupold Institut für angewandte Naturwissenschaften (LIAN), Zwickau, Deutschland

<sup>3</sup>) Forschungs- und Transferzentrum e. V. an der Westsächsischen Hochschule Zwickau, Zwickau, Deutschland

*Es wird das selektive Laserentschichten und die Detektion von Oberflächenmaterialien wie Partikelrückständen auf Glsträgern demonstriert, die für das Handling von Bauteil-Wafern benötigt werden. Durch die Evaluierung des Systems mittels systematischer Parameterreihen kann gezeigt werden, dass Schichten selektiv abgetragen werden können und somit der Einsatz von chemischen Prozessen vermieden werden kann. Darüber hinaus wurde im Rahmen der Prozessentwicklung eine kamerabasierte und spektrale Überwachung implementiert. Die Ergebnisse werden hinsichtlich des Abtrag-Erfolgs und der spektrometrischen Analyse der Partikelrückstände mittels Laser induced breakdown spectroscopy (LIBS) dargestellt.*

## 1. Einleitung

Um den hohen Anforderungen der Industrie an platzsparende, kostengünstige und funktionellere Bauelemente gerecht zu werden, werden die Standarddicken für Bauelemente-Wafer in mikroelektromechanischen Systemen und in der Halbleiterindustrie zunehmend verringert. Um sie bei Dicken unter 150 µm beschädigungsfrei handhaben und bearbeiten zu können, werden Glsträger verwendet, die als technische Unterstützung mit dem Bauelemente-Wafer thermisch verbunden werden (siehe Abbildung 1). Nach dem Ausdünnen und der Prozessierung des Wafers wird der Glsträger mit verschiedenen Techniken (mechanisch, Laser, thermisch oder chemisch) abgelöst [1, 2]. Anschließend müssen Klebstoffreste und oft auch Edelmetallschichten aus vorherigen Abscheidungs- und Ätzprozessen durch nasschemische Reinigung mit Königswasser (Aqua regia) entfernt werden, bevor der Träger wiederverwendet werden kann.

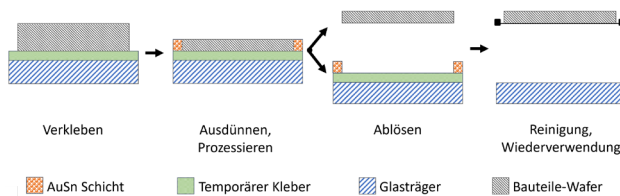


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Prozessablaufs für das Prozessieren von Bauteil-Wafer mit Glsträgern.

Um den ressourcenintensiven und umweltbelastenden Prozessschritt der nasschemischen Reinigung des Glsträgers zu vermeiden, ist die selektive Laserablation ein möglicher Ansatz [3, 4]. In diesem speziellen Fall verbleibt nach der Bearbeitung des dünnen Bauteil-Wafer eine Legierungsschicht im Randbereich des Glsträgers. Das selektive Entschichten des Abscheidungsmaterials

mit Hilfe eines Lasers bietet nicht nur den Vorteil, dass die benötigten Reinigungsmittel reduziert werden, sondern auch, dass eine Prozessüberwachung über das entstehende Plasmasignal mittels LIBS implementiert werden kann. Bei LIBS, einer Methode der Atomemissionsspektroskopie (AES), werden einzelne fokussierte Laserpulse mit einer höheren Strahlenergie ( $> 10^6 - 10^9 \text{ W/cm}^2$ ) als die Durchschlagenergie der Probe auf die Oberfläche des Probenmaterials gerichtet. Infolgedessen wird die atomare/molekulare Struktur der Probe aufgebrochen, erhitzt, verdampft und ein Plasma gebildet. Die Strahlungsenergie des Laserpulses regt die freien Atome und Ionen in dem verdampften Material an [5, 6]. Wenn das Plasma abkühlt, fallen die Bestandteile des Plasmas auf ihre niedrigeren Energieniveaus zurück. Dabei werden sowohl kontinuierliche Strahlung als auch diskrete Emissionslinien emittiert. Letztere sind elementspezifisch und können mit einem Spektrometer nachgewiesen und den in der Probe vorhandenen Substanzen zugeordnet werden. Da die spektral detektierten Elementkonzentrationsverhältnisse im Plasma proportional zur Menge in der Probe sind, ist eine quantitative Auswertung des Probenmaterials möglich [5, 7, 8]. LIBS hat gegenüber anderen Analysemethoden mehrere Vorteile, darunter die berührungslose Analyse, die einfache Probenvorbereitung, die hohe räumliche Auflösung und das breite Spektrum an Materialien, die analysiert werden können [6].

## 2. Experimentales Setup

Wie in Abbildung 2 dargestellt, wird ein fasergekoppelter Nd:YAG-Festkörperlaser (IPG YLPN-0.5-1x5-80) mit einer zentralen Wellenlänge von 1060 nm und einer maximalen Leistung von 80 W über eine fokale Linse und einen 2D-Galvoscanner (Scancube 8.5) auf den Glsträger gerichtet. Laserpulse mit einer maximalen Energie von  $E_p = 0,5 \text{ mJ}$  bei  $f_{rep} = 160 - 4000 \text{ kHz}$  und einer Dauer

$t_p = 1 - 5 \text{ ns}$  ermöglichen es, die Legierungsschicht auf dem Glassubstrat zu entfernen und das Plasma anzulegen.

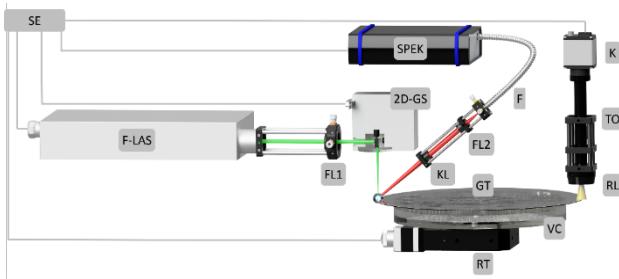


Abbildung 2: Messaufbau für die Detektion von Oberflächenmaterialien mit LIBS: fasergekoppelter Laser (F-LAS), Fokuslinse (FL1) und 2D-Galvoscaner (2D-GS) zur Plasmaerzeugung auf einem Glaträger (GT), der auf einem Drehtisch (RT) mit einer Vakuumschuck (VC) gehalten wird; Kollimationslinse (KL), Fokuslinse (FL2) und Faser (F), verbunden mit Spektrometer (SPEK) zur Erfassung des Plasmasignals; Kamera (K), telezentrisches Objektiv (TO) und Ringlicht (RL) zur Beobachtung des bearbeiteten Bereichs, gesteuert durch die Steuereinheit (SE).

Der 2D-Galvoscaner führt eine kreisförmige Bewegung mit einem Radius von 2,5 mm auf der Probe aus, um ein gleichmäßiges Entschichten zu gewährleisten. Gleichzeitig wird der Glaträger durch einen Rotationstisch (Thorlabs HDR50/M) gedreht, um den gesamten Trägerumfang, der mit der Metalllegierung bedeckt ist, zu entschichten. Die Probe kann mit zwei Lineartischen (Steinmeyer PLT240-400-DLM) in einer XY-Tischkonfiguration präzise zum Laserstrahl positioniert werden. Der Entschicht-Prozess, der durch die Zufuhr von Prozessgasen unterstützt werden kann, wird durch ein Kamerasystem (IDS-U3-3090SE-CHQ) überwacht und durch eine eigens entwickelte Software gesteuert. Zusätzlich wird das Plasmasignal mit einem fasergekoppelten Avantes-Mehrkanalspektrometer (200 nm – 980 nm mit 0,17 nm FWHM) detektiert und in der Steuereinheit ausgewertet. Der gesamte Versuchsaufbau ist in einem industrietauglichen Gehäuse untergebracht und bietet die notwendige Sicherheitsinfrastruktur, um Proben aus der Halbleiterindustrie zu verarbeiten.

### 3. Ergebnisse

#### 3.1. Charakterisierung des Randbereichs des Glaträgers

Um den Randbereich der  $\varnothing = 305 \text{ mm}$  großen Glaträger zu charakterisieren, wurden diese zunächst stationär mit verschiedenen optischen Auswertegeräten vermessen. Abbildung 3 zeigt einen Ausschnitt aus einem bereits teilweise entschichteten Randbereich des Glaträgers, der mit den in Abschnitt 3.2 genannten Parametern bearbeitet wurde. Sowohl in der Mikroskopaufnahme (Zeiss Smartzoom 5) als auch in der REM-Aufnahme (Zeiss EVO MA10) ist die Struktur des Randbereichs zu erkennen. In der EDX-Analyse sind nicht nur die im Randbereich enthaltenen Elemente, sondern auch das vollständige Entschichten der

Legierung im oberen Teil der Glaträgerkante zu erkennen. Die Analyse zeigt, dass der Randbereich aus einer Gold-Zinn-Legierung (AuSn) besteht, die aufgrund der unregelmäßigen Verteilung während der Abscheidung der Materialien eine Schichtdicke im Bereich von  $100 \mu\text{m}$  aufweist. Darüber hinaus wird das Glassubstrat des Glaträgers in Form von Silizium (Si) nachgewiesen.

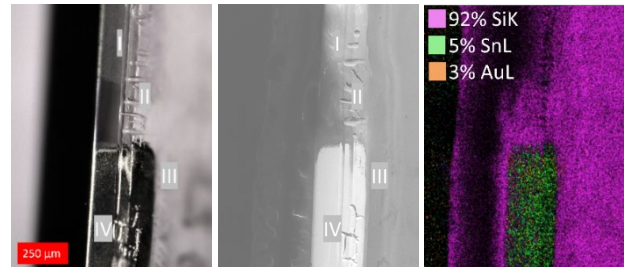


Abbildung 3: Mikroskopische Aufnahme (Links), REM-Aufnahme (Mitte) und EDX-Analyse (Rechts) des halbbearbeiteten Randbereichs des Glassubstrats zeigen: I: lasergereinigter Bereich, II: Rattermarken, III: Klebstoffreste, IV: Gold-Zinn-Legierungsschicht.

#### 3.2. Parameterreihe zur optimalen Abtragung der Legierungsschicht

Die Zielsetzung bei der Reinigung des Glaträgers ist das vollständige Entschichten von Metallbeschichtungen und Klebstoffresten im Randbereich ohne Abtragung oder Zerstörung des Glassubstrats, Dimensionsänderungen oder Beeinflussung vorhandener Defekte am Rand des Glassubstrats. Dazu wird die thermische Belastung durch die Wahl von Laserparametern mit kurzen Pulslängen, niedrigen Pulsenergien und einer Laserwellenlänge mit geringer Absorption für das Glassubstrat so gering wie möglich gehalten. Um den Reinigungserfolg auf gleichmäßig beschichteten Glaträgern systematisch zu analysieren und die Variablenmatrix zu begrenzen, wurden Parameterreihen mit Variation der Lasereinstellungen und Bewegungsregime durchgeführt. Im Einzelnen wurden Laserleistung (1 – 10 % in 1 %-Schritten), Scangeschwindigkeit  $v_{scan}$  (0,5 – 4,5 m/s in 0,5 m/s-Schritten) und XY-Achsen geschwindigkeit (1 – 10 mm/s in 1 mm/s-Schritten) bei den in Tabelle 1 gezeigten gleichmäßig beschichteten Schichtstrukturen der Glaträger analysiert.

Tabelle 1: Spezifikation der Schichtaufbauten der untersuchten Glaträger

Schichtstruktur	Elementbeschichtung	Schichtdicke [nm]
Einzelschicht	Aluminium (Al)	500
Einzelschicht	Titan (Ti)	500
Einzelschicht	Nickel-Vanadium (NiV)	500
Einzelschicht	Gold-Zinn (AuSn)	500
Gestapelte Schicht	Al/ Ti/ NiV/AuSn	400/400/75/1200

Als Beispiel ist in Abbildung 4 die Variation der mittleren Laserleistung ( $W_{avg}$ ) anhand des Glaträgers mit der gestapelten Beschichtung dargestellt. Eine Erhöhung der Laserleistung führt zu einer teilweisen Ablösung der Metallschicht bis hin zur vollständigen Abtragung der



Legierungsschicht bei einer mittleren Laserleistung von 2,1 W (Abbildung 4 UM). Oberhalb dieser Schwelle wird das darunter liegende Glassubstrat abgetragen.

Weiterhin wurden Untersuchungen unter dem Einfluss von Prozessgas wie Stickstoff und Druckluft durchgeführt, die zu vergleichbaren Ergebnissen wie ohne Gaszufuhr führten. Anhand der vorgestellten Versuchsergebnisse konnten die Parameter für den Abtrag der AuSn-Legierungsschicht optimiert und somit eine Prozesszeit von 1 min für einen Glaträger mit Laserpulsen von  $E_p = 200 \mu\text{J}$ ,  $t_p = 5 \text{ ns}$ ,  $f_{rep} = 400 \text{ kHz}$  sowie  $v_{scan} = 5 \text{ m/s}$  und  $v_{rot} = 5,3 \text{ }^\circ/\text{s}$  für das Bewegungsregime erreicht werden. Obwohl das selektive Entschichten bereits bei  $80 \mu\text{J}$  erreicht werden konnte, wurde die Pulsenergie maximiert, um eine höhere Verarbeitungsgeschwindigkeit und ein stärkeres Plasmasignal für Diagnosezwecke zu erzielen, ohne die Oberfläche des Glaträgers zu beschädigen.

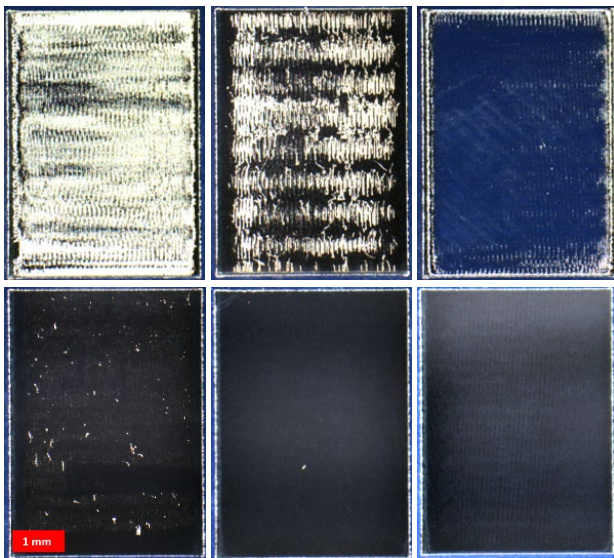


Abbildung 4: Mikroskopische Bildserie zur Auswertung des Laserentschichtens von Glaträgern (einheitlich beschichtet mit 400 nm Al, 400 nm Ti, 75 nm NiV, 1200 nm AuSn) durch Veränderung  $W_{avg}$  in % bei  $v_{XYtable} = 10 \text{ mm/s}$ ,  $v_{scan} = 5 \text{ m/s}$ ,  $f_{rep} = 150 \text{ kHz}$ ,  $t_p = 5 \text{ ns}$ :

OL: anfänglicher Materialabtrag ( $2 \% \pm 0,6 W_{avg}$ )

OM: ungleichmäßiger Abtrag ( $3 \% \pm 0,9 W_{avg}$ )

OR: ungleichmäßiger Abtrag ( $5 \% \pm 1,5 W_{avg}$ )

UL: Partikelrückstände ( $6 \% \pm 1,8 W_{avg}$ )

UM: erfolgreiche selektive Entfernung ( $7 \% \pm 2,1 W_{avg}$ )

UR: Schäden am Glassubstrat ( $10 \% \pm 3 W_{avg}$ ).

### 3.3. Prozessüberwachung und spektrometrische Analyse des Entschicht-Prozesses

Zur Prozessüberwachung wird der Entschichtvorgang inline per Kamera aufgezeichnet und in ein Falschfarbengemälde umgewandelt, das die Reste des abgetragenen Materials sichtbar macht. Auf diese Weise kann eine schnelle visuelle Rückmeldung über den Reinigungserfolg gegeben werden. In Abbildung 5 sind Falschfarbengemälde einer Glassubstratkante dargestellt, in

denen die Veränderung vor und nach der Laserbearbeitung sichtbar ist. Im oberen Bildausschnitt hebt sich die AuSn-Legierungsschicht (I) farblich deutlich vom Glassubstrat (II) ab. Nach der Bearbeitung (5 unten) ist die Metallschicht nicht mehr sichtbar und es sind nur noch geringe Reflexionen von den Rattermarken (III) und der abgerundeten Kante (IV) des Glaträgers zu erkennen.

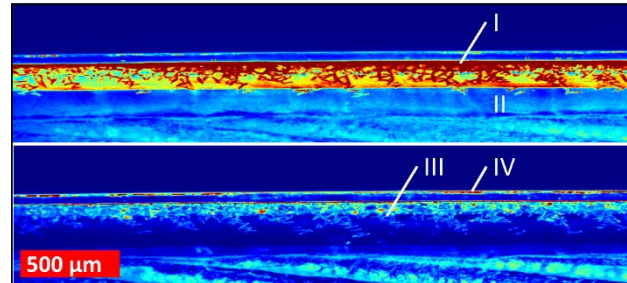


Abbildung 5: Falschfarbengemälde der Glassubstratkante vor (oben) und nach (unten) selektivem Laserabtrag mit AuSn-Legierungsschicht (I), Glassubstrat (II), Rattermarken (III) und der abgerundeten Glassubstratkante (IV), aufgenommen während der Kameraüberwachung.

Erweitert wird diese Überwachung durch eine in den Messaufbau integrierte LIBS-Detektionseinheit, mit der der Erfolg des Entschicht-Prozesses bewertet und die Zusammensetzung der abgetragenen Schichten analysiert werden kann. Die Messeinheit ist schräg zum Laserstrahl angeordnet, die beide auf die Kante des Glaträgers fokussiert sind. Zur Demonstration des Inline-Monitoring-Verfahrens wird ein Glaträger mit den in 3.2 genannten Parametern bearbeitet und gleichzeitig das Plasmasignal mit einer auf Signalstärke und Vermeidung von Übersteuerung des Detektors optimierten Integrationszeit von 30 ms detektiert. Aufgrund der Integrationszeit des Spektrometers und der Dauer der Datenverarbeitung zur Realisierung des Inline-Monitorings ist die Anzahl der Messpositionen pro Umdrehung des Glaträgers auf ausreichende 167 Messpositionen begrenzt. Die aufgenommenen Spektren werden normalisiert, um sie miteinander vergleichen zu können. Zur Erhöhung der Genauigkeit sowie zum Ausgleich von Unterschieden in der Probenzusammensetzung wird der Mittelwert aus jeweils zehn Spektren berechnet. Um sicherzustellen, dass die im Randbereich detektierten Elemente unabhängig voneinander ausgewertet werden können, ohne dass sich die Wellenlängen überschneiden, und um eine hohe Peakintensität für die Auswertung zu erhalten, wurden folgende Parameter gewählt:

- Au: 312,261 nm mit dem Übergang 6s2 2D - 6p 2P0, [9, 10] und
- Sn: 326,221 nm mit dem Übergang 5p2 1D - 6s 1P, [9, 11].

Abbildung 6 zeigt für diese beiden Elemente den Verlauf des Plasmasignals mit der entsprechenden Wellenlänge für zwei Umdrehungen ( $0^\circ$  bis  $720^\circ$ ) des Glaträgers bei konstanter Laserleistung. Auf diese Weise kann der Erfolg der Reinigung während der zweiten Umdrehung bewertet werden. Während der ersten Umdrehung sind

ähnliche ansteigende und abfallende Kurven zu beobachten, die auf die inhomogene Beschichtung der Metallschicht zurückzuführen sind. Zum einen ist die Metallschicht über den Umfang des Glasträgers unterschiedlich breit, zum anderen ist weder die Schicht konzentrisch auf dem Glasträger aufgebracht noch der Glasträger exakt konzentrisch auf dem Drehtisch positioniert. Da die Detektoreinheit nur auf eine bestimmte Position am Rand des Glasträgers fokussiert ist, wird das daraus resultierende schwankende Plasmasignal erfasst. Darüber hinaus ist die statistische Komponente des Plasmaprozesses zu berücksichtigen. Die unterschiedliche Intensität der Kurven für Gold und Zinn im Verhältnis zueinander ergibt sich aus den Peak-Intensitäten der normierten Spektren. Die kleineren Peaks in der Grafik sind auf Merkmale im Randbereich zurückzuführen, die von früheren Abscheide- und Ätzprozessen des bereits mehrfach verwendeten und wiederaufbereiteten Glasträgers stammen. Das Plasmasignal kann nur als Rauschen im zweiten Zyklus detektiert werden, da die Metalllegierungsschicht bereits im vorherigen Ablationsprozess vom Rand des Glasträgers entfernt wurde.

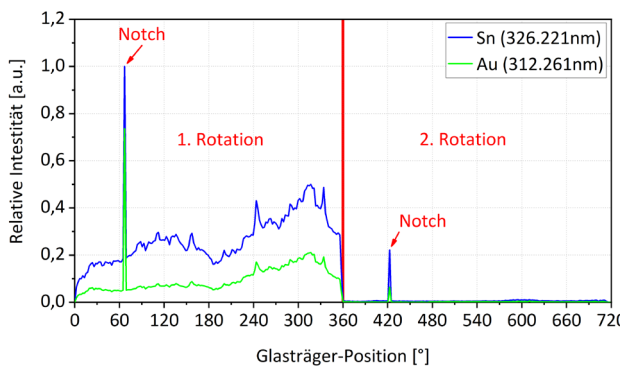


Abbildung 6: Diagramm der normierten relativen Plasmaintensität für die Wellenlängen von Gold und Zinn für zwei Rotationen des Glasträgers bei konstanter Laseraktivität (Prozessparameter siehe 3.2) zur Demonstration der LIBS-Überwachung (erste Rotation) und der vollständigen Entfernung der Metallschicht auf dem Glasträgerend (zweite Rotation).

Bei der Glasträgerposition von 67 ° sind im Diagramm überhöhte Peaks beider Kurven zu erkennen. Dies ist auf eine Aussparung im Wafer zurückzuführen, die auch als "Notch" bezeichnet wird und zur Ausrichtung des Wafers dient. Dies hat zur Folge, dass der unmaskierte Bereich der Glasträgerkante durch Abscheidungsprozesse beschichtet wird. Dies führt zu einer höheren Plasmakonzentration beim Laserabtrag des betroffenen Bereichs und damit zu einer Übersteuerung des Detektors. Dieses Signal tritt auch während der zweiten Drehung des Glasträgers bei Position 422 ° auf. Dabei handelt es sich jedoch um ein Messartefakt, da die Notch eine Übersteuerung des Silizium-Wellenlängenkanals (Si) und damit der benachbarten Gold- und Zinn-Wellenlängenkanäle bewirkt. Außerdem zeigen EDX-Analysen von Glasträgern, die mit denselben Parametern entschichtet wurden, eine vollständige Entfernung der

Metalllegierungsschicht. In Kombination mit der visuellen Überwachung durch den Kameraaufbau kann auf diese Weise der selektive Laserabtrag der Metallschicht am Rand des Glasträgers zuverlässig überwacht werden. Mit dem hier beschriebenen Verfahren bearbeitete Glasträger wurden bereits erfolgreich in den Produktionskreislauf der Halbleiterindustrie zurückgeführt und weiterverwendet.

#### 4. Zusammenfassung

Es wurde das selektive Laserentschichten und die Oberflächenmaterialdetektion von Partikelrückständen auf Glasträgern untersucht, um den umweltbelastenden nasschemischen Reinigungsschritt im Recyclingprozess zu ersetzen. Dazu wurde ein Versuchsaufbau bestehend aus einer mehrachsigen Vakuum-Chuck, einer Laserscanner-Konfiguration und einem optischen Prozessüberwachungssystem realisiert. Auf dieser Plattform wurden verschiedene Parametersätze getestet, um ein selektives und gleichmäßiges Entschichten unterschiedlicher Schichtzusammensetzungen ohne Beschädigung des Glassubstrats zu erreichen. Die Parameter wurden für die spezifische Bearbeitung einer AuSn-Legierungsschicht auf der Glasträgerkante evaluiert und optimiert. Gleichzeitig kann dieser Prozess durch ein duales Monitoring mittels industrieller Inline-Bildgebung und spektrometrischer Analyse mittels LIBS überwacht und gesteuert werden. Sowohl die Prozessparameter als auch das LIBS-Monitoring konnten für unterschiedliche Zusammensetzungen der Metallschicht angepasst werden, die sich aus alternativen vorherigen Abscheidungsprozessen ergeben. Um den Aufbau in Zukunft noch stärker in den Prozessablauf zu integrieren, wäre eine mögliche Gewinnung, Wiederverwertung und Wiedereinführung in die Wertschöpfungskette des abgetragenen Materials denkbar. Untergebracht in einem industrietauglichen Gehäuse mit der notwendigen Sicherheitsinfrastruktur, kann das System Glasträger aus der Halbleiterindustrie innerhalb einer Minute verarbeiten.

#### Danksagung

Die Autoren danken der Europäischen Union (Horizon 2020), dem Bundesministerium für Bildung und Forschung und dem Sächsischen Staatsministerium für Wirtschaft, Arbeit und Verkehr für die finanzielle Förderung im Rahmen der Fördernummern

16MEE0089S/16MEE0104S/16MEE0082S.

#### Kontakt Daten

Westfälische Hochschule Zwickau (WHZ)

Kornmarkt 1, 08056 Zwickau

Clemens Richter

Clemens.Richter@fh-zwickau.de

## Literaturverzeichnis

- [1] Gary R Trott and Aric Shorey. "Glass wafer mechanical properties: A comparison to silicon". In: 2011 6th International Microsystems, Packaging, Assembly and Circuits Technology Conference (IMPACT). IEEE. 2011, pp. 359–362.
- [2] Aric Shorey, Bor Kai Wang, and Rachel Lu. "Glass carrier wafers for the silicon thinning process for stack IC applications". In: 2013 IEEE 63rd Electronic Components and Technology Conference. IEEE, May 2013. doi: 10.1109/ectc.2013.6575807.
- [3] Tobias Baselt et al. Verfahren zur Entfernung von Werkstoffen eines Substrats mittels elektromagnetischer Strahlung. Patent DE102019212400B4. 2019.
- [4] Tobias Baselt et al. Vorrichtung zum selektiven Materialabtrag an Strukturelementen oder Schichten, die auf Oberflächen von Substraten ausgebildet sind. Patent DE1020222030567A1. 2022.
- [5] Andrzej W. Miziolek, Vincenzo Palleschi, and Israel Schechter, eds. Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS). Cambridge University Press, 2006. doi: 10.1017/cbo9780511541261.
- [6] Kyuseok Song, Yong-Il Lee, and Joseph Sneddon. "Applications of Laser-Induced Breakdown Spectrometry". In: Applied Spectroscopy Reviews 32.3 (Aug. 1997), pp. 183–235. doi: 10.1080/05704929708003314.
- [7] Celio Pasquini et al. "Laser Induced Breakdown Spectroscopy". In: Journal of the Brazilian Chemical Society 18.3 (2007), pp. 463–512. doi: 10.1590/s0103-50532007000300002.
- [8] Alexander Ohnesorge. "Bestimmung des Aufmischungsgrades beim Laser-Pulver-Auftragschweißen mittels laserinduzierter Plasmaspektroskopie (LIPS)". German. PhD thesis. Dresden, 2009.
- [9] Alexander Kramida and Yuri Ralchenko. NIST Atomic Spectra Database, NIST Standard Reference Database 78. en. 1999. doi: 10.18434/T4W30F.
- [10] James C. Ehrhardt and Sumner P. Davis. "Precision Wavelengths and Energy Levels in Gold\_". In: Journal of the Optical Society of America 61.10 (Oct. 1971), p. 1342. doi: 10.1364/josa.61.001342.
- [11] W.F. Meggers. "First spectrum of tin". In: Journal of Research of the National Bureau of Standards 24.2 (Feb. 1940), p. 153. doi: 10.6028/jres.024.005.

# Einfluss organischer Fremdstoffe in additiv gefertigtem Ti-6Al-4V

Kerstin Winkler<sup>1</sup>, Husam Ahmad<sup>2</sup>, Andre Danzig<sup>3</sup>, Philipp Gloetter<sup>3</sup>, Frank Schubert<sup>1</sup>,  
Guntram Wagner<sup>2</sup>, Lothar Kroll<sup>1</sup>

<sup>1</sup>TU Chemnitz, Institut für Strukturleichtbau, Chemnitz, Deutschland

<sup>2</sup>TU Chemnitz, Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnik, Chemnitz; Deutschland

<sup>3</sup>Liebherr-Aerospace Lindenberg GmbH, Lindenberg, Deutschland

## Kurzfassung

*Das Selektive Laserschmelzen ist einer der vielen pulverbettbasierten Fertigungsverfahren, die in vielen Industriebereichen ihren Einsatz findet. Vorallem in der Luftfahrtbranche werden vermehrt Bauteile aus Titanlegierungen mit diesem Verfahren hergestellt. Hohe Sicherheitsanforderungen zwingen daher, die Pulverqualität stets zu gewährleisten, weswegen die Auswirkungen bei Verunreinigungen in diesem Beitrag Untersuchungsgegenstand waren.*

*Selective laser melting is one of the many Laser Powder Bed Fusion manufacturing processes (LPBF) used in many industrial sectors. Especially in the aerospace industry, components made of titanium alloys are increasingly produced with this process. High safety requirements therefore force the powder quality to be guaranteed at all times, which is why the effects of impurities were the subject of investigation in this article.*

## 1 Einleitung

Die additive Fertigung (AM) hat in den letzten Jahren in vielen Branchen an Bedeutung gewonnen. Eine der führenden Branchen auf dem weltweiten AM-Markt ist die Luft- und Raumfahrtindustrie seit 2015. Mit einer geschätzten jährlichen Wachstumsrate von 1,6% gehörte sie 2016 zu den am schnellsten wachsenden Branchen, mit AM-Umsätzen von 6,7 Milliarden US-Dollar. Es wird erwartet, dass die Umsätze bis 2023 auf das Dreifache ansteigen [1]. Die Luft- und Raumfahrtindustrie zeigt großes Interesse an den vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten von AM. In der herkömmlichen Fertigung stellen hochkomplexe Geometrien mit integrierten Funktionen, dünnwandige Strukturen, lange Vorlaufzeiten und ein niedriges Verhältnis von Entwicklung zu Produktion eine Herausforderung dar [2]. In den meisten Fällen handelt es sich zudem um kleine Losgrößen, die an spezifische Anwendungen und Kunden angepasst werden müssen. Die Luft- und Raumfahrtindustrie profitiert von AM, bei dem die Bauteile ohne Werkzeuge oder Formen hergestellt werden und dies kostengünstig und zeitsparend geschieht [3]. Insbesondere Materialien, die für die Luft- und Raumfahrt relevant sind, wie teure Titanlegierungen, werden hier verwendet. Titanlegierungen vereinen hohe mechanische Eigenschaften und sehr gute Korrosionsbeständigkeit bei vergleichsweise geringem Gewicht [4].

Einer der vielen Prozesse, die sich für die additive Verarbeitung von Metalllegierungen eignen, ist das Selektive Laserschmelzen (SLM). Dies fällt unter die Kategorie des Laserschmelzens von Metallpulver auf einer Bettoberfläche (Pulverbettaufschmelzen für Metalle, PBF-LB/M) [5]. In diesem Prozess wird eine dünne Schicht Metallpulver auf einer Plattform aufgetragen, ein Laser verschmilzt

die Metallpartikel und die Plattform wird um die festgelegte Schichthöhe abgesenkt. Anschließend wird erneut Pulver aufgetragen. Dieser Vorgang wiederholt sich, bis die gewünschte Bauteilhöhe erreicht ist [6]. Bevor jedoch ein neuer Prozess wie SLM in eine bestehende Produktionskette integriert werden kann, müssen zunächst die spezifischen Anforderungen der Luftfahrt erfüllt werden. In dieser Hinsicht müssen hohe Standards für die Qualität, Qualifikation und Zertifizierung von Luft- und Raumfahrtkomponenten, speziell für die additive Fertigung, festgelegt werden. Dies betrifft die gesamte additive Fertigungskette [7] [8]. In diesem Kontext sollte besonderes Augenmerk auf die Pulverhandhabung gelegt werden, beispielsweise hinsichtlich möglicher Kontaminationsquellen vor und während der Bauteilherstellung. DIN SPEC 17071 beschreibt die Anforderungen an das Ausgangsmaterial, zu denen die Vermeidung von Kreuzkontaminationen mit der Umgebung gehört. Es muss darauf geachtet werden, einen geschlossenen Pulverkreislauf sicherzustellen [9]. Allerdings können verschiedene Schritte in der Pulverhandhabung, wie manuelle Schritte unter Umgebungsbedingungen, Auswirkungen auf das Material haben. Diese reichen von Transport und Lagerung bis hin zu Trocknung, Entfernung aus der Baukammer und Wiederverwendung des Pulvers. Diese bergen potenzielle Risiken und somit Konsequenzen für das Pulvermaterial, wie Veränderungen in der chemischen Zusammensetzung aufgrund des Eintrags von Fremdpartikeln [10].

Um den Einfluss von Fremdpartikeln auf das Titanmaterial genauer zu untersuchen, wurden organische Fremdpartikel analysiert und priorisiert, die entlang der Pulverprozesskette auftreten können. Die priorisierten

Fremdpartikel wurden in Ti-6Al-4V-Proben im SLM-Prozess unter Ausschluss der Atmosphäre eingebracht, um eine Veränderung in der Mikrostruktur der gedruckten Legierung festzustellen. Hierzu wurden Längsschliffe (parallel zur Baurichtung) der im SLM gedruckten Würfel vorbereitet und unter Verwendung von Lichtmikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie (REM) mit verschiedenen Detektoren (Rückstreuielektronen, In-Lens, Sekundärelektronen) und energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) untersucht.

## 2 Material und Methoden

### 2.1 Ti-6Al-4V im Selektiven Laserschmelzen

Für diese Untersuchung wurde die Titanlegierung Ti-6Al-4V verwendet. Mit ihren hervorragenden Eigenschaften findet diese Legierung Anwendung in verschiedenen Branchen, wie beispielsweise der Luft- und Raumfahrt [11]. Mit einer hohen Zugfestigkeit von bis zu 1200 MPa und einer Dehnung von bis zu 16% bei einer vergleichsweise geringen Materialdichte von 4,43 g/cm<sup>3</sup> ist diese Legierung besonders geeignet für stark beanspruchte Komponenten wie Halterungen, Motorteile oder Tragflächen [3] [12] [13]. Für die Untersuchungen wurde Pulver von der Firma APC mit sphärischer Form und einer Partikelgrößenverteilung von 20-63 µm verwendet [14]. Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1: Legierungszusammensetzung der Ti-6Al-4V [14]

Element	Al	V	O	Fe	C	N	Ti
Gew.-%	6,5	3,9	0,1	0,19	0,01	0,022	Bal*

Je nach Temperatur und Abkühlgeschwindigkeit können unterschiedliche Arten von Mikrostrukturen in Ti-6Al-4V-Legierungen gebildet werden, darunter bimodal, globular und lamellar. Verschiedene Wärmebehandlungen können eingesetzt werden, um die Mikrostruktur und die Materialeigenschaften anzupassen [15]. Im selektiven Laserschmelzen (SLM-Prozess) wird die Struktur aufgrund der hohen Abkühlprozesse lamellar, was auf verschiedene Prozessparameter wie die Wärmeeinbringung durch den Laser und die hohen Temperaturen zurückzuführen ist. Laut Hooper liegt die Temperatur im geschmolzenen Bad zwischen etwa 1000 und 4000 Kelvin, und die Abkühlraten liegen zwischen 1-40 K/µs [16]. Aufgrund dieser Faktoren bildet sich eine lamellare, feinnadelige Struktur, wie in Abbildung 1 dargestellt.

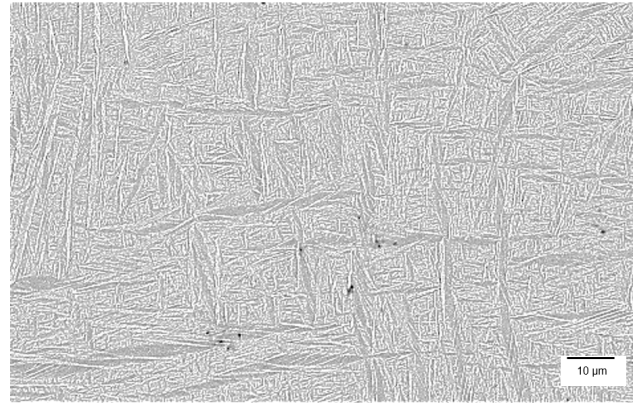


Abbildung 1: REM-Bild einer additiv hergestellten Ti-6Al-4V-Legierung. Aufgrund hoher Abkühlraten ergibt sich eine feinnadelige α-Martensit-Mikrostruktur [17].

Das Material und die Testgeometrien wurden auf der Selektiven Laserschmelzanlage MTT SLM 250 HL von SLM Solutions verarbeitet und hergestellt.

### 2.2 Fremdpartikel in der Pulverprozesskette

Zunächst wurde die Prozesskette überprüft und potenzielle Kontaminationsquellen identifiziert. Der Schwerpunkt lag darauf, welche Verunreinigungen während manueller Tätigkeiten an und um die Ausrüstung herum in das Pulvermaterial gelangen könnten. Wie bereits von Seyda [10] in einer Fehleranalyse aufgeführt, kann in jedem Schritt des Pulveraufbereitungsprozesses Verunreinigungen auftreten und eingebracht werden. Um die Kontaminationen zu qualifizieren, wurde jeder Prozessschritt an den Maschinen im Detail betrachtet. Tabelle 2 zeigt mögliche Fremdpartikel basierend auf den Anforderungen für das Materialmanagement der DIN SPEC 17071 und der Fehleranalyse von Seyda [10]. In dieser Untersuchung wurde das übliche Verhalten der Mitarbeiter\*innen an den Maschinen beobachtet und dokumentiert. Kontaminationen während der Pulverprozesskette wurden erfasst, die ein vermutetes hohes Risiko darstellen könnten.

Tabelle 2: Verwendete Beispiele für Verunreinigungen basierend auf Prozessschritten gemäß [9] und [10]

Pulverbehandlung und Reinigung des Bauraums	SLM Prozess und Umgebung	Bauteilentfernung
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Abwischen mit Papiertüchern</li> <li>• Reinigen mit einer Bürste/ Verlust von Borsten</li> <li>• Rückständige Partikel in Ecken/ Spalten</li> <li>• Rückständige Partikel im Beschichtungssystem</li> <li>• Fremdkörper während des Absaugvorgangs</li> <li>• Rückstände im Einlauf und Überlauf</li> <li>• Kontamination durch Handschuhe</li> <li>• Fremdkörper während des Pulvertransports</li> <li>• Unsaubere Flaschen/ Ventile</li> <li>• Rückstände im Sieb</li> <li>• Granulate/ Staubstrahlprozess der Bauplattform</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Granulate/ Staub aus dem Strahlprozess der Bauplattform</li> <li>• Haare/ Schuppen</li> <li>• Aufgewirbelter Staub/ Partikel</li> <li>• Abrieb in Rohren</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Gummiartikel von Handschuhen</li> <li>• Bürstenhaare beim Auspacken von Komponenten</li> <li>• Metallpartikel von Füllern</li> <li>• Fremdkörper auf Werkzeugen</li> <li>• Abrieb von Schrauben/ Gewinden beim Wechseln von Klingen</li> </ul>

Der Hauptfokus lag auf der Handhabung und Ausrüstung im SLM-Prozess sowie auf der Vorbereitung und Entpackens des/im Bauraum/s. Während des SLM-Prozesses wurde ein Pulverauftragssystem mit einer Gummilippe verwendet. Dies kann während des Prozesses Abrieb erzeugen und direkt in das Pulver gelangen. Beim Entpacken des gefertigten Bauteils wurde ein Pinsel verwendet, um das Pulver von den Komponenten zu entfernen. Die Mitarbeiter\*innen trugen Gummihandschuhe und Laborkittel. Zur Reinigung der Bauräume von verbliebenen Rückständen wurden Papiertücher verwendet. Das Entpacken der gefertigten Teile erfolgte unter atmosphärischen Bedingungen. Dies bedeutet, dass während des Ausräumens die Kammer geöffnet war und das Pulver mit Luft in Kontakt kommen konnte, ebenso wie mit Staubpartikeln oder Kleidungsfasern. All diese Einflüsse sind organische Kontaminationsquellen, die in das Pulver gelangen und somit auch in den Schmelzprozess eingetragen werden können.

### 2.3 Proben- und Maschinenpräparation

Die Testproben wurden in Form von Würfeln mit einer Kantenlänge von 10 mm hergestellt. Für jede Testreihe wurden sechs Würfel vorgesehen. Das Schema in Abbildung 2 veranschaulicht das schrittweise Verfahren. Zuerst wurden Würfel bis zu einer Höhe von 9,7 mm aufgebaut. Anschließend wurde der Bauprozess pausiert und die Gasströmung gestoppt. Das Verunreinigungsmaterial wurde manuell mit einem Bedienerhandschuh an

der Kammertür und Werkzeug unter Schutzgasatmosphäre auf die geschmolzene Schicht gelegt. Danach wurde der Bauprozess fortgesetzt. Die obere Schicht betrug etwa 0,3 mm. Die angepasste Schichtdicke für die Testproben betrug 60 µm.

Für die Installation der in Tabelle 2 aufgeführten Verunreinigungen wurde die Bauraumkammer der SLM 250HL-Maschine zunächst vorbereitet. Mit Werkzeugen wurden die Verunreinigungen in Schalen platziert, um den Beschichter und den Bauprozess nicht zu behindern. Die Bauplattform wurde mit einer dünnen Pulverschicht aus Ti-6Al-4V bedeckt. Abbildung 3 zeigt die Vorbereitung im Bauraum.

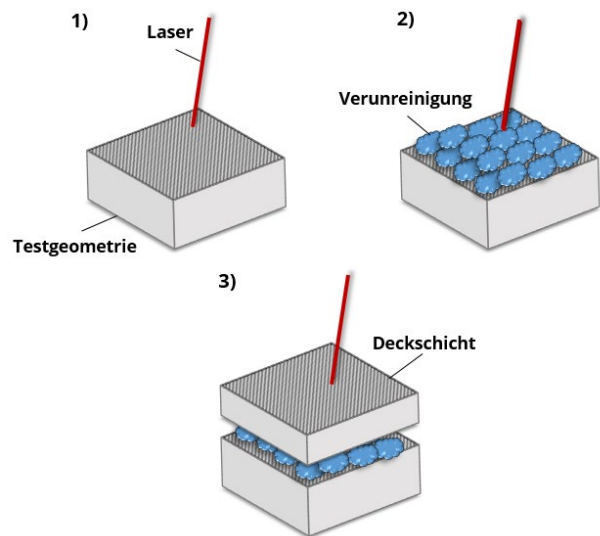


Abbildung 2: Prinzip des Einbringens von Verunreinigungen: 1) Herstellung des Grundkörpers, 2) Einbringung der Verunreinigung auf die Oberseite der Probe, 3) Herstellung der oberen Schicht

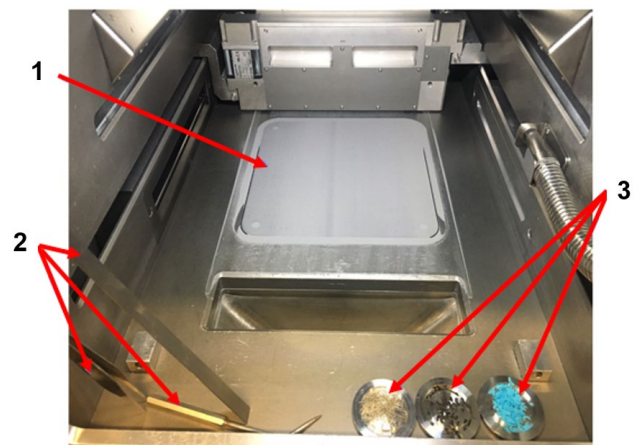


Abbildung 3: Vorbereitung des Bauraums innerhalb des SLM250 HL; Nr. 1: Bauplattform, Nr. 2: Werkzeuge zur Einlage der Fremdstoffe; Nr. 3: Schnipsel ausgewählter Verunreinigungen in Metallschalen

### 3 Ergebnisse und Diskussion

#### 3.1 Additive Fertigung von kontaminierten Ti-6Al-4V-Proben

Der Versuch wurde unter den in Kapitel 2.3 beschriebenen Bedingungen durchgeführt. Abbildung 4 zeigt die Position der Würfel und der Verunreinigungen auf der Bauplattform. Das Bild wurde von der installierten Kamera aufgenommen, die auf die Bauplattform im SLM 250 HL fokussiert war. Als Verunreinigungen auf den Testproben wurden ausgewählte Kontaminationen gemäß Tabelle 2 verwendet, darunter Stücke von Gummihandschuhen, Gummilippen, Pinselhaaren und Papiertüchern. Bei Fortsetzung des Prozesses wurde die Schicht mit der aufgelegten Verunreinigung zweimal belichtet. Ein vergrößerter Lichtbogen wurde sichtbar, wenn die Verunreinigungen getroffen wurden. Abbildung 5 zeigt die Änderung des Plasmabogens zwischen Referenzmaterial und Gummihandschuh bei der Belichtung von Testwürfeln und Verunreinigungen. Während der Herstellung wurden die eingebrachten Verunreinigungen teilweise aus dem Gasstrom geblasen oder wurden aufgrund ihres geringen Gewichts vom Laser weggeschossen. Dies ähnelt dem Transport von Schweißspritzern während des Prozesses [18]. Die verbleibenden Verunreinigungen wurden während der Wechselwirkung mit dem Laserstrahl pyrolysiert. Nach zweimaliger Belichtung trug der Beschichter neues Pulver auf und schob die verbliebenen losen Verunreinigungen in den Überlauf. Die verbleibende Schichthöhe von 0,3 mm wurde aufgebaut.

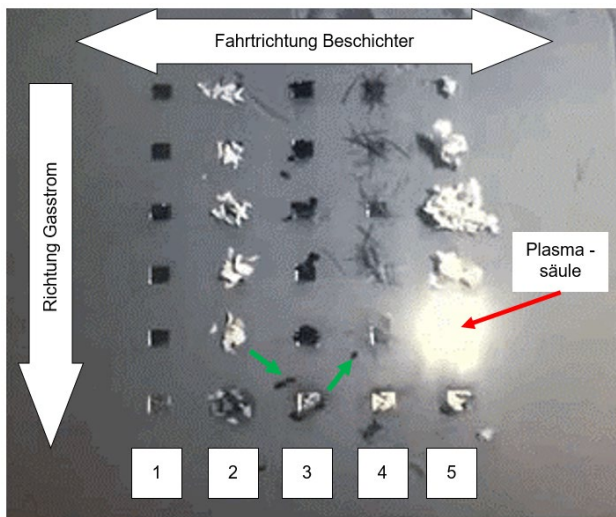


Abbildung 4: Position der Verunreinigungsschnipsel auf der Testprobe nach der ersten fortgesetzten Schicht. Grüne Pfeile: Verunreinigung Nr. 3 wurde vom Laser entfernt; Nr. 1: Ti-6Al-4V-Probekörper (ohne Fremdstoff), Nr. 2: Schnipsel eines Gummihandschuhs, Nr. 3: Schnipsel einer Gummilippe des Beschichters, Nr. 4: Pinselhaare, Nr. 5: Schnipsel von Papiertüchern

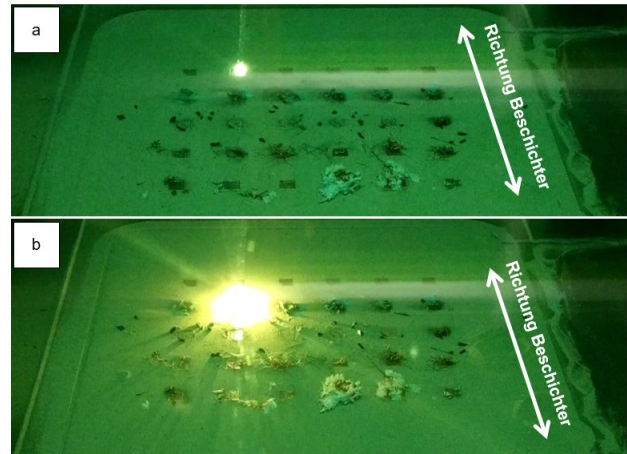


Abbildung 5: Veränderung des Plasmabogens, wenn der Laser auf organische Verunreinigungen trifft: 1) Plasmäsäule auf Ti-6Al-4V-Referenzgeometrie, 2) Plasmäsäule auf Gummihandschuh

#### 3.2 Mikrostruktur der Ti-6Al-4V-Probekörper

Der Einfluss der eingelegten Verunreinigungen auf die Mikrostrukturbildung der SLM Ti-6Al-4V-Legierung wurde mithilfe der Lichtmikroskopie und der Rasterelektronenmikroskopie (REM) mit EDX-Analyse untersucht. Um den Verunreinigungsbereich und die Veränderung in der Mikrostruktur entlang der Baurichtung zu erkennen, wurde der vorbereitete Würfelschnitt vor der Lichtmikroskopie-Untersuchung mit einer Wasserstoffperoxidlösung geätzt. Abbildung 6 zeigt die Mikrostruktur aus dem Längsschliff eines Testwürfels mit Gummihandschuh im differentiellen Interferenzkontrast- und Dunkelfeldmodus. Wie zu sehen ist, ist der Unterschied zur umgebenden Ti-6Al-4V-Mikrostruktur deutlich sichtbar. Die Existenz der organischen Verunreinigung während des SLM-Prozesses führt zu einer Unterbrechung der martensitischen Ti-6Al-4V-Struktur. Dieser unterscheidbare Bereich befindet sich etwa 300 µm unter den oberen Würfelflächen, was der Einsetzhöhe des Gummihandschuhs während der Probenherstellung entspricht. Aufgrund der begrenzten Auflösung der Lichtmikroskopie sind jedoch keine detaillierten Informationen zur Struktur des beobachteten Bereichs möglich. Die Schnitte aus den gedruckten Würfeln mit anderen Verunreinigungen (Gummilippe, Bürstenhaaren und Papiertüchern) wurden ebenfalls unter dem Lichtmikroskop untersucht. Bei diesen Proben konnte kein kontaminierter und unterscheidbarer Bereich von der Legierungsmatrix in der Mikrostruktur beobachtet werden. Dennoch kann die Existenz der genannten Verunreinigungen in der Mikrostruktur nicht ausgeschlossen werden und sind wahrscheinlich in der Materialstruktur gleichmäßig verteilt. Es ist auch vorstellbar, dass die Verunreinigungen in einem solchen Fall vollständig oder weitgehend vom Laserstrahl verbrannt und entfernt werden, bevor sie in die Schmelzzone eingeschlossen werden. Basierend darauf werden die Proben hier nicht weiter berücksichtigt. Da die Verunreinigung durch den Gummihandschuh jedoch in der Mikrostruktur deutlich zu erkennen ist, ist sie besser geeignet für eine weitere

Untersuchung, um die Rolle von organischen Verunreinigungen bei der Mikrostrukturbildung während des SLM-Prozesses zu verstehen.

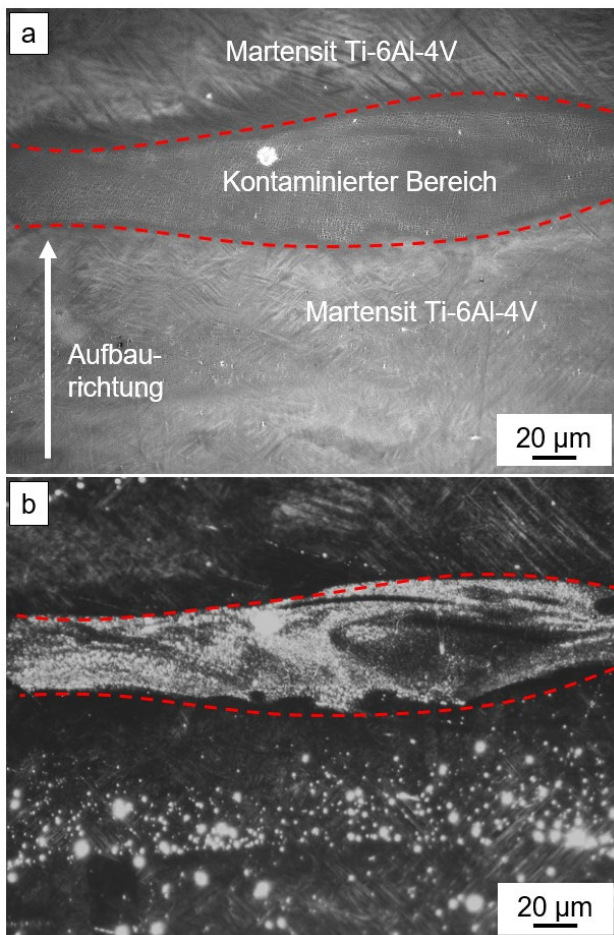


Abbildung 6: Lichtmikroskopie-Bilder von Ti-6Al-4V / Gummihandschuh in a) Differenziell-Interferenzkontrast und b) Dunkelfeld. Die rot markierte Fläche zeigt eine Strukturveränderung im Material. Diese befindet sich etwa 300 µm unter der Bauteiloberfläche, was der Einsetzhöhe der Verunreinigung entspricht. Dieser Bereich unterscheidet sich von der umgebenden martensitischen Struktur.

Um die feine Mikrostruktur des kontaminierten Bereichs mit Gummihandschuh aufzulösen und Informationen zur chemischen Zusammensetzung zu erhalten, wurde der Probenabschnitt in hoher Auflösung mit REM und EDX-Elementaranalyse sorgfältig beobachtet. Die REM-Aufnahmen aus verschiedenen Positionen im kontaminierten Bereich sind in Abbildung 7 dargestellt. Grundsätzlich repräsentiert der in Abbildung 7a markierte kontaminierte Bereich eine Zweiphasen-Mikrostruktur. Die hochvergrößerten Bilder aus zwei verschiedenen Positionen innerhalb des untersuchten Bereichs (Abbildung 7b und c) zeigen deutlich die Verteilung der beiden Phasen zueinander. Im Allgemeinen kann zwischen zwei mikrostrukturellen Erscheinungsformen unterschieden werden. In der ersten, wie in Abbildung 7b dargestellt, ist die dunkle Phase in der umgebenden Legierung in Form von Lamellen verteilt, die jedoch keinen kontinuierlichen Charakter haben. Es besteht aus vielen kleinen und getrennten Partikeln, d.h. kettenförmige Phase. In

der zweiten, wie in Abbildung 7c gezeigt, bildet die zweite dunkle Phase eine dendritische Struktur innerhalb der Legierung. Durch eine höhere Vergrößerung im Sekundärelektronendetektionsmodus in Abbildung 7d werden weitere Informationen über die Morphologie der aufgebauten Phase gewonnen. Gemäß den Aufnahmen besteht die neue Phase aus getrennten oder teilweise verschweißten Partikeln mit hauptsächlich kugelförmiger Morphologie und einer Größe von mehreren Hundert Nanometern. Der dunklere Kontrast in den SEM-Bildern in Abbildung 7b und c deutet auf das Vorhandensein von Elementen mit niedriger Ordnungszahl hin. Um diese Elemente zu identifizieren, wurden EDX-Spektren von verschiedenen Positionen, wie in Abbildung 8 gezeigt, gesammelt. Gemäß dem in Abbildung 7 dargestellten Ergebnis werden nur die Elemente Ti, Al, V und C erkannt. Durch den Vergleich der Spektren von Punkt 1 und 2 ist offensichtlich, dass im dendritischen Aufbau mehr Kohlenstoff vorhanden ist. Das Kohlenstoffspektrum von Punkt 1 (also von Ti-6Al-4V) stammt von der Kohlenstoffbeschichtung der Probe vor der Untersuchung. Das Spektrum, das von Punkt 3 genommen wurde, d.h. von einem Partikel, bestätigt ebenfalls das Vorhandensein von Kohlenstoff in der gebildeten Phase. Da hier keine anderen Elemente aus den organischen Verunreinigungen erkannt werden konnten, wie etwa Sauerstoff, bedeutet dies, dass die hinzugefügten Bestandteile des Gummihandschuhs unter dem Laserstrahl pyrolysiert werden und elementaren Kohlenstoff im Schmelzbad hinterlassen. Andere Elemente entweichen als gasförmige Nebenprodukte. Diese Pyrolyse und die Wechselwirkung zwischen den entstehenden Gasen und dem Laserstrahl könnten der Hauptgrund für die stärkere Beleuchtung in Abbildung 5b sein.

Die REM-Analyse ermöglicht jedoch keine abschließende Schlussfolgerung, ob es sich bei der erkannten zweiten Phase um elementaren Kohlenstoff oder eine Karbidphase handelt. Aufgrund der geringen Menge an Verunreinigungen ist eine Phasenanalyse mit anderen Methoden wie der Röntgenbeugung nicht möglich. Aber da Titan im schmelzflüssigen Zustand ein hoch reaktives Element ist, ist es unwahrscheinlich, dass elementarer Kohlenstoff diese extremen Bedingungen überleben kann und daher in elementarer Form erstarrt. In den Arbeiten beispielsweise von [19] und [20] wird ein partikelverstärkter Titan-Matrix-Verbundwerkstoff durch die in-situ-Reaktion von Titan und Kohlenstoff zu Titankarbid hergestellt. In [20] findet die Reaktion zwischen Titan und Kohlenstoffnanoröhren sogar im Festzustand statt. Daher handelt es sich bei der in dieser Arbeit beobachteten Phase höchstwahrscheinlich um eine TiC-Phase. Basierend auf Untersuchungen in [21] hängt die Morphologie des gebildeten TiC in der Ti-6Al-4V-Mikrostruktur vom Kohlenstoffgehalt ab. Mit steigendem Kohlenstoffgehalt (in der zitierten Arbeit Graphit von 0,15 auf 2%) ändert sich die Morphologie von Partikeln zu kurzen Stäben und schließlich zu einer dendritischen Struktur.



Ähnliche Beobachtungen werden in dieser Untersuchung gemacht, was bedeutet, dass die unterschiedliche Mikrostruktur in Abbildung 7b und c auf unterschiedliche lokale Verunreinigungs-niveaus und damit unterschiedliche Kohlenstoffgehalte zurückzuführen sein kann.

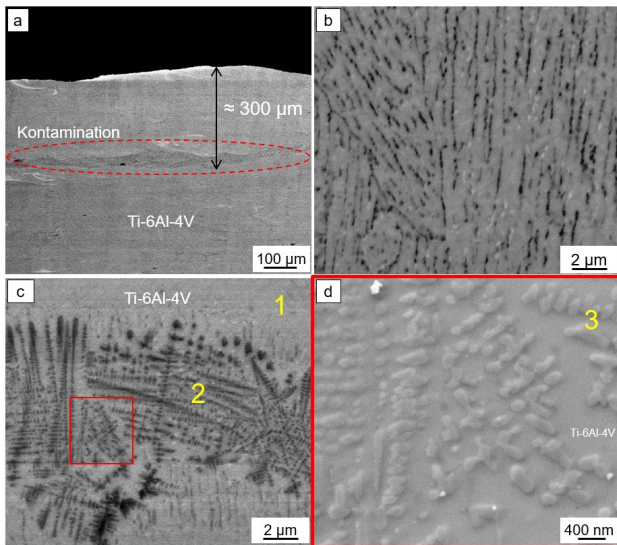


Abbildung 7: REM-Aufnahmen aus verschiedenen kontaminierten Bereichen aus dem Längsschliff der Ti-6Al-4V-Probe mit Verunreinigungen durch Gummihandschuhe. a-c) Rückstreuungselektronendetektormodus, d) Sekundärelektronendetektormodus. Die dunklen Bereiche in b und c werden durch die Verunreinigung durch den Gummihandschuh verursacht

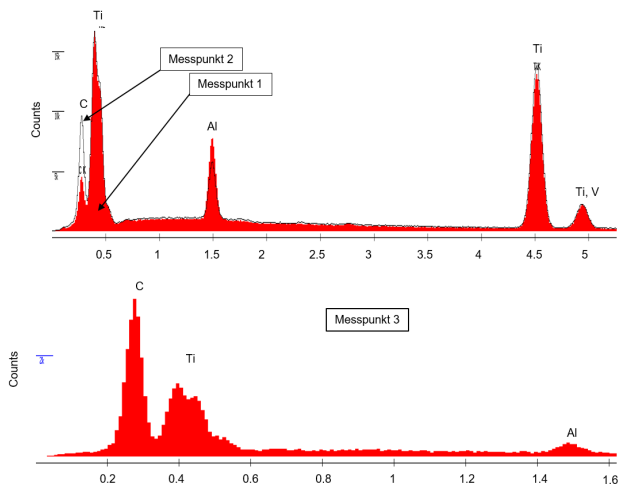


Abbildung 8: REM-EDX-Analyse der markierten Punkte in Abbildung 5a und b, die das Vorhandensein der Kohlenstoffverunreinigung in der Ti-6Al-4V-Mikrostruktur zeigen

## 4 Schlussfolgerung

Die Ergebnisse zeigen eindeutig den Einfluss von Fremdpartikeln auf die Ti-6Al-4V-Struktur. Es kann jedoch nicht ausgeschlossen werden, dass die Fremdpartikel während des Prozesses entfernt und nicht in das Schmelzbad sowie in das Material eingeführt werden, aufgrund der unterschiedlichen Prozesseinflüsse wie Gasflussgeschwindigkeit oder Laserleistung und -geschwindigkeit. Darüber hinaus ist eine hohe Menge an Fremdpartikeln erforderlich, um die Unordnung oder die neue Phase in der Ti-6Al-4V-Struktur zu erzeugen.

Abschließend sei darauf hingewiesen, dass die in diesem Rahmen absichtlich in den Prozess eingebrachte Kontamination hoch angesetzt wurde, um die Untersuchung ihrer Auswirkung auf die Mikrostruktur zu ermöglichen. Daher ist es unwahrscheinlich, dass dies in diesem Ausmaß in einem Standard-SLM-Prozess und unter strengen Vorbeugungsmaßnahmen auftritt. Dennoch sollten organische Substanzen vermieden werden, da sie aufgrund ihres Pyrolyseverhaltens eine Kohlenstoffquelle darstellen, die zu einer spröden Karbidphase in der Mikrostruktur führt. Ob dies die Einsatzfähigkeit der hergestellten Teile beeinflusst und in welchem Maße, hängt von der Morphologie, der Größe der gebildeten Phase und der betrachteten Eigenschaft ab. Beispielsweise kann nadelförmiges Karbid die Ermüdungslebensdauer von SLM-Titanlegierungsteilen negativ beeinflussen, da es als Keimbildungsstelle für defektauslösende Fehler wirken kann.

## Danksagung / Angaben zum Fördermittelgeber

Die Autoren dieser Veröffentlichung möchten sich beim Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR) für ihre finanzielle Unterstützung im Rahmen des Projekts LuFo V-3 PAULA und bei Liebherr-Aerospace Lindenberg GmbH für ihre Zusammenarbeit bedanken.

## Kontakt Daten

Kerstin Winkler, M. Sc.

Wissenschaftliche Mitarbeiterin Additive Fertigung  
Professur Strukturleichtbau und Kunststoffverarbeitung

Technische Universität Chemnitz

Email: [kerstin.winkler@mb.tu-chemnitz.de](mailto:kerstin.winkler@mb.tu-chemnitz.de)

Tel.: +49 (0) 371/531-34067

ORCID: 0000-0001-5530-0850

<https://www.leichtbau.tu-chemnitz.de/am/>

## Literaturverzeichnis

- [1] Altiparkmak, S. C.; Xiao, B.: A market assessment of additive manufacturing potential for the aerospace industry. *Journal of Manufacturing Processes* 68 (2021), p. 728-739. doi: 10.1016/j.jmapro.2021.05.072
- [2] Uckelmann, I: Buy-to-fly Ratio, Cutting Costs with Metal 3D Printing. *Materialise Manufacturing*. Materialise NV, 2017.
- [3] Liu, R.; Wang, Z.; Sparks, T.; Liou, F.; Newkirk, J.: Aerospace applications of laser additive manufacturing. In: *Laser Additive Manufacturing: Materials Design, Technologies and Applications*. Woodhead Publishing, 2017. p. 351-371. doi: 10.1016/C2014-0-03891-9
- [4] Dutta, B.; Froes, F. H.: *Additive Manufacturing of Titanium Alloys: State of the Art, Challenges, and Opportunities*. Elsevier Science, 2016. doi: 10.1016/C2015-0-02470-4
- [5] DIN EN ISO 52900: Additive manufacturing - General principles - Fundamentals and vocabulary, 2021.
- [6] Yadroitsev, I.; Yadroitsava, I.; Du Plessis, A.: Basics of laser powder bed fusion. In: *Fundamentals of Laser Powder Bed Fusion of Metals*. Elsevier Science, 2021. p. 18 ff. doi: 10.1016/B978-0-12-824090-8.00024-X
- [7] Russell, R.; Wells, D.; Waller, J. et al.: Qualification and certification of metal additive manufactured hardware for aerospace applications. In: *Additive Manufacturing for the Aerospace Industry*. Elsevier Science 2019. S. 33-66. doi: 10.1016/B978-0-12-814062-8.00003-0
- [8] Blakey-Milner, B; Gradl, P.; Snedden, G. et. al.: Metal additive manufacturing in aerospace: A review. In: *Materials & Design* 209. Elsevier Science, 2021. doi: 10.1016/j.matdes.2021.110008
- [9] DIN SPEC 17071: Additive Fertigung - Anforderungen an qualitätsgesicherte Prozesse für additive Fertigungszentren, 2019.
- [10] Seyda, V.; Emmelmann, C. (Hrsg.): *Werkstoff- und Prozessverhalten von Metallpulvern in der laseradditiven Fertigung*. Berlin: Springer Vieweg, 2018. p. 33-57. doi: 10.1007/978-3-662-58233-6
- [11] HSM Stahl- und Metallhandel GmbH: *Werkstoffdatenblatt 3.7164/Ti6Al4V Titan Grade 5, 2022*. [https://www.hsm-stahl.de/fileadmin/user\\_upload/datenblatt/HSM\\_Datenblatt\\_3.7164.pdf](https://www.hsm-stahl.de/fileadmin/user_upload/datenblatt/HSM_Datenblatt_3.7164.pdf). (online 07/05/2022).
- [12] Wycisk, E.; Emmelmann, C. (Hrsg.): *Ermüdungseigenschaften der laseradditiv gefertigten Titanlegierung Ti6Al4V*. Berlin: Springer Vieweg, 2017. doi: 10.1007/978-3-662-56060-0
- [13] Suresh, S.; Sun, C.-N.; Tekumalla, S.: Mechanical properties and in vitro cytocompatibility of dense and porous Ti-6Al-4V ELI manufactured by selective laser melting technology for biomedical applications. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 123. Elsevier Science, 2021. doi: 10.1016/j.jmbbm.2021.104712
- [14] AP&C, Ti-6Al-4V grade 23 powder, Material Certificate No: MC-17-0120, Quebec (Canada), 2017, Material Certificate.
- [15] Handke, V.: *Kornfeinung von Titanschweißnähten durch mechanisch-thermische Behandlung*. Doctoral thesis. Hamburg University of Applied Sciences, 2012.
- [16] Hooper, P. A.: Melt pool temperature and cooling rates in laser powder bed fusion. In: *Additive Manufacturing* 22. Elsevier, 2018. S. 548-559. doi: 10.1016/j.addma.2018.05.032
- [17] Böttcher, K.; Winkler, K.: *Microstructure Visibility of Additive Manufactured Ti-6Al-4V Geometries without Hydrofluoric Acid*. In: Müller, B. (ed.): *Fraunhofer Direct Digital Manufacturing Conference DDMC 2020*. Berlin: Fraunhofer Verlag, 2020.
- [18] Bin Anwar, A.; Ibrahim, I. H.; Pham, Q.-C.: Spatter transport by inert gas flow in selective laser melting: A simulation study. In: *Powder Technology* 352. Elsevier, 2019. p. 103-116
- [19] Wei, Z. J; Cao, L. et. al.: Microstructure and mechanical properties of TiC/Ti-6Al-4V composites processed by in situ casting route. In: *Materials Science and Technology* 27(8). Maney Publishing, 2011. p. 1321-1327. doi:10.1179/026708310X12699498462922
- [20] Wei, W.-H., Shao, Z.-N., Shen, J., & Duan, X.-M.: Microstructure and mechanical properties of in situ formed TiC-reinforced Ti-6Al-4V matrix composites. *Materials Science and Technology*, 34(2), p. 191-198. doi:10.1080/02670836.2017.1366737
- [21] Wang, X; Gai, P.-T.: Effect of carbon content on microstructure and property of TiC/Ti-6Al-4V composites. In *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 17. Science Press, 2007. p. 546-550

# Untersuchungen zu den Belastungsgrenzen des Polygonscansystems durch die genutzte Laserstrahlung

Marcel Wolf, Mathias Müller, André Streek  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Mittweida; Deutschland

Um die immer weiterwachsenden Laserleistungen der Lasergeräte auf dem Markt effektiv auf der Werkstoffoberfläche umsetzen zu können, werden extrem schnelle Laserstrahlablenksysteme benötigt. Zu diesem Zweck wurde in der Vergangenheit an der Hochschule Mittweida ein komplett neuartiges Polygonscannersystem entwickelt. Durch den steigenden Bedarf von immer kürzeren Laserpulsen und höheren Spitzenintensitäten der Industrie sollte das System hinsichtlich der Zerstörschwelle charakterisiert werden, um die Grenzen der optischen Schichten und somit des Scannersystems auszuloten. In der folgenden Arbeit wurde jedes optische Bauteil hinsichtlich der optischen Belastungsgrenze untersucht und charakterisiert. Augenmerk hierbei lag vornehmlich auf der Verwendung ultrakurzer Laserpulse aber auch thermale Belastungstests mittels kontinuierlichen Hochleistungslasern wurden durchgeführt.

## 1. Einleitung

Die Forschung und auch die Industrie fordern stetige Weiterentwicklung der bestehenden Technologie. Augenmerk liegt hierbei auf steigenden mittleren Laserleistungen aber auch kürzeren Pulsdauern, um die Vorteile der Laserbearbeitung immer besser nutzen zu können und neue Anwendungsgebiete zu erschließen. Schnelligkeit ist ebenso ein Schlüsselfaktor für einen effektiven Prozess. Deswegen rücken auch die Pulswiederholraten der Lasergeräte und ebenso die Strahlablenksysteme in den Fokus der Forschung. Gerade bei der Strahlablenkung über große Flächen, wie in [1], ergeben sich immense Möglichkeiten die Prozesse immer effektiver zu gestalten. Dazu wurde in der Vergangenheit an der Hochschule Mittweida ein neues Scansystem basierend auf der Polygonscantechnik entwickelt [2]. In der folgenden Arbeit wird der in Mittweida entwickelte Polygonscanner auf seine Belastbarkeit geprüft. Jedes einzelne sich im Strahlengang befindliche Bauteil wird hinsichtlich seiner Zerstörschwelle charakterisiert und somit die Grenzen des Gesamtsystems ausgelotet.

### Aufbau des Scanners

In Abbildung 1 ist der optische Aufbau des Polygonscannersystems dargestellt. Der Scanner verfügt über eine 30 mm Apertur. In dieser ist ein Einkoppelfenster zum Schutz vor Verschmutzungen verbaut. Der kollimierte Strahl trifft senkrecht auf dieses Fenster. Anschließend wird der Laserstrahl von dem rotierenden Doppelpolygonrad in eine Raumrichtung (y) abgelenkt. Durch die hohen möglichen Umdrehungen des Doppelpolygons bis zu 10.000 U/min und die daraus resultierenden hohen Ablenkgeschwindigkeiten in dieser Achse wird diese auch als engl. fast axis, also schnelle Achse bezeichnet. Pro Facette wird eine Bearbeitungslinie realisiert. Beim Wechsel der Facette wird der Laserstrahl über die schnelle Elektronik des Scanners abgeschaltet. In dieser Zeit wird die Position des Galvanometerspiegels angepasst (x) was als engl. slow axis, also langsame

Achse bezeichnet wird. So wird schlussendlich eine 2-D Linienbearbeitung bestehend auch einer schnellen und einer langsamen Achse realisiert. Um nun die Spitzenbelastungen auf den optischen Schichten zu spezifizieren, müssen die Winkel, in denen der Laserstrahl auf diese Flächen auftrifft, bekannt sein. Der Laserstrahl trifft in einem  $45^\circ$  Winkel auf die Polygonradspiegeloberfläche und wird doppelt umgelenkt. Durch die Rotation des Polygons verändert sich der Winkel in Y-Richtung von  $-11^\circ$  bis  $+11^\circ$ . Abschließend wird der Laserstrahl noch vom verbauten Galvanometerspiegel abgelenkt. Hier variiert der Winkel von  $-19^\circ$  bis  $+19^\circ$ . Der genaue Aufbau sowie Funktionsweise des Scansystems wird ausführlich [3] in und [4] erläutert.

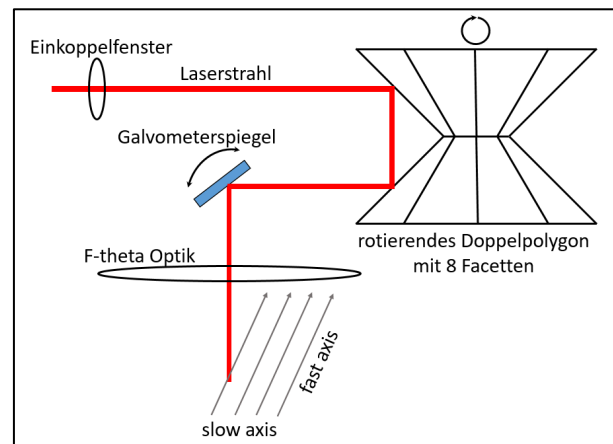


Abbildung 1: Schematische Abbildung des Strahlenverlaufes im Polygonscanner

## 2. Experimentelles Setup

Um die thermische Stabilität des Systems zu überprüfen, wurde der Scanner zunächst in eine Anlage integriert, welche über einen 3 kW singlemode Faserlaser verfügt. Der Scanner wurde mit voller Leistung 15 Minuten lang bei gleichbleibender Rotation des Polygonrades von 700 Umdrehungen pro Minute beaufschlagt. Anschließend wurden alle optischen Bauteile auf Beschädigungen der

optischen Schichten untersucht. Auf keinem der optischen Bauteile wurden Beschädigungen festgestellt. Um die Leistungsdichte weiter zu erhöhen, wurde das System in eine Anlage mit einem 10 kW singlemode Faserlaser der Firma IPG integriert. Auch hier wurde analog zum vorher durchgeführten Versuch der Scanner 15 Minuten lang bei einer Motorumdrehzahl von 700 U/min rotiert. Bei 2,5 kW beginnend wurde die Leistung stufenweise bis 10 kW erhöht. Auch nach diesem Test konnten keine Beschädigungen an den Bauteilen festgestellt werden. Im Folgenden sollen die thermische Belastungsgrenze und die Zerstörschwelle der optischen Schichten separat untersucht werden. Um die Zerstörschwellen der optischen Bauelemente herauszufinden, wurden für verschiedene Pulsenergien Einzelpulsabträge erzeugt. Hierzu wurde ein "Impulse" Lasersystem der Firma Clark genutzt. Die Charakteristika dieses Geräts sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Laserparameter Impulse	
Firma	Clark-MXR, Inc
Durchschnittliche Leistung	20 W
Repetitionsrate	single shot to 25 MHz
Pulsenergy	10 $\mu$ J
Pulsdauer	200 fs
zentrale Wellenlänge	1030 nm

Tabelle 1: Zusammenfassung der technischen Daten des genutzten gepulsten Lasersystems

Um die Leistungsdichte zum Zerstören der optischen Elemente zu erreichen, ist es notwendig die verwendete Laserstrahlung zu fokussieren. Dafür wurde in den folgenden durchgeführten Experimenten eine Optik mit der Brennweite  $f = 56$  mm sowie eine Optik mit der Brennweite  $f = 80$  mm verwendet. Durch die Verwendung dieser Optiken konnte die Fluenz in einem ausreichend großen Bereich variiert werden, um die Belastungsgrenze herauszufinden. Die Platzierung der optischen Bauteile in der Fokusebene ist in Abbildung 2 und Abbildung 3 schematisch dargestellt.

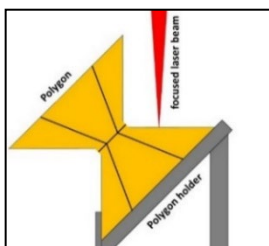


Abbildung 2: Setup zur Ablationsschwellenbestimmung der Polygonradbeschichtung

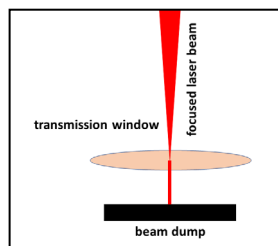


Abbildung 3: Setup zur Ablationsschwellenbestimmung der Einkoppelfenster-Beschichtung

### 3. Ergebnisse

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Experimente dargestellt.

#### Thermische Belastungsgrenze

In diesem Versuchsteil wurde wiederholt versucht die thermische Belastungsgrenze des Polygonrades zu erreichen. Hierzu wurde ein Polygonrad, welches nicht rotiert, in den Rohstrahl platziert. Der verwendete Leistungsmesskopf begrenzte die maximale Laserleistung auf 5 kW. Dieses Polygonrad wurde nun mit 5 kW unterschiedlich lange bestrahlt, um sich der Zerstörschwelle anzunähern. Des Weiteren wurde die Temperatur des Rades mittels eines Thermosensors überwacht. Nach einer Bestrahlungszeit von 5 Minuten musste dieser Versuch abgebrochen werden, da der Leistungsmesskopf aufgrund von Überhitzung die Messung unterbrochen hat. Das Polygonrad hat dadurch keinerlei Beschädigung erlitten, sodass weitere Versuche mit erhöhter Leistungsdichte durch fokussierte Strahlung durchgeführt werden müssen.

#### Schwellfluenzuntersuchung

Nachdem keine Zerstörung mittels kontinuierlicher Laserstrahlung erreicht wurde, sollten die optischen Teile hinsichtlich ihrer Zerstörschwelle mittels eines Ultrakurzpulslasers untersucht werden.

#### Transmissionsfenster

Der erste Teil der Experimente war die Bestimmung des Strahldurchmessers mit Hilfe der Liu-Methode. Das Transmissionsfenster wurde mit einzelnen Laserpulsen mit steigender Pulsenergie strukturiert. Für die Berechnung des Spotdurchmessers mit der Liu-Methode [5] muss der gemessene Durchmesser quadriert werden. Die Ablationstests auf der Oberfläche des Transmissionsfensters wurden mit einer Optik mit einer Brennweite von 56 mm durchgeführt, da hier höhere Ablationsschwellfluenzen erwartet wurden. Der gaußsche Strahlradius ( $w_0$ ) wurde mittels Liu-Methode berechnet. Dazu wird die folgende Gleichung verwendet.

$$w_0 = \sqrt{\frac{m}{2}} \quad (1)$$

$m$  repräsentiert hierbei den Anstieg der Anpassungsfunktion, die sich durch den Verlauf der quadrierten Ablationsdurchmesser in Abhängigkeit von der Pulsenergie ergibt. Auch die Ablationsschwellfluenz ist über die Parameter der Anpassungsfunktion möglich. Nur werden dabei die quadrierten Ablationsdurchmesser über die Fluenz aufgetragen und daran eine Funktion angepasst. Die notwendige Berechnungsgleichung der Ablationsschwellfluenz lässt sich wie folgt formulieren.

$$H_{th} = e^{\frac{-n}{m}} \quad (2)$$

Die Variable  $n$  beschreibt hierbei den Abstand der linearen Anpassungsfunktion zur Abszisse. Die Ergebnisse der ersten Untersuchungen sind in Abbildung 4 dargestellt.

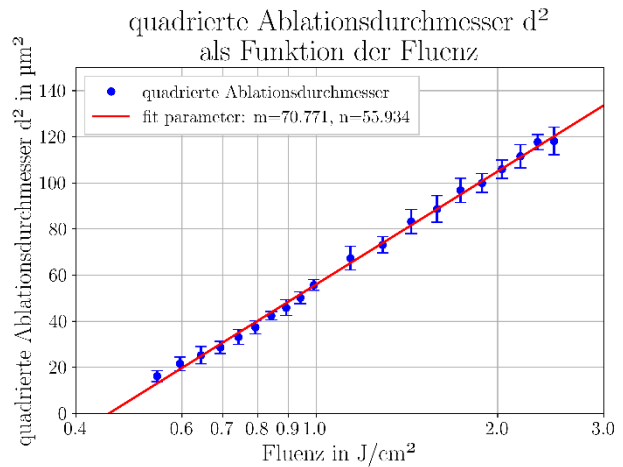
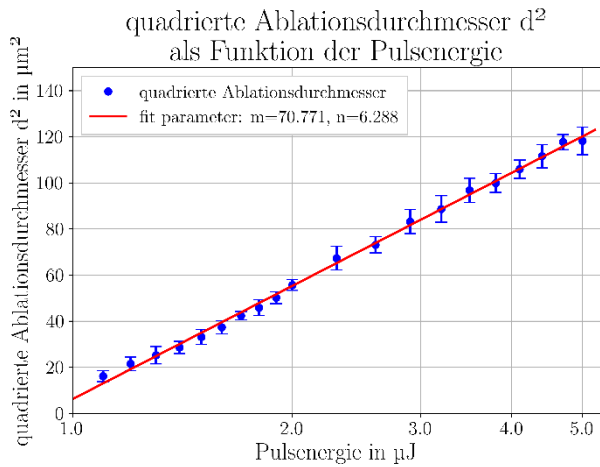


Abbildung 4 links: quadrierte Ablationsdurchmesser in Abhängigkeit von der Pulsenergie zur Spotbestimmung nach Liu mit  $f = 56 \text{ mm}$  Optik (Transmissionsfenster), rechts: quadrierte Ablationsdurchmesser in Abhängigkeit von der Fluenz zur Ablationsschwellenbestimmung mit  $f = 56 \text{ mm}$  Optik nach Liu (Transmissionsfenster)

Mit den Parametern der angepassten Funktion in Abbildung 4 links wird mit Gleichung (1) ein gaußförmiger Strahlradius von  $6 \mu\text{m}$  berechnet. Daraus ergibt sich ein gaußförmiger Strahldurchmesser von  $12 \mu\text{m}$ . Um diese theoretische Bestimmung zu prüfen, wurde das Strahlprofil mit einem Strahlanalysetool (Firma: Primes) vermessen. Die Ergebnisse der Messung sind in Abbildung 5 dargestellt.

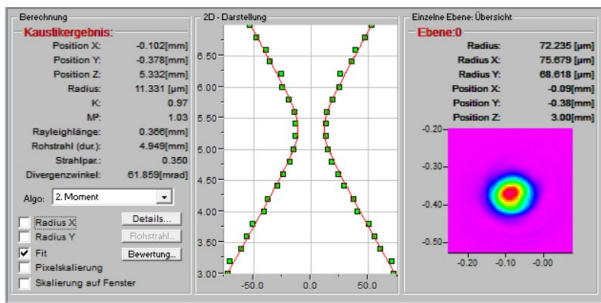


Abbildung 5: Vermessung des Strahlprofils mit  $f = 56 \text{ mm}$  Optik

Der Strahlradius der Messung beträgt  $11,3 \mu\text{m}$  und ergibt einen gaußförmigen Strahldurchmesser von  $22,6 \mu\text{m}$ . Da ein höherer Strahldurchmesser die Ablationsschwelle in der Berechnung senkt, wird der gemessene Strahldurchmesser von  $22,6 \mu\text{m}$  für die weitere Berechnung verwendet. In Abbildung 4 sind die Ergebnisse der Ablationsschwellenuntersuchungen dargestellt. Mit Gleichung (2) und den Parametern der angepassten Funktion in Abbildung 4 rechts wird eine Ablationsschwelle von  $0,45 \text{ J}/\text{cm}^2$  berechnet. Zum Nachweis der berechneten Ablationsschwelle des Transmissionsfensters wurde ein Test mit 10 Pulsen durchgeführt. In Abbildung 6 sind die Ablationstests mit 10 Pulsen nahe der berechneten Ablationsschwelle dargestellt. Abtragskriterien sind bis zu einer Fluenz von  $0,50 \text{ J}/\text{cm}^2$  sichtbar.

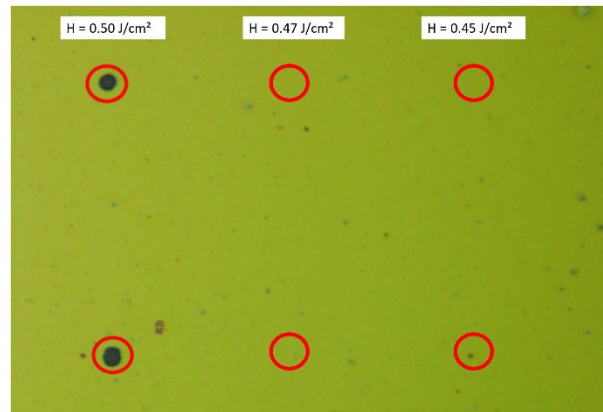


Abbildung 6: Ablationstest mit 10 Folgepulsen auf dem Transmissionsfenster nahe der errechneten Ablationsschwellfluenz

Bei einer Fluenz von  $0,47 \text{ J}/\text{cm}^2$  ist keine Ablation erkennbar.

### Polygonspiegel

Da es sich hierbei um ein Doppel-Polygonrad handelt, musste dieses mittels einer Halterung im  $45^\circ$  Winkel im Fokus platziert werden. Dies wurde mit der Halterung schematisch abgebildet in Abbildung 2 realisiert. Da für diese Versuche ein gebrauchtes Polygonrad verwendet wurde, war damit zu rechnen, dass zur Zerstörung geringere Fluenzen nötig werden. Deswegen wurde hier mit einer Optik mit  $80 \text{ mm}$  Brennweite gearbeitet. Die Beschichtung wurde mit Einzelpulsen mit abnehmender Pulsenergie abgetragen und eine logarithmische Funktion angepasst. Die Ergebnisse sind in Abbildung 7 und Abbildung 9 dargestellt.

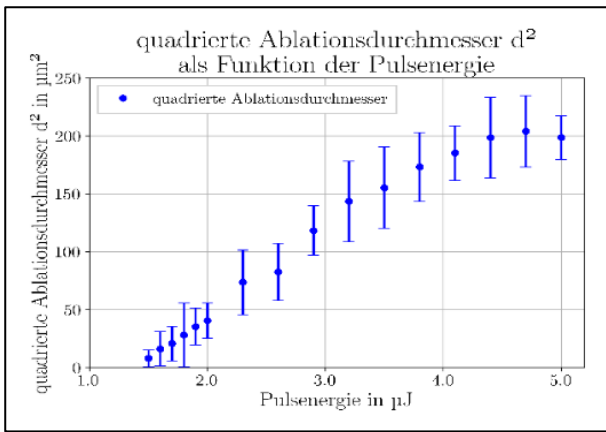


Abbildung 7: quadrierte Ablationsdurchmesser in Abhängigkeit von der Pulsenergie zur Spotbestimmung nach Liu mit  $f = 80$  mm Optik (Polygon)

Mit der angepassten Funktion aus den Datenpunkten aus Abbildung 7 und der Gleichung (1) wurde ein gaußförmiger Strahlradius von  $9,5 \mu\text{m}$  berechnet. Auch hier wurde das Strahlprofil mit einem Strahlanalysetool (Firma: Primes) gemessen, um Abweichungen im Strahldurchmesser zu reduzieren.

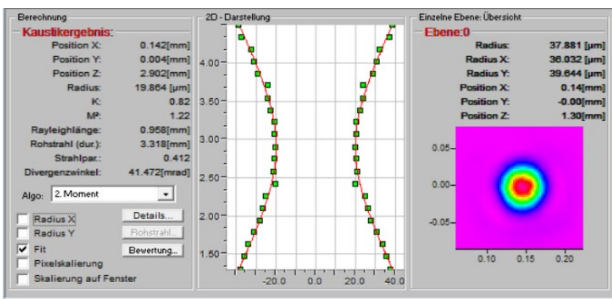


Abbildung 8: Vermessung des Strahlprofils der  $f=80$  mm Optik

Das Ergebnis der Strahlparametermessung ist in Abbildung 8 dargestellt. Es wurde ein gaußförmiger Strahlradius von  $19,9 \mu\text{m}$  gemessen. Für die weitere Berechnung der Fluenz wird der gemessene Strahldurchmesser verwendet. Die Ergebnisse der Ablationsversuche des Polygonrades sind in Abbildung 10 dargestellt. Zur weiteren Verbesserung der Genauigkeit bei der Berechnung der Ablationsschwelle enthält die angepasste Funktion in Abbildung 10 nur Datenpunkte, die in der Nähe der Ablationsschwelle liegen. Mit Hilfe der angepassten Funktion in Abbildung 10 rechts wurde eine Ablationsschwelle von  $0,69 \text{ J/cm}^2$  berechnet. Zur Überprüfung der berechneten Ablationsschwelle für die Polygonradbeschichtung wurde ein Test mit 10 Pulsen durchgeführt.

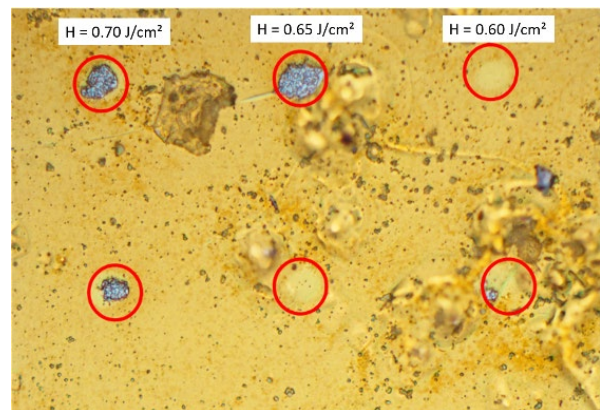


Abbildung 9: Ablationstest mit 10 Folgepulsen auf den Polygonspiegel nahe der errechneten Ablationsschwelle

In Abbildung 9 sind die Ablationstests mit 10 Pulsen nahe der berechneten Ablationsschwelle dargestellt. Abtragskrater sind bis zu einer Fluenz von  $0,70 \text{ J/cm}^2$  sichtbar, was sehr nah an der berechneten Abtragschwelle liegt. Bei einer Fluenz von  $0,60 \text{ J/cm}^2$  ist keine Ablation erkennbar.

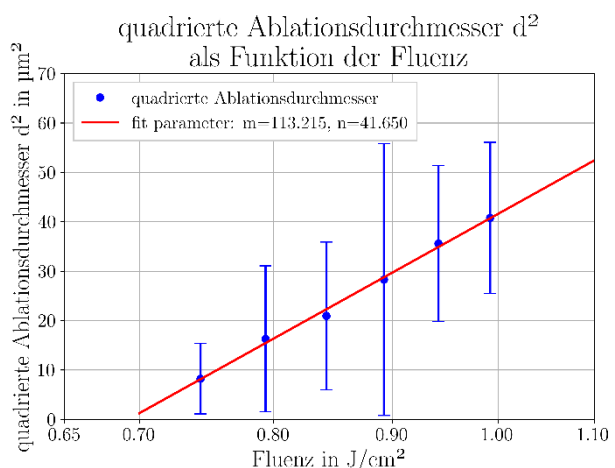
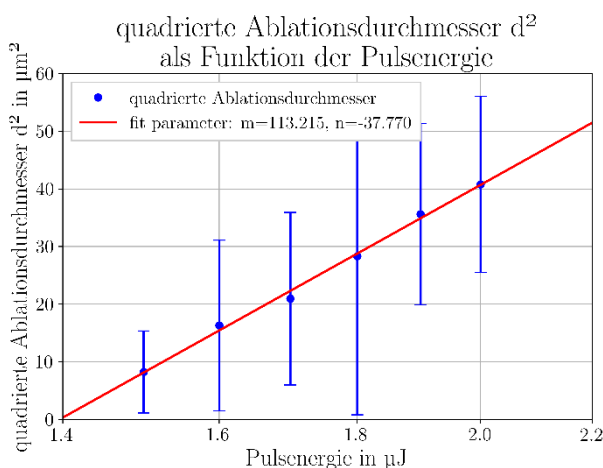


Abbildung 10 links: quadrierte Ablationsdurchmesser in Abhängigkeit von der Pulsenergie zur Spotbestimmung nach Liu mit  $f = 80$  mm Optik (Polygon), rechts: quadrierte Ablationsdurchmesser in Abhängigkeit von der Fluenz zur Ablationsschwellenbestimmung mit  $f = 80$  mm Optik nach Liu (Polygon)

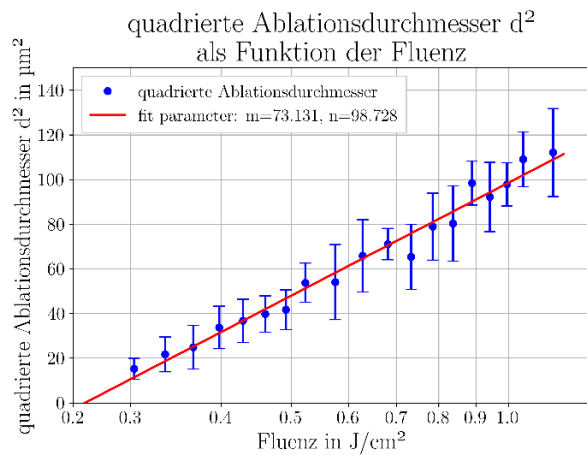
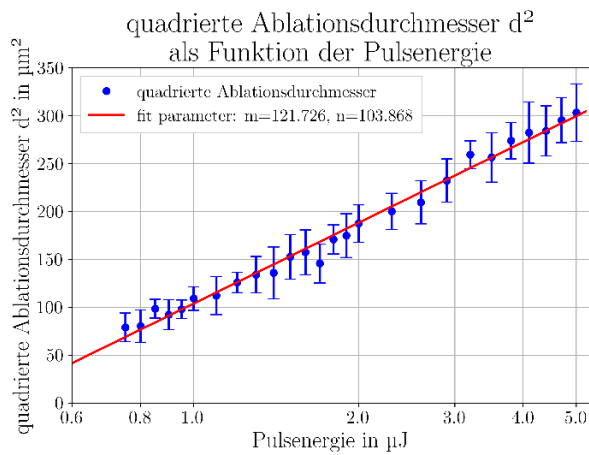


Abbildung 11 links: quadrierte Ablationsdurchmesser in Abhängigkeit von der Pulsenergie zur Spotbestimmung nach Liu mit  $f = 56$  mm Optik (Galvanometerspiegel), rechts: quadrierte Ablationsdurchmesser in Abhängigkeit von der Fluenz zur Ablationsschwellenbestimmung nach Liu mit  $f = 56$  mm Optik (Galvanometerspiegel)

### Galvanometerscannerspiegel

Aufgrund der hochreflektierenden Spiegelschicht des Galvanometerscannerspiegels wurde mit einer hohen Ablationsschwellfluenz gerechnet. Aus diesem Grund wurde zunächst eine Optik mit der Brennweite von 56 mm für die ersten Versuche eingesetzt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 11 ersichtlich. Der gaußförmige Strahlradius kann mit Hilfe der Gleichung (1) auf  $8 \mu\text{m}$  berechnet werden. Nun werden Ablationstests mit verschiedenen Fluenzen auf der Galvanometerspiegeloberfläche durchgeführt. Abbildung 11 rechts zeigt die Ablationsergebnisse auf der Galvanometerspiegelschicht. Mit den Parametern der angepassten Funktion in Abbildung 11 rechts und Gleichung (2) wurde eine Ablationsschwelle von  $0,26 \text{ J}/\text{cm}^2$  berechnet. Überraschenderweise konnte die Fluenz nicht fein genug abgestuft werden, um die Ablationsschwelle des Galvanometerspie-

gels sicher zu spezifizieren. Demzufolge wurden anschließend, mit einer Optik, die über eine Brennweite von 80 mm verfügt, noch einmal Versuche durchgeführt. Die Ergebnisse des Einzelpulsablationstests mit der Optik mit 80 mm Brennweite sind in Abbildung 12 dargestellt. Mit Hilfe der angepassten Funktion in Abbildung 12 rechts wurde eine Ablationsschwelle von  $0,20 \text{ J}/\text{cm}^2$  berechnet. Zur Überprüfung der berechneten Ablationsschwelle des Galvanometerscannerspiegels wurde ein Test mit 10 Pulsen durchgeführt. In Abbildung 13 sind die Ablationstests mit 10 Pulsen nahe der berechneten Ablationsschwelle dargestellt. Abtragskrater sind bis zu einer Fluenz von  $0,20 \text{ J}/\text{cm}^2$  sichtbar, was sehr nah an der berechneten Abtragungsschwelle liegt. Bei einer Fluenz von  $0,18 \text{ J}/\text{cm}^2$  und darunter sind keine Auswirkungen der Laserbestrahlung in den mikroskopischen Bildern der Spiegeloberfläche sichtbar.

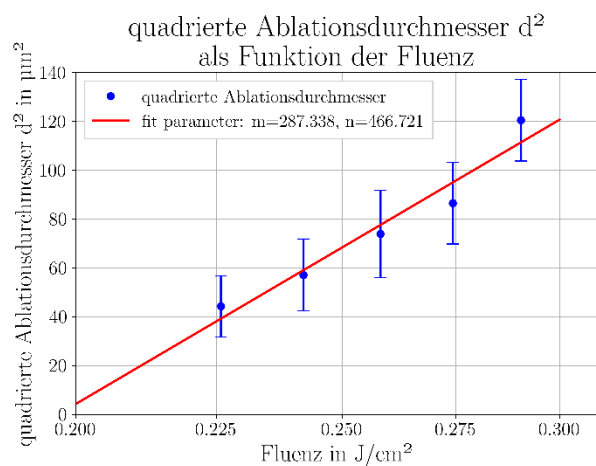
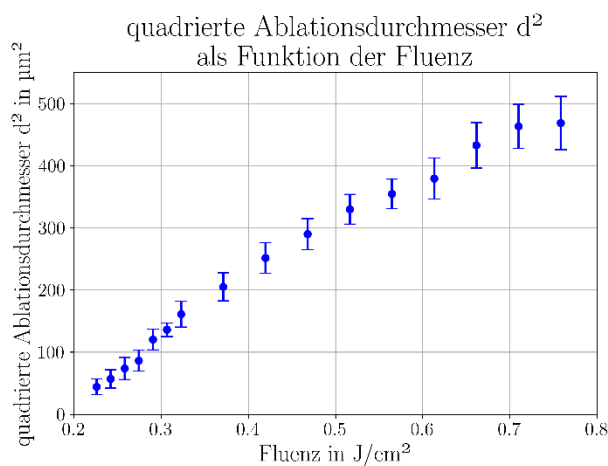


Abbildung 12 links: quadrierte Ablationsdurchmesser in Abhängigkeit von der Pulsenergie zur Spotbestimmung nach Liu mit  $f = 80$  mm Optik (Galvanometerspiegel), rechts: quadrierte Ablationsdurchmesser in Abhängigkeit von der Fluenz zur Ablationsschwellenbestimmung mit  $f = 80$  mm Optik nach Liu (Galvanometerspiegel)

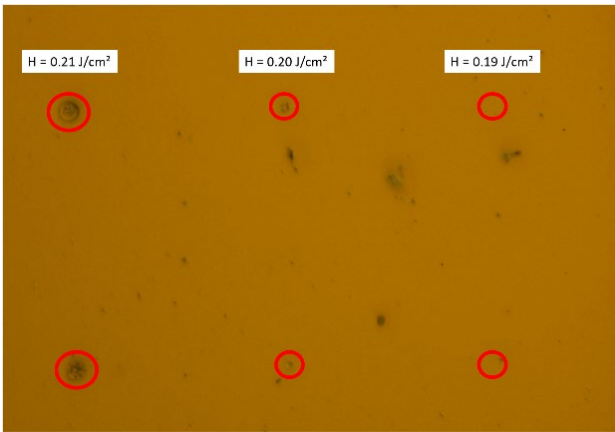


Abbildung 13: Ablationstest mit 10 Folgepulsen auf den Galvanometerspiegel nahe der errechneten Ablationsschwellfluenz

Das geplante Lasersystem im Projekt PULSE hat eine Rohstrahlfluenz von  $1,96 \cdot 10^{-4} \text{ J/cm}^2$ . Die Zerstörungsschwelle ( $0,20 \text{ J/cm}^2$ ) des Galvanometerscannerspiegels ist 1000-mal höher als die Fluenz des geplanten Lasersystems.

#### 4. Zusammenfassung und Ausblick

Die durchgeführten Experimente zeigen die Ablationsschwellfluenzen der optischen Teile im Polygonscanner. Eine Zusammenfassung der Ablationsschwellen der einzelnen optischen Teile im Scannersystem ist in Tabelle 2 aufgeführt.

Tabelle 2: Ergebnisse der Ablationsschwellenuntersuchungen

Zusammenfassung der Ergebnisse der Zerstörungsschwellenuntersuchungen		
Rostrahlfluenz des geplanten Lasersystems im Projekt PULSE in $\text{J/cm}^2$	optische Teile des Polygonscannersystems	Zerstörungsschwelle in $\text{J/cm}^2$
0.00019	Transmissionsfenster	0.50
	Polygonspiegel	0.69
	Galvanometerspiegel	0.20

Das geplante Lasersystem im Pulsprojekt wird eine geschätzte Fluenz im Rohstrahl von  $1,9 \cdot 10^{-4} \text{ J/cm}^2$  haben. Die experimentell ermittelten Ablationsschwellen der optischen Teile des Scannersystems halten Fluenzen von mindestens  $1 \cdot 10^{-1} \text{ J/cm}^2$  stand. Mit diesen Untersuchungen kann davon ausgegangen werden, dass die installierten optischen Teile und Beschichtungen der Strahlung des Pulslasersystems gewachsen sind. Abschließend soll eine Abschätzung zur maximal möglichen Durchschnittsleistung vom Lasergerät, mit der der Scanner beaufschlagt werden könnte, durchgeführt werden. Angenommen wird dazu ein üblicher Laseraufbau mit einem Rohstrahldurchmesser von 14 mm. Das schwächste Bauteil im Polygonscanner ist der Galvanometerspiegel. Dieser besitzt einen Scanwinkel von  $\pm 19^\circ$ . Das heißt, wenn der Galvanometerscanner Spiegel  $19^\circ$  dem Polygonrad zugeneigt ist, wird die bestrahlte Fläche auf dem Galvanometerspiegel minimal. Bei einem 14 mm Rohstrahl müsste ein Laser mit einer mittleren Leistung (bei einer Pulswiederholfrequenz von 25 MHz entsprechend dem Lasersystem Impulse) von 4.3 MW verwendet werden um die Zerstörungsschwellfluenz von  $0,2 \text{ J/cm}^2$  auf dem Galvanometerspiegel zu erreichen.

#### 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 private partnership (Photonics 21).



PHOTONICS PUBLIC PRIVATE PARTNERSHIP

This project has received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under grant agreement No 824996

This communication reflects only the author's view and the EC is not responsible for any use that may be made of the information it contains.



#### Literaturverzeichnis

- [1] Schille, Joerg; Schneider, Lutz; Ullmann, Francois; Mauersberger, Stefan; Loeschner, Udo (2017): *Bio-inspirierte Funktionalisierung von technischen Oberflächen durch Hochnrate-Lasermikrostrukturierung*.
- [2] Streek, André; Klötzer, Sascha *Polygonscantechnik für die Lasermikrobearbeitung*.
- [3] Marcel Wolf, Gianluca Deninno, Nello Li Pira, André Streek (2023): *Understanding applications of a multifunction tool polygon scanner* in: *Laser Focus World*, 2023, Volume 59 Issue 04 April 2023, 31–34.
- [4] Wolf, Marcel; Müller, Mathias; Streek, André *Die nächste Generation der Polygonscannertechnik in der Lasermaterialbearbeitung*.
- [5] Liu, J. M. (1982): *Simple technique for measurements of pulsed Gaussian-beam spot sizes* in: *Optics letters*, 7, 5, 196–198.



