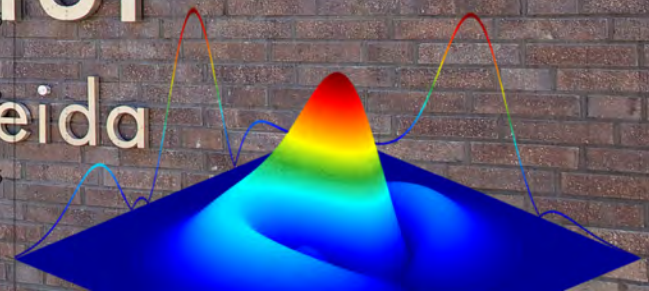




HOCHSCHULE  
MITTWEIDA

Laserinstitut  
Hochschule Mittweida

$|E|$  in V/m



Wissenschaftliche Berichte

# SCIENTIFIC REPORTS

10. Mittweidaer Lasertagung

16./17. November 2017 an der Hochschule Mittweida

Nr. 2, 2017

## **10. MITTWEIDAER LASERTAGUNG NOVEMBER 16-17, 2017**



### Tagungsband zur 10. Mittweidaer Lasertagung an der Hochschule Mittweida

#### **Impressum**

##### **Herausgeber:**

Hochschule Mittweida  
University of Applied Sciences

Der Rektor

Prof. Dr. phil. Ludwig Hilmer

Der Prorektor für Forschung und Entwicklung

Prof. Dr.-Ing. habil. Gerhard Thiem

(amtierender Prorektor, Stand 20.10.2017)

##### **Redaktion dieser Ausgabe:**

Hochschule Mittweida  
University of Applied Sciences

##### **Tagungsleiter:**

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

##### **Postanschrift:**

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

##### **Erscheinungsweise:**

unregelmäßig

##### **Schutzgebühr:**

50 Euro

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

##### **Bisher 2017 erschienen:**

18. Nachwuchswissenschaftlerkonferenz (NWK)

Nr. 1, 2017

Für den Inhalt der Beiträge sind die Autoren verantwortlich.

# Inhaltsverzeichnis

---

## SESSION 1

### MIKRO/NANO-LASERBEARBEITUNG 1

#### **Femtosecond laser pulses for photovoltaic bottom-up strategies** ..... 1

Stefan Andree<sup>1</sup>, Berit Heidmann<sup>2,3</sup>, Franziska Ringleb<sup>4</sup>, Katharina Eylers<sup>4</sup>, Jörn Bonse<sup>1</sup>,  
Torsten Boeck<sup>4</sup>, Martina Schmid<sup>2,3</sup>, Jörg Krüger<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

<sup>2</sup>Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie, Berlin

<sup>3</sup>Universität Duisburg-Essen und CENIDE, Fakultät für Physik, Duisburg

<sup>4</sup>Leibniz-Institut für Kristallzüchtung, Berlin

#### **Advances of high-brightness fiber laser for material processing** ..... 5

Michael Lee, IPG Laser GmbH

#### **Laser patterning of perovskite solar cells** ..... 7

Christof Schultz<sup>1,2</sup>, Felix Schneider<sup>1,2</sup>, Carola Ferber<sup>3</sup>, Lukas Kegelmann<sup>3</sup>, Steffen Meyer<sup>3</sup>,

Andreas Bartelt<sup>1</sup>, Bernd Rech<sup>3</sup>, Rutger Schlatmann<sup>1,2</sup>, Steve Albrecht<sup>3</sup>, Bert Stegemann<sup>1</sup>

<sup>1</sup>HTW Berlin - University of Applied Sciences

<sup>2</sup>Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie, PVcomB

<sup>3</sup>Helmholtz-Zentrum Berlin, Institut für Silizium-Photovoltaik

#### **Early motion of matter observed by ultrafast transient studies of reflectivity and absorption** ..... 11

Jan Winter<sup>a,b</sup>, S. Rapp<sup>a,b</sup>, R. Reiel<sup>a</sup>, M. Schmidt<sup>c</sup>, Heinz P. Huber<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Dept. of Appl. Sci. and Mech., Munich University of Applied Sciences, <sup>b</sup>Erlangen Graduate School in  
Advanced Optical Technologies (SAOT), Friedrich-Alexander-Universität, Erlangen-Nürnberg,

<sup>c</sup>Lehrstuhl für Photonische Technologien, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg

## SESSION 2

### MIKRO/NANO-LASERBEARBEITUNG ORGANISCHER MATERIALIEN

#### **Industrialisierung der Lasermaterialbearbeitung in der organischen Photovoltaik** ..... 14

Jan Rabe, Niels Friedrich-Schilling

Heliatek GmbH, Dresden

#### **Untersuchungen zu Resonant-Infraroter Laserablation (RIA) an PMMA und BK7 Glas durch ultrakurz gepulster Laserstrahlung** ..... 18

Eric Punzel, Markus Olbrich, Theo Pflug, Alexander Horn

Laserinstitut Hochschule Mittweida

#### **Laser-Mikrobearbeitung für medizintechnische Anwendungen** ..... 22

Ewa Hild, Klaus Stolberg, Susanna Friedel

Jenoptik Laser GmbH, Jena

#### **Universal micromachining platform for the manufacture and marking of microphysiological systems** ..... 26

Katja Günther<sup>1</sup>, Frank Sonntag<sup>2</sup>, André Hirsch<sup>3</sup>, Elmar Moritzer<sup>1</sup>, Udo Klotzbach<sup>2</sup>, Andrés Fabián Lasagni<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Technische Universität Dresden,

<sup>2</sup>Fraunhofer Institute for Material and Beam Technology IWS, Dresden

<sup>3</sup>Kunststofftechnik Paderborn, Universität Paderborn University

## SESSION 4

### HOCHRATE-LASERVERFAHREN

#### **Ultrafast Lasers Jump to Macro Applications** ..... 30

Martin Griebel, Walter Lutze, Jürgen Weißer, Jan Langebach

JENOPTIK Automatisierungstechnik GmbH, Jena

<b>High speed and high power laser material processing: New options for applications?</b> .....	35
Jens Hildenhagen <sup>1</sup> , Paul Bant <sup>2</sup> , Klaus Dickmann <sup>1</sup>	
<sup>1</sup> Laser Center of the University of Applied Sciences Muenster, <sup>2</sup> ILT Fineworks BV, Enschede	

<b>Großflächige und schnelle Funktionalisierung von technischen Oberflächen mittels Ultrakurzpuls-Laserbearbeitung</b> .....	37
L. Schneider, J. Schille, S. Mauersberger, K. Kujawa, U. Löschner	
Lasereinstitut Hochschule Mittweida	

## SESSION 5 MIKRO/NANO-LASERBEARBEITUNG 2

<b>High Precision Laser Processing with ultrashort pulse laser and rotating beam - Laser micro drilling, cutting an turning</b> .....	43
Florian Lendner, Anton Pauli, Dongping Wang	
GFH GmbH Deggendorf	

<b>Fiber lasers with pulse on demand</b> .....	48
Rok Petkovšek, Vid Agrež	
Faculty of Mechanical Engineering, University of Ljubljana, Slovenia	

<b>Coherent combination of high-power ultrafast laser systems</b> .....	51
Tino Eidam, Steffen Hädrich, Florian Just, Marco Kienel, Jens Limpert	
Active Fiber Systems GmbH	

<b>Prozess-optimized beamshaping for ultra-short material ablation by using a deformable mirror</b> .....	52
Marco Smarra, Anja Strube, Klaus Dickmann	
Lasierzentrum Fachhochschule Münster	

<b>Investigation of the thermal and optical performance of a spatial light modulator with 220W of picosecond laser exposure for materials processing applications</b> .....	55
G Zhu <sup>1</sup> , W Perrie <sup>1*</sup> , D Whitehead <sup>2</sup> , O J Allegre <sup>2</sup> , S P Edwardson <sup>1</sup> , L Li <sup>2</sup> and G Dearden <sup>1</sup>	
<sup>1</sup> Laser Group, School of Engineering, University of Liverpool	
<sup>2</sup> Laser Processing Research Centre, School of Mechanical, Aerospace and Civil Engineering, The University of Manchester	

## SESSION 6 SCHWEIßEN / ADDITIVE LASERVERFAHREN

<b>Herstellung dreidimensionaler Quarzglaskörper durch das selektive Laserstrahlsintern</b> .....	59
Anne-Marie Schwager, Jens Bliedtner, Armin Bruder, Kerstin Götze, Jan Dellith*	
Ernst-Abbe-Hochschule Jena, *Leibniz-Institut für Photonische Technologien	

<b>Wie sich durch berührungslose Strahlprofilmessungen die Eigenschaften additiver Fertigungsanlagen optimieren lassen</b> .....	63
Markus Revermann, Ophir Spiricon Europe GmbH, Darmstadt	

<b>Prozessoptimierung für die generative Fertigung von Mikro-Wärmeübertragern</b> .....	67
Martin Erler, Stefan Gronau, Julian Drechsel, Robby Ebert, Horst Exner	
Lasereinstitut Hochschule Mittweida	

## SESSION 7 BEARBEITUNG UND ABSCHIEDUNG VON SCHICHTEN

<b>UV microprocessing at macroscopic rate</b> .....	72
Ralph Delmdahl <sup>1</sup> , Heiner Eckermann <sup>2</sup>	
Coherent LaserSystems GmbH & Co. KG	
Coherent Shared Services BV	

<b>Optimization of search for laser marking colors durable against different environments</b> .....	75
Pavels Narica, Pavels Cacivkins Akademie für Technologie Rezekne, Lettland	

<b>PLD-preparation of carbon based multilayered coatings</b> .....	85
René Bertram, Steffen Weißmantel Lasereinstitut Hochschule Mittweida	

## POSTERSESSION 2017

<b>Development of a laser based procedure for forming of flexible edges and cavities of alumosilicate flat glass</b> .....	88
A. Dreher, J. Bliedtner, A. Barz, R. Hassel, A. Gruhle* Ernst-Abbe-University of Applied Sciences, Jena * Glamaco GmbH, Coswig	

<b>Die Applikationsvielfalt des scannerbasierten Laser-Remote-Verfahren am Beispiel einer Titanbox für den hermetischen Transport von Implantaten</b> .....	92
Andreas Hopf, Michael Güpner, Andreas Patschger, Jens Bliedtner Ernst-Abbe-Hochschule Jena	

<b>Beitrag zur Prozesseffizienz beim Laserauftragschweißen</b> .....	96
Michael Güpner, Jens Bliedtner Ernst-Abbe-Hochschule Jena	

<b>Experimentelle Untersuchungen zum Bohren von Mikrolöchern mit Ultrakurzpuls laserstrahlung</b> .....	100
Andreas Gruner, Jörg Schille, Udo Löschner Lasereinstitut Hochschule Mittweida	

<b>Vergleichende Untersuchungen zum Abtrag von Stahl und Eisen mit Pikosekundenlaserpulsen im Burst-Modus</b> .....	104
Daniel Metzner, Peter Lickschat, Steffen Weißmantel Lasereinstitut Hochschule Mittweida	

<b>Untersuchung der mechanischen Eigenschaften poröser Strukturen beim Lasermikrosintern</b> .....	108
Jens Woytkowiak, Robby Ebert, Horst Exner Lasereinstitut Hochschule Mittweida	

<b>Vergleich verschiedener physikalischer Modelle zur Beschreibung der polarisationsabhängigen Reflektometrie und Ellipsometrie</b> .....	111
Markus Olbrich, Matthias Frank, Theo Pflug, Alexander Horn Lasereinstitut Hochschule Mittweida	

<b>Laserstrahlschweißen mit 10 kW Monomode Faserlaser</b> .....	115
Jan Drechsel <sup>1)</sup> , Udo Löschner <sup>1)</sup> , Kevin Hanelt <sup>1)</sup> , Markus Revermann <sup>2)</sup> <sup>1)</sup> Lasereinstitut Hochschule Mittweida, <sup>2)</sup> OPHIR Spiricon Europe GmbH, Darmstad	

<b>Untersuchung der dynamischen Prozesse beim Erwärmen und Abtragen dünner Goldschichten nach Anregung mit ultrakurz gepulster Strahlung</b> .....	119
Theo Pflug, Markus Olbrich, Matthias Frank, Alexander Horn Lasereinstitut Hochschule Mittweida	

<b>Grundlagenuntersuchungen an dielektrischen Materialien mittels ultrakurzer Laserpulse .....</b>	<b>123</b>
Manuel Pfeiffer, Fabian Knebel, Steffen Weißmantel Laserinstitut Hochschule Mittweida	
<b>F2-Lasermikrostrukturierung von Mikro-Fresnel-Linsen .....</b>	<b>127</b>
Michael Pfeifer <sup>1</sup> , Sebastian Büttner <sup>1</sup> , Ruiyong Zhang <sup>2</sup> , Murat Serbay <sup>2</sup> , Steffen Weißmantel <sup>1</sup> <sup>1</sup> Laserinstitut Hochschule Mittweida, <sup>2</sup> FCI Deutschland GmbH, Berlin	
<b>Selektive Laserablation von dünnen Aluminiumschichten auf Quarzglas mit .....</b>	<b>131</b>
<b>Ultrakurz gepulster Laserstrahlung</b> Tina Viertel, Linda Pabst, Robby Ebert, Horst Exner Laserinstitut Hochschule Mittweida	
<b>High precision 3D micro processing of Molybdenum by ultrashort pulse laser ablation .....</b>	<b>137</b>
Mathias Müller, Robby Ebert, Horst Exner Laserinstitut Hochschule Mittweida	

# FEMTOSECOND LASER PULSES FOR PHOTOVOLTAIC BOTTOM-UP STRATEGIES

Stefan Andree<sup>1</sup>, Berit Heidmann<sup>2,3</sup>, Franziska Ringleb<sup>4</sup>, Katharina Eylers<sup>4</sup>, Jörn Bonse<sup>1</sup>,  
Torsten Boeck<sup>4</sup>, Martina Schmid<sup>2,3</sup>, Jörg Krüger<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Unter den Eichen 87, D-12205 Berlin

<sup>2</sup>Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie, Hahn-Meitner-Platz 1, D-14109 Berlin

<sup>3</sup>Universität Duisburg-Essen und CENIDE, Fakultät für Physik, Lotharstr. 1, D-47057 Duisburg

<sup>4</sup>Leibniz-Institut für Kristallzüchtung, Max-Born-Str. 2, D-12489 Berlin

A promising technology in photovoltaics is based on micro-concentrator solar cells, where the photovoltaic active area is realized as an array of sub-millimeter sized cells onto which the incident light is focused via microlenses. This approach allows to increase the cell efficiency and to realize much more compact modules compared to macroscopic concentrator devices. At the same time, expensive raw materials can be saved, which is of interest, for example, with respect to indium in the case of copper-indium-gallium-diselenide (CIGSe) thin film solar cells. Two methods to produce micro-sized precursors of CIGSe absorbers on molybdenum are presented using 30-fs laser pulses at 790 nm wavelength. On the one hand, a multi pulse surface structuring of the molybdenum film or the underlying glass substrate and a subsequent physical vapor deposition were used for a site-selective aggregation of indium droplets. On the other hand, a single pulse laser-induced forward transfer was utilized to selectively deposit combined copper-indium precursor pixels on the molybdenum back contact of the solar cell. Post-processing (selenization, isolation, contacting) of the laser-generated micro-sized precursors results in functional CIGSe solar cells.

## 1. Introduction

In photovoltaics, a rapid progress towards new absorber materials and more sophisticated solar cell designs is being made in pursuing the aim of increasing cell efficiency and reducing production costs. Amongst others, the micro-concentrator solar cell concept is a promising new approach [1,2]. Figure 1 depicts a scheme of a micro-concentrator solar cell arrangement. It combines the potential for saving of the solar micro absorber material, an improved heat dissipation resulting in reduced thermal losses compared to macroscopic concentrators, and an increase of the solar cell efficiency under concentrated illumination using microlenses.

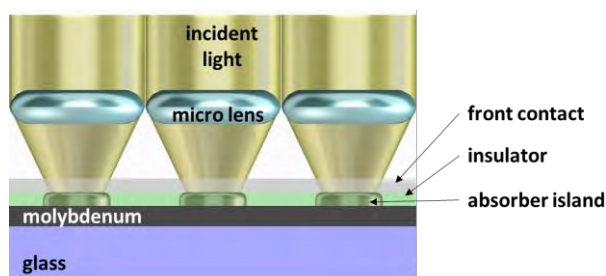


Fig. 1: Scheme of micro-concentrator solar cell concept

Copper-indium-gallium-diselenide ( $\text{Cu}(\text{In,Ga})\text{Se}_2$ , CIGSe) is a direct semiconductor, an excellent solar absorber, and a well established material in thin film photovoltaic technology with current record cell efficiencies of 22.6 % [3]. This value was obtained using a cell with an area of about 0.5 cm<sup>2</sup>. Starting from this high level, CIGSe appears very promising for micro-concentrator applications, which allow to save especially the rare and costly indium and to further increase the cell efficiency by light concentration.

In this paper, two technologically applicable processes to produce site-selective micro absorber islands on molybdenum-coated glass using femtosecond laser pulses are described. In a *direct focussing* geometry, either the underlying glass substrate or the back contact material molybdenum are locally roughened by a multi pulse 30-fs laser treatment at 790 nm wavelength. In a following physical vapor deposition (PVD) process, indium islands can be grown at the laser-defined ablation spots, serving as precursors for the production of micro absorbers [4,5]. A single pulse *laser-induced forward transfer* (LIFT) is used to selectively deposit copper and/or indium precursor pixels on the molybdenum back contact of the solar cell [6] which can be further processed to micro absorbers as parts of micro solar cells [7]. Both laser-based processes open up a new material saving bottom-up strategy for the production of CIGSe micro-concentrator solar cells.

## 2. Experimental

A Ti:sapphire laser (Femtolasers, Compact Pro) with a pulse duration of 30 fs at 790 nm wavelength was used for the experiments. Operating at 1 kHz repetition rate, a defined number of pulses (per spot) was selected by gating the laser electronics. The laser beam was directed onto the sample by means of a spherical mirror with a focal length of 50 cm. The focused Gaussian beam radius ( $1/e^2$ ) was determined to be of the order of 100  $\mu\text{m}$ .

For the laser experiments employing direct focussing, soda-lime floatglass samples (50×50×2 mm<sup>3</sup>, Weidner Glas) served as substrates. Deposition of molybdenum and indium was carried out by PVD in a high vacuum chamber with a base pressure of 10<sup>-6</sup> mbar at a substrate temperature of 510°C (for details, see [4]). Molybdenum films had a thickness of a few 100 nm. The indium “film thickness” of 100 nm

has merely a nominal meaning, since indium forms islands during the deposition.

Laser-induced forward transfer (LIFT) was performed with single laser pulses which were focused through a glass substrate onto the donor layer. Figure 2 provides a scheme of the LIFT experimental setup. The donor films were produced by PVD of indium and/or copper layers on 150  $\mu\text{m}$  thick microscopic cover slips. Depending on the laser energy density (fluence), a part of the donor layer can be transferred from the donor glass to the receiver substrate. Here, a glass substrate covered by a molybdenum film (intended as back contact of the solar cell) acted as acceptor. The spacing between donor and acceptor was set to 150  $\mu\text{m}$ .

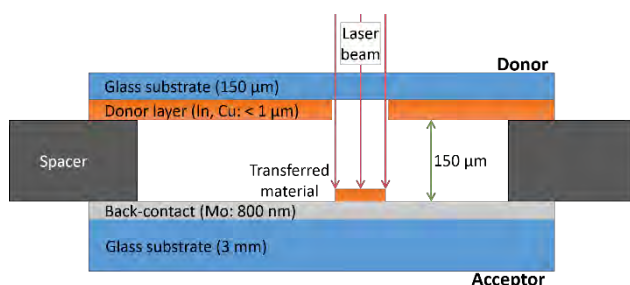


Fig. 2: Scheme of LIFT experimental setup

Arrays of precursors of micro absorbers can be produced by moving the sample relative to the fixed laser beam. These arrangements of absorbing pixels can be adapted to the geometry of the microlens array (Fig. 1) allowing optimum concentration conditions for the working micro solar cells. All laser experiments were done in ambient air.

Optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM) combined with energy-dispersive X-ray analysis (EDX) served for sample characterization.

### 3. Results and discussion

#### Direct focussing

Figure 3 shows two alternative paths for a substrate structuring followed by a PVD of indium to grow indium islands at the laser-irradiated spots.

Figure 3, left, depicts laser-structuring of the glass substrate before a molybdenum film and indium were both deposited by PVD. On the right side of Fig. 3, a molybdenum layer is deposited on the pristine glass substrate by PVD followed by laser treatment of the molybdenum layer and a subsequent PVD of indium. Both approaches according to Fig. 3 lead to technologically relevant results. As an example, Fig. 4 shows SEM pictures of a single fs-laser ablation spot on glass (Fig. 4a) and the same spot after deposition of molybdenum and indium (Fig. 4b).

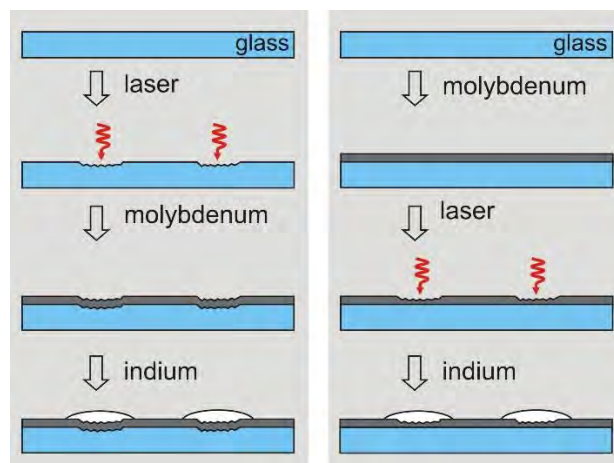


Fig. 3: Laser ablation of glass (left) or molybdenum on glass (right) for a subsequent growth of indium islands (adapted from [4])

Figure 4 demonstrates that indium islands as precursors for CIGSe solar cells can be grown at a laser-predefined position (Fig. 4a) on molybdenum as the standard back contact (Fig. 4b). A roughening of the surface without significant ablation of the glass substrate (Fig. 4a) or the back contact molybdenum (not shown here) is sufficient to act as a material trap for indium. The indium deposition parameters were optimized to manufacture island heights of about 2 – 3  $\mu\text{m}$  and diameters in the 50  $\mu\text{m}$  range meeting the geometrical requirements of micro-concentrator solar cells.

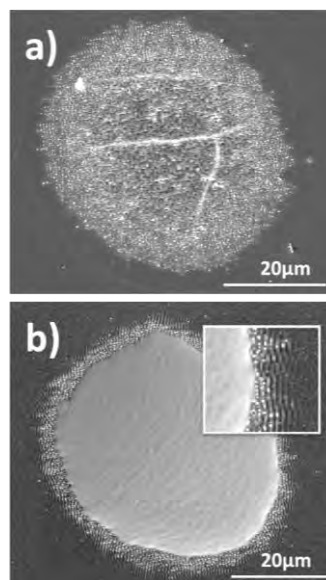


Fig. 4: Scanning electron micrographs of a laser-roughened spot on glass before (a) and after (b) indium island growth (inset: magnified island edge). Laser fluence: 1.6 J/cm<sup>2</sup>. Pulse number per spot diameter: 100



An array of laser processed spots with subsequent indium deposition is depicted in Fig. 5. The bright spots correspond to indium islands.

Obviously, indium islands grow exclusively at the laser-induced modification spots. No indium islands can be found at intermediate positions.

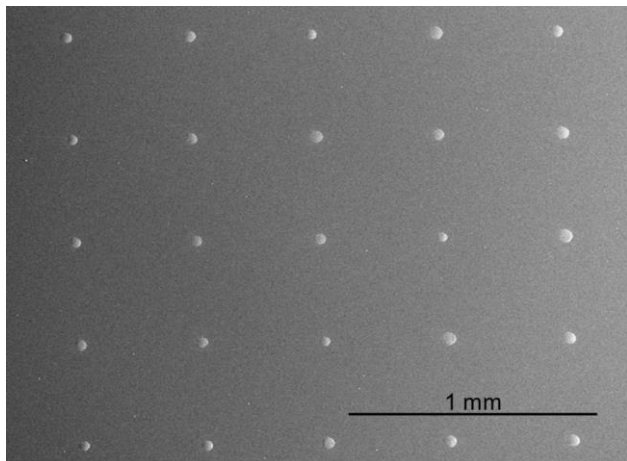


Fig. 5: Optical micrograph of an array of indium islands on molybdenum-coated glass

#### Laser-induced forward transfer

Laser-induced forward transfer (LIFT) was performed with various donor samples. Single layers of copper (10 - 100 nm thickness) or indium (150 – 1000 nm) as well as combined copper-indium layers (210 – 1010 nm) were used.

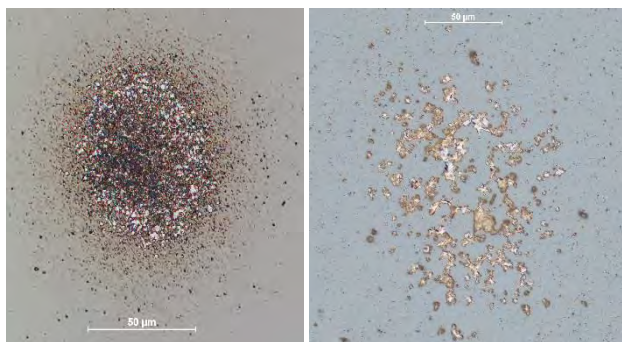


Fig. 6: Optical micrographs of indium LIFT deposits on molybdenum-coated glass. Donor layer thicknesses 150 nm (left) and 300 nm (right). Laser fluence: 7.8 J/cm<sup>2</sup>

Figure 6 shows OM pictures of transferred material on the acceptor side for two thicknesses of the indium donor film. For the 150 nm film, the indium deposit consists mainly of small nano-/micro particles but it looks almost homogeneous (Fig. 6, left). In contrast the deposit of a 300 nm thick indium layer consists of discontinuous fragments (Fig. 6, right). The fragmentation of pure indium films as a result of the LIFT process seems not to be appropriate for a subsequent processing to micro absorbers. Therefore, LIFT of combined copper-indium films was investigated with varying thicknesses of the single films. For all combined donor layers, copper was deposited first, due to its significantly higher melting point compared to indium.

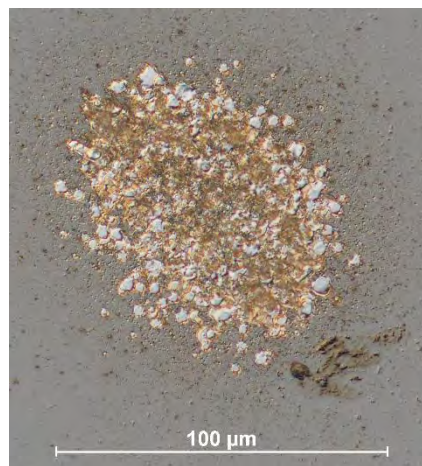


Fig. 7: Optical micrograph of a copper-indium LIFT deposit on molybdenum-coated glass. Donor: 20 nm copper, 200 nm indium. Laser fluence: 7.8 J/cm<sup>2</sup>

Figure 7 depicts a result of a LIFT process of a combined copper-indium donor layer. In contrast to pure indium films (Fig. 6), homogeneous and compact deposits are formed on the acceptor for the combined copper-indium donor layer.

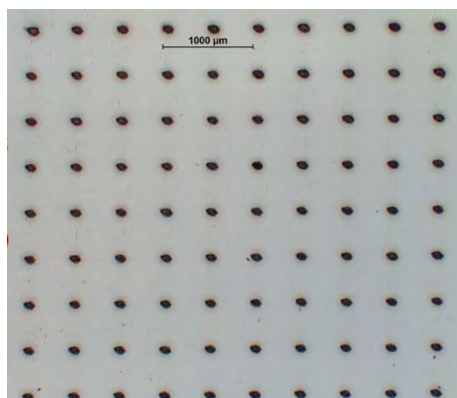


Fig. 8: Optical micrograph of an array of LIFT copper-indium deposits on molybdenum-coated glass. Donor: 20 nm copper, 200 nm indium. Laser fluence per spot: 7.8 J/cm<sup>2</sup>

Figure 8 displays an array of copper-indium deposits on molybdenum employing the same laser parameters as in Fig. 7. The reliability of the LIFT process for the production of regular arrangements of precursors of micro absorbers is demonstrated.

#### Processing to micro absorbers

The precursor material from both approaches, i.e. the direct focusing technique and the laser-induced forward transfer, can be processed to absorber material for solar cell applications. The deposition of gallium on samples with indium islands arranged by the direct laser focussing method yields In-Ga precursors. Subsequent deposition of copper followed by selenization in a rapid thermal processing step leads to CIGSe micro absorber islands. Originating from layer deposition of copper, ubiquitously grown copper selenides must be removed by a selective etching step afterwards.

The selenization via rapid thermal processing can be applied analogously to the Cu-In samples from the LIFT technique resulting in  $\text{CuInSe}_2$  absorber islands. However, due to the local deposition of all constituents, no chemical etching step is necessary. The opto-electronic properties of the resulting absorbers were investigated by photoluminescence mapping. The emission of both CIGSe and  $\text{CuInSe}_2$  islands indicated band gap energies, which are characteristic for the respective materials, across the entire island area. In addition, the phase composition was confirmed by X-ray diffraction measurements.

#### *Processing to solar cells and characterization*

The final processing of absorber islands to solar cells was realized by the introduction of an insulating layer, which separates back and front contact (see Fig. 1). For this purpose, the photo resist SU-8 was deposited via spincoating. Subsequently, its uppermost layer was removed in a mild etching step to reveal the top of the absorber islands for creating the p-n junction by wet chemical deposition of CdS and sputtering of intrinsic and Al-doped ZnO. Characterization by SEM/EDX measurements at cross sections of the resulting cells confirmed that the applied process steps created the desired cell structure. After electrical contacting, I-V measurements recorded at one sun illumination under a sun simulator yielded efficiencies in the range of 1.4 - 2.9% for all cells from both the LIFT approach and the indium islands grown on laser-patterned substrates.

#### **4. Conclusions**

Femtosecond-laser-based, material-efficient bottom-up approaches for the production of CIGSe micro-concentrator solar cells are reviewed. Both a local, laser-induced surface roughening of glass substrate or molybdenum back contact followed by PVD of indium as well as a LIFT process of combined copper-indium donor films result in selectively deposited precursor materials for micro solar absorbers. Working micro solar cells can be produced with efficiencies reaching 2.9 % for 1 sun illumination and showing enhancement under light concentration.

#### **Acknowledgements**

The authors gratefully acknowledge financial support by the German Research Foundation (DFG) through BO 1129/6-1, KR 3638/3-1, and SCHM 2554/3-1.

#### **References**

- [1] M. Paire, A. Shams, L. Lombez, N. Péré-Laperne, S. Collin, J.-L. Pelouard, J.-F. Guillemoles, D. Lincot, *Energy and Environmental Science*, 4 (2011), 4972-4977.
- [2] B. Reinhold, M. Schmid, D. Greiner, M. Schüle, D. Kieven, A. Ennaoui, M. Lux-Steiner, *Progress in Photovoltaics: Research and Applications*, 23 (2015), 1929–1939.
- [3] Zentrum für Sonnenenergie- und Wasserstoff-Forschung Baden-Württemberg, Press Release 09/2016, Stuttgart, June 15, 2016.
- [4] F. Ringleb, K. Eylers, T. Teubner, T. Boeck, C. Symietz, J. Bonse, S. Andree, J. Krüger, B. Heidmann, M. Schmid, M. Lux-Steiner, *Applied Physics Letters*, 108 (2016), 111904.
- [5] F. Ringleb, K. Eylers, T. Teubner, H.-P. Schramm, C. Symietz, J. Bonse, S. Andree, B. Heidmann, M. Schmid, J. Krüger, T. Boeck, *Applied Surface Science*, 418 (2017), 548–553.
- [6] S. Andree, B. Heidmann, F. Ringleb, K. Eylers, J. Bonse, T. Boeck, M. Schmid, J. Krüger, *Applied Physics A*, accepted.
- [7] B. Heidmann, F. Ringleb, K. Eylers, S. Levenco, J. Bonse, S. Andree, J. Krüger, T. Unold, T. Boeck, M. Lux-Steiner, M. Schmid, *Materials Today Energy*, submitted.

# ADVANCES OF HIGH-BRIGHTNESS FIBER LASER FOR MATERIAL PROCESSING

Michael Lee

IPG Laser GmbH, Siemensstr. 7, D-57299 Burbach

In der letzten Dekade haben sich vor allem Faserlaser in industriellen Massenapplikationen der Materialbearbeitung wie Schneiden, Schweißen, Markieren, Bohren und Reinigen etabliert. Gerade IPG's Geschäftsmodell der hohen Eigenfertigungstiefe ermöglichte die Kosten, die Technologie sowie die Zuverlässigkeit enorm zu verbessern und verdrängte konkurrierende klassische Laserkonzepte weitgehend.

In den letzten Jahren haben die Entwicklung der E-Mobilität sowie neuer Kommunikationsgeräte den Bedarf an prozesssicheren Schweiß-/Schneidapplikationen herausfordernder Materialien wie Kupfer und Aluminium gefördert. Bei der immerwährenden Aufgabe die Kosten zu senken und Qualität zu verbessern, haben IPG's Faserlaser mit grundmodaler Strahlqualität beide Aufgaben erfolgreich bewältigt.

## 1. Einleitung

Laser in der industriellen Fügetechnik sind seit langem beherrscht. Dennoch stellen Werkstoffe wie Kupfer und Aluminium die Anwender vor Herausforderungen. Besonders Kupfer ist aufgrund der physikalischen Eigenschaften nicht einfach prozesssicher zu verarbeiten. Doch Dank der Verfügbarkeit von grundmodalen NIR cw Faserlasern können nun stabile und defektfreie Verbindungen geschweißt werden. Die Ergebnisse und Laserquellen werden nun näher vorgestellt.

## 2. Anwendung: Schweißen von Kupfer und Aluminium

Leitende Verbindungen aus Kupfer und Aluminium (artenrein oder kombiniert) sind vor allem in Batterien in der E-Mobilität sowie in Smartphones und Tablet PC's von stets steigender Bedeutung. Dabei sollen mechanisch belastbare Verbindungen mit geringstem Übergangswiderstand entstehen, wobei klassische Löt- und Klemmkonzepte versagen.

In der Vergangenheit waren NIR Laser zum Schweißen von Kupfer vor allem durch deren physikalische Eigenschaften (hohe Reflektivität und hohe Wärmeleitfähigkeit) in der Anwendung begrenzt. Dank industriell verfügbarer Faserlaser mit exzellenter grundmodaler Strahlqualität kann dieser Nachteil gegenüber anderen Wellenlängen vernachlässigt werden. Grund dafür ist die drastisch ansteigende Absorption von Kupfer im Schmelzbad. Hat es im festen Zustand <4% Absorption, so steigt dies bis auf zu 60% in einem erzeugten Keyhole an (siehe Tabelle 1).

"Zustand"	Absorption (%)
Fest	4
Flüssig	10
Keyhole	> 60

Tab. 1: Absorption von NIR Laserstrahlung von Kupfer.

Es gilt somit zügig ein Schmelzbad bzw. Keyhole durch hohe Intensitäten auf dem Material zu erzeugen um einen stabilen Prozess zu ermöglichen. Dafür eignen sich Singlemode-Faserlaser, welche eine mehrfach höhere Intensität im Fokus erzeugen als Multimodelaser. Durch Aufnahmen mit Hochgeschwindigkeitskameras hat sich gezeigt, dass bereits in weniger als 1ms das Schmelzbad entsteht und ein Keyhole eröffnet wird.

Spot Durchmesser ( $\mu\text{m}$ )	Intensität ( $\text{W}/\text{cm}^2$ )
30	1.4E+8
100	1.3E+7
200	3.2E+6

Tab. 2: Intensität bei 1kW Leistung und 1:2 Abbildung mittels F-Theta Linse ( $f = 254\text{mm}$ ).

Da flüssiges Kupfer eine geringe Oberflächenspannung und Viskosität aufweist führt dies oft zu einem instabilen Schmelzbad und Spritzerbildung bei geringeren Schweißgeschwindigkeiten aufgrund einer Überhitzung. Dies kann mit ansteigender Geschwindigkeit verbessert, aber nicht vollends vermieden werden. Zusätzlich geht die Einschweißtiefe verloren (siehe Abb.1).

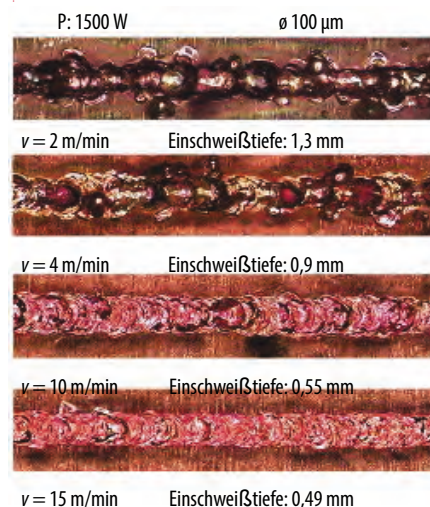


Abb. 1: Einfluss der Vorschubgeschwindigkeit auf Qualität und Tiefe der Schweißnaht.

IPG's Lösungsansatz zur Vermeidung der Spritzer ist die Kombination einer schnellen Strahloszillation, dem sogenannten Wobbeln, mit einer variablen Vorschubgeschwindigkeit. Hierzu verwendet man 2AchS-Galvoscanner, die den Strahl mit hohen Frequenzen (bis zu 1kHz) zum Beispiel kreisförmig bewegen (siehe Abb. 2.).

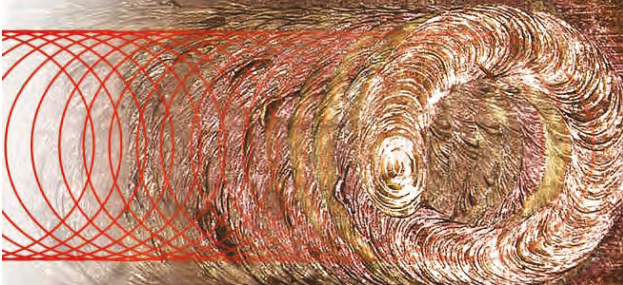


Abb. 2: Nahtoberfläche bei 1m/min Vorschub, Wobbleradius 0.5mm Freq. 100Hz.

Dadurch entsteht ein lokales Schmelzbad, welches durch frei wählbare Prozessparameter (Leistung, Wobelfrequenz, Wobelhöhe, Vorschubgeschwindigkeit) zu einer optimierten und qualitativ hochwertigen Nahtgeometrie führt.

Das Potential der Wobbeltechnik wird ersichtlich in der Abb. 3. und 4. Bei dem relativ geringen Vorschub von 1m/min werden stabile Anbindungsquerschnitte defektfrei von Anfang bis Ende der Naht erzeugt (siehe auch Abb. 5).

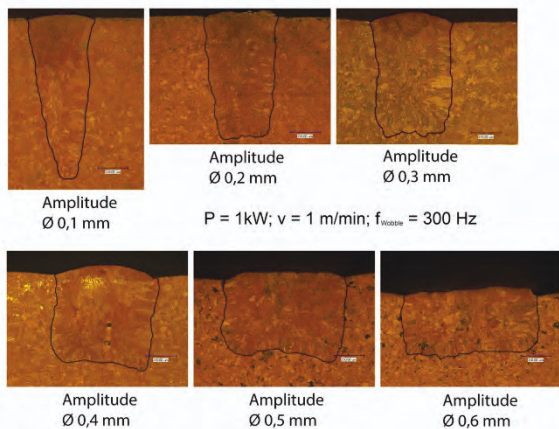


Abb. 3: Einschweißtiefe bei versch. Wobbleamplituden.

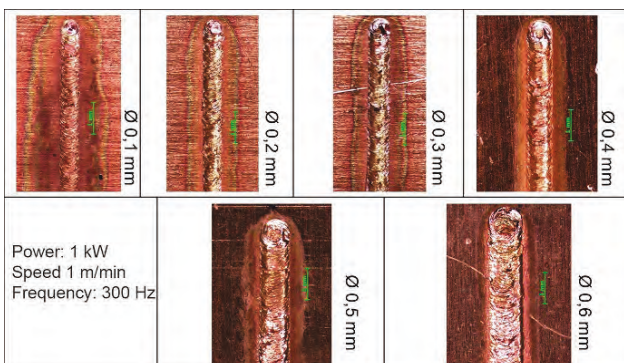


Abb. 4: Nahtoberfläche bei versch. Wobbleamplituden.

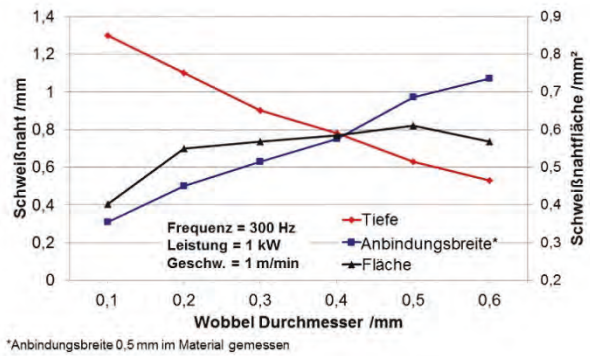


Abb. 5: Nahtgeometrie bei versch. Wobbleamplituden.

### 3. Faserlaser hoher Strahlqualität

Für die Untersuchungen wurden industrielle singlemode Faserlaser verwendet, welche mit einer Strahlqualität  $M < 1.3$  und Leistung bis 10kW verfügbar sind. Gerade in der letzten Dekade hat IPG durch innovative Fasermodule und Pumpkonzepte die Leistungen enorm gesteigert. Heutzutage sind in der YLR Serie bis zu 2kW in einem 19" Rack-Gehäuse mit 4 Höheneinheiten verfügbar. Durch die Effizienzen von  $>40\%$  (opt. zu elektr. Leistung) können die Geräte mit Standard 220V betrieben werden.

Die YLS Serie liefert im Kabinett bis zu 10kW grundmodaler Strahlung (siehe Abb 6.)



Abb. 6: Singlemode-Faserlaser: 2kW Rack YLR-2000-SM (links) und 3kW Kabinett YLS-3000-SM (rechts).

### 4. Zusammenfassung

Die Ergebnisse zeigen das grundmodale industrielle und ökonomische NIR Faserlaser die Herausforderungen bei der Verarbeitung von Kupfer sehr gut meistern. Diese Ergebnisse lassen sich auch bei Aluminium reproduzieren.

Durch die hohen Intensitäten im Fokus wird der Prozess zuverlässig in  $<1ms$  gestartet. Die Ausbildung eines sog. Keyhole ermöglicht  $>60\%$  der Leistung eines 1070nm Faserlasers im Material zu deponieren. Gezeigt wurde das der Schweißprozess über eine dynamische Strahlablenkung sicher und qualitativ hochwertig geführt werden kann. Durch eine individuelle Variation der Prozessparameter kann die Nahtgeometrie für das Bauteil optimiert und stabile Anbindungsquerschnitte erzeugt werden.

# LASER PATTERNING OF PEROVSKITE SOLAR CELLS

Christof Schultz<sup>1,2</sup>, Felix Schneider<sup>1,2</sup>, Carola Ferber<sup>3</sup>, Lukas Kegelman<sup>3</sup>, Steffen Meyer<sup>3</sup>,  
Andreas Bartelt<sup>1</sup>, Bernd Rech<sup>3</sup>, Rutger Schlatmann<sup>1,2</sup>, Steve Albrecht<sup>3</sup>, Bert Stegemann<sup>1</sup>

1. HTW Berlin - University of Applied Sciences, Wilhelminenhofstr. 75A, D-12459 Berlin,
2. Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie, PVcomB, Schwarzschildstr. 3, D-12489 Berlin
3. Helmholtz-Zentrum Berlin, Institut für Silizium-Photovoltaik, Kekuléstraße 5, 12489 Berlin

Perovskite solar cells based on inorganic-organic metal halides have been tremendously improved over the last few years. At small lab-scale solar cells with power conversion efficiencies comparable to established crystalline silicon solar cells were fabricated. Successful up-scaling to large module sizes requires monolithic interconnection processes. Here we report on the development of laser scribing processes of the P1, P2 and P3 patterning steps to interconnect perovskite solar cells. Particular emphasis is put on the P2 laser patterning step as it is known to induce detrimental material modifications of the absorber layer. Suitable process parameters were identified by systematic variation of the pulse length, the wavelength and the processing side. Systematic analysis of the laser-scribing results allowed us to establish processes for successful monolithic serial integration and the fabrication of a 3-cell mini-module.

## 1. Introduction

Laser processing is a widely accepted method in thin-film photovoltaics as high module voltages are obtained via laser-assisted monolithic serial interconnection. Thin-film solar cells consist of a stack of different layers. After a layer is deposited, subsequent laser-patterning produce fine grooves in the layer. The next material deposition is again followed by laser patterning. Thus, by alternating deposition and laser-assisted selective material removal electrically interconnect thin-film solar cells are produced. Three patterning steps (so called P1, P2, and P3) are usually necessary. The area between the P1 and the P3 scribe (so-called dead area) cannot be used for energy conversion and should therefore be minimized. For common thin-film technologies, such as thin-film Si and CIGSe, the interaction of the laser irradiation with the different layers has been extensively studied, and laser patterning for serial interconnection is well-established even in industrial production [1, 2].

Recently, perovskite solar cells based on metal halides (MHPs) have emerged as a very promising technology since it combines low-cost solar cell production with outstanding power conversion efficiencies [3]. For lab-scale solution processed cells, where no patterning is necessary, the present efficiency record is 22 % [4]. However, up-scaling from lab-scale to industrial relevant production sizes requires serial interconnection. In Fig. 1 the patterning of a perovskite solar cell layer stack is schematically illustrated.

A few groups have reported on successful laser-based serial interconnection of perovskite solar cells and the fabrication of different mini-module [5-8]. According to these results particularly the P2 scribe is challenging and might be the origin of a distinct performance drop when advancing from the cell to module level. The rather low open circuit voltages ( $V_{oc}$ ) and low fill factors (FF) imply, that laser induced effects might be responsible for power losses.

Thus, we aim at establishing proper process windows for the P1, P2 and P3 patterning steps by systematic variation of the laser pulse energy and subsequent comprehensive characterization of the material properties of the laser-patterned area. While successful P1 and P3 patterning is characterized by a sufficiently large isolation resistance across the corresponding scribe, successful P2 patterning requires a clean, debris-free bottom of the patterned scribe to enable low contact resistances. Main challenges for P2 and P3 patterning are the thermal sensitivity of the inorganic-organic compound perovskite structure [9, 10]. Thus, in accordance with established patterning processes for micromorph solar silicon, the laser patterning for the perovskite based cells is carried out from the glass-side to benefit from mechanically stress assisted disintegration [11]. Successful process development of laser patterning as well as electrical functionality of the serial interconnection will be demonstrated by a first perovskite mini-module.

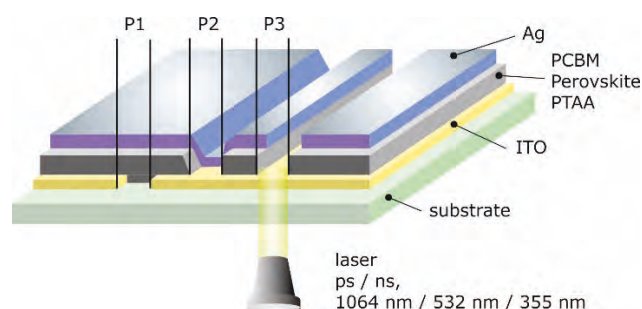


Fig. 1: Schematic illustration of the Perovskite solar cell stack and the laser scribing processes P1, P2 and P3.

## 2. Experiment

### 2.1 Sample preparation

The perovskite solar cell samples were prepared according to the process established for perovskite single junction and tandem solar cells at the

Helmholtz-Zentrum Berlin [12, 13]. The deposition process is carried out by spin coating. These cells have shown highest efficiencies of 18 % [12, 13]. For the module fabrication we used perovskite solar cells (inverted architecture, p-i-n geometry). The formamidinium: cesium based perovskite absorber with 500 nm thickness is embedded in selective contact layers (50 nm PCBM and 5 nm PTAA). These contact layers are deposited onto 1.1 mm glass substrates coated with 150 nm transparent conducting indium-tin-oxide (ITO) layer, acting as front contact. As counter-electrode a 100 nm Ag layer is deposited onto the stack. The whole preparation was carried out under nitrogen atmosphere at atmospheric pressure to avoid absorber degradation [14].

## 2.2 Laser patterning

A commercially available patterning tool was utilized for solar cell patterning, equipped with a high-speed motion system which allows positioning accuracies well below 5  $\mu\text{m}$  and velocities of up to 1.2 m/s. A nanosecond laser source emits pulses of  $\sim 30$  ns at a wavelength of 532 nm. Maximum pulse energy of 45  $\mu\text{J}$  is achieved at a repetition rate of 20 kHz. The repetition rate can be varied up to 400 kHz. A picosecond laser emits a wavelength of 1064 nm and maximum pulse energy of 114  $\mu\text{J}$ , the repetition rate can be chosen separately. Both lasers possess Gaussian intensity distribution.

## 2.3 Characterization

Electrical characterization of the P1 scribe was carried out by measuring the isolation resistance between two neighboring cells across the scribe, using a standard source meter with a measuring limit of 40 M $\Omega$ . For visual inspections of the laser patterns and modifications of the sample surface optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM, Hitachi S4100) was used which also enables the local detection of the elemental composition of the sample by means of energy-dispersive x-ray (EDX) spectroscopy. The acceleration voltage was 5 kV. The results of P3 patterning were evaluated by comparison of the current density-voltage (j-V) characteristics before and after patterning.

# 3 RESULTS AND DISCUSSION

## 3.1 P1 front contact patterning

According to previous studies on laser ablation of transparent oxide layers, P1 laser patterning was successfully achieved with 10 ps pulses by direct multi-spot ablation at 1064 nm at rather high scribing speeds of 800 m/s (pulse-to-pulse overlap > 90 %). Patterning results were evaluated by measuring the resistance across the corresponding laser lines, i.e. between two adjacent, separated cells. These lines were patterned with systematically varied fluence from 1.6 J/cm<sup>2</sup> to 6.1 J/cm<sup>2</sup>, corresponding to the

onset of material removal and the damage of the substrate, respectively.

In Fig. 2 the isolation resistance as function of the applied laser fluence is shown. The dashed line represents the upper measuring limit of the source meter, i.e. 40 M $\Omega$ . It is assumed that at a scribe length of 1 cm this value is sufficiently large for proper cell separation. In order to avoid slight rims and bulging at the scribe edges, which might cause shunts of the very thin absorber layers, patterning was carried out from the layer side. A characteristic threshold fluence of 3.5 J/cm<sup>2</sup> for reliable layer separation was found. For manufacturing monolithically interconnected cells, a laser fluence of  $\sim 4$  J/cm<sup>2</sup> was chosen. The so patterned lines show no residues or cracks within the underlying substrate.

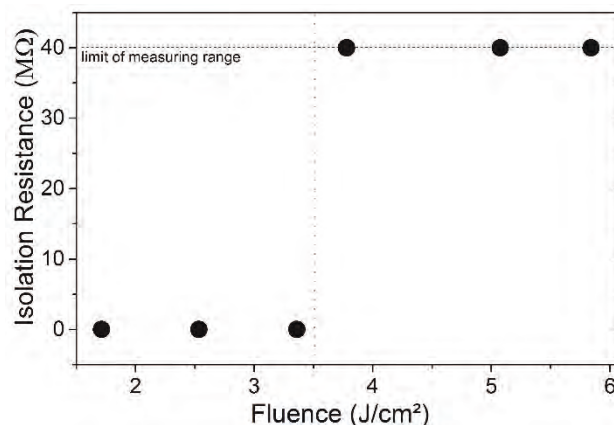


Fig. 2: Isolation resistance as function of the applied laser fluence. The dashed line represents the limit of the measuring range of the source meter.

## 3.2 P2 absorber layer patterning

The P2 scribe requires a sufficiently large contact area for the interconnection of adjacent cells to enable low contact resistances. Thus, the bottom of the trench must be free of residuals to avoid low contact resistances down to the front contact layer. Here, for P2 patterning of the absorber layer the 532 nm ns laser was applied from the substrate side, to make use of mechanical stress-assisted ablation at this wavelength. The applied laser fluences cover a range from 0.5 J/cm<sup>2</sup> to 4.2 J/cm<sup>2</sup>.

The results of the laser exposure are shown in the tilted SEM images of the P2 scribe lines in Fig. 3. At a laser fluence below 0.8 J/cm<sup>2</sup> incomplete ablation of the perovskite is observed (Fig. 3a). At a fluence of 1.35 J/cm<sup>2</sup> ablation of the perovskite layer is nearly complete, and the scribed lines have a rather constant width (Fig. 3b). A very homogeneous topography and constant scribe width of about 35  $\mu\text{m}$  is obtained at 1.95 J/cm<sup>2</sup>. The bottom of the trench is smooth as it is preferable for low-ohmic contact resistances, although some residuals might still remain at the bottom of the trench (Fig. 3c). At a fluence of  $\sim 4.2$  J/cm<sup>2</sup> degradation of the underlying ITO sets, indicated by the dark grey spots within the center of the scribe (see Fig. 3d).

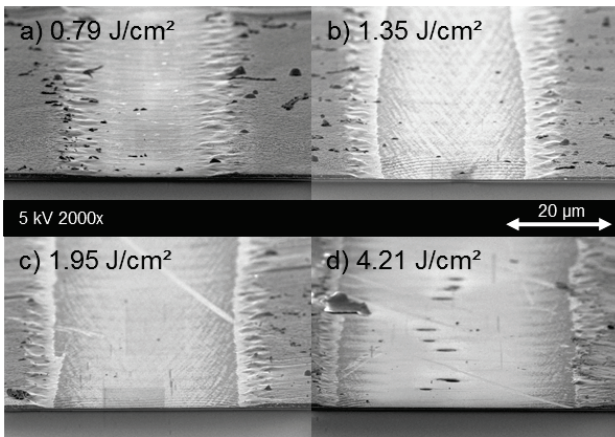


Fig. 3: SEM images of the P2 scribe lines, patterned with a laser fluence of: a) 0.79 J/cm<sup>2</sup>, b) 1.35 J/cm<sup>2</sup>, c) 1.95 J/cm<sup>2</sup> and d) 4.21 J/cm<sup>2</sup>. Width of all images: 57 µm, tilt: 10°, acceleration voltage: 5 kV.

In order to determine the elemental composition within the scribe EDX measurements were performed. This quantitative analysis relies on measuring the signal intensities for each element in the sample. It allows to determine the present element concentrations. As elemental references for the material compositions within the scribes the elements lead (Pb) and indium (In) were selected. Thus, Pb represents the absorber material and In the front contact. The results in Fig. 4 show that with increasing laser fluence the perovskite layer is ablated. While the Pb concentration decreases with higher fluence, the In concentration increases in the same way.

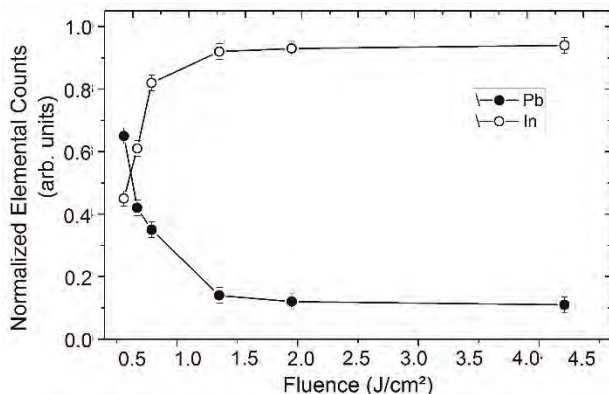


Fig. 4: Elemental composition within the P2 scribes as a function of the applied laser fluence.

However, even at high fluences a Pb signal is detected indicating Pb-containing residuals at the bottom of the scribe. We assume that these lead-rich periodic structures originate from the formation of ripples [15] containing PbI<sub>2</sub> [16, 17], which might impede higher conductivities and, thus, lower contact resistances. Nevertheless, the corresponding process parameters were selected for manufacturing the mini-module.

### 3.3 P3 back contact patterning

The P3 back contact patterning was also carried out with the 532 nm nanosecond laser pulses irradiated on the sample through the glass substrate. In contrast to the P2 patterning, the P3 process was carried out with a low pulse-to-pulse overlap to avoid laser-induced damages [18]. The applied laser fluence was systematically varied to cover all processes from incomplete separation until laser-induced alteration of the underlying front contact (ITO). With the P3 step, a squared area within the initial cell area is separated by laser ablation. The success of the patterning was evaluated by comparison of the j-V parameters before and after laser processing. As an integral value for the overall cell performance the fill factor is utilized and its relative change is evaluated as function of the applied laser fluence. Figure 5 shows for each fluence the individual data points (full rhombs) and the median (open squares). The box indicates the threshold between successful and non-successful patterning.

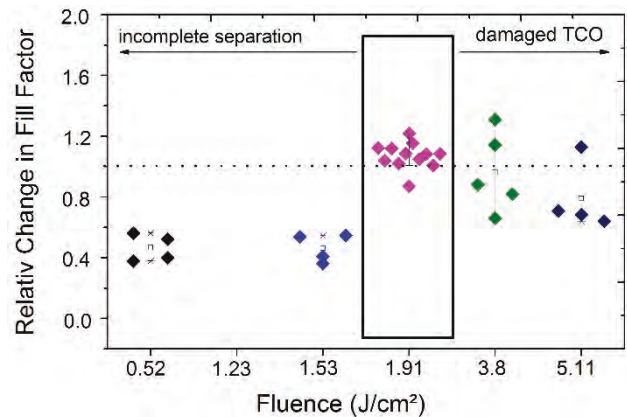


Figure 5: Comparison of the relative change of the fill factor of P3 patterned solar cells as a function of the applied laser fluence.

As can be seen, successful P3 patterning was achieved for a laser fluence slightly above 1.9 J/cm<sup>2</sup> indicated by a rather constant fill factor before / after patterning. The slightly increased relative change of the fill factor can be ascribed to the smaller cell area after patterning, since it is assumed that the compositional homogeneity increases with smaller cell area. Below 1.9 J/cm<sup>2</sup> insufficient separation was found while above this value the underlying ITO front contact layer and the material around the scribe was altered (Fig.3d).

### 3.4 Mini-module fabrication

The applicability of all evaluated patterning process parameters and their electrical functionality were verified by manufacturing a first mini-module. This panel was built on a square inch glass substrate and consists of three interconnected cells (3 × 0.148 cm<sup>2</sup>) with interconnection widths of about ~350 µm. The j-V response curve of this mini-

module, acquired in forward direction, is shown in Fig. 6, whereas the inset shows the corresponding electrical parameters.

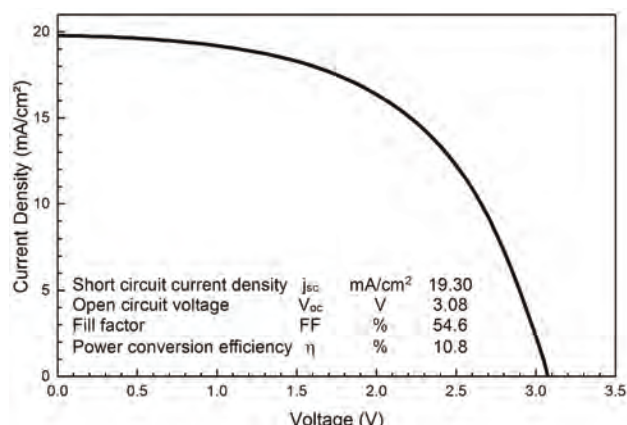


Fig. 6: Photocurrent density–voltage (j-V) response of a fully laser-patterned monolithically interconnected perovskite mini-module, consisting of three cells (3 × 0.148 cm<sup>2</sup>).

These data provide evidence for successful laser processing and electrical functionality of the laser-patterned interconnections. The power conversion efficiency of the fabricated mini-module was above 10 %. The fill factor reflects losses mainly due to the rather high series resistance, which can be assigned to the Pb-containing residuals found within the P2 scribe (cf. Fig. 4). Furthermore, it is assumed that also the short circuit current ( $j_{sc}$ ) is limited by those residuals, apparently dominating the j-V behavior. However, the rather high  $V_{oc}$  value of 3.08 V indicates successful laser patterning.

#### 4 CONCLUSIONS

We manufactured a fully laser-patterned, series interconnected 3-cell mini-module based on solar cells with an efficiency above 10 %. Obtaining an interconnection width of ~350  $\mu$ m, the laser based patterning for industrial manufacturing has proven to be successful in terms of its electrical functionality. Thereby, adequate isolation resistances for the P1 were achieved. The P2 scribing results are acceptable, however further optimization of the P2 process is part of current efforts to reduce the residuals within the scribe. The P3 patterning process was also successful and allowed patterning without damaging the underlying front contact. Further improvements regarding interconnection losses and minimization of the dead area are currently in progress.

#### Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge the support of the PVcomB team with for the sample preparation. Special thanks to Carola Klimm (HZB- EE-IS) for the SEM measurements. Furthermore, we thank Frank Fink for fruitful discussions.

#### References

- [1] C. Schultz, M. Schuele, K. Stelmaszczyk, M. Weizman, O. Gref, F. Friedrich, C. Wolf, N. Papanthasiou, C. Kaufmann, B. Rau, *Solar Energy Materials and Solar Cells* 157 (2016) p. 636-643.
- [2] B. Stegemann, M. Richter, C. Schultz, H.-U. Pahl, H. Endert, J. Bonse, B. Rau, V. Quaschnig, F. Fink, (2011).
- [3] E.L. Unger, L. Kegelmann, K. Suchan, D. Sorell, L. Korte, S. Albrecht, *Journal of Materials Chemistry A* 5 (2017) p. 11401-11409.
- [4] N.-G. Park, *Nano Convergence* 3 (2016) p. 1-13.
- [5] G. Mincuzzi, A.L. Palma, A. Di Carlo, T.M. Brown, *ChemElectroChem* 3 (2016) p. 9-30.
- [6] S.-J. Moon, J.-H. Yum, L. Löfgren, A. Walter, L. Sansonnens, M. Benkhaira, S. Nicolay, J. Bailat, C. Ballif, *IEEE Journal of Photovoltaics* 5 (2015) p. 1087-1092.
- [7] L. Rakocevic, R. Gehlhaar, T. Merckx, W. Qiu, U.W. Paetzold, H. Fledderus, J. Poortmans, *IEEE Journal of Photovoltaics* 7 (2017) p. 404-408.
- [8] B. Turan, A. Huuskonen, I. Kühn, T. Kirchartz, S. Haas, *Solar RRL* 1 (2017).
- [9] E.J. Juarez-Perez, Z. Hawash, S.R. Raga, L.K. Ono, Y.B. Qi, *Energy & Environmental Science* 9 (2016) p. 3406-3410.
- [10] A.E. Williams, P.J. Holliman, M.J. Carnie, M.L. Davies, D.A. Worsley, T.M. Watson, *Journal of Materials Chemistry A* 2 (2014) p. 19338-19346.
- [11] J. Bovatsek, A. Tamhankar, R. Patel, N. Bulgakova, J. Bonse, *Thin Solid Films* 518 (2010) p. 2897-2904.
- [12] M. Jošt, S. Albrecht, L. Kegelmann, C.M. Wolff, F. Lang, B. Lipovšek, J. Krč, L. Korte, D. Neher, B. Rech, M. Topič, *ACS Photonics* (2017).
- [13] L. Kegelmann, C.M. Wolff, C.A. Omondi, F. Lang, E.L. Unger, L. Korte, T. Dittrich, D. Neher, B. Rech, S. Albrecht, *ACS Applied Materials & Interfaces* (2017).
- [14] Z. Song, A. Abate, S.C. Watthage, G.K. Liyanage, A.B. Phillips, U. Steiner, M. Graetzel, M.J. Heben, *Advanced Energy Materials* 6 (2016).
- [15] D.W. Bäuerle, *Laser processing and chemistry*, Springer Science & Business Media, 2013.
- [16] R. Ahuja, H. Arwin, A. Ferreira da Silva, C. Persson, J. Osorio-Guillén, J. Souza de Almeida, C. Moyses Araujo, E. Veje, N. Veissid, C. An, *Journal of Applied Physics* 92 (2002) p. 7219-7224.
- [17] J.S. Manser, J.A. Christians, P.V. Kamat, *Chemical Reviews* 116 (2016) p. 12956-13008.
- [18] C. Schultz, G.A.F. Basulto, S. Ring, C. Wolf, R. Schlatmann, B. Stegemann, *IEEE Journal of Photovoltaics* 7 (2017) p. 1442-1449.



# EARLY MOTION OF MATTER OBSERVED BY ULTRAFAST TRANSIENT STUDIES OF REFLECTIVITY AND ABSORPTION

Jan Winter<sup>a,b</sup>, S. Rapp<sup>a,b</sup>, R. Reiel<sup>a</sup>, M. Schmidt<sup>c</sup>, Heinz P. Huber<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Dept. of Appl. Sci. and Mech., Munich University of Applied Sciences, Lothstr. 34, 80335 Munich, Germany;

<sup>b</sup>Erlangen Graduate School in Advanced Optical Technologies (SAOT), Friedrich-Alexander-Universität; Erlangen-Nürnberg, Paul-Gordan-Str. 6, 91052 Erlangen, Germany;

<sup>c</sup>Lehrstuhl für Photonische Technologien, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, Konrad-Zuse-Str. 3-5, 91052 Erlangen, Germany

Ultrashort pulsed lasers offer a high potential for precise and efficient material processing. A deep understanding of the fundamental laser-material interaction aspects is of great importance to optimize laser processes for industry. The transient pulse reflectivity in conjunction with the transient absorption decisively influences the laser-material interaction. We present a unique pump-probe ellipsometry experiment allowing the determination of the transient complex refractive index of laser irradiated materials. We performed measurements on the industrial relevant metal Cu at laser fluences near the ablation threshold. A simulation including an accurate description of optical, thermal and thermomechanical properties is predicting the measured refractive index  $n$  and extinction coefficient  $k$  in the first 20 ps. The overall transient behavior shows that the mechanical motion of the material is starting already in the first picosecond after the pump pulse, when the electron temperature and thus the heating rate of the lattice are at their maximum. This early motion of matter could be responsible for the main contribution of the ablation efficiency decrease with increasing pulse duration or double pulse delay, which many research groups had previously observed. The here presented results provide a deeper understanding of laser ablation. This knowledge is inevitable for further improving laser ablation efficiency and quality for bulk materials and thin films.

## 1. Introduction

Ultrashort pulsed lasers offer a high potential for precise and efficient material processing. Thus, the fundamental understanding of the laser-material interaction aspects is of great importance. Ultrashort pulse material processing allows material removal with increased precision and efficiency<sup>[1-3]</sup>. Laser processed structures are nearly free from thermal damages in the remaining material due to minimized thermal energy diffusion. Application examples for ultra-short laser pulses applications can be found in the micro processing of bulk material surfaces<sup>[4]</sup> and the selective structuring of thin films<sup>[5-7]</sup>. The laser pulse can be considered as ultrafast heat source inducing thermal and mechanical response in the irradiated material. For a profound understanding of the laser-matter-interaction, knowledge of the time-resolved mechanical and optical material behavior during and after the laser pulse impact is inevitably necessary. To study the mechanical material behavior, pump-probe reflectometric investigations are well suited<sup>[8, 9]</sup>. Compared to pump - probe reflectometry, where relative reflectivity changes are measured, pump-probe ellipsometric measurements give in addition the information on the transient absorption in the material. Absorption changes in metals induced by an ultrashort laser pulse near the ablation threshold are however insufficiently investigated to date. To overcome this lack in the state of the art, in this work, a unique pump-probe ellipsometry is presented allowing the determination of the absolute transient complex refractive index  $N = n - ik$  (comprising reflectivity and absorption) with a sub ps temporal resolution<sup>[10]</sup>.

## 2. Materials and Methods

In the following, time-resolved ellipsometric ("PPE" for pump-probe ellipsometry) measurements are presented. Detailed information on the applied setups, data acquisition and processing are given in the work from Rapp *et al.*<sup>[10]</sup> for the ellipsometric part. Sputtered 430 nm copper films on glass substrate served as samples. Measured reflectometric as well as ellipsometric data were obtained at same fluences with respect to the ablation threshold fluences that were determined at each setup by the common method described by Liu<sup>[11]</sup>.

The measured refractive index  $n$  and extinction coefficient  $k$  for copper are supported by a simulation including an accurate description of optical, thermal and thermomechanical properties. The copper sample was irradiated with a pump pulse wavelength of 1056 nm and duration of 680 fs (FWHM). The transient optical properties were probed at 528 nm wavelength. A numerical analysis of the laser irradiated copper was performed by applying the optical Drude critical point (DCP)<sup>[12]</sup> model and thermal two-temperature (2T)<sup>[13]</sup> model fully coupled with the thermoelasticity (TE) theory<sup>[14]</sup>.

## 3. Results and Discussion

Optical material response of the probe pulse allows extracting the transient physical information on the timescale corresponding to the ultrafast electron heating and the mechanical motion of the material<sup>[15, 16]</sup>.

In the first delay time range between -5 ps and the pump pulse peak at 0 ps, the refractive index

displays a small undershoot followed by a steep increase to a maximum at time of 0 ps at temporal pump pulse maximum, as shown in Fig. 1b). The extinction coefficient  $k$ , however, describes a continuous steep increase up to temporal pump pulse maximum. In this stage, during the laser pulse absorption, thermally excited d-band electrons define the dynamic of  $k$ . The thermally excited d-band electrons create a rise in the plasma frequency and influence the dynamic of optical indices. Thermal excitation represents the major contribution to the laser pulse absorption and creates a high dissipative state of absorption.

In the second delay time regime from 0 ps to 10 ps the expansion of the heated material influences the plasma frequency, which is linked to the transient extinction coefficient. The refractive index however follows the collision frequency. The extinction coefficient decay is mainly caused by the hydrodynamic motion of the surface during the expansion, see Fig. 1a) and 1b). Additionally, the mechanical relaxation and electron-ion system equilibrium can be attributed to a minimum of the extinction coefficient at 10 ps to 12 ps.

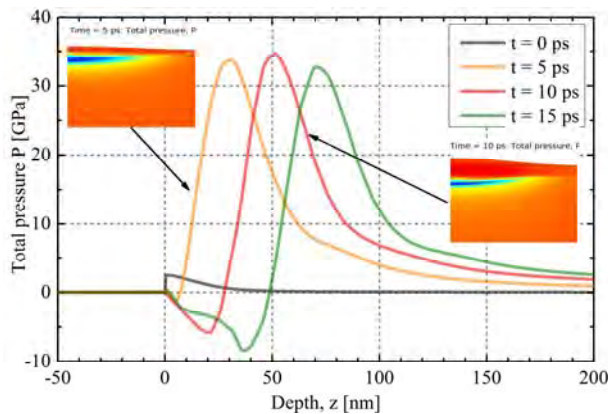


Fig. 1 a) Total Pressure evolution inside the material within the framework of FEM continuum simulation of the 2T-TE model is shown for different times.

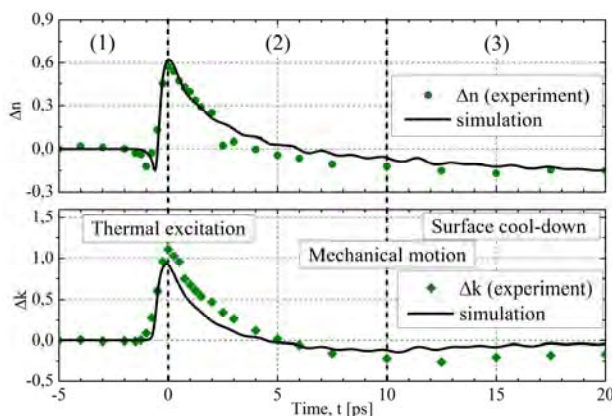


Fig. 1 b) Temporal dynamic of optical indices in laser irradiated copper material by a 680 fs and a wavelength of 1056 nm pump pulse at the threshold fluence. Corresponding simulation results are presented by the black solid line.

In the third delay time regime between 10 ps – 20 ps the transient extinction coefficient  $k$  indicates the

surface cooling-down process due to the fast electronic heat conduction in addition to the further mechanical expansion.

The overall transient behavior shows that the mechanical motion of the material is starting already in the first picoseconds after the pump pulse leading to a rarefaction of material at the surface, which in subsequent ps will drive the ablation of the material. A consequence of a longer pump pulse or a second pulse of a pulse burst at longer delays than  $\sim 1$  ps, it will lead to a compensation of the rarefaction and thus lead to a less effective ablation when the quotient of absorbed energy and ablated volume is considered.

We believe that the here observed very early mechanical material motion is responsible for the main contribution to decrease of ablation efficiency with increasing pulse duration and double pulse delay in the observed temporal window. Thus, the here presented results can help to obtain a deeper understanding of laser ablation. This knowledge is inevitable for further improving the laser ablation efficiency and quality of bulk material and thin films.

## Acknowledgements

The authors would like to thank the company Plansee SE in Austria for providing the thin film samples, Prof. Christina Schindler and Michael Kaiser for support with cw-ellipsometric measurements. The authors gratefully acknowledge the financial support by the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) (HU 1893/2-1). This work was also partly funded by the Erlangen Graduate School in Advanced Optical Technologies (SAOT) by the DFG in the framework of the German excellence initiative.

## References

- [1] Chichkov, B. N., Momma, C., Nolte, S., Alvensleben, F. von and Tuennermann, A., *Appl. Phys. A* 63(2), 109–115 (1997).
- [2] Chien, C. Y. and Gupta, M. C., *Appl. Phys. A*, 81(6), 1257–1263 (2005).
- [3] Ancona, A., Röser, F., Rademaker, K., Limpert, J., Nolte, S. and Tünnermann, A., *Opt. Expr.* 16(12), 8958 (2008).
- [4] Hennig, G., Selbmann, K.-H. and Brockelt, A., *Proc. SPIE* 6157 (2005).
- [5] Heise, G., Domke, M., Konrad, J., Sarrach, S., Sotrop, J. and Huber, H. P., *J. Phys. D* 45(31) (2012).
- [6] Hermann, J., Benfarah, M., Bruneau, S., Axente, E., Coustillier, G., Itina, T., Guillemoles, J.-F. and Alloncle, P., *J. Phys. D* 39(3), 453–460 (2006).
- [7] Rapp, S., Rosenberger, J., Domke, M., Heise, G., Huber, H. P. and Schmidt, M., *Appl. Surf. Sci.* 290, 368–372
- [8] McDonald, J. P., Mistry, V. R., Ray, K. E., Yalisove, S. M., Nees, J. A. and Moody, N. R., *Appl. Phys. Lett.* 88(15) (2006).
- [9] Domke, M., Rapp, S., Schmidt, M. and Huber,

- H. P., *Opt. Expr.* 20(9), 10330–10338 (2012).
- [10] Rapp, M. Kaiser, M. Schmidt, and H. P. Huber, *Opt. Expr.* 24, 17572–17592 (2016).
- [11] Liu, J. M., *Opt. Lett.* 7(5), 196 (1982).
- [12] Ren, Y., Chen, J. K., Zhang, Y., *Jour. of Appl. Phys.* 110 (11) (2011).
- [13] Anisimov, S. I., Kapeliovich, B. L., Perelman, T. L., *Jour. of Exp. and Theor. Phys.* 39 (2) (1974)
- [14] Paltauf, G., Dyer, P. E., *Chem. Rev.* 103 (2) p. 487-518 (2003).
- [15] Winter, J., Rapp, S., Schmidt, M., and Huber, H. P., *Appl. Surf. Sci.* (2017).
- [16] Winter, J., Rapp, S., Schmidt, M., and Huber, H. P., *Proc. of SPIE Vol. 10091* (2017)

# INDUSTRIALISIERUNG DER LASERMATERIALBEARBEITUNG IN DER ORGANISCHEN PHOTOVOLTAIK

Jan Rabe, Niels Friedrich-Schilling  
Heliatek GmbH, Treidlerstraße 3, D-01139 Dresden

Der Transfer von Herstellungsprozessen organischer Solarzellen vom Labor in die Produktion ist mit einer Vielzahl an Herausforderungen verbunden. Einige davon sind das Strukturieren der transparenten Elektrode, der organischen Multischichtsysteme und der Rückelektrode auf flexiblen Substraten. Die Serienschaltung und deren Auslegung zur Minimierung der Verluste an aktiver Fläche wird bei Heliatek mittels Laserstrukturierung durchgeführt. Die Verwendung dieser Schlüsseltechnologie bietet große Vorteile bei der Gestaltungsfreiheit. Heliatek's Pilotproduktionslinie besteht aus einem vollintegrierten Vakuumbeschichtungssystem, welches zwei Laserstrukturierungsanlagen beinhaltet. In diesem Beitrag wollen wir die Herausforderung der Lasermaterialbearbeitung an dünnen Schichten, ohne die Schädigung von darunter liegenden Schichten, präsentieren. Anhand von photovoltaischen Leistungskennwerten wird gezeigt wie der Transfer von Labor zu Produktion bei Heliatek gelungen ist. Abschließend zeigen wir die Aussicht auf eine Massenproduktion und die damit entstehenden Entwicklungsziele zukünftiger Lasersystemtechnik.

Transferring the high efficiencies of organic solar cells reached in the lab to a production line is associated with a number of challenges. Some of them are the structuring of transparent front electrodes on flexible substrates, of the organic multilayer stack and the rear electrode to get a module with integrated series interconnection. To minimize the area losses, Heliatek uses the approach of laser scribing. Utilizing this technique results in additional advantages concerning layout and design freedom. Heliatek's production line is the world's first fully integrated vacuum roll-to-roll system that includes all process steps for laser patterning of both the electrodes and the organic layers. In this contribution, we present challenges connected with structuring very thin layers without damaging the underlying materials. It will be shown how Heliatek manages the lab-to-fab transfer. Finally, we demonstrate that organic solar films can already be processed with high photovoltaic performance in the current production line including all three laser patterning steps on 300mm wide PET web. Last but not least we will show our next steps for the mass production of organic solar cells and the corresponding challenges for laser fabrication tools.

## 1. Einleitung

Die organische Photovoltaik (OPV) als Technologie der 3. Generation bietet vielerlei Vorteile. Heliatek's Produkte Heliaplan® sind leicht, flexibel und maßgeschneidert auf Kundenwunsch, was neue Lösungen der Energiegewinnung in völligen neuen Bereichen ermöglicht. Maßgeschneiderte Lösungen werden vor allem durch ein Fertigungsverfahren erreicht, der Lasertechnologie. Bei ähnlichen Herstellungsprozessen (z.B. organische Leuchtdioden) wird die Verschaltung mit Schattenmaskentechnologie realisiert. In der OPV kann die flexible Verschaltung in Rolle-zu-Rolle-Prozessen mittels ultrakurz gepulsten Laserquellen umgesetzt werden, was vielfältige geometrische Gestaltung ermöglicht. Das Knowhow musste zunächst vom Labor entwickelt und dann in eine erste Pilotproduktionsanlage transferiert werden. Nach dem dies im kleinen Produktionsmaßstab sehr gut funktioniert, befasst sich Heliatek derzeit mit der Aufskalierung der Laserprozesse in die Massenfertigung. Bei dieser Entwicklung entstehen neue Herausforderungen, die nach aktuellem Stand der Technik in dieser Kombination einmalig sind. In diesem Paper wird vorwiegend auf die Herausforderungen eingegangen und die Komplexität des Prozesstransfers in eine Produktion aufgezeigt sowie die Umsetzung mit Hilfe von Leistungskennzahlen und elektrischen Vermessungen an Solarfolien nachgewiesen. Ohne der Weiterentwicklung von Lasertechnologien oder der Verknüpfungen neuer und bekannter Ansätze wäre die produktive Umsetzung nicht möglich.

## 2. Herausforderung bei produktiven Laserprozessen in der OPV

### 2.1 Materialeinflüsse

Für die klassische Lasermaterialbearbeitung sind die Eigenschaften der verwendeten Werkstoffe essentiell. Den größten Einfluss hat allerdings die Absorptionseigenschaft des Materials. Auf ultrakurze Laserpulse reagieren Werkstoffe sehr unterschiedlich. Bei Heliatek werden ausschließlich organische Kohlenwasserstoffverbindungen als photoaktive Halbleiter und Metalle, bzw. Metalloxidverbindungen als Elektroden verwendet. Der Aufbau einer Solarfolie ist in Bild 1 dargestellt.

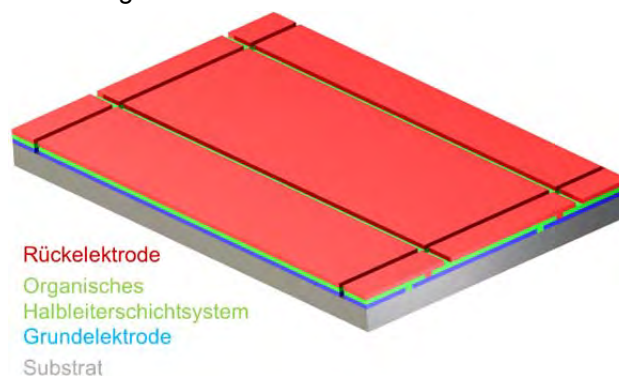


Bild 1: Aufbau Organischer Solarfolien

Im folgenden Bild 2 werden die dabei notwendigen Laserprozesse im gesamten Schichtstapel einer organischen Solarfolie im Detail dargestellt.

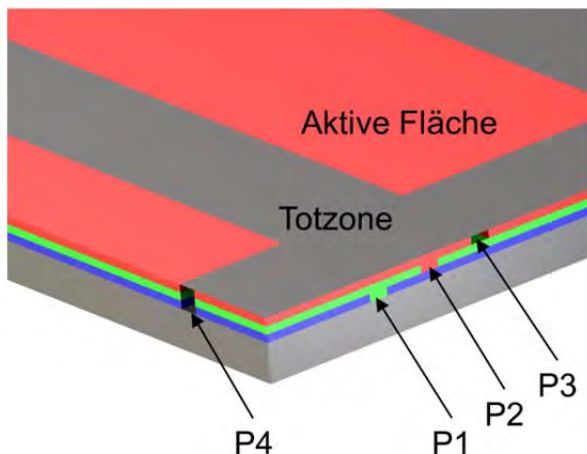


Bild 2: Laserprozesse in der OPV

Die Grundelektrode (TCO) sollte auf einer Seite eine ausreichende Leitfähigkeit und maximale Transparenz aufweisen und auf der anderen Seite eine gute Laserprozessfähigkeit besitzen. Viele Hersteller setzen dabei auf Indium Zinnoxid (ITO), welches sehr spröde ist. Durch hohe Leistungsdichten, welche vor allem durch kleine Strahldurchmesser erreicht werden, kann die Gefahr von Kurzschlüssen zwischen Grund- und Rückelektrode bei ITO minimiert werden. Abweichungen führen schnell zur Schädigung des Substrats und hohen Kantenaufwürfen von bis zu 2 µm bei Schichtdicken von einigen 100 nm, (siehe Bild 3). Heliatek setzt auf neue Schichtstapelkombinationen der Elektrode, die diesen Nachteil nicht mit sich bringen. Eine signifikante Reduktion von Aufwürfen auf bis zu 300 nm konnte dabei erreicht werden, bedingt durch mehrstufige Abtragsmechanismen.

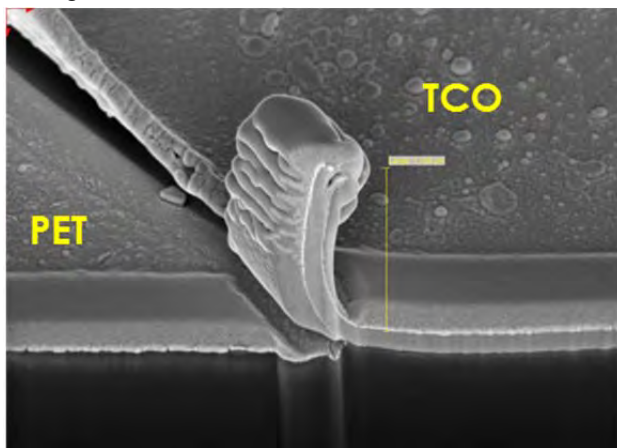


Bild 3: REM-Aufnahmen hohen Kantenaufwürfen Grundkontakt bei ITO

In einem weiteren Prozessschritt P2 wird der gesamte organische Schichtstapel abgetragen, ohne den darunterliegenden Grundkontakt zu schädigen. Bei zu starker Schädigung kann es zu geringen Kontaktflächen des Grundkontakts kommen (siehe Bild 4).

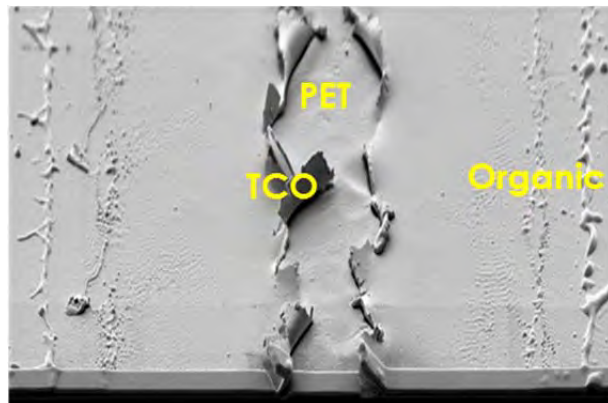


Bild 4: REM-Aufnahme P2-Prozess mit hoher Schädigung

Der Rückkontakt, bestehend aus Metall- und Metalloxidverbindungen, verhält sich ähnlich wie der Grundkontakt und birgt die Gefahr von Kurzschlüssen durch Aufwürfe, vor allem durch mechanischen Druck während der Verkapselung der organischen Solarfolien.

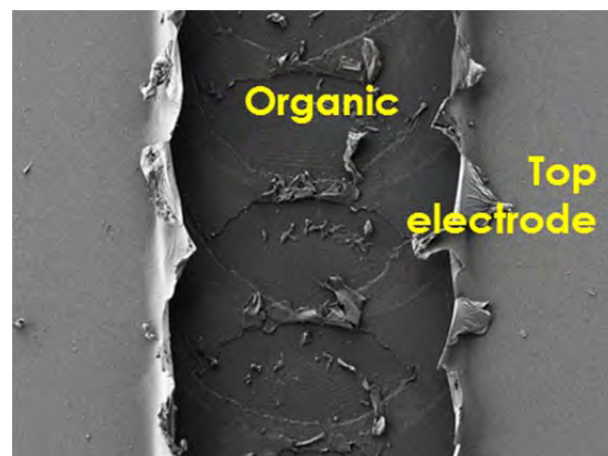


Bild 5: REM-Aufnahme der Abrisse im Deckkontakt bei P3

Aufgrund relativ kleiner Prozessfenster, muss eine sehr feine Leistungsskalierung bei der Laserdünnschichtbearbeitung P1 - P3 verwendet werden, um ein Optimum des Prozessfensters zu gewährleisten. In Produkivsystemen kann dies durch externe Strahlabschwächer reproduzierbar umgesetzt werden.

Organische Materialien regieren empfindlich auf Wasser bzw. Sauerstoff, weswegen die Solarmodule unter Stickstoff in Barrierefolien verkapselt werden. Neue Entwicklungen untersuchen die Realisierung eines so genannten „integrierten Frontsheets“, bei dem das TCO direkt auf einer Barrierschicht aufgebracht ist. Diese Konstellation gestaltet die Laserprozesse um ein vielfaches komplizierter. Die Barriere darf nicht beschädigt werden, um Wassereintrittsmöglichkeiten zu unterbinden. Weiterhin sind Barrierschichten sehr empfindlich bei mechanischer Belastung und weisen oftmals nur geringe Wellenlängenselektivität bezüglich der Elektrode auf. Heliatek beschäftigt sich auf diesem Forschungsgebiet intensiv innerhalb des EU-Projektes „ALABO“.

## 2.2 Laserprozesseinflüsse und Anlagenkonzepte

Die Leistungsfähigkeit von OPV-Folien wird beeinträchtigt durch Debris aus dem Laserprozess und Verschmutzung von anderen Rolle-zu-Rolle-Prozessen (RzR). Die laserseitige Verschmutzungsquelle kann durch eine optimierte Spülung und Absaugung minimiert werden. Die Partikellast konnte bei Heliatek experimentell um bis zu 50% reduziert werden.

Bei der Überführung der Laserprozesse von lab-to-fab hat sich gezeigt, dass für die Bearbeitung von dünnen Schichten vor allem die Homogenität der Laserkaustik, bzw. des Laserfokussdurchmessers entscheidend ist. In Heliatek's Pilotlinie werden unter Einsatz von Standardoptiken auf Substraten Arbeitsbreiten von bis zu 280 mm mit einer Homogenität von bis zu 50 % umgesetzt. Im Mittel werden Strahldurchmesser von ca.  $50 \mu\text{m} \pm 12,5 \mu\text{m}$  verwendet.

Im Rahmen der Prozessaufskalierung auf 1200 mm stehen die Verwendung speziell gefertigter Fokussieroptiken mit verbesserter Homogenität oder der Einsatz kleiner Spotdurchmesser zur Auswahl.

Kleine Strahldurchmesser werden durch kurze Brennweiten ermöglicht, jedoch müssen bei diesem Konzept eine Vielzahl an Bearbeitungsköpfen verwendet werden. Dies resultiert in einem komplizierterem Anlagen- und Softwarekonzept.

Hinzu kommt in RzR-Anlagen vor allem die Auslastung der Prozessköpfe mit kontinuierlich bewegtem Substrat und einer hohen Strukturierungsdichte. Zusätzlich muss die Strahlführung im dreidimensionalen Raum stattfinden. Dabei werden sowohl Prozessköpfe, als auch optische Elemente zur Fokussnachführung an die derzeit existierenden Grenzen der opto-mechatronischen Bauteile geführt.

## 2.3 Positionierung der Strukturierung

Eine große softwaretechnische Herausforderung stellt weiterhin die Ausrichtung der verschiedenen Laserprozesse zueinander dar. Ziel ist es die Verluste an aktiver Fläche durch die Verschaltung so gering wie möglich zu halten. Nachdem die Strukturierung der Elektrode abgeschlossen ist, muss sowohl der P2-Prozess, als auch der P3-Prozess dazu ausgerichtet werden. In Heliatek's Pilotlinie wird dies mit Hilfe von Bilderkennungsprozessen bewerkstelligt. Nach aufwendigen Optimierungen konnte dies bis hin zu einer Totzone (Abstand von P1-P3) von  $650 \mu\text{m}$  realisiert werden, bei einer Positioniergenauigkeit von  $50 \mu\text{m}$  der Einzelstrukturierung. Grundlegend existieren bei der Erkennung zwei Schwierigkeiten. Zum einen verändert sich der Kontrast bei Dünnschichtsystemen bei gegebenen Homogenität der Abscheidprozesse von 3 % sehr schnell, zum anderen wird die Erkennung auf flexiblen Substraten durchgeführt, die sich bei dem Durchlaufen von Wärmeprozessen plastisch verändern können. Erschwerend kommt die Bewegung des Substrats in transversaler Richtung hinzu. Nach Stand der Technik liegt diese Bewegung bei +/-

1 mm bei typischen RzR-Anlagen. Dies kann nur mittels softwaretechnischer Interpolation über die gesamte Folienbreite bewerkstelligt werden.

Da Heliatek mit oligomeren Absorbern arbeitet, müssen die organischen Schichten mittels Vakuumdeposition abgeschieden werden. Somit erfolgen auch teilweise die Laserprozesse im Vakuum. Wichtig ist dabei die Kopplung zwischen atmosphärenseitig installiertem Laser und im Vakuum geführten Substrat, so dass der Arbeitsabstand konstant gehalten wird, bzw. Vakuumkammerbewegungen bei Be- und Entlüften ausgeglichen werden. Die mechanische Verschiebung eines Einkoppelfensters beläuft sich bei Be- und Entlüftungsvorgängen beispielsweise auf bis zu 3 mm. Hinzu kommt die prozessseitige Verschmutzung von Einkoppelementen. Diese Elemente haben nach 20 m Prozesslänge einen Transmissionverlust von ca. 10 %. Hierfür ist die Entwicklung von Schutzelementen essentiell. Noch wichtiger ist dies bei anvisierten Prozesslängen im Bereich mehrerer Kilometer im 24/7-Rhythmus der Produktionsanlagen.

Viele Herausforderungen wurden hier erwähnt. Doch wie sieht es in der Realität aus? Im Folgenden soll auf Leistungsfaktoren und die Prozessfähigkeit der Produktionsanlage kurz eingegangen werden.

## 3. Resultate aus der Produktion

Die zuvor beschriebenen Herausforderungen der Lasertechnik konnten bei Heliatek im Rahmen der 300-mm-Pilotlinie erfolgreich gelöst werden. Dies wird ersichtlich anhand von direkt von Produkten abgeleiteten Leistungskennzahlen. Nachdem Produkte die gesamte Prozesskette durchlaufen haben, wird jeweils eine Strom-Spannungs-Kennlinie aufgenommen, von der weitere Kennzahlen berechnet werden können. Die Prozessfähigkeit einzelner Produktionsschritte spiegelt sich in diesen Kennzahlen. Als Beispiel wird hier die Stromdichte  $J_{sc}$  über 20 aufeinanderfolgende Beschichtungsläufe gezeigt.

In folgendem Bild ist die Stromdichte über verschiedene Produktionen aufgetragen.

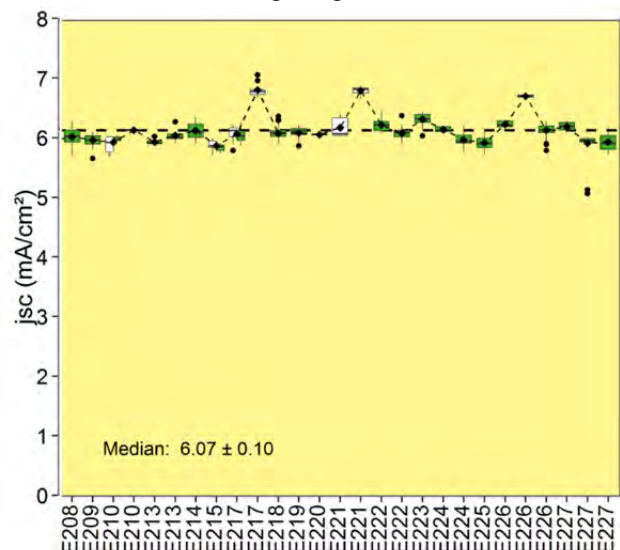


Bild 6: Stromdichte  $J_{sc}$  in der Produktion

In dem Diagramm wird eine stabile Produktion im Median von  $6,07 \text{ mA/cm}^2$  ersichtlich. Die Standardabweichung beträgt über alle Produktionsteile nur  $0,1 \text{ mA/cm}^2$ . Einzelne Ausreißer nach oben und nach unten sind aufgrund von experimentellen Abschnitten in den Produktionen, welche immer wieder bei Heliatek eingeschoben werden, um die Entwicklung und Produktion parallel voran zu treiben.

Außer der Run-zu-Run-Stabilität, zeigt das Diagramm weiterhin die Stabilität innerhalb jeder einzelnen Produktionscharge.

Dass bei Heliatek erfolgreich Solarfolien hergestellt werden, ist in dem Bild 7 in Form einer Strom-Spannungs-Kennlinie zu sehen: Die charakteristischen photovoltaischen Größen  $j_{sc}$ ,  $V_{oc}$  und FF entsprechen hier weitestgehend den Werten, die bei kleinen Testzellen aus dem Labor bei Verwendung derselben Materialien erreicht werden.

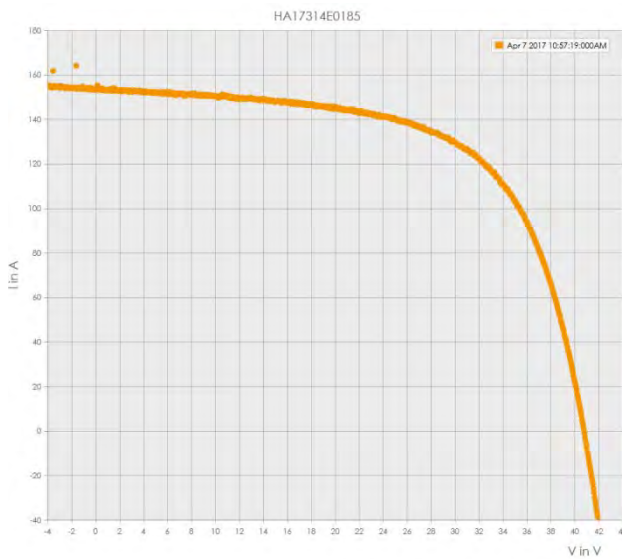


Bild 7: Strom-Spannungs-Kennlinie einer Solarfolie aus der Produktion von Heliatek

#### 4. Zusammenfassung und neue Herausforderungen bei der Aufskalierung

Nachdem Heliatek's Pilotlinie wie dargelegt, erfolgreich arbeitet und zahlreiche Pilotinstallationen bedient, entwickelt Heliatek derzeit die Volumenproduktion von Solarfolien. Ziel ist es Produkte bis zu einer aktiven Breite von 1200 mm herzustellen. Bei dieser Entwicklung wird vor allem auf die Umsetzung vieler Kundenwünsche geachtet. Die Solarfolien werden später sowohl in der Länge, als auch in der Breite variabel gefertigt.

Für die Lasertechnik bedeutet dies eine höhere Komplexität. Bei der Prozessaufskalierung werden mehrere Prozessköpfe notwendig, welche zusätzlich unterschiedliche Auslastungen haben werden. Wie bereits vorher dargelegt, stellt dies eine hohe Anforderung an die Anlagensoftware, bzw. der Anlagensteuerung dar. Für eine kontinuierliche Verbesserung und Reduzierung der Anlagenkomplexität ist Heliatek in vielfältigen nationalen und internationalen Forschungsthemen mit dem Schwerpunkt Lasertechnik engagiert.

Dabei entstehen komplexe Konzepte für neue Produktionslaseranlagen mit mehreren Laserquellen pro Anlage und langen optischen Strahlwegen.

#### Danksagung

Ich bedanke mich für die Unterstützung aller Investoren und allen Fördermittelgebern von Heliatek, die zusammen die großartige Forschung von Laserthemen in der OPV ermöglichen. Für die sehr gute Unterstützung und Zusammenarbeit bei der Entwicklung von Laserprozessen danke ich weiterhin meinen Kollegen Herrn Niels Friedrich-Schilling und Sebastian Eckhardt.

# UNTERSUCHUNGEN ZU RESONANT-INFRAROTER LASERABLATION (RIA) AN PMMA UND BK7 GLAS DURCH ULTRAKURZ GEPULSTE LASERSTRAHLUNG

Eric Punzel, Markus Olbrich, Theo Pflug und Alexander Horn  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Schillerstraße 10, D-09648 Mittweida

Bei den Untersuchungen zu Resonant-Infraroter Ablation (kurz RIA) mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung werden Einzel- und Multipulsabträge auf PMMA und vergleichend auf BK7 Glas erzeugt, um Abhängigkeiten des Ablationsprozesses von der Wellenlänge (Resonant und Nicht-Resonant), der Anzahl der Pulse pro Struktur, Inkubation und der Pulseenergie zu ermitteln. Bei allen untersuchten Wellenlängen  $3 \mu\text{m} \leq \lambda \leq 4 \mu\text{m}$  kann Einzel- und Multipulsabtrag bei hohen Abtragsraten ( $z_A \cong 1.6 \mu\text{m}$  pro Puls) nachgewiesen werden. Als Ablationsmechanismen kann neben einem linearen Absorptionsprozess (Resonant-Infrarote Absorption) auch ein nichtlinearer Absorptionsprozess (Mehr-Photonen-Absorption) nachgewiesen werden. Gleichzeitig kann die spektrale Bandbreite ultrakurz gepulster Laserstrahlung als wichtige Einflussgröße identifiziert werden.

## 1 Einleitung

Die organische Elektronik entwickelt sich rasant zu einer Alternative gegenüber konventioneller Elektronik, da organische Werkstoffe, wie z. B. PMMA, in wesentlich kostengünstigeren und umweltfreundlicheren Fertigungsverfahren verarbeitet werden können als anorganische Materialien. Eine Mikrostrukturierung der Funktionsschichten mit gepulster UV-Laserstrahlung ermöglicht hohe Ablationsraten, schädigt aber die molekulare Struktur organischer Verbindungen und begrenzt ihre Lebensdauer [1].

Resonant-Infrarote Laserablation (RIA) mit Laserstrahlung im mittleren IR-Bereich ermöglicht alternativ eine direkte Anregung molekularer Schwingungsübergänge [2]. Aufgrund der niedrigeren Photonenenergie werden Molekülverbindungen nicht direkt aufgetrennt, wodurch ein übermäßiger Materialschaden vermieden wird. Eine materialspezifische Absorption ermöglicht außerdem eine hohe Schichtselektivität, erfordert dabei allerdings Laserstrahlung mit einer abstimmbaren Wellenlänge. Neben den Vorteilen der Anregung durch infrarote Laserstrahlung entsteht jedoch eine erhöhte thermische Belastung des Materials um die Bearbeitungszone, welche aber durch die geringe Wechselwirkungszeit ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit dem Material verringert werden soll.

## 2 Material und Methoden

Die Laserstrahlung, erzeugt von einem Femtosekunden-Laser (Coherent Astrella,  $\lambda = 800 \text{ nm}$ ,  $Q_P = 7,5 \text{ mJ}$ ,  $\tau_H \geq 35 \text{ fs}$ ,  $M^2 \geq 1,2$ ) und abstimbar durch einen optisch-parametrischen Verstärker (Light Conversion TOPAS Prime,  $200 \text{ nm} \leq \lambda \leq 20 \mu\text{m}$ ,  $\tau_H \geq 60 \text{ fs}$ ), wird über hochreflektierende Metallspiegel zur Fokussieroptik geführt. Eine interne Pockelzelle ermöglicht die Auskopplung von einzelnen Pulsen oder von Pulszügen, bei einer maximal einstellbaren Repetitionsrate von  $f_P = 1 \text{ kHz}$ . Die Proben werden durch ein lineares X-Y-Z-Achssystem positioniert und durch einen OFF-Axis Parabolspiegel ( $f = 12,7 \text{ mm}$ ) auf einem Strahldurchmesser von  $d_0 \leq 30 \mu\text{m}$  fokussiert.

Die externe Leistungsmodulation linear polarisierter

und ultrakurz gepulster Laserstrahlung kann bei niedrigen Fluenzen im Bereich  $\mu\text{J}/\text{cm}^2$  durch einen absorbierenden mid-IR-Polarisator realisiert werden. Eine Leistungsmodulation höherer Pulsenergien wird auf Grundlage eines Goniometers realisiert, bei dem die Rotationsachse der Achse der Strahlausbreitungsrichtung entspricht. Linear polarisierte Laserstrahlung, die im Brewsterwinkel auf eine Siliziumoberfläche trifft, wird polarisationsabhängig ( $R_s$ -Reflexionsgrad der senkrechten Polarisationsrichtung) nach dem Gesetz von Malus mit

$$I = R_s \cdot I_0 \cdot \cos^2(\alpha) \quad (1)$$

reflektiert. Unter Berücksichtigung optischer Verluste kann die Intensität der mid-IR Laserstrahlung in Abhängigkeit vom Drehwinkel  $\alpha$  mit diesem Aufbau zwischen 0 und  $0,6 \cdot I_0$  kontinuierlich moduliert werden.

Die Abmessungen der Ablationsstrukturen sowie Topografiemessungen zur Ermittlung des Ablationsvolumens und der Abtragtiefe werden durch Konfokalmikroskopie (Confovis Confosurf) ermittelt. Spektroskopische Untersuchungen werden durch ATR-Spektroskopie (ThermoFisher Nicolet™) und FTIR-Spektroskopie (PerkinElmer Frontier) durchgeführt.

Für die Ermittlung der Ablationsschwelle bei räumlich gaußförmiger Intensitätsverteilung der Laserstrahlung wird die Methode des quadrierten Durchmessers nach Liu [3] verwendet. Der quadrierte Durchmesser der Ablationsstruktur wird zunächst über den natürlichen Logarithmus der Pulsenergie aufgetragen, wodurch sich eine Regressionsgleichung mit

$$D^2 = 2 \cdot w^2 \cdot \ln(Q_P) - 2 \cdot w^2 \cdot \ln(Q_{\text{thr}}) \quad (2)$$

ergibt, wobei  $Q_P$  der Pulsenergie,  $Q_{\text{thr}}$  der Schwellpulsenergie und  $w$  dem Strahlradius entspricht. Basierend auf den Ergebnissen kann die Schwellfluenz  $H_{\text{thr}}$  berechnet werden mit

$$H_{\text{thr}} = \frac{2 \cdot Q_{\text{thr}}}{\pi \cdot w^2} \quad (3)$$

## 3 Theoretische Grundlagen

Nichtmetallische Festkörper besitzen zwischen dem Valenzband und Leitungsband eine energetische Bandlücke in einer Größenordnung von bis zu einigen Elektronenvolt (eV). Strahlung wird bei linearer Absorption nur dann absorbiert, wenn die Energie eines



Photons größer ist als die zur Überwindung der Bandlücke notwendige Mindestenergie. Das Elektron wird daraufhin in einen energetisch höheren Zustand angeregt. Bei den meisten Polymeren wird die notwendige Mindestenergie zur direkten Elektronenionisation erst im UV-Bereich erreicht [4].

Bei Strahlung mit Wellenlängen im Bereich zwischen VIS und mid-IR ist die Energie einzelner Strahlungsquanten nicht ausreichend zum Überwinden der Bandlücke. Absorption ist meist nur durch nichtlineare Effekte, wie der Mehr-Photonen-Absorption oder Tunnelionisation, möglich. Bereits im Leitungsband angeregte „Saatelektronen“ regen durch Stoßprozesse weitere Elektronen an und sorgen für eine Lawinenionisation. Nichtlineare Absorption tritt insbesondere bei der Wechselwirkung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung und Strahlungsintensität im Bereich von  $\text{GW}/\text{cm}^2 - \text{TW}/\text{cm}^2$  auf [5].

Neben der direkten Elektronenanregung durch Ionisation kann Laserstrahlung auch durch molekulare Resonanzanregung absorbiert werden [2]. Zur Anregung einer Molekülschwingung muss die absorbierte Laserstrahlung der Frequenz der molekularen Schwingung entsprechen, welche sich meistens im mittleren Infrarotbereich befindet. Die energetischen Übergänge vom Grundzustand in einen Schwingungszustand höherer Ordnung sind als charakteristische lokale Absorptionsmaxima ermittelbar und entsprechen den einzelnen Molekülschwingungen, welche in der Infrarotspektroskopie zur Identifizierung des Elementaraufbaus eines Materials genutzt werden [6].

## 4 Ergebnisse und Diskussion

### Spektrale Eigenschaften von PMMA

Bei der Mikrostrukturierung organischer Schichten wird PMMA unter anderem als Opferschicht oder Isolationsschicht verwendet.

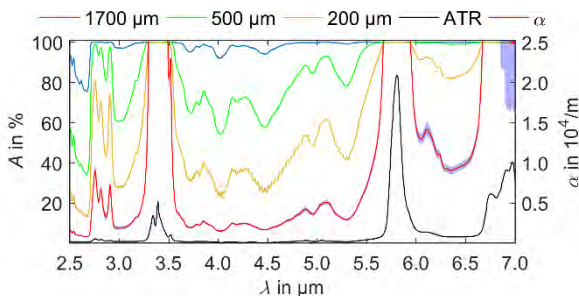


Bild 1: Ermitteltes Absorptionsspektrum von PMMA-Proben im mid-IR, durch Transmissionsmessung bei einer Probenstärke  $d = 1.7 \text{ mm}$  (blau),  $500 \mu\text{m}$  (orange),  $200 \mu\text{m}$  (grün), des daraus resultierenden Absorptionskoeffizienten (rot) sowie abgeschwächter Totalreflexion (ATR, schwarz).

Der Absorptionskoeffizient  $\alpha$  (rot) wird aus den schichtdickenabhängigen Transmissionsmessungen mit

$$I(z) = (1 - R)^2 \cdot I_0 \cdot e^{-\alpha \cdot z} \quad (4)$$

bestimmt und der daraus gebildete Mittelwert graphisch dargestellt, wobei  $R = 0,04$  dem Reflektionsgrad und  $I_0$  der normierten Intensität entspricht. Anhand der ermittelten Absorptionsbanden (Bild 1) kön-

nen Rückschlüsse auf im Material vorhandene Molekülgruppen und den nach [7] dazugehörigen Schwingungszuständen dieser Molekülgruppen gezogen werden, wobei die C-H-Streckschwingung für  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$  bzw. die C=O-Streckschwingung für  $\lambda = 5,8 \mu\text{m}$  als wechselwirkender Schwingungszustand für die ermittelten Absorptionsmaxima benannt werden kann.

### Relative Absorption von Mid-IR-Strahlung

Für die spektrale Bandbreite  $\Delta\nu$  und der Pulsdauer  $\tau_H$  gilt der ideale Zusammenhang des Zeit-Bandbreite-Produkts ( $\Delta\nu \cdot \tau_H \geq \text{const} \geq 0,6$ ), wodurch sich bei bekannter Pulsdauer  $\tau_{H,1}$  und  $\tau_{H,2}$  sowie Bandbreite  $\Delta\lambda_1$  einer Hauptwellenlänge  $\lambda_1$  mit

$$\Delta\lambda_2 = \Delta\lambda_1 \cdot \frac{\tau_{H,1} \cdot \lambda_2^2}{\tau_{H,2} \cdot \lambda_1^2} \quad (5)$$

die Bandbreite  $\Delta\lambda_2$  beliebiger anderer Hauptwellenlängen  $\lambda_2$  berechnen lässt.

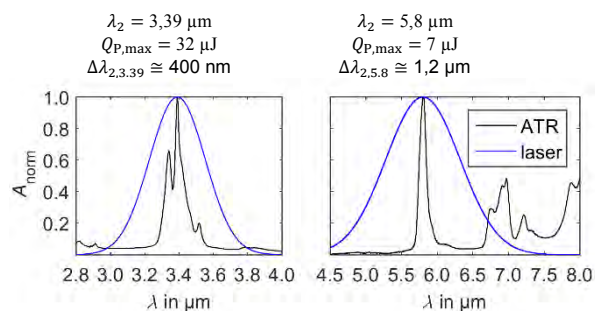


Bild 2: Normierte Absorption  $A_{\text{norm}}$  (schwarz) für PMMA, gemessen mittels ATR-Spektroskopie, verglichen mit einem Gaußpuls (blau) der entsprechenden Hauptwellenlänge  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$  (links) bzw.  $5,8 \mu\text{m}$  (rechts).

Nach Bild 2 werden viele Strahlungsanteile nicht absorbiert. Strahlung mit Wellenlängen außerhalb des Absorptionsmaximums kann sehr tief in das Material eindringen oder sogar durch Materialien mit geringer Schichtdicke transmittieren.

Durch Faltung der Spektren der Laserstrahlung  $f_{\text{Laser}}$  und der Absorptionsbandverteilung  $f_{\text{ATR}}$  in Abhängigkeit zur Wellenlänge  $\lambda$ , wird mit

$$A_{\text{rel}} = \frac{\int (f_{\text{Laser}}(\lambda) \cdot f_{\text{ATR}}(\lambda)) d\lambda}{\int f_{\text{Laser}}(\lambda) d\lambda} \quad (6)$$

die effektive Absorption  $A_{\text{rel}}$  der entsprechenden Wellenlänge  $A_{\text{rel},3.39} \approx 24 \%$  bzw.  $A_{\text{rel},5.8} \approx 13 \%$  ermittelt. Aufgrund der hohen spektralen Bandbreite und verfügbaren Pulsenergie wird die  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$  für die folgenden Experimente ausgewählt.

### Ablation von PMMA bei $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$

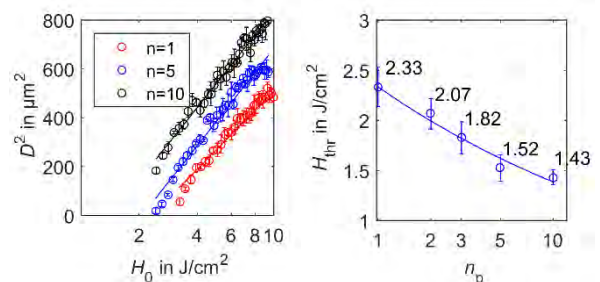


Bild 3: Liu-Plot (l.) und Schwellfluenz (r.) für PMMA, bei  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$  und unterschiedlicher Pulsanzahl  $n_p$ .

Die mit Hilfe der Methode nach Liu ermittelten Schwellfluenz für  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$  beträgt für Einzelpulsabtrag  $H_{\text{thr}} = 2,33 \text{ J/cm}^2$  und nimmt mit zunehmender Pulsanzahl pro Ablationsstruktur ab (Bild 3), was nach dem Inkubationsmodell von Jee [8]

$$H_{\text{thr}}(n_p) = H_{\text{thr}}(1) \cdot n_p^{S-1} \quad (7)$$

und dem durch Regression ermittelten Exponenten  $S = 0,774$ , beschrieben wird. Abweichungen von der Regressionskurve bei geringen Fluenzen (Bild 3 links) deuten auf den Einfluss mehrerer Ablationsmechanismen hin.

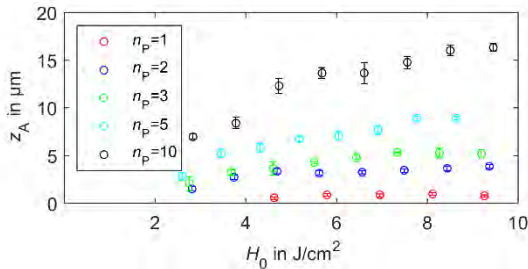


Bild 4: Abtragstiefe  $z_A$  in Abhängigkeit von der Fluenz für  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$  und unterschiedlicher Pulsanzahl  $n_p$ .

In früheren Untersuchungen durch Naithani [9] konnte RIA mit Multipulsen mit einer Pulsdauer in Nanosekundenbereich ab einer minimalen Schwellfluenz  $H_{\text{thr}} = 6,5 \text{ J/cm}^2$  nachgewiesen werden, wobei die maximale Abtragstiefe mit  $z_A = 77 \text{ nm}$  pro Puls angegeben ist. Bei unseren Untersuchungen mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung kann Materialabtrag bereits mit Einzelpulsen bei  $H_{\text{thr}} = 2,33 \text{ J/cm}^2$  erreicht werden, wobei ( $n = 10$ ,  $H_0 = 10 \text{ J/cm}^2$ ) eine Abtragstiefe von  $z_A \approx 1,6 \mu\text{m}$  pro Puls möglich ist (Bild 4).

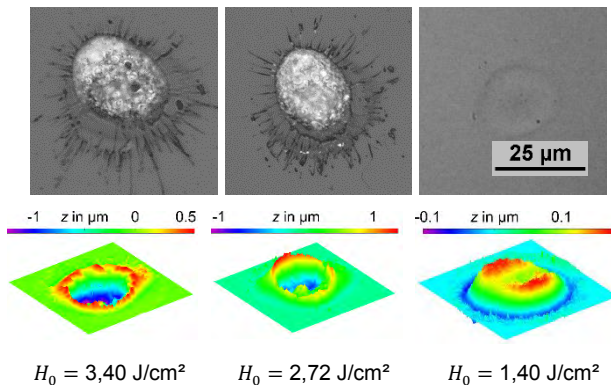


Bild 5: Einzelpuls-Ablationsstrukturen auf PMMA, bei verschiedenen Fluenzen, durch optische und konfokale Mikroskopie gemessen.

Die Ablationsstruktur selbst weist eine hohe Rauheit auf und unterscheidet sich optisch stark von umliegenden Materialbereichen, was auf eine hohe Schmelzdynamik hindeutet. Bereits unterhalb der Schwellfluenz ist eine wärmebeeinflusste Zone in Form einer Aufwölbung oder eines Aufwurfs erkennbar (Bild 5 rechts). Materialabtrag findet daher zuerst innerhalb des Aufwurfvolumens statt, mit einer Abtragstiefe oberhalb der Ebene der Materialoberfläche. Das maximale Aufwurfvolumen wird in einem Fluenzbereich von  $H_0 = 3 - 5 \text{ J/cm}^2$  erreicht und wird für weiter steigende Fluenz schließlich negativ.

### Ablation von PMMA bei $3 \mu\text{m} \leq \lambda \leq 4 \mu\text{m}$

Einzel- und Multipulsabtrag kann bei allen untersuchten Wellenlängen  $3 \mu\text{m} \leq \lambda \leq 4 \mu\text{m}$  erzeugt werden (Bild 6).

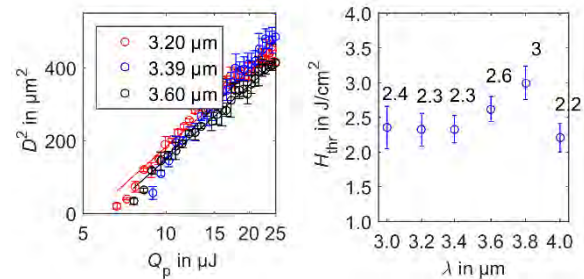


Bild 6: Liu-Plot (l.) und Schwellfluenz (r.) für PMMA, bei unterschiedlichen Wellenlängen  $\lambda$  und Einzelpulsabtrag.

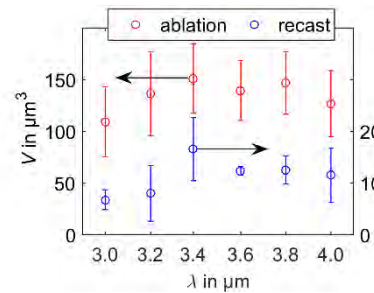


Bild 7: Materialvolumen der Ablation und des Aufwurfs (recast) für PMMA, bei einer Fluenz  $H_0 = 10 \text{ J/cm}^2$ , Einzelpulsabtrag und unterschiedlichen Wellenlängen.

Ein ausgeprägtes Resonanzverhalten der berechneten Schwellfluenz bei  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$  kann gegenüber anderen Wellenlängen (Bild 6 rechts) nicht nachgewiesen werden, jedoch ist die bereits beobachtete nichtlineare Abweichung von der Regressionskurve bei  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$  für Fluenzen nahe der Schwellfluenz am meisten ausgeprägt (Bild 6 links). Sowohl das Volumen der Ablation als auch des Aufwurfs ist nach Bild 7 nahe der resonanten Wellenlänge leicht erhöht.

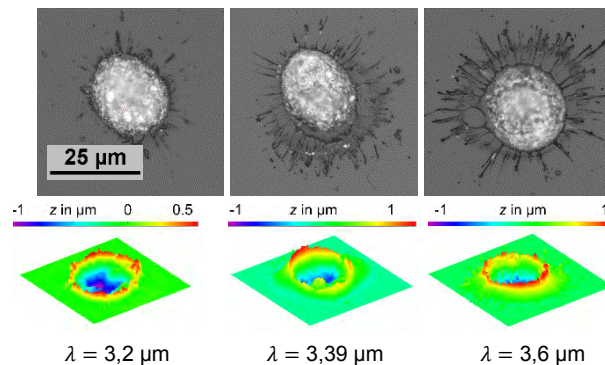


Bild 8: Einzelpuls-Ablationsstrukturen auf PMMA, bei einer Pulsenergie  $Q_p = 26 \mu\text{J}$  und unterschiedlichen Wellenlängen, durch optische und konfokale Mikroskopie gemessen.

Nahe der resonanten Wellenlänge ist in Bild 8 eine erhöhte wärmebeeinflusste Zone in Form von Aufwurf sowie verstärkte Schmelzbildung feststellbar. Eine Materialmodifikation unterhalb der Schwellfluenz ist nur nahe der resonanten Wellenlänge  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$  beobachtbar. Aufgrund des geringen Absorptionseinflusses der charakteristischen molekularen Absorptionsbande auf die eigentliche Materialablation wird

nichtlineare Absorption als primärer Absorptionsmechanismus vermutet.

Zur Ermittlung des dominierenden nichtlinearen Absorptionsmechanismus wird der Keldysh-Parameter mit

$$\gamma = \frac{\omega}{e} \cdot \left( \frac{m_e \cdot c_0 \cdot n \cdot \epsilon_0 \cdot E_g}{I} \right)^{1/2} \quad (8)$$

Bestimmt, wobei für  $\gamma < 1.5$  eine Tunnelionisation und für  $\gamma > 1.5$  eine Mehr-Photonen-Absorption überwiegt, [10]. Mit  $\gamma_{PMMA} = 24$  ist eine Mehr-Photonen-Absorption zu erwarten. Typische nichtlineare Prozesse erfordern Spitzenintensitäten bei GW/cm<sup>2</sup> bis TW/cm<sup>2</sup> [5]. Für die ermittelten Ablationsstrukturen ( $H_{thr} = 2,33 \text{ J/cm}^2$ ,  $\tau_H = 60 \text{ fs}$ ) ergeben sich Spitzenintensitäten oberhalb von  $I_{thr} = 39 \text{ TW/cm}^2$ , weswegen die Absorption ultrakurz gepulster mid-IR Laserstrahlung über lineare und nichtlineare Absorptionsprozesse beschrieben werden muss.

#### Ablation von BK7 durch nichtlineare Absorption

Zur Verifizierung nichtlinearer Absorption bei PMMA werden Ablationsstrukturen auf einem Bulk-Borsilikat-Glassubstrat (BK7) erzeugt. Spektroskopische Untersuchungen können für BK7 im mittleren Infrarotbereich kein erhöhtes Absorptionsverhalten nachweisen, weswegen nur nichtlineare Absorptionsmechanismen zu erwarten sind. Die bei BK7 zu überwindende Mindestenergie bei einer Strahlungsabsorption entspricht  $W_A = 4.7 \text{ eV}$  und liegt höher als die der PMMA-Proben mit  $W_A = 3.3 \text{ eV}$ .

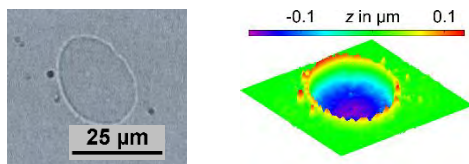


Bild 9: Einzelpuls-Ablationsstruktur auf BK7, bei einer Fluenz  $H_0 = 3,5 \text{ J/cm}^2$ , durch optische und konfokale Mikroskopie gemessen.

Ab einer Schwellfluenz von  $H_{thr} = 2,84 \text{ J/cm}^2$  wird Einzelpulsabtrag realisiert, was einer Spitzenintensität von  $I_{thr} = 47 \text{ TW/cm}^2$  entspricht und ebenso wie die Bandlücke von BK7 geringfügig über den Werten von PMMA liegt. Gleichzeitig ist in Bild 9 eine stark verringerte Rauheit und Schmelzbildung im Abtragsbereich sowie eine verringerte wärmebeeinflusste Zone erkennbar, was in einer gleichmäßigeren Ablation durch die wesentlich höhere thermischen Beständigkeit (Schmelztemperatur  $T_{BK7} = 900 \text{ K}$ ,  $T_{PMMA} = 400 \text{ K}$ ) von BK7 begründet ist.

## 5 Zusammenfassung

Sowohl durch Einzel- als auch Multipulse sind Ablationsstrukturen auf PMMA und BK7-Glas bei unterschiedlichen Wellenlängen im mittleren Infrarot erzeugt worden. Bei einer resonanten und mehreren nichtresonanten Wellenlängen konnte Abtrag erzeugt werden, wobei kein ausgeprägtes Resonanzverhalten bei  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$  festgestellt wurde. Als Abtragsmechanismen konnten lineare (Resonante Absorption) und nichtlineare Prozesse (Mehr-Photonen-Absorption) nachgewiesen werden. Der Einfluss molekularer Absorption ist gering, da die hohe spektrale

Bandbreite der verwendeten ultrakurz gepulsten Laserstrahlung einen limitierenden Faktor für RIA darstellt.

Mehr-Photonen-Absorption bei hohen Spitzenintensitäten verursachen einen photochemischen Abtrag, vergleichbar mit einer Ablation durch UV-Laserstrahlung. Ein photothermischer Absorptionsanteil nahe der resonanten Wellenlänge  $\lambda = 3,39 \mu\text{m}$ , erkennbar an einer größeren wärmebeeinflussten Zone, wird durch die Einkopplung der Laserstrahlung an charakteristischen Absorptionsbanden verursacht.

## Danksagung

Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Finanzierung der Großgeräte (Projektnummer: INST 522/14-1 FUGG).

## Literaturverzeichnis

- [1] C. Faber, I. Duchemin, T. Deutsch et al., "Electron-phonon coupling and charge-transfer excitations in organic systems from many-body perturbation theory," *Journal of Materials Science*, vol. 47, no. 21, pp. 7472–7481, 2012.
- [2] S. L. Johnson, *Resonant-infrared laser ablation of polymers*, Dissertation, Vanderbilt University, 2008.
- [3] J. M. Liu, "Simple technique for measurements of pulsed Gaussian-beam spot sizes," *Optics Letter*, vol. 7, no. 5, pp. 196–198, 1982.
- [4] I. Mingareev, *Ultrafast dynamics of melting and ablation at large laser intensities*, Cuvillier, Göttingen, 2009.
- [5] J. D. Bhawalkar, G. S. He, and P. N. Prasad, "Nonlinear multiphoton processes in organic and polymeric materials," *Reports on Progress in Physics*, vol. 59, no. 9, pp. 1041–1070, 1996.
- [6] T. Kaino, "Optical Absorption of Polymers," in *Encyclopedia of polymeric nanomaterials*, S. Kobayashi and K. Müllen, Eds., pp. 1–14, Berlin, Heidelberg, 2016.
- [7] E. M. Abdelrazek, A. M. Hezma, A. El-khodary et al., "Spectroscopic studies and thermal properties of PCL/PMMA biopolymer blend," *Egyptian Journal of Basic and Applied Sciences*, vol. 3, no. 1, pp. 10–15, 2016.
- [8] Y. Jee, M. F. Becker, and R. M. Walser, "Laser-induced damage on single-crystal metal surfaces," *Journal of the Optical Society of America B*, vol. 5, no. 3, p. 648, 1988.
- [9] S. Naithani, "Mid-Infrared Resonant Ablation of PMMA," *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, vol. 9, no. 2, pp. 147–152, 2014.
- [10] S. Martin, *Zerstörmechanismen in optischen Materialien bei Anregung mit ultrakurzen Laserpulsen*, Dissertation, Freie Universität Berlin, 2004.

# LASER-MIKROBEARBEITUNG FÜR MEDIZINTECHNISCHE ANWENDUNGEN

Ewa Hild, Klaus Stolberg, Susanna Friedel  
Jenoptik Laser GmbH, Göschwitzer Straße 29, 07745 Jena

Die Einsatzgebiete für Lasermaterialbearbeitung in der Medizintechnik sind nahezu allgewärtig. Dabei gibt es bei Anwendung von ultrakurz gepulsten Lasern wie zum Beispiel dem JenLas® femto 16 oder dem JenLas® pico 16 nahezu keine Einschränkung in der Wahl der Materialien. Selbst sehr temperaturempfindliche Werkstoffe wie Polylaktide oder Nitinol oder transparente Werkstoffe wie Glas oder Polymere sind ohne Einbußen der charakteristischen Materialeigenschaften bearbeitbar.

Ausgehend von der Darstellung grundlegender Prinzipien der UKP-Lasermaterialbearbeitung werden im Vortrag angefangen von Filterstrukturen im Mikrometerbereich in Kanülen und Kathetern, über Oberflächenstrukturierungen an Implantaten zur Verbesserung des Einwachsverhaltens sowie zur gezielten Steuerung des Zellwachstums, bis hin zu Markierungen für die Qualitätssicherheit und Rückverfolgbarkeit wie beispielsweise dem Blackmarking (Medical Grade) oder der Innenmarkierung in transparenten Materialien vorgestellt.

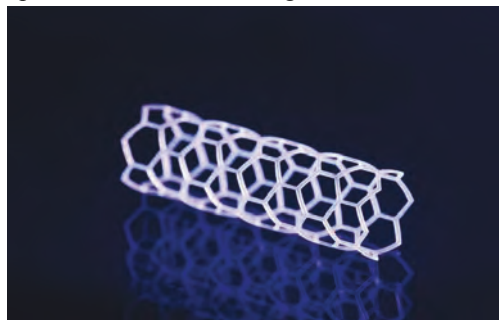


Abbildung 1: biodegradierbarer Polylaktid-Stent; Stegbreite 30µm, 150µm Materialstärke

## 1. Einleitung

Durch den Einsatz medizintechnischer Produkte kann einerseits die Lebensqualität aber auch die Lebenserwartung gesteigert werden, sie ermöglichen eine immer effizientere Gesundheitsversorgung. So gehören die refraktive Chirurgie und der Einsatz künstlicher Linsen in der Ophthalmologie, Hörimplantate wie das Cochlea-Implantat, die Endoprothetik oder kardiologische Implantate mittlerweile zu Standardprodukten. Gleichzeitig werden immer neue medizintechnische Verfahren und Produkte entwickelt. Die MedTech Branche ist ein weltweit wachsender Markt (~4,1% [1]), allein in Deutschland arbeiten rund 200'000 Menschen (Stand Jan. 2017) in solchen Unternehmen. 2016 wurden in Deutschland rund 29 Milliarden Euro Umsatz mit medizintechnischen Produkten gemacht, davon fließen circa 9% in die Forschung und Entwicklung [2]. Die kurzen Innovationszyklen, oft kleiner als 3 Jahre, fordern immer neue technische Verfahren zur Herstellung. So sind im Bereich der Stentbearbeitung in den letzten Jahren zahlreiche neue Materialien und Materialkombinationen aber auch neue Stentgrößen und -strukturen hinzugekommen. Als mögliche Materialien werden mittlerweile sowohl das thermisch sensitive Nitinol sowie bioresorbierbare Polylaktid-Kombinationen genutzt, die sich mit herkömmlichen mechanischen Verfahren bzw. mit Verfahren der klassischen Lasermaterialbearbeitung, welche auf thermischen Wechselwir-

kungsprozessen beruht, nicht mehr herstellen lassen. Für die Bearbeitung kommen auf Grund des thermisch sensitiven Materials (NiTi) bzw. des transluzenten Materials (PLA) und auf Grund neuer Anforderungen an die Strukturgrößen (<50µm) nur noch ultrakurzgepulste Laser im infraroten oder grünen Wellenlängenbereich in Frage.

Seit Mai 2017 erfordert die Medical Device Regulation (MDR) eine Markierung von medizintechnischen Geräten und Produkten. Diese Markierung erfolgt auch auf kleinsten Raum und auf neuartigen Materialien, die Bearbeitung mit ultrakurzgepulsten Laser ermöglicht dies [3]. Gerade wenn die MedTech Produkte schwierigen Umgebungsbedingungen, wie häufige Reinigung oder Kontakt zu Gewebe und Körperflüssigkeiten ausgesetzt sind, können gängige Beschriftungsmethoden zu medizinisch kritischen Effekten führen (Oxidation der Oberfläche etc.). Hier kommen zur Bearbeitung ebenfalls nur ultrakurzgepulste Laser in Frage.

Wesentliche Effekte der Lasermaterialbearbeitung mit ultrakurzgepulsten Lasern sind zum einen die geringe thermische Diffusionslänge, welche über

$$l_{th} = \sqrt{2 * \tau * \kappa}$$

bestimmt wird (mit  $\tau$ ...Pulsdauer des Lasers und  $\kappa$ ... thermische Leitfähigkeit). Die thermische Diffusionslänge als Maß für die Größe der Wärmeeinflusszone beträgt so zum Beispiel für eine Pulsdauer von 1ps unter 10nm. Somit kann innerhalb eines Pulses keine Energie in Form von Wärme in das Material dif-

fundieren. Wird zusätzlich bei der Bearbeitung des Werkstoffes auf eine geeignete Prozessgestaltung zur Vermeidung von Wärmeakkumulation zurückgegriffen, sind auch thermisch sensitive Materialien wie zum Beispiel Nitinol oder Poly-laktid ohne Qualitätseinbußen bearbeitbar.

Zudem nutzt die Materialbearbeitung mit ultrakurzgepulsten Lasern die nichtlineare optische Absorption. Die Intensität eines Laserstrahls nimmt mit zunehmender Materialstärke  $z$  wie folgt ab

$$\frac{dI}{dz} = -\alpha * I - \beta * I^2 - \gamma * I^3 \dots$$

Dabei stellt der  $(-\alpha * I)$  Bestandteil die lineare Absorption dar, wie sie bei jeder LMB auftritt. Bei sehr hohen Intensitäten, wie sie durch ultrakurzgepulste Laser erzielt werden können ( $>10^{12} \text{W/cm}^2$ ), nimmt die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten der nichtlinearen Absorption zu und die höheren Terme der Gleichung werden relevant. Das ermöglicht eine Wechselwirkung mit dem eigentlich transparenten Material.

Um die herausragenden Eigenschaften, nämlich die Bearbeitung „transparenter“ Werkstoffe und thermisch sensitiver Materialien zu ermöglichen, ist auch die Prozessgestaltung von immenser Bedeutung um eine Wärmeakkumulation zu verhindern. Strategien hierfür wurden in [4] gezeigt.

## 2. Equipment

Für die Untersuchung zur Bearbeitung medizintechnisch relevanter Werkstoffe und Produkte wurden zwei verschiedene Ultrakurzpulslaser verwendet. Der JenLas® pico 16 von JENOPTIK ist ein Pikosekundenlaser der im infraroten und grünen Wellenlängenbereich Pulse mit einer maximalen Pulsenergie von 300µJ emittiert.



Abbildung 2: links - JenLas® pico 16; rechts - JenLas® femto 16

Desweiteren wird ein 16W Femtosekundenlaser (JenLas® femto 16) mit einer maximalen Pulsenergie von 80µJ verwendet. Über eine integrierte, umschaltbare Frequenzverdopplungseinheit (SHG) ist sowohl die Infrarot(IR)-Grundwellenlänge von 1030nm als auch die SHG-Wellenlänge von 515nm nutzbar.

Die Pulsenergie ermöglicht bei beiden Laserquellen sowohl Markierungen als auch einen effizienten Materialabtrag mit einer Abtragsrate von bis zu 4mm³/min in Glas.

## 3. Ergebnisse

### 3.1 Stents

Alle Untersuchungen zur Bearbeitung von Stents wurden auf Grund der hohen Anforderung hinsichtlich Qualität, Geschwindigkeit und thermischen Managements mit den Lasern der JenLas® femto-Serie angefertigt.



Abbildung 3: Links - Übersicht Stentgrößen und -strukturen; Mitte - REM Aufnahme Stentstruktur;

Bei den thermischen sensitiven Nickel-Titan-Legierungen (sogenannten Formgedächtnislegierung) wurden Materialstärken im Bereich 50µm bis 250µm untersucht. Die Stents hatten einen Durchmesser zwischen 300µm und 7mm. Es wurden Stegbreiten von 100µm und Schnittbreiten von unter 10µm erzielt. Für eine Materialstärke von 100µm betrug die Schnittgeschwindigkeit 200mm/min. An Hand von REM-Aufnahmen konnte bei der Untersuchung der Kanten kein Qualitätsunterschied zum bulk Material festgestellt werden (vgl Abb. 3, Mitte).

In der Stentfertigung mit bioresorbierbaren Materialien wurde vor allem die Poly-laktid basierten untersucht. [4]. Die Materialstärke lag hier im Bereich 100µm bis 150µm. Je nach geforderter Qualität und Struktur können hier Geschwindigkeiten von 50mm/s bis 150mm/s bei Flachmaterial erzielt werden, für realen Stentstrukturen und -größen konnte eine Geschwindigkeit von 10mm/s erzielt werden und liegt damit Faktor 3 höher als bei Nitinol. Die limitierende Größe ist hier die Bewegungsdynamik der Bearbeitungsanlage. Die minimale Stegbreite beträgt weniger als 20µm.

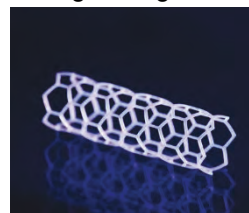


Abbildung 4: Poly-laktid Stent

Bei Materialien, wie dem thermisch sensitiven Nitinol und dem zusätzlich transparente Polymer konnten nach der Bearbeitung keine signifikanten thermischen Beeinflussungen festgestellt werden. Die bearbeiteten Proben wiesen eine exzellente Qualität der Schnittkante auf. Nachbearbeitungsschritte wie das Entgraten, Honen oder Sandstrahlen entfallen so zum Beispiel für die Produktion von Nitinolstents und bewirken damit einerseits eine deutliche Redu-

zierung der Prozesskosten und der Handlingsrisiken und andererseits können aufwendige chemische Prozessschritte aus der Produktionskette getilgt werden.

### 3.2 Metallisch verstärkte Polymerkatheter

In der Medizintechnik werden Polymerkatheter in den unterschiedlichsten Bereichen eingesetzt, angefangen von einfachen transurethralen Einmalkathetern bis hin zu intravenösen Verweilkathetern oder Spezialkathetern für die vaskuläre Neurochirurgie. Ihr Vorteil liegt einerseits in der Flexibilität bei gleichzeitiger Festigkeit und andererseits in ihrer Beständigkeit gegenüber Reinigungsmitteln und körpereigenen Flüssigkeiten sowie Gewebe. Dabei werden die Katheter heute mit einer speziellen Polymerschicht versehen, um eine Keimbildung zu reduzieren. Zusätzlich können diese Katheter mit einem Netz auf Edelstahl verstärkt sein. Die Herausforderung bei der Bearbeitung liegt in der Materialkombination: Die Polymere haben einen vorwiegend geringen Absorptionskoeffizienten ( $\alpha < 0.5\%$ ) im Vergleich zum Metall ( $\alpha > 5\%$ ). Bei herkömmlichen Laserverfahren im ns-Bereich würde die Bearbeitung des Polymers über Wärmeleitungseffekte erfolgen, da bereits während eines Laserpulses das Metall, auf Grund der hohen Wärmeleitfähigkeit ( $\kappa \sim 15 \text{ W/mK}$ ), die eingebrachte Energie in das umliegende Polymer leiten würde ( $\kappa < 0.5 \text{ W/mK}$ ).

Auf Grund der bereits dargestellten nichtlinearen Absorption sowie der geringen thermischen Diffusionslänge ist eine nahezu wärmeleitungs-freie Bearbeitung aller Materialien möglich.

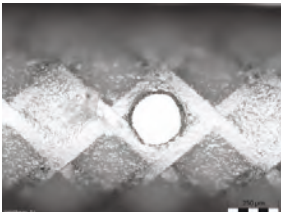


Abbildung 5: metallisch verstärkter Peba-Katheter, 100µm Bohrloch

In Versuchen wurden Polymerkatheter mit einer Wandstärke von 100µm bis 300µm bearbeitet. Dabei können Bohrzeiten von unter 0.25s für 100µm dickes Material erzielt werden. Die Nutzung eines UKP Laser ermöglicht auf Grund seiner nahezu „kalten“ Ablation Stegbreiten von ~15µm ohne Schmelzkantenbildung.

### 3.3 Kanülen / Chirurgenadeln

Einmalkanülen aus Chirurgenstahl (316L) werden standardmäßig mit zwei unterschiedlichen Schlifften angeboten: Dem Langschliff, zur venenschonenden und schmerzfreien Punktion, und dem Kurzschliff für schwer erreichbare Venen. Der Entwicklungstrend im MedTech-Bereich geht derzeit hin zu sogenannten „customized needles“ bei denen Schliff, Ein-

stechspitze und Schnittwinkel der Kanüle entsprechend der Anwendung speziell eingestellt werden können. Diese neuen Freiheitsgrade ermöglichen eine noch bessere Anpassung der verwendeten Kanülen auf das jeweilige Einsatzgebiet. Durch das Schneiden mit einem UKP Laser werden scharfe Schnittkanten ohne Deformierung des Ausgangsmaterials und ohne thermische Beeinflussung oder Gratbildung ermöglicht. Die Schnittgeschwindigkeit beträgt hier ~25mm/min.

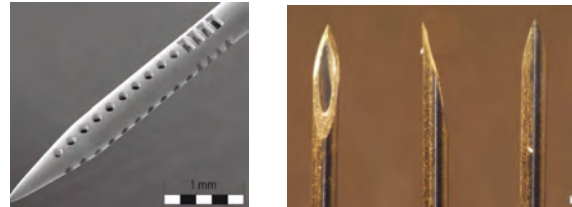


Abbildung 6: links - Hypotube mit Mikrobohrung und Testgeometrie (Schlitzform); rechts - Kanüle mit speziell auf die Anwendung angepasster Schnittgeometrie; Nachbearbeitung der Schnitte nicht notwendig

Kanülen mit besonders kleinem Durchmesser, sogenannte Hypotubes, können zusätzlich zu individuell angepassten Einstichgeometrie auch zusätzlich mit Bohrungen, Schlitzten oder anderen speziellen Schnittgeometrien versehen werden. Die Qualitätsanforderungen sind hier mit denen der Kanülen vergleichbar. In Versuchen wurden Bohrlöcher und Mikroschlitzte in die Seitenwände des Hypotubes eingebracht. Die Bearbeitungszeit lag hier bei weniger 2s bei einer Wandstärke von 100µm und einem Bohrl Lochdurchmesser von 100µm.

### 3.4 Linsenbeschriftung

Die Beschriftung von Markenbrillengläsern, speziell aber von Markengleitsichtgläsern, wird bereits seit Jahren durchgeführt. Die herkömmliche Markierung durch Farbdrucke wurde in den letzten Jahren zunehmend vom sogenannten Innerglas-Branding oder -Marking abgelöst. Zunächst nur von den Marktführer von Markengläsern durchgeführt, werden heute auch mehr und mehr Gläser der Wettbewerber mit diesem Innerglas-Branding beschriftet. Diese Beschriftung dient einerseits der Identifikation aber auch zu Einbringung definierter Marken für die Vermessung der exakten Nah- und Fernpunkte zur Anfertigung der auf den Patienten abgestimmten Gläser. Diese Beschriftungen werden im Glas, unsichtbar für das menschliche Auge (Strukturgrößen ~5-10µm), eingebracht. Die Beschriftungsgeschwindigkeit beträgt bei UKP Lasern im Femtosekundenbereich ~200mm/s.

Die Produktkennzeichnung von Linsen, die bisher mechanisch auf der optisch nicht wirksamen Begrenzung (Rand) graviert wurden, können auch mit UKP Lasern gekennzeichnet werden. Die athermische Bearbeitung durch UKP Laser ermöglicht eine spannungsfreie Kennzeichnung der Linsen. Mit ei-

nem JenLas<sup>®</sup> pico 16 können so alphanummerische Zeichen mit einer Größe von 1mm in weniger als 2s erzeugt werden.

### 3.5 Black Marking – Medical Grade

Die seit 2013 in den USA geltende UDI-Richtlinie verlangt eine lückenlose Kennzeichnung von Med-Tech-Produkten aller Art. In Europa wurde äquivalent dazu die Medical Device Regulation (MDR) und die In-Vitro Diagnostic Regulation (IVDR) eingeführt. Um für alle Produkten eine lückenlose Rückverfolgung zu gewährleisten wird in vielen Fällen das MedTech-Produkt direkt gelabelt [2], die Ansprüche sind dabei, dass die Beschriftung haltbar und gut lesbar, also mit hohem Kontrast versehen, ist. Herkömmliche Beschriftungsverfahren durch zum Beispiel ns-Faserlaser sind eingeschränkt nutzbar, da sie auf Grund ihrer geringen Oxidationsbeständigkeit bei Produkten die innerhalb des Körpers angewandt werden, Probleme bereiten können. Um eine möglichst kontrastreiche, haltbare und „sichere“ Beschriftung zu erzeugen, sind Pikosekundenlaser zum black marking –medical grade geeignet. Die Beschriftungszeit beträgt hier für einen Data-MatrixCode (Gesamtgröße 5mm x 5mm) und einer dazugehörigen alphanummerischen Beschriftung (Lettergröße 1mm) weniger als 10s. Der DMC ist auf Grund des hohen Kontrastes sehr gut auslesbar. Außerdem wurde an verschiedenen MedTech Materialien (Titanlegierung – 3.7165 und Chirurgenstahl – 1.4404) diverse Tests zur Korrosionsbeständigkeit und zur Cytotoxizität durchgeführt.

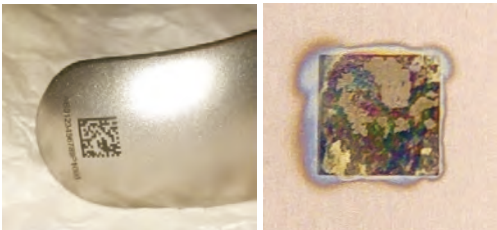


Abbildung 7: links - Black Marking - medical grade; Markierung entsprechend UDI/MDR; rechts - Oxidation einer ns-Markierung auf Edelstahl

Hierbei stand der Vergleich zu herkömmlichen Laserbeschriftungsverfahren mit ns-Faserlasern im Mittelpunkt. Bei dem 1.4404 Edelstahl (ns-beschriftet) traten Oxidationsprozesse bereits während des Einwirkens der physiologischen Kochsalzlösung auf, wohingegen bei der Beschriftung mit dem JenLas<sup>®</sup> pico16 auch nach Dampfsterilisation kein Oxidationsverhalten auftrat [5]. Sowohl die Dampfsterilisation als auch die physiologische Kochsalzlösung stellen dabei ein vergleichbares chemisches Milieu dar, wie sie im menschlichen Körper bzw. während der Reinigung von medizinischen Produkten auftreten. Die Proben aus Titanlegierung zeigten weder für das herkömmliche noch das UKP-Beschriftungsverfahren Oxidationsef-

fekte. Sowohl bei der Bearbeitung mit ps- als auch mit ns-Lasern konnte keine cytotoxischen Effekte beobachtet werden.

### 4. Zusammenfassung

In diesem Beitrag wurden einige typische Anwendungen der Lasermikromaterialbearbeitung mit UKP-Lasern für den Bereich der Medizintechnik dargestellt. Die geringe thermische Eindringtiefe während der Laserpulsdauer im ps- und fs-Bereich ermöglichen exzellente Bearbeitungsqualitäten beim Schneiden von Mikrostrukturen in thermisch sensitiven Materialien, z.B. beim Schneiden von Stents, beim Einbringen von Mikrobohrungen in Kanülen und beim Bohren von Metall/Polymer Materialkombinationen bis in den Bereich <10µm. Insbesondere das Fehlen von Schmelze und Recast an Schnittkanten reduzieren den Aufwand der Nachbearbeitung, Erhöhen die Ausbeute der Fertigungsprozesse und tragen somit zur Senkung der Stückkosten bei. Die hohen Spitzenleistungen der ultrakurzen Laserpulse wiederum gestatten die Ausnutzung nichtlineare optischer Absorptionseffekte und ermöglichen so die Bearbeitung optischen transparenter bzw. opaker Materialien. Die im Wesentlichen „kalte“ Materialbearbeitung ermöglicht es weiterhin, medizinische Instrument und Implantate so zu markieren, das keine thermisch induzierte Oxidation auftritt („Black Marking“). Die Markierung ist dauerhaft und widersteht den üblichen Reinigungsprozeduren sowie den chemischen Milieus, die im Körper anzutreffen sind. UKP Laser eröffnen somit sehr attraktive neue Möglichkeiten für die Lasermaterialbearbeitung speziell für komplizierte Anwendungssituationen im Bereich der Medizintechnik.

### 5. Quellen

- [1] [www.med-startbahn.de](http://www.med-startbahn.de); Stand 18.09.2017
- [2] BVMed - Bundesverband Medizintechnologie e.V. [www.bvmed.de](http://www.bvmed.de); Stand 13.09.2017
- [3] Amtsblatt der Europäischen Union; L 99/17 – 2013/172/EU; „Empfehlung der Kommission – 5.4.13 – über einen gemeinsamen Rahmen für ein System einmaliger Produktkennzeichnung für Medizinprodukte in der Union“; Stand 9.4.13
- [4] S. Friedel et al.; „Bearbeitung biodegradierbarer PLA Polymere mittels infraroter und grüner Femtosekundenstrahlung“ Jenaer Lasertage Nov. 2014, DVS Nr. 307
- [5] K.Stolberg et al.: “Picosecond Laser based Black Marking for Medical Instruments and Devices”, 12th International Laser Processing and Systems Conference (LPC 2017), Shanghai/China, 14./15.03.2017

# UNIVERSAL MICROMACHINING PLATFORM FOR THE MANUFACTURE AND MARKING OF MICROPHYSIOLOGICAL SYSTEMS

Katja Günther<sup>1</sup>, Frank Sonntag<sup>2</sup>, André Hirsch<sup>3</sup>, Elmar Moritzer<sup>1</sup>, Udo Klotzbach<sup>2</sup> and Andrés Fabián Lasagni<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Technische Universität Dresden, George-Baehr-Str.1, 01069 Dresden

<sup>2</sup>Fraunhofer Institute for Material and Beam Technology IWS, Winterbergstrasse 28, 01277 Dresden

<sup>3</sup>Kunststofftechnik Paderborn, Universität Paderborn University, Warburger Straße 100, 33098 Paderborn

Micro Physiological Systems (MPS), also known as Organ-on-a-Chip, are advanced microfluidic systems that allow the cultivation of different types of cells and tissue in just one common circuit. MPS represent a key technology for regenerative and personalized medicine as well as the replacement of animal testing. For fast and flexible manufacturing and marking of MPS, a concept for a universal micromachining platform has been developed which provides the following latest key technologies: laser micro cutting of polymer foils, laser micro and sub-micro-structuring of polymer foils, 3D printing of polymer components, 3D printing of conductive inks as well as optical inspection and online process control. The combination of different laser sources, processing optics, inspection systems, and print heads on multiple axes allows the change and exactly positioning to the workpiece during the process. Therewith, the realization of MPS including 3D printed components, printed electrodes as well as direct laser interference patterned surfaces for well-defined cell adhesion and product protection is possible.

## 1. Introduction

The Lab-on-a-Chip application field reaches from synthesis of active pharmaceutical ingredients up to the detection of specific biomarkers and the cultivation of human cells and tissues for substance testing as well as personalized and regenerative medicine. The latter has a substantial interest because micro-perfusion-systems enable a much higher cell concentration and replicate the in vivo situation much better than statically cell culture systems [1]. Due to that Micro Physiological Systems (MPS), also known as Multi-Organ-Chip or Organ-on-a-Chip, have benefit. MPS are miniaturized, chip-sized platforms designed to emulate the physical environment for in vitro cell cultures. They can be used as cellularized organoid systems to study cellular processes like migration, regeneration, or proliferation. They are also able to simulate the interaction of different organs as well as pharmacokinetics. That means the adsorption, distribution, metabolism, and excretion of drugs and metabolites. MPS show wide application possibilities for various cell types and organ models [2]. Therefore they represent a key technology for regenerative and personalized medicine as well as the replacement of animal testing [3, 4].

However, MPS can be produced combining a layer-by-layer manufacturing technology of laser-cut, structured and printed polymer foils with 3D printing of application-specific cell culture modules and reservoirs [5]. For fast and flexible manufacturing and marking of tailor-made MPS a universal micromachining platform is needed which provides the following latest key technologies:

- laser micro cutting of polymer foils,
- laser micro- and sub-micro-structuring of polymer foils,
- printing of conductive inks (inkjet or aerosol),
- 3D printing of polymer components,

- optical inspection and online process control.

Therewith, the realization of MPS including 3D printed components, printed electrodes as well as direct laser interference patterned surfaces for well-defined cell adhesion and product protection is possible.

## 2. Material and Methods

### Micro Physiological Systems

MPS are comprised of a basic chip, application-specific cell culture modules, and reservoirs [4]. The basic chip consists of a multilayer stack of micro structured, functionalized, printed and bonded polymer foils. The multilayer technology also enables the realization of pneumatically driven pumps and valves. By applying an overpressure to a thin polymer membrane, it bulges and displaces the liquid in the chamber below. If, on the other hand, a vacuum is applied, the membrane retracts and thus increases the volume of the chamber. The connection of pump and valve chambers to a peristaltic pump and suitable control allows the directed transport of liquids. The use of highly transparent polymers allows optical access for non-invasive online monitoring. By using different laser technologies, well-defined surface properties (e.g., topography, chemistry, and product protection) can be realized locally. The basic chips are manufactured with an established closed technology chain, developed at Fraunhofer IWS. In the first step, the basic chip, which is to be realized, is constructively split into individual layers, which are later formed in each case by a separate foil. In the second step, a material with the desired properties (hydrophilic, hydrophobic, transparent, gas-permeable, etc.) is selected from the functional boundary conditions for each layer. In the third step, the foils are cut by means of laser micro-material



processing, structured on both sides and optionally functionalized (e.g. printing of conductive inks [6]). In the fourth and final step, the individual foils are laminated together into a multilayer system using different technologies (thermal bonding, bonding, welding, etc.). The application-specific reservoirs and cell culture segments are prepared by means of generative production processes, e.g. 3D printing or selective laser sintering of polymers [7].

### Laser Treatment

The basic chip, with the exception of the membrane, is made out of polycarbonate (PC) foils (Modulor GmbH, Berlin, Germany, product number ST0262951, thickness: 250  $\mu\text{m}$ ). Depending on the structure size, different optical setups were used for the Direct Laser Writing (DLW) process. For large structures a static laser beam is focused onto the substrate surface by means of a lens. Structuring can be realized moving the substrate relative to the static beam (DLW-module). For small structures a galvanometer scanning head can be used (Scanner-module). In this setup, the substrate is fixed and the laser beam is deflected relative to the surface.

For the Direct Laser Interference Patterning (DLIP) process, two or more laser beams are superimposed onto the substrate surface. This produces an interference pattern with which different periodic structures (lines, holes, crossline) are generated. In general, the number of used laser beams as well as their individual phase and polarization control the shape of the interference pattern. Differently, the structure period can be changed by varying the utilized laser wavelength and the intercepting angle of the interfering beams. Depending on the wavelength and material used, structure periods between  $\sim 150$  nm and  $\sim 30$   $\mu\text{m}$  have been already reported [8]. However, the size of the achievable structural parameters do not only depend on the spatial period of the interference pattern but on the kind of interaction between the laser light and the material (e.g., melting, evaporation, etc.). In the case of processing of polymer substrates, spatial periods even in the sub-micrometer range could be obtained due to the very short thermal diffusion lengths compared to metals, as it has been shown for polycarbonate, polyurethane, or poly (styrene-co-acrylonitrile).

Due to the above mentioned characteristics, significantly shorter processing times are required for the DLIP-technology compared to DLW, especially to fabricate patterns with small feature sizes [9]. Depending on the desired spatial period, different optical setups can be used. For long periods, we used a setup of mirrors and beam splitters that permit to change incident angle even to very small values ( $<1^\circ$ ) [10]. For small spatial periods, a combination of a Diffractive Optical Element (DOE), a lens and a prism was used as recently reported [11].

### Plastic Freeforming

The cell culture segments were made of Acrylonitrile Butadiene Styrene (ABS, Terluran GP35) using the Arburg freeformer. Plastic Freeforming (PF) is an additive manufacturing process to produce three-dimensional plastic parts based on 3D CAD data by applying plastic droplets layer by layer. The freeformer was developed to transform the PF-process into a viable industrial process. At first qualified standard granulates are melted as in the injection molding process to generate a defined dosage volume in the screw chamber. The axial movement of the plasticizing screw displaces the plastic melt into the discharge unit. The main component of the discharge unit is a piezoelectric, high frequency driven nozzle closure. Due to the rapid opening and closing of the nozzle up to 140 tiny droplets with a diameter of between 0.2 and 0.3 mm can be produced per second. A movable three-axis part carrier ensures that the single droplets are accurately positioned on the component structure, whereby the specific deposition strategy can be adjusted by varying the process parameters. The freeformer is equipped with two plasticizing units and two discharge units to realize multi-material combinations in one process step. The open machine controller system enables all processing parameters to be freely programmable and permits that the processes can be individually optimized for different materials. In principle, the freeformer can be operated with any thermoplastic material, including biocompatible polymers. For complex geometries water-soluble support material, based on polyvinylpyrrolidone, is used.

## **3. Results and Discussion**

### Conception for a Universal Micromachining Platform

For manufacturing and marking of MPS, a universal micromachining platform has to provide the following latest key technologies: Laser micro- und sub-micro-structuring, 3D printing of polymer components, printing of conductive inks as well as optical inspection and online process control.

Different laser sources, processing optics, inspection systems, and print heads are required for the individual processes. Different axes allow the change of the modules and exactly positioning of the workpiece during the process.

Figure 1 shows the conception of the universal micromachining platform. The machining table with the workpiece holder is mounted on a three-axis positioning system. On the left side, two linear axes are arranged horizontally above the worktable. The various tools (processing optics, microscope, print heads) are mounted on the lower axis (tool magazine) and the different laser sources are mounted on the upper axis (beam source magazine). By appropriately aligning the tool and beam source magazine, different processing optics (DLW, two-beam and multi-beam DLIP, scanner,

etc.) can be combined with different beam sources (lasers). The DLW-module allows structuring of large areas (determined by range of the axes) using a relative movement between the substrate and the incident laser beam. Using the scanner-module working field and spot diameter are determined by the objective. With DLIP-module, different kinds of periodic structures can be realized.

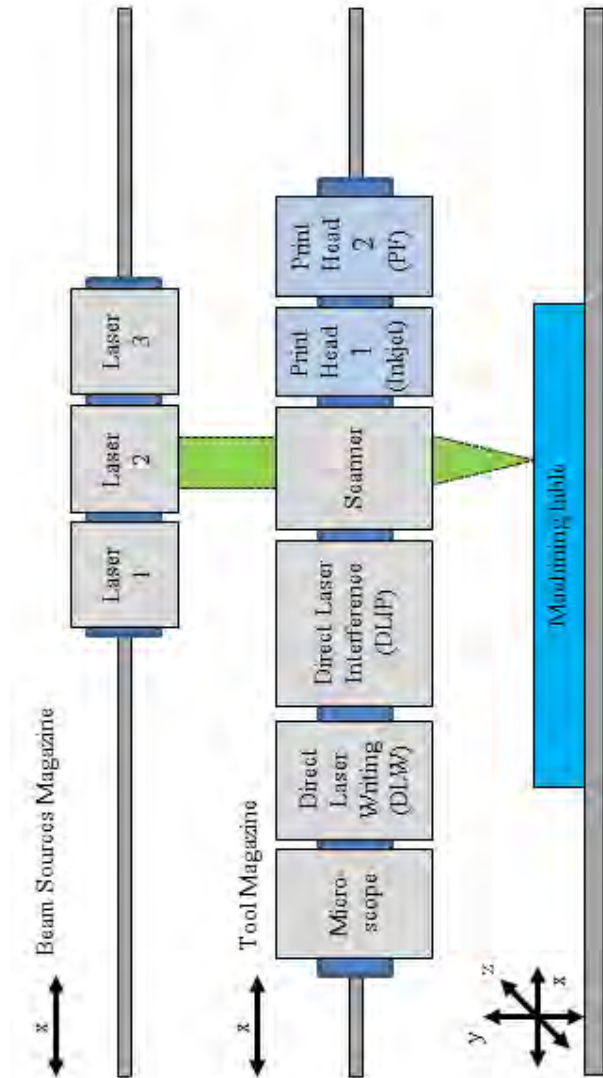


Fig. 1: Conception of the universal micromachining platform for manufacturing and marking of MPS.

Because of the desired structures, corresponding contours can be cut out or removed by means of a scanner. The creation of special surface functionalities and product protection features is achieved by introducing periodic structures using DLIP methods.

#### Demonstrator of the Universal Micromachining Platform

The current function pattern of the universal micromachining platform includes:

- a machining table with workpiece fixture, freely positionable in three axes

- a tool magazine, freely positionable in one axis, equipped with
  - Processing optics 1: Mask projection system,
  - Processing optics 2: Two-beam interference system,
  - Scanner: Raylase MINISCAN-7,
  - Microscope camera.
- Beam source magazine, freely positionable in one axis, equipped with
  - Laser 1: UV short pulse laser TECH-263 (Laser Export Co. Ltd) ,
  - Laser 2: e.g., UV short pulse laser Quanta-Ray Pro290 (Spectra Physics) or Fuego (Time-Bandwidth Products).

All components of the universal micromachining platform (axes, laser, and scanner) are controlled by an embedded system (Zynq™-7000 Development Board, Digilent Inc., Pullmann, United States) with Linux operating system and a tailor-made software. Scanner is controlled via XY2-100 protocol, which is generated in real time by on board Field Programmable Gate Array (FPGA) using a tailor-made design.

#### Demonstrator of a Universal MPS

Based on established microfluidic configurations [3, 4] for substance characterization a demonstrator for the long-term cultivation of scaffolds or tissue slices in a circulation system was conceptualized and successfully realized.

Figure 2 shows the the schematic structure and figure 3 a photograph of the working demonstrator. The closed circulation system filled with red fluid (1) consisting of two reservoirs (2), an interface for cell culture modules (3) as well as a three-point-peristaltic-pump (4). The demonstrator system can be combined with different 3D printed cell culture modules (5-7). These are 3D printed polymer constructs with integrated chamber and channels. For optimal cell adhesion the surface of the cell culture chamber is hydrophilic and has a periodic line-like structure produced by DLIP. For product protection on the basic chip is marked with a periodic line-like structure with different periods.

Subsequent to the fabrication, a complete functionality test of the demonstrator was realized. Besides the leak-proof of the system, the volume flow rates inside the system were characterized by means of Micro-Particle Image Velocimetry and pressure ratios by analyzing the deflection of the integrated membranes. It was possible to realize the same fluidic boundary conditions in the demonstrator as in the already established MPS. Initial investigations of biocompatibility and cell culture properties were realized. After coating the microfluidic with fibronectin it was also possible to cultivate cells for several days in the demonstrator

and they showed the same adhesion behavior as in the already established MPS.

Using the universal micromachining platform the realization of MPS including 3D printed components as well as direct laser interference patterned surfaces for well-defined cell adhesion and product protection is possible.

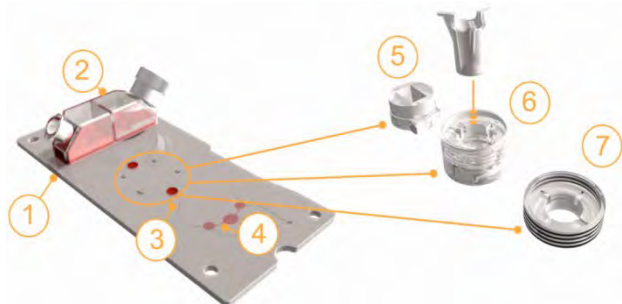


Fig. 2: Explosion view of the MPS demonstrator. Basic chip with closed circulation system (1) filled with red fluid, consisting of two reservoirs (2), an interface for cell culture modules as well as a three-point-peristaltic-pump (4). The demonstrator can be combined with different cell culture modules (5-7).

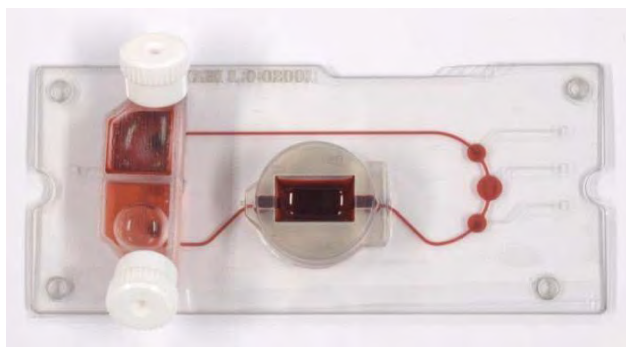


Fig. 3: Photograph of the MPS demonstrator.

#### 4. Results and Discussion

For fast and flexible manufacturing and marking of MPS, a concept for a universal micromachining platform has been developed which provides the following latest key technologies: laser micro cutting of polymer foils, laser micro- and sub-micro-structuring of polymer foils, 3D printing of polymer components, printing of conductive inks as well as optical inspection and online process control. The combination of different laser sources, processing optics, inspection systems, and print heads on multiple axes allows the change and exactly positioning to the workpiece during the process with an accuracy of less than 2  $\mu\text{m}$ . Therewith the realization of MPS including 3D printed components as well as direct laser interference patterned surfaces for well-defined cell adhesion and product protection is possible.

#### Acknowledgements

This work was partially supported by the Federal Ministry for Economic Affairs and Energy/Zentrales Innovationsprogramm Mittelstand under project

“ $\mu\text{infinity}$ ” (KF2097561GM4). The work of A.L. was supported by the German Research Foundation (DFG), Excellence Initiative by the German federal and state governments to promote top-level research at German universities (Grant No.: F-003661-553-71A-1132104). The authors also gratefully acknowledge Sascha Teutoburg-Weiss for software development and Patrick Schöps for Field Programmable Gate Array design.

#### References

- [1] A.L. Paguirigan, D.J. Beebe, From the cellular perspective: exploring differences in the cellular baseline in macroscale and microfluidic cultures. *Integr. Biol.* 2009, 1, 2.
- [2] M. Baker, Tissue models: A living system on a chip. *Nature* 2011, 471, 7340.
- [3] I. Maschmeyer et al., A four-organ-chip for interconnected long-term co-culture of human intestine, liver, skin and kidney equivalents. *Lab Chip* 2015, 15, 2688–2699.
- [4] F. Sonntag et al., Universal lab-on-a-chip platform for complex, perfused 3D cell cultures. *Proc. SPIE* 2016, 9705, 970516.
- [5] K. Günther et al., Universal micromachining platform and basic technologies for the manufacture and marking of microphysiological systems. *Micromachines* 2017, 8, 246.
- [6] H. Lee, K. Chou, K. Huang, Inkjet printing of nanosized silver colloids. *Nanotechnology* 2005; 16: 2436–2441.
- [7] F. Schmieder et al., 3D printing – a key technology for tailored biomedical cell culture lab ware. *Curr. Dir. Biomed. Eng.* 2016, 2, 1.
- [8] S. Alamri, A.F. Lasagni, Development of a General Model for Direct Laser Interference Patterning of Polymers. *Opt. Express* 2017, 25, 287359.
- [9] V. Lang, T. Roch, A.F. Lasagni, High-Speed Surface Structuring of Polycarbonate Using Direct Laser Interference Patterning: Toward 1  $\text{m}^2 \text{min}^{-1}$  Fabrication Speed Barrie. *Adv. Eng. Mater.* 2016, 18, 1342–1348.
- [10] D. Langheinrich et al., Control of cell growth direction by direct fabrication of periodic micro- and submicrometer arrays on polymers. *J. Polym. Sci.* 2012, 50, 415–422.
- [11] M. Bieda, M. Siebold, A.F. Lasagni, Fabrication of Sub-Micron Surface Structures on Copper, Stainless Steel and Titanium using Picosecond Laser Interference Patterning. *Appl. Surf. Sci.* 2016, 387, 175–182.

# ULTRAFAST LASERS JUMP TO MACRO APPLICATIONS

Martin Griebel, Walter Lutze, Jürgen Weißer, Jan Langebach

JENOPTIK Automatisierungstechnik GmbH, Konrad-Zuse-Strasse 6, Jena, Germany, 07743

Ultrafast Lasers have been proven for several micro applications, e.g. stent cutting, for many years. Within its development of applications Jenoptik has started to use ultrafast lasers in macro applications in the automotive industry. The JenLas D2.fs-lasers with power output control via AOM is an ideal tool for closed loop controlled material processing. Jenoptik enhanced its well established sensor controlled laser weakening process for airbag covers to a new level. The patented process enables new materials using this kind of technology. One of the most sensitive cover materials is genuine leather. As a natural product it is extremely inhomogeneous and sensitive for any type of thermal load. The combination of femtosecond pulse ablation and closed loop control by a multiple sensor array opens the door to a new quality level of defined weakening. Due to the fact, that the beam is directed by scanning equipment the process can be split in multiple cycles additionally reducing the local energy input. The development used the 10W model as well as the latest 16W release of JenLas D2.fs and achieved amazing processing speeds which directly fulfilled the requirements of the automotive industry. Having in mind that the average cycle time of automotive processes is about 60s, trials had been done of processing weakening lines in genuine leather of 1.2mm thickness. Parameters had been about 30 cycles with 1000mm/s respectively resulting in an average speed of 30mm/s and a cycle time even below 60s. First samples had already been given into functional and aging tests and passed successfully.

## 1. Introduction

Jenoptik develops femtosecond lasers since 2006, paying major attention to high reliability and availability in 24/7 industrial and medical applications, and simple system integration. Recently, Jenoptik has started utilizing femtosecond laser pulses in the automotive and consumer sector for machining of genuine leather. The advantage is that such pulses induce no visible thermal damage in leather, in contrast to longer pulses.

Jenoptik is market leading for the manufacturing of pre-defined break lines in airbag covers by the use of laser perforation. This process is established for the most plastic materials in single or multilayer configuration. Standard tool is the CO<sub>2</sub>-laser with suitable absorption in a wide range of plastics.

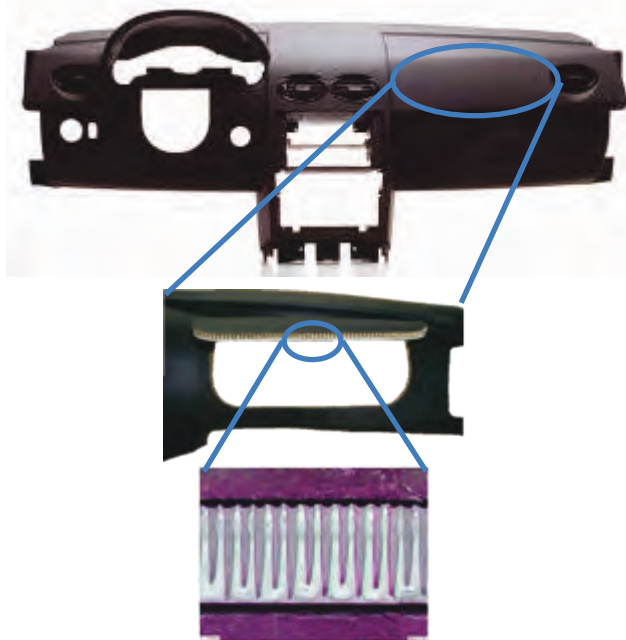


Figure 1. laser perforation for pre-defined break lines in automotive dashboard

## 2. Mission

Target of the development was the application of the Jenoptik laser perforation method to genuine leather to create a pre-defined break line for airbag covering without any visibility on the a-surface. Nowadays stitching is the most popular method followed by mechanical partial cutting and mechanical needle perforation. The functional stitch does not fulfill the aesthetical requirements anymore and the mechanical methods are connected to specific suppliers by patents. To assure freedom to operate the car manufacturers are looking for an independent solution as the laser perforation, which would be available for all suppliers.

There are a lot of specifications to be fulfilled:

- Opening forces (e.g. < 350N on 50mm)
- Repeatability
- Process documentation and trace ability because of safety regulations
- No visibility even after heat aging
- Cycle times of about 60s

	stitched	raw leather
Avg. [N]	347,5	693,9
min. / max.-Values [N]	278,5 - 456,5	621,4 - 828,3
max – min [N]	178	206,9

Table 1. Analysis of stitched samples versus raw leather

A direct transformation of the established process is impossible due to negative side effects. Figure 2 illustrates the visibility caused by thermal expansion of the fiber structure by using a CO<sub>2</sub>-laser.

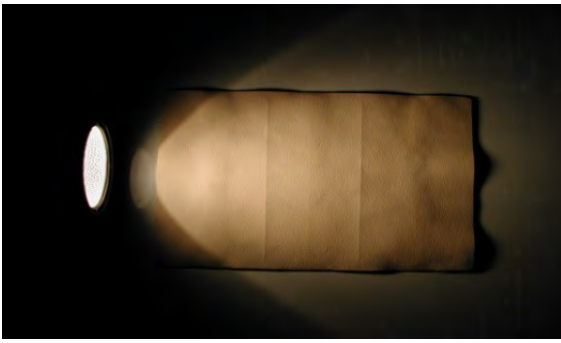


Figure 2. laser perforation of pre-defined break lines in genuine leather with CO<sub>2</sub>-laser

### 3. Process

The laser perforation process based on a punctual material ablation closed loop controlled by sensor equipment.

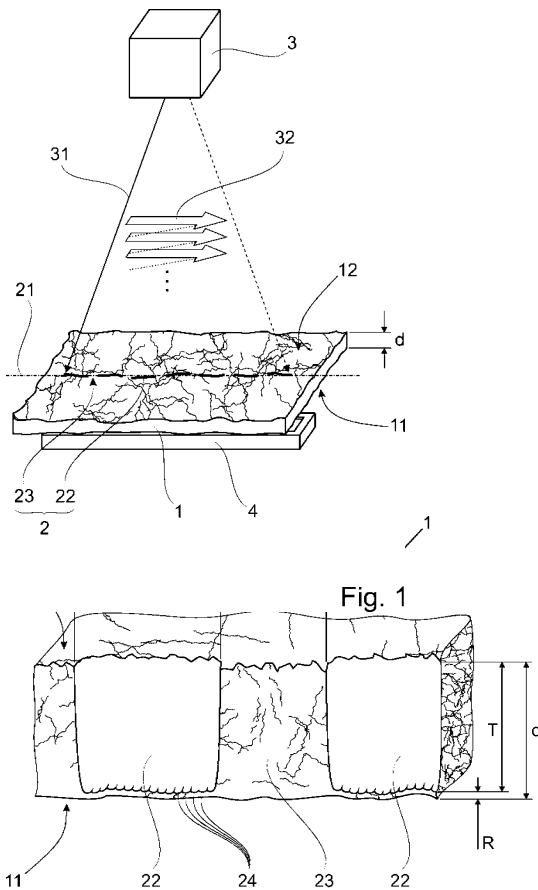


Figure 3. schematic view of the process and the result in the material

Legend:

- |                     |                            |                      |
|---------------------|----------------------------|----------------------|
| 1 material          | 21 line                    | T cutting depth      |
| 2 weakening line    | 22 slot                    | D material thickness |
| 3 short pulse laser | 23 bridge                  | SLL slot length      |
| 4 sensor            | 24 impact point            | STL bridge length    |
| 11 front side       | 12 back side               | 31 pulsed laser      |
| 32 scan             | R remaining wall thickness |                      |

For generating the pulsed laser beam a short pulse laser is used, which can deliver laser pulses with pulse lengths <1 ps and pulse repetition frequencies of 10 kHz up to 200 kHz. The laser beam outgoing of the short pulse laser, and focused on the back side of the material is guided by a relative movement along a contour line. The relative movement is carried out by moving the laser beam with a scanner. On the impact point of the focused laser beam a high energy input is carried out on a small area and in a very short time, which results in crossing an ablation threshold of the material. Above the ablation threshold each laser pulse forms a plasma, whereby the material exposed to the laser pulse evaporates explosively. The laser ablation happens so fast that only a very small localized heating can occur because there is no time left to transmit these local heating by thermal conduction in surrounding areas of the material. By appropriate adjustment of the process parameters, the local heating in the surrounding material is kept below a critical temperature. Exceeding this critical temperature limit would cause a change in the structure of the material in these areas, leading to high visibility of the weakening line at the front surface. The design of the weakening line can be done in different ways. In this example, it is constructed of a series of slots, which are separated from each other by a remaining web. As shown in Figure 1, in the area of the slots a removal to a residual wall thickness of material is performed. Due to the residual wall thickness, the slots remain invisible on the front side. The slots and webs along the weakening line do have a slot length and a land length that are in the range of 0,5-2mm. The width of the slots is determined by the focus of the pulsed laser beam. By a typical beam diameter at the beam focus point of about 50 microns, the width of the slots is less than 100 microns. The tensile strength of the line of weakness depends on the properties of the material, the residual wall thickness, the slot length and the land length. With the generation of the line of weakness by means of short-pulse laser only tiny amounts of the material are superficially removed with each laser pulse. For natural leather, the thickness of the material removal with one-time impact of the laser beam is between 30-100 microns. Depending on the material thickness a plurality of laser pulses are necessary at the same location to achieve a corresponding depth of the weakening material removal to the residual wall thickness. For this purpose, the pulsed laser beam performs a repetitive, linear fast scanning movement relative to the material. According to the design of the line of weakness the laser beam is switched on and off during the scanning movement, so that while scanning the succession of slots in the material is formed in a predetermined regime. At the same impact point further removal occurs only after a full scan, what gives time delays for cooling the material. In the area of the slots exposed with pulse repetition frequencies of up to 200 kHz the laser pulses lead to the removal of material. According to

the pulse repetition frequency, the speed of the scanning must be fast enough that the impact points of two successive laser pulses are separated from each other so that with each scanning only one laser pulse is emitted to one impact point. The repetition of the scanning starts with the same direction again at the end of the route on which the first-time scanning is started. The interval between two laser pulses at the same impact point has at least the duration of a full scan. If the line of weakness is a closed contour the repeated scanning movements continuous without interruption sequentially. The control of the residual wall thickness is carried out by a sensor, which is arranged to the laser beam direction on the opposite side of the material. The sensor continuously measures the strength of a transmitting part of the radiation through the material, so that the laser beam when it reaches the desired minimum residual wall thickness can be switched off. With the sensor, the entire line of weakness is detected locally in high resolution. The spatial resolution is at least as high that a single point of impact of the laser pulses can be localized. Thus, a locally differentiated shutdown of the laser beam is also possible within the slots. If an impact point already achieved the minimum remaining wall thickness a local shutdown of the laser beam is carried out at the next scanning movement at this point. In the remaining slot area the removal of material will continue unchanged. The scanning movements are repeated until all the slots in the line of weakness, at each point of impact the desired residual wall thickness is reached. So in each slot an optimized residual wall thickness can be processed in compliance with all possible inhomogeneities of the material and with spatial resolutions of spot spacing. For a conventional leather of about 1 mm thickness about 30 scanning cycles are required for the manufacturing of the weakening line. To assure the on and off switching of the short pulse laser used for the process according to the required resolution a closed loop control is implemented. The method can be used advantageously for the weakening of natural leather, but is not limited to this material. As sensor configuration a sensor array as well as a number of sensors distributed along the contour of the weakening line may be used.

#### 4. Equipment

For development we used the inhouse JENOPTIK JenLas® femto 16 Thin Disk Femtosecond Laser.

Decisive for scribe quality and productivity is a sufficiently high beam quality, pulse energy and average power of the fs laser. The thin disk concept of the JenLas® femto 16 allows efficient cooling and perfect thermal control of the active thin disk medium, which enables excellent beam quality close to the theoretical optimum as well as higher pulse energies than typical fiber laser concepts.

General Properties	IR	SHG
Wavelength	1030 nm	515 nm
Maximum output power	≥ 16 W	≥ 8 W
Maximum pulse energy	≥ 80 μJ @ 200 kHz	≥ 40 μJ @ 200 kHz
Beam diameter	1.2 mm	0.8 mm
Beam quality M <sup>2</sup>	≤ 1.3	
Pulse width (sech <sup>2</sup> )	550 fs +- 150 fs	
Pulse repetition rate	single shot – 510 kHz*	
Fast beam modulator	pulse picking, pulse energy attenuation	
Polarization	linear, > 100:1 (IR: vertical, SHG: horizontal)	

Table 2. specification of the laser source

The wide operating conditions with 15-30°C in temperature and 10-80% relative non condensing humidity fits the system for automotive applications.

The scanning system is a 3 axis galvanometer scanning system with 3D capability for 3D shaped targets, too.

In front of the scanner the sensor array is placed. The sensor array consists of photo diodes. The sensors are light-to-voltage optical sensors, each combining a photodiode and a transimpedance on a single monolithic integrated circuit. The output voltage is directly proportional to the infrared light intensity (irradiance) on the photodiode. The advanced linear CMOS silicon-gate technology provides good amplifier offset-voltage stability and low power consumption.

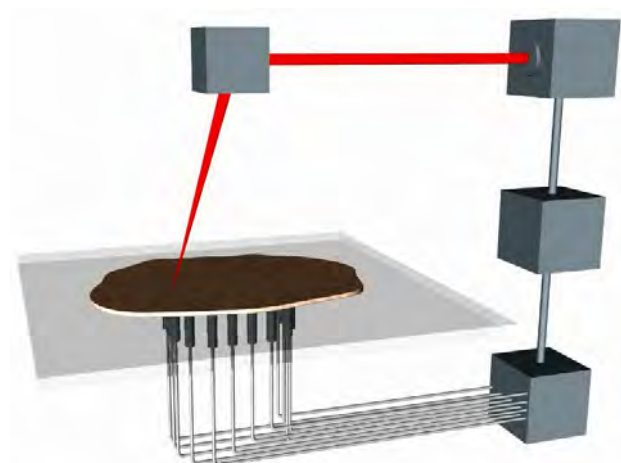


Figure 4. schematic view of the components

## 5. Application

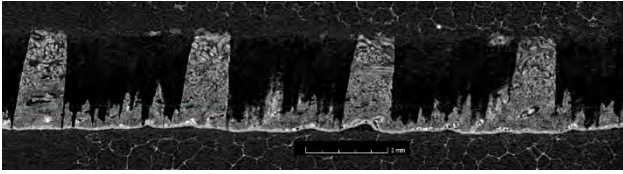


Figure 5. CAT scan of the cutting result inside a genuine leather sheet

A lot of influences need to take into consideration to fulfill the specification indicated in the mission. Main target will be the tensile strength of the weakened samples. The potential control factors of the laser scoring process are:

- Laser power
- Frequency
- Focal position
- **Cut length**
- **Bridge width**
- Cutting speed
- Web weakening
- Sensor reaction level
- Attenuator
- **Segment width**
- **Line design**

The 4 factors (high lighted in bold) are taken for initial DOE.

DOE goals:

- 1) Establish optimal process settings to minimize "strength"
- 2) Understand which parameters affect the "strength" and in parallel appearance issues.

A: line design	B: segment width (mm)	C: cut length (mm)	D: bridge width (mm)
straight	0,1	2,5	0,8
waved	0,1	1	0,8
waved	0,1	2,5	0,3
straight	0,25	1	0,8
waved	0,25	2,5	0,8
waved	0,25	1	0,3
straight	0,25	2,5	0,3
straight	0,1	1	0,3

Table 3. DOE plan

## Results of the Analysis

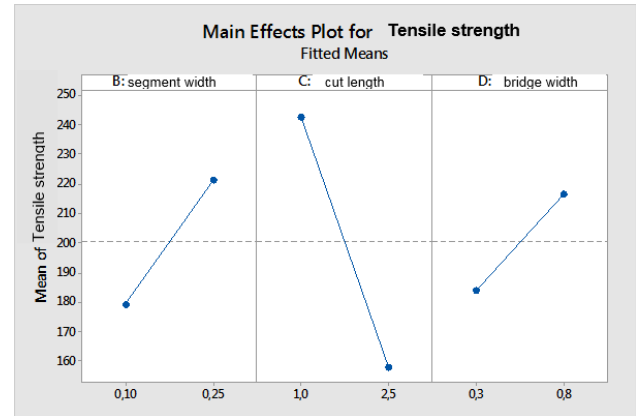


Figure 4. main effect plot for tensile strength

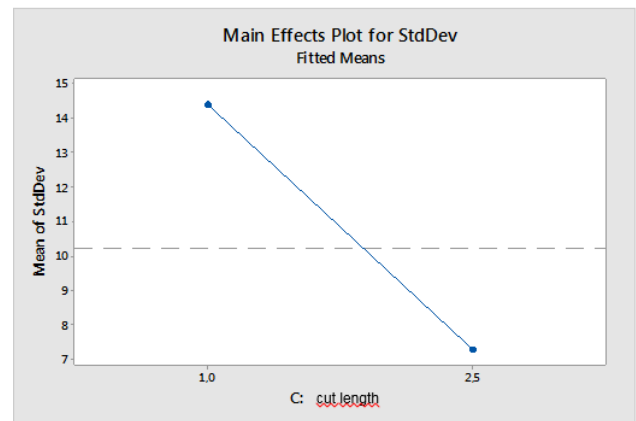


Figure 5. main effect plot for standard deviation

For variation only "cut length" is significant but for the average strength the factors "segment width, cut length and bridge width" are significant.

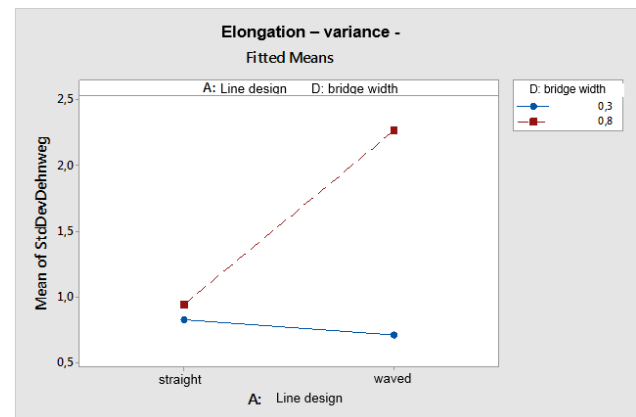


Figure 6. variance plot for elongation

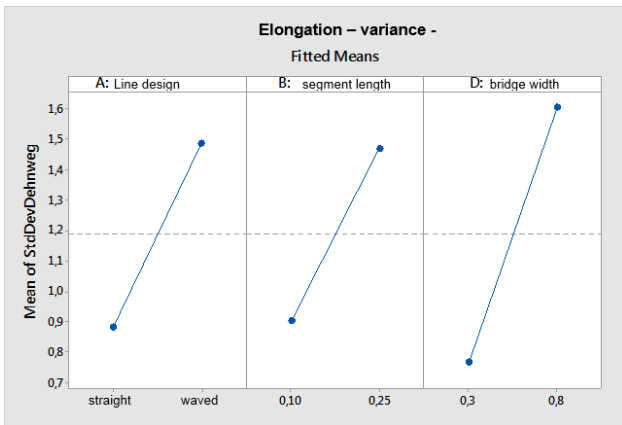


Figure 7. variance plot for elongation

The interaction between “line design and bridge width” is significant. Considering the read through aspect we can vary the value of bridge w/o increasing significantly the variation. 3 main factors are significant. Based on the interaction we can use the “segment width” to reduce the variation.

DOE confirmation run		Results	
Variable	Setting	part	Strength (N)
A: line design	straight	1	108,9
B: segment width	0,1	2	127,2
C: cut length	2,5	3	109
D: bridge width	0,3	4	101,8
		<b>Avg</b>	<b>117</b>
Fit	SE Fit	95% CI	95% PI
113,613	5,02802	(103,296; 123,929)	(85,5482; 141,677)

Table 4. DOE confirmation run

Predicted strength with 95% confidence level is between 103N-123N/25mm. The confirmation run show 117N/25mm. Thus we can say that the model is reliable and we can do predictions.

## Conclusion

Ultra short puls lasers became a efficient tool for the industrial use in automotive industry. The new process shows reliable results for the functional and aesthetical demands of premium car interior.

Based on these results, Jenoptik developed and introduced a new generation of their VOTAN®A laser perforation machine particularly for the scribing of genuine leather (and also synthetic leather) airbag covers. It includes a Jenoptik 16 Watt femtosecond thin disk laser JenLas® femto 16. The process fully meets the demanding requirements of the automotive industry and for premium products in the consumer industry, including process speed.



# HIGH SPEED AND HIGH POWER LASER MATERIAL PROCESSING: NEW OPTIONS FOR APPLICATIONS?

Jens Hildenhagen<sup>a</sup>, Paul Bant<sup>b</sup>, Klaus Dickmann<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Laser Center of the University of Applied Sciences Muenster, Stegerwaldstr. 39, 48565 Steinfurt, Germany

<sup>b</sup> ILT Fineworks BV, 7547 TG Enschede, The Netherlands

The increasing output power and brilliance of laser sources allows faster material processes but need novel handling technologies, e.g. beam guiding systems. Current developments like polygon scanner are dissolving consisting restrictions and finally physical properties (e.g. primary thermal conduction and heat capacity) will be the remaining limitations for process speed. First investigations should give an outlook what might be possible in several years in the field of high speed laser material processing when the above listed technical limitations have been overcome. Therefore different samples were mounted on a fast rotating cylinder and treated with a 30 kW (cw) fiber laser. The applied laser spot diameter of 200  $\mu\text{m}$  led to an interaction time of 1.7  $\mu\text{s}$  and intensity of  $10^8 \text{ W/cm}^2$ . The high speed - high power setup allows to transfer laser parameters usually known by pulsed laser systems and enabled distinct surface modification or even ablation by a single laser pulse. In a continuous process with comparable raise of application rate. Thus it was possible to remove oxide layer or other resistant coatings with an output of several square meter per minute.

## 1. Aim of study

The availability of laser output power in cw mode is nowadays less a question of technical feasibility than need for applications and profitability. The vast majority of laser based processes using cw-mode cannot be handled with more than a few kilo watts. Higher levels of output power led to unsuitable increasing of energy density and worsened production quality. Acceleration of feed rates to spread an abundance of laser energy onto a larger processing area could only be a solution for application where no expanded heat transfer and interaction is needed. These scope of applications are typically machined with short and ultrashort pulsed laser systems. Limited interaction time and high peak energy generate modification or ablation effect on surfaces with manageable heat influence. The dominating factor for economic success is the ablation/modification rate per time ergo costs per square meter or cubic millimeters.

According to the pulse/pause ration the average output power of a pulsed laser system is much lower as comparable system in cw mode. Consequently, cw systems would offer a high productivity level if they could use like a short pulse system. A study should give first indications if high power laser radiation in cw mode in combination with high feed rates could realize comparable results like a short pulse laser or might offer novel options for laser material processing.

## 2. Experimental setup

To analyze the laser material process behavior for different samples by high speed, a mobile setup was constructed. Hereby samples of 40x22 mm<sup>2</sup> could be fixed on a cylinder with a diameter of 320 mm and rotated with a circumferential speed up to 120 m/s, see Fig 1. This flexible system can combine with different high power laser systems and fixed optics. By means of a position monitoring the laser could be triggered that only the sample were irradiated. Within this study different fiber lasers up to 30 kW have been used to study options for material processing.

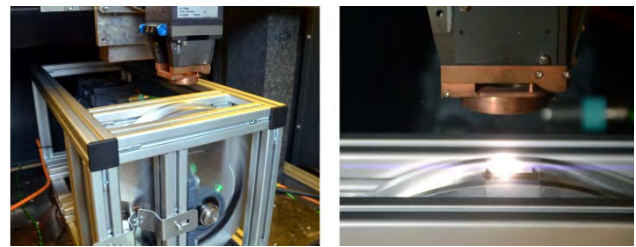


Fig. 1 Mobile high speed setup – rotating cylinder with sample below a multi kw fiber laser.

## 3. Results

This study should explore the speed range above 30 m/s. First experimental with fiber lasers in the power class of 1-5 kW clarify that notable results need more output power. Hence the mobile setup was combined with a 30 kW fiber laser at the application labor of IPG Laser GmbH. Means this laser energy the maximal feed rate of 120 m/s could be used for the study.

As mentioned above processes based on expanded heat transfer, like welding or cutting, could not realize in the aimed speed range. A few tests with 0.1 mm thin stainless steel confirm this assumption – just with the lowest feed rate of 30 m/s the deposited laser energy was not sufficient to fuse the reverse side. As intended the study focused on “close to surface” processes which rest on immediate interaction processes between irradiation and upper layer of the material. The minimum necessary energy density of  $10^6 \text{ W/cm}^2$  exceeded the IPG laser system with a spot size of 0.2 - 0.4 mm effortlessly. The maximum value for the intensity was  $10^8 \text{ W/cm}^2$ . The used feed rate about 30 - 120 m/s cause an exposure time of 1.7 - 12  $\mu\text{s}$  and ensured a limited deposition of energy.

### 3.1. Ablation of coatings

The removal of well-bonded top layer like anodized layer on aluminium, rust on steel or varnish on tinplate could be carried out at all possible feed rates, provided the maximal output power, see Fig 2. Even with the highest speed of 120 m/s all named layer

were residue-free removed. In the case of scale layer on steel and powder coating on aluminium a sufficient removal in one pass stops above 60 m/s and for enamelled copper wire a maximal speed of 45 m/s was detected. Projected on a continuous process an area of 2-4 m<sup>2</sup> per minute could be cleaned.

SEM analyses offers for all exposed surfaces, with exception of copper, thermal influences in microscopic scale, like micro zones of fusing or erosion. These unwished side effects could very likely reduce with optimized balance between laser power and feed rate.

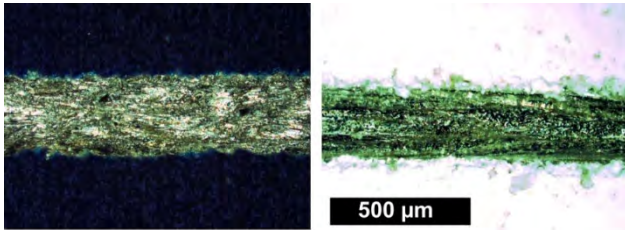


Fig. 2 Test series for high speed ablation of coating with fiber laser (output power 30 kW): anodized layer on aluminium, feed rate 120 m/s (left) and white powder coating on aluminium, feed rate 30 m/s (right).

### 3.2. Surface modification

Due to the interaction time range of a few microseconds all modification effects are thermal based. The deposited laser energy melted all iron materials to a depth of a few micrometers. During the melt phase the centrifugal force effect the formation of streaks and droplets. All structures are orientated in direction of rotation, see Fig 3. This preferred direction might be used in future applications to generate functional surfaces with direction-dependent properties like different friction factors.

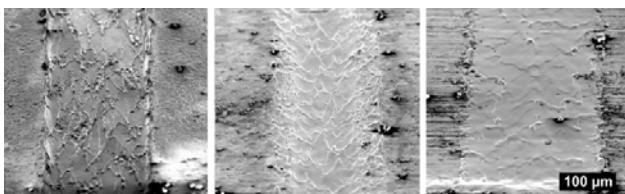


Fig. 3 SEM picture of surface modifications, caused with fiber laser (output power 30 kW): Exposed tinplate, feed rate 45 m/s (left), exposed mild steel, feed rate 30 m/s (middle) and stainless steel, feet rate 90 m/s (right).

Type and strength of these solidification structures vary only slightly by the feed rate. Probably lower centrifugal forces would be compensated by longer interaction time with stronger melting effects and higher viscosity. Substantially more influence have the material properties, different kind of steel generate more or less distinct structure. Aluminium offer a few and copper none of these geometric formations, because of their higher levels for thermal transfer and capacity, see Fig 4.

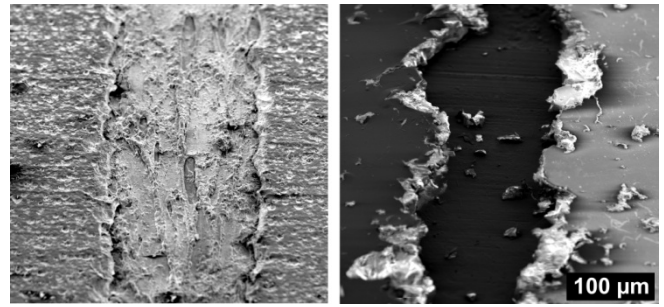


Fig. 4 SEM pictures of exposed samples of anodized aluminium, laser power 30kW, feed rate 120 m/s (left) and enamelled copper wire, laser power 30 kW, feed rate 30 m/s (right).

## 4. Summery and Outlook

The combination of high laser power in cw mode with high feed rate allow an alternative approach to ablate unwished coatings very fast. Actually thermal side effects in microscopic scale could not be avoid, but should be reducible with optimize parameters. Only exception, copper allows the removal of enamelled layer without thermal impact on the bulk layer.

The achieved modification effect on surfaces were not comparable to those of ultrashort pulsed systems as the interaction time of several microseconds is still excessively long. But the combination of short time surface melting and strong centrifugal force seams to offer new options for surface modifications. The direction-dependent agglomeration of microstructure should be researched more detailed and might be applicable for new functionalization effects. Further studies should include a higher variety of materials, especially plastics and ceramic. Moreover, the output power must adjust to the feed rate. In many cases, the applied power of 30 kW was still in combination with the maximal feed rate of 120 m/s excessively high.

## Acknowledgements

This project is funded by INTERREG V - EUREGIO, Projekt-Nr. 142014. Further thanks to IPG Laser GmbH for providing high power fiber laser systems.

# GROßFLÄCHIGE UND SCHNELLE FUNKTIONALISIERUNG VON TECHNISCHEN OBERFLÄCHEN MITTELS ULTRAKURZPULS-LASERBEARBEITUNG

L. Schneider, J. Schille, S. Mauersberger, K. Kujawa, U. Löschner  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

In diesem Artikel werden Ergebnisse zu zwei speziellen Anwendungsbeispielen bionischer Mikrostrukturen vorgestellt. Die topographische Veränderung von Reibflächen infolge einer Lasertexturierung, abstrahiert von den Nanometer-Lamellen am Geckfuß, bewirkte die Erhöhung der Haftreibung, womit die Herstellung stark haftender aber reversibler Verbindungen möglich wird. Mit Pikosekunden-(ps)- und Femtosekunden-(fs)-Laserquellen generierte Texturen auf Stahloberflächen (S355J0, 42CrMo4) führten in Abhängigkeit vom applizierten Bestrahlungsregime und der damit verbundenen Strukturausbildung zu beträchtlichen Haftreibwerterhöhungen bis auf mehr als das Doppelte im Vergleich zu unstrukturierten Proben. Es wurden Flächenraten von bis zu 43 cm<sup>2</sup>/min erzielt. Ein zweites Anwendungsbeispiel bionischer Strukturen sind sogenannte laser-induzierte periodische Oberflächenstrukturen (LIPSS - Laser Induced Periodical Surface Structures), auch als Ripple-Strukturen bezeichnet, die in ihrer Funktion als Beugungsgitter wirken und so zur Erzeugung von Farbmustern dienen können. Diese entstehenden LSFL-Formationen (LSFL - Low Spatial Frequency LIPSS), deren Strukturabmessungen geringfügig kleiner als die applizierte Laserwellenlänge sind, können auf technischen Oberflächen mit der am LHM verfügbaren Hochrate-Laseranlagentechnik in angemessen kurzer Prozesszeit homogen auf großen Flächen aufgebracht werden. Für die Untersuchungen kamen sowohl eine fs- als auch eine ps-Laserquelle mit hoher Repetitionsrate zum Einsatz, mit denen Flächenraten von mehr als 600 cm<sup>2</sup>/min demonstriert wurden. Der Einfluss wichtiger Prozessparameter, wie Pulsdauer, Fluenz und die Anzahl an Bestrahlungen auf die Ripple-Ausbildung hinsichtlich Periode, Gleichmäßigkeit und Homogenität wurde in dieser Studie detailliert untersucht und sowohl rasterelektronenmikroskopisch als auch mit 2D FFT-Analyse evaluiert.

## 1. Einleitung

Die Gestaltung von Oberflächen mit bio-inspirierten Funktionalitäten bietet vielfältige Lösungsansätze für technische Problemstellungen und steht deshalb zunehmend im Fokus wissenschaftlicher Untersuchungen. Die Bionik als interdisziplinäre Zusammenarbeit zwischen Biologie und Technik beschäftigt sich mit der Abstraktion, Übertragung und Anwendung biologischer Funktionen und Prinzipien auf technische Fragestellungen. Dabei reichen die Strukturanforderungen an bionische Strukturelemente über einen großen Bereich beginnend im Sub-Mikrometerbereich bis hin zu einigen hundert Mikrometern. Für die Herstellung von Oberflächenfunktionalitäten dieser Größenordnung erscheint die Lasertechnologie zunächst als ein sehr flexibles Strukturierungswerkzeug geradezu prädestiniert. So wurde beispielsweise gezeigt, dass periodische (sub-)mikrometerskalige LSFL-Strukturen mit Größenordnungen im Bereich der Wellenlänge der beaufschlagten Laserstrahlung in nahezu jedem beliebigen Material erzeugt werden können [1-4]. Neueste Entwicklungen auf diesem Gebiet haben das Ziel, diese Oberflächenstrukturen großflächig herzustellen um diese auch für industrielle Anwendungen nutzbar zu machen [5,6]. Eine weitere zukunftsreiche Anwendung lasergefertigter Mikrostrukturen ist die definierte Beeinflussung des Reibverhaltens tribologisch beanspruchter Oberflächen. Stand bisher die Reibwertensenkung zur Verbesserung des Reib- und Verschleißverhalten im Vordergrund wissenschaftlicher Untersuchungen [7], so ist die Haftreibwerterhöhung durch Laseroberflächenstrukturierungen zur Steigerung kraftschlüssig zu übertragender Kräfte und Momente nur aus wenigen Arbeiten bekannt [8-10]. Die besondere Herausforderung zur Überführung

dieser Funktionalitäten in technische Bauteile und Produkte besteht allerdings darin, bionische (Sub-) Mikrostrukturen schnell und großflächig in industrie-relevanten Prozesszeiten herstellen zu können. Dazu bieten die am Laserinstitut Hochschule Mittweida (LHM) seit mehr als einer Dekade betriebenen Forschungsaktivitäten zur Hochrate-Laserbearbeitung mittels leistungsfähiger Laseranlagentechnik exzellente Voraussetzungen.

## 2. Experimentelle Details

Für die Untersuchungen standen hochrepetierende Ultrakurzpulssysteme, eine Femtosekunden-Laserquelle der Firma Active Fiber Systems sowie eine Pikosekunden-Laserquelle der Firma Edgewave zur Verfügung, die Laserstrahlung sowohl im nahen Infrarot als auch über Frequenzkonversion im sichtbaren Spektralbereich emittierten. Die gerätetypischen Kennwerte der einzelnen Lasersysteme sind in Tab. 1 gegenübergestellt.

Tab.1: Kennwerte der eingesetzten Laserquellen

Laser	Fs-Laser	Ps-Laser
Pulsdauer [ps]	0,4	10
Wellenlänge [nm]	1030/515	1064/532
max. Frequenz [MHz]	20	20
max. Pulsenergie [µJ]	130	180

Die Laserquellen wurden mit schnellen scannenden Strahlablesystemen kombiniert um hohe Prozessdurchsätze erzielen zu können. Sowohl der Galvanometerscanner (Gsc) als auch der eigenentwickelte Polygonspiegelscanner (Psc) verfügten über F-Theta-Fokussierobjektive zur Bündelung der Laserstrahlung, siehe dazu Tab. 2. Detaillierte Informationen über die eingesetzte Polygonspiegel-Scantechnologie sind in [11,12] zu finden.

Tab.2: Kennwerte der eingesetzten Strahlablensysteme

Scanner	Gsc	Psc
Optikbrennweite [mm]	255 (IR) 167 (VIS)	420 (IR)
Scanfeld [mm x mm]	100 x 100 80 x 80	320 x 320
Geschwindigkeit [m/s]	16,8 10,8	800

Für die beiden untersuchten Anwendungsfälle wurden lasergenerierte Mikro- und Submikrostrukturen mittels eines rasternden Bestrahlungsregimes auf das Material aufgebracht. Die Bestrahlung erfolgte linienweise mit einem definierten Linienabstand bei einer oder mehrerer Überfahrten. Der Einfluss weiterer wichtiger Prozessparameter, wie mittlere Laserleistung, Pulsenergie, Fluenz, Pulsdauer und Wellenlänge stand ebenfalls im Fokus der Untersuchungen. Die Strukturen zum Zwecke der Reibwerterhöhung wurden auf den Stahlsorten S355J0 und 42CrMo4 aufgebracht. Die als Beugungsgitter wirkenden Texturen sind auf technischen Edelstahloberflächen (Güte 1.4301) gefertigt worden.

Neben der licht- und rasterelektronenmikroskopischen Begutachtung der reibwerterhöhenden Mikrostrukturen erfolgte eine Reibwertbestimmung. Dazu wurden an einem Reibwertprüfstand für Torsionsbelastung (s. Bild 1) zwei in ihren geometrischen Abmessungen vorgegebene zylindrische Prüfkörper mit

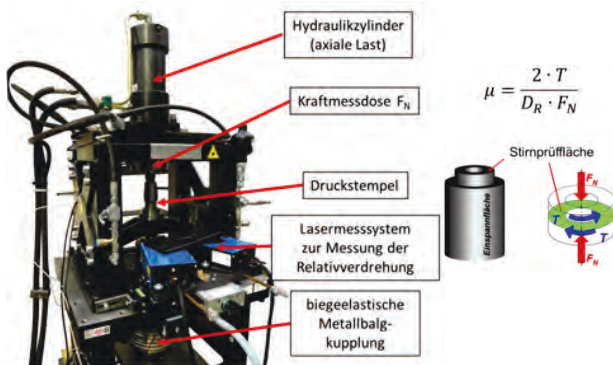


Bild 1: Reibwertprüfstand für Torsionsbelastung [1]

ihren Stirnflächen unter definierten Prüfbedingungen gegeneinander gedrückt und anschließend verdreht [13]. Aus dem Torsionsmoment der aufgenommenen Rutschkurven wurde der Haftreibungswert  $\mu_{0,1}$  ermittelt, der bei einem Verdrehwinkel zwischen Probe und Referenzkörper von  $0,1^\circ$  auftrat. Dabei können eine oder beide Stirnflächen der Prüfkörper laserstrukturiert sein. Die Rutschkurven können gemäß ihrem Verlauf in drei charakteristische Typen eingeteilt werden [14], vgl. Bild 2: Typ A beschreibt ein

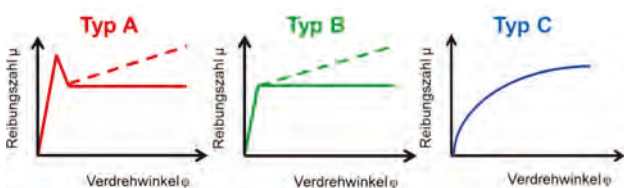


Bild 2: Einteilung der Rutschkurven bei der Reibwertmessung [13,14]

klassisches Verhalten mit einem höheren Haft- und einem niedrigeren Gleitreibungswert, der mit zunehmenden Verdrehwinkel konstant bleiben oder ansteigen kann. Die Rutschkurve B wird durch einen linearen Anstieg und einem unmittelbaren Abknickpunkt charakterisiert, wobei der Gleitreibungswert ebenfalls konstant bleibt oder weiter ansteigen kann. Die Rutschkurve C zeigt einen durchgehend degressiven Verlauf.

Die als Beugungsgitter wirkenden laser-induzierten periodischen Oberflächenstrukturen (LSFL, Ripple), mit Abmessungen im Mikro- und Submikrometerbereich sind neben der mikroskopischen Begutachtung zusätzlich mit einer 2D-Fast-Fourieranalyse (2D-FFT), die sich an [15] orientiert, analysiert worden. Die 2D-FFT-Analyse rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen von lasergefertigten Oberflächen liefert die Ortsfrequenzen der verschiedenen ausgebildeten Strukturen, aus denen sich wiederum die räumliche Periode ableitet.

### 3. Ergebnisse

#### Reibwerterhöhende Strukturen

In dieser Studie wurden die Laserleistung, die Pulsdauer, die Pulsfrequenz sowie die zum Bestrahlungsregime gehörenden Parameter geometrischer Pulsabstand, Scanlinienabstand, Anzahl an Überfahrten sowie der Rastermodus detailliert untersucht. An ausgewählte Strukturen erfolgten Reibwertmessungen. Dazu sind Prüfkörper aus den beiden Stahlsorten stirnseitig laserstrukturiert und gegen einen geschliffenen unstrukturierten Prüfkörper gleichen Materials geprüft worden. Tab. 3 enthält sieben verschiedene Parametersätze, mit denen strukturiert und anschließend Reibwerte ermittelt wurden.

Tab.3: Parametersätze, die den Strukturen für die Reibwertmessung zugrunde lagen; <sup>1</sup> LR = Linienraster, <sup>2</sup> # = gekreuztes Linienraster, <sup>3</sup> 150 μm lateraler Einzelstrukturabstand.

Parametersatz	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7
mittlere Leistung [W]	15	200	200	200	200	67	30
Pulsfrequenz [MHz]	1	5	10	10	10	1,03	1,03
Pulsdauer [ps]	10	10	10	10	10	0,4	0,4
Fokusbereich [μm]	32	32	32	32	32	31	31
Bearbeitungsregime	LR) <sup>1</sup> , #) <sup>2</sup> 90°	LR, # 90°	LR	LR, # 90°	LR, # 90°	150 μm) <sup>3</sup>	LR
Pulsabstand [μm]	10	1,5	1	1,5	1,5	150	10
Linienabstand [μm]	10	40	20	40	40	130	10
Überfahrten []	400	2	1	2	10	80	1
Flächenrate [cm <sup>2</sup> /min]	0,04	27	34	43	9	4,9	18

In Bild 4 sind sowohl REM-Aufnahmen, als auch zugehörige Rutschkurven mit entsprechender Typzuordnung und daraus abgeleitete Haftreibungswerte  $\mu_{0,1}$  für die beiden Stähle dargestellt. Für die Bestimmung der Haftreibungswerte wurden je Parametersatz drei strukturierte Prüfkörper bei einer Flächenpressung von 100 MPa gegen geschliffene Referenzkörper gleichen Materials geprüft und anschließend der Mittelwert gebildet.

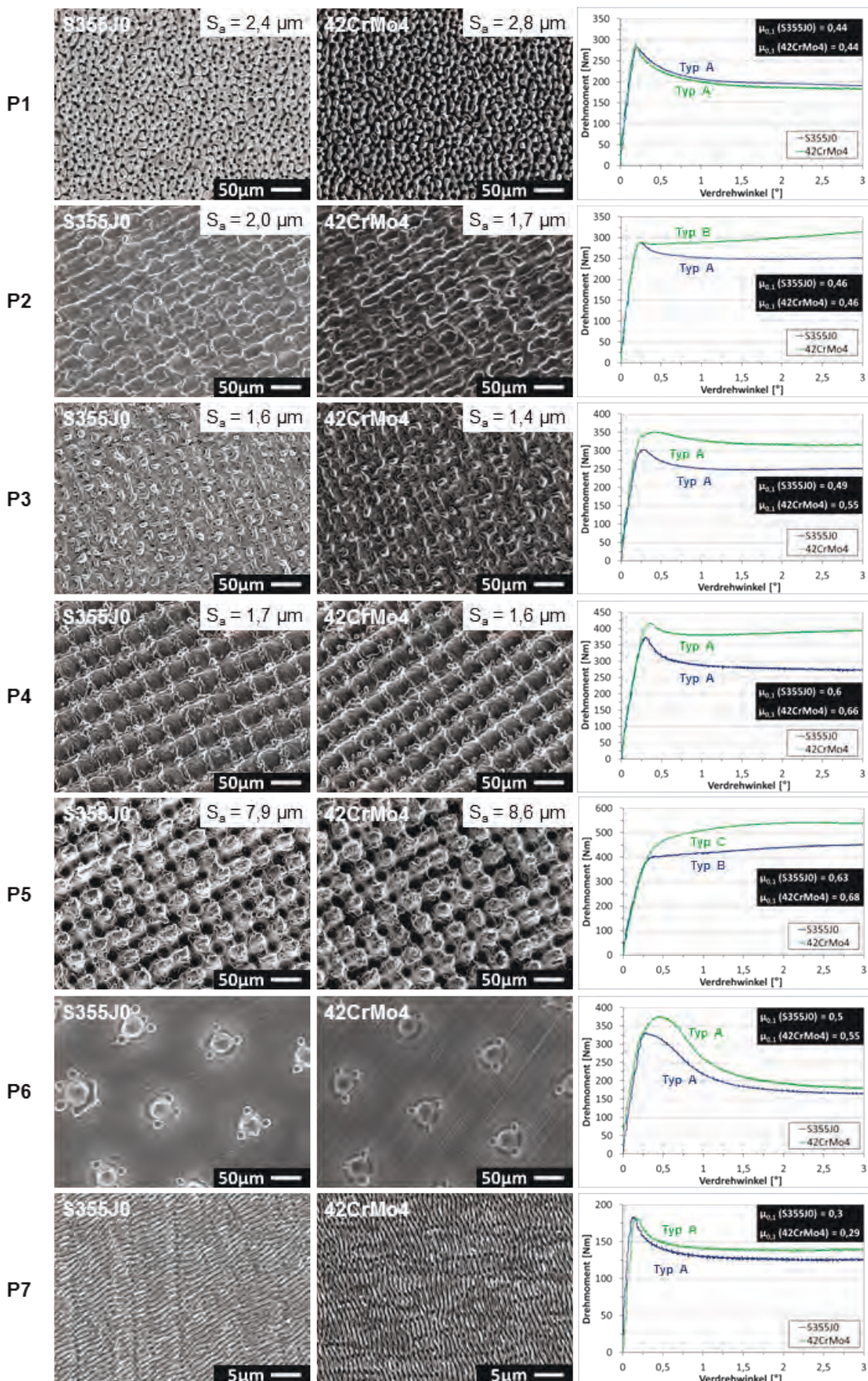


Bild 4: REM-Aufnahmen der mit den Parametersätzen 1 bis 7 strukturierten Stahlsorten S355J0 (links) und 42CrMo4 (rechts) mit Rauheitsangaben  $S_a$  sowie zugehörige Rutschkurven mit Typbezeichnung und Reibwerte  $\mu_{0,1}$ .

Zusätzlich wurden für die Parametersätze P1 bis P5 die mittlere arithmetische Höhe  $S_a$  als Rauheitswert der Oberfläche gemessen. Für die mit den Parametersätzen P6 und P7 erzeugten Strukturen konnten keine sinnvollen Werte ermittelt werden. Stellt man die Rauheit und die jeweiligen Haftreibungswerte  $\mu_{0,1}$  gegenüber, dann ist in Übereinstimmung mit [13] festzustellen, dass kein belastbarer Zusammenhang zwischen beiden Größen vorliegt. Vergleicht man die Ergebnisse der Parametersätze 4 und 5, dann bewirken signifikant verschiedene Rauheitswerte ähnliche Haftreibungswerte  $\mu_{0,1}$ . Im Gegensatz dazu liefern Strukturen mit annähernd gleichen Rauheitswerten, die beispielsweise mit Parametersätzen 2 und 4 generiert wurden, deutlich verschiedene Haftreibungswerte  $\mu_{0,1}$ . Ausgenommen Parametersatz 7 wirken alle Strukturen beträchtlich reibwerterhöhend gegenüber dem ermittelten Haftreibungswert einer unstrukturierten Prüfkörperpaarung (vgl. Tab. 4). Es konnten Haftreibungsteigerungen auf mehr als das Doppelte erzielt werden. Hinsichtlich Prozesseffizienz liefert Parametersatz 4 mit einer Flächenrate von  $43 \text{ cm}^2/\text{min}$  bei gleichzeitig sehr hohem Haftreibungswert den höchsten Durchsatz.

Tab. 4: ermittelte Haftreibungswerte  $\mu_{0,1}$  und relative Haftreibungswertänderungen  $\Delta\mu_{0,1}$  für beide Stahlsorten.

Parametersatz	S355J0		42CrMo4	
	$\mu_{0,1}$	$\Delta\mu_{0,1}$	$\mu_{0,1}$	$\Delta\mu_{0,1}$
Referenz	0,29	-	0,31	-
Parameter 1	0,44	51,7%	0,44	41,9%
Parameter 2	0,46	58,6%	0,46	48,4%
Parameter 3	0,49	68,9%	0,55	77,4%
Parameter 4	0,60	106,9%	0,66	112,9%
Parameter 5	0,63	117,2%	0,68	119,4%
Parameter 6	0,50	72,4%	0,55	77,4%
Parameter 7	0,30	3,4%	0,29	-6,5%

### Optisch beugende Strukturen

Zu Beginn der Untersuchungen wurden die Prozessparameter Wellenlänge, Pulsdauer, Laserfluenz, geometrischer Puls- und Linienabstand, sowie die Anzahl an Überfahrten systematisch variiert und deren Einfluss auf das Bearbeitungsergebnis evaluiert. Bild 6 zeigt eine Auswahl von REM-Aufnahmen lasergenerierter Oberflächenstrukturen, die mit verschiedenen Parametersätzen gemäß Tab. 5 generiert wurden.

Mit allen applizierten Parametersätzen sind laserinduzierte periodische Oberflächenstrukturen entstanden (vgl. REM-Aufnahmen in Bild 6). Zusätzlich entstanden mit zunehmender Anzahl an Überfahrten neben den LIPSS auch nahezu senkrecht zur LIPSS-Richtung verlaufende langwelligere Überstrukturen, insbesondere zu beobachten bei den Wellenlängen 515 nm und 532 nm bzw. Parametersätzen 2 und 4. Die mit Parametersatz 6 gefertigte Struktur weist im Gegensatz zu den Ergebnissen bei kürzeren Wellenlängen lochförmige Vertiefungen auf, deren Entstehungsmechanismus derzeit noch nicht verstanden ist. Die REM-Aufnahmen der mit den Parametersätzen 1 bis 6 gefertigten Strukturen

wurden mittels 2D-FFT-Analyse charakterisiert und Ortsfrequenzen  $k$  (Kehrwert der räumlichen Periodenlängen  $\lambda$ ) sowie daraus abgeleitete Abstandspeperiodenlängen  $\lambda$  wiederkehrender Einzelstrukturelemente ermittelt (Bild 6 mittig und rechts). Die jeweils kleineren Periodenlängen (grüner Graph in Bild 6 fallen durchweg 15-25% geringer als die eingestrahlte Laserwellenlänge aus und sind deshalb den LSFL zuzuordnen, wobei diese Ergebnis sehr gut mit der Literaturangabe, Periodenlänge ca. 80% der Wellenlänge, in [6] korreliert.

Tab. 5: Parametersätze, die den Beugungseffekt bewirkenden Strukturen zugrunde lagen

Parametersatz	P1	P2	P3	P4	P5	P6
Laserfluenz [ $\text{J}/\text{cm}^2$ ]	0,75					
Puls wiederholrate [MHz]	1					
Pulsdauer [ps]	10	10	0,4	0,4	0,4	0,4
Wellenlänge [nm]	532	532	515	515	1030	1030
Pulsabstand [ $\mu\text{m}$ ]	10					
Linienabstand [ $\mu\text{m}$ ]	10					
Überfahrten []	1	5	1	5	1	5

Die Auswertung der roten Profile zeigt Maxima bei deutlich kleineren Ortfrequenzen und können den entstehenden Überstrukturen zugeordnet werden. Ihre Abmessungen liegen bei dem 2-3-fachen der Rippleperioden und bilden sich mit steigender Anzahl an Überfahrten stärker aus.

Die optische Beugungswirkung der Strukturen wird in Bild 5 verdeutlicht. Mithilfe eines eigenentwickelten Polygonspiegelscanners wurde der Laserstrahl mit einer Geschwindigkeit von 400 m/s Linie für Linie über das Material geführt und dabei mittels einer eigenentwickelten schnellen optischen Strahlschaltung in Abhängigkeit der gerade zu übertragenden Bildinformation zu- und abgeschaltet.



Bild 5: großflächige als Beugungsgitter wirkende sub-Mikrostrukturierung auf Edelmetall 1.4301: Größe 140 mm x 140 mm, Parameter: Wellenlänge 1064 nm, Pulsdauer 10 ps, Puls wiederholrate 20 MHz, mittlere Leistung 230 W, Fokussdurchmesser 80  $\mu\text{m}$ , Linienabstand 12,5  $\mu\text{m}$ , Pulsabstand 20  $\mu\text{m}$ , 1 Überfahrt, effektive Flächenrate 633  $\text{cm}^2/\text{min}$ .

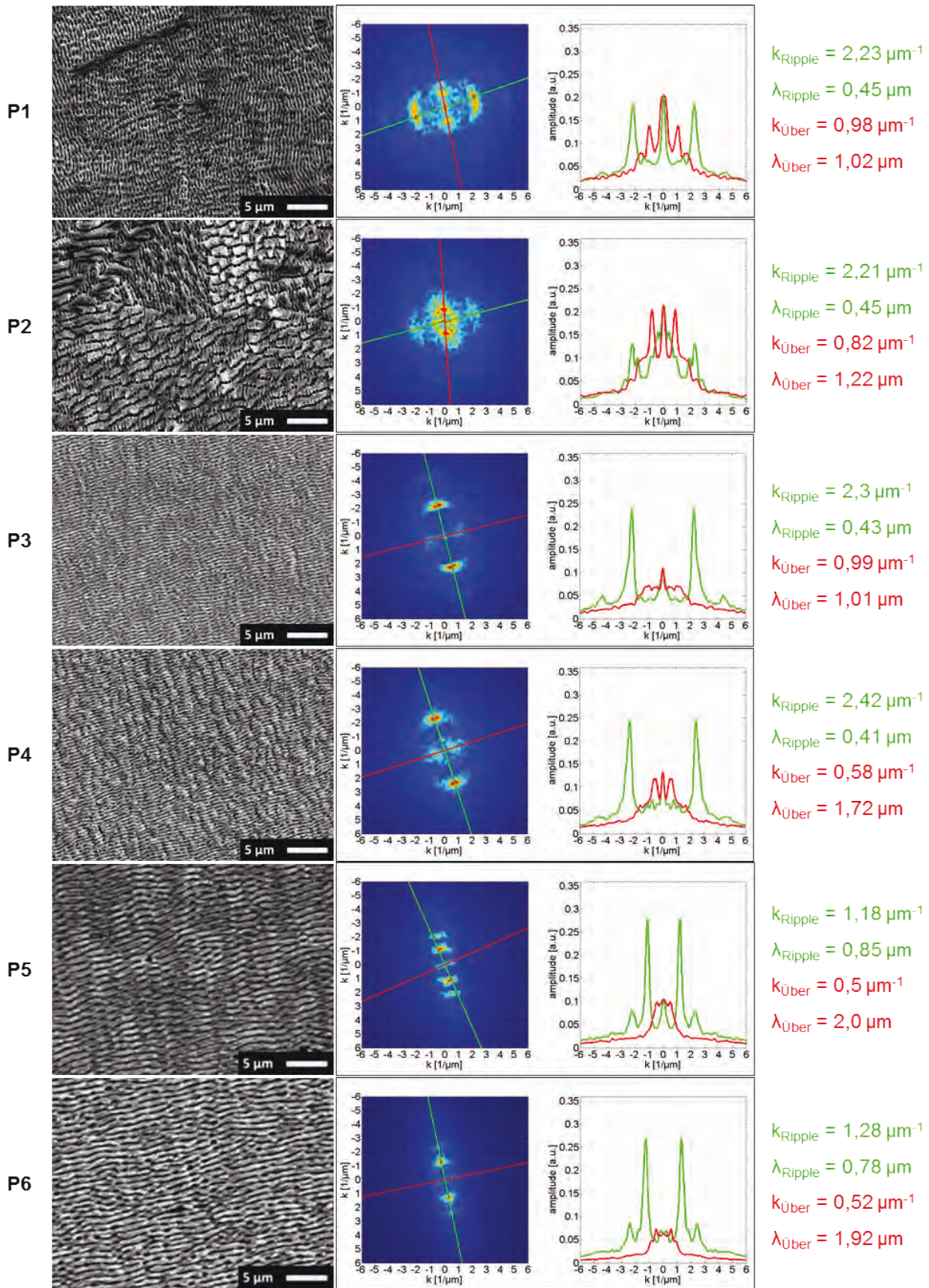


Bild 6: REM-Aufnahmen von strukturierten Oberflächen auf Edelstahl 1.4301, die mit den in Tab. 5 aufgeführten Parametersätzen generiert wurden (links), die dazugehörigen 2D-FFT-Analysen (Mitte) und die ausgewerteten Profile mit Zahlenangaben für die Ripple-Perioden in grün und die Überstrukturperioden in rot (rechts).

#### 4. Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden Oberflächenstrukturierungen mittels Ultrakurzpulslaser durchgeführt und hinsichtlich ihres tribologischen und optischen Verhaltens bewertet. Die im Mikrometerbereich liegenden Strukturen wurden hinsichtlich des Haftreibungswertes untersucht, wobei der Parameter  $\mu_{0,1}$  (siehe Tabelle 3 bzw. 4) mit einem Haftreibungswert  $\mu_{0,1}$  von 0,63 für das Material S355J0 und einem Haftreibungswert  $\mu_{0,1}$  von 0,68 für das Material 42CrMo4 jeweils den maximalen Haftreibungswert lieferte. Das entsprach einer Steigerung von über 100 % gegenüber einer unstrukturierten Referenzpaarung.

Optisch beugende Oberflächen wurden mit Strukturgrößen im Submikrometerbereich bzw. im Bereich der Wellenlänge der eingesetzten Laserstrahlung gefertigt. Dabei entstanden sowohl durch Bestrahlungen mit Pikosekundenpulsen als auch Femtosekundenpulsen optisch beugende Funktionalitäten. Zur Beurteilung der Homogenität der erzeugten Beugungsstrukturen wurden REM-Aufnahmen der hergestellten Oberflächen durch 2D-Fast-Fourieranalyse ausgewertet. Es zeigte sich, dass mit kürzerer Wellenlänge eine kleinere räumliche Periode der LSFL-Ripplestrukturen sowie mit Femtosekunden gegenüber Pikosekundenlaserpulsen homogenere Oberflächen entstanden.

#### Danksagung

Die Autoren danken für finanzielle Unterstützung des Projektes durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (Projekt-Nr. 13FH037PX4).

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium  
für Bildung  
und Forschung

#### Literaturverzeichnis

- [1] M. Birnbaum, "Semiconductor Surface Damage Produced by Ruby Lasers" *J. Appl. Phys.* 36, 3688 (1965), doi: 10.1063/1.1703071.
- [2] J.E. Sipe, J.F. Young, J.S. Preston, H.M. van Driel, "Laser-induced periodic surface structure. I. Theory" *Phys. Rev. B* 27, 1141 (1983).
- [3] J. Reif, F. Costache, M. Henyk, S. V. Pandelov, "Ripples revisited: Non-classical morphology at the bottom of femtosecond laser ablation craters in transparent dielectrics", *Appl. Surf. Sci.*, vol. 197/198, pp. 891-895, 2002.
- [4] J. Bonse, S. Höhm, S. Kirner, A. Rosenfeld, and J. Krüger, "Laser-induced Periodic Surface Structures (LIPSS) - A Scientific Evergreen" *IEEE Journal of selected topics in quantum electronics* VOL. 23, No. 3, May/June 2017.
- [5] L. Bayer, M. Erhardt, P. Lorenz, M. Mäser, K. Zimmer, "Large-area picosecond laser-induced periodic surface structure (LIPSS) on chromium", 9<sup>th</sup> International Conference on Photonic Technologies LANE 2016.
- [6] M. Ardron, N. Weston, D. Hand, "A practical technique for the generation of highly uni-form LIPSS" *Applied Surface Science* 313 (2014) 123-131.
- [7] I. Etsion: State of the Art in Laser Surface Texturing, *Transactions of the ASME*, 127, (2005) p.248.
- [8] G. Flores and A. Wiens: Mit dem Laserstrahl die Haftreibung erhöhen, *Werkstatt und Betrieb – München*, 146, (2013) p.102.
- [9] A. Dunn, J. V. Carstensen, K. L. Wlodarczyk, E. B. Hansen, J. Gabzdyl, P. M. Harrison, J. D. Shephard, and D. P. Hand: Nanosecond laser texturing for high friction applications, *Optics and Lasers in Engineering*, 62, (2014) p.9.
- [10] J. Schille, F. Ullmann, L. Schneider, M. Graefensteiner, S. Schiefer, M. Gerlach, E. Leidich, H. Exner, "Experimental study on laser surface texturing for friction coefficient enhancement", *International Symposium on Laser Precision Microfabrication*, Vilnius, Lithuania (2014).
- [11] A. Streek, S. Kloetzer, "Polygonscantechnik für die Lasermikrobearbeitung" (written in German), *Scientific Reports, Journal of the University of Applied Sciences Mittweida* 4/2015, 82-85 (2015).
- [12] J. Schille, L. Schneider, A. Streek, S. Kloetzer, U. Loeschner, "High-throughput machining using a high-average power ultrashort pulse laser and high-speed polygon scanner", *Opt. Eng.* 55(9), 096109 (2016), doi: 10.1117/1.OE.55.9.096109.
- [13] E. Leidich, M. Gräfensteiner: „Ermittlung charakterisierender Kennwerte für reibschlüssige Verbindungen“, *Forschung im Ingenieurwesen*, June 2016, Volume 80, Issue 1–2, pp 71–84.
- [14] 12. Research Council on Structural Connections (2009) Specification for structural joints using high-strength bolts. Chicago [www.boltcouncil.org](http://www.boltcouncil.org).
- [15] J. Bonse, M. Munz, H. Sturm: "Structure formation on the surface of indium phosphide irradiated by femtosecond laser pulses", *Journal of Applied Physics* 97, 013538 (2005), doi: 10.1063/1.1827919.



# HIGH PRECISION LASER PROCESSING WITH ULTRASHORT PULSE LASER AND ROTATING BEAM – LASER MICRO DRILLING, CUTTING AND TURNING

Florian Lendner, Anton Pauli, Dongping Wang  
GFH GmbH, Großwalding 5, D-94469 Deggendorf

GFH GmbH has developed a helical drilling optics, which rotates the beam up to 30.000 rpm and allows furthermore to adjust the diameter and the incidence angle. This enables the laser to be used for high precision drilling and cutting and micro turning processes.

Die Firma GFH GmbH hat eine spezielle Bohroptik entwickelt, welche den Laserstrahl auf eine perfekte Kreisbahn bringt und zudem gezielt anstellt. Resultat ist ein flexibel einstellbares Werkzeug mit einer definierten Geometrie, das mit seiner hohen Drehzahl ein präzises und effizientes Mikrobohren, -schneiden und -drehen erlaubt.

## 1. Introduction

Since several years, ultrafast lasers are ready for industrial use and establish more and more in 24/7 production areas. 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, make them well qualified for high precision micro drilling, cutting and turning.

### 1.1 Motivation

Current micro drilling, cutting and turning processes are mainly based on EDM, milling, stamping, honing or grinding. All these technologies are using a tool with a predefined geometry that is transferred to the working piece.

On a EDM machine the hole diameter respectively the cutting width are determined by electrode diameter. The same condition is valid for honing. The tool size is also a limiting factor at milling and grinding, because the tool radius defines the minimum flanging radius. For stamping processes even the complete geometry is pictured by the tool.

In contrast the laser is a highly flexible tool, which can adapt its size very fast by changing only a software setting. This allows to create diverse geometries part by part or even within the same part, e.g. different hole shapes in injection parts. With an appropriate optical setup, the tool size is only a few hundredths of a millimeter and can be adapted stepless micron by micron.

Beside precision, robustness and productivity are the most important factors for being a real alternative to well established processes. Thanks to the efforts in laser development during the last years, stable ultrafast lasers with sufficient average power and high repetition rates became industrially available. For using as many pulses as possible, a cost-efficient production demands for innovative processes and machining setups with fast axes movement and special optics for beam manipulation.

### 1.2 Need for ultra short pulses

The pulse duration of ultrafast lasers is between a few picoseconds down to several hundred femtoseconds. In combination with bundling on a small focal spot, this has the effect, that even a few watts in average power lead to an extremely high intensity and a pulse peak power in a scale of gigawatts. That immense pulse power enables ultrafast lasers to machine any material and process even hardest materials as carbide or diamond.

For processing with laser, the focused laser beam irradiates the material. When the energy density exceeds a specific limit, the impinge of laser beam results in ablation of material. This limit depends on enthalpy of vaporization  $\Delta H_V$ , density  $\rho$  and absorption coefficient  $\alpha$  and is called ablation threshold  $\phi_{th}$  [1]:

$$\phi_{th} = \frac{\Delta H_V \cdot \rho}{\alpha} \quad (1)$$

Due to the very short interaction time of the single pulses, the heat affected zone is very small and machining with so called "cold ablation" is possible. Of course, as a consequence of the high energy density there is a local heating of material up to several thousand kelvin, but the energy impact is stopped by the end of the short pulse. This effects a vaporization of material in a very limited area and without influencing the area around.

Further increasing of fluency (energy per area) leads to higher ablation rates and improves productivity. But there is a material depending limit, which leads even with ultrashort pulses to a thermal process. Exceeding that limit must be avoided, because the result is generation of melting and negative effects on quality.

Due to the lasers high repetition rates, also single pulses below this limit can lead to a heat accumulation. Each pulse heats up the material and after a certain number of pulses melting limit is exceeded [2].

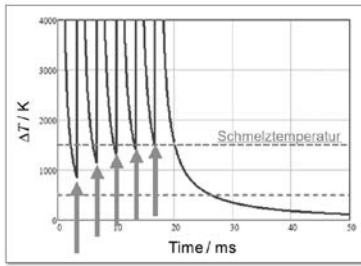


Fig. 1 Heat accumulation of single laser pulses [2]

For keeping the ablation in an athermal regime, either the distance of pulses must be increased (lower repetition rate) or the pulses must be distributed fast enough on the working piece. From the production point of view, the latter is worth striving for.

### 1.3 Need for tilted laser beam

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

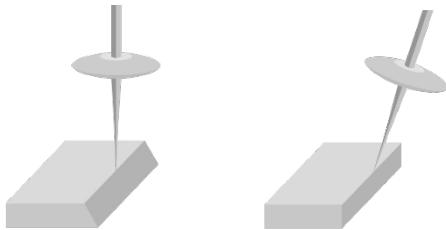


Fig. 2 Influence of inclination angle on wall angle (schematic)

Since many precision parts require vertical walls or a well defined 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.

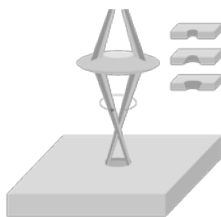


Fig. 3 Tilted rotating laser beam allows drilling with positive and negative wall angle as well as cylindrical holes (schematic)

### 1.4 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  $n$ :

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

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 100 $\mu$ m to 500 $\mu$ m 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.

For fine cutting processes, the rotating beam is moved along the cutting line.

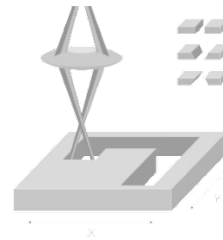


Fig. 4 Precision cutting by turning tilted laser beam and moving workpiece (schematic)

The maximum cutting speed for this relative movement is inter alia limited by the rotation speed of the beam. A too fast linear moving speed or respectively too slow beam rotation effect a saw tooth design, which influences negatively the geometric fidelity and the roughness of the wall.

Following diagram shows cutting speed for different rotation speeds by keeping the geometric fidelity and roughness  $R_z$  smaller than 1 $\mu$ m.

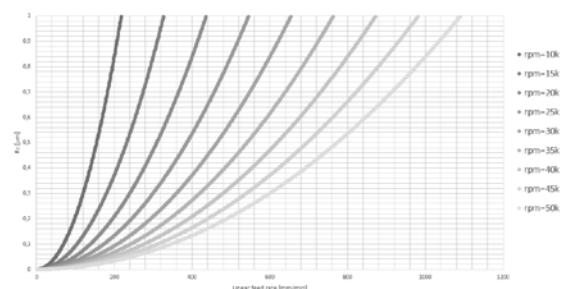


Fig. 5 Maximum cutting speed depending on spot rotation and quality with a rotating beam diameter 120 $\mu$ m

Because of its small influence on the result and for a simplified representation, the impact of laser spot diameter is not taken in account. It should also be noted, that  $R_z = 0$  is only a calculated value. On real parts Ra value down to  $0,1\mu\text{m}$  can be achieved.

Besides the relative linear movement, laser turning demands for a rotation of working piece and the rotating and tilted beam is led sideward to the working piece. This strategy allows a roughing and finishing laser process without limitation on final surface quality.

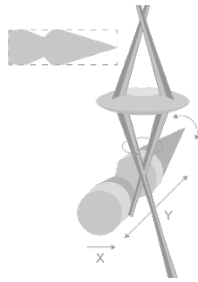


Fig. 6 Laser turning by rotating and tilting beam as well as linear moving and rotating workpiece (schematic)

Depending on tool radius  $r_a$  and the rotating beam diameter  $d_s$  the infeed  $\Delta x$  defines the volume to be removed per rotation  $V_r$ .

$$V_r = r_a^2 \pi d_s - (r_a - \Delta x)^2 \pi d_s \quad (3)$$

Considering number of rotations of the workpiece  $n_r$  the volume to be removed per time  $V_t$  is defined:

$$V_t = V_r * n_r \quad (4)$$

The setting of the infeed  $\Delta x$  must ensure, that the volume  $V_t$  is smaller than the ablation rate of the process, which depends on the optical setup and the material. Exceeding the ablation rate has a negative effect on the geometry fidelity and surface roughness.

The maximum speed for the linear movement  $v_y$  can be set under the same conditions as mentioned for laser cutting (see Figure 5).

## 2. EXPERIMENTAL

### 2.1 Laser

All shown samples were produced with a TruMicro 5050 femtosecond laser of Trumpf. It has a pulse duration of 800fs and an average power of 40W. At a repetition rate of 200kHz a single pulse energy of  $200\mu\text{J}$  is available.

### 2.1 Helical drilling optics

For rotating and tilting the laser beam, the trepanning head GL.trepan of GFH GmbH was used. The trepanning optics bases on rotating cylindrical lenses, with forces the beam on rotation and allows the setting of hole diameter and wall angle by influence angle and position of entrance beam [3].

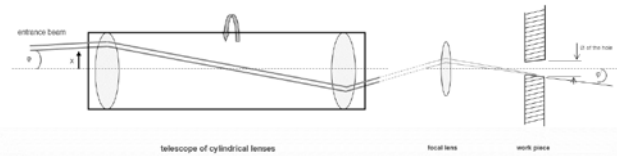


Fig. 7 Optical concept of GL.trepan using a telescope of cylindrical lenses

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 8).

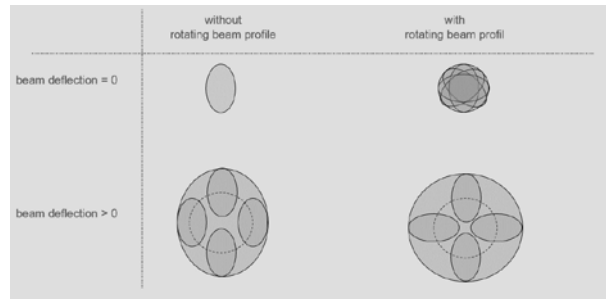


Fig. 8 Rotation of beam profile allows drilling round holes even with elliptical beam profile

### 2.2 Machining setup

As machining tool a 5 axis GL.evo of GFH GmbH was used. This machine is made for industrial laser micro machining and harmonizes the requirements for precise and dynamic kinematics with the requirements of short pulse laser technology. Linear motors with air bearings ensure positioning of workpieces with an accuracy  $< 1\mu\text{m}$  and with a speed up to 2 m/s. The rotation axis is also equipped with an air bearing and ensures a very good radial run-out with up to 700 rpm.



Fig. 9 Laser micro machining tool GL.evo of GFH GmbH

### 3. RESULTS AND DISCUSSION

It was demonstrated, that ultrafast lasers can produce micro holes in a diameter range from 20µm to 500µm without melting zones.

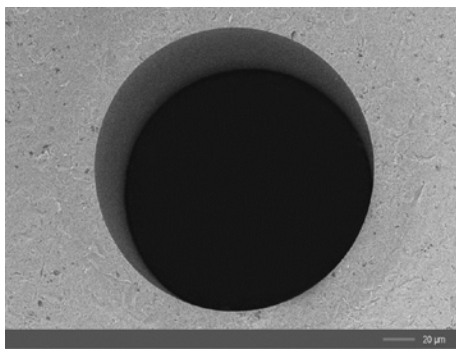


Fig. 10 Micro drilling with diameter 300µm in tooling steel with thickness 200µm; Processing time: 1.7s

Aspect ratios (length/diameter) up to 20 into a work piece thickness up to 2mm are possible. The roundness is better than 95% with a standard deviation of 0,01. The diameters standard deviation  $\sigma_\phi$  depends on hole lengths L and taper angle  $\alpha$  and can be calculated as following:

$$\sigma_\phi \leq 0,3\mu\text{m} + \frac{0,02\mu\text{m} * L}{100\mu\text{m}} + 0,1\mu\text{m} \left[ \frac{\alpha}{10^\circ} \right] \quad (5)$$

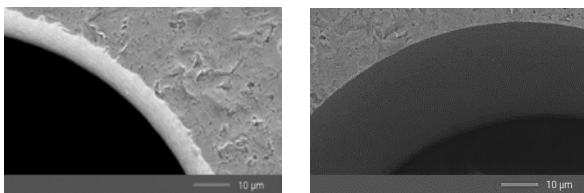


Fig. 11 Entrance (left) and outlet (right) quality of 300µm micro drilling in tooling steel

Same quality criteria are valid for the cutting width of precision cutting processes. The maximum linear speed depends on material and decreases with increasing wall thickness. For example, a steel with

thickness 0,2mm can be cut in high quality with a feed rate of 250 mm/min.

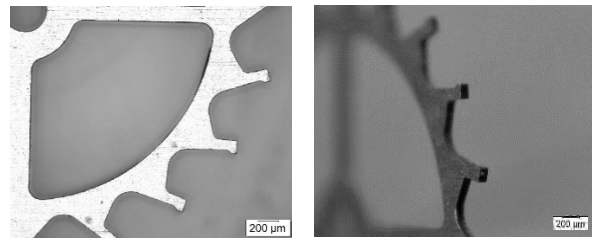


Fig. 12 Vertical cut of a driving wheel in brass with thickness 0.15mm for mechanical watches industries

The working piece diameter of laser turned parts is in a range between 0,03mm to 10mm. The achievable contour accuracy has a standard deviation of < 0,3µm and a roundness smaller than 1 micron. By using different parameter settings for roughing and finishing, an ablation rate up to several mm/min and a surface quality of Ra = 0,1 µm was reached in steel and carbide.

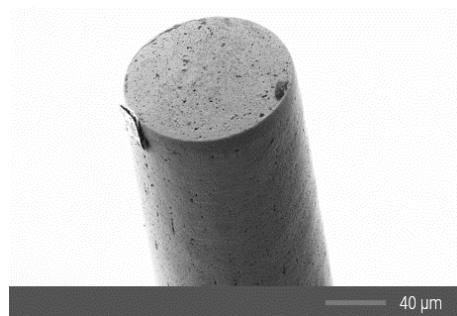


Fig. 13 Detail of a laser turned carbide part with an end piece diameter of 80µm

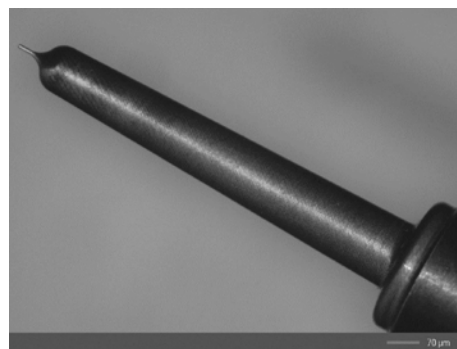


Fig. 14 Laser turned ejector with a length of 9mm and end piece diameter of 40µm made of carbide

Since the tooling geometry can be adapted software based, a combination of micro drilling, cutting and turning process in one part without additional clamping operations is possible. This avoids loss of accuracy and time consuming measurement operations.

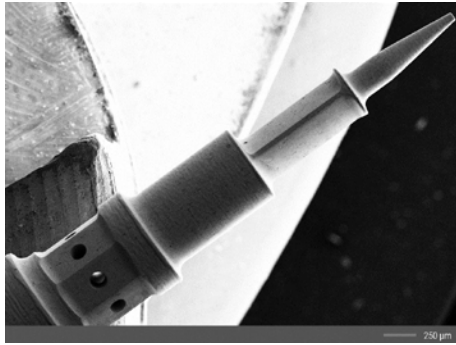


Fig. 15 Combination of laser turning, drilling and cutting processes with one clamping operation

#### 4. CONCLUSIONS

Ultrafast lasers are well suitable for drilling of micro holes, cutting of small parts and fabrication of micro turning parts with highest quality. But next to the laser, a special optics for rotating and tilting the laser beam as well as a machining tool with precise and dynamic axis is a precondition.

Conventional machining technologies can partly be replaced by laser machining. The last years' development effort of industrial lasers down to the femtosecond regime allows a significant increase of efficiency. For metals the production time can be reduced by a factor of at least two compared to picosecond pulses ( $> 6$  ps) and makes the laser technology also economical competitive. Considering the consequential costs, laser have the obvious advantage by processing without tool wear and having always the same sharp tool geometry.

Furthermore, ultrafast lasers open new application fields thanks to their touchless and athermal operation, the extreme small tool size and feasibility to machine any material. The software based fast and flexible adaption of tooling geometry allows moreover a combination of drilling, cutting and turning processes in one part, what leads to an additional increase of accuracy and productivity.

#### References

- [1] F. Siegel: "Abtragen metallischer Werkstoffe mit Pikosekunden-Laserpulsen für Anwendungen in der Strömungsmechanik". 1. Auflage. Hannover, TEWISS-Verlag, 2011. ISBN 978-3943104127
- [2] R. Weber, T. Graf, P. Berger, V. Omuseit, M. Wiedenmann, C. Freitag, A. Feuer: „Heat accumulation during pulsed laser materials processing“, Optics Express 22(9), 11312-11324 (2014)
- [3] A. Michalowski: "Untersuchungen zur Mikrobearbeitung von Stahl mit ultrakurzen Laserpulsen". Stuttgart, Herbert Utz Verlag, 2014. ISBN 978-3-8316-4424-7

# FIBER LASERS WITH PULSE ON DEMAND

Rok Petkovšek, Vid Agrež

Faculty of Mechanical Engineering, University of Ljubljana, Aškerčeva 6, SI-1000 Ljubljana, Slovenia

New laser based production technologies are focused to production of small series of custom-made products what leads to a need for precise and highly adaptable manufacturing systems. Such processes require laser processing systems that will enable fast and precise spatial and temporal energy transfer at high peak powers to the workpiece. This requirement can be fulfilled by new concepts of lasers generating pulses on demand on different time scales. An example of such system is a highly adjustable fiber laser for the laser transfer printing with a completely adjustable pulse length (from ns range to CW), a very wide range of the repetition frequency (up to several 10s of MHz and beyond) and the high average power (several 100s W) to maintain high throughput.

## 1. Introduction

Industry employing lasers nowadays requires highly flexible manufacturing systems, which would satisfy the need for fast as well as spatially and temporally precise energy transfer to the workpiece. Modern high-power laser sources mostly meet the requirement of accurate spatial transfer very well, but not the requirement of temporally precise energy transfer, especially in the case of high-speed processing that is typical for mass production. Such systems generally do not allow for very fast changes in the parameters of the laser beam (output power, repetition frequency, pulse length), and consequently it is difficult to achieve the requirement of temporally precise energy control.

With the introduction of innovative solutions based on new types of active optical fibers, pumping systems and advanced architecture of the laser system, a flexible laser sources can be developed for highly adaptable laser systems with shorter processing times. The requirement is true for material processing, where high power and pulse energy is required for the process itself at the macro-level (such as cutting and welding of large samples), as well as at the micro-level where there is a need to increase the speed of processing (eg. industrial laser micromachining).

Macro-processing needs laser sources with output power in the range of 1 kW or more, which are intended, for example for cutting, welding, coating of aluminum alloys with ceramic components [1]. This includes quasi-continuous / pulsed sources where is the need for fast modulation of the high-power laser beam (range of more than 10 kHz, fast on/off switching in the case of eg. precision cutting and other processes, where high speed and accuracy are needed together with real-time process monitoring). A similar example is also pulsed laser welding, where the typical duration of pulses is in the ms range, and their energy is in the range of 10 J. Pulsed laser welding has in some cases (eg. deep welding) while achieving adequate output power (typically 3-10 kW) key influence on the quality of the welds, which is not possible to achieve with continuous laser operation [2], [3].

From the standpoint of the use of laser sources and their integration into working systems it would of

course be advantageous that there should be a single laser source that would cover all three areas mentioned above (continuous operation, quasi-continuous operation with a high enough modulation frequency, and pulsed operation with long pulses). It would also be advantageous to have such a system design that provides high energy efficiency, has low mass and allows easy transportation (modular design, in which each part does not exceed the mass of 25 kg). The latter is particularly important for certain specific applications, such as laser repair (welding, coating...) of industrial tools of large dimensions on site (production line).

The problem is that commercial laser systems do not cover the above requirements. A large proportion of the processing systems still use solid-state lasers, which for application of pulse laser welding are based on pumping technology using flash [4]. Because of their design such lasers exhibit relatively poor quality of the output beam and have an extremely low energy efficiency (only a few %) and are completely unsuitable for easy transport due to the large mass (typically over 200 kg). It turns out that for point welding the shape of laser pulse and energy supplied is important during the welding process, preventing cracks and porosity of the weld. The latter is addressed by the time modulation of the pumping flash, which also have the disadvantage of a slow response when switched on and off. This is the reason why they are being replaced with the pumping laser diodes, which allow fast modulation of the pump light.

Regarding continuous and quasi-continuous lasers with power in the range of 1 kW there exist quite a few systems, which are based on modern technology of active optical fiber (fiber lasers), which have many good features, typical of this type of laser (energy efficiency, compactness, reliability, robustness, high quality output beam, ..). However, these laser sources allow only low modulation frequencies (eg. up to 5-20 kHz) [5], [6], which is not sufficient for very fast and accurate processing requirement.

In the second case, some of the latest applications in the field of micro-machining (laser transfer printing), require adjustable laser pulse length and repetition frequency, and not very high power. These

requirements, together with the demand for high average power are related to the development of extremely rapid scanning systems, which are based on polygon scanners and achieve exceptional scanning speeds: up to 800 m/s and above [7], which for example at the longitudinal resolution 20-100  $\mu\text{m}$  means modulation frequency of 40-80 MHz and more, and the average power in the range of 100-500 W.

Modern systems for fast laser transfer printing are based on a continuous laser source in combination with an acousto-optical modulator (AOM). Such systems, which are based on the AOM modulator, have significant shortcomings. Scaling them to high power it is difficult to provide sufficient compactness (cooling, long optical path) and low mass, which is important in the case of fast movement of the output laser head together with the scanning system. On the other hand, they typically do not provide high contrast and are mainly limited to the modulation speed of about 10 MHz.

The alternative compact design is based on directly driven multimode diodes which have benefits of light laser head with modulation done at the source (Fig. 1). The downside is the low beam quality for precise processing. Till the high power laser diodes improve the beam quality a solution for flexible laser system with light laser head lies in quasi CW approach where modulation is done in the laser main system and the laser head only serves for the filtering of the unwanted signal based on passive components.

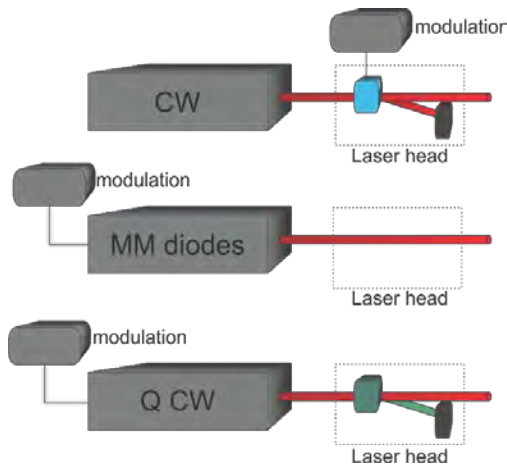


Fig. 1: Different approaches for pulse on demand generation

## 2. Application driven research

The application for highly flexible laser in time domain is Laser transfer printing. Using this technique material is deposited on the substrate surface in the controlled manner with high resolution using laser pulses. There are several approaches depending on usage and how susceptible is the transferable material to damage. For industrial use a Laser Induced Forward Transfer (LIFT) process is usually used which was first demonstrated by Bohandy et al. in 1986 [8]. The process is started

using a focused laser on a transfer plate which is carrying the donor material. The laser heats up the donor to the point where part of it gets evaporated and pushes heated part to the receiver plate (Fig. 2).

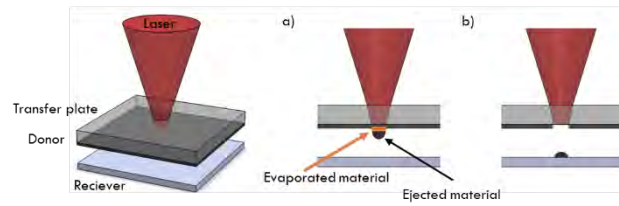


Fig. 2: Schematics of LIFT process using focused laser on the transfer plate.

With the control of the laser beam spot size and precision of the scanning beam a precise printed patterns can be achieved. Application are the 3D printed circuit boards where using different donor materials electrical components can be printed directly to the PCB. The pattern to be printed is defined by switching laser on and off at custom intervals which requires a flexible laser producing pulses on demand. Typically required modulation bandwidths are around 20 Mhz in the power range over 100 W and high beam quality.

## 3. Fiber laser with pulses on demand

A fiber laser system capable of producing pulses on demand for printing application is based on two stage MOPA seeded by two laser diodes at different wavelengths called signal and idler.

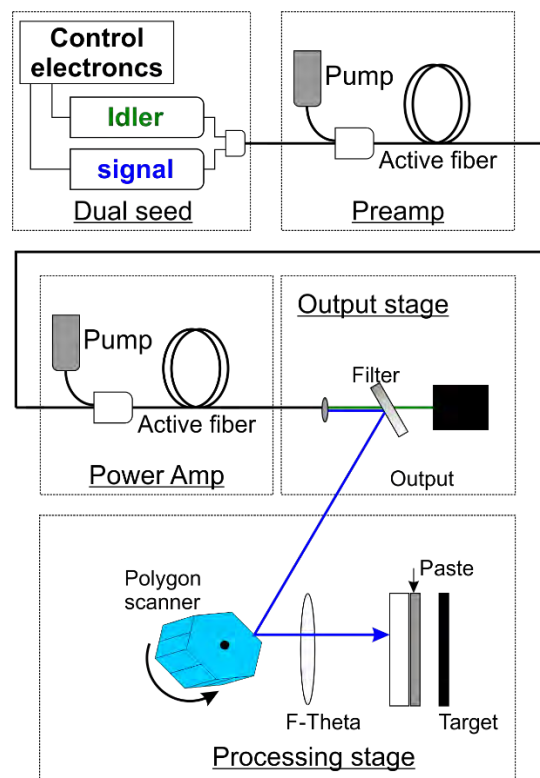


Fig. 3: Schematics fiber laser source used for laser transfer printing

The operation wavelength of idler is offset to the main signal wavelength for about 4 nm and provides the gain compensation when the signal is off. The signal is separated from the idler in the scanning head of the processing stage using wavelength filter and lead to the polygon scanner as shown on the Fig. 3. The scanning speeds in x direction can be above 700 m/s limited by the rotation of the polygon scanner while the y is usually defined by the translation stage. The signal and idler are amplified in two ytterbium doped fiber amplifiers to provide the CW power of 200 W. For best results an optimization of the driving signal and idler diodes is done with the goal of mitigating the gain fluctuations and to prevent unwanted spiking behavior at the laser output. Maximum pulse to pulse energy fluctuations are limited to 7%.

The flexible fiber laser together with all control electronics can be packed in transportable 700x450x290 mm package (Fig. 4) with thermal load disipated with a help of external water cooling.

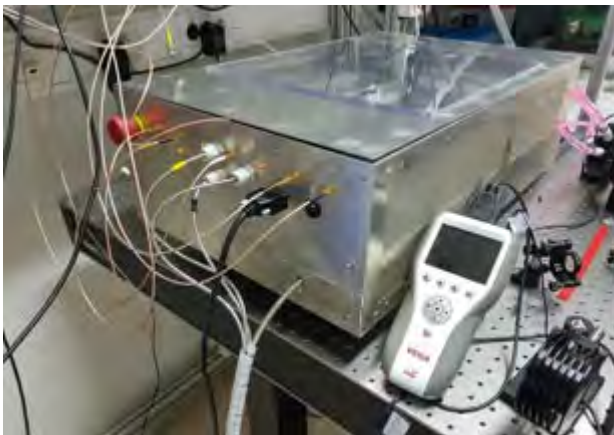


Fig. 4: Compact fiber laser solution for generating arbitrary pulse duration.

The print tests in 2D are shown on the Fig 5. Where an arbitrary pattern is transferred to the glass plate. The thickness of the dots and lines is 75  $\mu\text{m}$  even when changing the duration laser pulses.

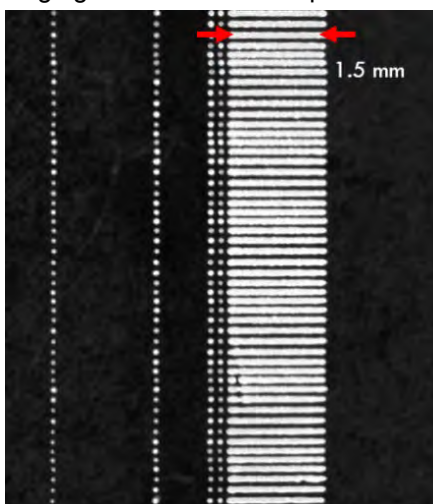


Fig. 5: Printed bitstream pattern consisting of dots, short and longer lines at constant thickness of 75  $\mu\text{m}$ .

#### 4. Conclusion

With the development of the laser manufacturing processes in the way of high speed processing using polygon scanners a need has arisen for highly adjustable laser system in time domain. Here we present a fiber integrated solution appropriate for micro-processing with a completely adjustable pulse duration and with the repetition frequency in a wide range (from 1 Hz to 100 MHz), with average power in the range of 200 W. It is based on MOPA configuration with a specially controlled excitation source with two wavelengths, which enables stable operation of such a system and at the same time further reduces the unwanted effects such as amplified spontaneous emission.

#### References

- [1] D. Ravnkar, N. B. Dahotre, and J. Grum, "Laser coating of aluminum alloy EN AW 6082-T651 with TiB<sub>2</sub> and TiC: Microstructure and mechanical properties," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 282, pp. 914–922, January 10.
- [2] E. Assuncao and S. Williams, "Comparison of continuous wave and pulsed wave laser welding effects," *Opt. Lasers Eng.*, vol. 51, no. 6, pp. 674–680, 6.
- [3] H. Bransch, D. Weckman, and H. Kerr, "Effects of Pulse Shaping on NchYAG Spot Welds in Austenitic Stainless Steel," 1994.
- [4] H. Exner *et al.*, "High rate laser micro processing using high brilliant cw laser radiation," presented at the Proceedings of the 11th International Symposium on Laser Precision Microfabrication (LPM), Stuttgart, Germany, 2010, pp. 7–10.
- [5] IPG, "YLR Single-mode Fiber Lasers." 2015.
- [6] JK\_Lasers, "JK80PS, JK125PS & JK150PS, A new generation of JK pulsed Nd:YAG lasers." 2015.
- [7] U. Loeschner *et al.*, "High-rate laser microprocessing using a polygon scanner system," *J. Laser Appl.*, vol. 27, no. S2, p. S29303, 2015.
- [8] J. Bohandy, B. F. Kim, and F. J. Adrian, "Metal deposition from a supported metal film using an excimer laser," *J. Appl. Phys.*, vol. 60, no. 4, pp. 1538–1539, Aug. 1986.



# COHERENT COMBINATION OF HIGH-POWER ULTRAFAST LASER SYSTEMS

Tino Eidam, Steffen Hädrich, Florian Just, Marco Kienel, Jens Limpert  
Active Fiber Systems GmbH, Wildenbruchstr. 15, 07745 Jena, Germany

We present the latest results of coherent combination of ultrafast fiber lasers. This technology allows for the first time to arbitrarily scale both average power and peak power of state-of-the-art femtosecond laser systems. Finally, a compact and robust 6-channel system ideally suited for materials processing is presented.

Today, ultrafast laser systems capable of emitting energetic pulses with durations ranging from a few hundred femtoseconds up to picoseconds have become a versatile tool for a plethora of applications. However, the requirements that these applications impose on the laser systems are demanding. Typically, both the pulse energies and the peak powers should be as large as possible in order to generate fields strong enough to initiate the physical processes of interest. Additionally, the pulse-repetition frequencies and, therewith, the average powers should be maximized to allow for short integration times or for an increase in processing speed. Simultaneously, an excellent beam quality is typically desired to achieve and maintain the necessary intensities over long distances. The combination of all these requirements is a challenging task for any laser architecture.

Although there has been tremendous progress during the recent years, even today's most successful solid-state-laser geometries (thin-disk, slab and fiber), approach more and more some fundamental power-scaling limitations. A solution to such a dilemma, i.e. the scaling of a physical system beyond its fundamental limitations, is parallelization. In terms of ultrafast laser systems this can be achieved via spatially separated amplification and subsequent coherent combination [1].

Here we present the latest results of applying this technology to ultrafast fiber lasers. By maturing coherent combination from laboratory setups to turn-key laser systems, unprecedented power levels become accessible for the first time.

The basic idea is to employ a state-of-the-art chirped-pulse-amplification system, i.e. to start from a femtosecond oscillator, stretch the pulses in time, amplify them and finally compress the pulses back to femtosecond duration. However, the final amplifier now consists of  $N$  parallel diode-pumped fiber amplifiers (see Fig. 1). Therefore, the (stretched) pulses to be amplified are split into  $N$  spatially separated replicas that are amplified and, subsequently, coherently recombined to one intense pulse. Hence, in the ideal case the achievable average output power and pulse energy can be scaled by a factor of  $N$ . All other parameters such as beam quality, spectral or temporal pulse shape and the stability remain unaltered or even improve due to an averaging effect. Finally, the coherent combination approach is especially suited to fiber amplifiers due to their compact design, high single-pass gain and, therefore, straightforward spatial multiplexing.

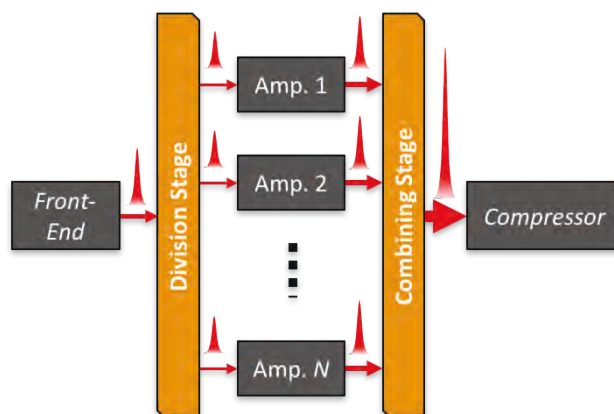


Fig. 1: Schematic drawing of an ultrafast laser system employing an  $N$ -channel coherently combined main amplifier.

There are several possibilities to stabilize such an active interferometer. The most successful so far is polarization combining and control the path-length difference via measuring the state of polarization with Hänsch-Couillaud detectors [2]. The stabilization can be easily achieved by generating a feedback signal and by using piezo-mounted mirrors in  $N-1$  interferometer arms.

We report further on scaling properties and the integration of coherent combination in a state-of-the-art high-power ultrafast fiber laser used for materials processing (Fig. 2).



Fig. 2: kW-class ultrafast fiber laser employing 8 parallel amplification channels.

## References

- [1] Limpert, J., Klenke, A., Kienel, M., Breitkopf, S., Eidam, T., Hädrich, S., Jauregui, C., & Tünnermann, A. (2014). Performance scaling of ultrafast laser systems by coherent addition of femtosecond pulses, *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, 20(5), 268-277.
- [2] T. W. Hänsch and B. Couillaud, "Laser frequency stabilization by polarization spectroscopy of a reflecting reference cavity", *Opt. Commun.* 35 (3), 441 (1980).

# PROZESS-OPTIMIZED BEAMSHAPING FOR ULTRA-SHORT MATERIAL ABLATION BY USING A DEFORMABLE MIRROR

Marco Smarra, Anja Strube, Klaus Dickmann

Laser center of the University of Applied Sciences Münster, Stegerwaldstr. 39, D-48565 Steinfurt

Der Einsatz ultrakurzer Laserpulse für den Materialabtrag ermöglicht nicht nur sehr kleine und präzise Strukturen mit geringem thermischen Einfluss zu erstellen, vielmehr kann durch den Einsatz hoher mittlerer Leistungen das ablatierte Volumen pro Zeit gesteigert werden. Dabei konnte gezeigt werden, dass es eine materialabhängige optimale Ablationsfluenz gibt. Steigt die Fluenz über dieses Optimum, sinkt die Ablationseffizienz. Um den optimalen Arbeitspunkt zu erreichen, müssen hohe Pulsenergien auf eine größere Fläche verteilt werden. Diese Studie zeigt, dass mit Hilfe eines deformierbaren Spiegels die Strahlfläche auf dem Werkstück angepasst und somit die optimale Ablationsfluenz erreicht werden kann. Der verwendete Spiegel besteht aus 35 individuell steuerbaren, piezoelektrischen Segmenten und kann den einfallenden Strahl aufgrund seiner geschlossenen Oberfläche nahezu verlustfrei beeinflussen. Auf diese Weise können bspw. elliptische und nahezu rechteckige Strahlquerschnitte mit Aspektverhältnissen von mehr als 1:10 erstellt werden. An verschiedenen Testmustern konnte das Verfahren erfolgreich demonstriert werden

Using ultrashort laserpulses is not limited to the generation of small and precise structures with low thermal influences. In fact by using high average powers, the ablation rate can be increased. It was demonstrated, that the ablation efficiency shows a local optimal ablation fluence depending on material properties. Fluences above this optimum decrease the efficiency. To achieve the optimal fluence for high pulse energies, the irradiated area needs to be increased. This study demonstrates that the optimal fluence can be accomplished by various beam shapes. These beam shapes are procued by influencing the laser beam using a deformable mirror. This mirror contains 35 individual controllable piezo-electric segments. It influences the incident laser beam without intensity losses due to a closed mirror surface. With this technique elliptical beam shapes with aspect ratios of more than 1:10 can be achieved. A variety of sample structures are demonstrated successfully.

## 1. Introduction

Increasing average powers of ultra-short laser pulses lead to new challenges in processing strategies. It was shown that the ablation efficiency – the ablated volume per time and average power – depends on material properties [1]. This is a result of the logarithmic ablation law. The ablation efficiency depends on the optical penetration depth  $\delta_{op}$ , the threshold fluence  $F_{th}$  and the incident laser fluence at the material surface  $F_0$  and can be described by

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

The ablation efficiency shows a local maximum at  $e^2$ -times the threshold fluence. The area around the maximum was described as “mid-fluence-regime” [2]. Lower as well as higher fluence leads to lower ablation efficiency. Higher fluence additionally shows an increases in the surface roughness of the laser treated area.

To achieve the optimal processing fluence the energy needs to be adapted to the laser irradiated area. This can be done by parallel processing [3] if the energy is too high or by using polygon scanning devices for high pulse repetition rates [4]. Beam shaping using SLMs [5], DOEs, AOMs, EOMs [6] or deformable optics [7] are possibilities for the manipulation of the irradiated area, if the smallest spot size of the laser is not necessary for the process.

This study demonstrates beam shaping using a deformable mirror (DM) to influence the processing fluence. It shows the dependence of the intensity distribution on the material surface to the ablation behavior.

## 2. Experimental Setup

The structures for this study are ablated by a picosecond laser system (Trumpf TruMicro 5050) with an average power of 50 W and a repetition rate of 800 kHz. The fundamental wavelength is 1030 nm and the pulse duration approximately 8 ps. The polarization of the beam is cylindrical, to reduce polarization dependent effects. The beam is positioned onto the workpiece by a galvo scanner (Scanlab Hurryscan II). The topography of the structured areas are measured using a chromatic sensor (Precitec CHRocodile; 3 mm measurement range). The depth, ablated volume, the ablation rate and the ablation efficiency are calculated. It is necessary to mention, that the ablation efficiency is based on the laser-on-time: The acceleration and deceleration of the scanner (skywriting, etc.) are neglected for a better comparison to results performed with a polygon-scanning device.

The beam shape is influenced by a deformable mirror that contains a closed mirror surface. The surface is deformed by a piezo-electric ceramic on the backside of the mirror. The piezo-electric ceramic is divided into 35 individual controllable segments. The largest deformation can be achieved for defocus and astigmatic shape of the mirror. The influence of the deformable mirror to the incident laser beam is analyzed by a beam analysis to determine the focus shift and astigmatic deformation. The beam path is shown in [8].

The material used for this study is stainless steel 1.4301. The surface is cleaned with isopropanol and no further treatment, otherwise noted.

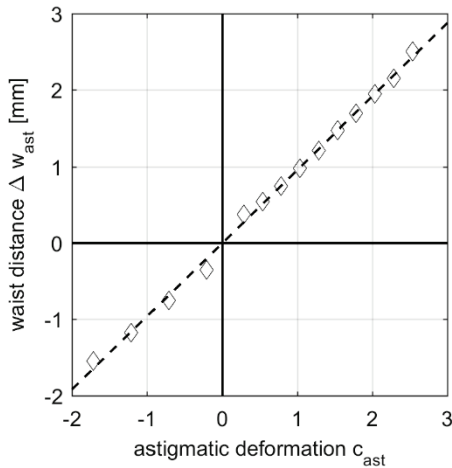


Fig. 1: Influence of the mirror deformation to the the astigmatic waist distance. The high linearity of the astigmatic deformation can be describe by the dependence of the astigmatic deformation to the focus deformation

### 3. Results

The strongest deformation of the mirror can be achieved by a defocus and astigmatic deformation. The beam analysis was used to determine the focus shift and the astigmatic deformation of the incident beam. The astigmatic deformation can be seen as focus shift in two perpendicular axis: While one axis is defocusing the beam, the perpendicular axis is focusing the beam. This is why the high linearity of the focusing behavior of the mirror [8] results as well in a high linearity of the astigmatic waist distances of the beam, fig. 1.

Using the deformation of the mirror to influence the beam shape on the material surface leads to an influence of the ablation process: By using the defocus deformation, the waist position can be varied relatively to the sample surface. This variation leads to a variation of the beam radius on the sample surface. Depending on the pulse energy and the irradiated area, the fluence can be determined. Fig. 2 shows the ablation efficiency depending on the fluence. The fluence is influenced on the one hand by the defocus deformation of the DM. On the other hand the fluence is influenced by the pulse energy for each focus position. When the waist position is on the sample surface the fluence can be higher than for a waist position within the material (e.g. -2 mm) due to the smaller irradiated beam area on the material surface.

The highest ablation efficiency can be achieved at an laser fluence of about  $0.6 \text{ J/cm}^2$  on the sample surface. This value is independent to the waist position and can be achieved (in this setup) e.g. for a focus position of -0.5 mm or -1.0 mm. However it can be seen, that there is a difference in the absolute value of removed volume per time, depending on the focus position. The optical penetration depth, see formula 1, influences this height. Here it can be noticed, that there is an influence to the optical penetration depth by the focus position itself. This

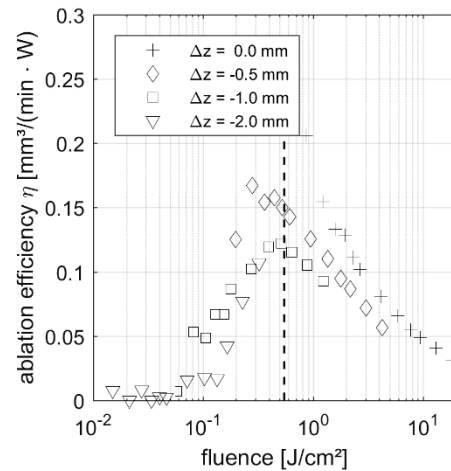


Fig. 2: Ablation efficiency in dependence to the fluence on the material surface. The fluence is influenced by the waist position of the laser beam and therefore by the irradiated area on the material. For each focus position the pulse energy is also varied. The optimum of the ablation efficiency can be achieved for a fluence of about  $0.6 \text{ J/cm}^2$ . This point is independent to the focus position, however the height is changing depending on the waist position.

means, that the optical penetration depth also depends on the beam propagation inside the material.

The astigmatic deformation of the mirror to the incident beam can be simplified as a defocus influence with perpendicular, contrary behavior: while one axis is focused, the perpendicular axis is defocused. This leads to an increase of the perpendicular waist distance. In addition, this results in a large spot on the sample surface and therefore to a reduction in the fluence on the sample surface. Fig. 3 shows the dependence of the perpendicular waist distance of the astigmatic beam to the ablation per pulse. For low pulse energy there is nearly no dependence of the ablation per pulse when manipulating the astigmatic waist distance. Higher pulse energies show an

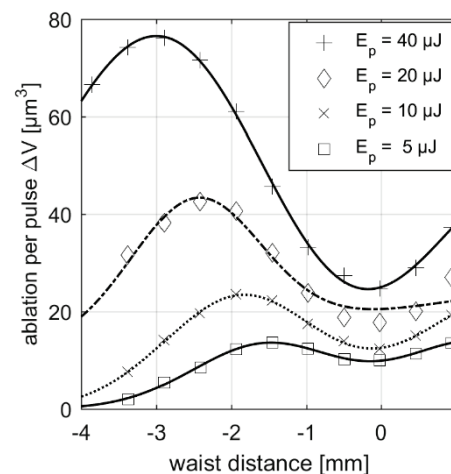


Fig. 3: Influence of an astigmatic beam shape on the ablation per pulse using the deformable mirror to increase the perpendicular waist distance. For a higher pulse energy, the waist distance can be increased for a higher ablation per pulse, due to a better accordance to the optimal processing fluence.

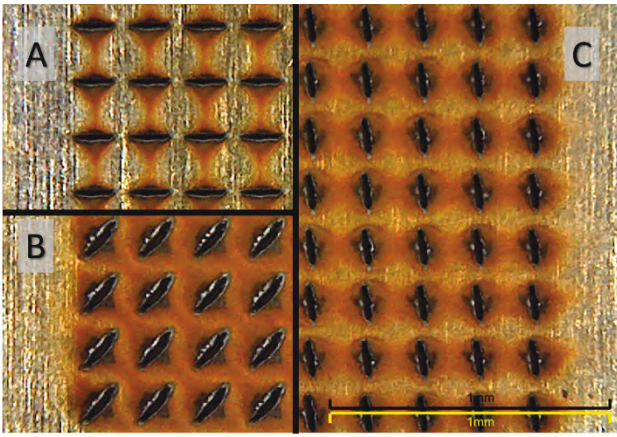


Fig. 4: Drilling of a 50  $\mu\text{m}$  thick metal foils using cylindrical deformation to the incident laser beam. An aspect ratio of 1:10 can be achieved. The orientation (A:  $90^\circ$ , B:  $45^\circ$ , C:  $0^\circ$ ) of the generated slits is controlled by the mirror.

increase in this dependence: the higher the pulse energy, the larger the beam size on the sample size needs be, to achieve the optimal processing fluence. The beam size is increased by an increase of the astigmatic waist distance. There is a local minimum for each pulse energy for a non-disturbed incident laser beam, which can be used to determine the minimal astigmatic distortion of the incident laser beam.

When combining the astigmatic deformation with a defocus deformation the influence to the incident laser beam results in a cylindrical lens behavior, which then leads to an oval beam shape with an aspect ratio up to 1:10 or larger. This is demonstrated by drilling thin (50  $\mu\text{m}$  thick) metal foils, fig. 4. The oval beam shape leads to a slit shape drilling result. The individual controllable mirror offers the possibility to change the orientation of the slits, compare A-C.

The ablation efficiency of astigmatic and cylindrical influenced laser beams lead to the same behavior as shown for the defocused laser beam. The highest

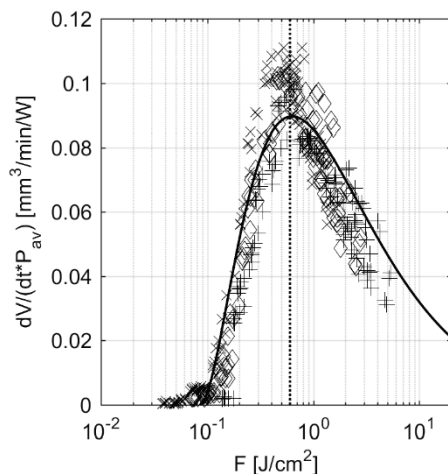


Fig. 5: Ablation efficiency of astigmatic and cylindrical influenced laser beams shapes shows the same behavior as for defocused laser beams. The highest ablation efficiency can be achieved for any kind of tested beam shapes.

ablation efficiency can be achieved for a fluence of about  $0.6 \text{ J}/\text{cm}^2$ , see fig. 5. No influence to the orientation of the beam shape was found.

#### 4. Conclusion and Outlook

It is shown in this study that the ablation efficiency can be achieved by beam shaping. The analyzed beam shapes themselves have no influence to the efficiency, as long as the optimal fluence can be achieved by the pulse energy and the intensity distribution on the material surface.

However in the detailed view there is an influence in the absolute height of the efficiency which can be seen especially for a variation of the focus position. The reason may be in the influence of the absorption behavior of the material. In the future this behavior will be analyzed.

As an application it can be demonstrated, that e.g. cylindrical influenced laser spots – resulting in an oval intensity distribution on the material surface – can be used for large area ablation e.g. in isolation channels. A combination of those distributions with the scanning direction offers a high potential for marking and laser scribing applications, by reducing the number of reruns due to the large beam diameter in one axis.

#### Acknowledgements

The authors thank the Photonics Laboratory of the University of Applied Sciences for providing the deformable mirror and the technical support for the integration into the beam path.

#### References

- [1] B. Lauer, B. Jaeggi, Z. Yiming, B. Neuschwander, 34th International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics. Conference Proceedings (2015), 146-154.
- [2] J. Schille, L. Schneider, U. Löschner, Scientific Reports. Lasertechnik, Nr. 4 (2015), 12-16.
- [3] Manz AG, Lasertechnik Journal (2015), 14.
- [4] R. Loor, L. Penning, Lasertechnik Journal 11, 32-34.
- [5] S. Rung, JLMN 8 (2013), 309-314.
- [6] J. Heberle, P. Bechtold, J. Strauß, M. Schmidt, SPIE Proceedings (2016), 97360.
- [7] M. Smarra, K. Dickmann, 34th International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics. Conference Proceedings (2015), 213-216
- [8] M. Smarra, J. Neyer, K. Dickmann, LiM-Proceedings (2015), 163

# INVESTIGATION OF THE THERMAL AND OPTICAL PERFORMANCE OF A SPATIAL LIGHT MODULATOR WITH 220W PICOSECOND LASER EXPOSURE FOR MATERIALS PROCESSING APPLICATIONS

G Zhu<sup>1</sup>, W Perrie<sup>1\*</sup>, D Whitehead<sup>2</sup>, O J Allegre<sup>2</sup>, S P Edwardson<sup>1</sup>, L Li<sup>2</sup> and G Dearden<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Laser Group, School of Engineering, University of Liverpool, L69 3GQ, UK

<sup>2</sup> Laser Processing Research Centre, School of Mechanical, Aerospace and Civil Engineering, The University of Manchester, M13 9PL, UK

The performance of a liquid cooled SLM (Hamamatsu X-13139-03) has been measured with laser powers  $P > 200W$  (10ps) at 1064nm. SLM chip temperature rose by only  $5^{\circ}C$  at 220W, measured with a thermal imaging camera. Phase response approached  $2\pi$  radians with average power  $P = 109W$  while above 140W, phase response reached just over  $\pi$  radians. Using this knowledge, efficient high speed, multi-beam picosecond laser surface ablation and patterning was demonstrated on polished metal surfaces with average power  $P \leq 250W$ . With 100W of shaped parallel beams at 404kHz and 20m/sec scan speed, ablation rate was measured to be  $\sim 4mm^3/min$  on stainless steel. Thin film flexible Al/PET was also structured with negligible damage to the PET substrate with film removal rate of  $90cm^2/sec$ . No detrimental effects of continuous exposures  $>160W$  over many hours have been observed.

## 1. Introduction

Beam shaping and parallel processing offers a way to significantly speed laser micro-fabrication. Fixed Diffractive Optic Elements (DOEs) based on fused silica are robust, able to handle 10's of Watts but designed and fabricated for one particular function only, whether beam shaping or generating multi beams. On the other hand, Spatial Light Modulators (SLM's) are dynamic diffractive optics with wide flexibility for structuring laser intensity and polarization when addressed with appropriate Computer Generated Holograms (CGH's), calculated from iterative Fourier Transforms [1].

However, power handling (both average and peak power) of liquid crystal based SLM's has been of concern with regard to likely damage levels and thus experiments carried out at high power levels have until now been limited. R Beck et al [2] first cooled an SLM rated for  $P_{MAX} \sim 3W$  increasing this well beyond the commercial limit to  $P = 14.8W$  with 532nm, nanosecond laser pulses. More recently, T Klerks and S Eifal (Pulsar Photonics GmbH) demonstrated laser surface patterning with up to 60W (404kHz/6ps) at 515nm on a cooled SLM in a fully integrated flexible beam shaping system with active cooling of the SLM chip [3], a further significant achievement. In this paper, we present results of the thermal response of a cooled liquid crystal on Silicon SLM with 10 picosecond (1064nm) laser exposure up to 220W along with the complete phase response, clarifying device performance. Then, multi-beam materials processing is demonstrated with up to 250W laser power on metals and with 100W on a thin film Al/PET substrate.

## 2. Experimental Details.

Fig.1 shows the experimental set-up for measuring the liquid cooled SLM chip temperature with exposure. The laser was an Edgewave, Innoslab (10ps, 1064nm, 2MHz).

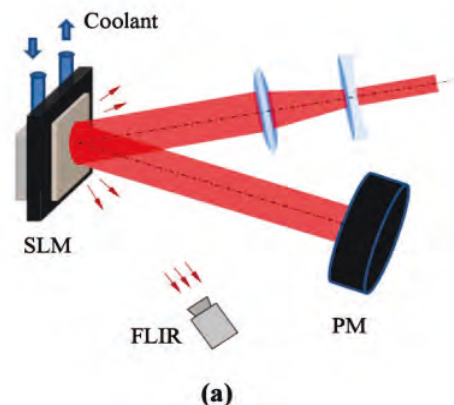


Fig. 1: The raw beam was expanded x4 and reflected at low AOI to a power meter. A thermal camera (FLIR SC660) detected heat radiated from the chip and enclosure. Camera emissivity set to  $\epsilon=0.73$  (silicon)

Fig.2 shows the experimental set-up used to measure the SLM phase response with exposure. Incident polarisation was set to  $45^{\circ}$  on the SLM. A series of CGH's with grey level  $GL = 0-255(8bit)$  were applied, so that the SLM now behaved as a variable waveplate (introducing a phase delay  $\phi$  between the vertical and horizontal electric field components) hence reflected elliptical polarisations. By placing a quarter waveplate with fast axis at  $\theta = 45^{\circ}$ , reflected elliptical polarisation was re-converted to linear polarisation whose rotation direction  $\theta$  depended linearly on the applied grey level CGH. This linear polarisation was then analysed by a thin film polarizer (TFP). The transmitted (p) and reflected (s) components were measured in air cooled power meters.

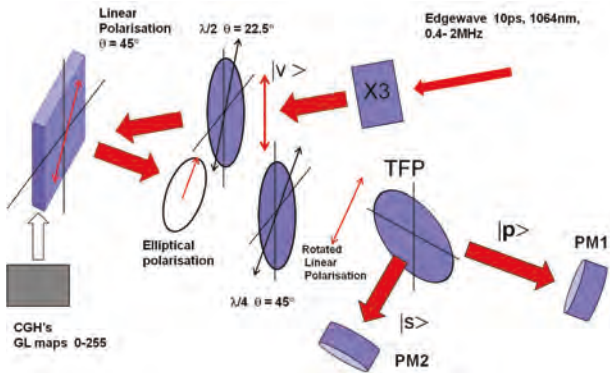


Fig. 2: Set-up for measuring device phase response. The laser beam polarisation (linear) was incident at  $45^\circ$ . The reflected polarisation state, with a given grey level applied was elliptically polarised then converted to a rotated linear polarisation by the  $\lambda/4$  plate and analysed by a thin film polariser (TFP)

### 3. Results

Chip temperature response of the cooled SLM with reflected laser power in the range 50-215W is shown in Figure 3. Temperature rises linearly with reflected power with temperature difference at 215W (reflected)  $\Delta T = 5^\circ\text{C}$  while ambient chip temperature was  $T_0 = 21.8^\circ\text{C}$ . The response of this cooled SLM yields a gradient  $m_{01} = 0.026^\circ\text{C/W}$ . As device reflectivity  $R = 97\%$ , incident laser power was therefore  $P_1 = 220\text{W}$ .

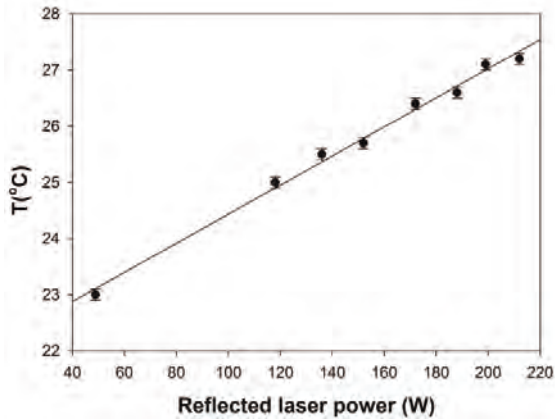


Fig.3: Temperature response of cooled SLM with picosecond laser exposure. Temperature rises linearly reaching  $\Delta T = 5^\circ\text{C}$  with 220W incident power.

Fig.4 shows a series of thermal images with increasing laser power from 0-215W.

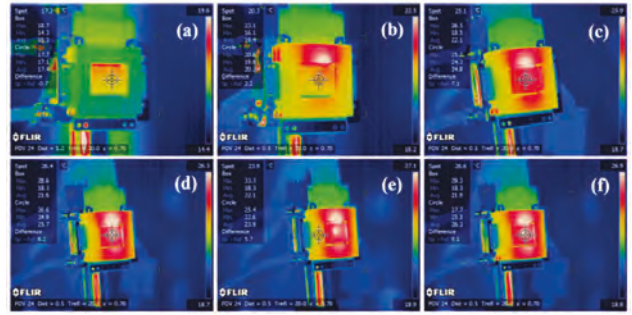
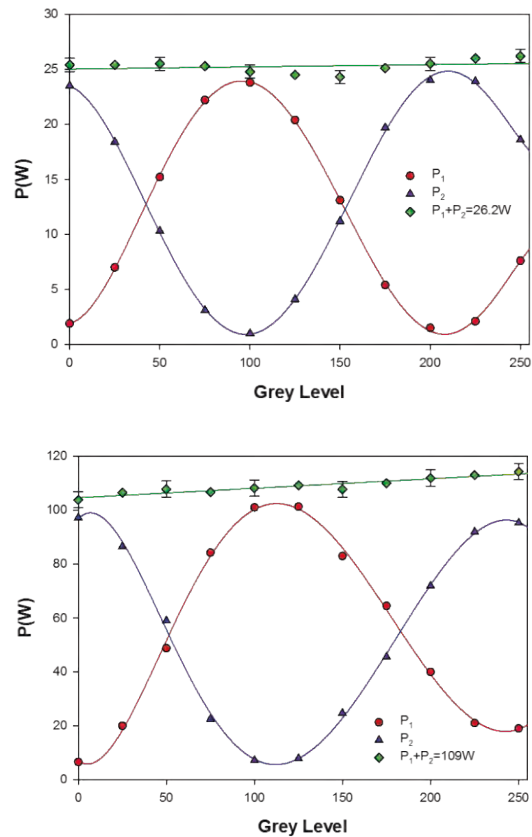


Fig. 4: Thermal images of cooled SLM chip with increasing reflected laser exposure (a)  $P = 0$ , (b)  $P = 44\text{W}$ , (c)  $P = 118\text{W}$ , (d)  $P = 172\text{W}$  (e)  $215\text{W}$ , showing evidence of laser spot near the centre of chip, (f)  $215\text{W}$  showing spot temperature  $T = 26.6^\circ\text{C}$ .

The phase response with incident power is shown in Fig. 5 showing that the cooled device still achieves  $2\pi$  phase change near 110W while above 160W, phase change is limited to just over  $\pi$  radians due to the developing temperature gradient. This changing phase response will affect quality of laser micro-structuring.



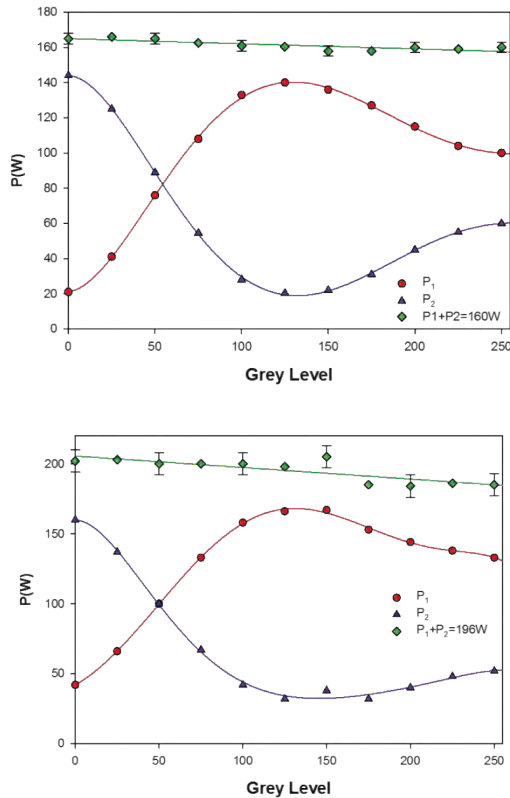


Fig.5. Phase response from cooled SLM with average powers 26W-196W reducing from  $2\pi$  at 109W to just over  $\pi$  radian above 160W.

#### 4. Laser Micro-machining

For laser-micro-machining, the TFP and the  $\lambda/4$  plate were removed and a 4f optical system added. The reflected laser output from the SLM was directed to the input aperture (14mm) of a digital scanning galvo (Scanlab intelliScan 14/RTC-5 card) and focussed with a 100mm telecentric or 250mm f-theta focal length operating under Scaps GmbH scanner software. With phase CGH applied, the complex optical field at the SLM was thus re-imaged to the input aperture of the galvo. Substrates were supported on a vertical lab jack allowing surfaces to be brought to the correct focal plane. As phase CGH's can allow efficient use of the high power laser through diffractive splitting, parallel beam surface micro-processing was carried out at a range of powers.

Laser Induced Periodic Surface Structures (LIPSS) are often observed on metals at low fluences resulting from the interference of a surface scattered wave with the incoming radiation. Figure 6(a)-(c) shows the result of parallel beam surface ablation (3 spots) at 25W/404kHz and  $3\text{ms}^{-1}$  scan speed (100mm lens). Pulse energy was  $21\mu\text{J}$  and average power  $\sim 8.3\text{W}$  per beam. With focused beam area of  $\sim 6.4 \cdot 10^{-5}\text{cm}^2$ , the single pulse fluence  $F \sim 0.33\text{Jcm}^{-2}$ . The whole surface was overscanned and effective patterning rate  $R \sim 8\text{cm}^2\text{s}^{-1}$ .

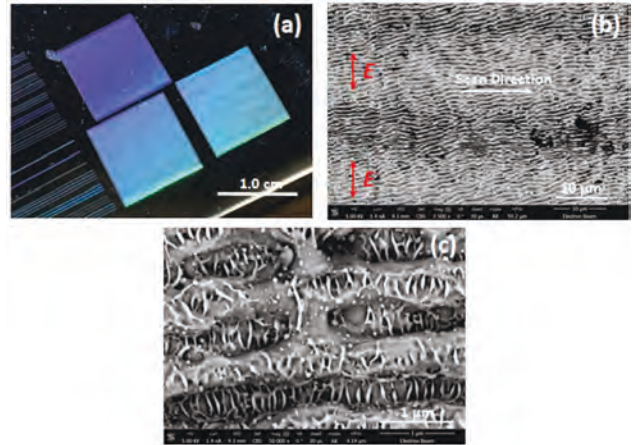


Fig.6: Periodic surface structuring with 3 parallel beams at a rate  $R \sim 8\text{cm}^2/\text{sec}$ . (a) white light diffraction, (b) and (c), SEM images of periodic structures.

With beam shaping to a line array of 4 rectangular spots (Hamamatsu software), surface ablation of stainless steel with 97W (404kHz) was carried out with the 250mm lens at 20m/sec scan speed, minimising pulse overlap, Fig. 7. Measured ablation rate was  $\sim 4\text{mm}^3/\text{min}$ . Diffraction efficiency (DE) was high, estimated to be  $> 90\%$ .

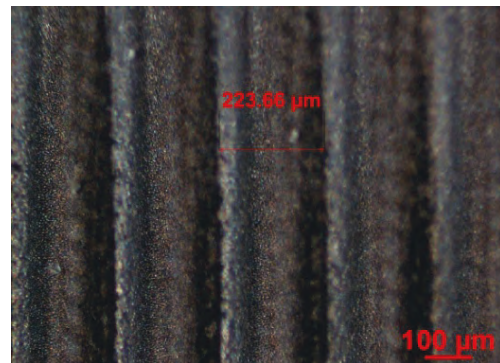


Fig. 7 : Parallel shaped beam ablation of s. steel at 97W/404kHz. Fluence  $F \sim 0.5\text{Jcm}^{-2}$ .

Increasing laser power to 160W (where SLM phase response was limited to  $\pi$  radian), 3 beam ablation (0,  $\pm 1^{\text{st}}$  order) on s. steel is shown in Fig.8. Scan offset overlapped the  $\pm 1^{\text{st}}$  orders.

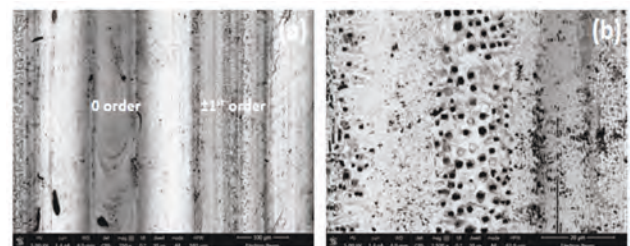


Fig.8 SEM images of surface ablation at 160W/404kHz, 3 beam processing, (a) all orders, (b) High resolution image of overlapped first orders. Fluence  $F \sim 2.1\text{Jcm}^{-2}$ . DE has dropped, not unexpected at this power level.

A spot pattern in the form of the letter “M” was created in the Labview interface, Fig.9(a). The calculated complex phase CGH is shown in 9(b) and the observed spot pattern at the Fourier plane of lens L1 shown in 9(c).

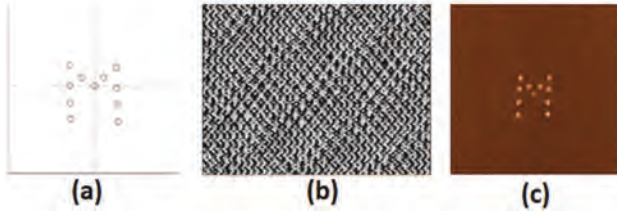


Fig. 9: Spot pattern set in Labview interface representing the letter M, (b) calculated complex phase CGH, (c) observed intensity pattern at the Fourier plane of lens L1 showing reasonable spot uniformity. Zero order spot is in the centre.

The resulting pattern machined on a polished brass coated plate is shown in Fig. 10(a-d) with increasing powers and short exposure times from 90-250W. 160W/10ms exposure still shows good diffraction efficiency showing that the thermal effect has not yet developed. However, at 250W/10ms, diffraction efficiency (DE) has dropped significantly with most of the energy now in the zero order spot (centre).

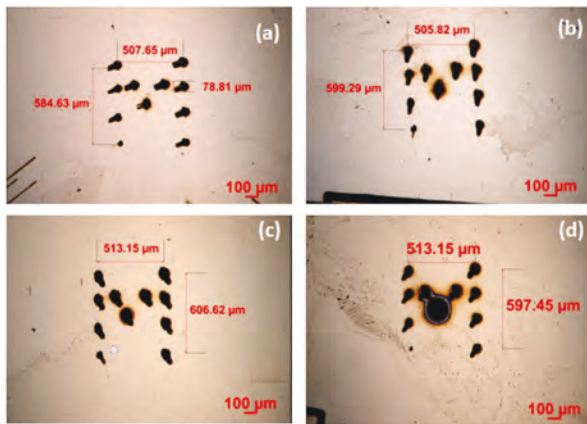


Fig. 10: Optical images of surface patterning (letter “M”) on polished brass plate with increasing laser powers, (a) 90W, 30ms, (b)120W, 30ms, (c)160W, 10ms, (d) 250W, 10ms.

Thin film micro-structuring is an increasingly important area for ultrafast lasers. Fig. 11 shows clean, thin film patterning of flexible Al/PET with 97W/404kHz and a near uniform 9 spot pattern. Scan speed was 20m/sec with complete removal of the film without thermal damage to the PET. As the lines were 50μm wide, the total film removal rate was therefore 90cm<sup>2</sup>/sec. with ~50% pulse overlap and fluence  $F \sim 0.4 \text{Jcm}^{-2}$ . Spot separation was 0.5mm so that each line set is 4mm wide.

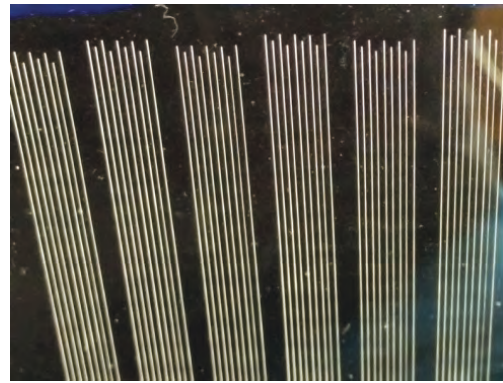


Fig. 11: High speed parallel beam patterning of Al/PET with 97W/404kHz (20m/sec) at a removal rate of 90cm<sup>2</sup>/sec. Lines are 50μm wide. Fluence  $F \sim 0.4 \text{Jcm}^{-2}$ .

#### 4. Conclusions

A cooled liquid crystal SLM (Hamamatsu X-13139-03) engineered for thermal management is highly robust and can handle >200W of picosecond laser exposure without damage. The phase reponse above 160W is limited to just over  $\pi$  radians which affects device performance at highest average powers, although binary phase CGH's (requiring only  $\pi$  phase changes) would be very effective here. High speed surface micro-structuring on polished metals and thin film Al/PET at 97W shows that industrial uptake of this technology is now more likely.

#### Acknowledgements

We would like to thank Dr. Vojtech Olle (Hamamatsu Photonics UK) and Hamamatsu (Japan) for the loan of the X-13139-03 SLM.

#### References

- [1] J. Leach, G. Sinclair, P. Jordan, J. Courtial, M. J. Padgett, J. Cooper and Z. Laczik, Optics Express vol.12, 220 (2004).
- [2] R. J. Beck, J. P. Parry, W. N. MacPherson, A. Waddie, N. J. Weston, J.D. Shephard, and D. P Hand, Optics Express, Vol. 18, Issue 16, pp. 17059-17065 (2010)
- [3] T. Klerks and S. Eifal, 9<sup>th</sup> International Conference on Photonic technologies, LANE 2016 (Industrial paper)



# HERSTELLUNG DREIDIMENSIONALER QUARZGLASKÖRPER DURCH DAS SELEKTIVE LASERSTRAHLSINTERN

Anne-Marie Schwager, Jens Bliedtner, Armin Bruder, Kerstin Götze, Jan Dellith\*  
Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Carl-Zeiss-Promenade 2, D-07745 Jena

\*Leibniz-Institut für Photonische Technologien, Albert-Einstein-Straße 9, D-07745 Jena

Für die effiziente Herstellung von komplexen silikatischen Formteilen wird das selektive Laserstrahlsintern als alternatives Fertigungsverfahren zur konventionellen Fertigung untersucht. Verwendet werden synthetische und natürliche Quarzglaspulver, welche einen Partikeldurchmesser im Bereich von 19...78  $\mu\text{m}$  aufweisen. Bauteildichten von 65 % und Oberflächenrauheiten von  $R_a = 32,21 \mu\text{m}$  sind erreichbar. Durch eine anschließende Temperaturdrucksinterung entsteht ein glasiger und opaker Formkörper. Die Bauteildichte wird auf 96 % gesteigert, bei einer gleichzeitigen Schrumpfung von 16 %. Für die Verwendung als Glasfaserpreform, ist eine Mantelflächenpolitur der verglasten Formkörper notwendig. Durch eine Laserstrahlpolitur können mit  $R_a = 10,4 \text{ nm}$  Oberflächenrauheiten erreicht werden, welche den üblichen Rauheitswerten von optischen Bauelementen entsprechen. Das selektive Laserstrahlsintern eignet sich als ein alternatives Herstellungsverfahren zum isostatische Pressen von Glaspulvermaterialien und bietet einen hohen Innovationsgrad, bei einem gleichzeitig hohen Forschungsbedarf.

## Einleitung

Die klassischen Verfahren Schleifen, Läppen und Polieren führen zu einer langen Prozesskette mit einer hohen Fertigungszeit. Insbesondere die erzeugbaren und bearbeitbaren Geometrien sind mit diesen Verfahren eingeschränkt. Additive Fertigungsverfahren hingegen können komplexe und unkonventionelle Geometrieverhältnisse effizient und flexibel realisieren. Die Verfahren sind für metallische Werkstoffe sowie Polymere etabliert.

Für die Fertigung von porösen dreidimensionalen Grünkörpern aus Quarzglaspulver, durch das selektive Laserstrahlsintern, sind bereits grundlegende Untersuchungen erfolgsversprechend. Durch eine Drucksinterverglasung können diese porösen Bauteile verglast und beispielsweise als Preform zur Glasfaserherstellung verwendet werden.

## Stand der Technik

Additive Fertigungsverfahren werden für Kunststoffe und Metalle bereits industriell eingesetzt. Auch für den Werkstoff Glas können additive Verfahren zur Herstellung transparenter Bauteile verwendet werden. Für diese liegt das Substratmaterial oftmals in Form von Draht, Platten oder Pulver vor. Das Extrusions-/ FDM- Verfahren wird für Glas adaptiert, indem ein zylindrischer Quarzglasstab als Filament und ein  $\text{CO}_2$ - Laser zu dessen Erwärmung verwendet wird. [1] Eine weitere Variante dieses Verfahrens ist durch die Verwendung eines Schmelzofens und einer beheizbaren Prozesskammer, für die Herstellung komplexer Bauteilgeometrien aus Kalk-Natronglas, realisiert. [2] Auch können silikatische Bauteile additiv mittels des Schicht-Laminat-Verfahrens oder des Laserstrahlschmelzens hergestellt werden. [3] Durch Wang et al können erste direkt gesinterte Bauteile aus Quarzglaspulver durch das selektive Laserstrahlsintern hergestellt werden. Unterschiedliche Partikelgrößen und -formen sowie die Schichtdicke, die Laserleistung und die Scangeschwindigkeit werden als Einflussparameter ermittelt. Grundsätzlich werden mit Partikelgrößen von

$d_p = 30...60 \mu\text{m}$ , Schichtdicken von  $h = 75...125 \mu\text{m}$  und mit einer Laserleistung  $P > 45 \text{ W}$ , Bauteile mit einer theoretischen Dichte von  $\rho_R = 44 \%$  erreicht.

## Verfahrensentwicklung und Versuchsaufbau

Mittels des selektiven Lasersinters ist es möglich poröse Bauteile aus Quarzglaspulver herzustellen., In Abbildung 1 ist die entsprechende Prozesskette des neuen Verfahrens „Hochtemperatur- SLS“ von Quarzglaspulver dargestellt.

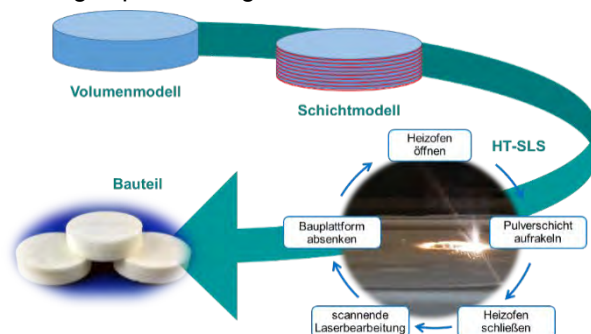


Abbildung 1: Prozesskette HT-SLS von Quarzglaspulver

Zunächst werden die entsprechenden Geometriedaten generiert, indem das zu fertigende Volumenmodell in die notwendige Schichtfolge und Schichtanzahl zerlegt wird. Im Anschluss wird der spezifische Prozesszyklus durchgeführt. Hierzu wird das Pulvermaterial durch einen Rakel auf einer Bauplattform definiert verteilt. Beim HT-SLS ist dazu eine Öffnung und, nach dem Rakelvorgang, eine Schließung des Heizofens notwendig, da sich das Pulverreservoir außerhalb des Bauraums befindet. Für die Erzeugung einer festen Materialschicht wird das Pulver mittels scannender Laserstrahlung selektiv an- oder aufgeschmolzen. Infolge von Wärmeleitung und der damit verbundenen Abkühlung wird anschließend ein fester Schichtkörper generiert. Der nächste Prozessschritt beinhaltet die Absenkung der Bauplattform um den Betrag der Schichtdicke und das erneute Verteilen des Pulvermaterials. Dieser Prozesszyklus wird bis zur Fertigstellung des dreidimensionalen Bauteils stetig wiederholt. Pulverma-

terial, welches nicht durch die Laserstrahlung thermisch aktiviert wird, verbleibt als Stütz- und Isolationsmaterial im Bauraum. Im nächsten Prozessschritt wird das Bauteil entnommen, die Stützstruktur durch mechanisch trennende Verfahren entfernt und das restliche Pulver aus dem Ofen entnommen und recycelt. Durch eine Ultraschallreinigung werden die nicht aktivierten Pulverpartikel innerhalb der entstehenden Poren beseitigt. Die gefertigten Bauteile werden hinsichtlich der erzeugten Dichte, Oberflächenstruktur und Biegefestigkeit untersucht und anschließend mittels eines Drucksinterprozesses verglast. Durch den Verglasungsschritt entstehen teilweise raue Mantelflächen, wodurch eine Beurteilung der entstandenen Glasqualität nicht möglich ist. Aus diesem Grund wird die Laserstrahlpolitur als letzter Prozessschritt angeschlossen. Durch dieses geometrieunabhängige Verfahren kann die Oberfläche der entstanden Preform geglättet und eine Innencharakterisierung des Glasmaterials ermöglicht werden. [3][5]

Für das HT-SLS wird ein individueller Versuchsaufbau durch die Firma HTM Reetz GmbH realisiert, s. Abbildung 2. Dieser Lasersinterofen wird zunächst auf die gewünschte Vorwärmtemperatur erwärmt. Auf Grund der hohen Absorption der  $\text{CO}_2$ -Laserstrahlung an Quarzglas, wird diese durch Umlenkspiegel und einem geeigneten Scansystem mit einer Fokussieroptik, welche einen Fokussdurchmesser von  $w_F = 300 \mu\text{m}$  realisiert, in den Lasersinterofen eingekoppelt. Der Heizofen ermöglicht die Erzeugung von Bauraumtemperaturen bis zu  $T = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ . Des Weiteren werden lediglich nichtmetallische Baumaterialien verwendet, um ungewollte Kontaminationen, welche bei der anschließenden Drucksinterverglasung zu einer erhöhten Blasenbildung und somit zur Verminderung der Bauteilqualität führen, zu vermeiden. Der durch die Firma HTM Reetz realisierte Lasersinterofen ist in Abbildung 2 schematisch dargestellt.

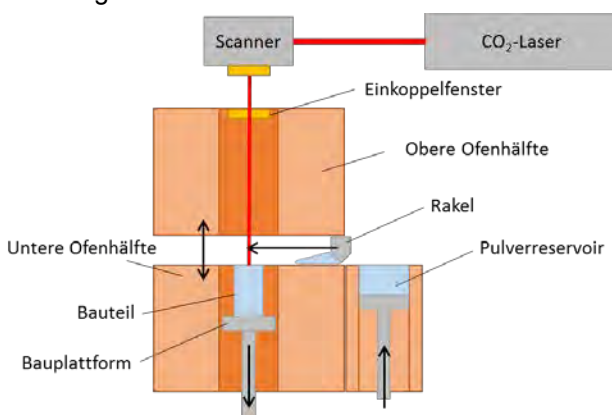


Abbildung 2: Schematische Darstellung des Lasersinterofens für das HT-SLS von Quarzglaspulver

Die dargestellte zylinderförmige Gestaltung der Ofenkammern gewährleistet eine homogene Hochtemperaturverteilung. Des Weiteren wird hierzu die Heizofenkammergröße minimiert und das Pulvermaterial außerhalb des Ofens deponiert. Um den Pulvertransport vom Pulverreservoir zur Bauplatzform

zu ermöglichen, ist der Heizofen in zwei Hälften aufgeteilt. Beide Ofenhälften werden separat beheizt. Die obere Ofenhälfte dient als Isolationsdeckel in welchem ein ZnSe- Einkoppelfenster für die Strahlführung integriert ist. In der unteren Ofenhälfte sind die Bauplatzform und das Pulverreservoir integriert.

Die Herstellung von geeignetem Pulvermaterial für das selektive Laserstrahlsintern von Quarzglas ist auf Grund der hohen Anforderungen, u. a. hohe Schmelztemperaturen und erforderliche Reinheit, komplex und somit kostenintensiv. Das nanoskalige Sootmaterial entsteht als Nebenprodukt der Herstellung von synthetischem Quarzglas. Durch die weiteren Verarbeitungsschritte Granulierung, Chlorierung und Sphärodisierung, kann ein makroskaliges, synthetisches Quarzglaspulver hergestellt werden, welches verglaste, sphärische Pulverpartikel aufweist. Bei der Verwendung von natürlichem Quarzsand als Sootmaterial entfallen die Schritte der Granulierung und Chlorierung. Der Quarzsand liegt bereits als makroskaliges, hochreines Granulat vor. In einem letzten Schritt wird das hergestellte Pulvermaterial durch konventionelles Sieben auf den gewünschten Partikelgrößenbereich  $d = 22 \dots 76 \mu\text{m}$  fraktioniert. Mit dieser Pulverfraktionierung lässt sich ein ebener und homogener Schichtauftrag für Schichtdicken von  $h = 60 \dots 150 \mu\text{m}$  realisieren. Durch dieses aufwendige und somit kostenintensive Herstellungsverfahren, ist ein Pulverrecycling erstrebenswert. Verfahrensbedingt kommt es zu einer hohen Menge von nicht versintertem, thermisch nicht aktiviertem Pulver. Dieses Pulver kann zurückgewonnen und nach einer Aufbereitung dem SLS-Prozess wieder zugeführt werden. Prozessbedingte Verunreinigungen, wie z. B. Staubpartikel oder Abriebpartikel durch Baumaterialien, können durch eine geeignete Maschinensiebung entfernt werden.

## Ergebnisse und Diskussion

Mit dem HT-SLS können dreidimensionale, poröse Grünkörper aus Quarzglaspulver hergestellt werden. Die Dichte der Bauteile kann durch die direkte Messung mittels des Infiltrationsverfahrens bestimmt werden. Es wird die relative Dichte im Bezug zu der Dichte von Quarzglas ( $\rho = 2,201 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ) berechnet. Es können relative Dichten zwischen  $\rho = 42 \dots 65 \%$ , jedoch kein signifikanter Einfluss hinsichtlich der Prozessparameter, ermittelt werden. In Abbildung 3 ist eine exemplarische REM-Aufnahme der erzeugten, horizontalen Oberflächenstruktur eines gesinterten Quarzglaskörpers dargestellt.

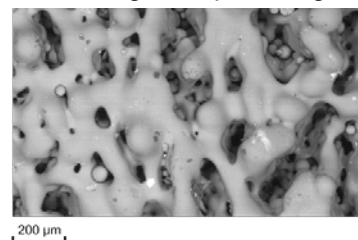


Abbildung 3: 150-fach vergrößerte, horizontale Oberflächenstruktur der Schichtdicke  $s = 150 \mu\text{m}$

Die Proben weisen eine poröse, teilweise dichte und partiell verglaste Oberflächenstruktur mit gitterförmig angeordneten Verglasungssträngen auf, an welchen sich einzelne, nicht verschmolzene Pulverpartikel anhaften. Auch ist teilweise eine Sinterhalsbildung ersichtlich, welche, in Kombination mit der erreichten Bauteildichte und einer Prozesstemperatur unterhalb der Erweichungstemperatur von Quarzglas, auf einen Festphasensinterprozess schließen lässt. Für eine weitere Dichtesteigerung und somit die Förderung der Verdichtung der Poren, ist nach König et al eine längere Sinterdauer oder ein Flüssigphasensintern, welches ein plastisches Fließen impliziert, notwendig. Für die subjektive Auswertung des vertikalen Schichtverbunds werden Schichthöhen im Bereich von  $h = 150 \dots 500 \mu\text{m}$  untersucht, s. Abbildung 4.

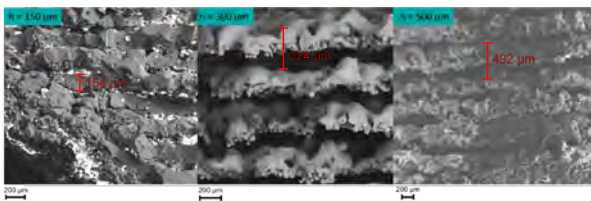


Abbildung 4: Schnittdarstellung des vertikalen Schichtverbunds bei unterschiedlichen Schichtdicken

Grundsätzlich ist eine charakteristische, vertikale Schichtstruktur der jeweils gefertigten Bauteile ersichtlich. Die Schichten weisen Verglasungsstränge auf, an welchen sich einzelne nicht verschmolzene Pulverpartikel anhaften. Der jeweilige Schichtabstand variiert jedoch deutlich und die verglaste Schichthöhe beträgt bei allen drei Varianten ca.  $150 \dots 200 \mu\text{m}$ . Mit der Reduzierung des Schichtabstandes steigt die erzeugte Bauteildichte von  $\rho = 40 \%$  auf  $\rho = 65 \%$ .

Generell lässt sich beim HT-SLS von Quarzglaspulver ein konischer Plasmakegel beobachten. Diese induzierten Plasmawolken beeinflussen insbesondere die Laserstrahleinkopplung. Für den HT-SLS Prozess wird angenommen, dass es sich um absorptionsfördernde Plasmawolken handelt. Indiz hierfür ist die Prozesstemperatur unterhalb der Erweichungstemperatur sowie die kegelförmige Ausprägung des Plasmas. Durch die geringe Absorptionslänge der Laserstrahlung ( $\lambda = 11,5 \mu\text{m}$ ) und die geringe Wärmeleitfähigkeit von Quarzglas ( $\kappa = 2,3 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ) im Vergleich zu Metallen (Kupfer z. B.  $\kappa = 390 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ), ist eine Absorptionsverbesserung durch die LSC Wellen prozessfördernd. [2]

Zusätzlich führt die pulverbettbedingte, makroskopische Oberfläche, mit einer zufälligen Anordnung unterschiedlich großer Pulverpartikel, und die, durch die entstehenden Zwischenräume, damit einhergehenden Strahlfallen zu einer Mehrfachreflexion der  $\text{CO}_2$ - Laserstrahlung, welche wiederum zu einer Absorptionserhöhung führen. Es wird angenommen, dass durch die Kombination der LSC-Wellen, der Vorwärmtemperatur und die pulverbedingten, natürlichen Strahlfallen im Pulverbett, eine verbesserte Einkopplung der Laserstrahlung und somit eine Erhöhung der Absorptionslänge und Wärmeleitung

stattfindet. Somit ist es möglich verglaste Schichthöhen von  $150 \mu\text{m}$  zu erzeugen.

Für die rotationssymmetrischen Formkörper wird der Einfluss der Scanstrategie untersucht. Grundsätzlich wird bei konventionellen Laserstrahlsinterverfahren das s. g. Hülle-Kern-Scanprinzip mit einer linienförmigen Laserstrahlführung empfohlen. Hierzu wird zunächst die Außenkontur der Schichtgeometrie durch eine Umrandung (borderline) gelasert und anschließend die Innenfläche gefüllt (hatchen). [3] Dieses Scanprinzip erzeugt, bedingt durch das Außenkonturscannen, ein scharf abgegrenztes Bauteil. Mit einem bidirektionalen Scankonzept können die Umkehrpunkte minimiert werden. Vorversuche ergaben keine Inhomogenitäten oder temperaturbedingte Verzüge am Probenrand. Es wird eine kreisrunde Schichtgeometrie ohne Formfehler erzeugt. Jedoch werden thermische Lagenfehler innerhalb des Bauteils, bedingt durch eine einseitige Temperaturerhöhung, festgestellt, s. Abbildung 6.

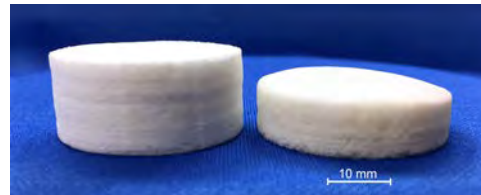


Abbildung 6: : Mittels HT-SLS gefertigter Grünkörper, links ohne Lagefehler, rechts mit Lagefehler

Durch eine  $180^\circ$ -Drehung der Scanrichtung nach jeder Schichterzeugung, wodurch eine wechselnde Scanrichtung der Laserstrahlung erzeugt wird, können diese Lagenfehler eliminiert werden.

Eine an das HT-SLS anschließende Drucksinterprozessstufe am IPHT-Jena, ermöglicht die Verglasung der gefertigten Grünkörper und somit die Steigerung der Bauteildichte. Die verwendete Temperatur-Druckregelung ist in Abbildung 7 dargestellt.

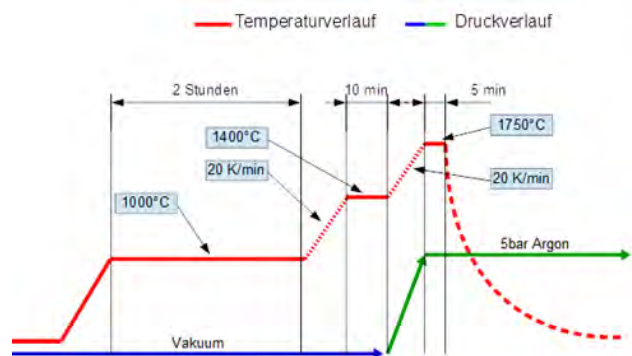


Abbildung 7: Temperatur-Druckverlauf der Drucksinterverglasung

Eine Vorsinterung findet bei  $T = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$  statt, um eventuelle Kontaminationen zu entfernen. Die Verglasung findet anschließend bei  $T = 1750 \text{ }^\circ\text{C}$  unter der Zugabe von Argon statt. Argon wird auf Grund seines inerten Verhaltens gegenüber anderen Stoffen verwendet. Durch die Drucksinterverglasung wird, bei einer Schrumpfung von  $s = 16\%$ , eine Dichtesteigerung von  $\rho = 57 \%$  auf  $\rho = 96 \%$  erzielt. [7]

Oftmals weisen die Formkörper sehr raue und nicht transparente Oberflächen auf. Um die erzeugte Glasqualität bezüglich Blasen und Schlieren zerstörungsfrei beurteilen zu können, ist die Politur der Mantelfläche mittels der Laserstrahlpolitur (LSP) notwendig. Eine scannende Strahlführung ermöglicht einen linienförmigen Energieeintrag auf der Probenoberfläche. Die so entstehende Polierlinie wird mit einer definierten Vorschubgeschwindigkeit über die Probenoberfläche verfahren, wodurch eine homogen polierte Oberfläche entsteht, s. Abbildung 8. [8]

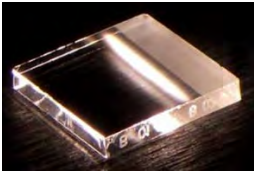


Abbildung 8: : Linienförmiger Energieeintrag auf der Probenoberfläche bei der Laserstrahlpolitur [8]

Eine zusätzliche Drehachse wird für die LSP von rotationssymmetrisch Bauteilen benötigt, um die komplette Mantelfläche in einem Prozessschritt polieren zu können. Mit der LSP werden an der EAH-Jena Rauheiten von  $R_a < 10$  nm bei einer Polierrate von  $7,5 \text{ s} \cdot \text{cm}^{-2}$  auf Oberflächen aus Quarzglas, N-BK7® und BF 33® erreicht. Durch die Laserstrahlpolitur kann eine Oberflächenrauheit von  $R_a = 10,4$  nm ermittelt werden. Dieser Rauheitswert entspricht den bisher durch die LSP an anderen, nicht gesinterten Bauteilen, erzielten Rauheitswerten. Im Anschluss werden die induzierten Spannungen durch einen spezifisch angepassten Kühlprozess eliminiert.

Diese rotationssymmetrischen, verglasten Formkörper werden zur Verwendung als Preform zur Glasfaserherstellung hergestellt. Die mechanischen und optischen Eigenschaften der gezogenen Glasfaser zeigten, dass insbesondere die Blasenbildung nach der Drucksinterverglasung und damit einhergehend die Bauteildichte der Grünkörper reduziert werden muss. Diese Fehlstellen führten zu einer erhöhten Dämpfung, wodurch eine Anwendung der Glasfaser für bspw. eine Datenübertragung derzeit nicht möglich ist.

### Zusammenfassung

Dreidimensionale Grünkörper aus Quarzglaspulver sind mittels HT-SLS fertigbar. Maximale Grünkörperdichten von  $\rho_R = 57$  %, minimale Oberflächenrauheiten von  $R_a = 10,4$  nm werden erreicht.

Für das HT-SLS kann Quarzglaspulver verwendet werden, welches makroskalige, verglaste und sphärische Pulverpartikel mit einem Pulverpartikeldurchmesserbereich von  $d_p = 19 \dots 78 \mu\text{m}$  aufweist. Diese Fraktionierung erlaubt einen homogenen Pulverschichtauftrag. Auf Grund des preisintensiven Quarzglaspulvers, wird eine hohe Recyclingquote von nahezu 100 % angestrebt.

Es werden Schichtdicken im Bereich von  $s = 150 \dots 500 \mu\text{m}$  untersucht. Für  $s = 150 \mu\text{m}$  kann der beste vertikale Schichtverbund und damit ein-

hergehend die höchste Bauteildichte erreicht werden. Das HT-SLS ermöglicht die Fertigung von Grünkörpern mit einer Bauteildichte im Bereich von  $\rho = 42 \dots 57$  % und stellt somit eine Alternative zum isostatischen Pressen, mit erzeugbaren Grünkörperdichten von  $\rho_R = 30 \dots 50$  %, dar.

Die mittels HT-SLS gefertigten Grünkörper werden durch eine anschließende Temperaturdrucksinterung verglast. Es wird ein glasiges, opakes Bauteil mit einer Dichte von  $\rho_R = 96$  % bei einer mittleren Schrumpfung von  $s = 16$  % erzeugt. Durch die entstehende raue Mantelfläche wird eine Laserstrahlpolitur zur Glättung durchgeführt. Ein Versuchsaufbau und Verfahrenskonzept wird entwickelt und es können durch die Laserstrahlpolitur Oberflächenrauheiten von  $R_a = 10,4$  nm erreicht werden. Durch diesen Prozessschritt ist eine Charakterisierung des Bauteils hinsichtlich der erzeugten Glasqualität möglich und der dreidimensionale Formkörper als Preform zum Glasfaserziehen verwendbar.

Grundsätzlich bietet sich das selektive Laserstrahlsintern z.B. als ein alternatives Herstellungsverfahren gegenüber dem isostatischen Pressen von Gaspulvermaterialien an. Eine Effizienzsteigerung, insbesondere hinsichtlich der fertigmöglichen Bauteilgeometrie der Grünkörper, ist möglich.

### Danksagung

Diese Arbeit wurde im Rahmen des Forschungsprojektes 3D Quarz entwickelt, welches vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie gefördert wurde. Die Autoren danken den Projektpartnern für die Unterstützung der Untersuchungen.

### Literaturverzeichnis

- [1] Luo, J. et al, "Additive manufacturing of glass for optical applications" SPIE, 2016. - 9738.
- [2] Klein, J. et al, "Additive Manufacturing of Optically Transparent Glass" 3D PRINTING AND ADDITIVE MANUFACTURING. - 2015. - p. 92-105.
- [3] Bliedtner, J., Müller H. and Barz A. "Lasermaterialbearbeitung, Grundlagen- Verfahren- Anwendungen- Beispiele " Carl Hanser Verlag , 2013. - ISBN 978-3-446-42168-4.
- [4] Wang, H. et al, "Selective laser sintering of quartz powder" Proceedings of the Solid Freeform Fabrication Symposium, 1997, University of Texas at Austin
- [5] Gebhardt A. "Generative Fertigungsverfahren - Additive Manufacturing und 3D Drucken für Prototyping- Tooling- Produktion" München: Carl Hanser Verlag, 2013
- [6] König M et al. "Herstellung und Charakterisierung des Sinterverhaltens von dünnen Schichten und Massivkörpern aus nanoskaligem Zinkoxid". – Darmstadt, Germany
- [7] Dellith J., "Druck-Sinterverglasung von Grünkörpern aus hochdispersen  $\text{SiO}_2$ -Pulvern" Thüringer Werkstofftag, 2016.
- [8] Hecht K. "Entwicklung eines Laserstrahlpolierverfahrens für Quarzglasoberflächen" Ilmenau, Germany Universitätsverlag Ilmenau, 2012.

# WIE SICH DURCH BERÜHRUNGSLOSE STRAHLPROFILMESSUNGEN DIE EIGENSCHAFTEN ADDITIVER FERTIGUNGSANLAGEN OPTIMIEREN LASSEN

Markus Revermann

Ophir Spiricon Europe GmbH, Guerickeweg 7, D-64291 Darmstadt

Das Zusammenspiel aller optischen Komponenten entscheidet gerade in der Additiven Fertigung über die Einhaltung der Produktspezifikationen. Die Anlagen im Selective Laser Manufacturing (SLM) liefern nur dann reproduzierbare Ergebnisse, wenn die Systemparameter genau beschrieben und überprüft werden können. Klassische Messmethoden der Lasermesstechnik stoßen dabei häufig an ihre Grenzen. Eine neuartige Messtechnologie, die die Strahlkaustik des Laserstrahls berührungslos ermittelt, ohne den Strahl zu beeinflussen und ohne dass es vom Strahl beeinflusst wird, liefert dauerhaft belastbare Messergebnisse. Schlüsselparameter wie z.B. der Fokushift des Lasers lassen sich damit unabhängig von der Höhe der Laserleistung darstellen. Dieser Beitrag beschreibt die Funktionsweise der Technologie, die auf der Messung der Rayleigh-Streuung basiert, beleuchtet die Vorteile gegenüber klassischen Messmethoden und zeigt Beispiele aus der Praxis.

## 1. Einleitung

Der Einsatz der Additiven Fertigung in der industriellen Serienproduktion stellt für die Reproduzierbarkeit und Qualität der Funktionsbauteile eine neue Herausforderung dar. Insbesondere die Systemparameter des verwendeten Laserstrahls spielen beim Selective Laser Melting (SLM) für die Qualität der gefertigten Bauteile eine entscheidende Rolle.

Gängige konventionelle Messverfahren auf Basis absorbierender Systeme beeinflussen den Laserstrahl und beeinträchtigen die Reproduzierbarkeit der Messungen da schon kleinste Verunreinigungen oder beginnender Verschleiß eines Messgeräts die Ergebnisse verfälschen.

Eine neue Technologie auf Basis von Rayleigh Streuung eröffnet die berührungslose Messung des Laserstrahls im Bereich der Additiven Fertigung. Dabei wird der Strahl selbst durch die Messung nicht beeinflusst und auch das Messgerät kann durch den Strahl in seiner Funktion nicht beeinträchtigt werden. Die Vergleichbarkeit der Messergebnisse, die für die Qualität der Bauteile eine so entscheidende Rolle spielt, wird damit jederzeit gewährleistet.

## 2. Anforderung an die Messaufgabe

Feinste metallische Puder bilden die Basis des SLM-Prozesses, staubfrei wird die Produktionsumgebung demnach nie sein können. Doch gerade die feinen Staubpartikel, die sich in den Produktionsräumen befinden, erschweren die Messungen der Gesamtpformance des optischen Systems. Und auch die Reinigung der Komponenten birgt Risiken: Sobald das Schutzglas einer Optik z.B. mit der ungeschützten Hand berührt wird, muss es geputzt und das optische System anschließend neu kalibriert werden. Zusätzlich sind die räumlichen Gegebenheiten in der Produktion oft sehr beengt, der Messaufbau darf also insgesamt weder aufwendig noch ausladend sein.

Um die Systemparameter in der Anwendung mit den ursprünglichen Laborwerten auf Übereinstimmung prüfen zu können, sollte das gleiche Messprinzip verwendet werden. Die entscheidenden Parameter,

die kontinuierlich überprüft werden sollen, sind die Fokusgröße und -lage sowie deren Veränderung in Abhängigkeit von Zeit und Leistung.

Bis dato haben wir von einem optischen System bestehend aus Laserquelle, Strahlformung, Fokussierung und Strahlableitung gesprochen, häufig werden zur Fertigung eines Bauteils mehrere optische Systeme eingesetzt, die parallel arbeiten: Bis zu vier Laser fertigen gemeinsam ein Bauteil, und sie müssen alle exakt die gleichen Strahlparameter einhalten.

Fassen wir zusammen, so ergeben sich die folgenden zentralen Anforderungen an Lasermessungen in der additiven Fertigung:

### Messgrößen

- Fokusdurchmesser und Rundheit
- Fokusslage
- Laserleistungsdichte
- Jegliche Änderung des Fokus in Abhängigkeit von Zeit und Leistung

### Messdauer

- Kurze Einrichtzeiten
- Einfache Handhabung

### Platzbedarf

- Eingegrenzte räumliche Gegebenheiten in der Prozesskammer
- Kompakte, einfach transportable Messgeräte wünschenswert.

### Empfindlichkeit

- Reproduzierbare Messergebnisse
- Umgebungsunabhängig vergleichbare Messergebnisse.

### 3. Gängige Messverfahren

Prinzipiell unterscheidet man bis dato zwei Messverfahren: schlitzgesteuert und kamerabasiert. Schlitzgesteuerte Systeme sind sehr kompakt, robust und optisch einfach handhabbar, Bild 1. Sie lassen sich schnell in den Testaufbau einbringen und liefern für einen begrenzten Leistungsbereich zuverlässige Ergebnisse, sofern kein Staub die Messungen verfälscht. Bei einem Schlitz von nur 5 Mikrometern führen Staubpartikel zu ungenauen Ergebnissen. Eine Reinigung des Schlitzes ist nicht möglich.

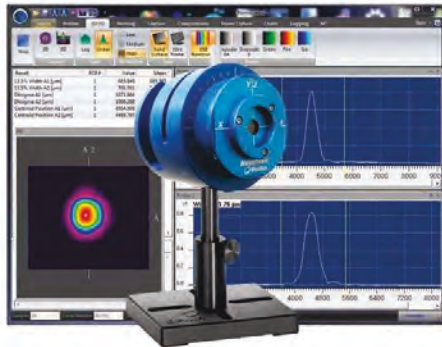


Bild 1: Schlitzgesteuertes System

Kamerabasierte Systeme liefern ebenfalls aussagekräftige Messwerte und lassen sich in einem erweiterten Leistungsbereich des Laser anwenden. Allerdings reagieren auch diese Systeme empfindlich auf Verschmutzungen durch Staubpartikel. Darüber hinaus sind Strahlteiler erforderlich, um die Leistungsdichte zu reduzieren. Der komplette Messaufbau besteht insgesamt aus der Kamera, einem Strahlteiler sowie einem Beamdump, der je nach Leistung eine Kühlung benötigt. Einfacher gestaltet sich die Messung des Laserstrahls auf der Bearbeitungsebene des SLM-Systems durch integrierte Messgeräte.



Bild 2: Beispiel eines kamerabasierten Systems

Das System (Bild 2) kombiniert eine hochauflösende CCD-Kamera für räumliche Messungen mit einem kalibrierten Sensor zur Leistungsmessung, was eine vollständige Analyse der Intensitätsverteilung ermöglicht, Bild 3.

Auf der linken Seite in Bild 3 ist die Intensitätsverteilung etwa 0,5mm oberhalb des Fokuspunktes, in der Mitte im Fokuspunkt und rechts etwa 0,5mm unterhalb der Fokusposition dargestellt. Durch die gleich-

zeitige Messung der Laserleistung ist eine Bestimmung der Intensität pro Fläche möglich. Eine Begrenzung hat das System in der Darstellung der dynamischen örtlichen Veränderung der Fokusslage, dem sogenannten Fokus-Shift.

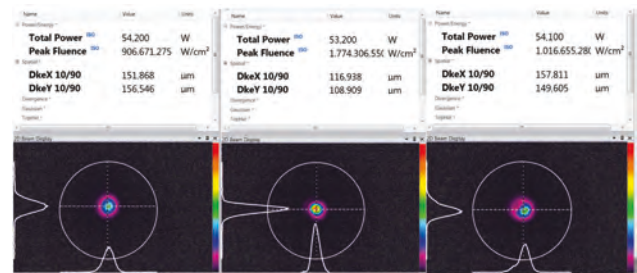


Bild 3: Messungen eines kamerabasierten Systems

### 4. Berührungslose Strahlprofilmessung

Eine neue Technologie ermöglicht die berührungslose Messung des Laserstrahls im Bereich der Additiven Fertigung. Die Messtechnik basiert auf der Messung der Rayleigh Streuung. Die Rayleigh-Streuung bezeichnet die elastische Streuung elektromagnetischer Wellen an Teilchen, deren Durchmesser im Vergleich zur Wellenlänge  $\lambda$  klein ist, wie z.B. Sauerstoff- oder Stickstoff-Moleküle in der Luft. Das elektrische Feld der Laserstrahlung induziert eine Oszillation des Dipolmoleküls bei der Laserfrequenz und führt so zu einer elastischen Streuung der gleichen Frequenz.

Die Stärke der Rayleigh-Streuung lässt sich von der Hertz'schen Dipoltheorie ableiten und in folgender Gleichung dargestellt [1]:

$$I = I_0 \frac{8\pi^4 N \alpha^2}{\lambda^4 R^2} (1 + \cos^2 \theta)$$

mit Anzahl der Streukörper (N), der Polarisierbarkeit ( $\alpha$ ), der Laserwellenlänge ( $\lambda$ ), dem Abstand des Streukörpers (R) und dem Streuwinkel ( $\theta$ ).

Da in dem Messgerät die Rayleigh-Streuung von der Seite angeschaut wird, beträgt der Streuwinkel  $\theta = 90^\circ$ . Die Polarisierbarkeit  $\alpha$  kann einen wichtigen Einfluss haben bei polarisiertem Laserlicht, spielt aber bei den typischerweise unpolarisierten Faser- und Diodenlasern keine Rolle. Für die Messung des Laserstrahls ist die starke Abhängigkeit der Wellenlänge ( $1/\lambda^4$ ) von großer Bedeutung. Die gestreute Intensität liegt in der Größenordnung von  $10^{-6}$  bei einem Laserstrahl mit der Wellenlänge von 1070nm. Standard CCD- oder CMOS-Kameras benötigen für eine Bildaufnahme bei Bildraten von 10Hz bzw. 100ms Belichtungszeit eine Rayleigh-Streuung, die bei einer Laserleistungsdichte von  $2 \times 10^6$  W/cm<sup>2</sup> erzeugt wurde. Diese Leistungsdichte kann bei fokussierten kW Laserstrahlen problemlos erreicht werden, z.B. bei 1kW Laserleistung und 50µm Strahldurchmesser.

Das gestreute Laserlicht wird von der Seite mit einem telezentrischen Linsenaufbau auf eine CCD- oder CMOS-Kamera abgebildet.

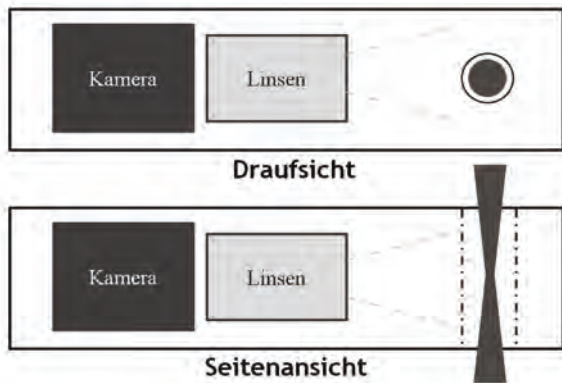


Bild 4: Aufbau zur Messung der Rayleigh Streuung

Jeder einzelne Pixel in einer Zeile der CCD-Kamera detektiert das gestreute Licht als einen Intensitätsmesspunkt im Strahlprofil. Aus diesen Messungen lassen sich mittels einer integrierten Software mit hoher Genauigkeit Strahl- und Strahlqualitätsparameter nach ISO-13694 und ISO-11146-Standards inklusive Fokusbereich, Fokusposition, Divergenz, Elliptizität,  $M^2(1/k)$  sowie Strahlparameterprodukt (BPP) berechnen. Allerdings ist es aufgrund der sehr schwachen Streustrahlung notwendig, jegliche sekundäre Lichtquelle, die das Rayleigh-Licht verfälschen und Artefakte hinzufügen könnte, zu kontrollieren und zu minimieren. Dieses wird durch optimale Platzierung der einzelnen Komponenten und durch lichtabsorbierendes Material in der Messkammer erreicht. Über eine laminare Strömung von Spülluft wird sichergestellt, dass sich keine Partikel wie z.B. Staub im Messbereich befinden, die die Messung beeinflussen könnten. Jede einzelne Zeile der CCD-Kamera liefert ein Intensitätsprofil. Bei typischen CCD- oder CMOS-Kameras mit einer Pixelanzahl von 1090 x 2048 werden so 2048 Einzelprofile gleichzeitig gemessen.



Bild 5: Berührungsloses Strahlanalysegerät

Kombiniert man dieses Messprinzip mit einem Leistungssensor erhält man alle relevanten Strahlparameter durch die Messung mit einem einzigen System.

## 5. Messungen an SLM-Anlagen

Die Messungen der Laserparameter an einer SLM-Anlage wurden mit dem berührungslosen Strahlprofilometer bei einer Leistung von 400W eines Faserlasers bei 1070nm durchgeführt.

Ziel war die Bestimmung des Fokusbereichs, der Laserleistung und den Fokus-Shift.

In Bild 6 ist die Intensitätsverteilung gemessen durch die Rayleigh Streuung dargestellt. Der Fokusbereich beträgt in  $x=76,3\mu\text{m}$  und in  $y = 86,70\mu\text{m}$ .

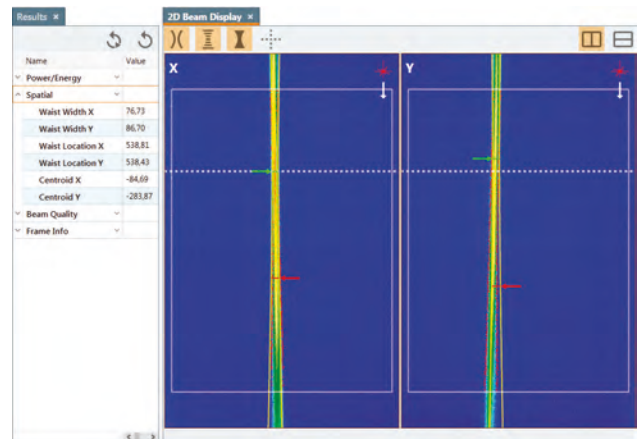


Bild 6: Ergebnisse Fokusbereich

Die Messung des Fokus-Shift über einen Zeitraum von etwa 30s ist in Bild 7 dargestellt. Dieser beträgt bei diesem Aufbau und 400W etwa 3,2mm.

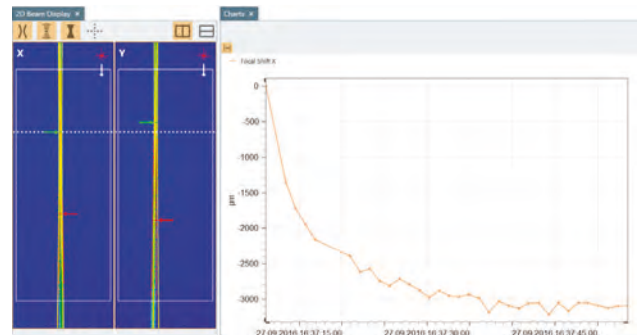


Bild 7: Ergebnisse Fokus-Shift Messung

Auf Grund der gemessenen Daten können nun die Prozessparameter in die Fertigung einfließen und bei regelmäßiger Wiederholung die Reproduzierbarkeit und Qualität erhöht werden.

## 5. Zusammenfassung

Die Additive Fertigung stellt höchste Anforderungen an die Lasermesstechnik zur Steigerung der Qualität und Reproduzierbarkeit der zu fertigen Bauteile. Die Vorteile der berührungslosen Messung des Laserstrahls greifen vor allem bei hohen Leistungsdichten von mehr als  $2 \text{ MW/cm}^2$  wie sie gerade im Selective Laser Melting benötigt werden. Dabei können Messgeräte Leistungen von bis 1 kW für bis zu zwei Minuten ohne aktive Kühlung aufnehmen. Die Technologie erfüllt die Anforderungen der Hersteller in Hin-

blick auf die Messgeschwindigkeit: In Bruchteilen einer Sekunde entstehen exakte Bilder der Strahlkaustik. Die Vergleichbarkeit der Messergebnisse, die für die Hersteller eine so entscheidende Rolle spielt, wird damit jederzeit gewährleistet.

### **Danksagung**

Wir bedanken uns für die Unterstützung beim Laser Zentrum Nord (LZN) für die Bereitstellung der SLM-Anlagen und der technischen Diskussionen

### **Literaturverzeichnis**

- [1] <http://hyperphysics.phy-str.gsu.edu/hbase/atmos/blusky.html>



# PROZESSOPTIMIERUNG FÜR DIE GENERATIVE FERTIGUNG VON MIKRO-WÄRMEÜBERTRAGERN

Martin Erler, Stefan Gronau, Julian Drechsel, Robby Ebert, Horst Exner  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Für Wärmeübertrager werden nach aktuellem Stand der Technik Plattenwärmeübertrager und Rohrbündelapparate eingesetzt, welche Kompaktheiten von  $500 \text{ m}^2$  Wärmeübertragerfläche pro  $1 \text{ m}^3$  Volumen erreichen. Durch das am Laserinstitut Hochschule Mittweida bereits seit 2001 angewendete generative Fertigen von Metallbauteilen mit Strukturlösungen bis zu  $35 \text{ }\mu\text{m}$  soll die Masse von Wärmeübertragern erheblich reduziert und eine Kompaktheit von bis zu  $10.000 \text{ m}^2/\text{m}^3$  erreicht werden. Bereits in einem Vorlaufprojekt mit dem ILK Dresden konnte die generelle geometrische Erzeugbarkeit der erforderlichen Mikrostrukturen nachgewiesen werden. Der erste Demonstrator wies jedoch Defizite in der absoluten Dichtheit auf und die Fertigungszeit war noch relativ hoch. In vorliegender Veröffentlichung sollen dahingehende Problemlösungen und Prozessoptimierungen vorgestellt werden. Der geplante Demonstrator des Mikro-Wärmeübertragers soll bei erfolgreicher Umsetzung eine Leistung von etwa  $5 - 10 \text{ kW}$  bei einem wirksamen Volumen von  $1 \text{ cm}^3$  übertragen, was eine enorme Steigerung der Leistungsdichte gegenüber dem Stand der Technik darstellt.

## 1. Einleitung

Die hohe wirtschaftliche Bedeutung von Wärmeübertragern zeigte sich allein in den generierten Umsätzen im europäischen Raum von  $3,02 \text{ Mrd. €}$  im Jahr 2003 [1]. So finden sich zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten bei Chemieanlagen, Wärmepumpen, in der Kälte-, Haus- und Solartechnik etc. für die Wärmerückgewinnung, in Heizungs- und Klimaanlage, für Ladeluftkühler und bei Dampfturbinen usw., also bei nahezu allen Anwendungen, in denen Wärme übertragen werden soll bzw. bei denen Wärme abgeführt werden muss.

Der Trend bei Wärmeübertragern geht in der Industrie dahin, immer höhere Leistungsdichten zu erzielen. Das heißt, es ist eine möglichst hohe Wärmeübertragungsleistung bei immer kompakterer Bauweise zu realisieren, vor allem für Anwendungen, bei denen ein begrenzter Bauraum zur Verfügung steht und eine geringe Masse vorteilhaft ist.

Wie bei vielen anderen möglichen Anwendungsgebieten bieten die additiv-generativen Verfahren auch hier bedeutendes Potential zur ressourcenschonenderen und wirtschaftlicheren Herstellung effektiverer, leichter und platzsparender Bauteile.

Mikro-Wärmeübertrager sind überwiegend aus der Forschung bekannt. So haben sich schon diverse Forschungsinstitute und Firmen damit beschäftigt, diese mit Hilfe verschiedener Methoden wie dem SLM, dem LIGA-Verfahren, dem 3D-Siebdruck oder dem Aufpressen von Drähten auf Folien herzustellen [2] [3] [4] [5]. Die Heat Cubed GmbH bietet Wärmeübertrager aus Titan mit einer Kompaktheit von mehr als  $1.800 \text{ m}^2/\text{m}^3$  an, vermutlich mittels SLM (keine Angaben bekannt) hergestellt [6].

Bei der generativen Fertigung mit konventionellen SLM-Anlagen sind die minimalen Wandstärken auf ca.  $200 - 300 \text{ }\mu\text{m}$  begrenzt. Für die Erzeugung von Wandstärken kleiner  $100 \text{ }\mu\text{m}$  sind derzeit bekannte Verfahren nur das als Mikrolasersintern bezeichnete Verfahren der Firma 3D MicroPrint GmbH sowie das Lasermikrosintern mittels kurzgepulster Laser vom Laserinstitut Hochschule Mittweida geeignet. Bei solch kleinen Wandstärken ergibt sich der Vorteil,

dass der Einfluss der Wärmeleitfähigkeit des verwendeten Materials auf den Wärmestrom vernachlässigbar klein wird. Vergleichbare Strukturgrößen konnten bisher nur mit einem Verfahren erreicht werden, bei dem Mikrokanäle in Metallfolien (z. B. Edelstahl und Kupfer) mittels Mikrofräsen erzeugt wurden. Anschließend wurden die Folien gestapelt und zum Beispiel durch Diffusionsschweißen miteinander verbunden. Dabei konnten Wandstärken bis  $30 \text{ }\mu\text{m}$  und Kanäle mit Abmessungen von  $70 \text{ }\mu\text{m} \times 100 \text{ }\mu\text{m}$  erzeugt werden [7]. Die so erzeugten Mikro-Wärmeübertrager wiesen relativ gute wärmetechnische Eigenschaften auf, waren aber relativ kostenintensiv und hatten einen relativ hohen Druckverlust. Diese Nachteile sollten in Zukunft durch Fertigung mittels Lasermikrosintern behoben werden.

Erste Untersuchungen zur Anwendung des Lasermikrosinternverfahrens erfolgten bereits in einem Vorlaufprojekt mit dem Institut für Luft- und Kältetechnik - Gemeinnützige Gesellschaft mbH (ILK Dresden). Dabei konnte die generelle geometrische Erzeugbarkeit der erforderlichen Mikrostrukturen nachgewiesen werden, wobei jedoch die generierten Wände durch eine hohe Porosität undicht waren, die Bauzeit noch recht hoch war, die Pulverreste in den Mikrokanälen nicht vollständig entfernt werden konnten sowie Fehlstellen beim Anschweißen der Anschlussverbindungen auftraten. Durch die hier vorgestellten Forschungsarbeiten sollen diese Probleme behoben werden. Das Ziel ist es, perspektivisch funktionsfähige Demonstratoren mit Kompaktheiten bis  $10.000 \text{ m}^2/\text{m}^3$  zu erzeugen. Damit soll beispielsweise bei einem wirksamen Volumen von  $1 \text{ cm}^3$  eine Wärmeleistung bis  $10 \text{ kW}$  übertragen werden. Die erzeugten Strukturen sollen laut Vorgabe vom ILK Dresden eine Druckfestigkeit bis  $160 \text{ bar}$  aufweisen.

## 2. Experimentelle Details

Für die Untersuchungen stand eine Lasermikrosinter-Anlage mit einem Faserlaser mit einer maximalen Pulswiederholfrequenz von  $1 \text{ MHz}$ , einer Beugungsmaßzahl von  $\leq 1,3$  und einer mittleren Leistung von  $50 \text{ W}$  zur Verfügung. Der Fokusbereich

ser bei der verwendeten Brennweite von 100 mm betrug 22  $\mu\text{m}$ . Zur Strahlableitung wurde ein Galvanometerscanner mit maximaler Scangeschwindigkeit von 8 m/s verwendet.

Die Anlage besitzt eine neu entwickelte Rakeleinheit zum Auftrag dünner Pulverschichten (vgl. Bild 1). Die Bauplattform hat einen Durchmesser von 25 mm und erlaubt Bauhöhen von maximal 50 mm. Die Bearbeitung fand an Luft statt. Für die Untersuchungen wurde ein sphärisches Edelstahlpulver 316L mit  $d_{90} < 10 \mu\text{m}$  verwendet.

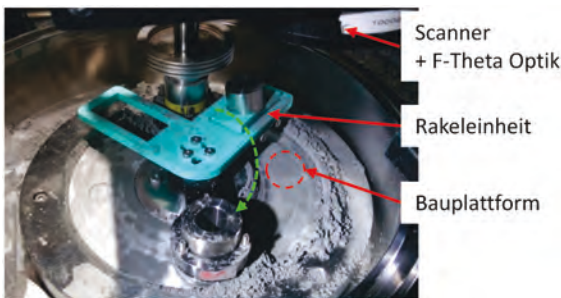


Bild 1: Foto der Bearbeitungskammer der Lasermikrosinter-Anlage mit neuer Rakeleinheit

### 3. Neue Konzepte

Für die erfolgreiche Behebung der bereits erwähnten Probleme aus dem Vorlaufprojekt wurde neben der Optimierung der Bearbeitungsparameter (vgl. Kapitel 4) auch das Strukturkonzept des Demonstrators in Richtung höherer Kompaktheit bei gleichzeitig geringerem Strömungswiderstand überarbeitet. Zudem sollte mit dem neuen Strukturkonzept eine neue und schnellere Bestrahlungsstrategie angewandt werden. Hierzu wurde eine institutseigene Slicer-Software dahingehend überarbeitet, die Vektoranzahl und damit auch die Bestrahlungszeit jeder Bauteilschicht deutlich zu reduzieren. Die Strategie sah vor, kurze Scanvektoren zu vermeiden, da diese durch Beschleunigungsstrecken und Scanner-Delays besonders viel Zeit beanspruchen. Stattdessen erfolgte eine zweifache Bestrahlung von langen Vektoren aus einem Winkel von 0° und 90°. Wie am Beispiel in Bild 2 dargestellt ist, konnte die Vektoranzahl von 8.804 auf 248 und folglich die Bestrahlungszeit bei einer Scangeschwindigkeit von 2 m/s von 10 s auf unter 1 s reduziert werden.

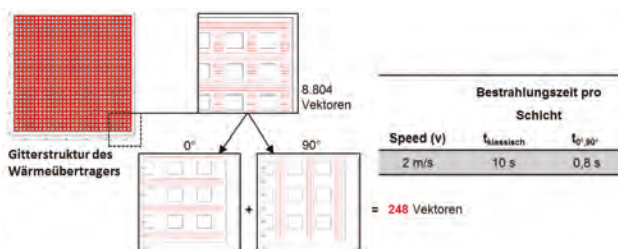


Bild 2: Skizze der neuen effektiveren Bestrahlungsstrategie durch Vermeidung kurzer Scan-Vektoren

Ein weiterer Vorteil ergab sich beim Laden der einzelnen Schichtdateien in das Steuerprogramm, da

dies bei großer Vektoranzahl einige Sekunden pro Bauteilschicht zusätzlich beansprucht. Bei der Gesamtzeit pro Bauteilschicht musste die Rakezeit (Dauer des Pulveraufzugs) von ca. 4 s mit berücksichtigt werden, wodurch letztendlich eine Reduzierung der Bauzeit um den Faktor 3 erreicht werden konnte.

Um die neue Bestrahlungsstrategie anwenden zu können, wurde ein Strukturkonzept entwickelt, das im Querschnitt (quer zur Aufbaurichtung) eine einfache Gitterstruktur aufweist, vgl. Bild 3. Unterteilt ist es in den Anschluss-, Übergangs- und Wärmeübertragungsbereich. Je nach Betrachtungsrichtung erfolgt vor oder nach dem Wärmeübertragungsbereich eine Trennung bzw. Zusammenführung der Medienkanäle. Im Anschlussbereich sollen durch Anpassung der Breite der Medienkanäle Leerkanäle (in Bild 3 weiß dargestellt) entstehen bzw. verschlossen werden und so den Strömungswiderstand reduzieren. Durch die Leerkanäle wird zudem die Zusammenführung bzw. Trennung im Übergangsbereich vereinfacht. Im Wärmeübertragungsbereich wird durch eine weitere Verschiebung hin zu einer schachbrettartigen Kanalverteilung nahezu eine Verdopplung der wärmeübertragenden Flächen bzw. der Kompaktheit erreicht. Durch die Verschiebung werden die Stützwände innerhalb einer Kanalreihe (Bild 3 rechts, grau markiert) zusätzlich als wärmeübertragende Flächen (Bild 3 rechts, grün markiert) mitgenutzt.

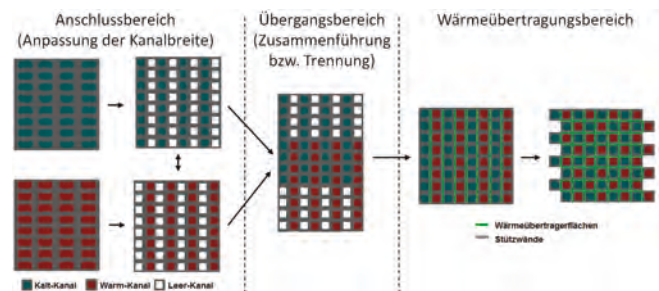


Bild 3: schematische Darstellung des neuen Strukturkonzeptes mit Anpassung der Kanalbreite zur Reduzierung des Strömungswiderstandes und der schachbrettartigen Verteilung der Kanäle zur Erhöhung der Kompaktheit

Unter Anwendung des neuen Strukturkonzeptes wurden zwei Demonstratorvarianten konstruiert (Bild 4). Beide Varianten sollen dabei stehend gebaut werden. Zum einen kann dabei auf Stützstrukturen verzichtet werden und zum anderen ergibt sich durch die Gitterform eine hohe Stabilität der Mikrostrukturen während des Aufbaus. Der Anschlussbereich ist bei beiden Varianten gleich gestaltet und soll, wie bereits erwähnt, den Strömungswiderstand durch Anpassung der Kanalbreite bzw. Schließen von Leerkanälen verringern. Der Unterschied der beiden Varianten liegt in der Kanalgeometrie. Bei der Variante 1 ist die Querschnittsfläche der Kanäle konstant und führt damit zu einer konstanten Strömungsgeschwindigkeit, was den Abgleich zu späteren Simulationen vereinfacht. Bei der Variante 2 nimmt die Querschnittsfläche hinsichtlich ihrer Breite (Abstände zwischen den Stützwänden) zur Mitte hin

zu und die Strömungsgeschwindigkeit ab. Bei gleicher Bauhöhe würde sich bei der Variante 2 ein größeres Wärmeübertragervolumen bei nur geringfügig höherer Bauzeit ergeben. Der Anschluss von runden Rohrleitungen erfolgt durch einen Adapter (rund auf quadratisch, Bild 4c). Da die Anforderung an die Auflösung hierfür geringer ist, soll die Herstellung mit einer im Institut vorhandenen industriellen SLM-Anlage erfolgen. Die Adapter könnten somit deutlich schneller und kostengünstiger gefertigt werden.

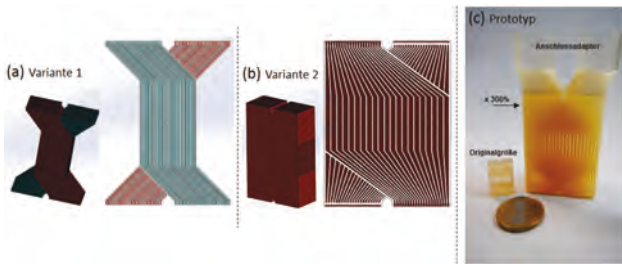


Bild 4 (a) und (b): Konstruktionsskizzen zur Darstellung der zwei Demonstratorvarianten mit Schnittansicht der Kanalstruktur und (c): Bilder von 2 mittels 3D Druck erzeugten Mustern von Variante 2 mit Anschlussadaptern

#### 4. Ergebnisse Parameteruntersuchungen

Entsprechend der neuen Bestrahlungsstrategie wurden für die Untersuchungen Wandstrukturen aufgebaut, bei denen keine Drehung der Bestrahlungsrichtung erfolgte. Bei den nachfolgend dargestellten Ergebnissen wurden lediglich 4 Scanlinien nebeneinander gelegt und von Schicht zu Schicht nicht verändert.

Für die Untersuchungen wurden die verschiedenen Prozessparameter wie Pulsfrequenz, Laserleistung und Schichtdicke variiert und der Einfluss auf die Porosität der erzeugten Wände untersucht. Bei den Untersuchungen wurde mit einer Pulsdauer von 220 ns gearbeitet. Die Scangeschwindigkeit betrug 2 m/s. Höhere Scangeschwindigkeiten wurden vorerst nicht untersucht, da sich durch den Einfluss von Beschleunigungsstrecken und Scanner-Delays kein signifikanter Unterschied in der Bestrahlungszeit ergab.

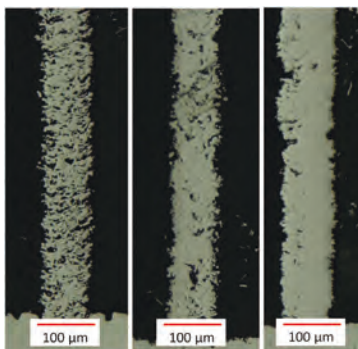


Bild 5: Querschliffbilder zur Darstellung der Porosität in Abhängigkeit der Pulsfrequenz (von links nach rechts:  $f = 100 \text{ kHz}$ ,  $200 \text{ kHz}$  und  $500 \text{ kHz}$ ) bei  $v = 2 \text{ m/s}$ ,  $Q = 80 \mu\text{J}$ , Linienabstand  $10 \mu\text{m}$ , Schichtdicke  $3 \mu\text{m}$

Bei der Variation der Pulsfrequenz zeigte sich, dass ein höherer Wert (und damit ein größerer Pulsüberlapp) bei gleicher Pulsenergie eine niedrigere Porosität mit sich brachte (Bild 5). Vermutlich wurden durch den hohen Pulsüberlapp noch poröse Stellen erneut aufgeschmolzen, wodurch die Luft aus den Poren entgasen konnte.

Die Laserleistung als zweiter Parameter hatte mehrere Einflussfaktoren. Wurde eine zu geringe Laserleistung gewählt (Bild 6,  $P = 5 \text{ W}$ ) traten Anbindungsfehler zwischen den einzelnen Schichten auf. Außerdem bildeten sich feinere Schmelzspuren bzw. Wandstrukturen heraus, wodurch sich bei einem vorgegeben Linienabstand ( $15 \mu\text{m}$  in Bild 6) keine hinreichende Verbindung untereinander mehr ergab. Bei Verwendung eines geringeren Linienabstands würden sich jedoch mehr Scanvektoren und damit eine hohe Bestrahlungszeit ergeben, weshalb die  $15 \mu\text{m}$  als Optimum favorisiert wurden. Bei zu hoher Laserleistung kam es in Folge der hohen Intensität überwiegend zu Verdampfung und zu vermehrter Porenbildung (Bild 6,  $P = 20 \text{ W}$ ). Der geeignete Leistungsbereich lag zwischen  $10 \text{ W}$  und  $15 \text{ W}$ .

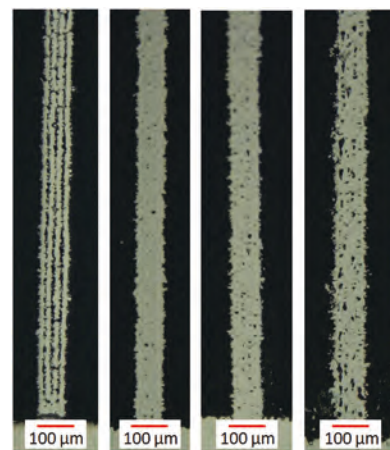


Bild 6: Querschliffbilder zur Darstellung der Leistungsabhängigkeit (von links nach rechts:  $P = 5 \text{ W}$ ,  $10 \text{ W}$ ,  $15 \text{ W}$  und  $20 \text{ W}$ ) bei  $v = 2 \text{ m/s}$ ,  $f = 500 \text{ kHz}$ , Linienabstand  $15 \mu\text{m}$ , Schichtdicke  $3 \mu\text{m}$

Die Schichtdicke als dritter Parameter ist ein wesentlicher Einflussfaktor bei der Bauzeit. Zum Beispiel ergibt sich bei einer Erhöhung der Schichtdicke von  $3 \mu\text{m}$  auf  $5 \mu\text{m}$  eine Ersparnis an Bauzeit von  $40 \%$ . Bei den Untersuchungen ging eine Erhöhung der Schichthöhe jedoch immer mit einer Erhöhung der Porosität einher. Auch eine Erhöhung der Laserleistung konnte aufgrund der sich daraus ergebenden höheren Intensitätsspitze und der damit einhergehenden Verdampfung für keine Minderung der Porosität bei höheren Schichtdicken sorgen (Bild 7). Für die Teststrukturen (Kapitel 5) wurde vorerst die Schichtdicke von  $3 \mu\text{m}$  mit der geringsten Porenanzahl gewählt.

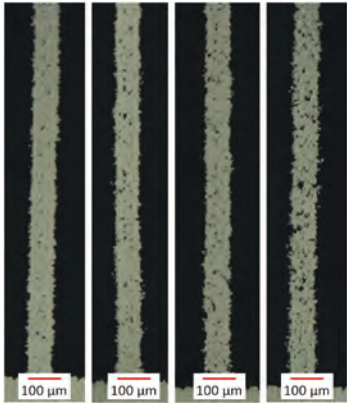


Bild 7: Querschliffbilder zur Darstellung der Porosität in Abhängigkeit der Schichthöhe  $d$  (von links nach rechts  $d = 3 \mu\text{m}$ ,  $5 \mu\text{m}$ ,  $7,5 \mu\text{m}$  und  $10 \mu\text{m}$ ) bei  $P = 35 \text{ W}$ ,  $v = 2 \text{ m/s}$ ,  $f = 500 \text{ kHz}$ , Linienabstand  $15 \mu\text{m}$

Für die konstruktiven Anforderungen an den Mikro-Wärmeübertrager war zudem die Bestimmung eines geeigneten Überhangwinkels erforderlich (vgl. Bild 8). Bis zu einem Winkel von  $50^\circ$  konnten problemlos Wände erzeugt werden, die beim Querschliff einen fehlerfreien Eindruck hinterließen. Auch die erzeugten Wände bei  $60^\circ$  machten noch einen sehr guten Eindruck, waren jedoch schon rauer. Auch Wände mit einem Überhangwinkel von  $70^\circ$  konnten noch aufgebaut werden, welche jedoch schon deutlich mehr Unregelmäßigkeiten aufwiesen (Bild 8 rechts). Für nicht zwingend dichte Wände z. B. für Stützstrukturen wären diese aber dennoch ausreichend.

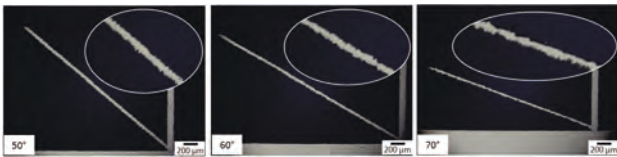


Bild 8: Querschliffbilder mit Detailaufnahmen zur Darstellung des Aufbaus von Mikrowänden mit verschiedenem Überhangwinkel, Wandstärke ca.  $50 \mu\text{m}$  bei  $P = 35 \text{ W}$ ,  $v = 2 \text{ m/s}$ ,  $f = 500 \text{ kHz}$ , Linienabstand  $15 \mu\text{m}$ , Schichtdicke  $3 \mu\text{m}$

## 5. Auswertung von Teststrukturen

Aus dem Vorlaufprojekt ergaben sich, wie bereits erwähnt, grundsätzlich drei Problemstellungen, die für eine erfolgreiche Umsetzung eines Demonstrators gelöst werden mussten. Dazu gehörten die Pulverentfernung aus den Mikrokanälen sowie die Überprüfung der Gasdichtheit der Mikrowände und der Druckfestigkeit der Verbindungsstelle an den Anschlussleitungen.

Für die Pulverentfernung kam ein Ultraschallgerät mit einer Leistung von  $200 \text{ W}$  mit verschiedenen Sonotroden-Durchmessern zum Einsatz. Es wurden Testgitter mit unterschiedlichen Höhen ( $5$ ,  $10$ ,  $15$  und  $20 \text{ mm}$ ) und einem Außendurchmesser von ca.  $6 \text{ mm}$  aufgebaut, wobei Kanalgrößen und Wandstärken variiert wurden (Bild 9). Die kleinsten erzeugten Kanäle hatten eine Größe von ca.  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ . Nach dem Trennen der Testgitter von

der Bauplatzform wurden die Proben solange mit dem Ultraschallgerät gereinigt, bis alle Mikrokanäle vom Pulver befreit waren. Die Prüfung erfolgte mittels Gegenlicht. Bei den Untersuchungen gelang es, die Testgitter mit dem größten Aspektverhältnis (Höhe  $20 \text{ mm}$  und Kanalquerschnitt  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ ) von Pulverresten zu befreien, jedoch lag die Dauer dafür bei knapp  $4 \text{ Stunden}$ . Je geringer das Aspektverhältnis war, desto weniger Zeit wurde benötigt, um das Testgitter zu reinigen. Die Zeit soll zukünftig noch verkürzt werden, indem z. B. der Behälter mit der Probe unter Druck gesetzt wird. Dadurch kann die Leistung des Ultraschallgeräts besser umgesetzt werden. Außerdem benötigt es einen kontinuierlichen Austausch des verunreinigten Wassers, der derzeit noch händisch erfolgt.

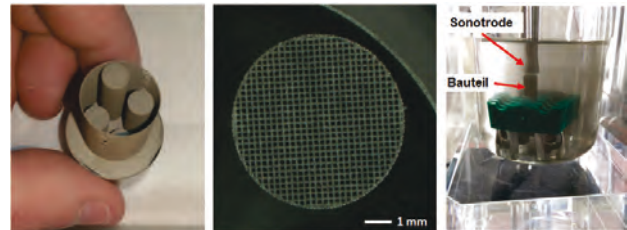


Bild 9: Fotos von Teststrukturen (links und mittig) sowie vom Aufbau zur Pulverentfernung mittels Ultraschall und einer Sonotrode mit  $7 \text{ mm}$  Durchmesser (rechts)

Zur Überprüfung der Gasdichtheit und Druckfestigkeit wurden handelsübliche Edelstahlrohre an generativ gefertigte Mikrokanalreihen mit unterschiedlichen Wandstärken von  $45 - 85 \mu\text{m}$  aufgebracht und mit Druckluft bis  $160 \text{ bar}$  beaufschlagt (vgl. Bild 10). Das Rohr und die Mikrokanalreihen wurden dazu durch Hartlöten gefügt. Anhand von Lecksuchspray und Wasserbad wurde anschließend die Gasdichtheit und Druckfestigkeit überprüft. Dabei zeigte sich, dass sowohl die Hartlotverbindung als auch die  $85 \mu\text{m}$  dünne Mikrowand bis  $160 \text{ bar}$  dicht waren. Bei der geringsten Wandstärke von  $45 \mu\text{m}$  war eine Gasdichtheit nur bis  $50 \text{ bar}$  gegeben. Hier vermuten wir, dass sich durch die hohe Kraftwirkung Fehlstellen in den Mikrowänden bildeten und es so zum Gasaustritt kam. Im zukünftigen Demonstrator verteilt sich jedoch der Druck auf viele Kanäle und folglich auf eine viel größere Fläche, wodurch die Druckfestigkeit hinreichend wäre.

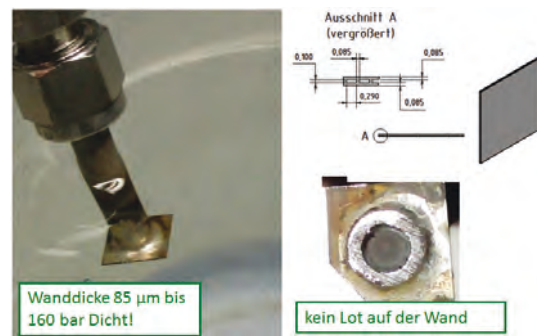


Bild 10: Fotos und Skizze zu Drucktest der aufgebauten Testwände beim ILK Dresden

## 6. Ausblick

Die nächsten Schritte beinhalten zunächst den Aufbau von Anschlussadaptern mittels SLM und der Untersuchung verschiedener Fügeverfahren (Hartlöten, Schweißen) zur Anbindung an einen ersten Demonstrator. Der erste Demonstrator soll vorerst mit einer Wand- und Kanalbreite von 100 µm gebaut werden und nach ausführlichen Untersuchungen Schritt für Schritt hinsichtlich höherer Kompaktheit optimiert werden.

Des Weiteren soll die aktuell noch sehr zeitintensive Entfernung von Pulverresten aus den Mikrokanälen weiter verbessert werden. Auch muss die Pulverentfernung am Demonstrator geprüft werden, der im Gegensatz zu den Testgittern schräg verlaufende Kanäle besitzt. In diesem Fall ist eine einfache Prüfung mittels Gegenlicht nicht möglich. In Frage kommt Mikro-CT als alternatives Untersuchungsverfahren.

Neben dem Lasermikrosintern mit kurzgepulster Laserstrahlung wird derzeit am Institut das Mikro-SLM-Verfahren entwickelt. Hierbei wird wie beim konventionellen SLM üblich mit kontinuierlicher Laserstrahlung gearbeitet. Die selbst entwickelte Mikro-SLM Anlage verfügt über einen cw-Faserlaser mit einer Leistung von 400 W, einer schnellen Strahlschaltung (AOM, Schaltfrequenz bis 10 MHz) und einem schnellen Hochapertur-Scanner (Geschwindigkeit bis 20 m/s), optional auch über einen selbst entwickelten Polygonscanner (Geschwindigkeit bis 1.000 m/s). Sie ist somit für Hochrate-Prozesse geeignet. Zudem kommt ein neuer und schnellerer Beschichter zum Einsatz. Das Verfahren soll zukünftig die Bauzeiten für Mikro-Metallbauteile noch einmal deutlich reduzieren. Zur Anwendung auf den Mikro-Wärmeübertrager laufen im aktuellen Projekt bereits erste Versuche.

## Danksagung

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung unter dem Förderkennzeichen 03ZZ0208G gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei den Autoren.

Weiterhin danken wir Herrn Dr. Hempel und Herrn Stangl von unserem Partner Institut für Luft- und Kältetechnik - Gemeinnützige Gesellschaft mbH für die anspruchsvolle Aufgabenstellung und die Durchführung der Drucktests.

## Literaturverzeichnis

- [1] <http://www.chemie.de/news/29644/marktanalyse-waermetauscher-wieder-staerker-gefragt.html> (2003), zuletzt geprüft am 25.09.2017
- [2] K. Schubert, J. Brandner, M. Fichtner, G. Linder, U. Schygulla, A. Wenka: Microstructure devices for applications in thermal and chemical process engineering, *Microscale Thermophysical Engineering*, Volume 5, Issue 1 (2001), 17–39
- [2] S. Tsopanos, C. J. Sutcliffe, and I. Owen, "The Manufacture of Micro Cross-Flow Heat Exchangers by Selective Laser Melting" in "Enhanced, Compact and Ultra-Compact Heat Exchangers: Science, Engineering and Technology", Ramesh K. Shah, Subros Ltd, Noida, UP, India; Masaru Ishizuka, Toyama Prefectural University, Toyama, Japan; Thomas M. Rudy, ExxonMobil Research & Engineering Co., Fairfax, VA, USA; Vishwas V. Wadekar, HTFS, Hyprotech UK Ltd, Harwell, Oxfordshire, UK Eds, *ECI Symposium Series*, (2005). <http://dc.engconfintl.org/heatexchangerfall2005/45>
- [3] C. Harris, M. Despa, K. Kelly: Design and Fabrication of a Cross Flow Micro Heat Exchanger, *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. 9, No. 4 (2000), 502 - 508
- [4] Fachinformation des Fraunhofer IFAM: [https://www.ifam.fraunhofer.de/content/dam/ifam/de/documents/dd/Infobl%C3%A4tter/strukturstrukturw- te\\_mikrowaermeuebertraeger\\_fraunhofer\\_ifam\\_dresden.pdf](https://www.ifam.fraunhofer.de/content/dam/ifam/de/documents/dd/Infobl%C3%A4tter/strukturstrukturw- te_mikrowaermeuebertraeger_fraunhofer_ifam_dresden.pdf) (20.09.2017)
- [5] Patent US 2012/0261104 A1, Oktober 2012
- [6] [www.heatcubed.com](http://www.heatcubed.com), zuletzt geprüft am 25.09.2017

# UV MICROPROCESSING AT MACROSCOPIC RATE

Ralph Delmdahl<sup>1</sup>, Heiner Eckermann<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Coherent LaserSystems GmbH & Co. KG, Hans-Böckler-Str. 12, D-37079 Göttingen

<sup>2</sup>Coherent Shared Services BV, Dieselstraße 5B, D-64807 Dieburg

Surface processing with advanced laser technologies is the enabling and often performance determining manufacturing step in many high tech markets and applications. The success formula for any technology is bridging the gap between depositing, structuring or modifying a surface and achieving industrial processing rates, yield and throughput. Most important for process reproducibility, next to shortest possible ablation wavelength, is a stable behavior of consecutive laser pulses as well as the homogeneity of the on-sample laser fluency. These requirements constitute the superiority of excimer lasers as pulsed UV laser sources when it comes to precision and reproducibility in surface treatment and micromachining. Recent progress in excimer laser design and UV optical performance will be introduced enabling fast, high-precision UV manufacturing in cost-sensitive applications.

## 1. Introduction

UV laser surface processing has established as a key technology in achieving breakthrough developments in microelectronics devices [1,2]. As the structural dimensions of microelectronics components continuously shrink, there is a trend towards employing short wavelength UV-lasers delivering highest machining resolution both along lateral and vertical direction [3]. The combination of modern excimer lasers, being the most capable in the UV-laser landscape, with large-field projection optics bridges the long-standing gap between “fast processing” and “precise processing” due to an unprecedented effective illumination footprint, some 10,000 times larger than the achievable resolution. Exceptionally stable large-area laser systems, perfectly adapted to gently separating wafers and panels of all sizes and ready to foster the flexible future of displays and other electronic devices. By leveraging the unparalleled pulsed UV-power of excimer lasers, gossamer-thin functional foils attached to rigid wafer- or panel-type carriers can be detached with high yield and fast rate, increasing productivity and lowering the costs of manufacturing a new generation of thin and flexible components and devices.

## 2. Manufacturing flexible microelectronics

Flexible displays as used in smartwatches, wearables or curved smartphones have enormous commercial potential, but their manufacturing poses significant technical challenges. In particular, the thin plastics substrates used for flexible displays are too delicate to handle with conventional tooling and will typically lose their limited rigidity at the high temperatures experienced in several production steps.

A similar challenge one experiences when processing thin wafers, which undergo thinning to such extent where they become flexible, in order to support space saving vertically stacked logic and memory chip architectures packed inside our highly functional mobile devices. The common approach to volume production of flexible display panels or ultrathin semiconductor wafers: Fabricating the circuitry on a polymer-coated, rigid glass carrier and detaching the

finished devices in the final process step. Technically, the UV excimer laser line beam of is shown through the carrier glass substrate on the polymer layer. Due to the short wavelength, only the polymer in the direct vicinity of the glass substrate evaporates. The layer separation using the 308 nm excimer laser occurs within a single laser pulse of ca. 25 ns Full Width at Half Maximum (FWHM) pulse duration, using about 200 J/cm<sup>2</sup> energy density. The short wavelength moreover eliminates the need for absorption enhancement by means of additional sacrificial layers.

## 3. UV-laser performance and reliability is the key

A number of rigid carrier separation techniques turn out to be unsuitable for mass production purposes. For example, mechanical lift-off or chemical etch processing are rather time-consuming and unspecific methods and hence prone to production yield losses. The latter method, moreover, suffers from environmentally hazardous substances issues. Separation by laser lift-off is the better alternative under the premise that a sufficiently short wavelength (>350 nm) is applied, in order to restrict the absorption of the laser energy to the polymer glass interface region.

As excimer lasers uniquely provide the shortest wavelengths (typically, 308 nm but also 248 nm wavelengths are employed in laser-lift-off manufacturing) in combination with highest energy and power output, they ensure both high yield separation of the delicate microelectronics and unsurpassed throughput for the high volume microelectronics markets [4].

In fact, one cannot overestimate the importance of the high production yield supported by using short wavelengths excimer laser systems in combination with high-quality line beam optics, as a yield loss of only 1% during display laser-lift-off translates into many millions of dollars lost profit each year.

## 4. High throughput via large beam area

Display manufacturers employ rectangular glass carrier panels from one to about five square meters in

size. The essential lift-off process steps used for the fabrication of flexible displays are shown in Figure 1. In the first step, a temporary glass carrier substrate is spin-coated with a thin polymer film, which is cured thereafter. On top of the polymer layer the circuit backplane (i.e. the matrix of thin-film transistors) is built, followed by the display frontplane, which contains the functional light generating layers. Finally, the transition from rigid to flexible display is realized through laser-lift-off processing.

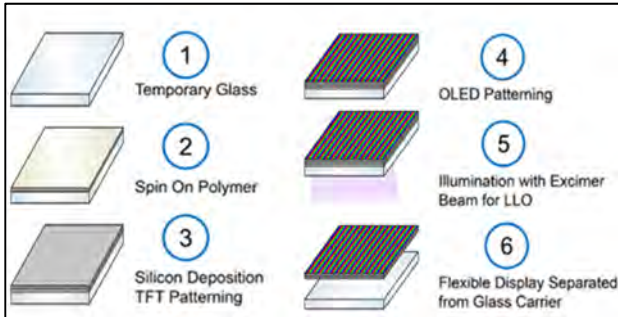


Fig. 1: Laser lift-off rigid carrier release of flexible display.

In order to achieve laser-lift-off separation of large panels on an industrial scale, line beam scanning based on excimer laser optical systems has become the industry proven processing strategy of choice. Starting with lift-off systems providing 250 mm long line beams, nowadays excimer laser systems with extended line lengths of up to 750 mm have already made it to the flexible display production floor (see Fig. 2).

At a linewidth of  $\sim 0.4$  mm, the respective processing footprint, i.e. the substrate area covered within each laser pulse ranges from  $1 \text{ cm}^2$  for a 250 mm line beam length to  $3 \text{ cm}^2$  in the case of a 750 mm line beam length.

As a single shot per area is sufficient and the overlap between the applied pulsed is of the order of a few percent of the line beam width the panel throughput directly scales with the laser repetition rate. Depending on the panel size and the applied line beam length, large-footprint excimer laser lift-off processing rates comparable to about 10,000 flexible smartphone displays per hour are achieved.

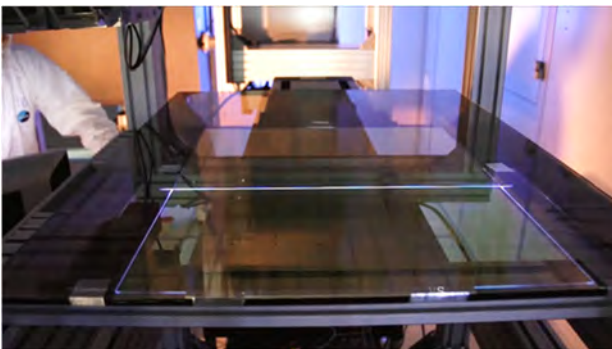


Fig. 2: Excimer laser line beam on a display carrier panel.

## 5. Optimum utilization with a flat-top beam

The high UV pulse energy of the excimer laser reaching up to 1 Joule in the energy stabilized operation mode, supports shaping large beams with a flat-top energy density distribution as demanded by the individual process window for reliable single pulse laser lift-off [5].

Using insufficient energy density results in incomplete lift-off release whereas too high of an energy density leads to high heat load and potential warpage or carbonization of the thin film. A typical problem with solid-state based UV laser systems where at least one beam axis has a Gaussian cross-section with only 25 % lift-off effectivity.

The entirely flat-top beam characteristics of excimer laser lift-off systems, also along the short axis of a line beam (see Fig 3), provide a 80 % effective beam area and support fast rate lift-off at uniform energy density applied across the entire carrier with smallest beam overlap and hence a minimum number of UV pulses per carrier.

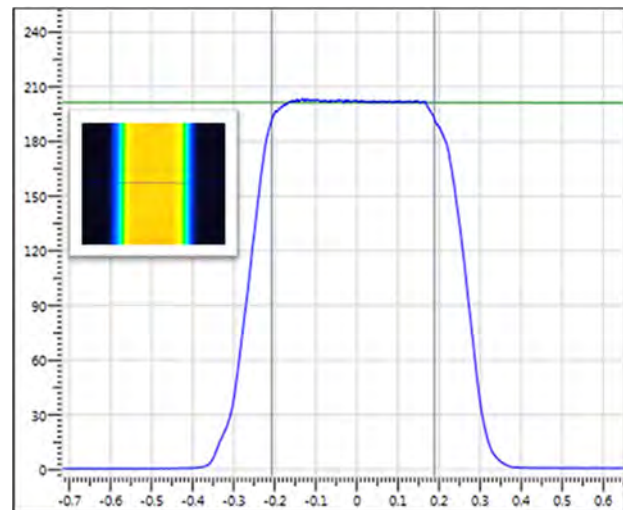


Fig. 3: Short axis cross section of a 750 mm line.

## 6. Saving precious UV laser pulses

Laser pulses and those in the UV spectral region in particular come at a cost. These costs are associated with the pulse-limited wear and tear of certain laser consumables such as optical components.

Excimer laser lift-off systems such as the UVblade family are designed for operation in the pulse saving pulse-on-demand mode [6].

In practice, during laser lift-off processing in a flexible display fab, the UV laser system only fires less than 40% of the machine's tact time. With the pulse-on-demand mode, selectable for the excimer laser the laser lift-off system only fires during panel exposure and not during the times required for stepping or panel loading and unloading and other idle times (see Fig. 4).

Pulse-On-Demand thus greatly reduces the number of laser pulses per panel and consequently the cost of operation per panel. The manufacturer can thus

directly relate the laser operation costs to the generated value.

By virtue of the minimized pulse accumulation of pulse-on-demand excimer laser systems are typically operated over periods in excess of five years under industrial production conditions without significant maintenance and with an overall equipment uptime of more than 95 %.

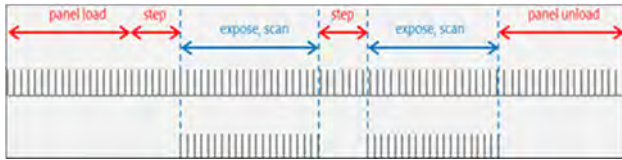


Fig. 4: Pulse-on-demand vs continuous pulse processing.

## 7. Focus depth defines process window

One of the most important factors in achieving high yield also for processing large display carrier panels is the depth-of-field of the laser lift-off system. Due to the high pulse energy available from state-of-the-art excimer lasers, a line beam imaging system is designed with low numerical aperture resulting in a very high depth-of-field of the order of  $\pm 150 \mu\text{m}$  (see Fig. 5).

Changing the substrate plane in vertical direction relative to the line beam focal plane results in a line width change of about 2 % when measured at 50 %, 90 % and 96 % line width levels. Substrate height variations during panel scanning are thus largely unnoticed.

On the contrary, frequency tripled solid state lasers need higher focusing as they deliver low pulse energy at UV wavelengths. As a consequence, solid state systems have depth-of-field of only some  $20 \mu\text{m}$  which severely reduces the process window margin in the case of larger carriers and suboptimal stage accuracy.

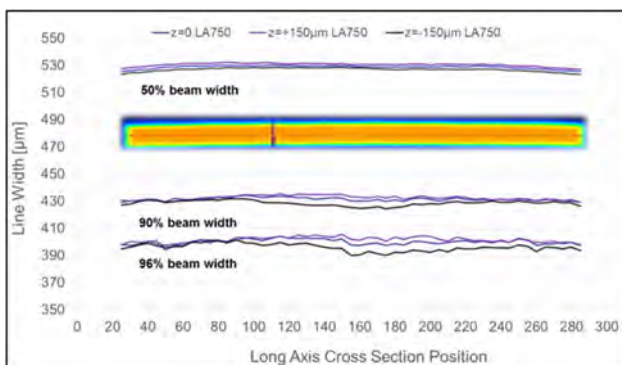


Fig. 4: In and out of focus short axis beam width analysis.

## 7. Conclusion

In conclusion, laser lift-off in conjunction with the enabling UV power of modern excimer lasers has become a key technology for high yield thin layer release in the manufacturing the next generation of lightweight and flexible microelectronic devices.

In excimer laser based lift-off systems both large depth-of-field, all flat-top beam characteristics and the superior pulse stability of a native pulsed UV laser

technology unite to the perfect carrier separation tool. Excimer lasers uniquely provide the necessary pulse energies and optical performance characteristics to support square centimeter scale processing areas with optimum beam geometry for fast debonding of carrier wafers up to 300 mm diameter as well as for detaching large display glass substrate generations up to 1,300 x 1,500 mm.

## Acknowledgment

We thank Rolf Senczuk and Jan Brune from the Göttingen applications laboratory for measuring the line beam short axis cross sections under various focusing conditions.

## References

- [1] R. Delmdahl, Nature Photonics, 4 (2010), 286.J.
- [2] M. Sobey, K. Schmidt, B. Turk, R. Pätzel, SID Symp. Digest, 45 (2014), 79-82.
- [3] M. Souter, D. Clark, Chip Scale Review, 5/6 (2014), 42-45.
- [4] E. Pedder, A. S. Holmes, R. Allott, K. Boehlen, Proc. SPIE 6462, (2007), 64620W-1–64620W-7.
- [5] R. Delmdahl, R. Pätzel, J. Phys. D: Appl. Phys., 47 (2014), 034004.
- [6] R. Delmdahl, O. Haupt, I. Bragin, H.-J. Albrecht, Proc. SPIE 10092, doi:10.1117/12.2256018.



# OPTIMIZATION OF SEARCH FOR LASER MARKING COLORS DURABLE AGAINST DIFFERENT ENVIRONMENTS

Pavels Narica, Pavels Cacivkins  
Akademie für Technologie Rezekne, Lettland

**Abstract.** The paper considers a new method of searching for laser marking colors, as well as their interaction with the environment. The consequences of the interaction between marking and the environment depend on several factors, such as the morphology of the marked surface, the depth of the thin oxide film layer on the metal surface, the atomic percentile composition of the oxide film and the physical and chemical properties of the environment, the method of additional protection of the marked surface.

---

## Introduction

The process of laser marking is a complex physical process. There are many parameters that the laser operator can adjust to get the required color. Moreover, each laser parameter can accept a set of different values. To find the colors of laser marking, it is necessary to do a difficult job of finding parameter values, and in order to find laser marking colors that are resistant to aggressive media, an even more detailed study is needed.

At the beginning of the study, the authors had two ways - to analyze the physical process of laser marking of colors, as well as the relationship between the values of laser parameters and the stability of laser marking colors to aggressive media, and to conduct a stochastic search within the entire space of laser parameter values, to find the best solutions and to make inferences.

The advantage of stochastic search is that it can be automated. That is, the laser system can be controlled by an external program. Stochastic search also has other advantages, for example, it is not necessary for such a search system to explain the specifics of the laser itself, its design and parameters. Moreover, the system does not need to "know" about the process of color laser marking. The stochastic search system works with input values and outputs new values using a specific algorithm. These input values, for example, can be values of laser parameters. The output values can also be values of the laser parameters.

In this paper, the authors consider two popular methods (metaheuristics) of stochastic search: a simulated annealing algorithm and genetic algorithms. However, before using the mentioned metaheuristics, the authors need to consider whether it is possible to obtain the color of the laser marking in a random way, that is, at random, without prior deliberation. This will allow authors to more critically analyze the results of the aforementioned metaheuristics of stochastic search.

The purpose of this study is to establish the possibility to automate the process of searching for laser marking colors that are resistant to aggressive media. To achieve the goal, the authors put forward the following tasks:



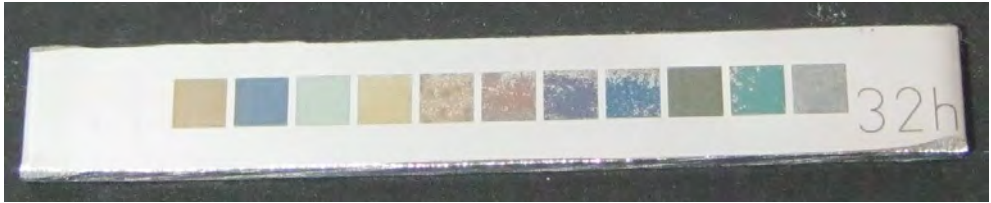

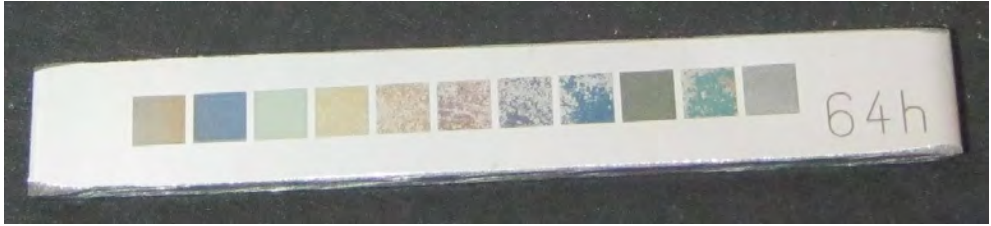
- Conduct analysis of the durability of colors found by authors earlier;
- Create a software module that can manage the laser system;
- Search for solutions randomly;
- Create and calibrate software modules, that incorporate the logic of the metaheuristics for stochastic search;
- Conduct experiments on laser marking using metaheuristics;
- Based on the results, make the necessary conclusions.

## Experimental part and analysis of results

For experiments, a Rofin PowerLine F-20 Varia fiber laser is used, which can generate a beam in a pulsed mode with a maximum average power of 20 W. The metal is polished stainless steel. Color marking in the context of this study is a scan of the metal surface by a beam at different values of the laser parameters.

Based on previous studies, the authors found that the colors of laser marking on the surface of stainless steel have the property of interacting with the salt dissolved in water. For clarity, 5 samples were made of polished stainless steel with a surface size of 60 mm by 7 mm. Then, using a laser, 11 colors of laser marking were made on the surface of these samples, which were found by the authors during previous studies [4]. Further, four samples were immersed in a 20% solution of the salt in water. Every 16 hours, one sample was removed from the solution. The solution with samples itself was mounted on a magnetic stirrer. The results of this experiment are shown in Table 1.

Table 1 Initial experiment of placing previously obtained laser marking colors in 20% salt solution in water

Duration of immersion in solution of salt	The marking colors No. 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 (number is assigned from left to right)
0 hours	
16 hours	
32 hours	
48 hours	
64 hours	

As can be seen from the Table 1, destruction on the colors of laser marking appears after 16 hours. It is worth noting that the first 9 colors of laser marking are located in the localized range of values of laser parameters. These colors from the point of view of

laser parameters have the following regularity: each succeeding color from left to right received more and more energy per unit area with the same average power of the laser beam (see Figure 1).

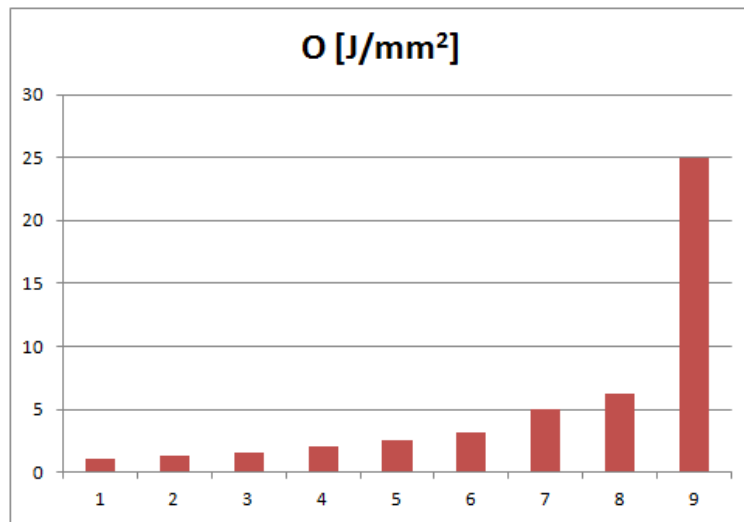


Figure 1 - The horizontal axis indicates the color number, the vertical axis indicates the surface energy density.

After carrying out the above experiment, it was found that the colors of the markings, albeit modified, were still on the surface of the metal until the surface was mechanically treated with a cloth. After treatment with a cloth, the colors remained on the cloth in the form

of a black and brown precipitate (see Figure 2). A laser processing mark remained on the surface of the metal having a color similar to the “color” of the surface of the unprocessed metal.



Figure 2 - Cloth used for rubbing off colors of laser marking after being held in a solution of salt in water.

While the sample with the colors of the laser marking was in the salt solution, the colors were changing, as

if the layer of the metal oxide was becoming thicker (see Figure 3).



Figure 3 - The modified appearance of original 11 laser marking colors after being held in salt water solution.

After wiping the colors tested in a solution of salt with a cloth, it became possible to completely or partially erase the appearance of a built-up addition on the original layer of metal oxide, and the original layer of metal oxide itself. On the images in the Table 1, it can be noted that the original color, although partially, but still had the property of being preserved. Similar rubbing with a cloth of colors of laser marking before immersion in a solution of salt did not produce any destructive effect.

All the samples tested in the salt solution were analyzed on a metallographic microscope, which helped to establish that the signs of a thin film on the surface of the metal remained even after rubbing the color of the laser marking that had been in the salt solution with a cloth (see Figure 4). In any case, the presence of chemical interaction of a thin film forming the color of laser marking and salt dissolved in water can be noted.

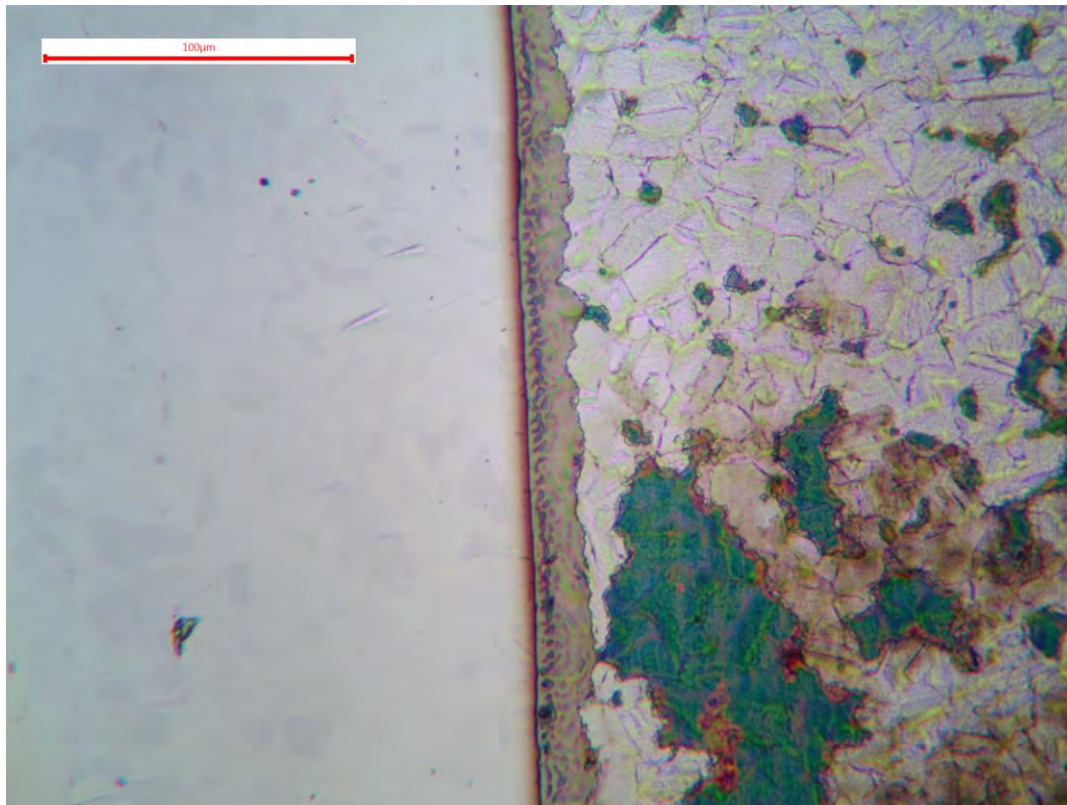


Figure 4 - On the left there is unprocessed surface of the stainless steel, on the right there are parts of color 10 that stayed mostly unaffected after being held in salt solution for 64 hours and being wiped with a cloth. Also one can see the surface beneath the regions where color 10 was previously and how it differs from the unprocessed part of metal.

Electrochemical corrosion is the spontaneous destruction of metals, as a result of electrochemical interaction with liquid electrolytes, in our case - a solution of salt in water. Electrolytes can be water, aqueous solutions of acids, alkalis, salts. Anodic and cathodic processes occur during the interaction of the metal with the electrolyte. Corrosion is formed only on the anodic sections of the metal surface. It occurs in the following way: an oxidation reaction takes place at the anode sections to form  $\text{Fe}^{2+}$  metal ions, and hydroxide forms under the influence of oxygen.  $\text{Fe}^{2+}$  ions and  $\text{OH}^-$  move to each other and form an insoluble precipitate of  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ , which can subsequently decompose into iron oxide and water [6].

Corrosion in electrolytes - corrosion of metal in liquid media conducting electric current. Depending on the type of electrolyte, corrosion in solutions of acids, alkalis and salts is distinguished. The composition of the electrolyte determines the mechanism of the corrosion process, affects its kinetics and speed. For

example, the corrosion rate decreases if the electrolyte contains anions or oxidants, as a result of interaction with which a film of sparingly soluble salts forms on the metal surface. The rust film formed on the surface of the metal can have protective properties, so the corrosion rate decreases over time.

Electrochemical corrosion is the oxidation of a metal, accompanied by chemical reactions and the transfer of electrical charges between the metal and the environment, with the inevitable participation of water. In the process of electrochemical corrosion, in contrast to chemical corrosion, an electrolyte is involved. The creation of a thin film of oxide, which is a dielectric, slows the process of oxidation of metal products.

The corrosion process of the colors of laser marking, occurring in a salt solution, creates an insoluble precipitate of rusty color. The process of filtration of this precipitate from a solution of salt in water is shown in Figure 5.



Figure 5 - The process of filtration of precipitate from a solution.

In the photographs of the samples in Table 1, it can also be noted that destruction of color often had a beginning at the edges of the marked square. In this region, the laser beam on the surface of the metal moved with acceleration or deceleration, resulting in

a different amount of energy delivered per unit of area in this region (see Figure 6).

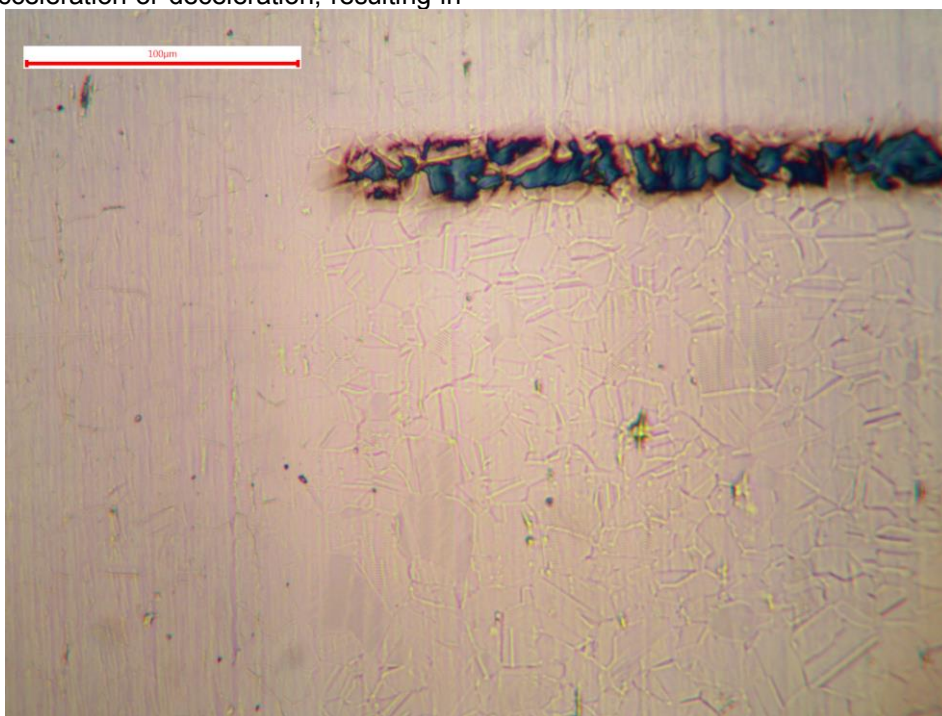


Figure 6 - The region where laser marking of the surface of the metal begins or ends with acceleration or deceleration resulting in larger surface energy densities. One can also notice the intentionally produced thin oxide film similar to that shown in Figure 4.

Also, in the photographs in Table 1, it can be seen that the first three colors suffered from the concentrated salt solution the least. The same can be said about color number 9. As it follows from the above, the first three colors received the least energy per unit area during laser scanning, from which it can

be assumed that these colors have the thinnest metal oxide film.

Often, the color that can be observed depends on the thin film of metal oxide, formed after laser treatment of the surface. Depending on the thickness of this film, the colors take one or another position on the color scale shown in the Figure 7.

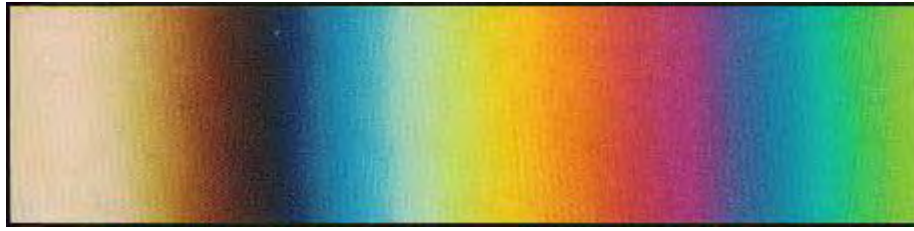


Figure 7 - The sequence of colors from left to right that forms due to the light interference effect on thin films. From left to right the thickness of thin film raises [7].

The obtained colors of the marking in their physical essence are very similar to the colors of tempering that arise most often when metals are oxidized as a result of their heat treatment. Usually, with rapid heating, they are just as quickly changing each other in a typical sequence: light straw, golden, purple, violet, blue, and then, as the thickness of the film grows, again appear, but in a somewhat subdued form: light-green, brownish-yellow, orange, red, purple, violet, blue and so on [3].

However, it should be noted that the colors of laser marking are not always formed due to a thin film of metallic oxide. If, for example, the metal surface is strongly burned with a laser beam, then it is possible to obtain dark tones, with a color resembling that of a rust. Also, there are cases when on the metal surface

after laser treatment so-called periodic structures are formed, the spatial period of which is comparable with the wavelength of visible light. As a rule, such periodic structures are formed after metal surface treatment by femtosecond laser pulses. On such periodic structures, light diffraction takes place, due to which it is possible to observe on the laser treated surface all the colors of the rainbow, depending on the angle of view.

The colors of the laser markings shown in Figure 3 were also wiped with a cloth (see Figure 8). These colors were again placed in a solution of the salt in water, but no reaction was observed.

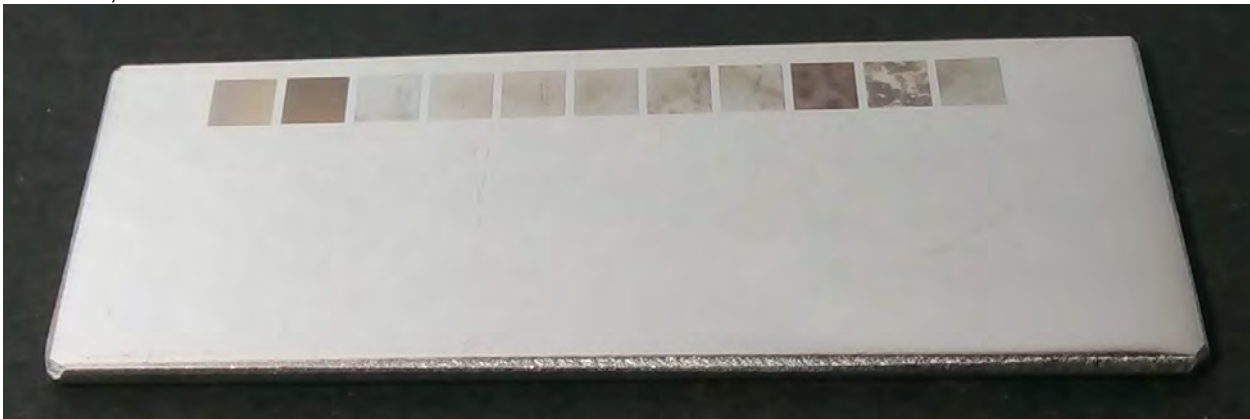


Figure 8 - Colors from Figure 3 after being wiped with a cloth.

From the last experiment it can be concluded that the remaining thin film of metal oxide no longer interacts with the solution and possibly has protective properties. To test this assumption, the same laser marking colors were applied to the surface of low-alloy steel. The results can be estimated in the Figure 9. An experiment was carried out on the effect of a

deposited thin oxide layer on the surface of low-alloy steel (see Figure 9A). The values of laser parameters when applied to both samples were chosen to be identical with the previously used ones. In the first case (see Figure 9B), the marking is applied to the surface cleaned from rust, and in the second case (see figure 9C) - to the rusty surface.

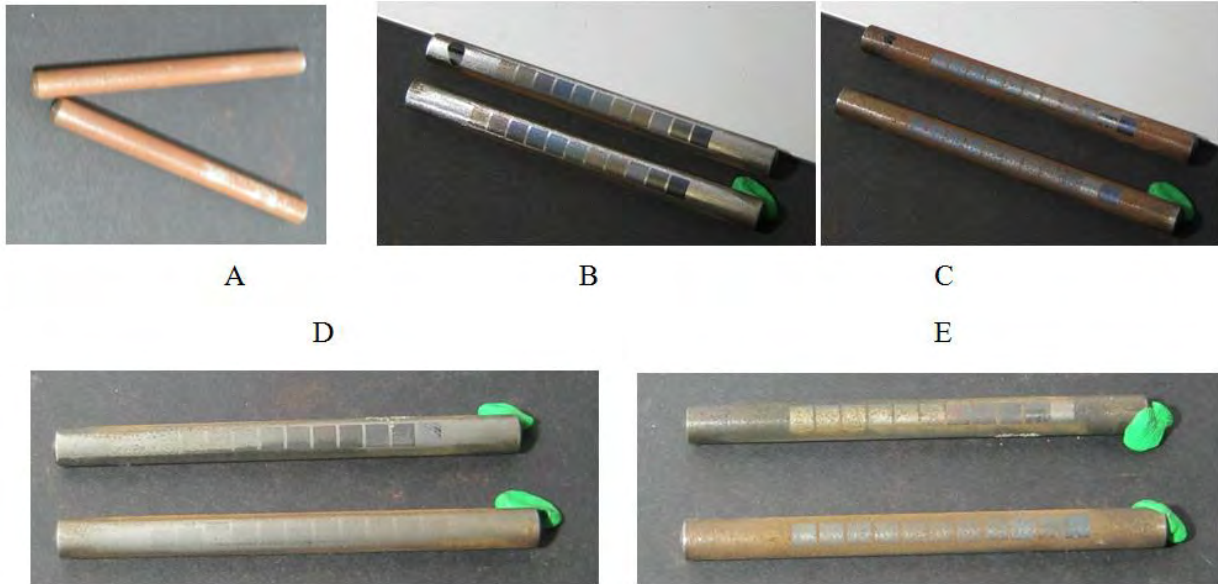


Figure 9 - Low-alloy steel that is laser marked durability experiment.

Then each sample was placed in one of two vessels (see Figure 10): the first in the solution of table salt, and the second in the solution of chemically purified salt (NaCl). Both solutions had a concentration of 20%. After 24 hours samples were washed in running water and wiped with a cloth. The results can be seen

in Figure 9D-9E (NaCl - the upper sample, table salt - the lower sample). It can be concluded that the marking improves the corrosion resistance of the metal and the cleaning of the surface occurs, the protective properties depend on the thickness and morphology of the oxide film [1].



Figure 10 - Low-alloy steel that is laser marked placed in a solution of 20% salt water. In the vessel a clearly expressed residue can be seen.

As a result, it can be assumed that a very thin layer of the oxide film has protective properties on the surface of the metal. During the marking with a very small surface energy density and, as a rule, a thin layer of oxide film on the surface of stainless steel, the authors found that periodic structures with a spatial period of about 1 micrometer are also formed on the surface (see Figure 11). Looking at such markings without a microscope, the latter had the

ability to reflect all the colors of the rainbow depending on the angle of view. Interestingly, these periodic structures were obtained using nanosecond laser pulses. Putting such markings in a solution of salt in water, no visible chemical process was observed.

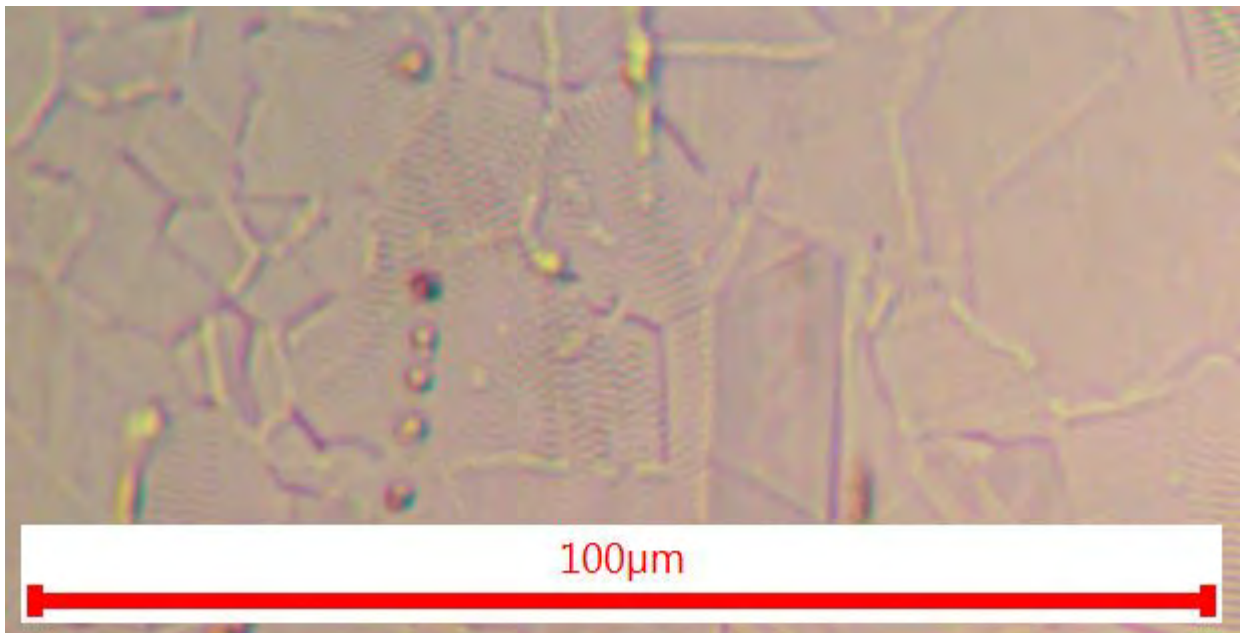


Figure 11 - Colors from Figure 3 after being wiped with a cloth.

### Stochastic search metaheuristics

Nevertheless, it is necessary to determine the values of the laser parameters for colors that can be in the entire space of laser parameter values. To do this, the authors use the following search method - as input values of laser parameters random values are used, but so that these values and the average laser beam

power, the amount of energy supplied per unit surface area of metal, and the slowness of laser marking do not exceed the limits set by the authors of research (see Table 2).

Table 2 Set of constraints for main laser parameters

Parameter, Unit of measurement	Parameter type	No less than	No more than
Current regulation coefficient, 0.01	Input	1	100
Pulse repetition frequency, kHz	Input	1	1000
Pulse duration, ns	Input	4	200
Scanning speed, mm/s	Input	40	1000
Line step, mm	Input	0.001	0.050
Repeats, 1	Input	1	10
Average power, W	Output	0.2	20
Surface energy density, J/mm <sup>2</sup>	Output	0.2	20
Slowness of laser marking, s/mm <sup>2</sup>	Output	0.05	5



The implementation of this random search method was carried out using a program that is able to control the scanner and the source of the laser system, having direct access to adjusting the values of the

input parameters of the laser. As a result, 960 different random colors of laser marking (see Figure 12) were applied to the surface of stainless steel of size 65 mm by 100 mm.

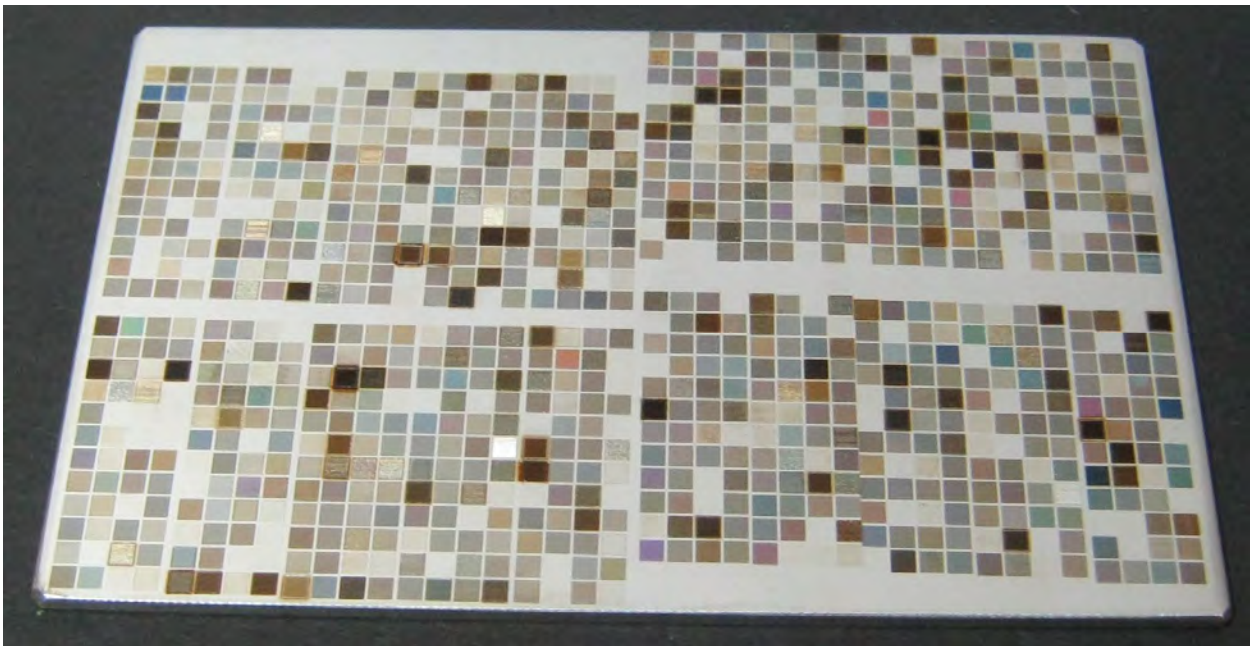


Figure 12 - 960 random unique colors of laser marking.

As can be seen from the search using random input values of laser parameters, good looking colors of laser marking (both durable and not) are not so easy to find. In order to optimize the search, we can use such metaheuristics of stochastic search as simulated annealing algorithm and genetic algorithms. Both mentioned metaheuristics search for laser parameter values randomly, however, they also supplement the search with specific methods of selecting results that are close to the desired ones by the use of objective function and other techniques.

Unlike the search for solutions in a completely random way, both the simulated annealing algorithm and the genetic algorithms use the objective function to select further solutions. Since both metaheuristics are iterative, the objective function is applied in each new iteration until the optimal solution is found or the solutions converge. It is worth noting that metaheuristics do not guarantee a positive result, however, in practice they show quite interesting results [2].

To simplify the work with metaheuristics, each solution (the color of the laser marking) is given in the form of 72 bits long binary code. These 72 bits represent six laser parameters - 12 bits are allocated for each parameter. These 12 bits can be uniquely converted to the number of decimal system and then mapped to the value of the laser parameter, which should be within the limits specified in Table 2.

The simulated annealing algorithm initially produces a certain number of solutions, which are encoded in

the form of laser parameter values. Then each of the initial solutions is modified slightly. For this purpose, the laser parameter values related to the solution are changed. To change the values in the corresponding 72-bit code, 3 mutations are introduced at random positions, so that "1" becomes "0" and vice versa. This allows to simultaneously implement changes in several parameters after decoding the new 72-bit code. This method of changing the values is similar to the method of random walk, so subsequent solutions after the mutation do not depart so far from the previous ones in the context of the space of values of all 6 input parameters of the laser.

The simulated annealing algorithm is an iterative algorithm in which the search for new solutions occurs by repeating the same procedure (in our case, mutation of the 72-bit coded solution) until the solutions are converted, that is, the subsequent accepted solutions will be the same as previous ones. For this, the following mechanism is responsible: in the initial iterations, the metaheuristic accepts different new solutions, even if they are worse than the current best solutions, and closer to the last iterations, the algorithm accepts new solutions much less often or, if they are better at coping with the objective function than the previous ones. Thus, the simulated annealing algorithm attempts not to focus on local good solutions and seek more global good solutions. It is also worth noting that usually programmers use the simulated annealing algorithm to optimize the search for one solution. In our case,

the program is designed so that all 48 initial random solutions are simultaneously optimized.

Genetic algorithms work on a different principle, but they also have some similarities with the simulated annealing algorithm, for example, the initial 48 solutions are also random and encoded as 72-bit codes. There is also a procedure for mutating these coded solutions. When searching for new solutions, genetic algorithms also take into account the objective function. The main difference is that subsequent new solutions are made by crossing the mutated codes of previous good (and sometimes not very good) solutions [5].

As a result, the need for stochastic search metaheuristics is due to the fact that such a search can be automated with the help of software modules, which control the laser directly, that the laser operator does not have to go deep into the process of marking physics itself and that the search is performed throughout the space of values of the input parameters of the laser system. As it was established in the previous section of this work, the connection between the input or output parameters of the laser and the fact that the corresponding color of the marking will be resistant to brine is not so simple (for example, colors that retained in the solution are both with a very thin oxide film and with a very thick oxide film).

## References

- [1] J. Bliedtner, H. Muller, A. Barz, "Lasermaterialbearbeitung", Fachbuchverlag Leipzig im Carl Hanser Verlag, 2013.
- [2] M. Tim Jones, "AI Application Programming", Charles River Media, Inc., Hingham, Massachusetts, 2005.
- [3] A. Valters, "Fizika", Rīga "Zvaigzne", 1992.
- [4] P. Narica, "Chromium-Nickel Steel Surface Colour Laser Marking Process Optimization", Daugavpils University, The Faculty of Natural Sciences and Mathematics, 2017.
- [5] P. Narica, L. Lazov, A. Teilans, P. Grabusts, E. Teirumnieks, P. Cacivkins, "Method for color laser marking process optimization with the use of genetic algorithms", Rezekne Academy of Technologies, 'Environment. Technology. Resources.' Proceedings of the International Scientific and Practical Conference, 2017.
- [6] B. Reinhold, "Grundlagen der Korrosion", AUDI AG, Zentrale Werkstofftechnik, 2009.
- [7] G. Finn, "Polychromatic Light", Brock University, Earth Sciences, 2001.

# PLD-PREPARATION OF CARBON BASED MULTILAYERED COATINGS

René Bertram, Steffen Weissmantel

Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Results obtained in the analysis of single layer and multilayered carbon stacks produced by PLD at low temperature will be presented. The mechanical properties like hardness and elasticity were determined for carbon single layer deposited at various laser pulse fluences by means of nano indentation analysis. A wide variety of mechanical properties can easily be adjusted by adapting the process parameters.

In addition, it will be shown that the architecture of various multi layered pure carbon films strongly affects the coatings toughness. Scratch test measurements showed that the cohesive break down of such layer systems can be hindered by refining the stack periodicity. This is along with no losses in hardness or elasticity if the stack architecture is suitable, as determined in the nano indentation measurements. So, the produced coating systems combine a very good adhesion on several metal and hard metal substrates, very high hardness and elasticity accompanied with low abrasive wear and high crack and spalling resistivity.

Wear protection films have become an essential factor in, amongst others, nearly every metal processing industry [1]. Next to secondary purposes as for example acting as a diffusion barrier or to prevent sticking of crafted material on the tool, the main function of the protective layer is the reduction of tool wear to ensure the tool dimensional accuracy and the maximization of operational lifetime. For this purpose, the coating has to show a very high resistivity against abrasive wear, where the wear behavior is strongly affected by the hardness of the material used for the coating.

In general, a higher hardness means higher resistance against abrasive wear. This can be obtained, for example, by diamond like carbon coatings (DLC), which are known for its outstanding mechanical properties. However, an important drawback of extremely hard materials, as DLC, is the brittle behavior under mechanical stresses and therewith their tendency for spalling.

The intention of this work was to improve the toughness of superhard tetrahedral amorphous carbon coatings by developing an appropriable layer stack design thus to provide resilient wear protecting coatings.

The coatings examined in this work have been produced by Pulsed Laser Deposition (PLD) using a KrF-Excimer Laser to evaporate pyrolytic graphite targets under vacuum conditions. The layer deposition by PLD is described elsewhere in more detail [2]. In this method, the laser pulse fluence (LPF) is adjusted by varying the focused ablation spot size, and therewith the area in which the laser pulse energy is deposited. This, in turn, defines the mean kinetic energy of the ablated specimens, such as atomic carbon and a high amount of ionized carbon as well. This kinetic energy, ranging between 20 eV to several tens of eV is the predominant factor for the mechanical properties of the growing carbon film [3].

So, by suitable control of the applied laser pulse fluence, the mechanical properties of produced carbon films can be adjusted easily, as the content of  $sp^3$  hybridized bonds in the film is strongly

influenced by the kinetic energy of the film forming particles [3].

Figure 1 shows the determined values for indentation hardness and indentation modulus for carbon single phase coatings deposited at various laser pulse fluences.

As can be seen in Fig. 1, carbon films can be produced at temperatures lower than 120 °C, having a wide range of mechanical properties. So, the hardness can be adjusted between 20 GPa using a

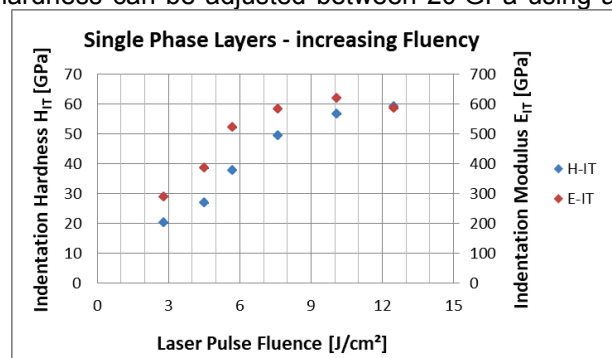


Fig. 1: Indentation Hardness and Indentation Modulus of these coatings applying 50 mN load.

LPF of 2.7 J/cm<sup>2</sup> and about 60 GPa applying 12.5 J/cm<sup>2</sup>. Also, the indentation modulus can be varied between about 300 GPa and 620 GPa since the diamond like  $sp^3$  hybridized bonding type becomes more and more dominant with increasing LPF. The tetrahedral amorphous carbon (ta-C) films of such a high hardness can be deposited with several micrometers thickness on various metal and cemented carbide substrates. As these films show very low abrasive wear rates in Ball-on-Disc experiments, ta-C coatings are very promising for wear protective applications. However, as superhard films in general, also these taC-coatings show an extremely brittle failure mechanism if the coating-substrate-system is exposed to high external stresses. That means, an improvement of the film toughness is necessary because in the case of film spalling the detached film fragments provoke an immense abrasive wear especially of the counterpart due to its high hardness and sharp edges.

So far, several approaches have been reported to enhance the toughness of superhard coatings, such as introduction of a toughening agent, phase transformation toughening, compressive stress toughening or optimization of coating architectures. A helpful review on this is given by Zhang et al. [4].

Since Pulsed Laser Deposition gives a simple method to deposit carbon layers of different mechanical properties, even as a sequence of sub layers we produced a series of alternating, relatively soft carbon with high amount of  $sp^2$ -bonds (in the following denoted as “ $sp^2$ -sublayer”) and  $sp^3$  rich superhard sub layers (“taC-sublayer”). The intention of that multi layered structure was that first the relatively soft interlayers are supposed to compensate and/ or distribute the extrinsic stresses, and second, that cracks once they are induced shall be deflected and hindered in their propagation at the sub layer interfaces. This has been reported by other researchers during the past, usually examining layer systems made of metal nitrides, -carbides and -borides [5], [6], [7], [8], [9], as can be seen schematically in Fig.2.

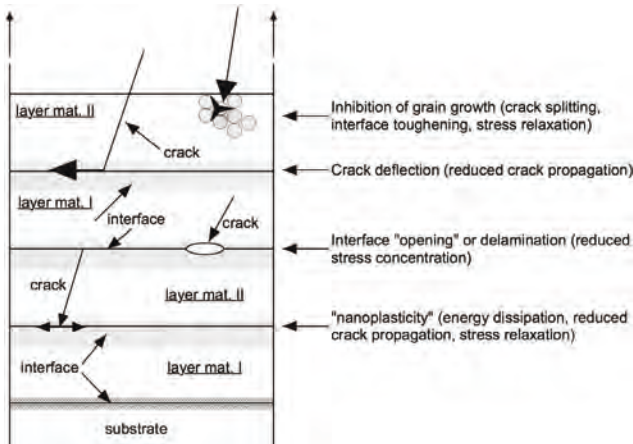


Fig. 2: Multilayering structure toughening mechanisms [4].

The investigated layer stacks always showed an architecture of alternating, relatively soft  $sp^2$ -sublayers, deposited at  $3 \text{ J/cm}^2$  laser pulse fluence, and superhard taC-sublayers, deposited at  $10.5 \text{ J/cm}^2$  LPF with a constant ratio of sublayer thickness of 1:1. The substrates always were cemented carbide on which for each sample the bottom sublayer was  $sp^2$  and the top layer was taC. The sublayer thickness was kept constant for each sample and was varied from 25 nm to 1000 nm. So a series of layer stacks with bilayer periods (consisting of one  $sp^2$ -sublayer followed by one taC-sublayer) of 50 nm, 100 nm, 200 nm, 500 nm 1000 nm and 2000 nm were produced.

Fig. 3 shows the values for Indentation Hardness and -Modulus evaluated by nano indentation measurements applying a load of 50 mN, resulting in a maximum penetration depth  $h_{\text{max}}$  of some 250 nm. This load was chosen to avoid a significant influence of the much softer substrate material on one hand, and a stressed layer stack volume that delivers information on hardness and elasticity for almost the whole coating thickness on the other. Calculations

using the software filmdoctor® showed that the received information always originated from a film depth of about 90% of the entire film thickness.

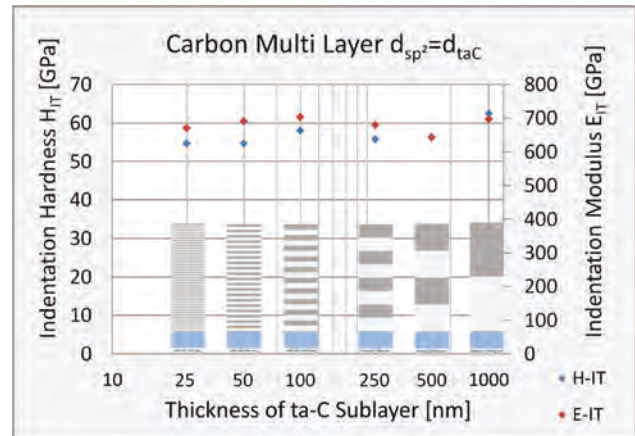


Fig. 3: Indentation Hardness and Indentation Modulus of multilayered carbon coatings.

It can be seen, that the hardness of bilayer stacks is in the same range or even slightly below the hardness of a mere taC-single layer deposited at some  $10 \text{ J/cm}^2$  as given above in Fig. 1 and the indentation modulus even exceeds that of the single phase layer.

Despite these remarkable mechanical properties which make these coatings interesting as wear protection layer, the second crucial demand is adequate adhesion of the layer on the substrate as well as high mechanical toughness.

In addition, adhesive and cohesive failures of multilayered coatings were investigated by DIN conform scratch testing [11]. For this, a tapered diamond indenter with a spherical tip is moved straight across the coating surface under progressive load. The load, the displacement of the indenter and the acoustic emission is detected. Once the load and therewith the stresses in the film and film/substrate-interface becomes critical, there are several events that can be used to characterize the strength of adhesion and the toughness of the coating as well. Typical for film failure are an increasing acoustic emission, the formation of diverse cracks or spalling as described by S. J. Bull [12]. In the scratch tests a diamond indenter with  $50 \mu\text{m}$  tip radius was utilized since the tip geometry and dimension is defining where the stresses induced by the indenter load are located. For superhard coatings of some  $2 \mu\text{m}$  film thickness, a  $50 \mu\text{m}$  tip radius gives a good compromise because the stresses under significant load are induced in the zone of the film substrate interface [13]. The usage of even smaller indenters would induce the stresses predominantly in the layer what would be preferable for the enforcement of cohesive film failure but due to the extremely high hardness of the coating the lifetime of such indenters would be just a few scratches and therewith not reasonable. Fig. 4 shows the results of scratch testing for a mere ta-C single layer and 3 multilayered stacks with bilayer periods of 50 nm, 200 nm and 1000 nm, respectively.

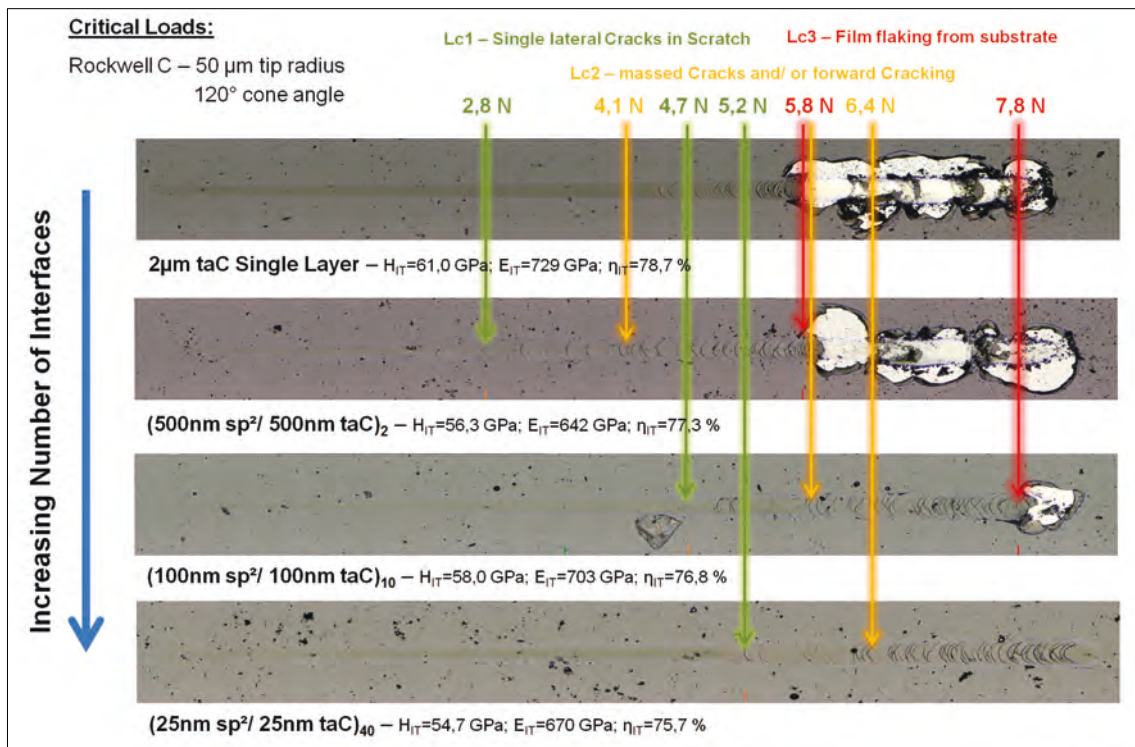


Fig. 4: Critical loads in Scratch tests for mere taC layer and bilayer stacks with increasing number of interfaces.

Each of the layers show a thickness of some 2  $\mu\text{m}$ , an indentation hardness  $H_{IT}$  of about 55 GPa to 61 GPa for the single layer and very high indentation moduli as discussed above.

The determined critical loads were defined as Lc1 for first sporadic cracks, Lc2 for the occurrence of massed cracks and Lc3 for film spalling and substrate revealing. The failure behaviors of the single taC layer and the bilayer stack with a periodicity of 1000 nm are quite similar. The very first cracks in the film occur at a load of about 2.8 N while their appearance become denser at 4.1 N and the spalling starts at some 5.8 N. Regarding the scratch progression of the film consisting of 10 bilayers and therewith 19 interfaces in the coating, the loads for Lc1 increases to 4.7 N, for Lc2 to 5.8 N and the spalling occurs at 7.8 N. That means an enhancement of 68 % for Lc1, 56 % for Lc2 and 34 % for Lc3, respectively. Even more significant is this effect for the coating built up of 40 bilayers, each consisting of 25 nm sp<sup>2</sup>-sublayer and 25 nm taC-sublayer. Here the critical load for first cracks is enhanced by 85 % to 5.2 N and that for the massed occurrence of cracks by 56 % to 6.4 N. A spalling of the coating from the substrate did not happen even at the maximum applied force of 8 N. It is obvious that the introduction of interfaces by bilayered film architecture results in an increased toughness of the film and significantly higher critical loads for cohesive and/or adhesive film failure. This might be a result of hindered or deflected crack propagation towards the film/substrate interface.

In conclusion, the presented results demonstrate that the design of superhard carbon coatings as stacks of alternating sublayers rich in sp<sup>2</sup>-bond and

sublayers predominated by sp<sup>3</sup>-bonds show a very high cohesive resistance against extrinsic strain as well as a very good adhesion almost without loss of hardness or modulus compared to the taC single layer. This makes that type of coating very promising for wear protection applications.

## References

- [1] K. Bobzin, CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, 18 (2017), 1-9.
- [2] S. Weissmantel, G. Reisse, B. Keiper, Thin Solid Films, 256 (1999), 355-356.
- [3] S. Weissmantel, G. Reisse, D. Rost, Surface & Coatings Technology, 188 (2004), 268-273.
- [4] Y.X. Wang, S. Zhang, Surface & Coatings Technology, 258 (2014), 1-16.
- [5] V. Jayaram et al., Philosophical Magazine, 87 (2007), 2521-2539.
- [6] D.-K. Lee, S.-H. Lee, J.-J. Lee, Surface & Coatings Techn., 169-170 (2003), 433-437.
- [7] D.E. Wolfe, J. Singh, K. Narasimhan, Surface & Coatings Technology, 165 (2003), 8-25.
- [8] J. Lin et al., Surface & Coatings Technology, 204, Issue 6-7 (2009), 936-940.
- [9] P. Frantzl et al., Advanced Materials, 19 (2007), 2657-2661.
- [10] H. Holleck, V. Schier, Surface & Coatings Technology, 76-77 Part.1 (1995), 328-336.
- [11] DIN EN ISO 20502-2016-11
- [12] S.J. Bull, Surface & Coatings Technology, 50 (1991), 25-32.
- [13] M. Zawischa, S. Makowski, N. Schwarzer, V. Weihnacht, Surface & Coatings Technology, 308 (2016), 341-348.

# DEVELOPMENT OF A LASER BASED PROCEDURE FOR FORMING OF FLEXIBLE EDGED AND CAVITIES OF ALUMOSILICATE FLAT GLASS

A. Dreher, J. Bliedtner, A. Barz, R. Hassel, A. Gruhle\*  
 Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Carl-Zeiss-Promenade 2, 07743 Jena  
 \*Glamaco GmbH, Prasseweg 1, 01640 Coswig

The local heat input in very short process times is one of the important advantages of glass processing by laser radiation. This recent technology is based on partial heating whereby it is necessary to preheat the whole substrate because of the high thermal coefficient and the low thermal shock resistance. The laser scanning system deflects the material-specific CO<sub>2</sub> laser radiation onto the bending zone, thus the induced energy heats up the material and the viscosity decreases. The most promising results are from the variation of the pressure and the path length of rolling of the bending tool and the laser performance. On the basis of these effects, a specific furnace including three heating chambers was developed. In conjunction with the laser radiation, it is possible to generate flexible forms of edges and cavities. Currently, the achieved results of the radius (5 mm) have a deviation of  $\pm 0.2$  mm. It is also possible to generate different cavities by using local vacuum deep drawing. Laser forming of cover glasses allows flexible forms of edges and cavities for the high expectations of the entertainment and automotive industry.

## Motivation

In der heutigen, sich stetig weiter entwickelnden Welt der Technik finden höchst anspruchsvolle Fertigungsverfahren ihre Anwendung. Auch die Ansprüche an Glashersteller und-bearbeiter sind gewachsen und sind immer kompliziertere Geometrien in der Fertigung unterschiedlichster Produkte gefragt. Dies trifft insbesondere auf die Herstellung unterschiedlicher Displayformen.

Anwendung finden diese zunehmend in der Automobilindustrie und Unterhaltungsbranche (z.B. Smartphones). Gefordert sind individuelle Geometrien, die auch bei geringen Glasdicken unterschiedlichen Zug-, Druck-, und Biegebeanspruchungen standhalten. Für diesen Zweck wurden spezielle Alumosilikatgläser entwickelt. Sie zeichnen sich besonders durch hohe Bruch- und Kratzfestigkeit aus. Um diese Materialien bearbeiten und insbesondere umformen zu können, sind komplexere Verfahren notwendig als die bisher bekannten Techniken.

Aktuell stoßen Glashersteller bei einer definierten und präzisen Umformung von Alumosilikatglas mit niedriger Wandstärke an ihre Grenzen. Durch die sehr geringe Temperaturwechselbeständigkeit und den hohen Ausdehnungskoeffizienten der Dünstgläser wird das Umformen im Vergleich zu Borosilikatglas erschwert. Derzeit genutzte Verfahren arbeiten unwirtschaftlich und mit hohen Ausschussraten.

Aus diesem Grund wird im Rahmen eines FuE-Projektes eine neue laserbasierte Fertigungstechnologie entwickelt, welche eine gezielte und reproduzierbare Umformung von Displayglas ermöglicht.

## Lösungsansatz und Experimente

Durch das Einsetzen von CO<sub>2</sub> - Laserstrahlung ( $\lambda = 10,6 \mu\text{m}$ ), welche vom Alumosilikatglas absorbiert wird, kann das Substrat partiell erwärmt werden. Die thermische Energie bewirkt eine Senkung der Viskosität in der Umformzone. Dies wird genutzt, um anschließend mittels Schwerkraft (bei ausreichender Glasmasse) oder

mit einer geeigneten Umformhilfe (Mould und Umformwerkzeug) das Displayglas entsprechend der vorgegebenen Form umzuformen (siehe Abbildung 1). [1][2]

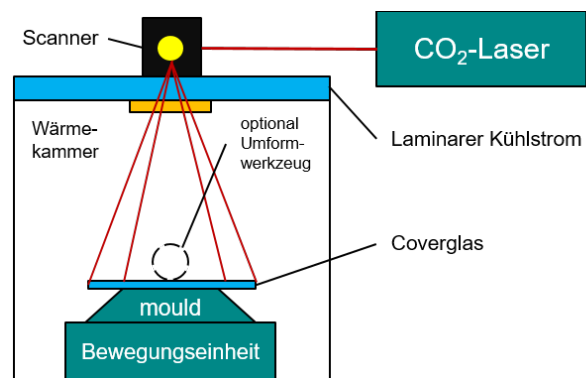


Abb. 1: Prinzipskizze für das Laserstrahlumformen

Problematisch hierbei ist jedoch der hohe Ausdehnungskoeffizient des Alumosilikatglases, der eine geringe Temperaturwechselbeständigkeit bedingt. [3]

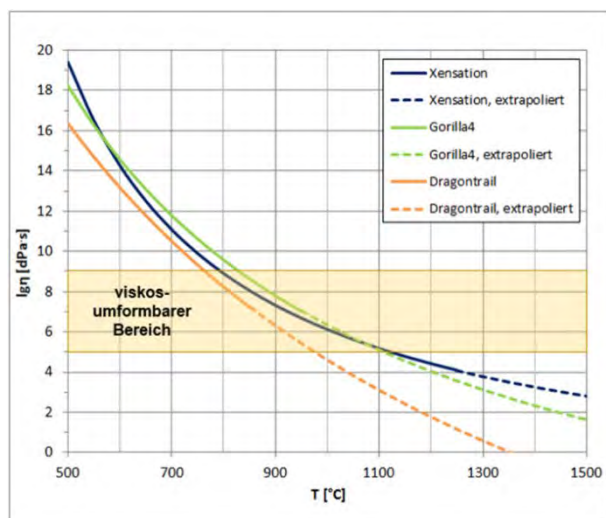


Abb. 2: Viskositäts-Temperatur-Kurve Xensation® Fa. Schott, GorillaGlass4® Fa. Corning und Dragontrail® Fa. AGC

Abbildung 2 zeigt die Viskositäts-Temperatur-Kurven von drei unterschiedlichen Alumosilikatgläsern:

- Xensation® der Fa. Schott
- GorillaGlass4® der Fa. Corning
- und Dragontrail® der Fa. AGC

Zur Berechnung wurden die Viskositätskennwerte aus den spezifischen Datenblättern und die Vogel-Fulcher-Tammann-Gleichung verwendet:

$$\lg \eta = A + \frac{B}{T - T_0} \quad (1)$$

Die Kurven weisen einen ähnlichen Verlauf auf, jedoch besitzen alle Viskositätsfixpunkte unterschiedliche Temperaturen.

Da der Softening-Point weit über dem Wert der Temperaturwechselbeständigkeit (ca. 150 K) liegt, würde eine ausschließlich partielle Bearbeitung mit Laserstrahlung den Grenzwert der Belastung überschreiten und das Substrat zerspringen. Um den Temperaturgradienten zwischen der mit dem Laser bestrahlten Umformzone und den unbehandelten Arealen möglichst gering zu halten, ist es zwingend notwendig die gesamte Glasprobe in einem Heizofen zu erwärmen. Aus diesem Grund wurde vom Projektpartner Glamaco GmbH ein Drei-Kammer-Ofen konzipiert und gefertigt (Abbildung 3)

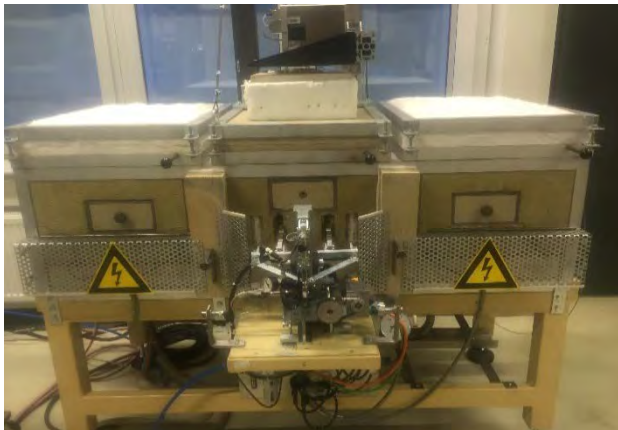


Abb. 3: Drei-Kammer-Ofen der Fa. Glamaco GmbH

Die erste Kammer ermöglicht die simultane Erwärmung mehrerer Proben innerhalb eines Magazins. Ein Transportsystem garantiert die Substratüberführung in die nächste Kammer, in welcher sich die Umformungswerkzeuge befinden und die Laserstrahlung über ein ein ZnSe-Fenster eingekoppelt wird. Um einen Temperaturanstieg in der Umformzone zu gewährleisten, der den Grenzwert der Temperaturwechselbeständigkeit nicht überschreitet wird die Leistung des Lasers langsam und kontinuierlich bis zum Erreichen der erforderlichen Energie erhöht.

Die Strahlführung erfolgt scannend und mäanderförmig mit einer hohen Scangeschwindigkeit, um einen möglichst gleichmäßigen Energieeintrag zu garantieren und ein quasi Top Hat – Profil zu erzeugen. Dies wird durch ein hochdynamisches Scansystem mit galvanometrisch betriebenen Ablenkspiegeln realisiert. Zum Einsatz kommt hier der Scanner HurryScan30® der Fa. Scanlab GmbH welcher direkt über der zweiten Heizkammer ange-

bracht wird (siehe Abbildung 3).

Die Umformung erfolgt i. d. R. mit Hilfe einer Formschulter, welche die Geometrie vorgibt und einer Rolle, die das Glas anlegt. Nach dem Umformprozess werden die Proben in die dritte Kammer transportiert, dort gelagert und einer Feinkühlung unterzogen, um integrierte Spannungen durch den Wärmeeintrag zu minimieren. Dies erfolgt unter Einhaltung einer materialspezifischen Kühlkurve.

Alle drei Heizkammern werden mit einer Temperatur, welche dem Strain-Point des jeweiligen Materials entspricht, gefahren. Zur Erlangung des Prozessverständnisses erfolgten Versuche, bei denen die Parameter Scangeschwindigkeit  $v_s$ , Überfahrtenanzahl  $n$ , Laserleistung  $P$  variiert wurden. Die Proben hatten die Abmessungen 100 mm x 60 mm x 0,5 mm. Des Weiteren wurde der Einfluss der Umformwerkzeugparameter (Abrolldruck und -geschwindigkeit, Haltezeit der Umformrolle, usw.) geprüft. Nachfolgend werden die Ergebnisse für die Umformung des Glases Xensation® der Fa. Schott AG vorgestellt.

### Ergebnisse

Die durchgeführten Untersuchungen unterlagen einem statistischen Versuchsplan, welcher im Vergleich zu one-factor-at-a-time Versuchen mehr Information mit weniger Einzelversuchen zulässt. Das entstehende empirische Modell beschreibt den Zusammenhang der unterschiedlichen Faktoren/Parameter. Die Versuchsanzahl wurde somit geringgehalten, um die Versuchsplanung effizient zu gestalten. Es erfolgten 54 Hauptversuche zur Parametereingrenzung. Jedoch waren zum Prozessverständnis zahlreiche Vorversuche erforderlich. Ausgewertet wurden bei allen Proben die entstandenen Biegeradien im Vergleich zur SOLL-Geometrie der Formschulter.

Die Versuche wurden mit Formschultern unterschiedlicher Geometrie durchgeführt. Diese wiesen entweder einen Radius oder eine Freiformfläche auf.



Abb. 4: Umgeformte Glaskanten an Xensation® der Fa. Schott AG

Die durch den Umformprozess erzielten Radien wurden mit der Hilfe eines Tastschnittgerätes und einer geeigneten Kontursoftware ermittelt. Jede Probe wurde hierzu an drei festen Stellen (M1 - ...; M2 - ...; M3 - ...) abgetastet und digital ausgewertet indem ein Best-Fit-Radius in die Rundung gelegt wurde. Außerdem erfolgte eine subjektive Prüfung mit einer Lehre (= Radius/Geometrie der Formschul-

ter). Auffällig ist, dass die umgeformten Kanten zum Rand hin einen etwas größeren Radius aufweisen als in der Mitte der Proben.

Die Messung der Linearität erfolgt mit einem Digitalmikroskop. Hierbei wird die Abweichung von der Geraden der umgeformten Kante gemessen. Die Überprüfung auf Reproduzierbarkeit der Radien sowie der Linearität lieferte folgendes Ergebnis:

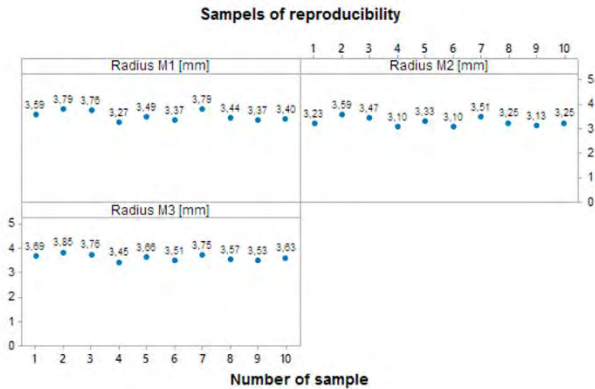


Abb. 5: Reproduzierbarkeitsuntersuchung zur Einhaltung der Radien

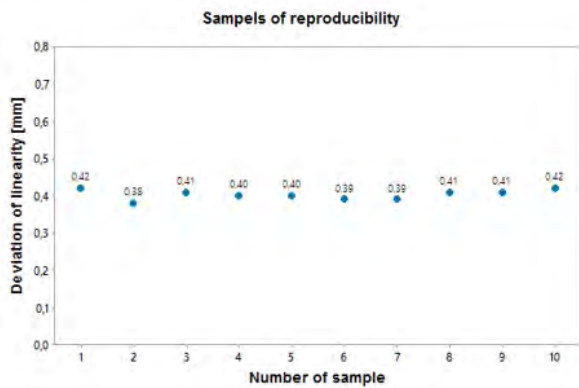


Abb. 6: Reproduzierbarkeitsuntersuchung zur Einhaltung der Linearität

Deutlich zu erkennen ist, dass die Proben mit einer guten Reproduzierbarkeit umgeformt werden können (siehe Abbildung 5 und 6). Die minimalen Abweichungen der Radien von lediglich  $\pm 0,2$  mm sind vermutlich den Umgebungsbedingungen geschuldet. Die Reproduzierbarkeit der Linearität ist mit  $\pm 0,01$  mm weitaus geringer, weicht jedoch mit ca.  $0,4$  mm vom SOLL-Maß ab.

Die Realisierung der Krümmungen durch entsprechende Wärmeeinbringung mittels variablem Scanfeld ermöglicht zwar eine hohe Flexibilität, zeigt jedoch in der Ausrichtbarkeit entsprechende Nachteile. Auch ist der Energieeintrag zwangsläufig zum Rand hin stärker, da die Umkehrpunkte des Scanfeldes zwar außerhalb des zu bearbeitenden Substrates liegen, durch den mäanderförmigen Verlauf entsteht jedoch zwangsläufig mehr Wärmeeintrag im Randbereich.



Abb. 7: Beidseitig umgeformte Alumosilikatglasprobe

Abbildung 7 zeigt eine beidseitig umgeformte Alumosilikatglasprobe nach dem Umformprozess. Die eingefrorenen Spannungen in den Glasproben ohne und mit Feinkühlung werden durch den optischen Gangunterschied in Abbildung 8 dargestellt. Deutlich wird hier, dass die durch Laserstrahlung thermisch induzierten Spannungen durch eine anschließende Feinkühlung (dritte Wärmekammer) deutlich reduziert werden können. Der optische Gangunterschied innerhalb der feingekühlten Probe beträgt lediglich  $3$  nm. [4]

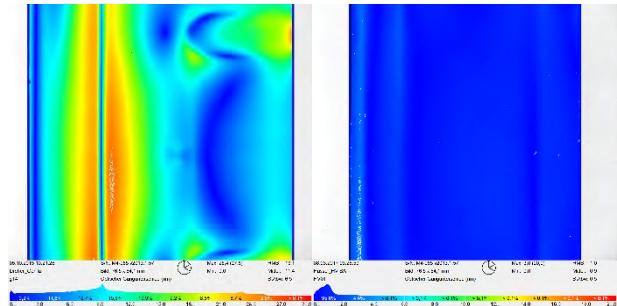


Abb. 8: Aufnahmen des optischen Gangunterschiedes der umgeformten Proben mittels Polarimeter Strainmatic® der Fa. Ilis GmbH

### Zusammenfassung

Die Laserstrahlumformung ermöglicht es Alumosilikatgläser mit hoher Genauigkeit und Reproduzierbarkeit umzuformen. Die Radienabweichung liegt in einem Bereich von  $\pm 0,2$  mm, die Linearitätsabweichung lediglich in einem Bereich von  $\pm 0,01$  mm. Es ist möglich unterschiedliche Radien abzuformen, hierfür muss lediglich die Formschulter hinsichtlich ihrer Geometrie angepasst werden. Durch das in den Heizkammern herrschende homogene Temperaturfeld wird eine gleichmäßige Erwärmung der mehrerer Glassubstrate erreicht. Das homogene Temperaturfeld kann durch die Einkopplung der Laserstrahlung über ein geeignetes ZnSe-Fenster erhalten bleiben. Die anschließende Feinkühlung in der dritten Heizkammer ermöglicht eine Reduzierung der durch Strahlungsenergie erzeugten Spannungen auf ein Minimum.

Durch die verschleißfreie Bearbeitung mittels Laserstrahlung garantiert das Verfahren eine hohe Effizienz und durch ein geeignetes Scansystem genügend Flexibilität, um unterschiedlichste Geometrien herstellen zu können. Das beschriebene Verfahren ist ausbaufähig, bietet jedoch großes



Potenzial das Umformen mit komplexen Geometrien zukünftig durch geeignete Laseranwendungen zu vereinfachen. Die relativ schnelle Umformung mit aktuell 30 s pro Probe ist somit wesentlich kosten- und zeitersparender als herkömmliche Umformverfahren.

### **Danksagung**

Diese Arbeit wurde im Rahmen des Forschungsprojektes LaUmCo entwickelt, welches vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie gefördert wird. Die Autoren danken sich außerdem bei der Glamaco GmbH für die Unterstützung in der Umsetzung des Projektes.

### **Literatur**

- [1] Bliedtner, J., Barz, A., Hecht, K., Schwager, A.-M.: Investigations on Laser Forming of Flat Glasses. 2015. P. 314 – 320. ELSEVIER Verlag. Procedia Engineering 100
- [2] Bliedtner, J.; Barz, A.; Hecht, K.; Schwager, A.-M.: Studies on Laser Forming of Glasses. 12th ESG Conference, 21-24 September 2014, Parma, Italy, Proceedings, p. 178. 2014
- [3] G. Nölle (2009) „Technik der Glasherstellung“. 3. überarbeitete Auflage, WILEY-VHC Verlag GmbH & Co. KGaA
- [4] J. Bliedtner, G. Gräfe (2010) „Optiktechnologie“. 2. Aktualisierte Auflage. Carl Hanser Verlag
- [5] Glaser, S. (2012). Abschlussbericht zum Verbund Flexibles-Flachglas-Biegeverfahren. Abgerufen am 05. September 2017 von <http://docplayer.org/21496635-Flexibles-flachglas-biegeverfahren-ffb-abschlussbericht.html>

# DIE APPLIKATIONSVIELFALT DES SCANNERBASIERTEN LASER-REMOTE-VERFAHREN AM BEISPIEL EINER TITANBOX FÜR DEN HERMETISCHEN TRANSPORT VON IMPLANTATEN

Andreas Hopf, Michael Güpner, Andreas Patschger, Jens Bliedtner  
Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Carl-Zeiss-Promenade 2, D-07745 Jena

Die Scannertechnologie stammt aus den Bearbeitungsbereichen des Lasermarkierens und -beschriftens. Durch die Weiterentwicklung von Lasersystemen und den damit verbundenen höheren Strahlqualitäten bei größeren Leistungen ist die scannerbasierte Lasermaterialbearbeitung auch für andere Industriezweige interessant geworden. So soll am Beispiel einer medizinischen Transportbox das Anwendungspotenzial der Scannertechnologien aufgezeigt werden.

## 1. Einleitung

Titan ist ein Werkstoff, der sowohl biokompatibel als auch korrosionsbeständig ist und sich damit hervorragend für biomedizinische Einsatzzwecke eignet. In der Medizintechnik wird Titan häufig als Implantatwerkstoff benutzt. So werden z.B. künstliche Hüft- und Kniegelenke, Knochenplatten, Schrauben zur Bruchfixierung sowie Zahnimplantate aus Titan gefertigt. [1]

Unlegiertes Titan wird in vier verschiedene Klassifizierungen (Grade nach ASTM) eingeteilt. Titan Grade 1 besitzt die größte Reinheit, dafür aber die geringste Zugfestigkeit und Streckgrenze. Mit aufsteigender Grad-Zahl steigen auch die Verunreinigung und die Festigkeit.

Doch nicht nur für Implantate ist der Einsatz von Titan als Werkstoff interessant. Für den Transport der kundenspezifischen Implantate von der Fertigungsstätte zum Implanteur müssen die Implantate gereinigt, sterilisiert und verpackt werden. Kunststoffe, die als Sterilbarrieren dienen sollen, erfüllen diesen Zweck nur ungenügend, sodass das Implantat vor dem Einsatz nochmals aufwendig gereinigt und sterilisiert werden muss. Um diesen Arbeitsschritt zu umgehen, bietet sich der Einsatz von Titan als Verpackung an.

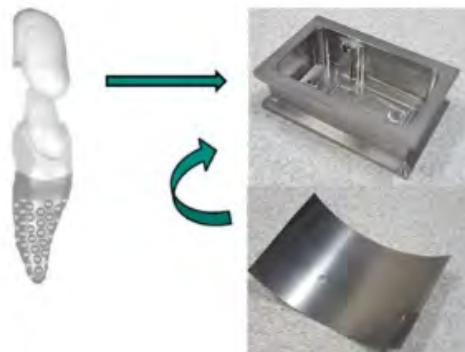


Abbildung 1: Zahnimplantat mit vorgefräster Transportbehälter und 50 µm Titanfolie

Für Transportverpackungen aus Titan eignen sich zum einen Folienwerkstoffe mit einer Materialstärke kleiner 100 µm als auch durch Fräsen im Vollmaterial vorbearbeitete Halbzeuge.

Die Folienwerkstoffe sind bereits ab ca. 10 µm Materialstärke frei von Pinholes und damit permeationsdicht und sterilitätserhaltend. Durch die Reduktion

der Materialstärke sinken auch die Herstellungskosten. Jedoch setzt die vernünftige Handhabung des Folienwerkstoffes der prozessierbaren Materialstärke Grenzen. So haben sich im Überlappstoß geschweißte Folien in Materialstärken von 50 µm als Verpackung von kleinen und flachen Implantaten bewährt. Die gefrästen Halbzeuge aus Titan bieten Strukturen zur Aufnahme und Transportsicherung von größeren Implantaten und werden mit einer Deckfolie verschlossen (Abbildung 1).

## 2. Anlagenkonfiguration

Die Untersuchungen zur Qualifikation von Titan finden mit einem Single-Mode-Faserlaser der Fa. SPI statt, der in Kombination mit einer Strahlableitvorrichtung (Fa. Scanlab) ein Scanfeld von (250 x 250) mm<sup>2</sup> sowie einen Fokusbereich von 65 µm zur Verfügung stellt. Durch die maximale Leistung von 500 W können dabei unterschiedliche Verfahren wie das Remote-Schneiden und das Remote-Schweißen oder auch die lasergestützte Oberflächenmodifikation erfolgen.

Laser		SPI RS-R 500W
System	-	Faserlaser (Single-Mode)
Max. Leistung	W	500W
Wellenlänge	nm	1070±10
Strahlqualität M <sub>2</sub>	-	1,1
Betriebsart	-	cw (continuous wave)
Modenfelddurchmesser	µm	18,5
Strahlableitvorrichtung		Intelliscan 20 (Scanlab)
Brennweite Kollimator	mm	130
Brennweite F-Theta	mm	420
Arbeitsfeld	mm	250 x 250
Fokusbereich	µm	65 (gemessen)

Abbildung 2: Eigenschaften der verwendeten Lasermaterialbearbeitungsanlage

Als Verpackungsmaterial dient Titan Grade 2. Dieses wird in der Medizintechnik hauptsächlich als Werkstoff für Dentalimplantate genutzt und ist mit seiner Streckgrenze von mindestens 250 MPa vergleichbar mit austenitischen nichtrostenden Stahl. [1]

## 3. Vorrichtungsentwicklung

Für die flexible Bearbeitung von Verpackungseinheiten aus Titan für kundenspezifische Implantate wird eine ebenso flexible Vorrichtung benötigt. Während die Information für die Bearbeitung mittels Laser-

strahl als Werkzeug frei in der Steuerung festgelegt werden kann, muss die Aufnahme für das Werkstück zu diesem geometrisch kompatibel sein. Um diesen Anspruch für variierende geometrische Anforderungen zu erfüllen, wird ein Rapid-Tooling-Verfahren eingesetzt. Mittels Polymerdruckverfahren (3D-Druck) können insbesondere für Kleinserien flexible Aufnahmen für die Transportbehältnisse geschaffen werden (s. Abbildung 3). Durch die Verwendung von mehreren Kunststoffkomponenten mit unterschiedlichen Shore-Härten erhalten die Baugruppen der Vorrichtung spezifische Eigenschaften. So bildet die Aufnahme der Transportverpackung aufgrund der Verwendung einer harten Kunststoffkomponente die Eigenschaften ähnlich eines ABS-Kunststoffes ab. Unter Verwendung mehrerer Materialien mit unterschiedlichen Eigenschaften für ein Bauteil, kann ein gezielter Härtegradient im 3D-Druck erzeugt werden. So wird der Bauteilniederhalter in Richtung der dem Spannmittel zugewandten Seite mit einer größeren Härte ausgeführt um die Spannkraft aufzunehmen und gleichmäßig auf die zu spannende Fläche zu verteilen. Dagegen weist die dem Werkstück zugewandte Seite eine geringere Härte auf und besitzt gummiartige Eigenschaften. Dadurch wirkt die Spannkraft flächig auf die Baugruppe und kann Fügepalte zwischen den Schweißpartnern minimieren. Zusätzliche funktionale Anforderungen wie die Zufuhr von Schutzgas zur Abdeckung der prozessierten Bauteile werden in die Vorrichtung integriert. Mit einer additiven Technologie wie dem Polymerdruckverfahren können problemlos Hinterschneidungen und integrierte Strukturen wie Gas- und Fluidleitungen implementiert werden.

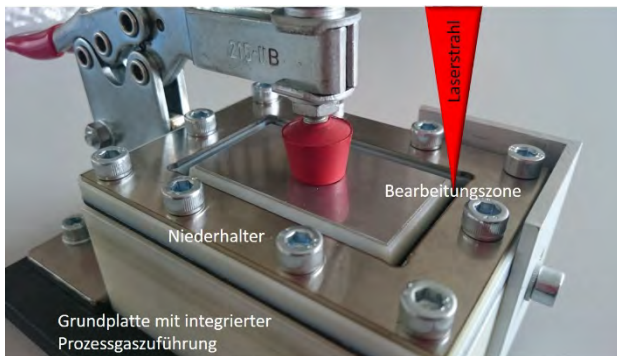


Abbildung 3: flexible Vorrichtung zur Bearbeitung von Transportboxen aus Titan

#### 4. Verfahrensentwicklung

Remote-Schweißen:

Zur erfolgreichen Verbindung der Titanfolien mit einer Materialstärke von 50  $\mu\text{m}$  im Überlappstoß ist die Kenntnis des Prozessfensters Voraussetzung. Das Prozessfenster mit den einzustellenden Prozessgrößen Leistung und Vorschubgeschwindigkeit wird durch die Durchschweißung bestimmt, da nur diese eine entsprechende Funktionalität in Hinblick auf Gasdichtigkeit und Zugfestigkeit der Verbindung gewährleisten kann [2] (s. Abbildung 4). Dabei sind die Prozessgrößen Leistung und Vorschubge-

windigkeit zum Erreichen des Prozessziels einer Durchschweißung abhängig von Fokusbereich, Werkstoffeigenschaften und Materialstärke.

Mit einer zu großen Vorschubgeschwindigkeit bei konstanter Leistung wird nur eine Einschweißung erreicht. Ist hingegen die Vorschubgeschwindigkeit zu klein und damit die eingestrahlte Streckenenergie zu groß, besteht die Gefahr eines Schmelzschnittes. Zusätzlich limitieren weitere Einflüsse das Prozessfenster. Wird die Leistung in Abhängigkeit von Fokusbereich, Absorptionsgrad und Wärmeleitfähigkeit des Materials zu gering gewählt, erreicht die Temperatur im Brennfleck nicht den Siedepunkt und im Werkstück kann sich demzufolge keine Dampfkapillare ausbilden. Dadurch verbleibt der Prozess im energetisch ungünstigen Wärmeleitungsregime. Dadurch erhöhen sich die Wärmeleitungsverluste und der thermisch induzierte Verzug nimmt zu.

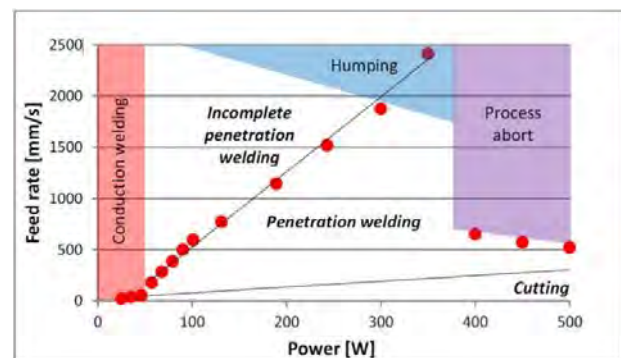


Abbildung 4: Prozessfenster zum Schweißen von Titanfolien mit einer Materialstärke von 50  $\mu\text{m}$  im Überlappstoß und einen Fokusbereich von 65  $\mu\text{m}$

Aufgrund der resultierenden Spaltbildung zwischen den Fügepartnern und der damit sinkenden Prozesssicherheit sollte dieser Zustand vermieden werden. Ist die gewählte Leistung zu hoch, erfolgt ein Prozessabbruch durch Austrieb der Schmelze [3]. Bei zu großer Vorschubgeschwindigkeit wird das Humping-Regime erreicht. Dabei bilden sich durch hydrodynamische Effekte Tropfen auf der Schweißnahtoberfläche, welche die Qualität und Funktionalität der Schweißverbindung herabsetzen [4].

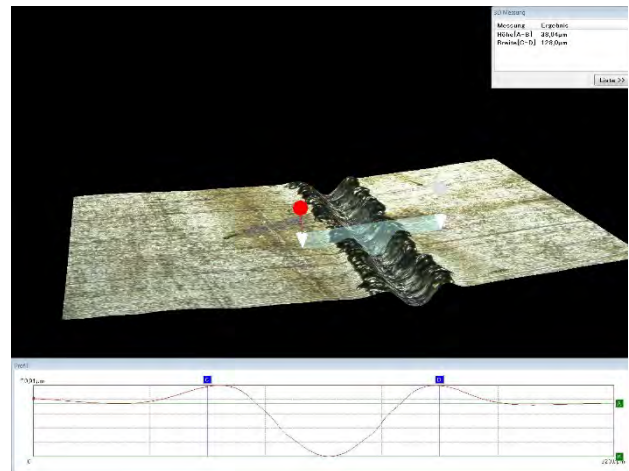


Abbildung 5: 3D-Messung der Folienoberfläche einer Abtragspur

Der Schweißprozess kann direkt von der Verbindung zwischen zwei Folien auf die Verbindung zwischen Folie und Vollkörper übertragen werden, da die resultierende Schweißnahttiefe in etwa der doppelten Folienstärke beträgt.

#### Remote-Schneiden und Schwächen:

Der Zu- und Beschnitt der Folien erfolgt durch mehrere Überfahrten im Bereich des Prozessabbruchs (s. Abbildung 5). Dabei wird die Schmelze durch den Druck des verdampften Materials ausgetrieben. So werden für jede Überfahrt des Laserstrahls ein von der Laserleistung, dem Fokusbereich und der Vorschubgeschwindigkeit abhängige Tiefe abgetragen bis ein kompletter Schnitt erreicht ist. Alternativ kann durch die Anzahl der Überfahrten eine definierte Reduzierung der Materialstärke eingestellt werden. Abbildung 6 gibt die Prozessgrößen zur Schwächung des Materials wieder. Die Vorschubgeschwindigkeit beträgt 11 m/s und der Fokusbereich 65 µm. Mit einer Leistung von 300 W war kein durchgängiger Schnitt zu erzielen.

Power [W]	Anzahl Überfahrt	Tiefe Abtragsspur [µm]
500	1	19
	2	38
	3	Cut
400	1	10
	2	21
	3	Partial Cut
	4	Cut
350	1	6
	2	12
	3	19
	4	Partial cut
	5	Cut

Abbildung 6: Prozessgrößen zum Remote-Schneiden und -Schwächen einer Titanfolie mit einer Materialstärke von 50 µm und einen Fokusbereich von 65 µm bei einer Vorschubgeschwindigkeit von 11m/s



Abbildung 7: Resultierende Anlassfarben mit einem Fokusbereich von 65 µm, einer Leistung von 25 W und einen Zeilenabstand von 50 µm in Abhängigkeit der Vorschubgeschwindigkeit

#### Anlassfarbenbeschriften:

Ist die Metalloxidbildung während des Schweißpro-

zesses aufgrund der veränderten Materialeigenschaften unerwünscht, wird diese gezielt genutzt, um für die Beschriftung dünne Oxidschichten zu bilden, die durch optische Interferenzen Anlassfarben erzeugen. Mit dem Laserstrahl kann gezielt lokal und temporal erwärmt werden. Durch eine Schraffur, d.h. durch Abzeilen mit einem definierten Zeilenabstand können beliebige Formen und Geometrien generiert werden. Deren Anlassfarbe wird von der resultierenden Oberflächentemperatur bestimmt, die abhängig von Vorschubgeschwindigkeit, Leistung, Fokusbereich und Zeilenabstand ist. Mit dem gewählten Fokusbereich von 65 µm, einer Leistung von 25 W und einem Zeilenabstand von 50 µm ergibt sich das Farbspektrum in Abhängigkeit von der Vorschubgeschwindigkeit.

#### 5. Applikationsbeispiel

Anhand einer Transportverpackung für Dentalimplantate werden die untersuchten Fertigungsprozesse angewendet. Die Verpackungseinheit besteht aus einer vorgefrästen Wanne aus Titan Grade 2, die die Titanimplantate aufnimmt und sichert. Für den hermetisch dichten Verschluss sorgt eine 50 µm starke Folie ebenfalls aus Titan Grade 2. Zur prozesssicheren Verbindung wird die Leistung mit 122 W und die Vorschubgeschwindigkeit mit 600 mm/s gewählt. Die Deckfolie wird nach dem Schweißprozess zusätzlich beschnitten. Dazu verbleibt das Bauteil in der Vorrichtung und wird mit Maximalleistung von 500 W und einer Vorschubgeschwindigkeit von 11 m/s prozessiert.

Um die Verpackung leicht öffnen zu können, wird zusätzlich eine Öffnungshilfe durch definierten Materialabtrag in die Deckfolie eingebracht. Dabei ist zu beachten, dass Perforationen der Folie zu vermeiden sind. An der Stirnseite der Schwächungskontur kann mit einem spitzen Gegenstand wie z.B. einem Skalpell eingestochen werden. Mit einer Pinzette lässt sich die Deckfolie abheben, welche dann entlang der Kontur reißt. Die Öffnungskontur wurde hinsichtlich der Rissausbreitung angepasst. Dabei dürfen Richtungswechsel nicht abrupt erfolgen, um die Rissausbreitung zu unterstützen. So eignen sich insbesondere Polygone aus einzelnen, geraden Linien, da bei runden Geometrien die Geschwindigkeitstreue aufgrund der Trägheit der Scannerspiegel leidet. Zusätzlich sind die Delay-Zeiten der Strahlableitvorrichtung anzupassen, um Beschleunigungs- und Abbremsvorgänge der Scannerspiegel zu kompensieren. Andernfalls muss mit der Entstehung unerwünschter Inhomogenitäten und Nahtimperfectionen durch den Wechsel ins Schweißregime oder Schneidregime gerechnet werden. Alternativ kann die Skywriting-Funktion der Strahlableitvorrichtung genutzt werden, bei der jedem Bewegungsvektor ein Vor- und Nachlauf der Scannerspiegel hinzugefügt wird, sodass sich der Beschleunigungs- und Abbremsvorgang außerhalb der Kontur befindet.

Nach der definierten Schwächung der Deckfolie kann das Anlassfarbenbeschriften dazu benutzt werden, sowohl ein Branding auf der Transportver-

packung als auch Tracking-Nummern bzw. codierte Patienteninformationen darzustellen. Abbildung 8 zeigt ein Beispiel mit dem Logo der Ernst-Abbe-Hochschule Jena. Dazu muss die Verpackung nur in der Vorrichtung umgedreht werden.

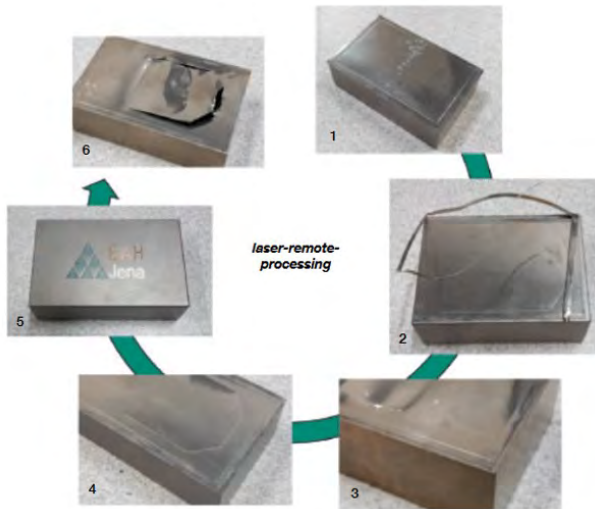


Abbildung 8: Prozesskette zur Lasermaterialbearbeitung der Transportverpackung aus Titan Grade 2 nach dem Schweißen (1) und nach dem Beschnitt der Deckfolie (2 und 3), nach dem definierten Schwächen der Deckfolie (4), mit anlassfarbenbeschrifteter Rückseite (5) und nach dem Öffnen mit definierter Rissbildung (6)

## 6. Zusammenfassung

Intelligenter Vorrichtungsbaue in Kombination mit Hochgeschwindigkeitsscannern und brillanten single-mode Faserlasern können für die Herstellung von sterilen Transportboxen aus Titan zum Versand von medizinischen Implantaten durch einen zuverlässigen Prozess verwendet werden. Durch die Möglichkeit der flexiblen Nutzung der brillanten Strahlquellen können unterschiedliche Lasermaterialbearbeitungsprozesse (Schneiden, Schweißen, Abtragen und Markieren) mit dem gleichen Lasersystem durchgeführt werden.

## Literaturverzeichnis

- [1] C.N. Elias et al.: Biomedical Applications of Titanium and its Alloys. In: JOM (Journal of the Minerals Metals and Materials Society) 60 (2008) 46-49
- [2] F. Schmitt: Laserstrahl-Mikroschweißen mit Strahlquellen hoher Brillanz und örtlicher Leistungsmodulation. Zugl.: Aachen, Techn. Hochsch., Diss., Aachen: Shaker, 2012 (Berichte aus der Lasertechnik)
- [3] A. Patschger, J. Bliedtner, J.P. Bergmann: Process-limiting Factors and Characteristics of Laser-based Micro Welding. In: Physics Procedia 56 (2014) S. 740–749
- [4] M. Seiler, A. Patschger, J. Bliedtner: Investigations of Melt Pool Dynamics and Weld Seam Formation during Laser Micro Welding of Ultra-Thin Metal Sheets. In: Proc. of 34th International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics, Atlanta, Ga. 2015, Orlando, Fla.: Laser Institute of America, 2015.

# BEITRAG ZUR PROZESSEFFIZIENZ BEIM LASERAUFTRAGSCHWEIßEN

Michael Güpner, Jens Bliedtner

Ernst-Abbe-Hochschule Jena, Carl-Zeiss-Promenade 2, D-07745 Jena

Das Laserauftragschweißen ermöglicht den alternativen Aufbau von Werkzeugen durch das gezielte, lokalbegrenzte Auftragen funktionaler Schichten im Bereich der Wirkzone des Werkzeugs. Der Schichtauftrag kann dabei auf einem kostengünstigen, gutschweißbaren Substratwerkstoff erfolgen. Das Laserauftragschweißen ist von dem für thermische Bearbeitungsverfahren charakteristischen Bauteilverzug geprägt. Mit abnehmender Materialstärke sinkt der Widerstand des Bauteils gegen thermisch induzierten Verzug. Demzufolge verlangt speziell das gezielte, laserstrahlbasierte Beschichten von Bauteilen mit reduzierter Materialstärke nach einer thermisch angepassten und effizienten Prozessführung. Im Rahmen der Veröffentlichung wurde der Ansatz zur Reduzierung des Energieeintrages durch die Steigerung der Vorschubgeschwindigkeit verfolgt. Ferner wurde die Abhängigkeit des Bauteilverzuges von der Bearbeitungsstrategie untersucht.

## 1. Einleitung

Das pulverbasierte Laserauftragschweißen ist ein etabliertes, generatives Fertigungsverfahren zur Herstellung und Reparatur von Bauteilen im Werkzeug- und Formenbau. Die Technologie des Laserauftragschweißens ermöglicht die alternative Herstellung von Werkzeugen auf additivem Wege. Hierzu wird gezielt eine lokal begrenzte funktionale Schicht im Bereich der Wirkzone des Werkzeugs aufgebracht. Der Schichtauftrag erfolgt dabei auf einem kostengünstigen, gutschweißbaren Substratwerkstoff. Ferner besteht die Möglichkeit der Instandsetzung verschlissener oder defektbehafteter Werkzeuge.

Zur Steigerung der Effizienz des Auftragschweißprozesses wird in der industriellen Praxis häufig folgender Ansatz verfolgt. Um möglichst kurze Bearbeitungszeiten bei einem flächigen Auftrag zu erlangen, besteht die Zielstellung in der Reduzierung der Anzahl der Schweißspuren [1,2]. Die Prozessparameter sind demzufolge unter der Maßgabe der Maximierung der Spurbreite zu adaptieren. Daraus resultiert die Anwendung großer Fokusdurchmesser, hoher Leistungen und geringer Bearbeitungsgeschwindigkeiten. Dieser Ansatz der Prozessführung zieht einen enormen Energieeintrag ins Bauteil nach sich. Folglich wird das Substrat sehr hohen thermischen Belastungen ausgesetzt.

Das Laserauftragschweißen ist von dem für thermische Bearbeitungsverfahren charakteristischen Bauteilverzug geprägt. Der Bauteilverzug kann nicht eliminiert, aber durch eine thermisch angepasste Prozessführung reduziert werden. Mit abnehmender Materialstärke sinkt der Widerstand des Bauteils gegen den thermisch induzierten Bauteilverzug [3]. Demzufolge verlangt speziell das gezielte laserstrahlbasierte Beschichten dünnwandiger Bauteile oder von Werkzeugen mit reduzierter Materialstärke nach einer thermisch angepassten Prozessführung. Die Prozessführung ist so zu adaptieren, dass durch einen möglichst geringen Energieeintrag der thermisch induzierte Bauteilverzug minimiert wird.

Der zuvor beschriebene Ansatz zur Steigerung der Prozesseffizienz durch die Maximierung der Spurbreite kann demzufolge nicht auf das Auftrag-

schweißen von Bauteilen reduzierter Materialstärke übertragen werden. Ein alternativer Ansatz zur Erhöhung der Prozesseffizienz stellt die Steigerung der Bearbeitungsgeschwindigkeit dar. Eine hohe Bearbeitungsgeschwindigkeit birgt neben der Verkürzung der Bearbeitungsdauer den Vorteil der Reduzierung der Streckenenergie und folglich der Verringerung des thermisch induzierten Bauteilverzuges.

## 2. Grundlagen und Ansatz

Eine Indikationsgröße zur Bewertung der thermischen Belastung des Bauteils stellt die Streckenenergie dar. Der Energieeintrag je Streckeninkrement lässt sich aus dem Verhältnis von bereitgestellter Leistung zur Bearbeitungsgeschwindigkeit kalkulieren. Je größer der Betrag der Streckenenergie, desto höher ist die auf das Bauteil einwirkende, thermische Belastung. Daher besteht die Zielstellung zur Reduzierung des Bauteilverzuges stets in der Realisierung niedriger Streckenenergien.

Das Laserauftragschweißen erfordert, neben der Streckenenergie, im Vergleich zu herkömmlichen Schweißverfahren ohne Schweißzusatzwerkstoff, die Berücksichtigung einer weiteren charakteristischen Größe. Die Streckenmasse beschreibt die je Streckeninkrement eingebrachte Masse und ergibt sich aus dem Verhältnis von Pulvermassenstrom zu Vorschubgeschwindigkeit. Das Ziel der vorliegenden Untersuchungen bestand darin, jedem Werkstück das gleiche Maß an Energie und Masse zuzuführen, um eine Vergleichbarkeit zur Bewertung der Prozesseffizienz zu gewährleisten. Folglich wurde die Streckenmasse über alle Schweißversuche konstant auf den Betrag von 13,5 g/m gesetzt. Der Betrag der Streckenenergie wurde zu Beginn der Versuche auf einem Wert von 160 J/mm konstant gehalten. Zur Variation der Laserleistung wurde das gesamte Leistungsspektrum der Strahlquelle genutzt. Entsprechend der Leistungsänderung erfolgte die Adaption der Vorschubgeschwindigkeit und des Pulvermassenstromes bei konstanter Streckenmasse und Streckenenergie.

Anschließend wurde der Versuchsumfang mit vier weiteren Streckenenergien wiederholt (80, 100, 120, 140 J/mm). Die Reduzierung der Strecken-

energie erforderte durch die Erhöhung von Vorschubgeschwindigkeit und Pulvermassenstrom. Dadurch konnte die Streckenmasse konstant bei 13,5 g/m gehalten und die Streckenenergie bis auf 80 J/mm reduziert werden.

Als Maß für Qualität der Auftragschweißnaht wurde der Aufmischungsgrad berücksichtigt. Dieser beschreibt den Grad der Durchmischung des Schweißzusatzwerkstoffs mit dem Substratwerkstoff. Die Zielstellung des Beschichtens besteht in einem gezielten Volumenzuwachs. Daher ist die Auftragfläche zu maximieren und die Einschmelzfläche zu minimieren. Entsprechend zeichnen sich qualitativ hochwertige und effiziente Auftragschweißnähte durch niedrige Aufmischungsgrade im Bereich von 5 bis 30 % aus [4].

Die Berechnung des Prozesswirkungsgrades erfolgte auf Basis von Prozessparametern und thermophysikalischen Eigenschaften nach [5]. Als Messwerte fließen die Laserleistung  $P_B$ , die aufgenommene Masse  $\Delta m$  und die Einschmelzfläche  $A_2$  ein.

### 3. Versuchsaufbau

Als Basis des angewandten pulverbasierten Laserauftragschweißpaketes der Firma Trumpf Laser GmbH diente ein fasergeführter Scheibenlaser mit einer maximalen Ausgangsleistung von 4 kW. Die vorliegenden Ergebnisse wurden ausschließlich mit einem Fokusradius von 3 mm ermittelt. Weiterhin wurden eine koaxiale Dreistrahlpulverdüse und ein 6-Achs-Knickarmroboter genutzt.

Da die Motivation der experimentellen Untersuchungen sich aus dem alternativen Aufbau von Werkzeugen durch die Erzeugung funktionaler Schichten ableitet, wurde ein unlegierter, gutschweißbarer Substratwerkstoff der Werkstoffnummer 1.0330 ausgewählt. Zur Erzeugung einer Hartschicht erfolgte der Auftrag eines schwerschweißbaren, hochlegierten Schnellarbeitsstahls der Werkstoffnummer 1.3342.

Zwei- oder dreidimensionale Konturen entstehen aus der überlappenden Anordnung mehrerer Einzelspuren neben- und übereinander. Folglich stellt die Einzelspur das geometrische Grundelement im Bereich des Laserauftragschweißens dar. Daher ist es zielführend, die grundlegenden Zusammenhänge an Einzelspuren zu qualifizieren. Es wurden Substrate der Materialstärke von 4 mm untersucht. Alle durchgeführten Schweißungen wurden zweifach wiederholt.

Nach Abschluss der Charakterisierung der Einzelspuren wurden einzelne Parametersätze ausgewählt und auf zweidimensionale Beschichtungen angewendet. Als Bearbeitungsstrategien wurden zwei rasterförmige (uni- und bidirektional) und zwei radialsymmetrische (inside-out und outside-in) Anordnungen, bei einem konstanten Überlappungsgrad von 32 %, erprobt.

## 4. Ergebnisse und Diskussion

### 4.1 Definition des Prozessfensters

Das Prozessfenster wird anhand zweier Prozessgrenzen definiert. Die erste Prozessgrenze ist bei niedrigen Leistungswerten angesiedelt und ist an die Ausbildung des Schmelzbades gekoppelt. Das Kriterium hierfür stellt eine deutlich sichtbare Einschmelzzone dar, sodass ein metallurgischer Verbund von Schweißzusatz- und Substratwerkstoff bei entsprechender Schichthaftung gegeben ist (Abb. 1b). Weiterhin zeichnet sich der Prozessstart bei niedrigen Leistungen durch eine homogene, konvex geformte Nahtquerschnittsform aus.

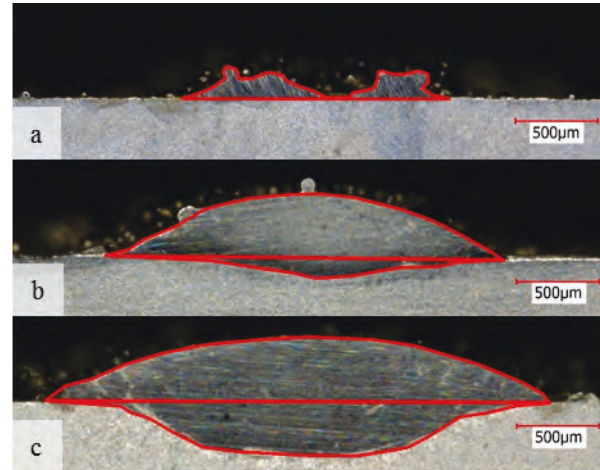


Abb. 1: Definition des Prozessfensters a) Prozessgrenze 1: kein metallurgischer Verbund b) Probe innerhalb der Prozessgrenzen und c) Prozessgrenze 2: Aufmischungsgrad größer 30 %

Bei geringeren Leistungswerten außerhalb des Prozessfensters unterliegt die Spurbreite sehr starken Schwankungen. Die Nahtquerschnittsform ist gebirgsartig zerklüftet und geprägt von Defekten (Abb. 1a). Die Geometrie weicht deutlich von der beschriebenen sphärischen Form innerhalb des Prozessfensters ab. Weiterhin ist kaum ein Einbrand im Substrat zu erkennen. Dies deutet auf ein sehr schmales und flaches Schmelzbad hin, sodass der zugeführte Schweißzusatzwerkstoff kaum metallurgisch angebunden werden kann.

Die Festlegung der weiteren, zur Vervollständigung des Prozessfensters notwendigen Prozessgrenze erfolgt an Hand des Aufmischungsgrades. Die Zielstellung beim Laserauftragschweißprozess besteht in einem Volumenzuwachs. Daher ist die Auftragfläche bei möglichst geringer Einschmelzfläche zu maximieren. Steigt der Aufmischungsgrad über einen Betrag von 30 % an, verlagert sich ein zu großer Anteil des aufgeschmolzenen Volumens in das Substrat (Abb. 1c). Der Beschichtungsprozess wird ineffizient.

Abb. 2 illustriert den Aufmischungsgrad in Abhängigkeit der Streckenenergie und der Bearbeitungsgeschwindigkeit. Wird der gesamte dargestellte Probenumfang berücksichtigt, wächst der Aufmischungsgrad aller Streckenenergien nicht linear mit steigender Vorschubgeschwindigkeit an. Bei höheren Vorschubgeschwindigkeiten nähert sich der Aufmischungsgrad, streckenenergiespezifisch, asymptotisch einem Grenzwert. Die eingerahmten, in

schwarzer Farbe dargestellten Messpunkte der fünf Graphen kennzeichnen die Messwerte, die innerhalb des Prozessfensters liegen. Die Ausbildung einer metallurgischen Anbindung zwischen Pulver und Substrat beginnt bei allen Streckenenergien ab einer Intensität von  $1,4 \cdot 10^4 \text{ W/cm}^2$ . Dies entspricht einer Laserleistung von ca. 1 kW. Infolge der Variation der der Streckenenergie ergeben sich allerdings verschiedene Bearbeitungsgeschwindigkeiten, welche die erste Prozessgrenze definieren.

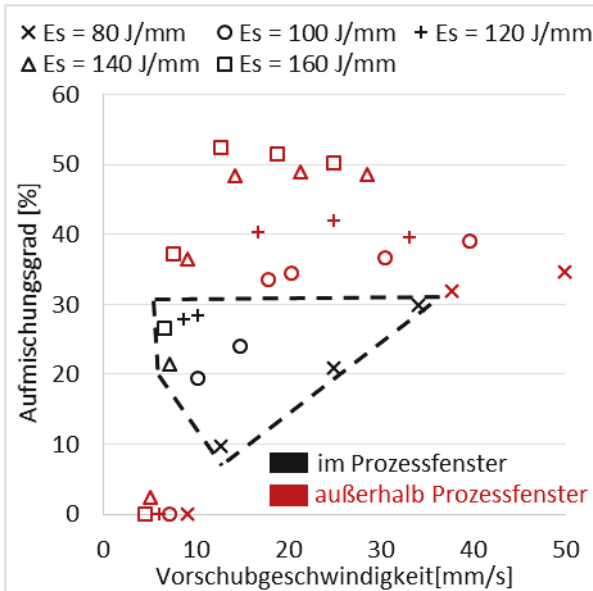


Abb. 2: Ermittelttes Prozessfenster

Mit steigender Streckenenergie wächst der Aufmischungsgrad deutlich schneller an. Folglich wird die zweite Prozessgrenze, mit zunehmender Streckenenergie, bei sehr niedrigen Bearbeitungsgeschwindigkeiten (ca. 10 mm/s) erreicht. Die Reduzierung der Streckenenergie führt zur Verbreiterung des Prozessfensters. Demzufolge können qualitativ hochwertige Auftragschweißnähte, unter Anwendung der geringsten Streckenenergie von 80 J/mm, bei deutlich höheren Bearbeitungsgeschwindigkeiten von 12 bis zu 35 mm/s generiert werden.

#### 4.2 Prozesswirkungsgrad und Schmelzleistung

Der Prozesswirkungsgrad lässt sich durch das Verhältnis von Schmelzleistung zu bereitgestellter Leistung kalkulieren. Grundsätzlich steigt der Prozesswirkungsgrad aller Streckenenergien progressiv mit wachsender Bearbeitungsgeschwindigkeit an (Abb. 3). Ein zunehmender Anteil der eingestrahlten Leistung wird folglich für das Erschmelzen von Substrat und Schweißzusatzwerkstoff aufgewendet. Die Steigerung des Prozesswirkungsgrades, trotz konstanter Streckenmasse und Streckenenergie, ist auf den Anstieg der eingestrahlten Intensität zurückzuführen. Alle Schweißungen wurden mit einem konstanten Fokussdurchmesser von 3 mm bewerkstelligt. Folglich wächst proportional zur Steigerung der Bearbeitungsgeschwindigkeit, bei konstanter Streckenenergie, die Intensität. Ferner steigt mit wachsender Leistung die Energiedeposition in Substrat- und Schweißzusatzwerkstoff kontinuierlich an, was sich

unter anderem in der Erhöhung der Spurbreite widerspiegelt.

Die Leistungsbilanz ermöglicht ferner die Quantifizierung der Leistungsanteile, welche zur Erzeugung des Schmelzbades und zum Erschmelzen des Schweißzusatzwerkstoffes genutzt werden. Abb. 4 illustriert für alle erprobten Streckenenergien die Schmelzleistungen bei einer konstanten eingestrahlten Intensität von  $4,3 \cdot 10^4 \text{ W/cm}^2$ . Die grünen Bereiche der Säulen verkörpern die Schmelzleistung des Schweißzusatzwerkstoffes, die Roten die Schmelzleistung zur Erzeugung des Schmelzbades.

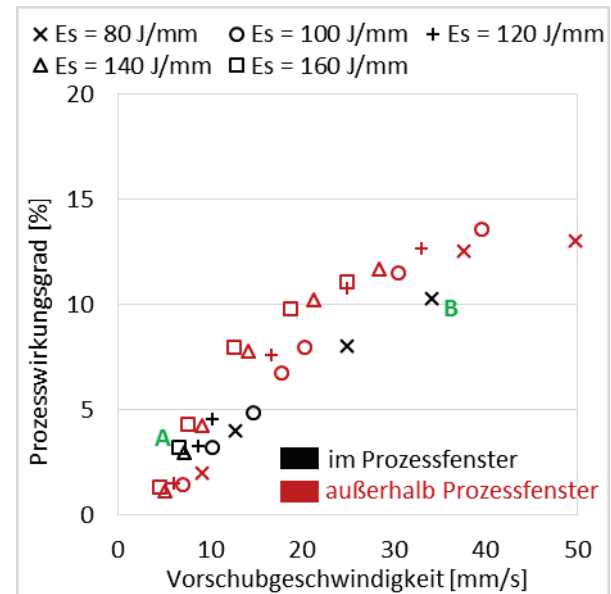


Abb. 3: Prozesswirkungsgrad in Abhängigkeit von Bearbeitungsgeschwindigkeit und Streckenenergie

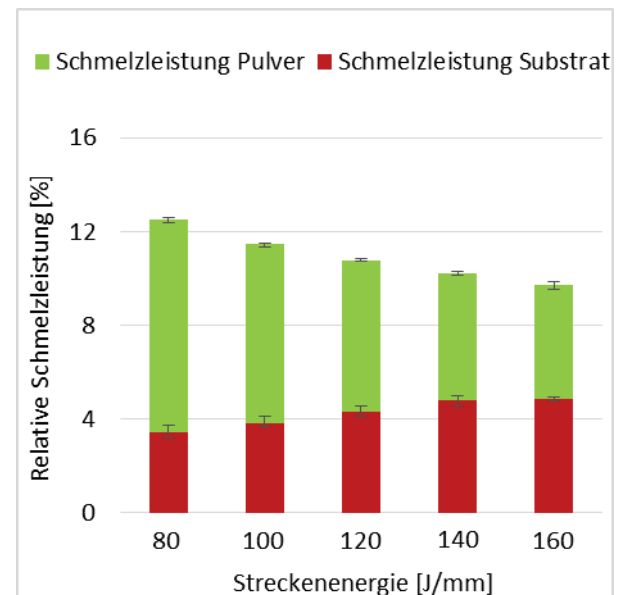


Abb. 4: Schmelzleistung in Abhängigkeit der Streckenenergie bei konstanter Streckenmasse und Intensität

Die Beträge der relativen Gesamtschmelzleistung, welche mit dem Prozesswirkungsgrad gleichzusetzen sind, wachsen proportional zur Verringerung der Streckenenergie. Abb. 4 verdeutlicht weiterhin, dass der Anteil der Leistung, welcher zum Erschmelzen des Substrats, also zur Erzeugung des Schmelzba-



des aufgewendet werden muss, sich durch die Reduzierung der Streckenenergie verringert. Folglich wird ein größerer Anteil der Gesamtschmelzleistung zum Erschmelzen des Schweißzusatzwerkstoffs genutzt und dient dem Volumenzuwachs bzw. dem Schichtaufbau.

Die Reduzierung der Streckenenergie birgt unter dem Gesichtspunkt der Energieeffizienz deutliche Vorteile. Besonders innerhalb des ermittelten Prozessfensters kann bei insgesamt höheren Prozesswirkungsgraden ein größerer Anteil an eingestrahelter Leistung für den Schichtaufbau genutzt werden.

Bezüglich der erreichbaren geometrischen Abmessungen der Auftragschweißspuren ergeben sich keine Nachteile aus der Reduzierung der Streckenenergie. Innerhalb des Prozessfensters werden wegen der höheren Prozesswirkungsgrade trotz geringerer Streckenenergien bei deutlich größeren Bearbeitungsgeschwindigkeiten vergleichbare bis größere Spurbreiten und -höhen erreicht.

#### 4.3 Anwendung ausgewählter Prozessparameter auf zweidimensionale Beschichtungen

Auf Basis von je einem Parametersatz für die Streckenenergien von 80 und 160 J/mm (siehe Abb. 2: A und B), im Bereich von Prozessgrenze 2, erfolgten die zweidimensionalen Beschichtungsversuche.

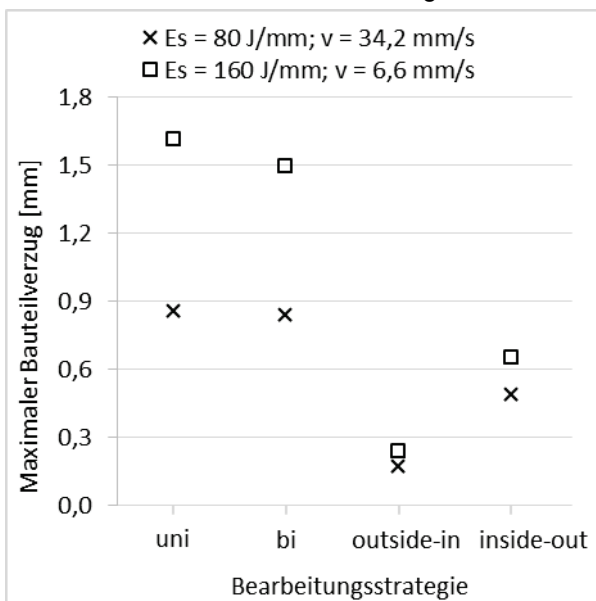


Abb. 5: Maximaler Bauteilverzug in Abhängigkeit der Bearbeitungsstrategie und der Streckenenergie

Die Zielstellung bestand in der Qualifizierung des Bauteilverzuges. Dazu wurden vier unterschiedliche Bearbeitungsstrategien untereinander und zwei Streckenenergien innerhalb einer Bearbeitungsstrategie erprobt.

Die Anwendung der geringen Streckenenergie führte bei allen Bearbeitungsstrategien zur deutlichen Reduzierung des maximalen Bauteilverzuges im Vergleich zur höheren Streckenenergie (Abb. 5). Folglich bewirkt die Reduzierung des Energieeintrages durch die Erhöhung der Bearbeitungsgeschwindigkeit eine verringerte thermische Belastung des Bau-

teils während des Beschichtungsprozesses. Weiterhin können Beschichtungen in Folge der fünffach höheren Bearbeitungsgeschwindigkeiten in deutlich kürzerer Zeit hergestellt werden, was die Effizienz des Prozesses deutlich steigert.

Eine weitere Reduzierung des Bauteilverzuges kann über die Auswahl der Bearbeitungsstrategie erfolgen. Besonders die radiärsymmetrischen Bearbeitungsstrategien zeigen um bis zu fünffach geringere Beträge für den maximalen Bauteilverzug im Vergleich zu den rasterförmigen Strategien (bei konstanter Streckenenergie). Durch die stetige Rotation der Einzelspuren um  $90^\circ$  erfolgt der Energieeintrag ins Substrat homogener und auf einer größeren Fläche des Bauteils. Das Bauteil wird folglich verhältnismäßig gleichförmig durchgewärmt.

#### 5. Zusammenfassung

Die Reduzierung der Streckenenergie durch die Erhöhung der Bearbeitungsgeschwindigkeit ergab innerhalb des ermittelten Prozessfensters deutliche Vorteile. In Folge des größeren, nutzbaren Leistungsspektrums konnte eine effizientere Bearbeitung bei höheren Prozesswirkungsgraden realisiert werden. Die Wirtschaftlichkeit des Beschichtungsprozesses konnte durch bis zu fünffach höhere Bearbeitungsgeschwindigkeiten deutlich gesteigert werden.

Ebenso gelang die Steigerung der Prozesseffizienz aus energetischer Sicht, da ein wachsender Anteil der Schmelzleistung zum Aufschmelzen des Schweißzusatzwerkstoffs aufgewendet wurde und dabei ein Schmelzbad geringer Spurtiefe entstand. Weiterhin führte die Erhöhung der Bearbeitungsgeschwindigkeit zur Reduzierung des Energieeintrags im Bauteil, wodurch der Bauteilverzug reduziert werden konnte. Durch die Anwendung radiärsymmetrischer Bearbeitungsstrategien konnte der Bauteilverzug weiter reduziert werden.

#### Literaturverzeichnis

- [1] Grünwald, B. Verfahrensoptimierung und Schichtcharakterisierung beim einstufigen Cermet-Beschichten mittels CO<sub>2</sub>-Hochleistungslaser, Dissertation. Universität Stuttgart. (1996).
- [2] Tuominen, J., Hayhurst, P., Eronen, V., Vuoris-to, P. & Mäntylä, T. Comparison of multi-feed and off axis high power diode laser (HPDL) cladding, in Proc. of SPIE Vol. 4973, San Jose, CA, USA, (2003), 116 - 127.
- [3] Schulze, G. Die Metallurgie des Schweißens, 4. Aufl., Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, (2010), 244pp.
- [4] Hügel, H., Graf, T. Laser in der Fertigung: Grundlagen der Strahlquellen, Systeme, Fertigungsverfahren. 2. Aufl., Springer Vieweg, Wiesbaden, (2009), 306pp.
- [5] Ott, A., Oberflächenmodifikation von Aluminiumlegierungen mit Laserstrahlung: Prozessverständnis und Schichtcharakterisierung, Dissertation. Universität Stuttgart. (2010).

# EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN ZUM BOHREN VON MIKROLÖCHERN MIT ULTRAKURZPULSLASERSTRAHLUNG

Andreas Gruner, Jörg Schille, Udo Löschner  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

In dieser Studie werden Ergebnisse zum Perkussionsbohren von Mikrolöchern in Edelstahl AISI 304 vorgestellt. In den Untersuchungen wurde eine Femtosekunden-Laserquelle eingesetzt, die bei einer Wellenlänge von 1030 nm Pulse mit einer wählbaren Dauer von 220 fs bis 10 ps kurze emittiert, wobei die Strahlfleckgröße 31  $\mu\text{m}$  betrug. Wichtige prozessbeeinflussende Parameter, wie Pulsenergie, Pulswiederholfrequenz und Pulslänge wurden in einem weiten Bereich variiert und ihre Auswirkung sowohl auf die Bohrungsgeometrie mit den Kriterien Bohrungsdurchmesser, Rundheit und Wandwinkel als auch auf die Bohrlochqualität im Hinblick auf thermische Veränderungen und Schmelzablagerungen evaluiert. Zu Beginn wurde die notwendige Pulsanzahl zum Durchbohren verschiedener Materialstärken im Bereich von 100  $\mu\text{m}$  bis 500  $\mu\text{m}$  ermittelt. Dabei stellte sich heraus, dass die Ausbildung der Mikrobohrungen stark vom Polarisationszustand der Laserstrahlung beeinflusst wird. Die Untersuchungen erfolgten deshalb mit zirkular polarisierter Laserstrahlung. Letztendlich wurden optimale Parameterbereiche identifiziert, die höchstmögliche Bohrungsqualität bei hoher Bohrgeschwindigkeit ermöglichen.

## 1. Einleitung

Das Laser-Perkussionbohren hat aufgrund seines breiten Spektrums potentieller industrieller Anwendungen vor allem im Bereich Automotive aber auch für Mikrofluidsysteme und biomedizinische Applikationen zunehmend an Bedeutung gewonnen. In der Vergangenheit hat sich zudem gezeigt, dass insbesondere UKP-Lasersysteme für die Fertigung von qualitativ hochwertigen Mikrobohrungen mit hohem Aspektverhältnis prädestiniert sind [1-3]. Dies liegt vor allem an den besonderen Eigenschaften ultrakurzer Laserpulse wie z.B. eine genau definierte Abtragschwelle, eine geringe thermische Belastung des Grundwerkstoffes und die Minimierung von Plasma-Shielding-Effekten. Gerade im Hinblick auf Produktivität und Durchsatz als wesentliche Einflussfaktoren im industriellen Einsatz wurden neben qualitativen Gesichtspunkten in den letzten Jahren UKP-Lasersysteme mit hoher mittlerer Leistung und Pulswiederholfrequenz entwickelt und für Laserbohranwendungen eingesetzt. In grundlegenden wissenschaftlichen Untersuchungen auf diesem Gebiet hat sich gezeigt, dass trotz der günstigen Eigenschaften von UKP-Laserstrahlung Plasma- und Partikelabschirmungseffekte sowie Wärmeakkumulation den Bohrprozess signifikant beeinflussen [4-7]. Die genannten Abschirmeffekte treten dabei vor allem im Bereich ab 200-300 kHz und darüber hinaus auf. In Abhängigkeit der Fluenz, der Pulswiederholfrequenz und des verwendeten Materials bilden sich in diesem Zeitregime infolge eines Laserpulses Plasma und Partikel in der Kavität, wodurch die weiteren Laserpulse teilweise reflektiert, gestreut bzw. absorbiert werden. Dies führt zu einer geringeren Abtrageffizienz und damit zu einer höheren Prozesszeit. Mit Zunahme der Pulswiederholfrequenz bis in den MHz-Bereich hinein gewinnen Wärmeakkumulationseffekte zunehmend an Bedeutung und kompensieren die Abschirmeffekte, wodurch die Abtrageffizienz meist steigt. Allerdings wirkt sich der damit einhergehende größere Schmelzanteil negativ auf die Bohrlochqualität aus. Dies ist das Ergebnis hoher thermischer Belastung des Grundmaterials,

weil bei sehr hohen Pulswiederholfrequenzen das Zeitintervall zwischen den Pulsen für eine adäquate Abkühlung des Substrates zu kurz ist. Somit kommt es zu einem kontinuierlichen Anstieg der Temperatur an der Materialoberfläche im Bereich der Wechselwirkungszone [8-10].

In dieser Veröffentlichung werden Ergebnisse zum Bohren von Mikrolöchern in AISI 304 mittels hochrepetierender UKP-Laserstrahlung detailliert diskutiert.

## 2. Experimentelle Details

Für die Untersuchungen stand ein hochrepetierender fs-Festkörperlaser (Pharos 15-1000) zur Verfügung. Um Richtungsabhängigkeiten bei der Bearbeitung auszuschließen, wurde die von der Laserquelle emittierte linear polarisierte Strahlung mittels  $\lambda/4$ -Plättchen in eine zirkulare Polarisation überführt. In Verbindung mit der eingesetzten f-theta-Optik mit einer Brennweite von 167 mm konnte ein Fokusradius von 15,5  $\mu\text{m}$  realisiert werden.

Die maximal verfügbare Pulsenergie von 115  $\mu\text{J}$  sank aufgrund der begrenzten mittleren Leistung des Lasers mit zunehmender Pulswiederholfrequenz gemäß folgender Formel linear ab:

$$Q_p = \frac{P_{av}}{f}$$

Die maximale Fluenz ergab sich damit zu:

$$H_{max} = \frac{2 \cdot Q_p}{\pi \cdot w_0^2}$$

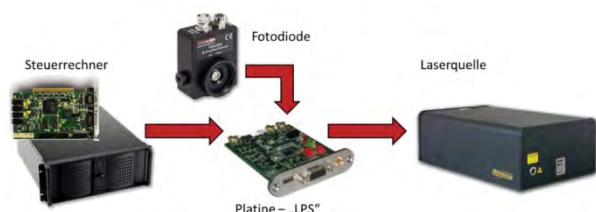


Bild 1: Verknüpfung der Komponenten für die Prozesssteuerung.

Die pulsgenaue Detektion des Durchbohrens erfolgte mit einem eigens entwickelten Messsystem, das die emittierten Pulse zählt und durch Strahlungsdetektion bei Durchbohrung mittels unter der Probe positionierter Fotodiode den Laser abschaltet oder noch eine wählbare Anzahl zusätzlicher Pulse passieren lässt (siehe Bild 1).

Um die erzielten Ergebnisse statistisch auswerten zu können, wurden bei jedem untersuchten Parametersatz jeweils 10 Bohrungen generiert.

### 3. Ergebnisse und Diskussion

#### 3.1. Einfluss der Fluenz und der Pulswiederholfrequenz

Zuerst wurde untersucht, wie sich die zum Durchbohren einer Edelstahlprobe der Dicke 0,1 mm minimal notwendige Pulsanzahl in Abhängigkeit der eingesetzten Fluenz verändert.

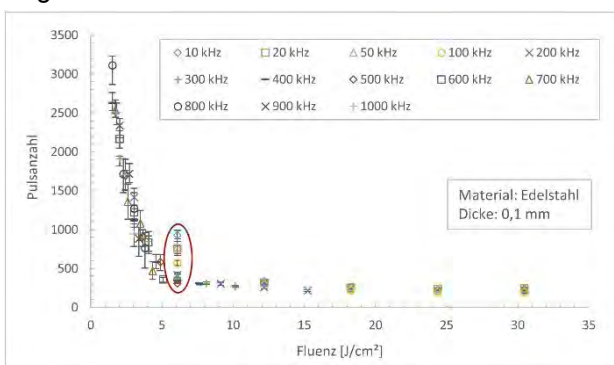


Bild 2: Pulsanzahl in Abhängigkeit der Fluenz bei einer Pulslänge  $t_p = 220$  fs.

Bild 2 zeigt, dass sich die Pulsanzahl ab einer Fluenz von ca.  $15 \text{ J/cm}^2$  für die in diesem Bereich untersuchten Pulswiederholfrequenzen von 10 kHz bis 100 kHz nur noch minimal reduziert. Eine Steigerung der Fluenz hat oberhalb dieses Bereichs nur noch einen marginalen Einfluss auf die Prozessgeschwindigkeit. Demgegenüber steigt die Pulsanzahl und damit auch die Bearbeitungszeit bei Fluenzen  $< 6 \text{ J/cm}^2$  nahezu exponentiell an. Bei konstanter Fluenz ist der Einfluss der Pulswiederholfrequenz sichtbar. Mit steigender Frequenz sinkt die Pulsanzahl und damit die Prozesszeit aufgrund von Wärmeakkumulation deutlich ab (siehe Bild 2 bei einer

Fluenz von  $6 \text{ J/cm}^2$ ). Allein durch die Erhöhung der Frequenz kann die Bearbeitungszeit um den Faktor 150 reduziert werden (siehe Bild 3, letzte Zeile).

Am Beispiel einer Fluenz von  $6 \text{ J/cm}^2$  sind in Bild 3 rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Bohrlochein- und -austritten dargestellt. Es ist zu erkennen, dass der Anteil erstarrter Schmelze im Bereich des Strahleintritts mit zunehmender Pulswiederholfrequenz signifikant zunimmt. Auch am Strahlaustritt haben sich Schmelztröpfchen abgesetzt. Durch die Erhöhung der Frequenz ist die Zeit zwischen den einzelnen Pulsen zu kurz, damit sich das Material auf das ursprüngliche Temperaturniveau abkühlen kann. Mit jedem folgenden Puls steigt somit die Prozesstemperatur weiter an, womit auch der Schmelzanteil bei der Bearbeitung massiv zunimmt. Dieser als Wärmeakkumulation bezeichnete Effekt wirkt sich deshalb negativ auf die Qualität der erzeugten Bohrungen aus. Weiterhin kann beobachtet werden, dass sowohl der Eintrittsdurchmesser als auch der Austrittsdurchmesser mit zunehmender Frequenz abnimmt. Auch hier spielt die beim Prozess vermehrt auftretende Schmelze eine Rolle. Diese setzt sich wieder an der Bohrungswand ab und erstarrt.

#### 3.2. Einfluss der Pulsdauer

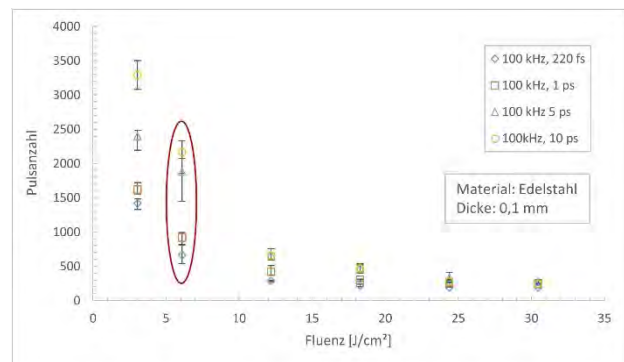


Bild 4: Pulsanzahl in Abhängigkeit der Fluenz bei einer Pulswiederholfrequenz von  $f_p = 100$  kHz.

Bild 4 dokumentiert den Einfluss der Pulslänge auf den Bohrprozess. Entscheidend für einen quantitativen Unterschied ist die eingesetzte Fluenz. Sind die Unterschiede bei  $30 \text{ J/cm}^2$  noch relativ gering, so

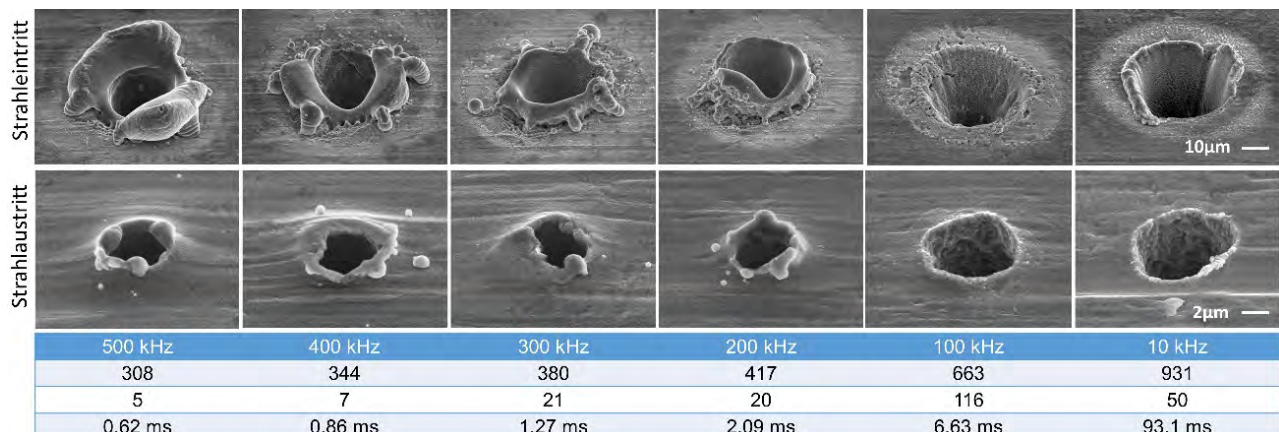


Bild 3: REM-Aufnahmen von Strahlein- und -austritt,  $t_p = 220$  fs,  $H_{\max} = 6 \text{ J/cm}^2$  (1. Zeile: Pulswiederholfrequenz, 2. Zeile: Pulsanzahl, 3. Zeile: Standardabweichung der Pulsanzahl, 4. Zeile: Bearbeitungszeit).

nehmen diese mit abnehmender Fluenz signifikant zu. Allgemein kann beobachtet werden, dass mit höherer Pulsdauer mehr Pulse zum Durchbohren der Probe benötigt werden. Bei einer Fluenz von  $6 \text{ J/cm}^2$  werden bei einer Pulsdauer von 10 ps 3,5 mal mehr Pulse für eine Durchbohrung des Materials im Vergleich zu einer Pulslänge von 220 fs benötigt. Erklären lässt sich dies mit der geringeren Pulsspitzenleistung bedingt durch die zeitliche Streckung der Pulse. Allgemein kann auch beobachtet werden, dass die Standardabweichung bei der Pulsanzahl mit längerer Pulsdauer tendenziell zunimmt.

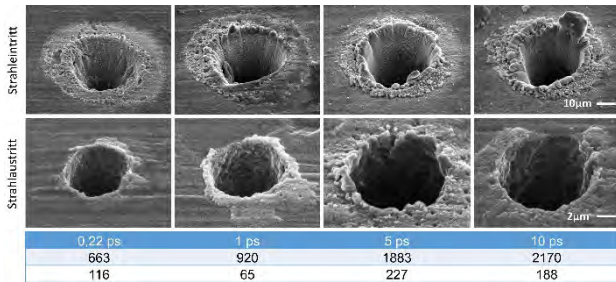


Bild 5: REM-Aufnahmen von Strahlein- und -austritt,  $f_P = 100 \text{ kHz}$ ,  $H_{\max} = 6 \text{ J/cm}^2$  (1. Zeile: Pulsdauer, 2. Zeile: Pulsanzahl, 3. Zeile: Standardabweichung der Pulsanzahl).

Die REM-Aufnahmen in Bild 5 zeigen den Einfluss der Pulslänge auf die Bohrlochgeometrie. Mit zunehmender Pulsdauer ist sowohl bei Strahleintritt als auch -austritt eine Zunahme des Schmelzanteils zu erkennen. Das Grundmaterial erhitzt sich aufgrund der zeitlich längeren Pulse deutlich mehr, was zur Folge hat, dass während des Bearbeitungsprozesses die lokal vorherrschende Temperatur die Schmelztemperatur übersteigt und damit Gefügeveränderungen und Schmelzbildung die Qualität der Bohrung merklich herabsetzen. Verstärkt wird dieser Effekt zusätzlich durch die höhere zum Durchbohren benötigte Pulsanzahl. Weiterhin ist zu erkennen, dass der Austrittsdurchmesser mit längerer Pulsdauer zunimmt. Auch hier liegt die Ursache vermutlich in der im Vergleich zur kürzeren Pulsdauer größeren Menge deponierter Energie im Material, wodurch auch in weiter außen liegenden Bereichen des Bohrloches Material aufgeschmolzen und abgetragen wird.

### 3.3. Einfluss der Materialstärke

In einem nächsten Schritt wurde untersucht, wie sich die zum Durchbohren notwendige Pulsanzahl in Abhängigkeit der Materialstärke verändert. Dazu wurden Edelstahlbleche der Dicken 0,1 mm bis 5 mm mit unterschiedlichen Fluenzen durchbohrt. Dabei hat sich gezeigt, dass die Pulsanzahl mit größer werdender Probendicke für alle untersuchten Fluenzen exponentiell zunimmt (siehe Bild 6).

Die Pulsanzahl selbst nimmt mit größer werdender Fluenz erwartungsgemäß deutlich niedrigere Werte an. Der Zusammenhang dieser beiden Größen ist näherungsweise linear. Weiterhin kann beobachtet werden, dass die Streuung der Ergebnisse mit steigender Materialdicke ebenfalls stark zunimmt.

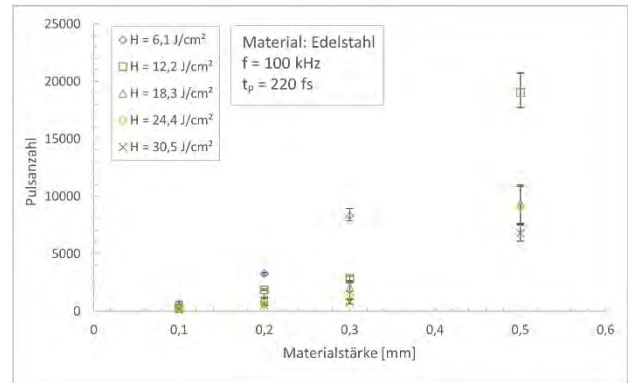


Bild 6: Pulsanzahl in Abhängigkeit der Materialstärke für verschiedene Fluenzen.

Die genannten Beobachtungen zeigen, dass der Puls-zu-Puls Abtrag mit zunehmender Bohrlochtiefe kontinuierlich abnimmt. Für dieses Verhalten kommen Mehrfachreflexionen und damit Defokussierung des Laserstrahles an der Kapillarwand, Plasma- und Partikel-Shielding-Effekte und unvollständigen Schmelzaustrieb vom Bohrlochgrund in Betracht.

### 3.4. Einfluss zusätzlicher Pulse

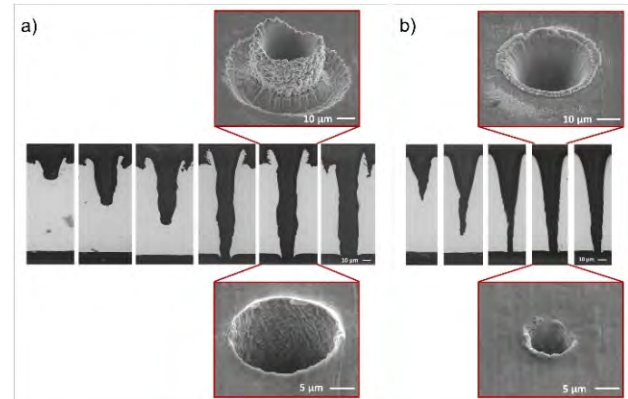


Bild 7: Querschliffe und REM-Aufnahmen einer 0,1 mm dicken Edelstahlprobe: a)  $H_{\max} = 30,5 \text{ J/cm}^2$ ,  $f = 10 \text{ kHz}$ ,  $N = 50, 100, 150, 200, 300, 400$  (v.l.n.r.) b)  $H_{\max} = 3 \text{ J/cm}^2$ ,  $f = 100 \text{ kHz}$ ,  $N = 500, 1000, 1500, 2000, 2500$  (v.l.n.r.).

Anhand zweier verschiedener Parametersätze wurde der Einfluss zusätzlicher Pulse nach detektierter Durchbohrung näher untersucht. Bild 7 zeigt REM-Aufnahmen und Querschliffbilder in 0,1 mm dickem Edelstahl, die die Bohrlochentwicklung während des Prozesses demonstrieren und genauere Informationen hinsichtlich Wandungsgeometrie, Taperwinkel und Bohrungsqualität liefern. Die Bohrungen, die mit einer Fluenz von  $30,5 \text{ J/cm}^2$  und einer Pulswiederholungsfrequenz von 10 kHz erzeugt wurden (Bild 7a), weisen eine mehr oder weniger raue und irreguläre Wandungsgeometrie in Verbindung mit einem Schmelzgrat bzw. einer Wand aus erstarrter Schmelze am Eintritt auf. Dies lässt auf Schmelzaustrieb als vorherrschenden Abtragprozess schließen. Der Dampfdruck beim Bohrprozess ist dabei eher gering, sodass die Schmelze in Form von Tröpfchen ausgetrieben wird. Dabei lagern sich die Tröpfchen, die auf der Materialoberfläche verbleiben

in Form der beobachteten Schmelzwallstruktur an [11, 12]. Die Grathöhe wächst im untersuchten Bereich kontinuierlich mit zunehmender Pulsanzahl an. Ist der Bohrungsdurchbruch erfolgt, steigt mit weiter zunehmender Pulsanzahl der Austrittsdurchmesser weiter an, weil im Wandbereich der Bohrung weiterhin Material abgetragen wird. Der Taperwinkel sinkt damit von ursprünglich  $7^\circ$  auf  $5^\circ$ . Mit zunehmender Prozessdauer findet zudem eine Glättung der Bohrungswandung statt.

Bild 7b zeigt die Bohrlochentwicklung bei einer Fluenz  $H_{\max} = 3 \text{ J/cm}^2$  und einer Pulswiederholfrequenz von  $f = 100 \text{ kHz}$ . Bei diesem Arbeitsregime ist die Wandungsstruktur der Bohrungen sehr ebenmäßig und gratfrei mit scharf abgegrenztem Bearbeitungsbereich. Dies ist ein Hinweis darauf, dass bei diesem Regime Materialverdampfung als vorherrschender Abtragmechanismus auftritt, einhergehend mit einem geringen Anteil an Schmelzentwicklung. Die erzielte Lochstruktur weist einen charakteristischen Taperwinkel von etwa  $10^\circ$  auf. Im Bereich des Bohrungsaustritts ist ein etwas engerer Kanal zu erkennen. Dieser Kanalisierungseffekt wird wahrscheinlich durch Mehrfachreflektion des Laserstrahls an den Bohrungswänden hervorgerufen, wodurch es zu Intensitätsschwankungen und einer Strahldefokussierung im Bohrloch kommen kann. Somit konnten sehr kleine Austrittsdurchmesser realisiert werden, die im Bereich zwischen  $5 \mu\text{m}$  und  $10 \mu\text{m}$  liegen und deutlich kleiner als der Fokusedurchmesser von  $30 \mu\text{m}$  sind. Zudem wurde beobachtet, dass mit zunehmender Pulsanzahl nur eine geringe Vergrößerung des Austrittsdurchmessers auftrat.

#### 4. Zusammenfassung

In dieser Studie wurden umfangreiche Versuche zum Laserperkussionsbohren unter Variation prozessrelevanter Parameter wie Pulswiederholfrequenz, Fluenz und Pulsdauer durchgeführt. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass sich Quantität und Qualität der Bohrlochgeometrien diametral gegenüberstehen. Die qualitativ hochwertigsten Bohrungen konnten mit niedriger Fluenz ( $< 10 \text{ J/cm}^2$ ) und Frequenz ( $\leq 100 \text{ kHz}$ ) generiert werden. Wenn allein der Durchsatz zählt und die Qualität der Bohrungen eine untergeordnete Rolle spielt, konnte bei einer Frequenz von  $500 \text{ kHz}$ , einer Fluenz von  $6 \text{ J/cm}^2$  und einer Materialdicke von  $0,1 \text{ mm}$  eine Durchgangsbohrung in  $0,6 \text{ ms}$  generiert werden.

#### Danksagung

Die Autoren danken dem Europäischen Sozialfond für Deutschland (ESF) für die Finanzierung der Nachwuchsforschergruppe UltraLas (Projektnummer: 8231016).

#### Literaturverzeichnis

- [1] G. Kammlage, T. Bauer, A. Ostendorf, B.N. Chichkov: Deep drilling of metals by femtosecond pulses. *Appl. Phys. A* 77 (2003), 307-310.
- [2] C. Föhl, F. Dausinger: High precision deep drilling with ultrashort pulses. Fourth International Symposium on laser Precision Microfabrication. International Society for Optics and Photonics (2003).
- [3] A. Weck, T.H.R. Crawford, D.S. Wilkinson, H.K. Haugen, J.S. Preston: Laser drilling of high-aspect ratio holes in copper with femtosecond, picosecond and nanosecond pulses. *Appl. Phys. A* 90 (2008), 537-543.
- [4] A. Ancona, F. Röser, K. Rademaker, J. Limpert, S. Nolte, A. Tünnermann: High speed laser drilling of metals using a high repetition rate, high average power ultrafast fiber CPA system. *OPTICS EXPRESS Vol. 16, No. 12.* (2008)
- [5] A. Ancona, S. Döring, C. Jauregui, F. Röser, J. Limpert, S. Nolte, A. Tünnermann: Femtosecond and picosecond laser drilling of metals at high repetition rates and average powers. *OPTIC LETTERS Vol. 34, No. 21* (2009), 3304-3306.
- [6] F. Di Niso, C. Gaudio, T. Sibillano, F.P. Mezapesa, A. Ancona, P.M. Lugarà: Influence of the repetition rate and pulse duration on the incubation effect in multiple-shots ultrafast laser ablation of steel. *Physics Procedia* 41 (2013), 698-707.
- [7] J. Finger, M. Reininghaus: Effect of pulse to pulse interactions on ultra-short pulse laser drilling of steel with repetition rates up to  $10 \text{ MHz}$ . *Optics express* 22.15 (2014), 18790-18799.
- [8] J. Schille: Investigation of micromachining using a high repetition rate femtosecond fibre laser, Ph.D. Thesis, The University of Manchester, UK (2013).
- [9] R. Weber, T. Graf, P. Berger, V. Onuseit, M. Wiedenmann, C. Freitag, A. Feuer: Heat accumulation during pulsed laser materials processing, *Opt. Express* 22(9) (2014), 11312-11324.
- [10] F. Bauer, A. Michalowski, T. Kiedrowski, S. Nolte: Heat accumulation in ultra-short pulsed scanning laser ablation of metals. *Opt. Express* 23(2) (2015), 1035-1043.
- [11] A. Michalowski, D. Walter, F. Dausinger, T. Graf: Melt dynamics and hole formation during drilling with ultrashort pulses. *J. Laser Micro/Nanoengineering*, 3(3) (2008), 211-215.
- [12] V.V. Semak, J.G. Thomas, B.R. Campbell: Drilling of steel and HgCdTe with the femtosecond pulses produced by a commercial laser system. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 37 (2004), 2925-2931.



Europäische Union

Europa fördert Sachsen



Europäischer Sozialfonds

# VERGLEICHENDE UNTERSUCHUNGEN ZUM ABTRAG VON STAHL UND EISEN MIT PIKOSEKUNDENLASERPULSEN IM BURST-MODUS

Daniel Metzner, Peter Lickschat und Steffen Weißmantel  
 Laserinstitut Hochschule Mittweida, Schillerstraße 10, D-09648 Mittweida

Es werden Ergebnisse präsentiert, die sich mit der Bearbeitung von Stahl bzw. Eisen mit Pikosekundenlaserpulsen im Burst-Modus beschäftigen. In vorangegangenen Untersuchungen zeigten sich bei der Bearbeitung von Stahl im Burst-Modus unterschiedliche Effekte, die es genauer zu untersuchen gilt. Aus diesem Grund wurden identische Versuche auf Reinst Eisen und Stahl durchgeführt, um zu klären, ob sich Eisen identisch wie Stahl abtragen lässt. Die Motivation dahinter ist, dass versucht werden soll, auftretende Phänomene bei der Burst-Bearbeitung mit Hilfe von Simulationen zu erklären. Die Simulationen sollen dabei anhand des Werkstoffes Eisen erfolgen, da hierfür die benötigten Materialparameter verfügbar sind. Es zeigte sich bei den durchgeführten Versuchen, dass bei der Bearbeitung von Eisen bzw. Stahl nur geringfügige Unterschiede auftreten. Es konnte sowohl ein reduziertes Ablationsvolumen bei wenigen Pulsen im Burst als auch ein erhöhtes Ablationsvolumen bei mehreren Pulsen im Burst ermittelt werden. REM-Aufnahmen der Ablationsbereiche zeigen nahezu identische Ablationsstrukturen bei beiden Materialien.

## 1. Einleitung

Der Ablationsprozess von Metallen im Burst-Modus ist aufgrund der hohen Wärmeakkumulation und Plasmainduzierung ein physikalisch sehr komplexer Vorgang. Frühere Versuche mit Flächenabtrag im Burst-Modus auf Stahl zeigten, dass in bestimmten Parameterbereichen ein hoher Materialabtrag sowie sehr glatte Materialoberflächen umgesetzt werden können [1]. Um den Einfluss der Wärmeakkumulation sowie laserinduzierter Plasmaentwicklung auf den Ablationsprozess zu untersuchen, wurden Krater auf Reinst Eisen und Stahl erzeugt. Es wurde dabei die Fluenz pro Puls im Bereich von 0,5 J/cm<sup>2</sup> bis 2,0 J/cm<sup>2</sup> und die Pulsanzahl von einem bis zu acht Pulsen im Burst bei gleicher Fluenz pro Puls variiert. Zur Auswertung und Interpretation der Ergebnisse wurden die Mulden- und Aufwurfvolumina mit konfokaler Messtechnik gemessen (Bild 1). Mittels Rasterelektronenmikroskopie erfolgte ein visueller Vergleich der verschiedenen Krater. Aus der Differenz von Mulden- und Aufwurfvolumen gleicher Parametervariation wurde das tatsächlich abgetragene Volumen bestimmt. Mit diesem Nettovolumen konnte das abgetragene Volumen bestimmt werden, dass jeder Einzelpuls im Burst zum Gesamtvolumen beigetragen hat.

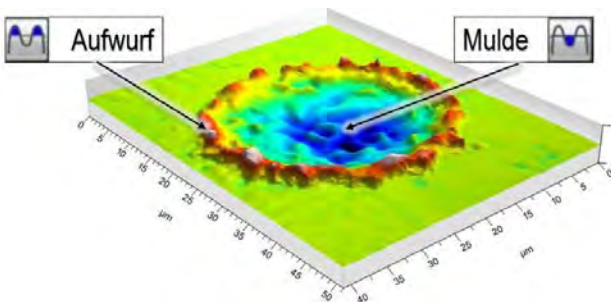


Bild 1: Darstellung von Mulde und Aufwurf des erzeugten Kraters.

## 2. Experimenteller Aufbau

Für die Untersuchungen kam ein Pikosekundenlaser vom Typ Fuego der Fa. Lumentum mit einer Pulsdauer von 10 ps zum Einsatz. Der genutzte Parameterbereich des Lasers ist in Tabelle 1 zusammengefasst. Die zeitliche und räumliche Verteilung des Laserpulses ist gaußverteilt. Der Abtrag fand im Fokus des Laserstrahls statt. Mittels eines Strahldiagnosegerätes wurde ein Fokusradius von 13,5 µm ermittelt.

Tabelle 1: Parameterbereich des verwendeten Lasers.

Parameter	Wert
Wellenlänge	1064 nm
Fluenz pro Puls	0,5 bis 2,0 J/cm <sup>2</sup>
Zeitlicher Pulsabstand	12,5 ns
Pulsanzahl im Burst	1 bis 8

## 3. Ergebnisse und Diskussion

### Auswertung der Mulden- und Aufwurfvolumina

Anhand der gemessenen Muldenvolumina konnte, wie in Bild 2 und 3 dargestellt, ein nichtlinearer Anstieg des Muldenvolumens pro Puls bei einer Erhöhung der Pulsanzahl im Burst festgestellt werden.

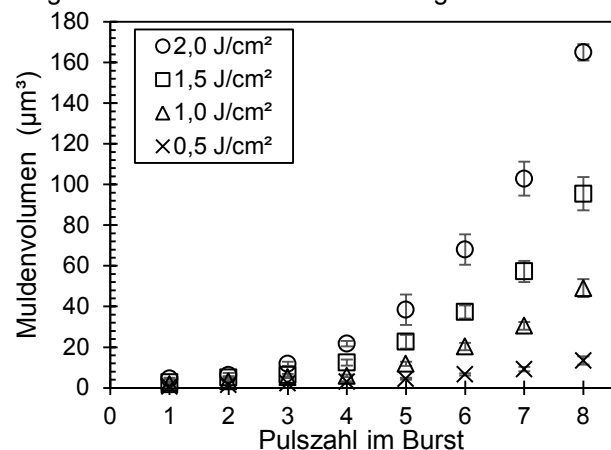


Bild 2: Muldenvolumen der erzeugten Krater in Stahl.

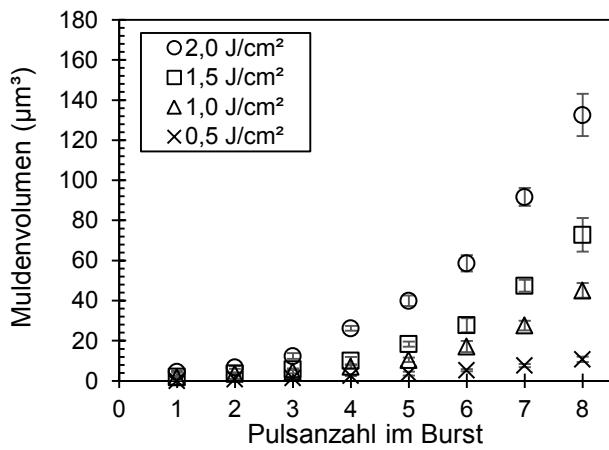


Bild 3: Muldenvolumen der erzeugten Krater in Eisen.

Aufgrund des sehr hohen zeitlichen Pulswiederholabstandes wird lokal Wärme akkumuliert, wodurch der Betrag des Muldenvolumens pro Puls im Burst ansteigt. Dieser Effekt wird durch eine größere Fluenz verstärkt. Im Vergleich zu Eisen beeinflussen die Legierungspartner des Stahles materialspezifische Kenngrößen, wodurch bei Stahl geringfügig größere Muldenvolumina gemessen wurden. Das in Bild 4 und 5 gezeigte Aufwurfvolumen steigt ebenfalls mit steigender Pulsanzahl im Burst an.

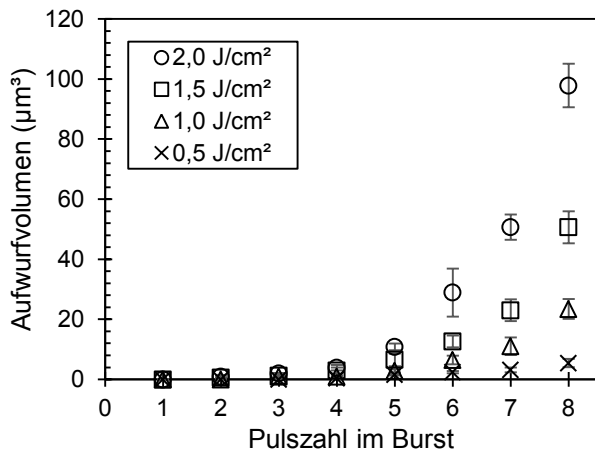


Bild 4: Aufwurfvolumen der erzeugten Krater in Stahl.

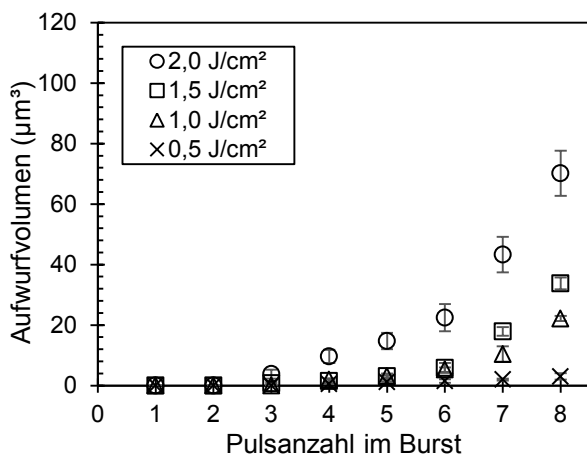


Bild 5: Aufwurfvolumen der erzeugten Krater in Eisen.

Die deponierte Energie und der Effekt der Wärmeakkumulation erzeugen ein Schmelzbad. Dabei

wird durch den Impuls des Laserstrahls bzw. dem Impuls des laserinduzierten Plasmas geschmolzenes Material aus dem Krater getrieben. Dieses Material erstarrt anschließend am Kraterrand (Bild 6).

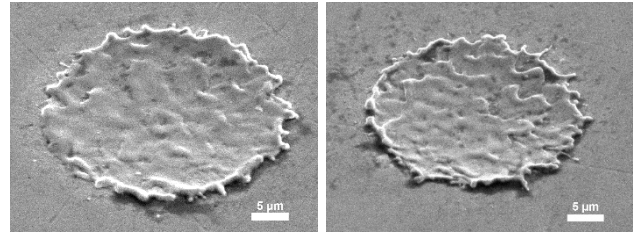


Bild 6: Links: Krater auf Stahl bei einer Fluenz von 2,0 J/cm<sup>2</sup> und acht Pulsen im Burst | Rechts: Krater auf Eisen bei einer Fluenz von 2,0 J/cm<sup>2</sup> und acht Pulsen im Burst

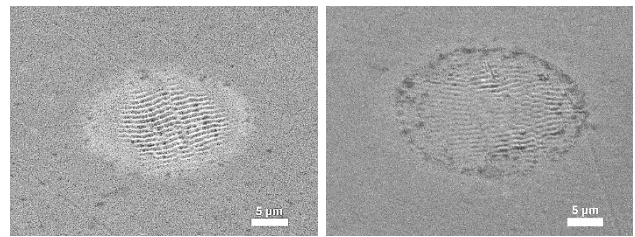


Bild 7: Links: Krater auf Eisen bei einer Fluenz von 0,5 J/cm<sup>2</sup> und acht Pulsen im Burst | Rechts: Krater auf Eisen bei einer Fluenz von 2,0 J/cm<sup>2</sup> und drei Pulsen im Burst.

Bei niedriger Pulsanzahl im Burst sowie kleiner Fluenz ist eine deutliche Ripplebildung zu erkennen. Dieses Phänomen wird in Bild 7 dargestellt. In [2] werden Ripple-Strukturen als quasiperiodische Linienstrukturen mit einer Periode in der Größenordnung der Laserwellenlänge (oder darunter) beschrieben, die senkrecht zur Laserstrahl-Polarisation ausgerichtet sind. Primär entstehen diese Ripple durch Interferenz des einfallenden Laserstrahls und der von der Oberfläche reflektierten Strahlung. Folglich wird die Schmelzschwelle der Oberfläche regelmäßig überschritten und es entsteht, durch schnelles Erstarren der dünnen periodisch geschmolzenen Schicht, ein sichtbares Interferenzmuster.

Anhand von REM-Aufnahmen konnte ein Parameterbereich gefunden werden, bei dem eine sehr glatte Materialoberfläche ohne signifikanten Aufwurf erzeugt wurde. Dieser Parameterbereich würde sich bei einem Flächenabtrag als optimal herausstellen, da ein Aufwurf den Materialabtrag eines geometrisch versetzten Folgeburst in Bezug auf die Oberflächenqualität negativ beeinflusst. Dieser optimale Parameterbereich wird anhand von Bild 8 verdeutlicht.

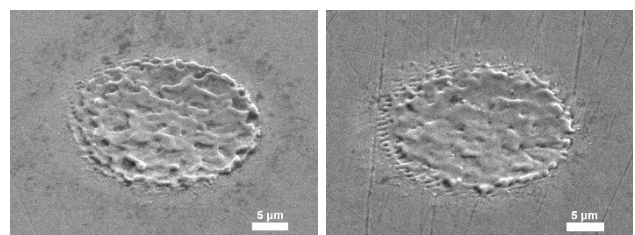


Bild 8: Links: Krater auf Eisen mit einer Fluenz von 1,5 J/cm<sup>2</sup> und acht Pulsen im Burst | Rechts: Krater auf Stahl mit einer Fluenz von 1,5 J/cm<sup>2</sup> und sechs Pulsen im Burst.

Bei dem Vergleich zwischen Stahl und Eisen wird deutlich, dass bei einer Fluenz von  $1,5 \text{ J/cm}^2$  aufgrund der unterschiedlichen materialspezifischen Kenngrößen der optimale Parameterbereich bei Stahl schon bei einer niedrigeren Pulsanzahl im Burst gegenüber Eisen erreicht wird.

#### Auswertung der Einzelvolumina

Bei einer Mehrfachbestrahlung der Probe wurde aus der Differenz von Muldenvolumen und Aufwurfvolumen das Nettogesamtvolumen bestimmt. Dieses Nettogesamtvolumen ist in Bild 9 und 10 dargestellt.

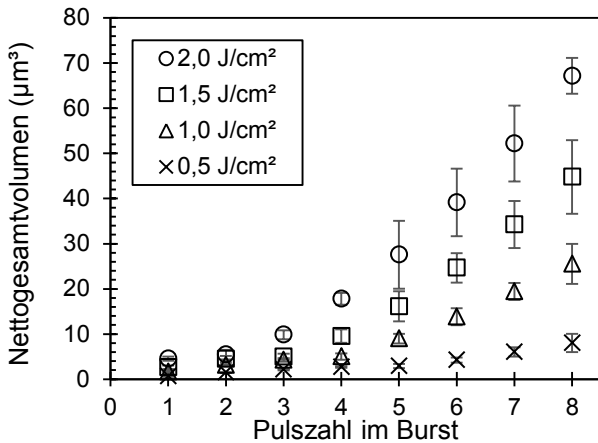


Bild 9: Gesamtnettovolumen der erzeugten Krater in Stahl.

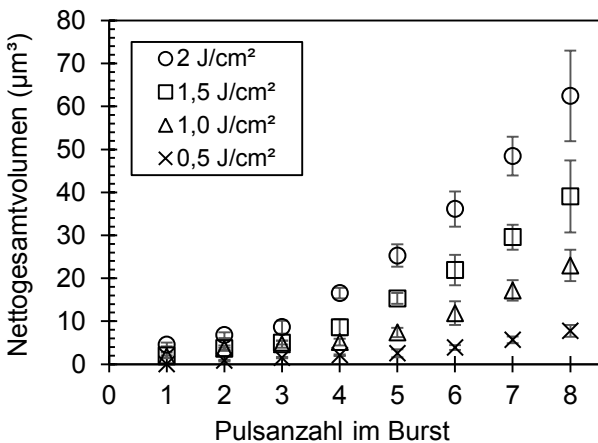


Bild 10: Gesamtnettovolumen der erzeugten Krater in Eisen.

Analog zu dem Muldenvolumen ist ein nichtlinearer Anstieg des abgetragenen Volumens bei steigender Pulsanzahl im Burst zu erkennen. Somit trägt der Effekt der Wärmeakkumulation nicht nur zu einem ausgeprägten Schmelzbad und Aufwurf, sondern auch zum tatsächlich abgetragenen Volumen bei.

Aus dem Nettogesamtvolumen konnte das Volumen bestimmt werden, dass jeder einzelne Puls im Burst zum Nettogesamtvolumen beigetragen hat. Dazu wurde von dem Nettogesamtvolumen der Pulsanzahl  $N$  das Nettogesamtvolumen der Pulsanzahl  $(N - 1)$  abgezogen. Anhand von Bild 11 bis Bild 14 ist in Abhängigkeit der Fluenz, ein charakteristisches Abtragsminimum bei einer bestimmten Pulsanzahl im Burst zu erkennen. Dabei verschiebt sich dieses Abtragsminimum bei größerer Fluenz hin zu einer

niedrigeren Pulsanzahl im Burst. Eine mögliche Erklärung für dieses Phänomen bietet das laserinduzierte Plasma. In [3] wird ein Zusammenhang zwischen Ausbreitungsgeschwindigkeit, Dichte und kritischer Dichte eines Plasmas beschrieben. Demnach steigt die Dichte des Plasmas je nach Größe der Fluenz unterschiedlich schnell an. Dabei ist ab einer bestimmten Dichte ein kritischer Wert erreicht, der dem Folgepuls eine Transmission durch das Plasma unmöglich macht. Das Plasma expandiert nach diesem Zeitpunkt explosionsartig, wodurch die Dichte des Plasmas reduziert und anschließend Folgepulsen eine Transmission des Laserstrahls wieder ermöglicht wird.

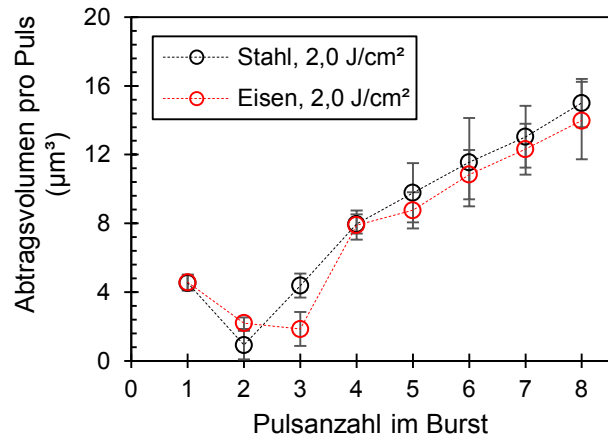


Bild 11: Einzelvolumina bei  $2,0 \text{ J/cm}^2$ .

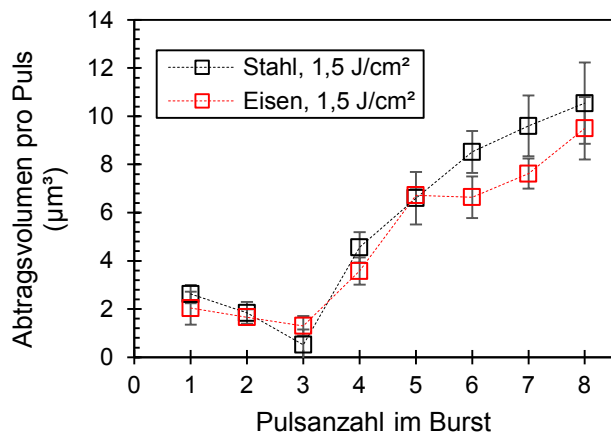


Bild 12: Einzelvolumina bei  $1,5 \text{ J/cm}^2$ .

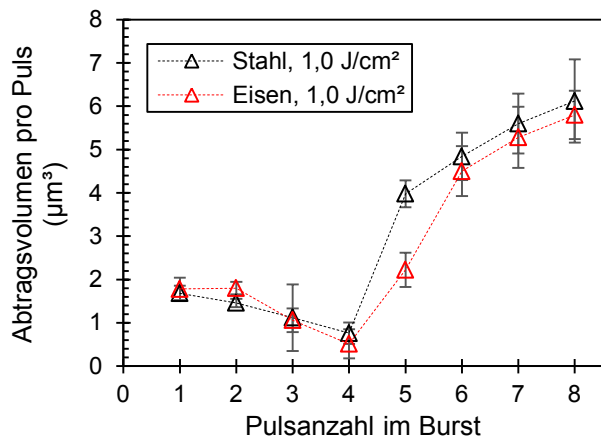


Bild 13: Einzelvolumina bei  $1,0 \text{ J/cm}^2$ .



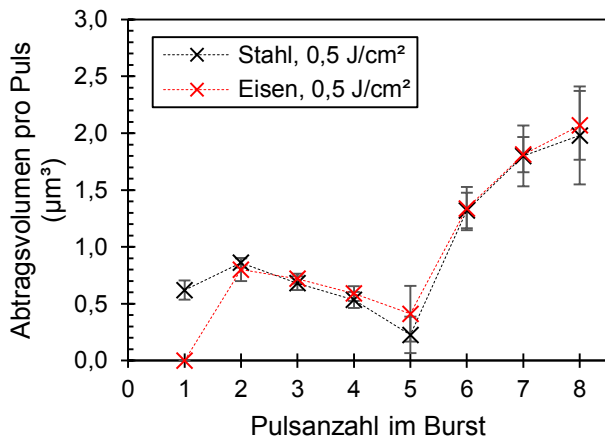


Bild 14: Einzelvolumina bei 0,5 J/cm².

#### 4. Zusammenfassung

Bei der Bestrahlung von Reinst Eisen und Stahl im Burst-Modus wurden Krater erzeugt um das Abtragsverhalten im Burst-Modus zu untersuchen. Es zeigte sich, dass bei steigender Pulsanzahl im Burst das abgetragene Volumen stark ansteigt. Ebenso wurde anhand von REM-Aufnahmen für die Bearbeitung von Reinst Eisen und Stahl ein optimaler Parameterbereich aufgezeigt. Bei der Untersuchung des abgetragenen Volumens, das jeder Einzelpuls im Burst zum gesamt abgetragenen Volumen beigetragen hat, stellte sich heraus, dass ein charakteristisches Abtragsminimum in Abhängigkeit der Fluenz existiert.

Das Verständnis der physikalischen Hintergründe für das Abtragsverhalten im Burst-Modus, ist Gegenstand aktueller Arbeiten am Laserinstitut der Hochschule Mittweida. Dabei wird auf den Effekt der Wärmeakkumulation und Plasmaentwicklung eingegangen.

#### Danksagung

Die Autoren danken dem Europäischen Sozialfond für Deutschland (ESF) für die Finanzierung der Nachwuchsforschergruppe UltraLas (Projektnummer: 8231016).



#### Literatur

- [1] P. Lickschat, A. Demba, S. Weissmantel, *Appl. Phys. A, Ablation of steel using picosecond laser pulses in burst mode* **2017**, 123 (2), 847.
- [2] Yong Jee, Michael F. Becker, Rodger M. Walser, *J. Opt. Soc. Am. B, Laser-induced damage on single crystal metal surfaces* **1988**, 5 (3), 648.
- [3] W. L. Kruer, *The physics of laser plasma interactions*, Addison Wesley Pub. Co. Inc., Reading, MA **1988**

# UNTERSUCHUNG DER MECHANISCHEN EIGENSCHAFTEN PORÖSER STRUKTUREN BEIM LASERMİKROSINTERN

Jens Woytkowiak, Robby Ebert, Horst Exner  
 Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Der 3D-Druck ermöglicht die Fertigung von Bauteilen mit höchster Geometriefreiheit. Damit lassen sich auch Bauteile mit angepassten funktionellen Strukturen realisieren. In den Untersuchungen wurden poröse Testkörper durch Variationen von Pulsenergie und Pulsabstand hergestellt und die Bruchspannung mittels des Biegeversuches ermittelt. Für die Durchführung der Messung kleiner Bauteile wurde ein Verfahren entwickelt mit dem die Proben bei der Präparation nur geringen Belastungen ausgesetzt werden.

## 1. Einleitung

Für industrielle Anwendungen gewinnen Bauteile mit angewandten funktionellen Strukturen eine immer größere Bedeutung. Poröse Strukturen ermöglichen eine Gewichtsreduzierung bei einem optimalen Festigkeits-Gewichts-Verhältnis. Die Poren können z.B. als Schmiermittelreserve dienen, des Weiteren werden Eigenspannungen im Material reduziert. Untersucht wurde die Bruchspannung in Abhängigkeit von den Bestrahlungsparametern mit einer für kleine Bauteile konstruierten Prüfvorrichtung.

## 2. Experimentelle Details

Als Laserquelle wurde von SPI das Lasergerät G4 SP-050P-A-HS eingesetzt. Für die Bearbeitung wurden folgende feste Parameter verwendet:

- Wellenlänge  $\lambda = 1064 \text{ nm}$
- Pulswiederholfrequenz  $f_{\text{Rep}} = 210 \text{ kHz}$
- Pulsdauer  $\tau = 220 \text{ ns}$
- Brennweite  $f = 63 \text{ mm}$
- Fokusbereich =  $15 \text{ }\mu\text{m}$

Untersucht wurde Edelstahlpulver 1.4404 von der Firma Sandvik, 90 % der Partikel sind kleiner als  $10 \text{ }\mu\text{m}$ . Die Biegespannung wurde mit der Dreipunktbiegeanordnung ermittelt. Mit diesem Aufbau lässt sich die Durchbiegung direkt über den Traversenweg bestimmen. Abbildung 1 zeigt die schematische Anordnung des Dreipunktbiegeversuches. Zum Einsatz kam die Universalprüfmaschine Z010 TN von Zwick und Roell.

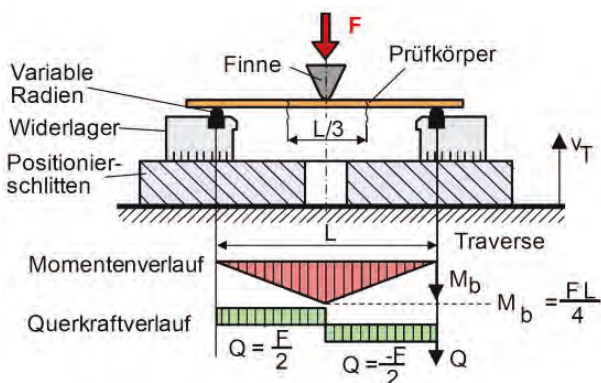


Abbildung 1: Dreipunktbiegeanordnung nach DIN EN ISO 178 und EN ISO 14125 [1].

$$\sigma = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2}$$

Formel 1: Berechnung der Biegespannung

Der Durchmesser der Arbeitsplattform von 25 mm begrenzt die Abmessungen der herstellbaren Prüfkörper. In Abbildung 2 ist ein Prüfkörper mit seinen Abmessungen zu sehen.

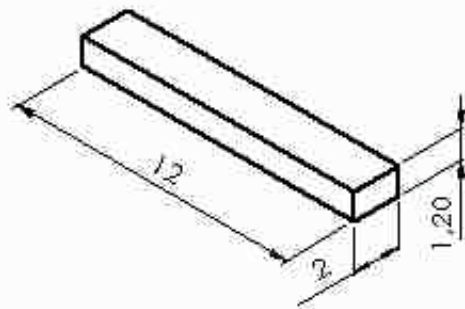


Abbildung 2: Abmessungen eines Prüfkörpers in mm

Die Messung der kleinen Proben mit der Universalprüfmaschine erfordert einen Adapter, wie er in Abbildung 3 zu sehen ist.



Abbildung 3: Adapter für die Aufnahme der Proben

Aufgrund der kleinen Abmessungen und der porösen Strukturen beeinflussen Kräfte, die während der Präparation für die Messung auf die Proben einwirken, die Messergebnisse. Durch Einbetten der Pro-

ben erfolgt während der Präparation ein Schutz vor Krafteinwirkungen (Abbildung 4).

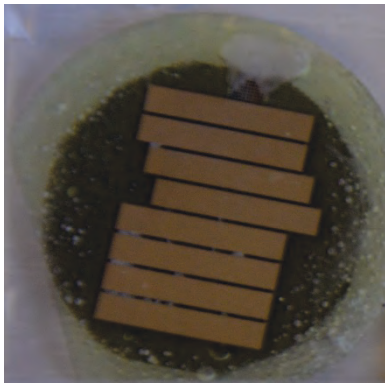


Abbildung 4: Zur Stabilisierung eingebettete Prüfkörper nach dem Trennen vom Substrat

### 3. Ergebnisse und Diskussion

Untersucht wurde der Einfluss der Pulsenergie  $Q_P$  und des Pulsabstandes  $s_{PP}$  auf die Bruchspannung. In Abbildung 5 ist zu sehen, dass im untersuchten Bereich mit zunehmender Streckenenergie  $Q_S$  die Bruchspannung abnimmt. Die Streckenenergie kann

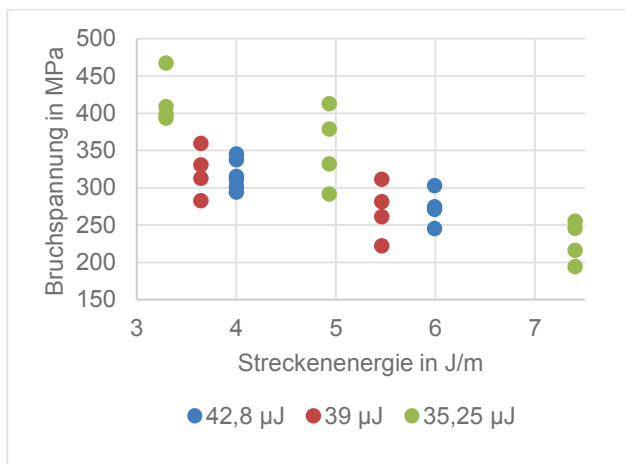


Abbildung 5: Bruchspannung in Abhängigkeit von der Streckenenergie und der Pulsenergie

für den Puls laser mit

$$Q_S = \frac{Q_P}{s_{PP}}$$

berechnet werden. Der Verlauf der Bruchspannung in Abhängigkeit vom Pulsabstand in Abbildung 6 zeigt, dass der Pulsabstand den wesentlichen Einfluss auf die Bruchspannung hat. Aus früheren Untersuchungen ist bekannt, dass mit Erhöhung der Streckenenergie die Sinterdichte und damit der Verschmelzungsgrad zunimmt [2]. Das Versagen der Prüfkörper bei einer höheren Streckenenergie ist auf weitere Einflussfaktoren zurückzuführen.

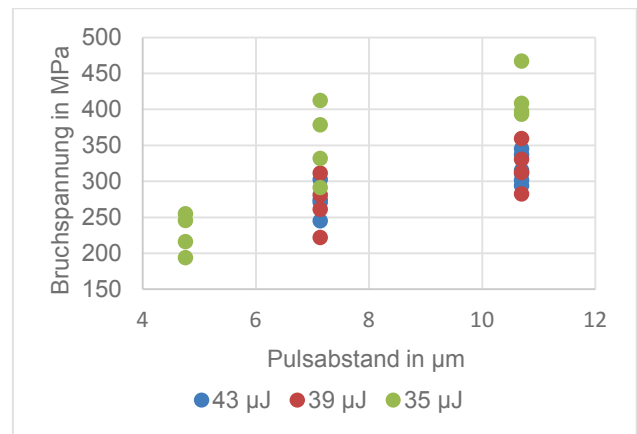


Abbildung 6: Bruchspannung in Abhängigkeit vom Pulsabstand und der Pulsenergie

Während der Bearbeitung wurde beobachtet, dass mit kleiner werdendem Pulsabstand die Pulverschichten ungleichmäßiger aufgetragen werden. Die Bilder von Schlifflinien einer 14 x 14 mm großen Probe zeigen

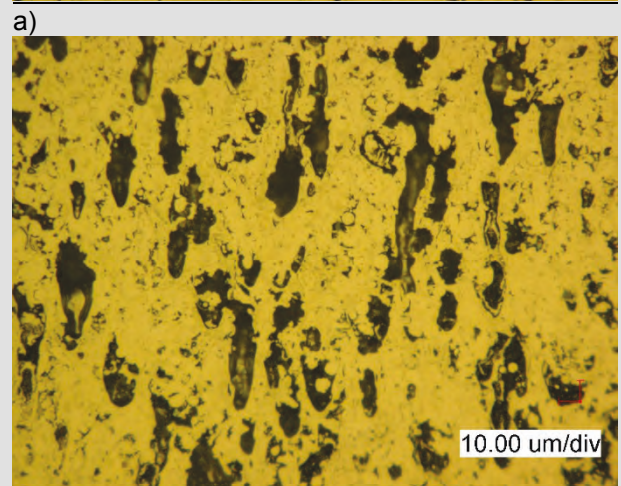
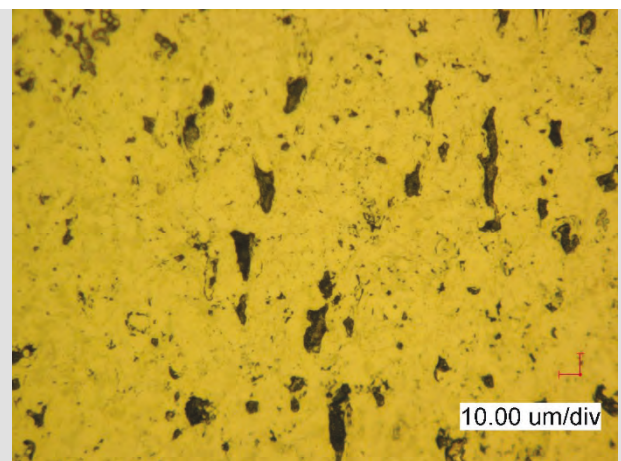


Abbildung 7: Struktur mit den Prozessparametern Pulsenergie 43 µJ, Pulsabstand 11 µm im Randbereich (a) und in der Mitte der Probe (b)

in der Mitte einen größeren Anteil an Poren (Abbildung 7) als am Rand, was auf den ungleichmäßigen Pulveraufzug zurückzuführen ist. Die Verringerung des Pulsabstandes auf 7 µm lässt im Randbereich eine größere Anzahl an Poren erkennen (Abbildung 8 a) als bei einem Pulsabstand von 10 µm (Abbildung 7 a).

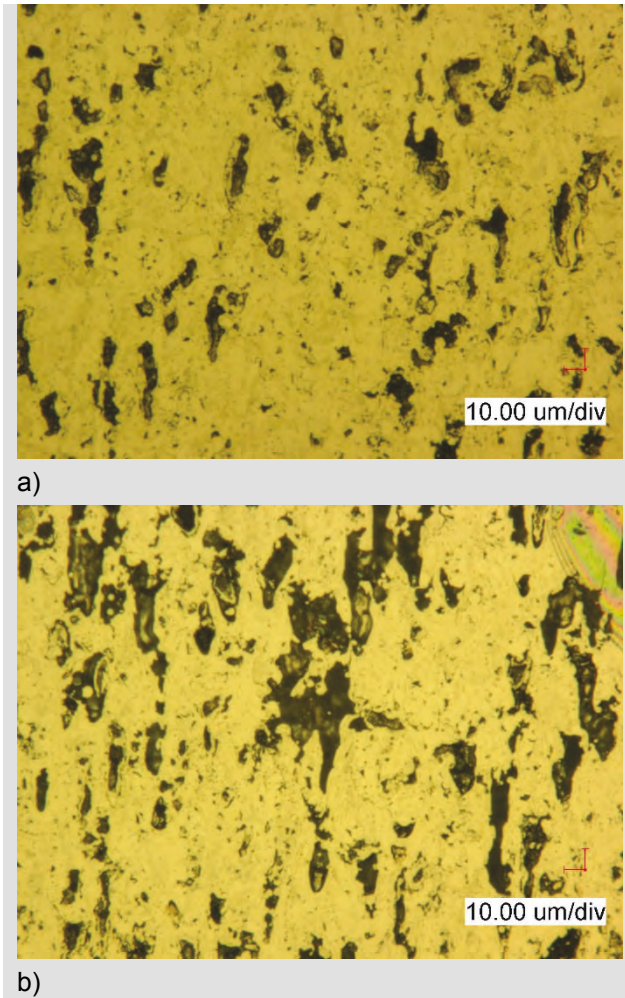


Abbildung 8: : Struktur mit den Prozessparametern Pulsenergie 43 µJ, Pulsabstand 7 µm im Randbereich (a) und in der Mitte der Probe (b)

Eine weitere Ursache ist in der Zunahme von Eigenspannungen zu sehen, die ebenfalls mit

abnehmenden Pulsabstand zunehmen. Die Spannungsfelder an der Riss Spitze sind indirekt proportional zur Rissbreite ( $\sigma = f(x, \sigma, \phi)$ ,  $x = 1/r^{1/2}$ ) [3]. Das bedeutet, an Haarrissen entstehen die größten Spannungsfelder.

### 3. Zusammenfassung

Die Herstellung neuer Strukturen mit funktionalen Eigenschaften erfordert im Hinblick auf einen zukünftigen produktiven Einsatz eine umfangreiche Charakterisierung der Eigenschaften. Diese Charakterisierung unterstützt die Qualitätssicherung in späteren Produktionsprozessen, z.B. bei der Entscheidung über die zu kontrollierenden Parameter. Für das Testen kleiner Proben wurde das Trenn- und Präparationsverfahren so angepasst, dass die Einwirkung auf die Prüfkörper minimiert wird. Ein kleiner werdender Pulsabstand hat ein Abnehmen der Bruchspannung zur Folge. Ursachen sind die zunehmende Inhomogenität der Pulverschichten und die Zunahme von Eigenspannungen im Material mit abnehmendem Pulsabstand.

### Danksagung

Die Autoren bedanken sich bei dem Europäischen Sozialfonds für die Finanzierung des Projektes im Rahmen der Nachwuchsforschergruppe ULTRAL-AS.



Europäische Union



Europäischer Sozialfonds

### Literaturverzeichnis

- [1] Polymer Service GmbH Merseburg, <http://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php/Biegeversuch> ; letzter Zugriff 27.09.2017
- [2] A. Streek, Laser micro sintering – a quality leap through improvement of powder packaging, In: D. L. Bourell et al. (eds), The Proceedings of the 19th Annual Solid Freeform Fabrication Symposium (2008), 297-308
- [3] H.-J. Christ, Grundlagen der Bruchmechanik, Institut für Werkstofftechnik Universität Siegen, [https://www.mb.uni-siegen.de/lmw/downloads\\_prints/materialermuedung/bruchmechanik-steilkurs.pdf](https://www.mb.uni-siegen.de/lmw/downloads_prints/materialermuedung/bruchmechanik-steilkurs.pdf), letzter Zugriff 27.09.2017

# VERGLEICH VERSCHIEDENER PHYSIKALISCHER MODELLE ZUR BESCHREIBUNG DER POLARISATIONSABHÄNGIGEN REFLEKTOMETRIE UND ELLIPSOMETRIE

Markus Olbrich, Matthias Frank, Theo Pflug, und Alexander Horn  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Schillerstraße 10, D-09648 Mittweida

Das Verständnis der mittels ultraschneller Messtechnik ermittelten Ergebnisse ist ein wichtiger Bestandteil zur Verbesserung aktueller Anwendungsgebiete, in welchen ultrakurz gepulste Laserstrahlung verwendet wird und ermöglicht die Erschließung neuer Applikationen. In dieser Arbeit werden daher verschiedene Ansätze zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der optischen Parameter, basierend auf dem Drude-Critical-Point Modell dargestellt. Ziel der Untersuchungen ist die quantitative Übereinstimmung der simulierten Änderungen des Reflexionsgrades sowie des komplexen Brechungsindex, welche durch die Wechselwirkung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit dem Material hervorgerufen werden und mittels ultraschneller zeit- und orts aufgelöster Reflektometrie und Ellipsometrie gemessen werden können.

## 1 Einleitung

Die Materialbearbeitung mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung ist für die Erzeugung hochpräziser Strukturen von hoher Bedeutung und findet, z. B. in der Solarindustrie oder der 3D-Strukturierung mit hoher Genauigkeit der abgetragenen Strukturformen und Qualität der Strukturanten, Anwendung [1]. Bei der Bestrahlung von Metallen werden in Abhängigkeit von der Fluenz der Laserstrahlung zwei unterschiedliche Ablations-Bereiche beobachtet, der sogenannte Gentle- und Strong-Bereich [2]. Trotz der vielen Forschung und Entwicklung der letzten Jahre ist die Ablation von Material noch nicht vollständig verstanden und die gewünschten Prozessparameter in den genannten Anwendungen werden hauptsächlich empirisch gefunden. Die ultraschnelle Pump-Probe-Messmethode [3] in Kombination mit numerischer Modellierung stellt die ideale Methode dar, um die unzureichenden Kenntnisse über den Ablationsprozess zu verbessern. In dieser Arbeit wird Ellipsometrie mit einem Pump-Probe-Aufbau kombiniert, wodurch der komplexe Brechungsindex und eine eventuell vorhandene Schichtdicke einer Materialoberfläche orts-, zeit- und spektroskopisch aufgelöst bestimmt werden können. Der konstruierte Pump-Probe-Aufbau ermöglicht zusätzlich ultraschnelle polarisationsabhängige Reflektometrie, Schattenphotographie und Brewster-Winkel-Mikroskopie. Zur Interpretation der mittels ultraschneller Messtechnik gewonnenen Daten müssen numerische Simulationen durchgeführt werden, welche die Temperaturabhängigkeit der thermophysikalischen - und vor allem der optischen Parameter beinhaltet, da alle Messdaten auf der Änderung der optischen Eigenschaften beruhen.

Diese Arbeit ist daher in fünf Gliederungspunkte aufgeteilt. Zunächst wird der experimentelle Aufbau kurz beschrieben. Im Weiteren werden die theoretischen Grundlagen dargelegt und anschließend die experimentell bestimmten zeitlichen und örtlichen Änderungen des Reflexionsgrades, sowie die zeitliche Änderung des komplexen Brechungsindex, kurz erläutert, um nachfolgend mit den simulierten Ergebnissen verglichen und diskutiert zu werden. Abschließend werden die wichtigsten Ergebnisse dieser Arbeit zusammengefasst.

## 2 Material und Methoden

Ultrakurz gepulster Laserstrahlung (Astrella, Coherent Inc., 1,  $\lambda = 800 \text{ nm}$ ,  $\tau_H = 40 \text{ fs}$ ) wird durch einen Strahlteiler in Pump-Strahlung (rote Linie) und Probe-Strahlung (blaue Linie) aufgeteilt (Bild 1). Die Wellenlänge der Probe-Strahlung kann durch einen optisch parametrischen Verstärker (2) zwischen  $240 \text{ nm}$  und  $20 \mu\text{m}$  variiert werden. Mittels einer Verzögerungsstrecke (3) können beide Strahlungen bis zu  $4 \text{ ns}$  zueinander verzögert werden (Bild 1). Die Pump-Strahlung wird im selbstentwickelten Ellipsometer (4) mit einer Linse ( $f' = 150 \text{ mm}$ ) auf die Probenoberfläche ( $d_\sigma = 36 \mu\text{m}$ ) fokussiert und ruft durch Wechselwirkung mit dem Material eine Änderung der optischen Eigenschaften hervor. Diese Änderungen können durch Reflexion der Probe-Strahlung an der Probenoberfläche und anschließender Abbildung auf einem Detektor in einem definierten zeitlichen Abstand zur Pump-Strahlung vermessen werden. Somit können zum einen die einfache Änderung des Reflexionsgrades durch ultraschneller Reflektometrie oder der komplexe Brechungsindex mittels ultraschneller Ellipsometrie detektiert werden.

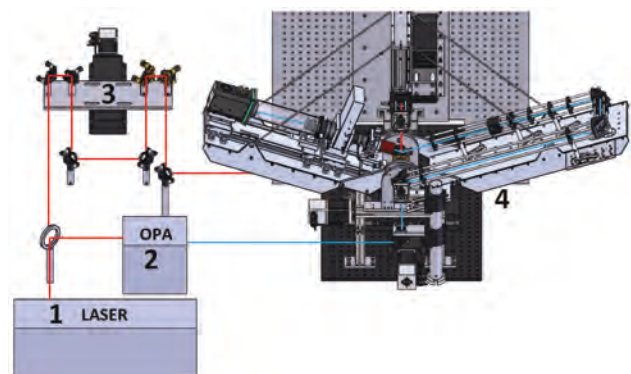


Bild 1: Experimenteller Pump-Probe-Aufbau bestehend aus Laserstrahlquelle 1, optisch parametrischen Oszillator 2, Verzögerungsstrecke 3 und selbst entwickeltem Ellipsometer 4.

In dieser Arbeit wird Pump-Probe-Reflektometrie and Pump-Probe-Ellipsometrie an dünnen Goldschichten ( $d = 200 \text{ nm}$ ) mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung im Femtosekundenbereich bei einer Fluenz von  $1 \text{ J/cm}^2$ ,  $2 \text{ J/cm}^2$  und  $7 \text{ J/cm}^2$  der Pump-Strahlung ( $\lambda = 800 \text{ nm}$ ) durchgeführt. Der Einfallswinkel

winkel der Probe-Strahlung beträgt 65° und die Wellenlänge 440 nm, da sich bei dieser Wellenlänge große Änderungen des Reflexionsgrads für Gold ergeben. Die zeitliche Auflösung ist durch die Pulsdauer der Probe-Strahlung auf 60 fs begrenzt.

Die erhaltenen Ablationsstrukturen werden mittels optischer Mikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie vermessen und die daraus abgeleiteten Durchmesser zur Bestimmung der Schwellfluenzen verwendet. Der Brechungsindex des unbearbeiteten Materials wird mit Hilfe eines kommerziellen Ellipsometers gemessen und stellt den Referenzwert dar.

### 3 Theoretische Grundlagen

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

$$C_{ev}(T_e) \cdot \frac{\partial T_e}{\partial t} = \nabla \cdot (\lambda_{the}(T_e, T_{ph}) \cdot \nabla T_e) - G(T_e) \cdot (T_e - T_{ph}) + q_V(\vec{r}, t), \quad (1)$$

und eine Wärmeleitungsgleichung für das Phononensystem

$$C_{phv}(T_{ph}) \cdot \frac{\partial T_{ph}}{\partial t} = G(T_e) \cdot (T_e - T_{ph}). \quad (2)$$

$T_e$  und  $T_{ph}$  stellen die Temperaturen des Elektronen- bzw. Phononensystems dar,  $C_{ev}(T_e)$  die volumetrische Wärmekapazität [4] des Elektronensystems,  $G(T_e)$  den Kopplungsfaktor [4],  $q_V$  die Wärmequelle [2],  $C_{phv}(T_{ph}) = c_p(T_{ph}) \cdot \rho_0$  volumetrische Wärmekapazität des Phononensystems, mit der darin enthaltenen temperaturabhängigen spezifischen Wärmekapazität  $c_p(T_{ph})$  und Dichte  $\rho_0$ .  $\lambda_{the}$  repräsentiert die Wärmeleitfähigkeit [5, 6] des Elektronensystems.

Die optischen Eigenschaften ergeben sich aus der dielektrischen Funktion  $\tilde{\epsilon}_r = \tilde{\epsilon}_{r,intra} + \tilde{\epsilon}_{r,inter}$ , welche die Anteile von Intra- und Interbandübergängen beinhaltet. Nach dem Drude-Critical-Point Modell (DCP) [7, 8] werden Intra- und Interbandübergänge nach

$$\tilde{\epsilon}_{r,intra} = \epsilon_\infty - \frac{\omega_p^2}{\omega \cdot (\omega + i \cdot \Gamma_D)} \quad (3)$$

und Interbandübergänge durch

$$\tilde{\epsilon}_{r,inter} = \sum_{j=1}^N A_j \cdot \Omega_j \cdot \left( \frac{\exp(-j \cdot \Phi_j)}{\Omega_j + \omega + i \cdot \Gamma_j} + \frac{\exp(j \cdot \Phi_j)}{\Omega_j - \omega - i \cdot \Gamma_j} \right) \quad (4)$$

beschrieben.  $\epsilon_\infty$  stellt den Grenzwert der dielektrischen Konstanten für hohe Frequenzen dar,  $\omega_p$  die Plasmafrequenz,  $\Gamma_D$  die Stoßfrequenz für Intra- und Interbandübergänge,  $A_j$  die Oszillatorstärke,  $\Omega_j$  die Oszilla-

torfrequenz,  $\Phi_j$  die Phase eines Oszillators und  $\Gamma_j$  die Stoßfrequenz für Interbandübergänge, jeweils für den  $j$ -ten Oszillator und  $\omega$  die Kreisfrequenz der Laserstrahlung.

Die Temperaturabhängigkeit der Plasmafrequenz

$$\omega_p(T_e, T_{ph}) = \sqrt{\frac{N_e(T_e) \cdot e^2 \cdot \rho(T_e, T_{ph})}{\epsilon_0 \cdot m_{opt} \cdot m_A}} \quad (5)$$

ergibt sich aus der Temperaturabhängigkeit der Anzahl freier Elektronen pro Atom  $N_e(T_e)$  [9] sowie der Dichte  $\rho(T_e, T_{ph})$ .  $e$  repräsentiert die Elementarladung,  $\epsilon_0$  die Permittivität im Vakuum,  $m_A$  die Atommasse und  $m_{opt}$  die optische Masse, welche als Normierungsfaktor verwendet wird, um die durch Approximation an den experimentell bestimmten komplexen Brechungsindex ermittelte Plasmafrequenz zu reproduzieren. Als Ansatz zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der Oszillatorstärke wird

$$A_j(T_e, T_{ph}) = A_j(T_0) \cdot \frac{\rho(T_e, T_{ph})}{\rho_0} \quad (6)$$

verwendet [8]. Die Stoßfrequenz für Intra- und Interbandübergänge wird nach [10]

$$\Gamma_D(T_e) = \Gamma_D(T_0) \cdot C_{\Gamma_e}(\lambda) \cdot \left[ \frac{\hbar \cdot \omega - \mu(T_e)}{\mu(T_e)} \right]^2 \quad (7)$$

$$\mu(T_e) = E_F \cdot \left[ 1 - \frac{\pi^2}{12} \cdot \left( \frac{T_e}{T_F} \right)^2 \right]$$

und die Stoßfrequenz für Interbandübergänge nach

$$\Gamma_j(T_{ph}) = \Gamma_j(T_0) \cdot [1 + C_j \cdot (T_{ph} - T_0)] \quad (8)$$

bestimmt.  $C_{\Gamma_e}(\lambda)$  stellt einen Normierungsfaktor dar, um den durch Approximation bestimmten Wert  $\Gamma_j(T_0)$  bei Raumtemperatur  $T_0$  zu reproduzieren.  $\mu(T_e)$  repräsentiert das chemische Potential,  $E_F$  die Fermi-Energie,  $T_F$  die Fermi-Temperatur und  $C_j$  einen Faktor, welche aus den experimentellen Ergebnisse von [11] übernommen wird.

Die Temperaturabhängigkeit der Dichte wird über ein statisches Modell durch

$$\rho(T_{ph}) = \begin{cases} \rho_{s-l}(T_{ph}) & T_{ph} \leq T_C \\ \rho'_{sp,exp}(T_{ph}) & T_{ph} > T_C \end{cases} \quad (9)$$

mit der Dichte  $\rho_{s-l}$ , welche durch die Interpolation aus der Dichte des festen Zustandes  $\rho_s$  und der des flüssigen Zustandes  $\rho_{b,l}$  aus

$$\rho_{s-l}(T_{ph}) = r \cdot \rho_{b,l} + (1 - r) \cdot \rho_s, \text{ mit} \quad (10)$$

$$\rho_s = \rho_0 \cdot \exp(\gamma \cdot (T_{ph} - T_0)) \text{ und} \quad (11)$$

$$r = \frac{T_{ph} - T_0}{T_C - T_0} \quad (12)$$

gebildet wird, wobei  $\gamma$  den Volumenausdehnungskoeffizient und  $T_C$  die kritische Temperatur repräsentieren und die Interpolationsfunktion  $r$  den festen und flüssigen Zustand verbindet, ohne eine Unstetigkeit in der Dichte hervorzurufen. Für Temperaturen  $T_{ph} > T_C$  erfolgt eine Extrapolation einer modifizier-

ten Spinodalen  $\rho'_{sp,exp}$  mit der Abhängigkeit  $T_{ph} \propto \rho^5$  und der modifizierten Spinodalen

$$\rho'_{sp} = \frac{\rho_{s,l} - \rho_C}{2} + \rho_C. \quad (13)$$

Die Modifikation der Spinodalen  $\rho_{s,l}$  ist notwendig um negative Dichten für hohe Phonontemperaturen zu vermeiden.  $\rho_C$  stellt die kritische Dichte dar. Die Abhängigkeit der Dichte von der Elektronen- und Phonontemperatur ergibt sich schließlich zu

$$\rho(T_e, T_{ph}) = \rho(T_{ph}) \cdot \left[ 1 + \frac{2 \cdot C_{ev}(T_e) \cdot (T_e - T_{ph})}{3 \cdot B} \right],$$

wobei  $B$  den Kompressionsmodul repräsentiert (Bild 2).

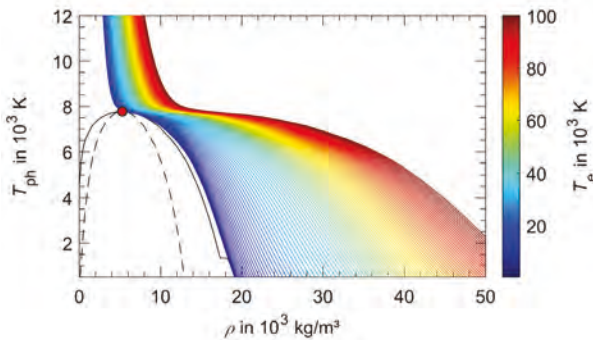


Bild 2: Phasendiagramm von Gold [12] und die resultierende Dichte  $\rho(T_e, T_{ph})$  für verschiedene Elektronentemperaturen.

#### 4 Experimentelle Ergebnisse

In Abhängigkeit von der verwendeten Fluenz, können zwei verschiedene Abtragsstrukturen (Bild 3), der Gentle (äußerer Durchmesser  $D_G$ ) - und Strong-Abtragsbereich (innerer Durchmesser  $D_S$ ), detektiert werden. Der Abtrag innerhalb des Gentle-Bereiches ist durch eine glatte Oberfläche gekennzeichnet, welche unabhängig von der Fluenz die gleiche Tiefe besitzt [2]. Der Abtrag innerhalb des Strong-Bereiches ist deutlich tiefer als innerhalb des Gentle-Bereiches, sodass die verwendeten Goldschichten bis zum Substrat abgetragen werden. Basierend auf den vermessenen Durchmessern der Abtragsstrukturen, können die Schwellfluenzen mit Hilfe der Methode nach Liu [13] zu  $H_{thr,gentle} = (1,2 \pm 0,05) \text{ J/cm}^2$  und  $H_{thr,strong} = (3,2 \pm 0,3) \text{ J/cm}^2$  bestimmt werden.

Aufbauend auf den bestimmten Schwellfluenzen, wird Pump-Probe Reflektometrie zur Bestimmung der relativen Änderung des Reflexionsgrades  $\Delta R/R_0 = (R - R_0)/R_0$  für eine Fluenz von  $1 \text{ J/cm}^2$  (kein Abtrag),  $2 \text{ J/cm}^2$  (Gentle-Abtrag) und  $7 \text{ J/cm}^2$  (Strong-Abtrag) sowie Pump-Probe Ellipsometrie zur Bestimmung der Änderung der Brechzahl  $\Delta n = n - n_0$  und des Extinktionskoeffizienten  $\Delta k = k - k_0$  mit der Methode des rotierenden Analysators [14] bei einer Fluenz von  $1 \text{ J/cm}^2$  durchgeführt.

Die Unterscheidung zwischen Gentle- und Strong-Abtrag ist mittels Reflektometrie bereits innerhalb der ersten Pikosekunde möglich. Für keinen und

Gentle-Abtrag ergibt sich ein positives  $\Delta R/R_0$  und für den Strong-Abtrag ein negatives  $\Delta R/R_0$ . Die relative Änderung des Reflexionsgrades ist für den Strong-Bereich länger zu sehen als im Bereich von keinen und Gentle-Abtrag, wobei für den Strong-Abtrag ein negatives  $\Delta R/R_0$  dominiert.

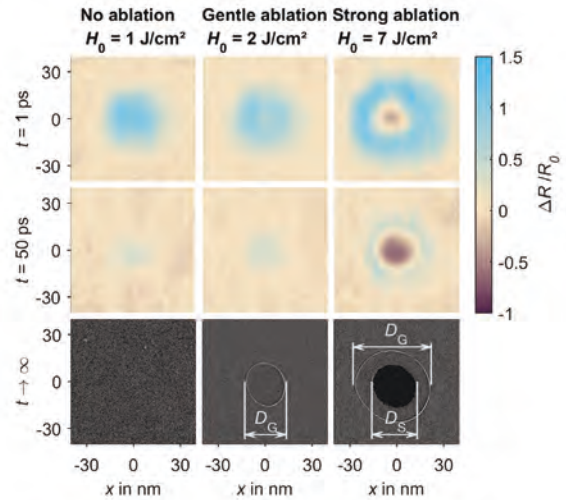


Bild 3: Experimentell bestimmte relative Änderung des Reflexionsgrades  $\Delta R/R_0$  gemessen mittels Pump-Probe Reflektometrie für eine Zeitverzögerung zwischen Pump- und Probe-Strahlung von  $1 \text{ ps}$  und  $50 \text{ ps}$ , sowie die resultierenden Abtragsstrukturen als REM-Aufnahme, jeweils für eine Fluenz von  $1 \text{ J/cm}^2$ ,  $2 \text{ J/cm}^2$  und  $7 \text{ J/cm}^2$ .

Da die im Punkt 3 beschriebenen Modelle keine Dynamik der Ablation von Material enthalten, werden im Folgenden nur die simulierten relativen Änderungen des Reflexionsgrad und die Änderungen des komplexen Brechungsindex mit den experimentell bestimmten Werten für den Bereich ohne Abtrag mit einer Fluenz von  $1 \text{ J/cm}^2$  verglichen. Aufgrund der besseren Übersichtlichkeit wird nur die zeitliche Entwicklung des Mittelpunktes von jeweils simulierten und experimentell ermittelten  $\Delta R/R_0$ ,  $\Delta n$  und  $\Delta k$  verglichen.

#### 5 Diskussion

Der Vergleich der simulierten Werte  $\Delta R/R_0$ ,  $\Delta n$  und  $\Delta k$  mit den experimentell bestimmten Ergebnissen ergibt eine qualitative Übereinstimmung. Die simulierten und experimentellen Werte von  $\Delta R/R_0$  sind positiv und erreichen im Maximum einen Wert von ca. 1. Alle simulierten und experimentell bestimmten Werte von  $\Delta k$  sind positiv und alle Werte von  $\Delta n$  negativ. Eine quantitative Übereinstimmung in Bezug auf die genauen Änderungen  $\Delta R/R_0$ ,  $\Delta n$  und  $\Delta k$  und Zeitpunkte, wann welche Änderung erreicht wird, konnte jedoch nicht erzielt werden. So steigen die experimentellen Werte von  $\Delta R/R_0$  innerhalb von ca.  $300 \text{ fs}$  auf einen maximalen Wert nahe 1 und fallen anschließend monoton. Die simulierten Werte von  $\Delta R/R_0$  weisen ein lokales Maximum bei etwa  $100 \text{ fs}$  auf, was dem Zeitpunkt der maximalen Elektronentemperatur entspricht. Ab einem lokalen Minimum von  $\Delta R/R_0$  bei ca.  $200 \text{ fs}$  steigt  $\Delta R/R_0$  wieder und erreicht einen Wert nahe 1 bei einem Zeitpunkt von  $10 \text{ ps}$ . Anschließend sinkt  $\Delta R/R_0$  wieder.

$\Delta k$  weist experimentell ein Maximum bei ca. 300 fs auf und fällt anschließend monoton. Die simulierten Werte von  $\Delta k$  weisen ebenfalls ein deutliches Maximum, jedoch bereits nach 100 fs, passende zum simulierten lokalen Maximum von  $\Delta R/R_0$ , auf. Weiterhin erreichen die simulierten Werte  $\Delta k$  nur ein Maximum von 0,75 statt 1,25 in den experimentellen Werten. Im Gegensatz zu  $\Delta R/R_0$  und  $\Delta k$  sinken die experimentell ermittelten Werte  $\Delta n$  nur leicht, wobei die Fehler teilweise größer als die Änderung sind. In der Simulation werden hingegen deutlich negative Werte von bis zu  $\Delta n = -0,6$  berechnet.

Die Abweichungen zwischen simulierten und experimentell ermittelten Ergebnissen sind durch die fehlende Dynamik im verwendeten Modell bedingt. Im Modell sind Dichte und Temperatur direkt miteinander gekoppelt. In einem dynamischen Modell und in der Realität werden durch den hohen Druck der Elektronen, während der ersten Femto- und Pikosekunden, elastische Wellen und Verdichtungs- und Verdünnungswellen im Material induziert, wodurch sich die Dichte unabhängig von der Temperatur ändert und die optischen Eigenschaften separat beeinflusst werden.

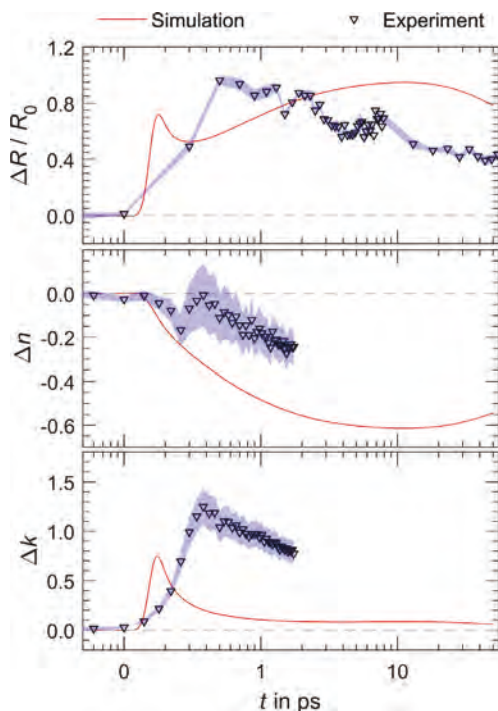


Bild 4: Berechnete relative Änderung des Reflexionsgrades  $\Delta R/R_0$ , Änderung der Brechzahl  $\Delta n$  und Änderung des Extinktionskoeffizienten  $\Delta k$  der Probe-Strahlung im Vergleich mit den experimentell bestimmten Ergebnissen mittels Pump-Probe Reflektometrie und Pump-Probe Ellipsometrie.

## 6 Zusammenfassung

Zwei verschiedene Ablationsstrukturen, Gentle- und Strong-Abtrag mit einer Schwellfluenz von  $H_{thr,gentle} = (1,2 \pm 0,05) \text{ J/cm}^2$  und  $H_{thr,strong} = (3,2 \pm 0,3) \text{ J/cm}^2$ , können durch die Bestrahlung von dünnen Goldschichten ( $d = 200 \text{ nm}$ ) mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung ( $\lambda_{pump} = 800 \text{ nm}$ ,  $\tau_H = 40 \text{ fs}$ ) erzeugt werden. Eine

Unterscheidung von beiden Ablationsbereichen ist bereits nach einer Pikosekunde durch orts- und zeit-aufgelöste Pump-Probe Reflektometrie ( $\lambda_{probe} = 440 \text{ nm}$ ,  $\tau_H = 60 \text{ fs}$ ) möglich. Für den Gentle-Bereich ergibt sich eine Zunahme des Reflexionsgrades, während für den Strong-Bereich eine Abnahme des Reflexionsgrades dominierend ist.

Der Vergleich der experimentell bestimmten relativen Änderungen des Reflexionsgrades  $\Delta R/R_0$  mittels Pump-Probe-Reflektometrie und der Änderungen der Brechzahl  $\Delta n$  und der Änderung des Extinktionskoeffizienten  $\Delta k$  mittels Pump-Probe-Ellipsometrie mit den simulierten Werten  $\Delta R/R_0$ ,  $\Delta n$  und  $\Delta k$  weist eine qualitative Übereinstimmung auf. Quantitativ kann aufgrund abweichender maximaler Änderungen und abweichender Zeitpunkte von Extremwerten keine Übereinstimmung erzielt werden, was durch die fehlende Dynamik im verwendeten Modell zu begründen ist.

## Danksagung

Die Autoren danken dem Europäischen Sozialfond für Deutschland (ESF) für die Finanzierung der Nachwuchsforschergruppe UltraLas (Projektnummer: 8231016).

## Literaturverzeichnis

- [1] K. Sugioka, Y. Cheng, *Ultrafast laser processing: From micro- to nanoscale: From micro- to nanoscale* (CRC Press; Pan Stanford Pub, Boca Raton, Fla., 2013)
- [2] M. Olbrich, E. Punzel, R. Roesch, R. Oetting, B. Muhsin, H. Hoppe, A. Horn, *Appl. Phys. A* **122**, 648 (2016)
- [3] A. Horn, *Ultra-fast material metrology* (Wiley-VCH, Weinheim, 2009)
- [4] Z. Lin, L.V. Zhigilei, V. Celli, *Phys. Rev. B* **77** (2008)
- [5] S.I. Anisimov, B.L. Kapeliovich, T.L. Perel'Man, *Soviet Journal of Experimental and Theoretical Physics* **39**, 776 (1974)
- [6] B. Rethfeld, D.S. Ivanov, M.E. Garcia, S.I. Anisimov, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **50**, 193001 (2017)
- [7] A. Vial, T. Laroche, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **40**, 7152 (2007)
- [8] J. Winter, S. Rapp, M. Schmidt, H.P. Huber, *Applied Surface Science* **417**, 2 (2017)
- [9] E. Bévilion, J.P. Colombier, V. Recoules, R. Stoian, *Phys. Rev. B* **89** (2014)
- [10] J. Hohlfeld, D. Grosenick, U. Conrad, E. Matthias, *Appl. Phys. A* **60**, 137 (1995)
- [11] H. Reddy, U. Guler, A.V. Kildishev, A. Boltasseva, V.M. Shalaev, *Opt. Mater. Express* **6**, 2776 (2016)
- [12] M.E. Povarnitsyn, V.B. Fokin, P.R. Levashov, *Applied Surface Science* **357**, 1150 (2015)
- [13] J.M. Liu, *Opt. Lett.* **7**, 196 (1982)
- [14] H. Fujiwara, *Spectroscopic ellipsometry: Principles and applications* (John Wiley and Sons, Chichester, Hoboken, 2009)



# LASERSTRAHLSCHWEIßEN MIT 10 KW MONOMODE FASERLASER

Jan Drechsel<sup>1</sup>, Udo Löschner<sup>1</sup>, Kevin Hanelt<sup>1</sup>, Markus Revermann<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

<sup>2</sup> OPHIR Spiricon Europe GmbH, Guerickeweg 7, 64291 Darmstadt

Monomode Laser bieten die beste Strahlqualität unter den Laserstrahlquellen. In dieser Studie wurde ein Monomode Faserlaser mit 10 kW Laserstrahlleistung, einer der derzeit leistungsstärksten industriell verfügbaren Laserstrahlquellen dieser Strahlgüte, hinsichtlich seiner räumlichen Strahleigenschaften charakterisiert und anschließend für Grundlagenversuche zum Blindnaht- und Stumpfstoßschweißen an unlegierten Baustählen S235 und S355 und dem Aluminiumwerkstoff AlSi12 mit Schweißgeschwindigkeiten bis 10 m/min eingesetzt. Die Laserstrahlquelle lieferte eine Strahlqualität  $M^2$  von 2 in der Strahltaile der Schweißoptik. Zudem konnte ein Fokusshift von bis zu 2 mm detektiert werden. Blindnahtschweißungen an AlSi12 ergaben maximale Einschweißtiefen von 19,5 mm bei einer Schweißgeschwindigkeit von 2 m/min, wobei I-Nahtschweißnähte viele Poren aufwiesen. Beide unlegierte Baustähle lieferten gleiche maximale Einschweißtiefen von 19,5 mm bei einer Schweißgeschwindigkeit von 2,4 m/min. Auffällig erschien hier ein Nahteinfall von ca. 0,5 mm beim Blindnahtschweißen, während beim I-Nahtschweißen unter identischer Prozessführung eine gleichmäßige Schweißnahtoberraupe entstand.

## 1. Einleitung

Bereits seit mehr als einem Jahrzehnt werden Faserlaserquellen mit hohen Laserstrahlleistungen von bis zu 17 kW im Schweißprozess eingesetzt [1-4]. Allerdings boten diese Laserquellen nur eine mäßige Strahlqualität mit einer Beugungsmaßzahl  $M^2$  von 34, wodurch minimale Fokusbereiche größer 350  $\mu\text{m}$  resultierten. Dabei wirkt sich aber der Fokusbereich unmittelbar auf die Einschweißtiefe, die Nahtbreite und -form sowie auf die Größe der Wärmeeinflusszone aus [5-7]. Seit 2015 steht am Laserinstitut der Hochschule Mittweida ein Monomode Faserlaser der Fa. IPG mit einer maximalen Laserstrahlleistung von 10 kW zur Verfügung. Die Untersuchungen zum Laserstrahlschweißen erfolgten mit einer Schweißoptik der Fa. Precitec, die eine Brennweite von 500 mm aufwies. Zu Beginn wurden räumliche Strahlparameter an der Bearbeitungsstelle gemessen. Anschließend erfolgten Grundlagenschweißversuche zum Blindnaht- und Stumpfstoßschweißen an der Aluminiumgusslegierung AlSi12 sowie an den unlegierten Baustählen S235 und S355 mit Fokusbereichen kleiner 100  $\mu\text{m}$ . In den Untersuchungen wurde der Einfluss von Schweißgeschwindigkeiten bis 10 m/min, applizierter Laserleistung bis 10 kW sowie Defokussierung bis -12 mm in das Werkstück hinein auf die sich ergebende Einschweißtiefe detailliert analysiert. Die verfügbare hohe Strahlqualität ermöglicht bedeutend kleinere Fokusbereiche auf dem Werkstück bei gleichzeitig hoher verfügbarer Laserleistung und lässt somit neue Phänomene im Schweißprozess erwarten, wie beispielsweise negative Einflüsse durch Humping, Spiking, Spritzerneigung, Porenbildung oder Heißrisneigung [8-10].

## 2. Charakterisierung der Laserstrahlquelle

Die Bestimmung der räumlichen Strahlparameter erfolgte durch Messung der Strahlkaustik, wofür ein Beam Watch BW-NIR-2-55 der Fa. Ophir zur Verfügung stand. Mit diesem Messgerät wurde der fokussierte Laserstrahl von der Seite in orthogonalen Schnittebenen optisch erfasst. Der Messaufbau ist in

Bild 1 dargestellt. Der Vorteil dieser Messapparatur bestand darin, die Laserstrahlkaustik sowie den Fokusshift in einem Messvorgang zu ermitteln, wie das Auswertefenster der Messsoftware in Bild 2

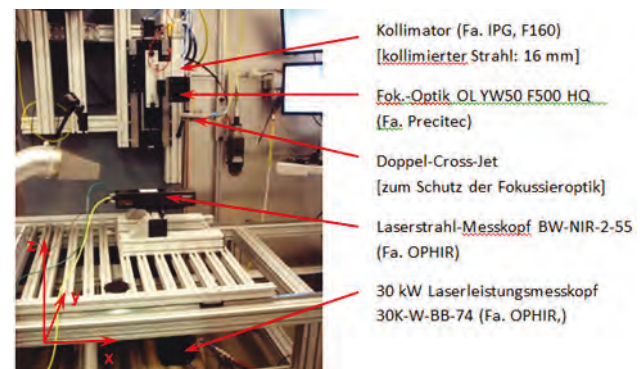


Bild 1: Aufbau zur Messung der Laserstrahlkaustik des 10 kW Monomode Faserlasers an der Bearbeitungsstelle.

zeigt. Für den verwendeten optischen Aufbau wurde bis zu einer Laserstrahlleistung von 7 kW ein geringer Fokusshift von max. 1,4 mm sowie eine geringe Zunahme des Fokusbereichs von 56  $\mu\text{m}$  auf 62  $\mu\text{m}$  gemessen. Oberhalb 7 kW erhöhte sich der

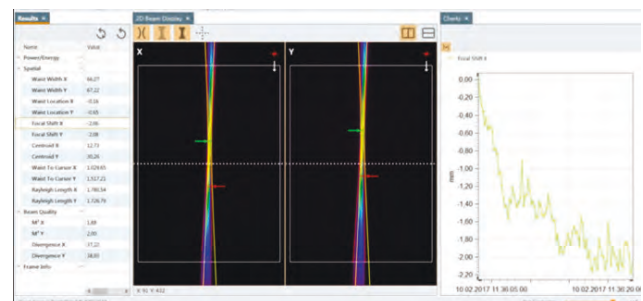


Bild 2: linker Bereich) Auswertung der Laserstrahlanalyse bei einer Laserleistung von 10 kW im Bereich der Strahltaile, rechter Bereich) zeitlicher Verlauf des Fokusshifts.

Fokusshift auf bis zu 2 mm, wobei der Fokusbereich weiter bis auf 67  $\mu\text{m}$  zunahm. Die Beugungsmaßzahl  $M^2$  verschlechterte sich bis auf einen Wert von 2, vgl. Tab. 1.

Tab.1: Messergebnisse der räumlichen Strahlanalyse

Laserleistung	Fokusbereich X / Y [ $\mu\text{m}$ ]	Fokus Shift X / Y [mm]	M <sup>2</sup> X / Y
1 000 W	55,7 / 57,4	0,3	1,4 / 1,6
3 000 W	53,9 / 54,7	1	1,28 / 1,50
5 000 W	59,8 / 58,1	1	1,74 / 1,71
7 000 W	62,1 / 61,5	1,4	1,85 / 1,89
8 500 W	64,7 / 65,6	2	1,86 / 1,96
10 000 W	66,3 / 67,2	2,06	1,88 / 2,0

### 3. Ergebnisse zum Laserschweißen

#### Material AISi12

Die Blindschweißuntersuchungen erfolgten an 25 mm dicken Materialproben. Die Schweißzone wurde mit dem Schutzgas Argon beaufschlagt. Zu

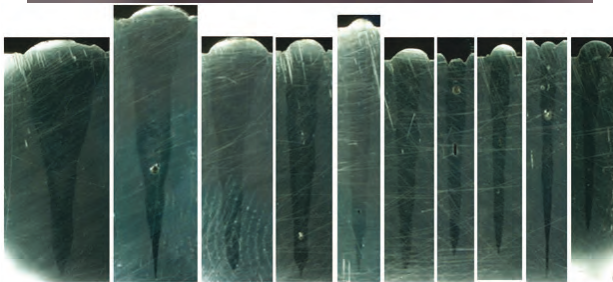


Bild 3: Nahtberraupungen (oben) und Nahtquerschliffe (unten) von Blindschweißungen an AISi12 für verschiedene Schweißgeschwindigkeiten 2/2,5/3/4/5/6/7/8/9/10 m/min (v.l.n.r.), Parameter: Laserleistung 10 kW, Fokusbereich -6 mm.

Beginn lag der Strahlfokus auf der Werkstückoberfläche (WSO). Durch sukzessive Verlagerung der Fokusebene um -3, -6, -9 und -12 mm in das Werkstück hinein wurde der Einfluss der Defokussierung auf das Schweißergebnis untersucht. Bild 3 zeigt

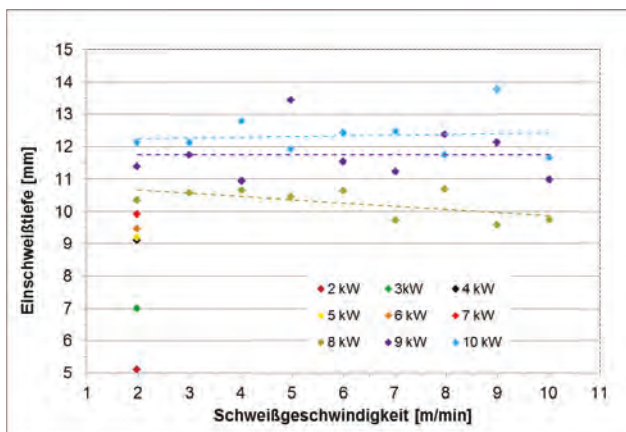


Bild 4: erzielte Einschweißtiefe bei Blindschweißnähten in AISi12 in Abhängigkeit von Schweißgeschwindigkeit und Laserstrahlleistung, Fokusbereich WSO.

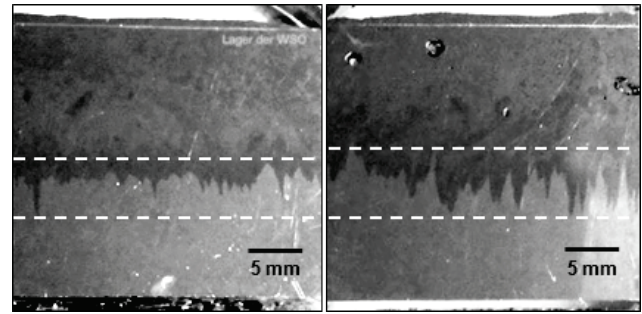


Bild 5: Längsschliffe mit 10 kW Laserleistung geschweißter Blindnähte mit ausgeprägtem Spiking an der Schweißwurzel; links) Schweißgeschwindigkeit 2,5 m/min, Fokusbereich -6 mm, rechts) Schweißgeschwindigkeit 2,0 m/min, Fokusbereich -9 mm.

typische Nahtberraupungen und zugehörige Nahtquerschliffe, die sich bei einer applizierten Laserstrahlleistung von 10 kW und einer Fokusbereich von -6 mm für Schweißgeschwindigkeiten von 2 m/min bis 10 m/min einstellen. Es zeigten sich vereinzelt Poren an unterschiedlichen Positionen in der Schweißnaht. Eine ausgeprägte Wärmeinflusszone wurde nicht beobachtet, was mit der geringen Streckenenergie kleiner 3 kJ/cm sowie mit der raschen Abkühlung durch Wärmeleitung in das Material hinein zu erklären ist. Die grafische Darstellung in Bild 4 zeigt die ermittelten Einschweißtiefen in Abhängigkeit von der Schweißgeschwindigkeit und der applizierten Laserstrahlleistung. Bis zu einer Laserstrahlleistung von 7 kW wurde nur eine Schweißgeschwindigkeit von 2 m/min umgesetzt, wobei die Einschweißtiefe stetig bis auf 10 mm zunahm.

Für die höheren Leistungen ließ sich die Schweißgeschwindigkeit bis auf 10 m/min vervielfachen. Dabei stieg die Einschweißtiefe bis auf mehr als 12 mm weiter an, wobei größere unregelmäßige Abweichungen registriert wurden. Eine Ursache für diese Beobachtungen könnte das Spiking darstellen, das eine starke Fluktuation der Einschweißtiefe bewirkt. Diese Vermutung durch den diskontinuierlichen Verlauf in den Einschweißtiefen in den Nahtlängsschliffpräparationen in Bild 5 bestätigt.

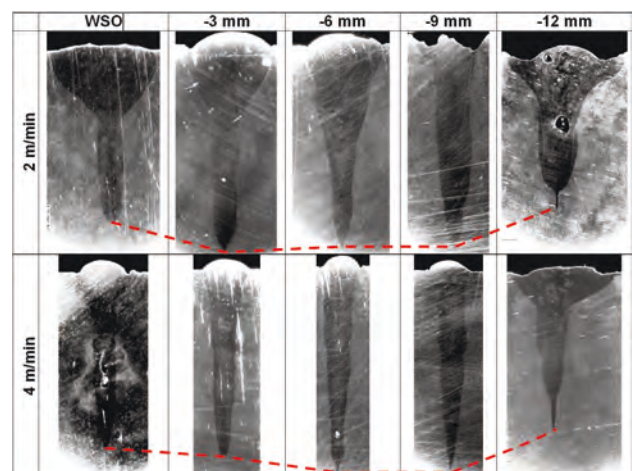


Bild 6: Nahtquerschnitte und Einschweißtiefen für zwei verschiedene Schweißgeschwindigkeiten in Abhängigkeit der Fokusbereich (Laserleistung 10 kW).

Eine Fokusverlagerung von -6 mm in das Material hinein hat zunächst eine Zunahme der Einschweißtiefe zur Folge. Eine weitere Verlagerung führte zu einer vermehrten Spritzerbildung im Prozess und tendenziell wieder zur Abnahme der Einschweißtiefe, s. Bild 6 und 7. Bei einer Defokussierung von -12 mm sank die Einschweißtiefe deutlich ab, was auf die Vergrößerung des Laserspots auf der WSO zurückzuführen ist. Die grafische Darstellung in Bild 7 zeigt, dass die Einschweißtiefe bei

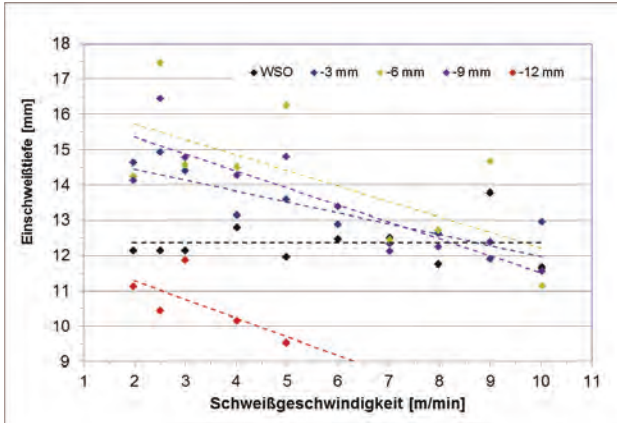


Bild 7: erzielte Einschweißstiefen an AISi12 in Abhängigkeit der Schweißgeschwindigkeit und der Fokusslage (Laserleistung 10 kW).

einer Fokusposition auf der Werkstückoberfläche unabhängig von der Schweißgeschwindigkeit bei ca. 12 mm liegt. Mit zunehmender Defokussierung bis -9 mm steigt die Einschweißtiefe insbesondere bei geringeren Schweißgeschwindigkeiten deutlich an und fällt bei einer Geschwindigkeit von 10 m/min tendenziell auf die erreichte Tiefe ohne Defokussierung.

Stumpfstoßschweißungen am AISi12 zeigten eine viel gleichmäßigere Nahtberraupe. Jedoch wurden in den Querschliffen vermehrt Poren festgestellt, s. Bild 8.

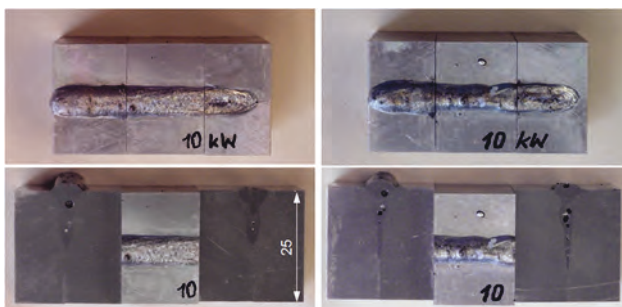


Bild 8: Schweißnahtberraupe und Nahtquerschliffe geschweißt mit Laserleistung 10 kW und Vorschubgeschwindigkeit 2 m/min, (links) Fokusslage: WSO, (rechts) Fokusslage -6 mm.

### Material S235 und S355

Im Unterschied zu den vorangegangenen Untersuchungen mit dem Material AISi12 wurde bei den Stählen kein Schutzgas eingesetzt. Blindschweißuntersuchungen erfolgten an 19,5 mm dicken Materialblöcken. Es entstanden in beiden Stählen sehr schlanke Schweißnähte. Jedoch sind mit zuneh-

mender Steckenenergie bis 60 kJ/m zunächst Humping und mit weiterer Zunahme vermehrt Schweißspritzer sowie ab 120 kJ/m ein Nahteinfall von ca. 0,5 mm zu beobachten. Bild 9 zeigt exemplarisch Schweißnahtberraupe und zugehörige Nahtquerschliffe von Blindschweißnähten in S355, wobei keine Poren oder Nahtmittenrisse detektiert wurden. Hingegen sind beim S235 in den Querschliffen häufig Poren und auch Nahtmittenrisse zu beobachten, wie Bild 10 exemplarisch demonstriert. Die sehr schmalen Nahtbreiten von ca. 1/40 der Materialstärke sind ein hervorstechendes Merkmal beim Schweißen mit monomodiger Strahlqualität.

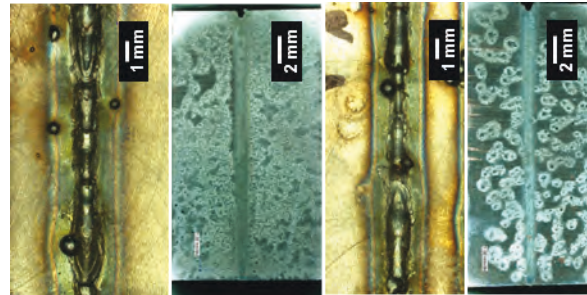


Bild 9: mit 10 kW Laserleistung generierte humpingbetroffene Blindschweißnähte im Stahl S355, (links) Schweißgeschwindigkeit 2 m/min, Fokusslage WSO; (rechts) Schweißgeschwindigkeit 2,4 m/min, Fokusslage -3 mm (jeweils Schweißnahtberraupe und Nahtquerschliff).

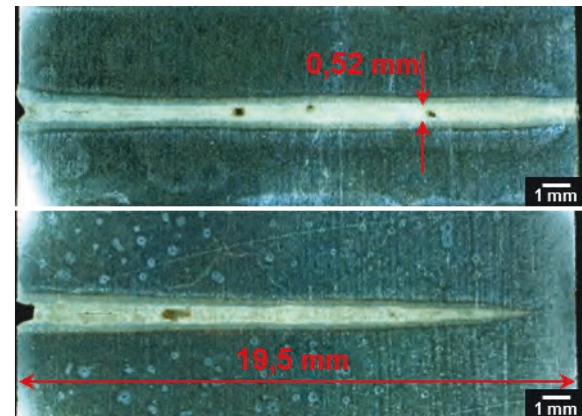


Bild 10: mit 10 kW Laserleistung generierte Blindschweißnähte im Stahl S235, deutlich zu erkennende Poren und Nahtmittenrisse, (oben) bei 2 m/min, Fokusslage WSO und (unten) 2,4 m/min Fokusslage -3 mm.

In der grafischen Darstellung in Bild 11 sind die erzielten Einschweißstiefen für den Stahl S355 in Abhängigkeit von der Schweißgeschwindigkeit und der applizierten Laserstrahlleistung für die Fokusslage an der Werkstückoberfläche zusammengefasst.

Erwartungsgemäß nahm die Einschweißtiefe mit zunehmender Schweißgeschwindigkeit hyperbolisch ab. Die größten Einschweißstiefen von 19,5 mm wurden mit den höchsten applizierten Laserleistungen von 9 kW und 10 kW bei vergleichsweise kleinen Schweißgeschwindigkeiten um 2 m/min erzielt.

Ähnlich den Ergebnissen mit AISi12 entstanden auch hier beim Stumpfstoßschweißen eine gleichmäßig ausgeprägte Schweißnahtberraupe (s. Bild 12 unten) im Gegensatz zu einem beobachteten Nahteinfall Blindnahtschweißen (Bild 12 oben).

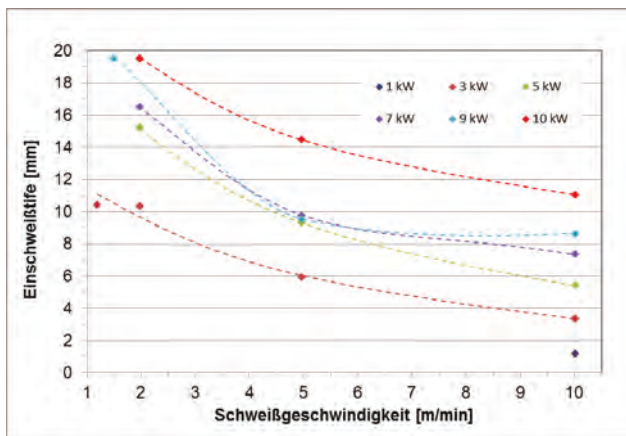


Bild 11: Einschweißstiefen für Blindschweißungen am Stahl S355 in Abhängigkeit der Schweißgeschwindigkeit und applizierten Laserleistung (Fokuslage: Werkstückoberfläche).

Die Ursachen dieses unerwarteten konträren Verhaltens müssen in weiterführenden Schweißuntersuchungen geklärt werden.

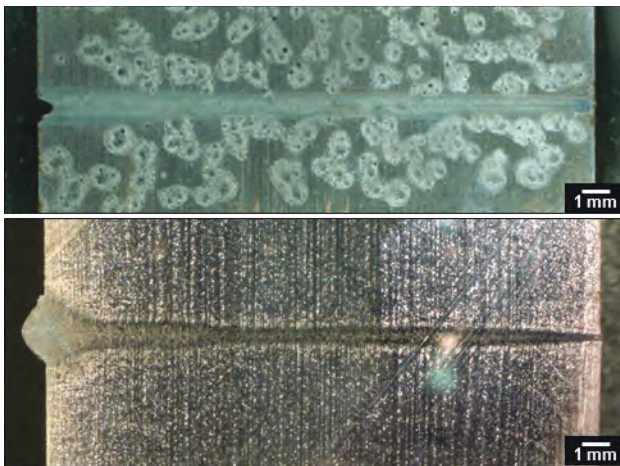


Bild 12: mit einer Laserleistung von 10 kW und einer Schweißgeschwindigkeit von 2,4 m/min im Stahl S355 generierte Nahtquerschnitte, oben) Blindnaht und unten) Stumpfstoß (Fokuslage: -3 mm).

#### 4. Zusammenfassung

Dieser Artikel berichtet von Untersuchungen zum Schweißen von zwei Stählen S355 und S235 mit einer Dicke von 19,5 mm sowie einem Aluminiumgusswerkstoff AlSi12 einer Dicke von 25 mm mit einer Monomode-Faserlaserquelle mit einer Laserleistung von 10 kW. Zunächst wurden die räumlichen Strahlparameter von Laserstrahlquelle und optischem System an der Bearbeitungsstelle charakterisiert. Die systematische Ermittlung geeigneter Schweißparameter erfolgte zuerst anhand von Blindschweißungen und wurde anschließend auf Stumpfstoßverbindungen übertragen. Die maximale Einschweißtiefe lag materialunabhängig bei 19,5 mm und wurde bei maximal verfügbarer Laserleistung von 10 kW und Schweißgeschwindigkeiten von 2 m/min erzielt.

#### Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die Unterstützung der Arbeiten durch Fördermittel des Freistaats Sachsen, FKZ 100285081/3392.

#### Literaturverzeichnis

- [1] C. Thomy, T. Seefeld, F. Vollertsen: Application of high-power fiber lasers for joining of steel and aluminum alloys. Proc. of WLT-Conference 2005, München, Juni 2005, 27-32.
- [2] C. Thomy, Th. Seefeld, F. Vollertsen: Schweißen mit Hochleistungs-Faserlasern – Was sind die Vorteile, wo sind die Grenzen? LTJ Nr. 3 Sept. 2005, S. 28-31.
- [3] Y. Kawahito, M. Mizutani, and S. Katayama, High quality welding of stainless steel with 10 kW high power fibre laser. Science and Technology of Welding and Joining, Volume 14, 2009 - Issue 4, pp. 288-294.
- [4] M. Zhang, G. Chen, Y. Zhou, and S. Liao, Optimization of deep penetration laser welding of thick stainless steel with a 10 kW fiber laser. Materials and Design, Volume 53, July 2014, pp. 568–576.
- [5] G. Verhaeghe, P. Hilton: Battle of Souces – Using a High-Power Yb-Fibre Laser for Welding Steel and Aluminum. Proc. of WLT-Conference 2005, München, Juni 2005, 33-38.
- [6] J. Weberpals, A. Ruß, F. Dausinger, H. Hügel: Influence of fokus diameter in laser welding with thin disk laser. Proc. of WLT-Conference 2005, München, Juni 2005, 39-42.
- [7] W. Suder, S. Williams, R. Colegrove: Absolute spot size effect on penetration depth in laser welding. Proc. of WLT-Conference 2009, München, Juni 2009, 53-58.
- [8] S. Neumann, Th. Seefeld: Humping in single mode laser beam welding of different material. Proc. of WLT-Conference 2009, München, Juni 2009, 9-13.
- [9] S. Li, G. Chen, M. Zhang, Y. Zhou, and Y. Zhang, Dynamic keyhole profile during high-power deep-penetration laser welding. Journal of Materials Processing Technology, Volume 214, March 2014 - Issue 3, pp. 565-570
- [10] M. Zhang, Z. Zhang, K. Tang, C. Maoa, Y. Hua, and G. Chen, Analysis of mechanisms of underfill in full penetration laser welding of thick stainless steel with a 10 kW fiber laser. Optics and Laser Technology Volume 98, January 2018, pp. 97–105.

Gefördert durch



Freistaat  
**SACHSEN**

# UNTERSUCHUNG DER DYNAMISCHEN PROZESSE BEIM ERWÄRMEN UND ABTRAGEN DÜNNER GOLDSCHICHTEN NACH ANREGUNG MIT ULTRAKURZ GEPULSTER STRAHLUNG

Theo Pflug, Markus Olbrich, Matthias Frank und Alexander Horn  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Schillerstraße 10, D-09648 Mittweida

Zur Erhöhung des Verständnisses der Dynamik ultraschneller Laserablation muss der Prozess selbst mit einer hinreichend hohen zeitlichen Auflösung abgebildet werden. Ultraschnelle Pump-Probe-Messmethoden, wie Pump-Probe-Reflektometrie oder Pump-Probe-Ellipsometrie erlauben die zeit- und ortsabhängige Bestimmung des Reflexionsgrades sowie des komplexen Brechungsindex und geben somit detaillierte Einblicke in die Laserstrahlung-Materie-Wechselwirkung sowie der anschließenden Folgeprozesse. Diese Arbeit beschreibt den Aufbau und die Validierung eines Pump-Probe-Experimentes, welches zeitlich, räumlich und spektroskopisch aufgelöste Brewsterwinkel-Mikroskopie, Reflektometrie, Ellipsometrie und Schattenfotografie ermöglicht. Erste Experimente zur Pump-Probe-Reflektometrie werden mit einer minimalen zeitlichen Auflösung von 200 fs für drei verschiedene Fluenzen der Pump-Strahlung ( $\lambda = 800$  nm,  $\tau_H = 40$  fs) mit  $1$  J/cm<sup>2</sup> (kein Abtrag),  $2$  J/cm<sup>2</sup> (Gentle Abtrag) und  $7$  J/cm<sup>2</sup> (Strong-Abtrag) durchgeführt, sowie erste Messungen mittels Pump-Probe-Ellipsometrie für einen Fluenz der Pump-Strahlung von  $1$  J/cm<sup>2</sup>, wobei die Wellenlänge der Probe-Strahlung für alle Versuche  $440$  nm beträgt.

## 1 Einleitung

Aufgrund der steigenden Anforderungen an die eingesetzte Laserstrahlung in der Mikrosystemtechnik und Mikroelektronik, in Bezug auf exakte und saubere Schnittkanten, sowie eine geringe thermische Belastung [1] selbst innerhalb des direkten Wechselwirkungsbereiches der Laserstrahlung, ist die Verwendung ultrakurz gepulster Laserstrahlung nahezu konkurrenzlos. Ein tiefgründiges Verständnis der stattfindenden Wechselwirkung der Laserstrahlung mit dem Material, sowie der darauffolgenden Dynamik der ultraschnellen Laserablation, stellt die Grundvoraussetzung zur Erfüllung der hohen Anforderungen dar. Daher muss die ultraschnelle Laserablation mit einer hinreichenden zeitlichen und räumlichen Auflösung detektiert werden, wofür sich insbesondere Pump-Probe-Messtechniken [2] eignen. So erlaubt die Bestimmung der Änderung des Reflexionsgrades sowie des komplexen Brechungsindex, durch Kombination eines Pump-Probe-Aufbaus mit einem Ellipsometer [3], detaillierte Einblicke in die durch ultraschnelle Laserstrahlung induzierte Änderung der optischen Eigenschaften.

Dieser Artikel beschreibt den Aufbau eines automatisierten multifunktionalen Pump-Probe-Aufbaues und präsentiert sowie diskutiert erste Ergebnisse zur damit durchgeführten zeitlich als auch räumlich aufgelösten Reflektometrie und Ellipsometrie mit rotierendem Analysator an dünnen Goldschichten. Abschließend werden die wichtigsten Erkenntnisse zusammengefasst.

## 2 Material und Methoden

Ein Pump-Probe-Aufbau besteht prinzipiell aus zwei Teilstrahlungen: Der Pump-Strahlung, welche das Material anregt und dadurch temporäre oder dauerhafte Modifikationen im Material induziert; sowie der Probe-Strahlung, welche die im Material induzierten Modifikationen detektiert. Dazu wird ultrakurz gepulste Laserstrahlung (1,  $\lambda = 800$  nm,  $\tau_H = 40$  fs,  $M^2 = 1,2$ ) mit Hilfe eines Strahlteilers in Pump-Strahlung (rote Linie) und Probe-Strahlung (blaue

Linie) aufgeteilt (Bild 1). Die Wellenlänge der Pump-Strahlung ist auf  $800$  nm festgelegt, während die Wellenlänge der Probe-Strahlung durch einen optisch parametrischen Verstärker (2) zwischen  $240$  nm und  $20$   $\mu$ m variiert werden kann. Mittels einer Verzögerungsstrecke (3) können beide Strahlungen zwischen  $-500$  ps  $< \Delta t < 4$  ns zueinander verzögert werden. Die Pump-Strahlung wird im selbstentwickelten Ellipsometer (4) mit einer Linse ( $f' = 150$  mm) auf die Probenoberfläche ( $d_\sigma = 36$   $\mu$ m) fokussiert und ruft Modifikationen der optischen Parameter durch Erhitzen, Schmelzen oder Ablation von Material hervor. Diese Änderungen können durch Reflexion der vollständig polarisierten Probe-Strahlung (Parallel zur Einfallsebene für Reflektometrie und  $45^\circ$  zur Einfallsebene für Ellipsometrie) an der Probenoberfläche und anschließende Abbildung auf einem Detektor in einem definierten zeitlichen Abstand zur Pump-Strahlung und einer räumlichen Auflösung von  $0,65$   $\mu$ m vermessen werden.

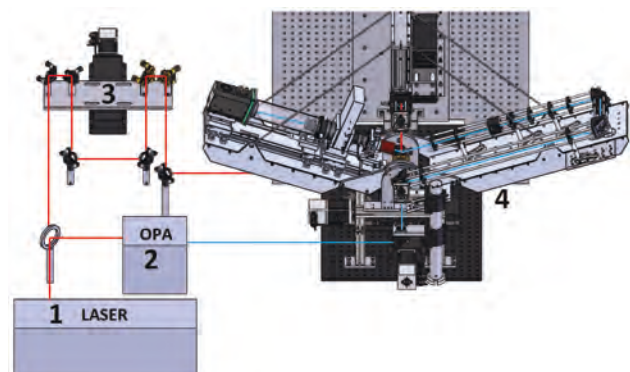


Bild 1: Experimenteller Pump-Probe-Aufbau, bestehend aus Laserstrahlquelle 1, optisch parametrischen Oszillator 2, Verzögerungsstrecke 3 und selbst entwickeltem Ellipsometer 4.

Der Einfallswinkel der Probe-Strahlung kann zwischen  $55^\circ$  und  $90^\circ$  variiert werden, wobei die Pump-Strahlung immer senkrecht auf die Probenoberfläche trifft. Die minimal erreichbare zeitliche Auflösung wird durch die Pulsdauer der Probe-Strahlung mit

60 fs bestimmt. Der Strahldurchmesser der Probe-Strahlung beträgt ca. 200  $\mu\text{m}$  auf der Probenoberfläche. Die Pulsenergie der Pump-Strahlung kann mit Hilfe eines externen Abschwächers zwischen 0,1 J/cm<sup>2</sup> und 65 J/cm<sup>2</sup> variiert werden. Mit dem vorhandenen Aufbau können somit zum einen die einfache Änderung des Reflexionsgrades durch ultraschnelle Reflektometrie oder der komplexe Brechungsindex mittels ultraschneller Ellipsometrie detektiert werden. Weiterhin kann der Aufbau leicht für Schattenfotografie oder Brewster-Winkel-Mikroskopie adaptiert werden. Alle Messmethoden können orts-, zeit-, spektroskopisch und winkelaufgelöst durchgeführt werden.

Alle im Folgenden dargestellten Pump-Probe-Experimente werden an dünnen Goldschichten ( $d = 200 \text{ nm}$ ) auf Quarzglas, mit einer Wellenlänge der Probestrahlung von 440 nm, bei einem festen Einfallswinkel von 60° durchgeführt. Die Goldschichten werden mit Einzelpulsen der Pump-Strahlung bei einer Fluenz von 1 J/cm<sup>2</sup>, 2 J/cm<sup>2</sup> und 7 J/cm<sup>2</sup> bestrahlt. Die Durchmesser der erhaltenen Ablationsstrukturen werden mittels optischer Mikroskopie vermessen und daraus die Schwellfluenzen nach der Methode von Liu [4] ermittelt.

Zur Bestimmung des komplexen Brechungsindex mittels Pump-Probe-Ellipsometrie wird die Methode des rotierenden Analysators, unter Anwendung eines Substratmodells [5], eingesetzt.

Die Änderung des Reflexionsgrades  $\Delta R/R$  wird mittels Pump-Probe-Reflektometrie relativ zum Reflexionsgrad  $R$  der nicht angeregten Probenoberfläche durch  $\Delta R/R = (R_{\text{exi}} - R)/R$  ermittelt, wobei  $R_{\text{exi}}$  den Reflexionsgrad im angeregten Zustand darstellt. Der verwendete Zeitschritt beträgt 200 fs.

### 3 Experimentelle Ergebnisse

#### Ablationsstrukturen

Nach der Ablation von Material mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung können zwei verschiedene Ablationsstrukturen detektiert werden, der Gentle-Abtrag (Bild 2, Fläche 1) und der Strong-Abtrag (Bild 2, Fläche 2). Für niedrige Fluenzen findet kein Abtrag, sondern lediglich eine Erwärmung des Materials statt. Nach der Methode von Liu [4] wird eine Schwellfluenz von  $H_{\text{thr,gentle}} = (1,2 \pm 0,05) \text{ J/cm}^2$  für den Gentle-Abtrag und  $H_{\text{thr,strong}} = (3,2 \pm 0,3) \text{ J/cm}^2$  für den Strong-Abtrag bestimmt, weshalb die Fluenzen 1 J/cm<sup>2</sup>, 2 J/cm<sup>2</sup> und 7 J/cm<sup>2</sup> ausgewählt wurden. Als Ursache für den Gentle-Abtrag können Spallation und Phasexplosion [6, 7] und für den Strong-Abtrag Phasexplosion und Phasenseparation (engl. Critical Point Phase Separation CPPS) [7] genannt werden.

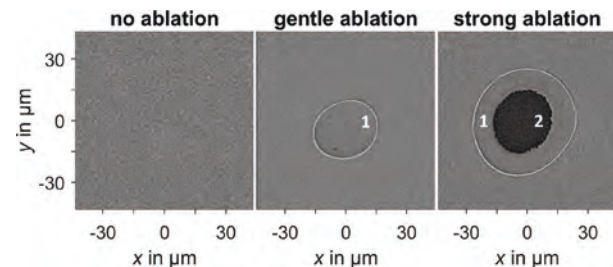


Bild 2: Erhaltene Ablationsstrukturen für verschiedene Fluenzen der Pump-Strahlung, links: kein Abtrag  $H_0 = 1 \text{ J/cm}^2$ ; Mitte: Gentle-Abtrag  $H_0 = 2 \text{ J/cm}^2$ ; rechts: Strong-Abtrag  $H_0 = 7 \text{ J/cm}^2$ .

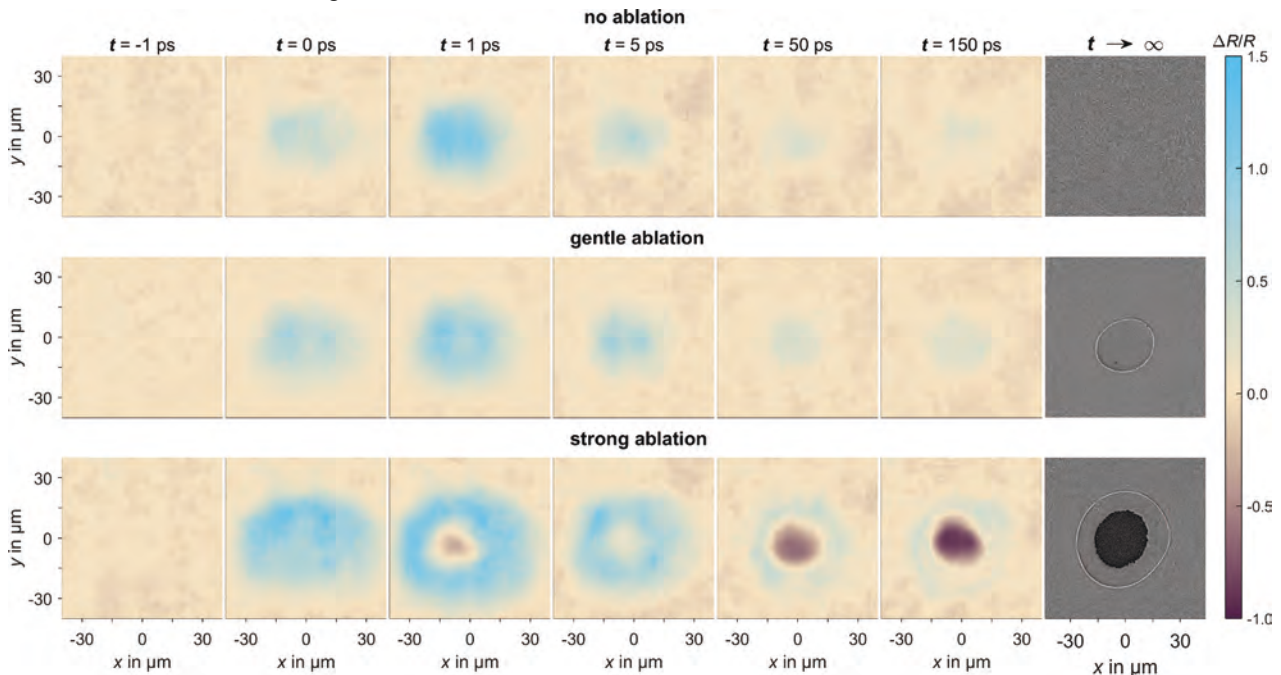


Bild 3: Spalte 1-6 Ortsaufgelöste Änderung des relativen Reflexionsgrades von Gold nach der Bestrahlung mit Pump-Strahlung: ohne Abtrag (obere Zeile), Gentle-Abtrag (mittlere Zeile) und Strong-Abtrag (untere Zeile) für verschiedene Verzögerungszeiten zwischen Pump- und Probe-Strahlung. Letzte Spalte Zum Vergleich die erhaltenen Ablationsstrukturen, ermittelt mittels Rasterelektronenmikroskopie.

### Pump-Probe-Reflektometrie

Die Unterscheidung zwischen den Bereichen des Gentle- und Strong-Abtrages ist mittels Pump-Probe-Reflektometrie bereits nach 1 ps möglich (Bild 3). Für den Strong-Bereich ist ein negatives  $\Delta R/R$  zu erkennen, wohingegen der Gentle-Bereich ein positives  $\Delta R/R$  für alle dargestellten Verzögerungszeiten, ähnlich dem  $\Delta R/R$  für keinen Abtrag, aufweist. Ein positives  $\Delta R/R$  für den Strong-Bereich kann nur für Verzögerungszeiten bis ca.  $t = 0,5$  ps beobachtet werden (Bild 4).

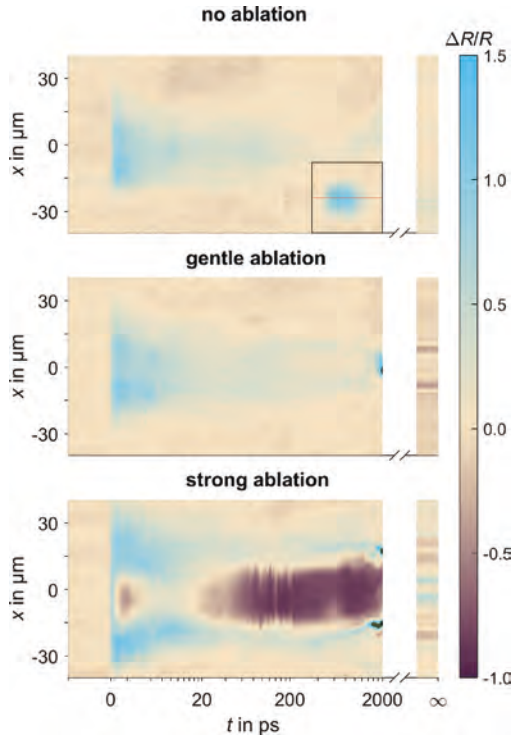


Bild 4: Schnittdarstellung entlang der  $y$ -Achse der ortsauflösenden Messung von  $\Delta R/R$  als Funktion der Zeit für die drei untersuchten Fluenzen.

Die Zunahme von  $\Delta R/R$  für keinen Abtrag und Gentle-Abtrag ist in der Änderung der Fermi-Verteilung begründet. Die gewählte Wellenlänge der Probe-Strahlung von 440 nm ist kleiner als die Wellenlänge  $\lambda_{ITT}$ , welche zur Anregung von Elektronen aus dem d-Band in das sp-Band von rund 500 nm [8] (engl. Interband Transition Threshold ITT) benötigt wird, wodurch ein Interbandübergang möglich ist. Bei Raumtemperatur sind nur wenige Zustände oberhalb der Fermi-Energie im sp-Band besetzt, weshalb die Wahrscheinlichkeit eines stattfindenden Interbandüberganges vom d- in das sp-Band und damit die Absorption eines Photons mit  $\lambda < \lambda_{ITT}$  hoch ist. Durch die Erhöhung der Elektronentemperatur, als Folge der Anregung des Materials durch die Pump-Strahlung, sind mehr Zustände oberhalb der Fermi-Energie besetzt und damit die Wahrscheinlichkeit eines Interbandüberganges im Vergleich zu den Bedingungen bei Raumtemperatur reduziert. Demnach werden weniger Photonen mit  $\lambda < \lambda_{ITT}$  absorbiert und der Reflexionsgrad steigt.

Als mögliche Ursachen für das Absinken von  $\Delta R/R$  für den Strong-Abtrag für eine Verzögerung zwischen 1 ps und 5 ps können die thermisch induzierte

Emission von Elektronen [9], aus der Materialoberfläche austretende ballistische Elektronen [10, 11], starke Dichteschwankungen aufgrund hoher Drücke der Elektronen, eine daraus resultierende in das Materialinnere ausbreitende Stoßwelle [7, 12] und damit eine Änderung der dielektrischen Funktion [13, 14], genannt werden. Dieses Absinken von  $\Delta R/R$  für den Strong-Abtrag ist ebenfalls in dem in Bild 4 dargestellten Orts-Zeit-Diagramm von  $\Delta R/R$  (Schnittdarstellung entlang  $y = 0$ ) durch ein lokales Minimum von  $\Delta R/R$  für die Verzögerungszeit  $t = 2$  ps deutlich sichtbar. Nach dem Minimum von  $\Delta R/R$  für den Strong-Abtrag entsteht ein lokales Maximum, bei einer Verzögerungszeit im Bereich von  $t = 6 - 8$  ps, was ungefähr der Elektronen-Phononen-Relaxierungszeit von Gold [15, 16] entspricht. Die anschließende erneute Verringerung von  $\Delta R/R$  resultiert vermutlich aus den veränderten Parametern der dielektrischen Funktion durch ein erhitztes Phononensystem und Phasenübergängen [17, 18], sowie der beginnenden Materialablation [7, 12, 19].

Weiterhin ist die laterale Ausdehnung von  $\Delta R/R$  für alle drei untersuchten Fluenzen zum Zeitpunkt der Anregung und bis zu einer Verzögerungszeit von 1 ps am größten und nimmt anschließend kontinuierlich ab.

### Pump-Probe-Ellipsometrie

Die Validierung des selbstentwickelten Pump-Probe-Ellipsometers erfolgt durch einen Vergleich der ermittelten Brechzahl sowie des Extinktionskoeffizienten von Gold mit Literaturangaben [20] und den Messungen eines kommerziellen Ellipsometers (nanofilm ep4, Accurion GmbH), wobei die resultierenden Abweichungen weniger als 10 % betragen (Bild 5).

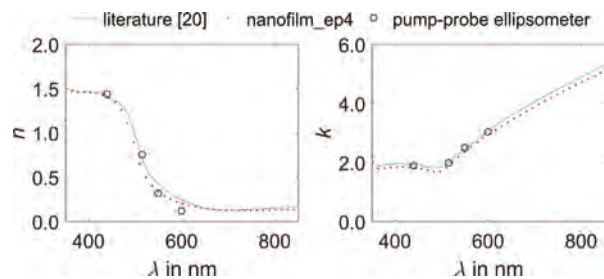


Bild 5: Vergleich der ermittelten Brechzahl und des Extinktionskoeffizienten von Gold mit Literaturangaben und den Ergebnissen eines kommerziellen Ellipsometers.

Erste Messungen mittels Pump-Probe-Ellipsometrie für eine Fluenz der Pump-Strahlung von  $1 \text{ J/cm}^2$  und Anwendung eines Substratmodells ergeben einen geringen Abfall der Brechzahl  $n$  für alle untersuchten Verzögerungszeiten von bis zu 1,5 ps, wobei sich jedoch für einige Werte von  $n$  geringere Änderungen als die Messfehler ergeben. Der Extinktionskoeffizient  $k$  weist einen Anstieg von ca. 1,9 als Referenzwert bis zu einem Maximum von 3,1, bei einer Verzögerungszeit von etwa 100 fs, auf (Bild 6), was ungefähr den Zeitpunkt der maximalen Elektronentemperatur entspricht. Anschließend erfolgt ein kontinuierlicher Abfall  $k$  bis zu 2,7, bei einer Verzögerungs-

rungszeit von 1,5 ps. Die aus dem Substratmodell berechneten Werte von  $n$  und  $k$  beschreiben das Experiment mitunter nur unzureichend, da aufgrund einer Phasenänderung und sich damit ausbreitenden Schmelzfront, sowie eines Temperaturgradienten, ein Schichtmodell verwendet werden muss.

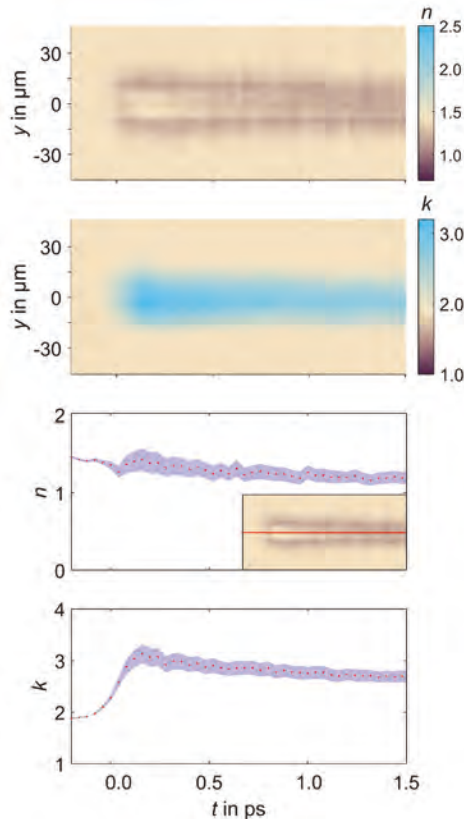


Bild 6: *oben*: Schnittdarstellung entlang der  $y$ -Achse der ortsaufgelösten Messung von  $n$  und  $k$  als Funktion der Zeit für eine Fluenz von  $1 \text{ J/cm}^2$ ; *unten*: Zeitliche Entwicklung des Mittelpunktes von  $n$  und  $k$  der oberen Schnittdarstellung.

#### 4 Zusammenfassung

Der Aufbau eines automatisierten Pump-Probe-Ellipsometers, welches die zeitlich-, räumlich-, spektroskopisch und winkelaufgelöste Reflektometrie, Ellipsometrie und Schattenfotografie ermöglicht, wurde vorgestellt. Ausgehend von den experimentell erhaltenen Abtragsstrukturen, mit einer Schwellfluenz von  $H_{thr,gentle} = (1,2 \pm 0,05) \text{ J/cm}^2$  für Gentle-Abtrag und  $H_{thr,strong} = (3,2 \pm 0,3) \text{ J/cm}^2$  für Strong-Abtrag, wurden erste Untersuchungen zur Pump-Probe-Reflektometrie für eine Fluenz der Pump-Strahlung ( $\lambda = 800 \text{ nm}$ ,  $\tau_H = 40 \text{ fs}$ ) von  $1 \text{ J/cm}^2$  (kein Abtrag),  $2 \text{ J/cm}^2$  (Gentle-Abtrag) und  $7 \text{ J/cm}^2$  (Strong-Abtrag) durchgeführt, wobei sich für keinen und Gentle-Abtrag bei der verwendeten Probe-Strahlung ( $\lambda = 440 \text{ nm}$ ,  $\tau_H = 60 \text{ fs}$ ) eine positive Änderung des relativen Reflexionsgrades  $\Delta R/R$  ergab und im Strong-Abtrag eine negative Änderung von  $\Delta R/R$  dominiert.

Die Validierung des selbst entwickelten Aufbaues erfolgte durch einen Vergleich der ermittelten Werte der Brechzahl  $n$  und des Extinktionskoeffizienten  $k$  mit den Werten eines kommerziellen Ellipsometers

und Literaturangaben bei Raumtemperatur und ergab Abweichungen von weniger als 10 %.

Erste Untersuchungen zur Pump-Probe-Ellipsometrie ergaben eine geringe negative Änderung von  $n$  und eine positive Änderung von  $k$  mit einem Maximum von  $k$  bei einer Verzögerungszeit von ca. 100 fs.

#### Danksagung

Die Autoren danken dem Staatsministerium für Wissenschaft und Kunst (SMWK) für die Finanzierung des Gemeinschaftsprojektes mit der Projektnummer 8222501.

#### Literaturverzeichnis

- [1] K. Sugioka, Y. Cheng, *Ultrafast laser processing* (CRC Press; Boca Raton, 2013)
- [2] A. Horn, *Ultra-fast material metrology* (Wiley-VCH, Weinheim, 2009)
- [3] S. Rapp, M. Kaiser, M. Schmidt, H.P. Huber, *Optics express* **24**, 17572 (2016)
- [4] J.M. Liu, *Opt. Lett.* **7**, 196 (1982)
- [5] H. Fujiwara, *Spectroscopic ellipsometry* (John Wiley and Sons, Hoboken, 2009)
- [6] C. Wu, L.V. Zhigilei, *Appl Phys A* **114**, 11 (2014)
- [7] C. Cheng, X. Xu, *Phys. Rev. B* **72** (2005)
- [8] J. Hohlfeld, S.-S. Wellershoff, J. GÜdde, U. Conrad, V. Jähnke, E. Matthias, *Chemical Physics* **251**, 237 (2000)
- [9] W. Wendelen, B.Y. Mueller, D. Autrique, B. Rethfeld, A. Bogaerts, *Journal of Applied Physics* **111**, 113110 (2012)
- [10] T. Ogitsu, Y. Ping, A. Correa, B.-i. Cho, P. Heimann, E. Schwegler, J. Cao, G.W. Collins, *High Energy Density Physics* **8**, 303 (2012)
- [11] S.-S. Wellershoff, J. Hohlfeld, J. GÜdde, E. Matthias, *Appl Phys A* **69**, S99-S107 (1999)
- [12] M.E. Povarnitsyn, V.B. Fokin, P.R. Levashov, *Applied Surface Science* **357**, 1150 (2015)
- [13] M.E. Povarnitsyn, N.E. Andreev, E.M. Apfelbaum, T.E. Itina, K.V. Khishchenko, O.F. Kostenko, P.R. Levashov, M.E. Veysman, *Applied Surface Science* **258**, 9480 (2012)
- [14] J. Winter, S. Rapp, M. Schmidt, H.P. Huber, *Applied Surface Science* **417**, 2 (2017)
- [15] Z. Lin, L.V. Zhigilei, V. Celli, *Phys. Rev. B* **77** (2008)
- [16] M. Olbrich, E. Punzel, P. Lickschat, S. Weißmantel, A. Horn, *Physics Procedia* **83**, 93 (2016)
- [17] K. Sokolowski-Tinten, J. Bialkowski, M. Boing, A. Cavalleri, D. von der Linde, *Phys. Rev. B* **58**, R11805-R11808 (1998)
- [18] B. Rethfeld, D.S. Ivanov, M.E. Garcia, S.I. Anisimov, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **50**, 193001 (2017)
- [19] D.S. Ivanov, V.P. Lipp, V.P. Veiko, E. Yakovlev, B. Rethfeld, M.E. Garcia, *Appl. Phys. A* **117**, 2133 (2014)
- [20] P.B. Johnson, R.W. Christy, *Phys. Rev. B* **6**, 4370 (1972)



# GRUNDLAGENUNTERSUCHUNGEN AN DIELEKTRISCHEN MATERIALIEN MITTELS ULTRAKURZER LASERPULSE

Manuel Pfeiffer, Fabian Knebel, Steffen Weißmantel  
 Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Es werden Ergebnisse der Grundlagenuntersuchungen an dielektrischen Materialien (Quarzglas Corning 7980 KrF-Grade, Calciumfluorid, Magnesiumfluorid, Lithiumfluorid, Yttrium-Aluminium-Granat, Lithiumtantalat) durch Bestrahlung mittels Ultrakurzpuls-Laserstrahlung mit unterschiedlichen Pulsdauern präsentiert. Für die Untersuchungen wurde eine Femtosekundenlaseranlage mit einem integrierten Pharos FS-Lasersystem 15-1000-PP (Wellenlänge 1028 nm, Repetitionsrate 200 kHz, maximale Laserstrahlleistung 15 W, Pulsdauer 220 fs - 10 ps) genutzt. Ziel der durchgeführten Untersuchungen war die Bestimmung grundlegender Abtragsparameter in Abhängigkeit von den applizierten Laserstrahlparametern und die daraus resultierende Bestimmung der Schwellfluenz- und Schwellintensitätswerte für die verwendeten Pulsdauern.

## 1. Einleitung

Die in dieser Arbeit präsentierten Ergebnisse befassen sich mit Grundlagenuntersuchungen an dielektrischen Materialien. Ziel war es Abtragsparameter in Abhängigkeit von der Laserpulsdauer im Femtosekunden- und unterem Pikosekundenbereich zu ermitteln. Für diese Untersuchungen wurden Substratmaterialien aus Lithiumtantalat, Yttrium-Aluminium-Granat (YAG), Siliziumdioxid (Corning HPFS KrF-Grade), Calciumfluorid, Magnesiumfluorid und Lithiumfluorid gewählt. Ausgewählte Eigenschaften dieser Materialien können aus der nachstehenden Tabelle 1 entnommen werden.

Tabelle 1: Kennwerte und Strukturformel der untersuchten Materialien [1].

Material	Strukturformel	Bandlücke	Struktur
Lithiumtantalat	LiTaO <sub>3</sub>	4,4 eV	monokristallin
YAG	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	7,9 eV	monokristallin
Siliziumdioxid	SiO <sub>2</sub>	8,0 eV	amorph
Calciumfluorid	CaF <sub>2</sub>	10,0 eV	monokristallin
Magnesiumfluorid	MgF <sub>2</sub>	11,8 eV	monokristallin
Lithiumfluorid	LiF	12,6 eV	monokristallin

Die verwendeten dielektrischen Materialien mit Energiebandlücken von 4,4 eV bis 12,6 eV sind für elektromagnetische Strahlungen bis in den UV Wellenlängenbereich nahezu vollständig transparent und die Ergebnisse dieser Arbeit sind aufgrund dessen für unsere Forschung für die Erzeugung von optischen Bauelementen bzgl. der Maskenprojektion in Excimer- und Exciplex-Lasersystemen besonders interessant. Weitere Ergebnisse betreffend der Wellenlängenabhängigkeit konnten in vergangenen Arbeiten [2,3] präsentiert werden.

## 2. Grundlagen

Voraussetzung für einen laserinduzierten Materialabtrag, bei Verwendung von Photonenenergien von 1,21 eV in den untersuchten dielektrischen Materialien, ist die Erzeugung von freien Ladungsträgern durch nichtlineare Absorptionseffekte. Erreichbar

sind diese durch Verwendung ultrakurzer Laserpulse und den daraus, für diese Versuche, resultierenden hohen Spitzenintensitäten im Bereich von  $1,0 \cdot 10^{11}$  W/cm<sup>2</sup> bis  $1,0 \cdot 10^{14}$  W/cm<sup>2</sup>. Durch nichtlineare Photoionisation (Multiphotonenionisation & Tunnelionisation) werden Seed-Elektronen in das Leitungsband angeregt [4-8], welche ebenfalls durch nichtlineare Absorptionseffekte mit einer höheren Wahrscheinlichkeit höhere Energiezustände innerhalb des Leitungsbandes annehmen können [4]. Infolgedessen kommt es durch Stoßprozesse zur Energieübertragung von angeregten Elektronen im Leitungsband an Elektronen im Valenzband (Impactionisation) und zur lawinenartigen Zunahme (Avalanche-Ionisation) der freien Ladungsträgerdichte  $N(t)$  [7,8]. Erreicht die Plasmadichte einen kritischen Wert  $N_{krit}$  (Frequenz des freien Elektronenplasmas entspricht der Frequenz der Laserstrahlung) [4] erfolgt die Deponierung der restlichen Energie des Laserpulses ausschließlich im freien Elektronenplasma (Resonanzabsorption), welche dann zur Energieübertragung an das Gitter bzw. zum Materialabtrag führt. Eine schematische Darstellung der Zusammenhänge kann in der nachfolgenden Abbildung (Bild 1) betrachtet werden.

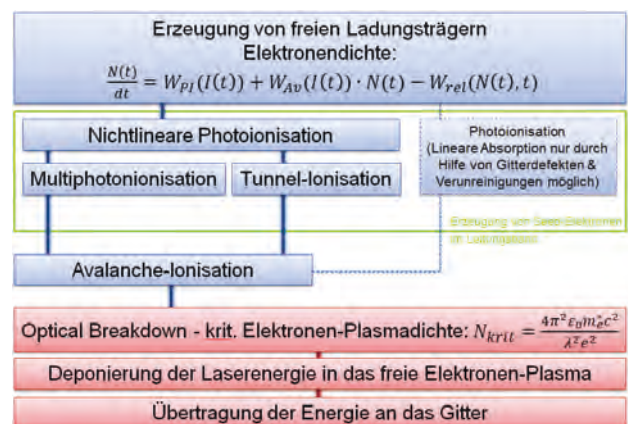


Bild 1: Wechselwirkung zwischen Ultrakurzpuls-Laserstrahlung und dielektrischen Materialien. Die Zunahme der freien Ladungsträgerdichte  $N(t)$  [4] setzt sich aus der nichtlinearen Photoionisation  $W_{PI}(I(t))$  & der Avalancheionisation  $W_{Av}(I(t))$  und einem Verlustanteil durch ultraschnelle Relaxationsprozesse  $W_{rel}(N(t), t)$  [9] zusammen.

### 3. Experimentelle Durchführung

Für die Untersuchung der Abtragsparameter wurden auf den verwendeten, polierten Versuchssubstraten Einzelpulsabträge in Abhängigkeit von der Laserstrahlfluenz und der Laserpulsdauer erzeugt. Die dafür verwendete Ultrakurzpuls-Laseranlage beinhaltet ein Pharos FS-Lasersystem (Pharos 15-1000-PP) mit einer mittleren Wellenlänge von  $\lambda = 1028$  nm und einer integrierten Pulsdauervariation. Für diese Untersuchungen wurde die Pulsdauer in einem Bereich von 230 fs bis 6200 fs variiert und mit Hilfe eines Autokorrelators (pulseCheck der Firma A·P·E) vermessen. Weitere Anlagenparameter können der nachfolgenden Tabelle 2 entnommen werden.

Tabelle 2: Laser- und Anlagenparameter der Pharos Ultrakurzpuls-Laseranlage.

Laser- und Anlagenparameter	
Wellenlänge	1028 nm
Repetitionsrate	200 kHz
max. Pulsenergie	70 $\mu$ J
Pulsdauer	220 fs - 10 ps
Objektiv Brennweite	167 mm
Strahlradius	12,5 $\mu$ m

Durch Messung der Abtragungsdurchmesser in Abhängigkeit von der Laserstrahlfluenz konnten mit Hilfe der Liu-Plot Methode [10] die Abtragungsschwellfluenz und daraus die Abtragungsschwellintensität in Abhängigkeit von der Pulsdauer ermittelt werden. Ein Bildausschnitt zu den jeweils erzeugten Einzelpulsabträgen auf den untersuchten Materialien bei Verwendung einer Pulsdauer von 230 fs kann in der nachfolgenden Abbildung 2 betrachtet werden.

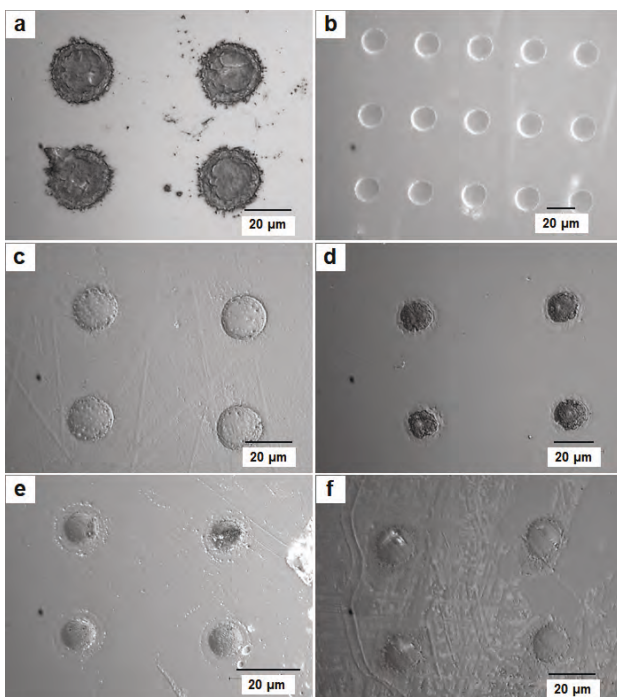


Bild 2: Lichtmikroskopische Aufnahmen der erzeugten Einzelpulsabträge bei einer verwendeten Pulsdauer von 230 fs auf den untersuchten Materialien: a) Lithiumtantalat  $\text{LiTaO}_3$ , b) Yttrium-Aluminium-Granat  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ , c) Siliziumdioxid  $\text{SiO}_2$ , d) Calciumfluorid  $\text{CaF}_2$ , e) Magnesiumfluorid  $\text{MgF}_2$ , f) Lithiumfluorid  $\text{LiF}$ . Bei den erkennbaren äußeren Durchmessern handelt es sich bei Lithiumtantalat um Materialablagerungen (Debris kann entfernt werden), bei Calciumfluorid, Magnesiumfluorid und Lithiumfluorid um Materialmodifikationen.

Für die Messung der Durchmesser und die Untersuchung der erzeugten Einzelpulsabträge standen ein digitales Lichtmikroskop der Firma Keyence (VHX-100), ein Konfokalmikroskop der Firma Confovis und ein Rasterelektronenmikroskop der Firma Jeol zur Verfügung.

Bei den untersuchten Materialien mit den höheren Energiebandlücken Calciumfluorid, Magnesiumfluorid und Lithiumfluorid traten neben den Materialabträgen Modifikationen auf, für welche ebenfalls die Schwellfluenzen und -intensitäten bestimmt wurden. Hierbei handelt es sich um visuelle Veränderungen an und unterhalb der Materialoberfläche (kein Debris). Ein Höhenunterschied und somit ein Abtrag gegenüber der nicht bestrahlten Oberfläche konnte nicht festgestellt werden. Eine genauere Untersuchung dieser Bereiche steht noch aus. Ein Beispiel für ein erzeugten Einzelpulsabtrag mit Modifikation in Calciumfluorid kann im nachfolgenden Bild 3 betrachtet werden.

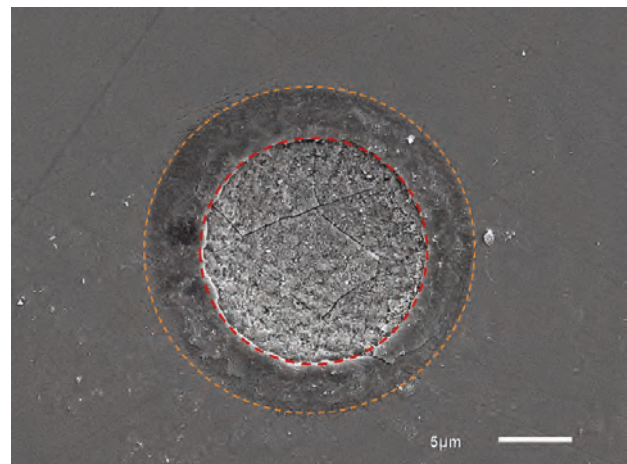


Bild 3: REM-Aufnahme eines erzeugten Einzelpulsabtrags auf dem Calciumfluorid-Substrat. Der innere Durchmesser (rot) kennzeichnet den Materialabtrag, der äußere (orange) den Bereich der Materialmodifikation.

### 4. Ergebnisse

Die ermittelten Abtragungsschwellfluenzen und -intensitäten für Lithiumtantalat, Yttrium-Aluminium-Granat und Siliziumdioxid sind im Bild 4 und für Calciumfluorid, Magnesiumfluorid und Lithiumfluorid zusätzlich mit deren Modifikationsschwellen im Bild 5 dargestellt. Bei Calciumfluorid und Magnesiumfluorid konnten nur Materialabträge bis zu einer Pulsdauer von 340 fs und bei Lithiumfluorid bis zu einer Pulsdauer von 2170 fs festgestellt werden. Bei einer höheren Pulsdauer traten bei diesen Materialien

ausschließlich nur noch Materialmodifikationen (kein Abtrag oder Debris) auf.

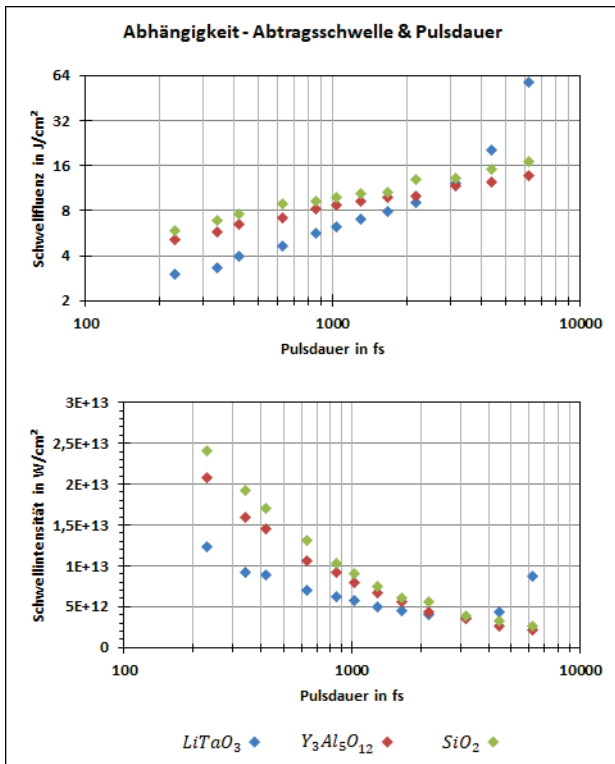


Bild 4: Diagramme zur Abtragungsschwelle & -intensität in Abhängigkeit von der Pulsdauer für Lithiumtantalat, Yttrium-Aluminium-Granat und Siliziumdioxid.

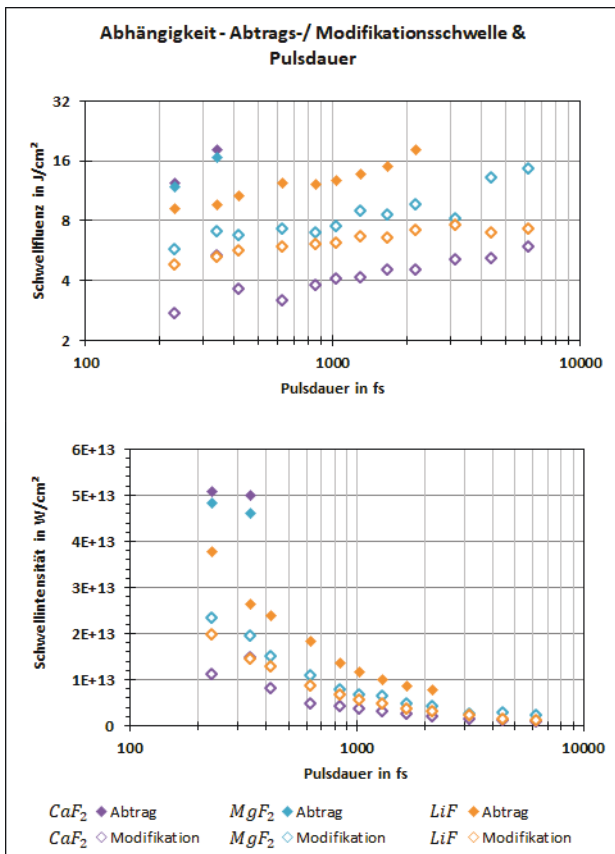


Bild 5: Diagramme zur Abtrags-/ Modifikationsschwelle & -intensität in Abhängigkeit von der Pulsdauer für Calciumfluorid, Magnesiumfluorid & Lithiumfluorid.

In den Diagrammen ist zu erkennen, dass mit Zunahme der Pulsdauer die Modifikations- und Abtragungsschwelle bei allen untersuchten Materialien ansteigen. Vergleicht man die Materialien untereinander, kann man feststellen, dass bei gleichen Pulsdauern die Schwellwertwerte mit den Energiebandlücken der Materialien zunehmen. Eine Ausnahme bildet hier Lithiumfluorid mit der höchsten Bandlücke der untersuchten Materialien, dessen Abtragskurven unterhalb von Calciumfluorid und Magnesiumfluorid liegt.

Maßgeblich für die Erzeugung der freien Elektronen und somit für den Materialabtrag bei dielektrischen Materialien ist der Schwellwert der Laserstrahlintensität, welcher mit Zunahme der Pulsdauer im untersuchten Bereich sinkt (siehe untere Diagramme im Bild 4 & 5). Grund hierfür ist der Anteil der Avalanche-Ionisation bei der Wechselwirkung zwischen Ultrakurzpuls-Laserstrahlung und den dielektrischen Materialien (siehe Bild 1), welcher nach der Erzeugung von Seed-Elektronen im Leitungsband hauptsächlich für die Generierung der freien Elektronen verantwortlich ist [4,9]. Je länger die Pulsdauer, umso mehr Zeit steht für die Impact-Ionisation und infolgedessen für den Avalanche-Ionisationsprozess zur Verfügung. Folglich werden niedrigere Schwellwerte für die Intensitäten benötigt um einen Optical Breakdown im jeweiligen dielektrischen Material zu erreichen [4]. Vergleichbare Untersuchungen aus der Literatur [11-13] zeigen, dass es bei Pulsdauern ab 10 ps zu einem deutlich höheren Anstieg bei den Werten der Schwellfluenzen und in dessen Folge zu einem Anstiegs der Abtragungsschwelleintensitäten kommt. Nichtlineare Effekte werden ab diesem Punkt unwahrscheinlicher und es werden höhere Intensitäten benötigt um Seed-Elektronen im Leitungsband erzeugen zu können.

## 5. Zusammenfassung & Ausblick

Für Lithiumtantalat, Yttrium-Aluminium-Granat und Siliziumdioxid konnten im kompletten untersuchten Pulsdauerbereich von 230 fs bis 6200 fs Einzelpulsabträge ermittelt und daraus die Abtragungsschwellen bestimmt werden (siehe Bild 4). Bei Calciumfluorid und Magnesiumfluorid traten Materialabträge nur bis zu einer Pulsdauer von 340 fs und bei Lithiumfluorid bis 2170 fs auf. Zusätzlich konnten bei diesen Materialien Modifikationen in den bestrahlten Bereichen und deren Schwellwerte festgestellt werden (siehe Bild 5). Generell zeigt sich, dass die Werte für die Abtragungsschwellefluenzen mit zunehmender Pulsdauer steigen und die Werte für die Abtragungsschwelleintensitäten sinken. Der aus der Literatur [11-13] bekannte Anstieg der Schwellintensitäten bei längeren Pulsdauer konnte in dem von uns untersuchten Bereich nicht festgestellt werden. Hierfür sind fortführende Versuche mit einer Pulsdauer im Bereich um und ab 10 ps für die untersuchten dielektrischen Materialien nötig. Weiter Untersuchung, bzgl. der Rolle der Inkubation bei Mehrfachbestrahlung und der daraus resultierende Änderung der Werte der Abtragungsschwellen, sind ebenfalls geplant.

## Literaturverzeichnis

- [1] W. H. Strehlow, et al., Compilation of Energy Band Gaps in Elemental and Binary Compound Semiconductors and Insulators, *J. Phys. Chem. Data* 2 (1973), 163-199
- [2] M. Pfeiffer, et al., Microstructuring of fused silica using femtosecond laser pulses of various wavelengths, *Appl. Phys. A* 121 (2015), 689-693
- [3] M. Pfeiffer, et al., Mikrostrukturierung von Quarzglas mittels Femtosekundenlaserstrahlung unterschiedlicher Wellenlängen, *Sci. Rep. IWKM* 4 (2015), 167-170
- [4] X. Jing, et al., Modeling validity of femtosecond laser breakdown in wide bandgap dielectrics, *Appl. Surf. Sci.* 258 (2012), 4741-4749
- [5] C.B. Schaffer, et al., Laser-induced breakdown and damage in bulk transparent materials induced by tightly focused femtosecond laser pulses, *Meas. Sci. Technol.* 12 (2001), 1784-1794
- [6] L. V. Keldysh, et al., Ionization in the field of a strong electromagnetic wave, *Sov. Phys. JETP* 20 (1965), 1307-1314
- [7] X. Shang, et al., Analysis of avalanche mechanisms in short-pulses laser-induced damage, *Opt. & Laser Technol.* 42 (2010), 243-246
- [8] D. Du, et al., Laser-induced breakdown by impact ionization in SiO<sub>2</sub> with pulse widths from 7 ns to 150 fs, *Appl. Phys. Lett.* 64 (1994), 3071-3073
- [9] S.S. Mao, et al., Dynamics of femtosecond laser interactions with dielectrics, *Appl. Phys. A* 79 (2004), 1695-1709
- [10] J.M. Liu, Simple technique for measurements of pulsed Gaussian-beam spot sizes, *Opt. Lett.* 7 (1982), 196-198
- [11] X. Lin, et al., Ultra-short laser ablation of dielectric: Theoretical analysis of threshold damage fluence and ablation depth, *Appl. Surf. Sci.* 256 (2009), 130-135
- [12] Chengbin Li, et al., Theoretical and Experimental Study on Femtosecond Laser-induced Damage in MgF<sub>2</sub> Crystals, *JLMN-Journal* 1 (2006), 126-128
- [13] M. D. Perry, et al., Ultrashort-pulse laser machining of dielectric materials, *J. Appl. Phys.* 1 (1999), 6803-6810

# F2-LASERMIKROSTRUKTURIERUNG VON MIKRO-FRESNEL-LINSEN

Michael Pfeifer<sup>1</sup>, Sebastian Büttner<sup>1</sup>, Ruiyong Zhang<sup>2</sup>, Murat Serbay<sup>2</sup>,  
Steffen Weißmantel<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

<sup>2</sup> FCI Deutschland GmbH, Holzhauser Str. 175, D-13509 Berlin

Mikrooptiken gewinnen zunehmend an Bedeutung für die Lösung technischer Probleme. So wurden in den vergangenen Jahren immer mehr Verfahren entwickelt und weiterentwickelt, um Optiken mit Abmessungen im Bereich weniger Mikrometer zu fertigen. Eines dieser Verfahren ist die Fluorlasermikrobearbeitung, welche die direkte Strukturierung von Mikro-Fresnel-Linsen in Glas, aber insbesondere auch in wide band gap Materialien und Quarzglas ermöglicht. Hierfür wurde das Maskenprojektionsverfahren durch Konstruktion und Bau eines speziellen Maskenwechsel- und -handlingsystems für die Verwendung rotierender Masken weiterentwickelt. Dieses Verfahren ermöglicht die Herstellung von Linsen mit nahezu optimal sphärisch gekrümmter Oberfläche und guter Oberflächenqualität. Da die Masken und nicht das Substrat gedreht werden, besteht auch die Möglichkeit, große Substrate, z.B. Wafer, zu strukturieren. Demonstriert werden ausgewählte Linsen mit verschiedener Anzahl an Fresnelzonen in Schott D263T mit Oberflächenrauheiten von  $S_q < 100$  nm.

## 1. Einleitung

Die Herstellung von Mikrooptiken kann auf unterschiedliche Weise erfolgen. Die Wahl des Herstellungsverfahrens richtet sich hierbei meist nach dem Linsenmaterial. Insbesondere wide band gap Materialien schränken die Auswahl anwendbarer Technologien zur Herstellung von Mikrooptiken im Allgemeinen und besonders für die Fertigung von Fresnel-Linsen stark ein. Des Weiteren fehlt es Verfahren, wie z.B. der Photolithographie, an Flexibilität, wodurch eine Anwendung nur dann rentabel ist, wenn große Stückzahlen der gleichen Mikrooptik produziert werden sollen. Einen Ausweg bietet die Fluorlasermikrostrukturierung. Aufgrund der geringen Laserwellenlänge und der damit hohen Photonenenergie, ist die Bearbeitung dieser Materialien sowie Quarzglas und Gläsern im Allgemeinen möglich. Im Vergleich zur Photolithographie ist bei diesem Verfahren für einfache Linsen mit wenigen Fresnelzonen nur eine einzige Maske notwendig. Zudem kann aufgrund des speziellen Maskendesigns der Krümmungsradius der Linsen über die Bearbeitungsparameter eingestellt werden und bleibt somit variabel. Der in die Anlage integrierte Maskenwechsler erlaubt bis zu vier verschiedene Linsendesigns in einem Strukturierungsprozess umzusetzen.

## 2. Experimenteller Aufbau

Die Mikrostrukturierung erfolgt mittels einer vollautomatisierten hochpräzisen Mikrostrukturierungsanlage, welche an der Hochschule Mittweida in Zusammenarbeit mit der Firma 3D-Micromac AG entwickelt und in Betrieb genommen wurde. In die Anlage ist der Fluorlaser LPF 220i der Firma Coherent (Deutschland) GmbH integriert, welcher Laserstrahlung mit einer Wellenlänge von 157 nm emittiert, was einer Photonenenergie von 7,9 eV entspricht. Die maximale Repetitionsrate beträgt 200 Hz und die Pulsdauer 25 ns. Die Pulsenergie kann zwischen 10 und 30 mJ variiert werden. Aufgrund der Wellenlänge im VUV-Bereich muss die Strahlführung in sauerstofffreier Atmosphäre erfolgen. Um dies zu ermöglichen, finden die Strahlformung und die Materialbearbeitung in

zwei voneinander unabhängigen Vakuumkammern statt. Hierbei kann der Strahlengang bis auf einen Druck  $< 5 \cdot 10^{-5}$  mbar und die Bearbeitungskammer im Bereich des Vorvakuums evakuiert werden. Anschließend werden die Kammern mit reinem Stickstoff (5.0) auf Normaldruck gefüllt.

Die Lasermikrostrukturierung erfolgt mittels Maskenprojektionsverfahren. Hierbei wird die Maskengeometrie über ein aus fünf Linsen bestehendes Transmissionsobjektiv im Abbildungsmaßstab 26 : 1 auf der Substratoberfläche abgebildet. Die maximale Strukturgröße auf dem Substrat beträgt  $225 \times 225 \mu\text{m}^2$  bei einem Auflösungsvermögen von  $< 1 \mu\text{m}$ . Größere Strukturen werden mit Hilfe des hochpräzisen Positioniersystems in der Bearbeitungskammer erzeugt. Die maximale Fluenz auf der Substratoberfläche beträgt  $7 \text{ J/cm}^2$ . In der Maskenebene ist ein Maskenwechsler mit vier Rotationsachsen installiert (siehe Abb. 1).



Abb. 1: Maskenwechsler mit vier Rotationsachsen.

Die einzelnen Rotationsachsen des Maskenwechslers werden durch eine Positionierachse in den Laserstrahl gedreht. Diese ermöglichen das Drehen der Maske im Laserstrahl. Der Vorteil dieses Systems liegt gegenüber dem Verfahren von Fricke-Bege mann et al. [1], bei dem das Substrat gedreht wird, darin, dass mehrere Linsen auch auf großen Substraten strukturiert werden können. Die eingesetzten Masken in Form von Blenden bestehen aus Tantalfolie, in die die entsprechende Maskengeometrie mittels Ultrakurzpulslaser geschnitten wird. Über das Objektiv, dessen Auflösungsgrenze bei 500 nm liegt, wird die Maske auf dem Werkstück verkleinert abgebildet.

### 3. Berechnung der Maskengeometrie

Die dreidimensionale Strukturierung von Oberflächen mittels Maskenprojektionsverfahren erfolgt durch das wiederholte und überlappende Aneinandersetzen von Einzelabträgen. Die Tiefe der Struktur ist dabei vom Überlappungsgrad aufeinander folgender Einzelabträge abhängig. Durch den Einsatz speziell designer Masken, deren Ausdehnung sich quer zur Vorschubrichtung ändert, können kontinuierliche Übergänge im Höhenprofil geschaffen werden [2]. Aufgrund der Rotationssymmetrie ist für die Herstellung von Linsen eine zirkuläre Vorschubbewegung in Verbindung mit einer radialen Änderung der Maskenausdehnung notwendig. Die radiale Abhängigkeit der Maskenausdehnung ist hierbei an die Linsengeometrie gekoppelt. Der Maskenöffnungswinkel wird zonenweise mit Hilfe einer cos-Funktion innerhalb der Zonengrenzwinkel  $\gamma_i$  berechnet und verläuft somit proportional zur Oberfläche der Linse. Der Wertebereich der Funktion wird auf einen maximalen Öffnungswinkel normiert, um einen definierten Überlappungsgrad einstellen zu können.

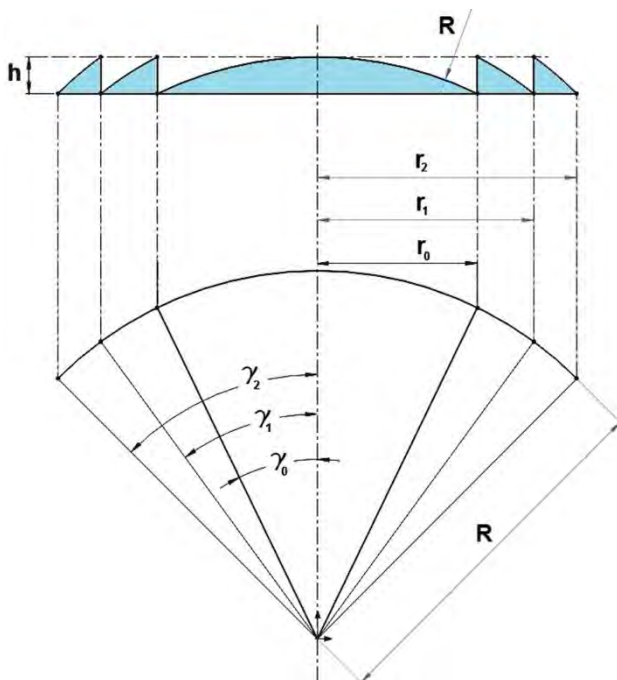


Abb. 2: Beschreibung der Fresnelzonen mittels Kreis-sektoren.

Für die ersten Untersuchungen wurden drei Testmasken mit einem maximalen Öffnungswinkel von 25°, 50° und 90° berechnet und angefertigt (siehe Abb. 3). Dieser Öffnungswinkel ist hierbei als Winkel zwischen dem Start- und Endpunkt des äußeren Kreisbogens der Maskenöffnungen definiert. Die Maskenbereiche sind für jede Zone um 180° verdreht, um die Stabilität der Maske zu erhöhen.



Abb. 3: Mikroskopaufnahmen der Testmasken mit einem maximalen Öffnungswinkel von 25°, 50° und 90°.

Neben Masken für Fresnel-Linsen mit zwei Zonen wurden auch Masken für Fresnel-Linsen mit drei bzw. vier Zonen berechnet und angefertigt (siehe Abb. 4).

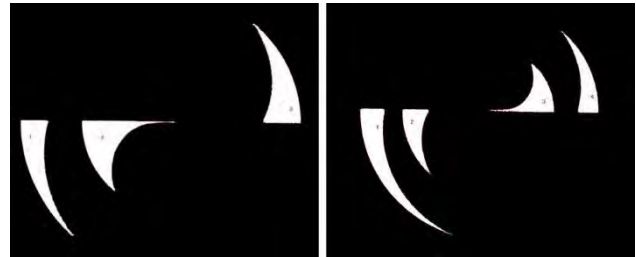


Abb. 4: Mikroskopaufnahmen der Masken für die Strukturierung von Fresnel-Linsen mit drei und vier Zonen.

Das finale Design einer Maske wird durch einen iterativen Prozess gefunden. In einem ersten Schritt erfolgt die Maskenberechnung unter Annahme eines idealen Strahlprofils. Die mit der Maske erzielten Strukturierungsergebnisse fließen dann in die Berechnung des Re-Designs ein. Die Anpassungen umfassen dabei den mittleren Maskenbereich und die Korrektur des Linsenradius durch die Streckung einzelner Maskenbereiche. Die Streckung ist aufgrund der Inhomogenität der Fluenz im Randbereich notwendig und kann durch einen Faktor oder mittels eines Polynoms korrigiert werden.

Die Linsen wurden in Borosilikatglas D263T der Firma Schott AG strukturiert. Im Vorfeld wurden die Schwellfluenz und der Absorptionskoeffizient ermittelt. Die grundlegenden Untersuchungen zur Linsenstrukturierung erfolgten bei einer Laserpulsfluenz im Bereich von 0,5 - 2 J/cm<sup>2</sup> und verschiedenen Puls-zu-Puls-Distanzen. Für die darauf folgenden Versuche wurde aufgrund der besseren Vergleichbarkeit nur der maximale Überlappungsgrad variiert und die Laserpulsfluenz konstant gelassen. Das primäre Ziel der Untersuchungen lag in der Herstellung definiert gekrümmter Oberflächen, wofür zunächst zwei Linsendesigns umgesetzt wurden: ein Linsentyp mit zwei Fresnelzonen und einem Krümmungsradius von 125 µm und ein Linsentyp mit drei Fresnelzonen und einem Krümmungsradius von 133 µm.

#### 4. Versuchsergebnisse

Die Strukturierung mit den Testmasken zeigt, dass mit einer derartigen Maskengeometrie sphärische Flächen herstellbar sind. Die Radien der strukturierten Linsen hängen dabei von der Puls-zu-Puls-Distanz und dem maximalen Maskenöffnungswinkel ab (siehe Abb. 5). Die Laserpulsfluenz wurde in dem oben genannten Bereich variiert, wobei sich die Krümmungsradien der erzeugten Linsen bei einer Laserpulsfluenz von  $1 \text{ J/cm}^2$  gut an den Zielbereich annähern. Prinzipiell sind alle drei Masken zur Fertigung von Linsen geeignet. Es zeigt sich jedoch, dass die Radien der Mittellinse und die der ersten Fresnelzone im Allgemeinen nicht übereinstimmen.

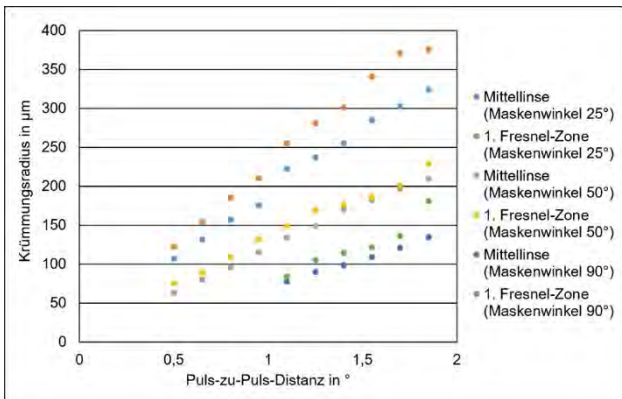


Abb. 5: Krümmungsradien der Mittellinse und der ersten Fresnelzone der mit den Testmasken hergestellten Linsen.

Weiterhin zeigen die Untersuchungen, dass spitz zulaufende Geometrien im Maskenbereich nachteilig sind. Derartige Bereiche sind besonders bei den Masken mit einem maximalen Öffnungswinkel von  $25^\circ$  und  $90^\circ$  zu erkennen (vgl. Abb. 3). Dies betrifft besonders den Bereich des Rotationsmittelpunkts der Maske mit  $25^\circ$  Öffnungswinkel und den Randbereich der äußeren Zone der Maske mit  $90^\circ$  Öffnungswinkel. Diese spitz zulaufenden Bereiche führen in Kombination mit dem Auflösungsvermögen des abbildenden Systems zur fehlerhaften Abbildung der Maske auf dem Substrat. Des Weiteren ist die Form der Linse an den Verlauf des Maskenöffnungswinkels gekoppelt. Bei der Wahl eines sehr kleinen maximalen Maskenöffnungswinkels verringern sich automatisch die Toleranzen für das Schneiden der Masken mittels Ultrakurzpulsaser. Um derartige Einflüsse zu minimieren wurde für die weiteren Untersuchungen der maximale Maskenöffnungswinkel auf  $50^\circ$  festgelegt.

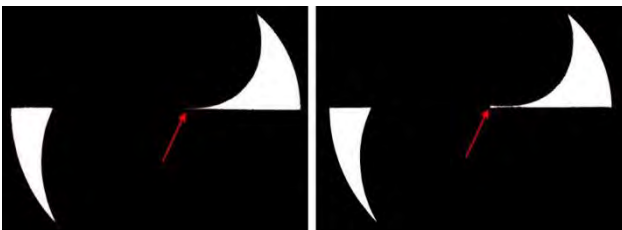


Abb. 6: Mikroskopaufnahme der Maske vor (links) und nach (rechts) dem Re-Design.

Die Maske wurde hinsichtlich des mittleren Bereichs verbreitert, sodass das Auflösungsvermögen theoretisch erst im Rotationsmittelpunkt erreicht wird (siehe Abb. 6).

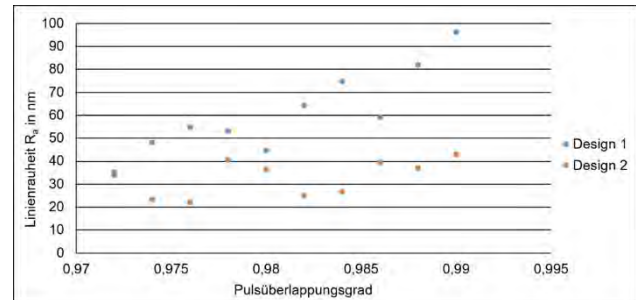


Abb. 7: Verbesserung der Rauheit im mittleren Linsenbereich durch Anpassung des Maskenbereichs.

Aufgrund dieser Anpassung konnte die Rauheit der Mittellinse deutlich gesenkt werden (siehe Abb. 7). Die Auswertung der Konfokalmikroskopaufnahme und des zugehörigen Profilschnittes (siehe Abb. 8) ergaben für die Mittellinse einen Radius von  $R_m = 134 \mu\text{m}$  und für die erste Fresnelzone einen Radius von  $R_1 = 148 \mu\text{m}$ .

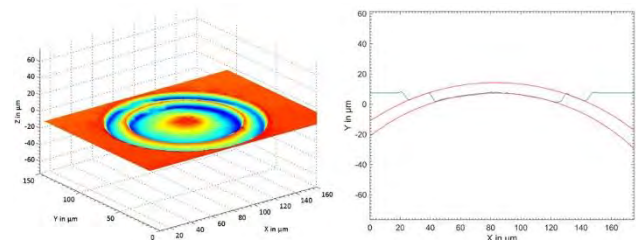


Abb. 8: Konfokalmikroskopaufnahme und Profilschnitt einer Fresnel-Linse mit zwei Zonen.

Neben der Änderung im mittleren Maskenbereich wurde der Bereich der ersten Fresnelzone gestreckt. Dadurch konnte deren Radius dem der Mittellinse angepasst werden, sodass beide Radien nun für alle Überlappungsgrade nahezu gleich sind (siehe Abb. 9).

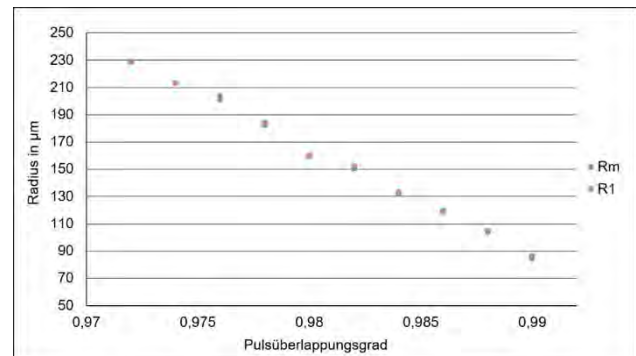


Abb. 9: Zonenradien der mit der angepassten Maske hergestellten Fresnel-Linse mit zwei Zonen.

Durch diesen Korrekturschritt konnte eine Linse mit  $R_m = 119,38 \mu\text{m}$  und  $R_1 = 118,79 \mu\text{m}$  hergestellt werden. Die erzielten Radien weichen 6 - 7  $\mu\text{m}$  vom Ziel-

radius von  $R = 125 \mu\text{m}$  ab. Dies ist auf Leistungsschwankungen des Lasers zurückzuführen.

Bei dem zweiten Linsentyp mit drei Fresnelzonen wurde äquivalent vorgegangen. Der Krümmungsradius der ersten Zone konnte mit  $R_1 = 125,31 \mu\text{m}$  an den der Mittellinse mit  $R_m = 127,72 \mu\text{m}$  angepasst werden und liegt sehr nahe an dem angestrebten Krümmungsradius von  $133 \mu\text{m}$ . Der Krümmungsradius der zweiten Fresnelzone konnte mit  $R_2 = 167,37 \mu\text{m}$  lediglich an den der ersten beiden Zonen angenähert werden und liegt noch nicht im akzeptablen Bereich. Der Grund dafür liegt in der Inhomogenität des Strahlprofils des Lasers.

Aufgrund einer notwendig gewordenen Anpassung im Strahlengang ist die maximale Strukturgröße auf dem Substrat derzeit auf  $150 \times 150 \mu\text{m}^2$  begrenzt. Die Linsen mit drei Fresnelzonen sind mit einem Durchmesser von  $150 \mu\text{m}$  deutlich größer, als die Linsen mit zwei Fresnelzonen mit einem Durchmesser von  $120 \mu\text{m}$ . Die dementsprechend größeren Masken nutzen damit den maximalen Maskenbereich voll aus. Dadurch werden die Randbereiche der Linsen stark von der zunehmenden Inhomogenität im Randbereich des Strahlprofils beeinflusst. Eine Korrektur ist nur dann möglich wenn der exakte Verlauf des Intensitätsprofils in den Randbereichen bekannt ist.

## 5. Zusammenfassung und Ausblick

Durch den Einsatz des Maskenprojektionsverfahrens in Verbindung mit speziellen Rotationsmasken ist die Fluorlasermikrostrukturierung für die Herstellung von Mikro-Fresnel-Linsen gut geeignet. Dieses Verfahren ermöglicht die Herstellung von Linsen mit nahezu optimal sphärisch gekrümmten Oberflächen mit guter Oberflächenqualität.

Durch die Streckung der Maskengeometrie können die Zonenradien beeinflusst und angeglichen werden. Die Optimierung der Maske ist ein iterativer Prozess deren Anzahl an Iterationsschritten tendenziell mit größer werdendem Linsendurchmesser und steigender Anzahl an Fresnelzonen steigt. Gleichzeitig reduziert sich die Zahl der Iterationsschritte bei Beachtung gewisser Design-Regeln, wie die Vermeidung spitzer Winkel und die Beachtung der Auflösungsgrenze des Objektivs.

Es konnte gezeigt werden, dass mit einer angepassten Maske Linsen mit unterschiedlichen Krümmungsradien hergestellt werden können, deren Zonenradien jedoch gleich sind. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass auf diese Weise hergestellte Linsen eine fokussierende Wirkung haben. Aufgrund der Oberflächenrauheit ist jedoch der Anteil gestreuter Strahlung relativ hoch. Diesbezüglich ist das Strukturierungsverfahren weiter zu optimieren, z.B. durch mehrfache Überfahrten bei geringer Fluenz oder Verteilung der Einzelpulse auf mehrere Überfahrten.

Durch den Einsatz rotierender Masken können auch große Substrate, z.B. Wafer, mit einer Vielzahl von Linsen strukturiert werden. In Kombination mit einem Nachbehandlungsverfahren, wie der Trockeneisreinigung oder dem Ionenstrahlpolieren, kann das Verfahren industriell einsetzbar gemacht werden.

## Literaturverzeichnis

- [1] T. Fricke-Begemann et al.: *Diffraktive Mikrolinsen: Herstellung durch direkte Laserstrukturierung*. In: *DGaO-Proceedings* (2006), P16
- [2] M. Pfeifer et al.: *Direct laser fabrication of blaze gratings in fused silica*. In: *Applied Physics A* **112** (2013), Nr. 1, S. 61-64



# SELEKTIVE LASERABLATION VON DÜNNEN ALUMINIUMSCHICHTEN AUF QUARZGLAS MIT ULTRAKURZ GEPULSTER LASERSTRAHLUNG

Tina Viertel, Linda Pabst, Robby Ebert, Horst Exner  
Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

Dünne Schichten werden in einer Vielzahl von Anwendungsbereichen wie Optik, Optoelektronik und Mikroelektronik eingesetzt. Ultrakurz gepulste Laserablation ermöglicht, aufgrund der reduzierten thermischen Effekte, den gezielten Abtrag von Schichten mit hoher Auflösung. Die selektive Laserablation von Aluminiumschichten auf Quarzglas wurde unter Verwendung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit einer Wellenlänge von 1028 nm und 100 kHz Repetitionsrate untersucht. Es wurde unter Variation von Fluenz, Schichtdicke (10 – 50 nm), Pulsanzahl (1 – 1000) und Pulsdauer (0.2 – 10 ps) die Ablation von Aluminium auf Quarzglas analysiert. Sowohl die Ablationsschwellen als auch die Inkubationskoeffizienten wurden als Funktion der Pulsdauer und Schichtdicke ermittelt. Es ergab sich zum einen die Abnahme der Einzelpuls-Ablationsschwelle mit steigender Pulsdauer und kleiner werdender Schichtdicke. Zum anderen führten kleinere Schichtdicken zu höheren Inkubationskoeffizienten.

## 1. Einleitung

Ultrakurz gepulste Laserstrahlung ermöglicht die qualitativ hochwertige Strukturierung von dünnen Metallfilmen, wie sie beispielsweise in der Dünnschicht-Elektronik eingesetzt werden [1]. So werden Aluminiumschichten vielfach für Verbindungen in Halbleiterchips verwendet [2].

Durch die kurze Wechselwirkungszeit der Strahlung mit der Materie und die damit einhergehende reduzierte thermisch beeinflusste Zone (HAZ), wird definierter Materialabtrag mit hoher Präzision möglich.

Die selektive Laserablation von Aluminiumschichten mittels ultrakurz gepulster Laserstrahlung wurde bereits von einigen Forschungsgruppen [3; 4; 6] untersucht. Gegenstand dieser Forschung war unter anderem die Bestimmung des Einflusses von Pulsdauer, Schichtdicke und Fluenz auf das Ablationsverhalten.

Zur weiteren Verbesserung der Bearbeitungsqualität werden nachfolgend grundlegende Untersuchungen zur selektiven Laserablation von dünnen Aluminiumschichten auf Quarzglas mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung (Piko- und Femtosekunden) vorgestellt. Dabei sollen neue Erkenntnisse über den Einfluss von Fluenz und Pulsdauer sowie Anzahl der Pulse auf das Ablationsverhalten verschiedener Schichtdicken erlangt werden.

In diesem Beitrag werden die erzeugten Ablationsmorphologien unter Einzelpuls-Bestrahlung (Variation von Fluenz und Pulsdauer) für Schichtdicken von 10 und 50 nm gezeigt und beschrieben. Die Untersuchungen werden durch Beschreiben der Vorgehensweise zum Bestimmen von Ablationsschwelle und Inkubationsfaktor, sowie die Ergebnisse zur Ablation mit Einzel- und Multipulsen vervollständigt. Anschließend werden sowohl die Einzelpuls-Ablationsschwellen als auch die Inkubationsfaktoren als Funktion von Pulsdauer und Schichtdicke betrachtet.

## 2. Theoretischer Hintergrund

Bei der Wechselwirkung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit Metallen tritt ein mehrstufiger Prozess auf, im Vergleich zur Bearbeitung mit längeren Pulsdauern. Bei Pulsdauern von  $t_H \leq 100$  ps

unterscheiden sich Temperatur des Elektronen- und Phononensystems für die Dauer des Laserpulses. [5] Das Zwei-Temperatur-Modell bietet die physikalische Grundlage für die Beschreibung der Wechselwirkungsprozesse. In diesem Modell werden das Elektronen- und das Phononensystem, sowie die Kopplung der beiden betrachtet. Der Energieaustausch kann durch zwei gekoppelte Differenzialgleichungen beschrieben werden. [6]

### 2.1 Energieaufnahme, -verteilung

Die Laserstrahlung wird von den Leitungselektronen des Metalls durch den Absorptionsprozess der inversen Bremsstrahlung aufgenommen. Unter inverser Bremsstrahlung versteht man die Aufnahme von Photonen durch freie Elektronen. [7] Durch Elektron-Elektron Stöße findet auf einer Zeitskala der Größenordnung von 100 fs die Thermalisierung des Elektronensystems statt [8], und eine Fermiverteilung im Elektronensystem stellt sich ein [9].

### 2.2 Energieübertragung

Anschließend überträgt das angeregte Elektronengas seine Energie über die Elektron-Phonon-Kopplung auf das Gitter des Metalls bis sich ein thermisches Gleichgewicht einstellt. Die charakteristische Größe dieser Kopplung ist die Elektron-Phonon-Relaxationszeit  $\tau_{ep}$ , welche bei Metallen im Bereich von  $0.5 \leq \tau_{ep} \leq 10$  ps liegt. Zum Einstellen des thermodynamischen Gleichgewichts zwischen dem Elektronensystem und dem Metallgitter bedarf es des mehrfachen Ablaufes dieser Relaxationszeit. [5] Bei der Wechselwirkung von ultrakurz gepulster Laserstrahlung mit Pulsdauern von 0.2 - 10 ps mit Metallen befinden sich Anregung und Energieaustausch in der gleichen zeitlichen Größenordnung. Somit befinden sich Elektronensystem und Metallgitter während der Dauer des Laserpulses nicht im thermodynamischen Gleichgewicht. Hieraus resultiert die separate Betrachtung der Elektronentemperatur und der Phonontemperatur. [8]

Die Energieausbreitung im Material wird durch die thermische Wärmeleitung nach dem Fourierschen Gesetz beschrieben [9]. Überschreitet das Gitter dabei eine kritische Temperatur kommt es zu Phasenübergängen und somit zum Materialabtrag [6].

### 3. Experimenteller Aufbau

Aluminiumschichten auf Quarzglas mit Schichtdicken von  $\Delta z = 10 - 50$  nm wurden für die Untersuchungen zur Schichtablation mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung benutzt. Die Schichten wurden im Sputterprozess auf Quarzglas mit einer Dicke von  $500 \mu\text{m}$  aufgebracht.

Für die Versuche wurde der Laser Pharos von der Firma Light conversion eingesetzt. Die Laserkenngrößen sind in Tabelle 1 aufgeführt. Der Laser arbeitete bei einer Puls-Repetitionsrate von 1 MHz. Mittels Pulsteiler konnte diese, ohne Beeinflussung anderer Parameter, verringert werden. Für die folgenden Untersuchungen wurde eine Puls-Repetitionsrate von 100 kHz gewählt. Die Ablenkung der Strahlung erfolgte mittels Galvanometerscanner. Zur Fokussierung des Laserstrahles kam ein Objektiv mit  $f = 167$  mm Brennweite zum Einsatz. Der verwendete Fokussdurchmesser  $w_{0.86}$  wurde mit dem Laserstrahlanalysesystem MicroSpotMonitor der Firma Primes GmbH auf  $15 \mu\text{m}$  ermittelt, vgl. Abbildung 1. Die Intensitätsverteilung der gepulsten Laserstrahlung war räumlich gaußverteilt. Die Probe befand sich auf einem Positioniersystem, welches die Positionierung der Probe in der Fokusebene erlaubte. Die generierten Oberflächentopographien wurden mittels optischer Mikroskopie (Nikon Labophot-2) analysiert.

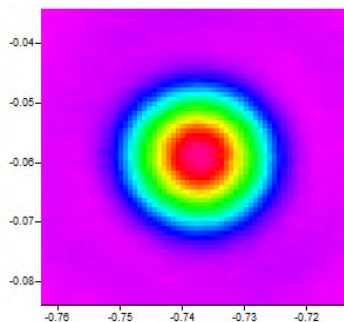


Abbildung 1: Strahlprofilmessung im Fokus mit MicroSpot-Monitor der Firma Primes GmbH

Tabelle 1: Laserkenngrößen

Wellenlänge $\lambda$	1028 nm
Pulsdauer $\tau_H$	0.2 – 10 ps
Beugungsmaßzahl $M^2$	1.2
Puls-Repetitionsrate $f_R$	1 MHz
max. Leistung $P_{\text{max}}$	14 W
max. Pulsenergie $Q_{\text{max}}$	14 $\mu\text{J}$

Es wurden Untersuchungen zur vorderseitigen Einzel- und Multipuls Bestrahlung der Schichten ( $\Delta z = 10 - 50$  nm) unternommen. Dafür wurden die Proben mit steigender Pulsenergie, verschiedenen Pulsanzahlen und Pulsdauern bestrahlt. Nach der Laserbestrahlung wurden die Oberflächentopographien der Ablationsstrukturen visualisiert, sowie die Ablationsdurchmesser bestimmt. Um exakte Messungen zu erhalten, wurden für jede Parameterkombination fünf Ablationsdurchmesser ermittelt.

Somit konnten Mittelwert und Standardabweichung bestimmt werden. Weiterhin wurden die Ablationsschwellen für Einzel- und Multipuls Bestrahlung berechnet. Der Einfluss von Bearbeitungsparametern (wie z.B. Fluenz, Pulsanzahl und Pulsdauer) auf den Ablationsprozess verschiedener Schichtdicken wurde untersucht.

### 4. Ergebnisse und Diskussion

#### 4.1 Ablationsmorphologie unter Einzelpuls-Bestrahlung

In Abbildung 2 sind die Oberflächentopographien der Ablationsstrukturen, generiert unter vorderseitiger Bestrahlung der 50 nm Schicht mit Einzelpulsen, dargestellt. Wie bereits aus der Literatur bekannt, führte eine Zunahme der Fluenz/Energie zur Schichtablation bzw. zu größeren Ablationsdurchmessern [3]. Für Pulsdauern von 200 fs ergab sich für  $0.9 \text{ J/cm}^2$  eine Modifizierung der Schicht, für  $1.8 \text{ J/cm}^2$  Schichtabtrag und für  $3.5 \text{ J/cm}^2$  eine Vergrößerung des Ablationsdurchmessers, vgl. Abbildung 2. Ebenso führte eine Zunahme der Pulsdauer zur Schichtablation bzw. zur Vergrößerung des Ablationsdurchmessers. Für eine Fluenz von  $0.9 \text{ J/cm}^2$  ergab sich für 200 fs eine Modifizierung der Schicht, für 5 ps Schichtabtrag und für 10 ps eine Vergrößerung des Ablationsdurchmessers, vgl. Abbildung 2. Zugleich ergab sich eine Zunahme der Ansammlung von Schmelzperlen rund um den Ablationsbereich mit Erhöhen der Pulsdauer, vgl. Abbildung 2.

Es fiel des Weiteren auf, dass für Pulsdauern  $\leq 5$  ps, nebst dem Abtrag bei hohen Fluenzen, stets auch eine Modifizierung der Schicht stattfand. Dieser Schmelzring wird der wärmebeeinflussten Zone, engl. heat-affected zone (HAZ), zugeordnet [10]. Die Untersuchung der HAZ durch die genannten Parameter ist nicht Bestandteil dieser Veröffentlichung.

Vergleichend dazu sind in Abbildung 3 die Oberflächentopographien der Ablationsstrukturen der 10 nm Schicht dargestellt. Um den Einfluss der Schichtdicke zu ermitteln, wurde die Probe mit gleichen Laserparametern, wie sie für die 50 nm Schicht benutzt wurden, bestrahlt. Es zeigten sich Abweichungen zwischen den Ablationsmorphologien der verschiedenen Schichtdicken. Für  $\Delta z = 10$  nm ergab sich bereits unter Applikation von  $0.2 \text{ J/cm}^2$  und  $\tau_H = 200$  fs Schichtablation. Auch zeigten sich für gleiche Fluenzen nahezu gleiche Ablationsstrukturen für unterschiedliche Pulsdauern, vgl. Abbildung 3. Der Einfluss der Fluenz auf die Ablation bzw. auf die Größe des Ablationsdurchmessers war ebenso wie für die 50 nm Schicht feststellbar. Die Ablationsstrukturen der 10 nm Schicht zeigten bei allen Parameterkombinationen keinen Modifizierungsbereich.

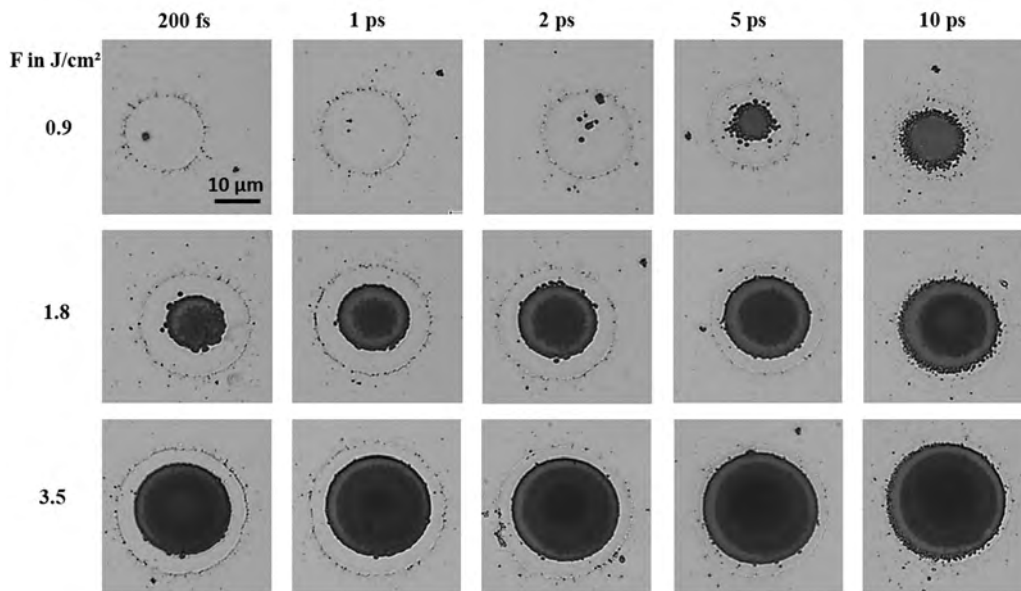


Abbildung 2: Ablationsmorphologie unter Einzelpuls-Bestrahlung für verschiedene Fluenzen, Pulsdauern und eine Schichtdicke von 50 nm

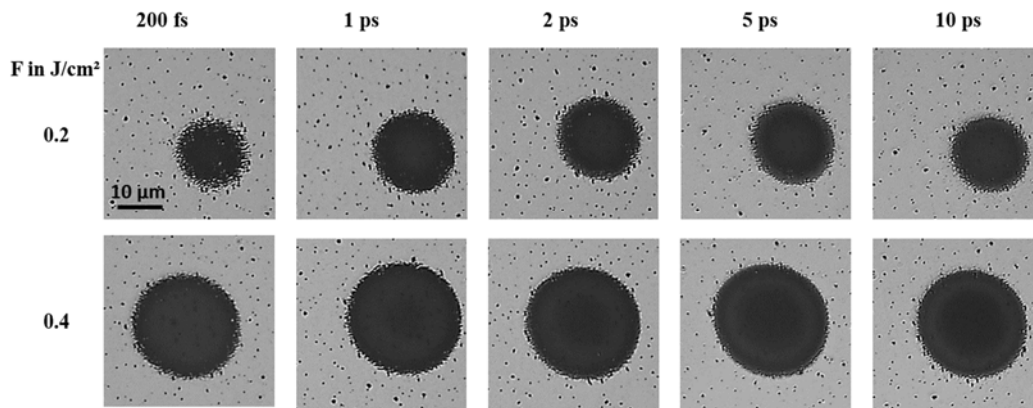


Abbildung 3: Ablationsmorphologie unter Einzelpuls-Bestrahlung für verschiedene Fluenzen, Pulsdauern und eine Schichtdicke von 10 nm

## 4.2 Einzel- und Multipuls Abtragsschwelle

Bei Applikation von Pulsenergien  $Q_P$ , welche über der Zerstörschwelle  $Q_{th}$  liegen, entsteht eine Ablationsfläche mit dem Durchmesser  $D_{eff}$ . Für gaußförmige Strahlprofile wird die Beziehung zwischen applizierter Pulsenergie und Ablationsdurchmesser mit

$$D_{eff}^2 = 2 \cdot w_{0.86}^2 \cdot \ln \frac{Q_P}{Q_{th}}$$

beschrieben. Die Schwellenergie  $Q_{th}$  wird durch den Schnittpunkt des extrapolierten logarithmischen Regressionsfit (Linien in Abbildung 4) mit der x-Achse bestimmt. Weiterhin kann der Fokusradius vom Anstieg berechnet werden. [11] Die Schwellfluenz  $H_{th}$  wurde, unter Verwendung der ermittelten Schwellenergie und des mittels Laserstrahlanalyse-messgerät gemessenen Fokusradius  $w_{0.86} = 15 \mu\text{m}$ , mit

$$H_{th} = \frac{2 \cdot Q_{th}}{\pi \cdot w_{0.86}^2}$$

berechnet.

Die Bestimmung der Ablationsschwellen für den vollständigen Schichtabtrag erfolgte für alle untersuchten Parameterkombinationen (Variation Schichtdicke, Pulsdauer und Pulsanzahl).

Abbildung 4 zeigt ein Beispiel ( $\Delta z = 50 \text{ nm}$ ,  $\tau_H = 200 \text{ fs}$ ) für die halblogarithmische Darstellung der quadratisch gemessenen Ablationsdurchmesser als Funktion der applizierten Pulsenergien für verschiedene Pulsanzahlen, jeweils für die komplette Ablation der Schicht. Für die halblogarithmische Darstellung wurde nahezu eine lineare Abhängigkeit für die Schichtablation ermittelt. Mit steigender Pulsanzahl verschoben sich die Kurven hin zu kleineren Schwellenergien. Aus den Ablationskurven in Abbildung 4 ergaben sich Fokusradien von  $14.2 \mu\text{m}$  bis  $14.6 \mu\text{m}$  und Schwellenergien von  $4.1 \mu\text{J}$  bis  $0.5 \mu\text{J}$  für Pulsanzahlen von 1 – 1000. Die berechneten Fokusradien entsprachen nahezu dem gemessenen applizierten Fokusradius von  $15 \mu\text{m}$ . Es ergab sich annähernd eine Unabhängigkeit des Fokusradius von der Pulsanzahl.

Für die Ablation konnte eine Reduktion der Schwellenergie/Schwelldosis mit steigender Pulsanzahl festgestellt werden, vgl. Abbildung 4. Die Multipuls-Ablationsschwelle  $H_{th}(N)$  und die Einzelpuls-Ablationsschwelle  $H_{th}(1)$  stehen laut Inkubationsmodell von [12] im folgenden Zusammenhang:

$$H_{th}(N) = H_{th}(1) \cdot N^{S-1}$$

S ist definiert als Inkubationskoeffizient, welcher den Grad der Inkubation charakterisiert. Für  $S < 1$  liegt eine Inkubation vor, wobei gilt: je kleiner der Inkubationskoeffizient, desto größer ist der Inkubationseffekt. [13] Für die Reduktion der Abtragungsschwelle mit steigender Pulsanzahl sind in der Literatur einige Begründungen angegeben [10]. Alle basieren auf dem Sachverhalt, dass jeder Laserpuls die Oberfläche modifiziert und somit die Oberflächeneigenschaften ändert (Erhöhen der Oberflächenrauheit, Entstehen von Oberflächendefekten und Oberflächenoxidation). Dies wiederum beeinflusst die Absorptionseigenschaften des Materials und somit die Ablationsschwelle.

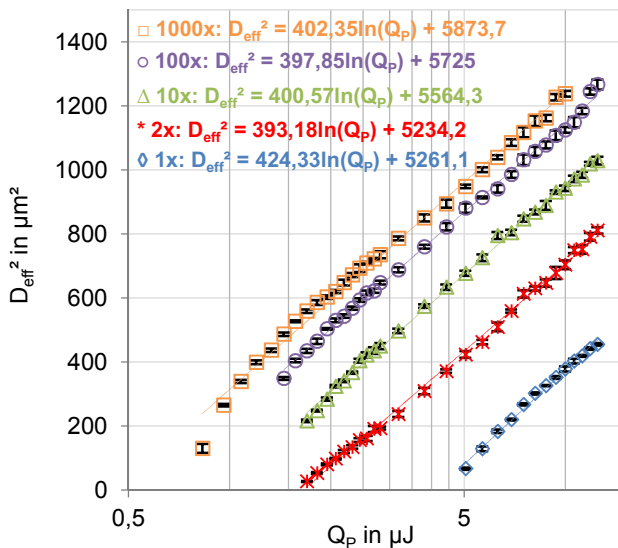


Abbildung 4: quadrierter Ablationsdurchmesser als Funktion der applizierten Pulsenergie für verschiedene Pulsanzahlen ( $\Delta z = 50 \text{ nm}$ ,  $T_H = 200 \text{ fs}$ )

Abbildung 5 zeigt ein Beispiel ( $T_H = 200 \text{ fs}$ ) für die logarithmische Darstellung der akkumulierten Fluenz  $N \cdot H_{th}(N)$  als Funktion von der applizierten Pulsanzahl  $N$  für  $\Delta z = 10, 20, 30, 50 \text{ nm}$ . Aus der logarithmierten Darstellung geht eine lineare Abhängigkeit hervor. Der Fit ergab ein S von 0.71, 0.78, 0.82 und 0.79 für die Schichtdicken von 50, 30, 20 und 10 nm. Der Betrag des Inkubationskoeffizienten signalisiert ein Inkubationsverhalten für den vollständigen Schichtabtrag mit steigender Pulsanzahl. Die Auswertung erfolgte ebenso für alle untersuchten Pulsdauern.

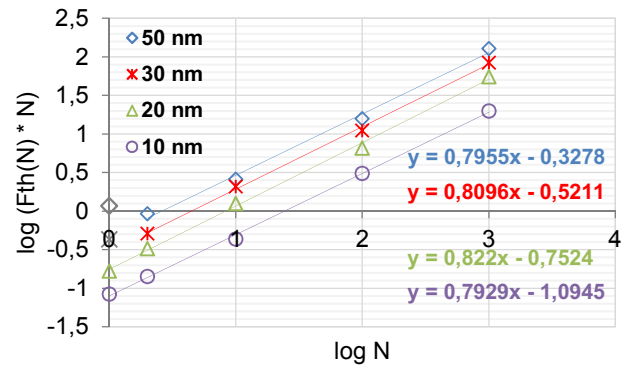


Abbildung 5: akkumulierte Schwelldosen als Funktion der Pulsanzahl und Schichtdicke (die grau angezeigten Datenpunkte wurden in der Fitfunktion nicht berücksichtigt)

### 4.3 Einfluss von Pulsdauer und Schichtdicke auf die Ablationsschwellen

Es wurden die Ablationsschwellen für alle Parameterkombinationen (Variation Schichtdicke, Pulsdauer, Pulsanzahl) mithilfe des in 4.2 beschriebenen Verfahrens bestimmt. Folgend sind ausgewählte Beispiele der halblogarithmischen Darstellung des quadrierten Durchmessers über die Fluenz dargestellt, die zur Ermittlung der Ablationsschwellen herangezogen wurden.

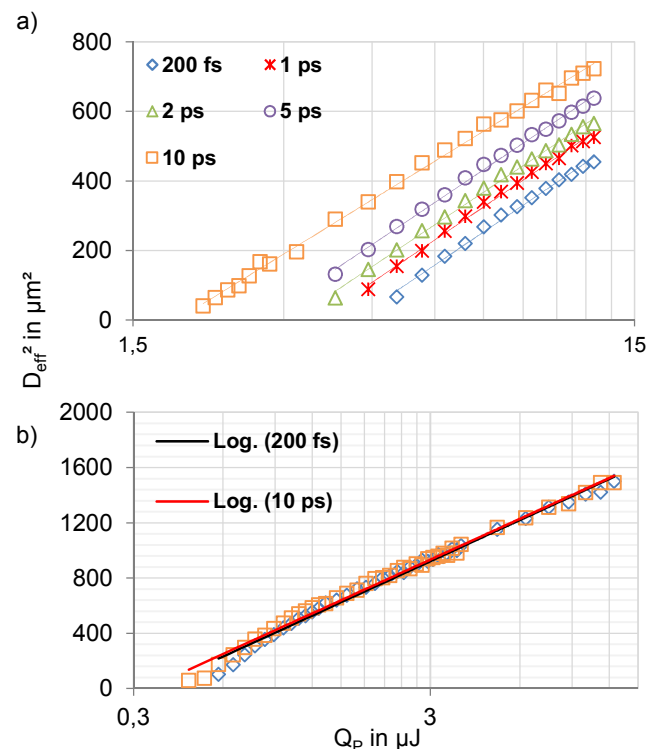


Abbildung 6: quadrierter Ablationsdurchmesser als Funktion der applizierten Pulsenergie für Einzelpulse und verschiedene  $T_H$ , a)  $\Delta z = 50 \text{ nm}$ , b)  $\Delta z = 10 \text{ nm}$

Abbildung 2, 3 und 6 zeigen eine Abhängigkeit der Ablationsstrukturen von der Pulsdauer und der Schichtdicke an. Dieser Zusammenhang bestätigt sich durch Auftragen der ermittelten Ablationsschwellen in Abhängigkeit von Pulsdauer und Schichtdicke, vgl. Abbildung 7. Diese Abbildung bestätigt sowohl die in 4.1 beschriebenen Erschein-

ungen als auch die in Abbildung 6 dargestellten Zusammenhänge. Es zeigten sich kleinere Ablationsschwellen für dünnere Schichtdicken, vgl. Abb. 7 b).

Olbrich et al. beschäftigten sich ebenso mit der Ablation von dünnen Aluminiumschichten ( $\Delta z = 100 - 300$  nm) mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung ( $\tau_H = 200$  fs,  $\lambda = 1028$  nm). Dabei wurden, um eine Quantifizierung der Ergebnisse vornehmen zu können, numerische Simulationen zum Lösen der gekoppelten Differenzialgleichungen des 2-Temperatur-Modells angefertigt. Aufgrund von Wärmeakkumulation ergeben sich für gleiche Pulsenergien höhere Phonontemperaturen für geringere Schichtdicken. Dieses führt zu einer Reduktion der Ablationsschwelle. [4] Betrachtet man das zu ablatierende Volumen (entspricht einem Kreiszylinder mit  $r = \omega/2$  und  $h = \Delta z$ ), so ergibt sich für die 50 nm Schicht das 5-fache des Volumens der 10 nm Schicht. Da die eingebrachte Energie pro Volumen mit der Tiefe exponentiell nach dem Lambert-Beer'schen Gesetz abnimmt, müssen für größere Schichtdicken auch höhere Energien eingebracht werden, um Schichtablation zu bewirken.

Zum anderen zeigte sich für  $\Delta z = 50, 30$  nm eine Reduktion der Ablationsschwelle mit steigender Pulsdauer, vgl. Abbildung 7 a). Dieses Verhalten wurde ebenso von [3] für  $\Delta z = 300$  nm festgestellt und kann mit der maximalen erreichten Phonontemperatur in Zusammenhang gebracht werden. In den Simulationen von [3] zeigt sich für Aluminium, aufgrund von materialspezifischen Eigenschaften eine höhere maximale Phonontemperatur für 10 ps als für 200 fs. [3]

In [14] wurde ebenso der Einfluss ultrakurz gepulster Laserstrahlung ( $\lambda = 800$  nm,  $\tau_H = 0.1$  bis 5 ps) auf die Ablationsschwelle von Aluminium (Vollmaterial mit einer Dicke von 500  $\mu\text{m}$ ) untersucht. Es ergibt sich, widersprüchlich zu unserer Feststellung, eine Zunahme der Ablationsschwelle mit steigender Pulsdauer [14]. Laserstrahlung mit längeren Pulsdauern reduziert die Elektronentemperatur und somit die erreichbare Abtragtiefe [15], was eine Erhöhung der Ablationsschwelle zu Folge hat. Aufgrund von Unterschieden in den thermophysikalischen Eigenschaften von dünnen Aluminiumschichten und Aluminium Vollmaterial [16] kann dieses Modell für unsere Versuche nicht verwendet werden.

Ähnliche Versuche wurden von [16] durchgeführt. Hierfür wurde die Laserstrahlung ( $\lambda = 400$  nm,  $\tau_H = 0.25$  bis 2 ps) auf Aluminiumschichten mit einer Dicke von 20 nm (Trägermaterial Quarzglas) fokussiert. Unter der Berücksichtigung, dass die Pulsdauer starken Schwankungen unterliegt, ergaben sich nahezu gleiche Ablationsschwellen für die untersuchten Parameter [15]. In unseren Versuchen wurde für die 20 nm Schicht ähnliches Verhalten beobachtet, vgl. Abbildung 7. Unter Verwendung von Laserstrahlung mit Pulsdauern, welche unterhalb der kritischen Pulsdauer von Aluminium liegen  $\sim 34$  ps, ergibt sich keine Beeinflussung der Ablationsschwelle durch die Pulsdauer [16]. In unseren Versuchen

wurde jedoch für Schichtdicken  $> 20$  nm anderes Verhalten festgestellt.

Für das vollständige Verständnis der physikalischen Hintergründe, der sich ergebenden Abhängigkeit der Ablationsschwelle von der Pulsdauer für Aluminium, sind weitere Untersuchungen nötig.

Für  $\Delta z = 10$  nm ergab sich keine Beeinflussung der Ablationsschwelle durch die Pulsdauer. Für Schichtdicken unterhalb der thermischen Eindringtiefe kann kein Unterschied zwischen den Ablationsprozessen festgestellt werden, da die Schicht homogen geschmolzen wird [17]. Da die Eindringtiefe der Laserstrahlung innerhalb von Aluminium wenige Nanometer beträgt [18], somit nahezu der Schichtdicke entspricht, konnte keine Beeinflussung der Ablationsschwelle durch die Pulsdauer festgestellt werden.

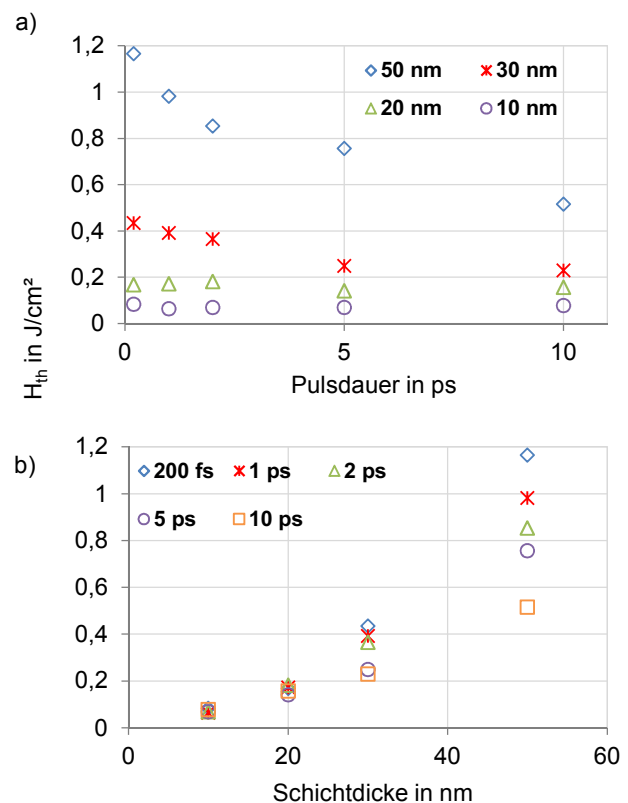


Abbildung 7: Einzelpuls-Ablationsschwellen als Funktion der a) Pulsdauer und b) Schichtdicke

#### 4.4 Inkubationskoeffizient

Die Abhängigkeit des Inkubationskoeffizienten von Schichtdicke und Pulsdauer ist in Abbildung 8 dargestellt. Es zeigte sich zum einen die Zunahme des Inkubationskoeffizienten mit steigender Pulsdauer für die Schichtdicken von 10 und 20 nm, vgl. Abbildung 8 a). Für die Schichtdicken von 30 und 50 nm ergab sich kein eindeutiger Trend. Während sich für 30 nm Schichtdicke ein nahezu konstanter Verlauf zeigte, konnte für die 50 nm Schichtdicke sowohl eine Zunahme im Bereich von 1 – 5 ps, als auch eine Abnahme im Bereich von 0.2 bis 1 ps und von 5 ps bis 10 ps des Inkubationskoeffizienten mit steigender Pulsdauer festgestellt werden. Anhand der durchgeführten Versuche war somit kein ein-

deutiger Trend zum Einfluss der Pulsdauer auf den Inkubationskoeffizienten verschiedener Schichtdicken erkennbar.

Zum anderen wurde die Abnahme des Inkubationskoeffizienten mit größer werdenden Schichtdicke bestimmt, vgl. Abbildung 8 b). So ergaben sich beispielsweise für eine Pulsdauer von 10 ps ein S von 0.81 für 50 nm und ein S von 0.86 für 10 nm Schichtdicke. Somit war das Inkubationsverhalten für dünnere Schichten weniger ausgeprägt, vgl. Abbildung 8. Da die dickeren Schichtdicken einem stärkeren kumulativen Einfluss unterlagen, ergaben sich die größten Unterschiede zwischen Einzel- und Multipulsschwelle und somit die kleinsten Inkubationskoeffizienten für diese Schichtdicke.

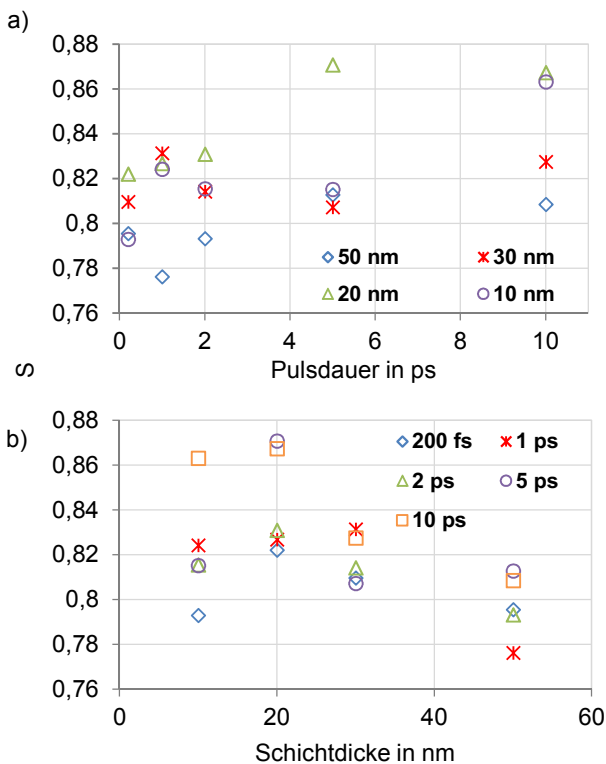


Abbildung 8: Inkubationskoeffizienten als Funktion der a) Pulsdauer und b) Schichtdicke

## 5. Zusammenfassung

In diesem Beitrag wurden die Ergebnisse des selektiven Abtrags von Aluminiumschichten (10 bis 50 nm) auf Quarzglas mit ultrakurz gepulster Laserstrahlung ( $T_H = 0.2$  bis 10 ps,  $\lambda = 1028$  nm) vorgestellt. Durch die Variation von Fluenz, Pulsdauer sowie Anzahl der Pulse wurden neue Erkenntnisse über den Einfluss dieser Parameter auf das Ablationsverhalten verschiedener Schichtdicken erlangt. Es wurden erzeugte Ablationsmorphologien gezeigt, die Vorgehensweise zum Bestimmen der Ablationsschwellen und der Inkubationskoeffizienten beschrieben und letztendlich die Ergebnisse der Ablation unter Bestrahlung mit Einzel- und Multipulsen präsentiert. Die Auswertung der Einzelpuls-Ablationsschwellen als auch der Inkubationskoeffizienten erfolgte als Funktion von Pulsdauer und Schichtdicke. Es ergab sich zum einen die Abnahme der Einzelpuls-Ab-

lationsschwelle mit steigender Pulsdauer und kleiner werdender Schichtdicke. Zum anderen führten kleinere Schichtdicken zu höheren Inkubationskoeffizienten. Kein eindeutiger Trend konnte für die Abhängigkeit des Inkubationskoeffizienten von der Pulsdauer ermittelt werden.

Mithilfe dieser Ergebnisse werden Untersuchungen zur flächigen Bearbeitung von Aluminiumschichten in Hinblick auf die anwendungsorientierte Strukturierung für die Dünnschicht-Elektronik angeführt.

## 6. Quelle

- [1] O. de Oliveira, Jr, F. Marystela, F. de Lima Leite, A. L. Da Roz, Elsevier, (2017).
- [2] M. K. H. Plappert, Dissertation, Universität Rostock, (2014).
- [3] M. Olbrich, E. Punzel, P. Lickschat, S. Weißmantel, A. Horn, Physics Procedia, 83 (2016), 93-103.
- [4] M. Olbrich, E. Punzel, R. Roesch, R. Oetting, B. Muhsin, H. Hoppe, A. Horn, Applied Physics A, 3 (2016), 215.
- [5] C. Gehrke, Dissertation, Universität Stuttgart, (2013).
- [6] T. Wagner, Bachelorarbeit, HS Mittweida, (2015).
- [7] L. Schneider, Diplomarbeit, HS Mittweida, (2009).
- [8] N. Jutkin, Bachelorarbeit, HS Mittweida, (2011).
- [9] P. Lickschat, Masterarbeit, HS Mittweida, (2012).
- [10] L. Pabst, R. Ebert, H. Exner, Physics Procedia, 83 (2016), 104-113.
- [11] J. M. Liu, Optics Letters, 7 (1982), 196-198.
- [12] Y. Jee, M. F. Becker, M. Waler, Journal of the Optical Society of America B, 5 (1988), 648-659.
- [13] S. Wellershoff, Dissertation, Universität Berlin, (2000).
- [14] R. Le Harzic, D. Breitling, M. Weikert, S. Sommer, C. Föhl, S. Valette, C. Donnet, E. Audouard, F. Dausinger, Applied Surface Science, 249 (2005), 322-331.
- [15] P. Lickschat, J. Schille, M. Olbrich, L. Schneider, Tagungsband Lasertechnik, 4 (2015), 196-200.
- [16] D. W. Doerr, Dissertation, University of Nebraska, (2007).
- [17] L. S. Nobile, Bachelorarbeit, Hochschule München, (2014).
- [18] C. Föhl, Dissertation, Universität Stuttgart, (2011).

# HIGH PRECISION 3D MICRO PROCESSING OF MOLYBDENUM BY ULTRASHORT PULSE LASER ABLATION

Mathias Müller, Robby Ebert, Horst Exner

Laserinstitut Hochschule Mittweida, Technikumplatz 17, D-09648 Mittweida

This paper presents results obtained in ultrashort pulse laser micro processing of molybdenum sheet metal. For this a femtosecond laser ( $\lambda = 1030$  nm,  $\tau_H = 180$  fs,  $f_P = 1$  MHz) in combination with a galvanometer scan system capable of up to 8 m/s, was applied in raster scanning. The thickness of the resulting micro film was controlled in situ by precision monitoring of the cavity depth. The machining qualities obtained were evaluated by means of surface SEM micrograph analysis and optical micrographs. The results stress the importance of a suitable ablation strategy, especially for obtaining smooth surfaces in cavity depths beyond 150  $\mu\text{m}$ . Finally, machining samples will be presented to demonstrate the feasibility of the high-PRF ultrashort pulse laser technology in micro machining and rapid tooling.

## 1. Introduction

The goal of this work was to establish an automated ablation process for use in high precision laser processing, especially for the fabrication of high precision apertures for electron and ion-beam applications. This requires a precisely calibrated scan field as well as precise knowledge of the material removal rate and suitable processing parameters [1]. However, the material removal rate is a subject of frequent change due the delicate design of the existing ultra-short pulse laser. The material removal rate is reported to change over 10% within twenty minutes. Multiple approaches have been taken to evaluate the material removal rate before starting the processing by means of a test cavity [2].

As an example application a cavity should be formed within a molybdenum sheet with a thickness of approximately 190  $\mu\text{m}$ . With in situ measurement the cavity depth could be driven down to 180  $\mu\text{m}$ , resulting in a local molybdenum foil. In order to achieve this, the ablation depth per irradiation step had to be monitored and adjusted. For this a confocal spot sensor was used to record surface profiles during the laser process. These were then evaluated by a Matlab program which gave back the depth of the cavity. Based on these results the processing software adjusted the focal plane as well as the estimated material removal rate. With this continuously in situ updated information, the ablation process would be able to machine a cavity precisely to a given depth within micron precision. In order to produce the desired micro foils, the bottom of the cavity had to be smooth and free from undesired substructures like cones and dimples.

## 2. Experimental Setup

The starting material for this study were sheets of molybdenum with thickness ranging between 189 and 205  $\mu\text{m}$ . Before starting the ablation process the thickness of each individual sheet was measured using an outside micrometer. The ablation experiments were carried out using a femtosecond laser with a high pulse repetition rate  $f_P$  of up to 1024 kHz (laser parameters see Table 1).

The laser system was equipped with a pulse picker, which allowed the division of the base repetition rate by an arbitrary integer value. Furthermore, the beam path included an attenuator based on polarization. In this way, the laser always operated in the same stable range while providing a repetition rate between 16 kHz and 1024 kHz and a maximum pulse energy of approximately 7  $\mu\text{J}$ . The laser radiation was linear polarized. A Scanlab scan head in conjunction an f-theta objective with a focal length of 56 mm were used to focus the laser beam on the sample surface.

Tab. 1: Laser parameters

Pulse duration $\tau_H$	180 fs
Wavelength $\lambda$	1030 nm
Beam quality $M^2$	1.3
pulse repetition rate $f_P$	1024 kHz
Unfocused beam radius $R_0$	1.42 mm
Focal length	56 mm
Focal spot radius $w_{0,86}$	16 $\mu\text{m}$

## 3. Measuring of the cavity depth

For the measurements during the ablation process a confocal spot-sensor Nanofocus CF4 was used. By using the high precision positioning stage in conjunction with the sensor, continuous profiles of the surface with equidistant data points were recorded. These were then processed by a Matlab program. Figure 1a shows the recorded surface graph, two differently filtered graphs as well as results of the evaluation. Figure 1b shows the difference quotient of the filtered graphs. Here the edge detection algorithm identified the slopes in the cavity. The area between the slopes was considered the cavity bottom. The present surface scan shows distortions in the right slope. By first applying a raw filtering algorithm, followed by a fine filtering of the surface data, false results in the edge detection due to multiple high intensity peaks could be prevented. The algorithm delivered for example the cavity depth, its position within the surface graph and the vertical position of the sample surface.

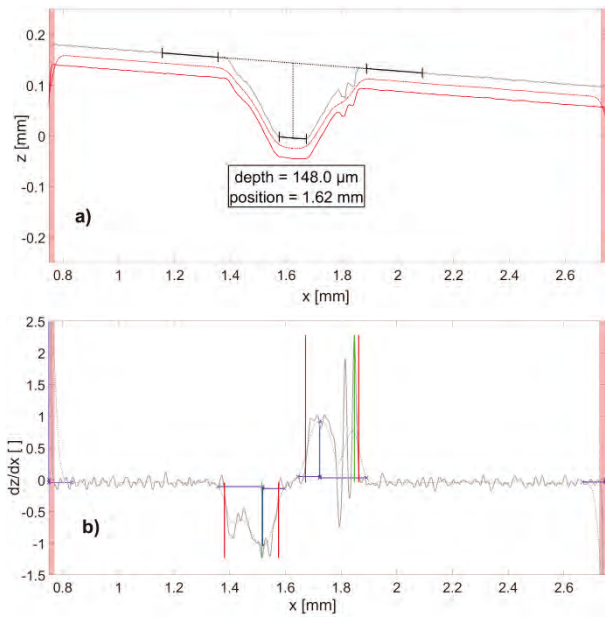


Fig. 1: a) raw surface data with cavity marked; b) difference quotient of smoothed surface data with edge detection algorithm applied

Furthermore, the algorithm was able to detect multiple cavities and discard cavities with i.e. different width or slope angles. The data processing step was performed automatically within a few seconds. The ablation process then used the results to adjust the focal plane, determine the ablated depth per scan and calculate the necessary number of irradiations to achieve a given target depth.

#### 4. Discussion and Results

During a parameter study the automated process was used to machine test cavities to a given depth of 150 μm. In these tests, the pulse distance pd and the pulse repetition rate  $f_P$  were varied while the linedistance ld was kept constant at 5 μm.

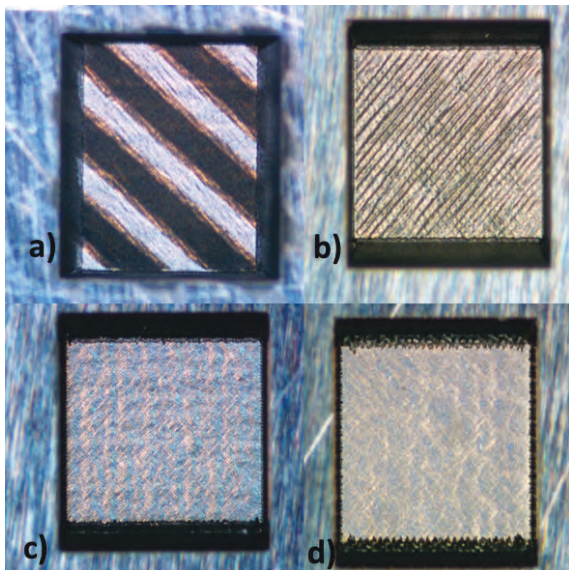


Fig. 2: a) pulse distance 0.5 μm, additional unfinished cleaning step, b) pulse distance 0.5 μm, c) pulse distance 2 μm, d) pulse distance 5 μm, line distance equal at 5 μm,  $f_P$  equal at 1024 kHz

Figure 2 shows optical micrographs of different machining results. In general, every cavity received post treatment in form of sonication in alcohol. Afterwards one additional layer was ablated using only a fluence of 0.15 J/cm<sup>2</sup>. While the additional ablation can be neglected, the debris layer was removed almost completely. As an example, the cavity in Figure 2a received an unfinished cleaning ablation in order to underline the difference in appearance. The surface was not visible under the debris layer. Figure 2b to 2d show optical micrographs of cavities produced with  $f_P = 1024$  kHz, ld = 5 μm with varying pulse distances. While cavity 2b shows massive wrinkles which were oriented parallel to the filling lines, the bottom of cavity 2c was much smoother, yet the filling pattern was recognizable. The cavity in Figure 2d shows acceptable surface quality. An exemplary cavity with optimized ablation parameters for optimal surface quality is shown in figure 3.

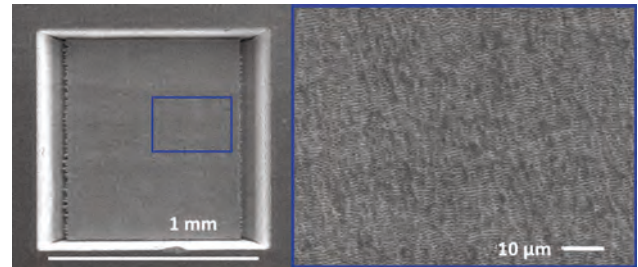


Fig. 3: Pulse distance 5 μm, linedistance ld 5 μm, pulse repetition rate  $f_P = 1024$  kHz

Figure 4a shows the ablated depth per layer  $d_{apl}$ . The set goal of 1 μm precision seemed unattainable with pulse distances below 2 μm since the ablation per layer already exceeded the desired resolution and rose as high as 5 μm ablation per layer. For a more detailed view of the difference in the ablation strategies the nominal ablate volume per single pulse  $V_{SP}$  was calculated. The total ablated volume per layer was divided by the number of irradiated pulses. Therefore a specific volume was assigned to each individual irradiated pulse. The following equation describes the correlation (equation 1).

$$V_{SP} = A_0 * d_{apl} \div n_{Pulse} = pd * ld * d_{apl} \quad (1)$$

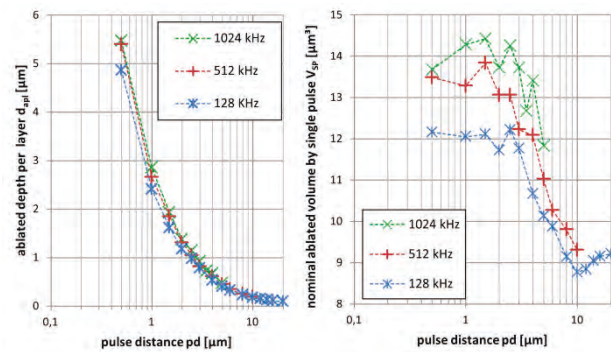


Fig. 4: a) ablated depth per layer and; b) nominal ablated volume by single pulse as a function of the pulse distance and the pulse repetition rate



Figure 4b depicts the increasing ablated volume per pulse  $V_{SP}$  with increasing  $f_P$  as well as decreasing pulse distance. The increase  $V_{SP}$  at low pulse distances can be again easily explained with heat accumulation [3]. The difference between 128 kHz and 1024 kHz amounts to a 15% larger  $V_{SP}$ . If the pulse distance was increased, the nominal ablated volume per pulse is reduced. In the case of  $f_P = 128$  kHz and 512 kHz, at lower pulse distances  $V_{SP}$  is 33% and 45% higher, respectively. In case of the highest pulse repetition rate this increase amounts only to 20%. Due to the limited scan speed of the scan head larger pulse distances were not realized. The decreasing ablation threshold fluence with increasing repetition rate is due to the heat accumulation, as reported by Bauer et al. [4].

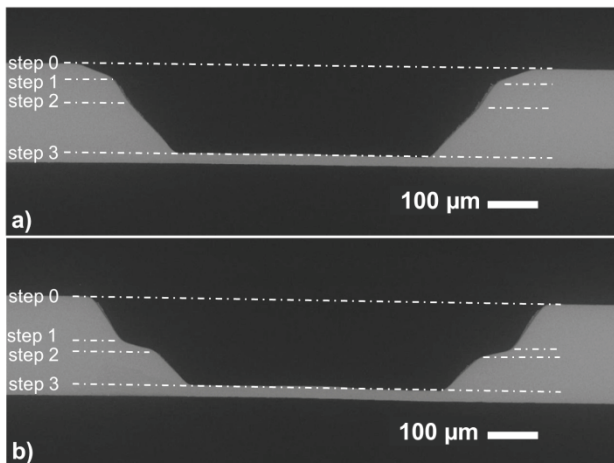


Fig. 5: a) ablated depth per layer and; b) nominal ablated volume by single pulse as a function of the pulse distance and the pulse repetition rate

Figure 5a shows two cavities in the cross section view. The ablation program was given an ablation parameter  $d_{apl}$  double that of the real value. The calculated scans necessary for reaching the target depth for process step 1 resulted in a cavity depth 50% to shallow. Following that first ablations step the cavity was measured. At this point the ablation program learned the real cavity depth and the real ablation parameter could be calculated. During the next ablation step, the target depth is reached exactly. Since the cavity was programmed with a 45° slope, the individual processing steps were clearly visible because of the bends in the cavity wall. During the third ablation step, the cavity slope was exactly 45°.

Figure 5b shows a similar example. The initial ablation parameter  $d_{apl}$  given to the program however, was half that of the real value. Therefore the depth after the first ablation step was double the target depth. Again the cavity depth was subsequently measured and the ablation parameter adapted. In both cases the final cavity depth was reached within a 1 µm precision, even though the initial processing parameters deviated from the real value by a factor of 2 and 0.5, respectively.

## 5. Compensating algorithm

In a next step, a cavity with large lateral dimensions was produced. It measured 20 mm long, 0.2 mm wide and 180 µm deep. The cavity depth fluctuated along the long axis from its mean value by almost 10 µm. A cavity bottom profile, recorded along the long axis of the cavity, is shown in figure 6 via the black data points. The reason for this behavior is still unclear. One possible explanation would be the intensity distribution in the focal plane, which did not have an ideal Gaussian distribution. To reach the given goal of 1 µm deviation from target despite this setback, a compensating algorithm was designed.

The algorithm used the measured depth data for multiple points along the y-axis (long axis of the cavity) to calculate the ablated depth per layer  $d_{apl}$  as a function of the position  $y$ . From this data a forecast could be derived, which is presented in figure 6 via the blue lines. For each new layer to be structured, the filling pattern had to be adapted. The portions of the filling patterns which would lead to excessive ablation were not executed (represented by the grey dashed lines). As a result the measured cavity bottom, represented by the red line, did not deviate from the target depth more than 1 µm. The two black dashed lines outline the desired tolerance of  $\pm 1$  µm.

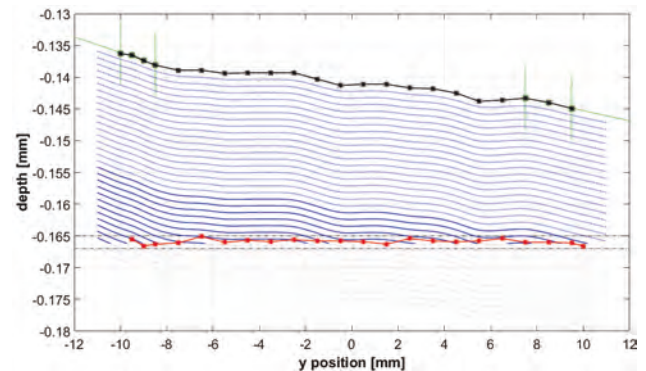


Fig. 6: cavity profile during ablation (black), development forecast (blue) and final cavity bottom profile (red); surface equals 0 mm and target depth was -0.166 mm

Figure 7 depicts the cross sections of two results obtained with the established processing regime. As in every case, the wrought material thickness was measured using an outside micrometer to be 198 µm. In case of figure 7a and 7b the target depth was 10 µm and 5 µm, respectively. The SEM images confirmed that the resulting foil was intact and not bent. In both cases the targeted thickness was achieved with only 1 µm deviation in depth. (see figure 6c and 6e). The fringes visible at the bottom of the cavities appeared to be LIPPS with the smallest observed period of roughly 400 nm. A debris layer was deposited on the cavity slope during the ablation process (see figure 7d). It consisted of particles of a few hundred nanometers, which resisted the sonication in alcohol. These would appear to be droplets of melt.

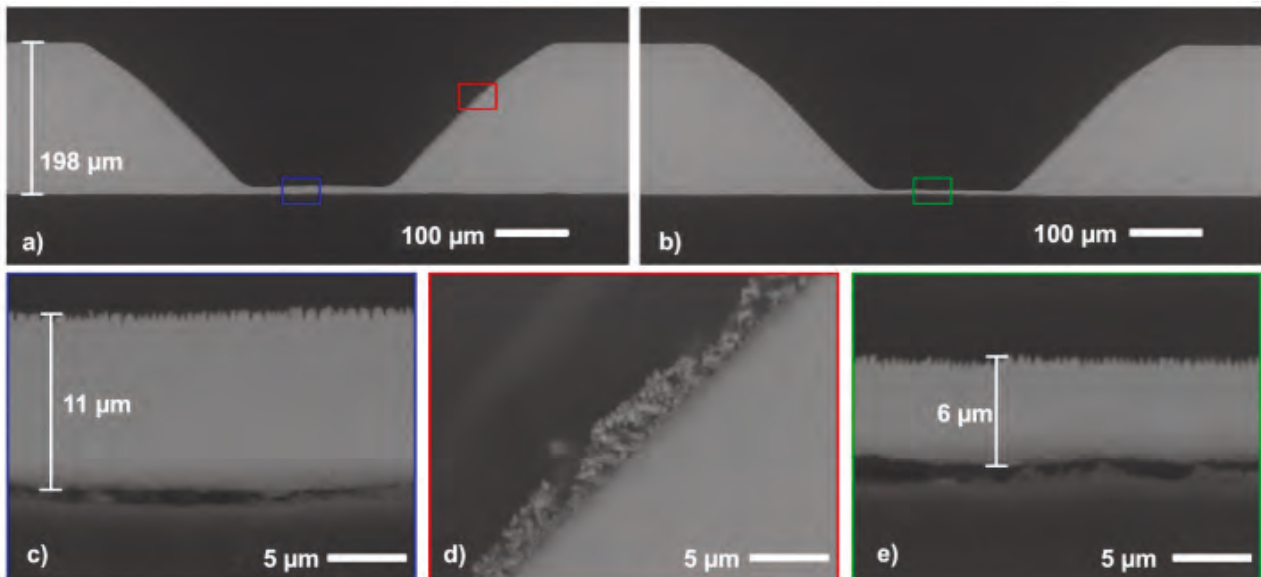


Fig. 7: a) cross section of cavity with 11  $\mu\text{m}$  micro foil; b) cross section of cavity with 6  $\mu\text{m}$  micro foil; c) magnification of the 11  $\mu\text{m}$  thick micro foil with LIPPS; d) magnification of remaining debris; e) magnification of 6  $\mu\text{m}$  thick micro foil

## 6. Summary and outlook

In this paper the processing of molybdenum sheets to micro foils was presented. For this an automated ablation process with in situ measurement was established. The process was able to machine a cavity to a given depth with only one micrometer deviation from the given target. The results were framed foils with thicknesses as low as 6  $\mu\text{m}$ . This proved the capability of the ablation program to adapt the ablation rate in situ and therefore achieve the high vertical precision of 1  $\mu\text{m}$ . In order to achieve even better precision, the parameter  $d_{\text{apl}}$  will have to be reduced, since for these experiments its average value was also approximately 1  $\mu\text{m}$ .

Further investigations are necessary to reveal the influence of the debris layer on the ablation process itself, and whether or not it can be suppressed. In order to achieve both precise and efficient micro processing a detailed consideration on the material removal rate per unit time has to take place in future work. Ultimately the process will be transferred to other materials to perform fundamental investigations on the ablation behavior.

## Acknowledgements

The authors thank the European Social Fund for Germany (ESF) for funding the Project ULTRALAS No. 8231016.



## References

- [1] Schille, J., Schneider, L., Loeschner, U., et al., *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* Vol. 9, No. 2, pp. 161
- [2] Smarra, M., Hildenhagen, J., Dickmann, J., *Scientific Reports* 2 (2012), *Journal of the University of Appl. Sciences Mittweida*
- [3] Ancona, A., Röser, F., Rademaker, K., et al., *Optics Express* Vol. 16, No. 12, pp. 8958
- [4] Bauer, F., Michalowski, A., Kierowski, T., et al., *Optics Express* Vol.23, No. 2, pp. 1035



## KONTAKT

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

Tel.: +49 (0) 3727 / 58-1264  
Fax: +49 (0) 3727 / 58-21264

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



## SCIENTIFIC REPORTS | WISSENSCHAFTLICHE BERICHTE

The main aspect of the Scientific Reports is to promote the discussion of modern developments in research and production and to stimulate the interdisciplinary cooperation by information about conferences, workshops, promotion of partnerships and statistical information on annual work of the Hochschule Mittweida (FH) University of Applied Sciences. This issue will be published sporadically. Contributors are requested to present results of current research, transfer activities in the field of technology and applied modern techniques to support the discussion among engineers, mathematicians, experts in material science and technology, business and economy and social work.