
Optimierung, Analyse und Anwendung der direkten Laserinterferenzstrukturierung (DLIP)

Dissertation

zur Erlangung des Grades
des Doktors der Ingenieurwissenschaften
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität des Saarlandes

Von
Björn Lechthaler

Saarbrücken
2023

Tag des Kolloquiums: 14.07.2023

Dekan: Prof. Dr. Ludger Santen

Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Frank Mücklich
Prof. Dr. mont. Christian Motz

Akad. Mitarbeiter: Dr. Philipp Fuchs

Vorsitz: Prof. Dr. Jürgen Eschner

Zusammenfassung

Die direkte Laserinterferenzstrukturierung (direct laser interference patterning – DLIP) ist ein Verfahren zur Herstellung periodischer Oberflächen auf Mikrometerebene. Zu den vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten zählt u.a. die Manipulation des Benetzungsverhaltens, der Reflektivität oder der Reib- und Verschleißigenschaften in Tribosystemen.

Dabei stellt die großflächige gleichmäßige Strukturierung, insbesondere im Kurzpulsregime, aufgrund der vorhandenen Wärmeeinflusszonen und der damit verbundenen, oft unerwünschten Reaktionen eine Herausforderung dar. Eine zur Verbesserung des Aufbaus nötige objektive reproduzierbare Bewertung der auftretenden Störungen und Inhomogenitäten ist dabei aufgrund der Periodizität der Oberfläche schwierig, da Standardkenngrößen diese nicht berücksichtigen.

In dieser Arbeit wird ein Hybridverfahren aus Maskenabbildung und klassischer DLIP entwickelt, womit sich Störbereiche bei großflächiger Kurzpulsstrukturierung um über 90% reduzieren lassen.

Zudem wird mittels Gini- und Fourier-Analyse eine Methodik konstruiert, die es erstmalig erlaubt, die Qualität und Homogenität einer periodischen Oberfläche für nahezu frei wählbare Eigenschaften objektiv zu bewerten.

Zuletzt wird an einer homogen strukturierten Wolframprobe demonstriert, dass sich mittels der Kombination aus In-situ-Tribometer und spezieller Kontaktsoftware Informationen bezüglich der realen Kontaktfläche gewinnen lassen und so deren Verlauf experimentell abgeschätzt werden kann.

Abstract

Direct laser interference patterning (DLIP) is a one-step process for fabricating periodic surfaces at the micrometer scale. Among the numerous applications are manipulations of the wetting behavior, the reflectivity or the friction and wear properties in tribosystems.

Large-area uniform patterning is a challenge, especially in the short-pulse regime, due to the presence of heat-affected zones and the associated undesirable effects. An objective reproducible evaluation of the occurring disturbances and inhomogeneities, which is necessary to improve the pattern, is difficult due to the periodicity of the surface since standard parameters do not consider them.

In this work, a hybrid technique combining mask imaging and classical DLIP is developed, which can reduce disturbance areas in large-area short-pulse patterning by more than 90%.

Furthermore, a methodology is constructed by means of Gini and Fourier analysis, which for the first time allows the quality and homogeneity of a periodic surface to be objectively evaluated for almost freely selectable attributes.

Finally, a homogeneously structured tungsten sample is used to demonstrate that a combination of an in-situ tribometer and special contact software can be used to obtain information about the real contact surface and thus to experimentally estimate its evolution.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung.....	vii
Abkürzungsverzeichnis.....	ix
Symbole	ix
Abkürzungen.....	xii
1 Einleitung.....	1
Zur Positionierung dieser Arbeit und Motivation	1
2 Laserinterferenz	4
2.1 Die wichtigsten Eigenschaften des Lasers	4
2.1.1 Erzeugung von Interferenzmustern	5
2.2 Aufbau und Funktionsweise eines Lasers	6
2.3 Einfluss des Laserstrahls auf das Strukturierungsergebnis	9
2.3.1 Absorptionsverhalten in Abhängigkeit von der Pulsdauer.....	9
2.3.2 Entstehung der Oberflächenmuster bei Metallen nach der Interferenzbestrahlung	12
2.4 Technische Umsetzung der Laserinterferenz.....	16
2.5 Herausforderungen der großflächigen Anwendung.....	18
2.6 Zusammenfassung und offene Fragen.....	20
3 Homogenitätsanalyse	22
3.1 Problem bestehender Normen	25
3.2 Anforderungen an die Bewertung der Homogenität periodischer Oberflächen.....	26
3.3 Bestehende Ansätze, die Homogenität zu bewerten	27
3.4 Homogenitätsbestimmung mittels Gini-Analyse und offene Fragen in der Umsetzung	30
3.4.1 Gini-Koeffizient	30
3.4.2 Homogenitätsbestimmung mittels Gini-Koeffizient	32

3.4.3	Offene Fragen und Beschränkungen.....	33
4	Untersuchung der realen Kontaktfläche.....	34
4.1	Unterscheidung zwischen realer und scheinbarer (geometrischer) Kontaktfläche ..	35
4.1.1	Bedeutung für die Tribologie.....	37
4.2	Methoden zur Bestimmung der realen Kontaktfläche.....	38
4.3	Offene Fragen	41
4.4	Lösungsansatz und Umsetzung.....	42
4.4.1	Erfassung der Höheninformation	42
4.4.2	Methode zur Berechnung der Kontaktfläche.....	43
4.4.3	Einschränkungen und nötige Vereinfachungen.....	44
5	Übersicht der Ergebnisse.....	46
5.1	Optimierung des Interferenzaufbaus	46
5.2	Bewertung der Homogenität	49
5.3	Experimentelle Abschätzung der realen Kontaktfläche	52
6	Einbezogene Veröffentlichungen.....	54
I.	Direct Laser Interference Patterning Combined with Mask Imaging	55
II.	Objective homogeneity quantification of a periodic surface using the Gini coefficient..	65
III.	Evolution of the True Contact Area of Laser Textured Tungsten Under Dry Sliding Conditions	83
7	Zusammenfassung.....	90
7.1	Fazit und Ausblick	94
	Nicht einbezogene Veröffentlichungen.....	96
	Abbildungsverzeichnis.....	97
	Literaturverzeichnis	100

Inhaltsverzeichnis

Anhang A – Tribometer-Modifikation.....	110
Anhang B – Optimierter Maskenhalter	113
Anhang C – Flache Maske	114

Danksagung

Die Anfertigung dieser Dissertation war eine faszinierende und zugleich herausfordernde Reise, bei der mir die Unterstützung zahlreicher Personen und Institutionen zuteilwurde, denen ich an dieser Stelle meinen Dank aussprechen möchte:

- Zuallererst möchte ich Prof. Frank Mücklich dafür danken, dass er mir die Möglichkeit gegeben hat, meine Promotion an seinem Lehrstuhl durchzuführen. Mir wurde dort die Chance gegeben, zahlreiche neue Erfahrungen zu sammeln, an denen ich sowohl wissenschaftlich als auch persönlich wachsen konnte.
- Herrn Prof. Christian Motz für die Übernahme des Zweitgutachtens.
- Der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Unterstützung.
- Prof. Martin Dienwiebel und Georg Ochs vom Lehrstuhl für Angewandte Nanotribologie (Karlsruher Institut für Technologie) danke ich für die erfolgreiche Zusammenarbeit, die fruchtbaren Diskussionen und die experimentelle Durchführung und Auswertung der Versuche am dortigen In-situ-Tribometer.
- Prof. Andrés Lasagni und Valentin Lang vom Lehrstuhl für Laserbasierte Methoden der großflächigen Oberflächenstrukturierung (TU Dresden) für die erlaubte Nutzung ihrer Laser und für die Unterstützung bei der Herstellung der Ultrakurzpulsproben.
- Christoph Pauly für die vielen Diskussionen, die allgemeine Unterstützung während der Promotionszeit, die kritische Durchsicht des Manuskriptes und die hilfreichen Anmerkungen.
- Den wissenschaftlichen Hilfskräften, Selina Dietz, Tobias Fox und Kevin Murzyn für die Mithilfe bei experimentellen Durchführungen.
- Wolfgang Ott für die Hilfe bei der Umsetzung meiner Konstruktionspläne.
- Den Metallographen Stephanie Schultz, Simon Staudacher und Maike Ulbricht für die Geräteeinweisungen und die Unterstützung bei den Probenpräparationen.
- Sebastian Slawik und Sebastián Suárez für die Durchsicht des Manuskriptes und ihre wertvollen Kommentare.
- Nicht vergessen ist auch die Hilfe von Kollegen für Experimente, Tagungen und andere Lehrstuhl-tätigkeiten, die zwar zu meiner Promotionsarbeit gehörten, aber nicht direkter Teil dieser Dissertation geworden sind: Katherine Aristizabal, Benjamin Bax, Ines Blattes, Michael Hans, Federico Lassere, Jiaqi Luo, Isabella Schramm.

Danksagung

- Meinen Eltern Alfred und Ulrike Lechthaler danke ich dafür, dass sie mich bei all meinen Entscheidungen immer unterstützt haben.
- Meinen Schwiegereltern Yanzhong Wang und Xiaoyan Liu für den Rückhalt gegen Ende der Promotion.
- Am dankbarsten bin ich für die Liebe und Wärme meine Frau Duan, die mir in der Endphase der Promotion immer den Rücken freigehalten hat und so den Abschluss erst ermöglichte. Und natürlich für unseren Sohn Marco, ein neugieriger Sonnenschein, den ich in unserem Leben nicht mehr missen möchte.

Abkürzungsverzeichnis

Symbole

a.u.	arbitrary units (willkürliche Einheiten)
A	Fläche zwischen Lorenzkurve und der Diagonalen
A_{geo}	geometrische oder auch scheinbare Kontaktfläche
A_{real}	reale Kontaktfläche
B	Fläche unter der Lorenzkurve bis zur X-Achse
D	Wärmediffusionskoeffizient
$E_{1,2}$	Elastizitätsmodul
E^*	Effektiver Elastizitätsmodul
$E'_{0,1,2,3}$	Energieniveau
E'_a	angeregtes Energieniveau
E'_{photon}	Energieniveau des emittierten Photons
f	Frequenz (des Lichtes)
F_i	Kumulativer Anteil der Komponenten
F_R	Reibkraft
F_N	Normalkraft / Last
g	Gitterkonstante
G	Gini-Koeffizient
h	Plancksches Wirkungsquantum

Abkürzungsverzeichnis

H	Homogenität
H'	Härte
I	Laserintensität
I_0	Laserintensität an der Oberfläche abzüglich der Reflexionsverluste
k	Ordnungszahl
l_D	Wärmediffusion
L_i	kumulativer Anteil der Attributswerte
MD	Mid-Height (Höhe des Zellenmittelpunktes)
MH	Mid-Depth (Tiefe des Zellenmittelpunktes)
n	Anzahl der Segmente/Komponenten
P	Periodizität (Abstand zwischen den Maxima)
p	Flächenpressung
R_c	mittlere Höhe
R_q	quadratischer Mittelwert
S	Spiegel
ST	Strahlteiler
X	Schrittweite in X-Richtung
y_i	i-ter Eigenschafts-/Attributwert
y'_i	Topographiehöhe an Ort x
Y	Schrittweite in Y-Richtung
z	Materialtiefe

Abkürzungsverzeichnis

α	Absorptionskoeffizient
β	durchschnittlicher Radius der Asperiten
γ	Beugungswinkel
δ	Absorptionstiefe
θ	Interferenzwinkel
λ	Wellenlänge
μ	Reibungskoeffizient
$\nu_{1,2}$	Poissonzahl
σ	Standardabweichung
σ^*	Standardabweichung der Peakhöhenverteilung
τ	Scherspannung
τ_L	Laserpulsdauer/-breite
Ψ	Plastizitätsindex

Abkürzungen

CW-Laser	continuous wave laser (Dauerstrich-Laser)
DLIP	direct laser interference patterning (direkte Laserinterferenzstrukturierung)
DOE	diffraktives optisches Element
FFT	fast Fourier transform (Schnelle Fourier-Transformation)
fs	Femtosekunde
LSM	Laserscanningmikroskop(ie)
Nd-YAG	Neodym-dotierter Yttrium-Aluminium-Granat
ns	Nanosekunde
REM	Rasterelektronenmikroskop(ie)
TEM ₀₀	transverse electromagnetic mode (transversalelektromagnetische Welle)
TTM	two-temperature model (Zwei-Temperatur-Modell)
UKP	Ultrakurzpuls
WEZ	Wärmeeinflusszone

1 Einleitung

Zur Positionierung dieser Arbeit und Motivation

Die direkte Laserinterferenzstrukturierung (original: direct laser interference patterning, DLIP) ist ein Verfahren zur Erzeugung periodischer Oberflächen [1], das in den letzten Jahren zunehmend an Bedeutung gewonnen hat. Es ist damit möglich, die Topographie [2], die Chemie [3] und das Gefüge [4] von Oberflächen auf Mikrometerebene zu beeinflussen. Als relevanter Vorteil zeigt sich unter anderem die Geschwindigkeit, mit der maßgeschneiderte Oberflächen im μm -Maßstab großflächig generiert werden können, wodurch ein Einsatz in industrieller Größenordnung möglich ist [5]. Zusätzlich erfolgt die Bearbeitung, im Gegensatz zu anderen etablierten Verfahren wie der Lithographie [6], in einem einzigen Arbeitsschritt, das heißt, die Oberfläche muss nicht nachbehandelt werden. Dies spart Zeit, Geld und schont die Umwelt, da auf zusätzliche Chemikalien verzichtet werden kann.

Die Anwendungsmöglichkeiten der mittels DLIP erzeugten Strukturen sind zahlreich. So ist es beispielsweise möglich, das Benetzungsverhalten von Oberflächen zu verändern [7], was u. a. dazu genutzt werden kann, Rotoren und Tragflächen einfacher eisfrei zu halten [8]. Eine Steigerung der antibakteriellen Wirkung von Kupfer lässt sich ebenfalls erreichen [9]. Neben der Änderung optischer Eigenschaften, wodurch sich u. a. die Effizienz von Solarzellen erhöhen [10] oder eine Oberfläche mit schimmernden Farben versehen lässt [11], stellt die Tribologie ein bedeutendes Anwendungsfeld des Interferenzverfahrens dar. Dabei ist sowohl eine Erhöhung [12] als auch eine Reduzierung [13] des Reibkoeffizienten durch Laserstrukturierungen möglich. Ferner kann eine Verringerung des Verschleißes erreicht werden – im trockenen Fall beispielsweise durch das Auffangen von Verschleißpartikeln [14] und im geschmierten Fall durch die Erzeugung von Schmierstoffreservoirs [15]. Auch eine Reduzierung des Kontaktwiderstandes in elektrischen Steckverbindungen lässt sich durch das Verfahren erreichen [16].

Die Modifikation des Reibverhaltens resultiert dabei u. a. aus der gezielten Veränderung der realen Kontaktflächen zwischen den Reibpartnern [17]. Obwohl sich die Auswirkungen der periodischen Muster experimentell einfach nachweisen lassen, ist eine konkrete Untersuchung der realen Kontaktfläche während eines Reibexperimentes schwierig. Da sich diese Größe zwischen den Reibpartnern ausbildet, entzieht sie sich in der Regel der direkten Beobachtung.

1. Einleitung

Dabei gibt es, insbesondere im Fall der trockenen Reibung, für zahlreiche Tribosysteme mit DLIP-Strukturen (z.B. mit oxidierten oder nichtleitenden Oberflächen) keine zufriedenstellende Möglichkeit der experimentellen Untersuchung.

Unabhängig von den zahlreichen Vorteilen und Einsatzmöglichkeiten des DLIP-Verfahrens bestehen Herausforderungen, die die Anwendung erschweren. So hat der runde Querschnitt des Laserstrahls in der Regel eine im Vergleich zur Oberfläche des Werkstücks wesentlich kleinere Fläche. Dies hat zur Folge, dass die Oberfläche nicht mit einem einzelnen Schuss vollständig bearbeitet werden kann. Die Strukturierung muss daher, insbesondere bei Materialien mit hohen Ablationsschwellen (z.B. bei Metallen oder Keramiken), abschnittsweise erfolgen. Dieses stückweise Bearbeiten der Oberfläche führt zu Überlappungen und dadurch zu Zonen mit unterschiedlicher Beschussrate, was zu ungewünschten Defekten führt. Im Kurzpulsbereich treten aufgrund von Wärmeeinflusszonen ungewollte Aufschmelzungen auf, die die strukturelle Gleichförmigkeit negativ beeinflussen. Im Ultrakurzpulsbereich (kurz UKP-Bereich) ist die Heterogenität der Topographie, aber einer gewissen Beschusshäufigkeit, oft zu vernachlässigen. Hier hat der Mehrfachbeschuss vielmehr Auswirkungen auf die Oberflächenmorphologie [18]. Auch die Interferenzaufbauten selbst sind in der Regel nicht vollkommen fehlerfrei. Die darin verbauten Optiken, können u. a. Beugungseffekte auslösen, was sich ebenso negativ auf die Homogenität (die Gleichförmigkeit) der erzeugten Muster auswirkt. Daraus folgt, dass sich vor allem im Kurzpulsregime großflächige und durchgängig homogene Strukturen nur schwer realisieren lassen.

Eine weitere grundlegende Problematik stellt die objektive Beurteilung der mittels DLIP generierten Oberflächen dar. Durch das Interferenzverfahren werden periodische Muster erzeugt. Integrale Standardkenngrößen (z.B. Rauheit), die in der Regel zur Charakterisierung technischer Oberflächen herangezogen werden, berücksichtigen die periodische Natur der erzeugten Topographie nicht [19]. Daraus folgt, dass auch unterschiedliche Oberflächen dieselben Kenngrößen aufweisen können. Eine reproduzierbare Bewertung der Homogenität der Muster oder der Prozessparameter in der Herstellung stellt daher eine schwierige Aufgabe dar, die bis heute nicht zufriedenstellend gelöst ist.

Die Aufgabe der vorliegenden Dissertation besteht darin, Lösungen für die zuvor genannten Herausforderungen zu erarbeiten und so die Qualität und die Nutzbarkeit des Laserinterferenzverfahrens signifikant zu verbessern. Hierfür wurden folgende Ziele formuliert:

Ziel 1 (Optimierung): Der erste Teil der Arbeit besteht darin, die zentralen Ursachen für das Auftreten von Defekten in den mittels DLIP erzeugten Mustern zu identifizieren. Im Anschluss sollen diese Störungen durch Modifikationen des Interferenzaufbaus minimiert und wo es möglich ist, eliminiert werden. Der Fokus liegt dabei auf dem Kurzpulsregime, in dem aufgrund des Wärmeeinflusses ungleichmäßige und ungewünschte Aufschmelzungen besonders häufig auftreten und großflächige gleichmäßige Strukturierungen bisher nur schwer realisierbar sind.

Ziel 2 (Analyse): Die Optimierung des DLIP-Prozesses führt zu der Fragestellung, wie sich periodische Muster objektiv bewerten lassen. Da aktuell keine Methode existiert, die dies anwenderunabhängig zufriedenstellend erlaubt, sollen in diesem Abschnitt zunächst die nötigen Anforderungen an ein solches Verfahren herausgestellt und daran orientierend eine adäquate Methodik entwickelt werden. Die Grundlage hierfür soll die in der Wirtschaft gebräuchliche Gini-Analyse bilden, die möglicherweise eine reproduzierbare Bewertung periodischer Oberflächen erlaubt, wofür diese Anwendung jedoch modifiziert werden muss.

Ziel 3 (Anwendung): Der positive Einfluss der mittels DLIP erzeugten Strukturen auf die Reibeigenschaften eines Systems ist vielfach dokumentiert. Eine für das Verständnis der Wirkung dieser Strukturen wichtige Größe, die reale Kontaktfläche, kann bei trockener Reibung in vielen Systemen jedoch nicht oder nur schwer experimentell untersucht werden. In diesem Teil der Arbeit soll eine zuvor als homogen klassifizierte Probe dazu genutzt werden, die Durchführbarkeit einer neuen Methode zur experimentellen Abschätzung der realen Kontaktfläche zu überprüfen. Ausgangspunkt hierfür soll eine erstmalige Kombination aus speziellem In-situ-Tribometer und einer Open-Source-Kontaktsoftware sein, die eine experimentelle Näherung der realen Kontaktfläche während des Reibvorgangs erlauben sollte.

2 Laserinterferenz

Zunächst werden die wichtigsten Eigenschaften eines Lasers und die Möglichkeit, wie diese zur Erzeugung von Interferenzmustern genutzt werden können, beschrieben, gefolgt von einer Erklärung seiner grundlegenden Funktionsweise.

Im Anschluss wird die Wechselwirkung des Laserlichts mit Materie, insbesondere mit Metallen, in Abhängigkeit von der Strahlquelle dargestellt und erläutert, wie sich Oberfläche und oberflächennahe Volumina durch die Interferenzbestrahlung verändern.

Zuletzt wird das DLIP-Verfahren vorgestellt und es werden die Probleme aufgezeigt, die sich bei der Anwendung der Methode – insbesondere bei großflächigen Strukturierungen – ergeben können.

2.1 Die wichtigsten Eigenschaften des Lasers

Der Begriff ‚Laser‘ ist ein Akronym und steht für ‚Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation‘ (Lichtverstärkung durch stimulierte Emission von Strahlung). Die theoretische Grundlage des Lasers, der Prozess der stimulierten (oder auch induzierten) Emission, wurde 1917 von A. Einstein postuliert [20] und 1960 von T.H. Maiman zum ersten Mal technisch umgesetzt [21].

Das durch den Laser emittierte Licht unterscheidet sich erheblich vom Licht anderer (z. B. thermischer) Quellen. Zu den wichtigsten Eigenschaften zählen [22]:

- enges Frequenzband / monochromatisch
- räumliche und zeitliche Kohärenz
- geringe Divergenz
- hohe Energiedichte / Helligkeit
- kontinuierlich oder gepulst erfolgende Emission
- definierte Moden, longitudinal und transversal (Transversal-Mode meist durch Gauß-Profil darstellbar, kurz TEM₀₀)

2.1.1 Erzeugung von Interferenzmustern

Kohärenz und Monochromasie des Laserlichts können dazu verwendet werden, Interferenzmuster zu erzeugen. Hierfür wird der Laserstrahl aufgeteilt und die Teilstrahlen werden unter einem Winkel zwischen 0° und 180° überlagert, wodurch es zu konstruktiver und destruktiver Interferenz kommt (Abbildung 2-1). Je nach Anzahl und Winkel θ der Strahlen mit Wellenlänge λ können unterschiedliche periodische Intensitätsverteilungen erzeugt werden. Im einfachsten Fall wird durch Zweistrahlinterferenz ein periodisches Linien-Muster erzeugt.

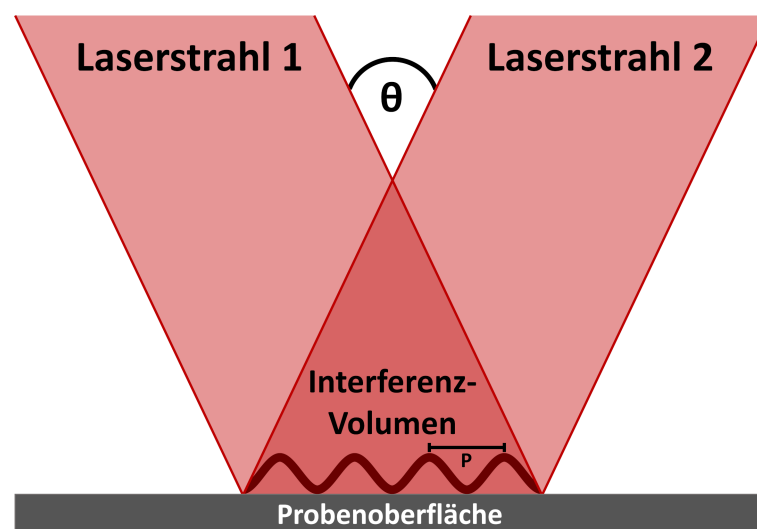


Abbildung 2-1: Schematischer Querschnitt zweier Laserstrahlen, die auf einer Oberfläche interferieren. Die Kohärenz des Lasers ermöglicht konstruktive und destruktive Interferenz, wodurch sich eine periodische Intensitätsverteilung ausbildet. Den Abstand P der Maxima lässt sich durch den Winkel θ beeinflussen.

Der Abstand zwischen den Maxima, auch ‚Periodizität P ‘ genannt, kann mit Gleichung (1) berechnet werden [23]:

$$P = \frac{\lambda}{2 \cdot \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)} \quad (1)$$

2.2 Aufbau und Funktionsweise eines Lasers

Grundlegend ist ein Laser aus drei Komponenten aufgebaut (Abbildung 2-2): einem aktiven Medium, das kontrolliert zur stimulierten Emission angeregt werden kann, einer äußeren Energie/Pumpquelle, die zur Anregung der Moleküle/Atome/Ionen im aktiven Medium dient, und einem aus zwei Spiegeln aufgebauten Resonator (auch als ‚Verstärkerkammer‘ bezeichnet), der dafür sorgt, dass die Photonen immer wieder durch das aktive Medium geleitet werden. Hierdurch werden in einer Kaskade fortwährend weitere induzierte Emissionen angeregt, was zu einem intensiven Lichtstrahl aus gleichgerichteten kohärenten Photonen führt, der über einen teildurchlässigen Spiegel ausgekoppelt wird [24]. Eine detaillierte Beschreibung verschiedenartiger Lasersysteme kann der Literatur entnommen werden [25].

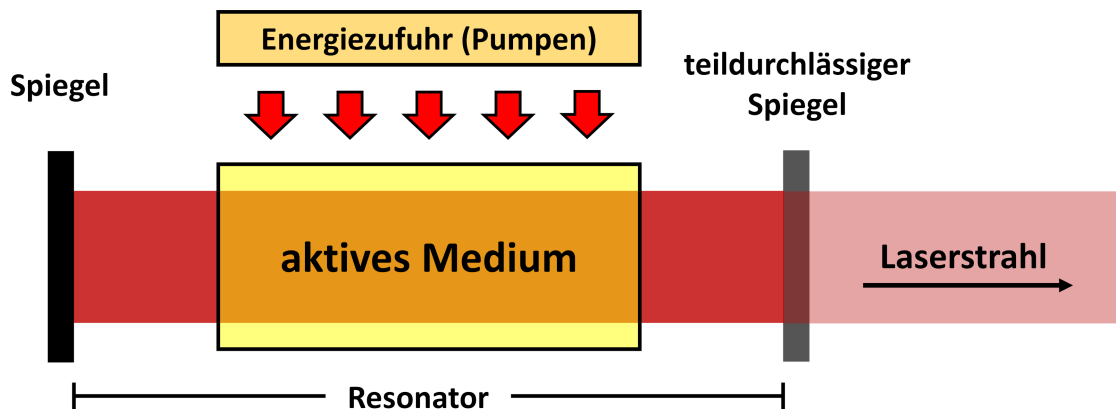


Abbildung 2-2: Grundlegender schematischer Aufbau eines Lasers. Ein aktives Medium wird durch eine äußere Energiequelle zur stimulierten Emission angeregt. Die so entstehenden Photonen werden durch eine Resonatorkammer gerichtet, verstärkt und über einen teildurchlässigen Spiegel ausgekoppelt.

Der Laser nutzt drei Phänomene, die bei der Wechselwirkung einer elektromagnetischen Welle mit Materie auftreten können [26,27]:

1. **Absorption:** Ein Atom (oder Molekül, Ion etc.) kann nur diskrete Energieniveaus (E'_0 , E'_1 , E'_2 , ...) annehmen. Trifft auf ein Atom im Grundzustand E'_0 ein Photon mit der passenden Energie ($E'_{\text{photon}} = h \cdot f = E'_a - E'_0$), kann seine Energie absorbiert und das Atom in den angeregten Zustand E'_a überführt werden.
2. **Spontane Emission:** Im angeregten Zustand E'_a kann die Energie ($E'_a - E'_0$) durch Bildung eines Photons mit beliebiger Phase, Richtung und Polarisation wieder abgegeben werden.

3. **Stimulierte Emission:** Trifft auf ein bereits angeregtes Atom im Zustand E'_a ein weiteres Photon mit der Energie $(E'_a - E'_0)$, kommt es zur stimulierten Emission eines Photons, das in Richtung, Phase und Polarisation mit dem einfallenden Photon identisch ist.

Im thermischen Gleichgewicht befinden sich die Atome des aktiven Mediums hauptsächlich im Grundzustand. Durch die Pumpquelle werden diese zunächst willkürlich angeregt. Dies kann beispielsweise in Form von Lichtenergie (Blitzlampen) erfolgen. Trifft ein Photon mit der passenden Energie auf ein Atom im Grundzustand E'_0 , kann dieses auf das Niveau E'_a angehoben werden. Trifft es auf ein bereits angeregtes Atom im Niveau E'_a , führt dies zur stimulierten Emission eines weiteren Photons. Befinden sich ausreichend Atome im angeregten Zustand E'_a , kann sich dieser Prozess lawinenartig fortsetzen und eine hohe Anzahl identischer Photonen erzeugen.

Um dies zu ermöglichen, muss eine sogenannte Besetzungsinversion erzeugt werden, das heißt, dass sich im Gegensatz zum thermischen Gleichgewicht mehr Atome im angeregten Niveau E'_a als im Grundzustand E'_0 befinden.

Dabei ist anzumerken, dass die Besetzungsinversion mit einem Zwei-Energie-Niveau-System nicht zu erreichen ist. Wenn in solch einem System die Hälfte der Atome/Zustände auf das höhere Niveau angeregt wurde, ist es für ein neu eintreffendes Photon gleich wahrscheinlich, absorbiert zu werden oder eine stimulierte Emission auszulösen. Da zusätzlich spontane Emissionen auftreten, können sich nie mehr Atome im angeregten als im Grundzustand befinden.

Bei einem passendem Drei-Niveau-System (Abbildung 2-3) werden die Atome zunächst durch die externe Energiequelle auf das Pumpniveau angeregt. Von dort wird die Energie schnell und spontan wieder abgegeben, was in der Regel in Form von Wärme geschieht, und erreicht anschließend das obere Laserniveau, welches eine im Vergleich wesentlich längere Verweildauer besitzt, sodass sich die Atome auf diesem Niveau sammeln und eine Besetzungsinversion bewirken, wodurch die Erzeugung des Laserlichts ermöglicht wird. Der Nachteil an diesem System besteht darin, dass über die Hälfte der Atome auf das angeregte Niveau befördert werden muss, um die Besetzungsinversion zu erreichen. Solche Systeme sind daher im Allgemeinen wenig effizient.

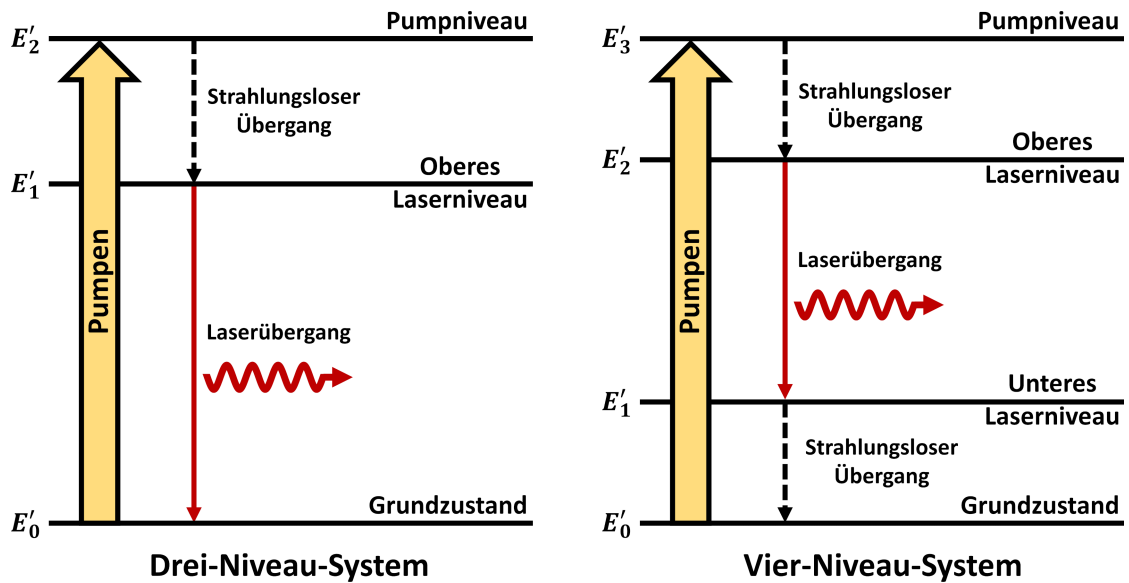


Abbildung 2-3: Termschemen für Drei-Niveau- und Vier-Niveau-System

Dieses Problem lässt sich mit einem Vier-Niveau-System (Abbildung 2-3) umgehen. Auch hier startet das System überwiegend im Grundzustand und wird durch Energiezufuhr auf das Pumpniveau angehoben, wo die Atome schnell durch strahlungsfreie Energieabgabe zum oberen Laserniveau übergehen, das wiederum wesentlich langlebiger ist. Von hier erfolgt der Übergang zum unteren Laserniveau, das hier über dem Grundniveau liegt und zu Beginn nahezu leer ist. Von dort aus ereignet sich erneut eine schnelle Energieabgabe zum Grundniveau. Der Vorteil ist, dass die Besetzungsinversion hier direkt erreicht wird, da das untere Laserniveau nahezu leer ist.

Eine mathematische Herleitung der Übergangswahrscheinlichkeiten bzw. -dauer kann Lehrbüchern oder der Fachliteratur entnommen werden [24,26,27].

2.3 Einfluss des Laserstrahls auf das Strukturierungsergebnis

Die Parameter der Strahlquelle (u. a. Wellenlänge, Intensität, Pulsdauer/-breite) sowie die physikalischen und chemischen Eigenschaften des Materials (z. B. Reflektivität, Bandstruktur) besitzen einen entscheidenden Einfluss auf die Ergebnisse des Strukturierungsprozesses, die im Folgenden erläutert werden.

2.3.1 Absorptionsverhalten in Abhängigkeit von der Pulsdauer

Zunächst muss die Energie vom Material absorbiert werden. Dies lässt sich mit dem Gesetz von Lambert-Beer beschreiben [28]:

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

Der Absorptionskoeffizient α des Materials bestimmt das Abklingen der Laserintensität I mit der Materialtiefe z . Der Absorptionskoeffizient hängt für ein gegebenes Material u. a. von der Temperatur und der Wellenlänge ab. I_0 beschreibt die Intensität direkt an der Oberfläche nach Berücksichtigung von Reflexionsverlusten. Die Tiefe z , in der die Intensität auf den $\frac{1}{e}$ -ten Anteil des Anfangswertes abgefallen ist, wird als optische Eindringtiefe oder Absorptionstiefe δ bezeichnet und ist durch $\delta = \frac{1}{\alpha}$ gegeben [29].

Die eingebrachte Energie breitet sich im Anschluss in Form von Wärme aus. Diese Wärmediffusion l_D kann über folgende Formel abgeschätzt werden:

$$l_D = \sqrt{D \cdot \tau_L} \quad (3)$$

Dabei ist D der Wärmediffusionskoeffizient und τ_L die Laserpulsbreite. Die Ausbreitung der Wärme ist also abhängig von der Pulsdauer, woraus sich zwei Regime ableiten lassen. Ist die Wärmediffusion länger als die optische Eindringtiefe, spricht man vom ‚Kurzpulsregime‘; ist sie kürzer, spricht man vom ‚Ultrapulsregime‘ [30,31].

2. Laserinterferenz

Die Formel ist aber nur als Näherung zu verstehen, da insbesondere im Ultrakurzpulsbereich (Pulsdauer des Lasers $<$ Abkühlzeit der Elektronen) nichtlineare Absorptionsprozesse dominant werden können. Daher ist es auch üblich, die Regime anhand der Zeiten zu unterscheiden, in denen die Absorption und die Wärmeübertragung stattfindet.

Allgemein beruht die Wechselwirkung der Laserstrahlen mit Materie auf der Absorption der elektromagnetischen Energie durch freie oder gebundene Elektronen eines Materials [29,32,33]. In Isolatoren, Dielektrika und Halbleitern erfolgt die Absorption der Photonen durch resonante Anregungen wie Übergänge von Valenzbandelektronen zum Leitungsband, Interbandübergänge oder Übergänge innerhalb von Bändern (Intersubbandübergänge) [34,35]. In Metallen wird die optische Absorption durch die freien Elektronen im Leitungsband dominiert, z. B. durch Absorption mittels inverser Bremsstrahlung [35,36].

Die Elektronen absorbieren die Energie innerhalb von 1–10 fs und wandeln diese in 0,1–1 ps in Wärme um [31,33,37]. Im Anschluss kühlen die Elektronen ab, indem sie diese Energie nach einer charakteristischen Zeit an das Gitter des Materials weitergeben, das daraufhin thermalisiert. Die Zeit, die die angeregten elektronischen Zustände benötigen, um Energie auf Phononen zu übertragen und zu thermalisieren, hängt vom Material ab. Bei den meisten Metallen liegt diese Thermalisierungszeit in der Größenordnung von 1–100 ps. Bei Nichtmetallen können die Absorptionsmechanismen deutlich stärker variieren und die Thermalisierungszeit kann bis zu 1 μ s betragen. Dabei liegen beispielsweise Polymere und Dielektrika am langsamen Ende des zeitlichen Spektrums [32,35].

Es ist anzumerken, dass die Nomenklatur in der Literatur nicht ganz einheitlich gehandhabt wird, die Bezeichnungen unterscheiden sich je nachdem, welchen Aspekt der Autor hervorheben möchte. Das Umwandeln der Elektronen in Wärme, das Thermalisieren, erfolgt in Metallen unter anderem durch Elektron-Elektron-Stöße [32], weswegen statt von der „electron thermalization time“ [33] auch von der „electron-electron collision time“ [35] gesprochen wird. Da die Energieabgabe der Elektronen u. a. durch die Emission von Phononen erfolgt [38], findet neben der Bezeichnung „electron cooling time“ [30], auch der Begriff „electron phonon relaxation time“ [33] Verwendung. Darüber hinaus wird für die Thermalisierungszeit der Phononensystems [33], alternativ auch der Begriff Gitterheizzeit („Lattice heating time“ [30]) genutzt.

Da die Elektronen und Phononen wie angegeben Zeit benötigen, um auf den Energieeintrag zu reagieren, hat die Pulsdauer des Lasers einen signifikanten Einfluss auf das Materialverhalten und erlaubt eine Einteilung [33]:

1. Der erste Fall gilt, wenn die Pulsdauer des Lasers größer ist als die Thermalisierungszeit der Phononen: **Kurzpulsbereich**.

Dieser Bereich gilt bei Metallen für Pulsdauern im Nanosekundenbereich bis hin zum kontinuierlichen Dauerstrich-Laser (auch ‚continuous wave Laser‘, kurz ‚CW-Laser‘ genannt). In diesem Fall hat die von den Elektronen absorbierte Laserenergie genügend Zeit, um auf das Gitter übertragen zu werden. Der Laser kann einfach als Wärmequelle angesehen werden, die klassischen Wärmeleitungsgesetze sind bei diesen Prozessen voll wirksam und der Prozess kann als photothermisch gelten. Elektron und Gitter können ein thermisches Gleichgewicht erreichen, was zu einer Ausbreitung der Wärme über den Festkörper und dem Ausbilden einer Wärmeeinflusszone (WEZ) führt. Wenn die Laserintensität stark genug ist, wird das Material zunächst geschmolzen, ehe die Verdampfung aus dem flüssigen Zustand erfolgt [30].

2. Der zweite Fall gilt, wenn die Pulsdauer des Lasers kürzer als die Abkühlzeit der Elektronen ist: **Ultrakurzpulsbereich**.

Bei Metallen liegt dieser Bereich im Femtosekundenbereich, bei Polymeren kann dies bereits bei Nanosekundenlasern der Fall sein [32]. Die Elektronen haben nicht genügend Zeit, ihre aufgenommene Energie abzugeben, wodurch nichtthermische, photochemische Ablationsmechanismen auftreten können. Direkte Ionisation und die Bildung von dichten Elektron-Loch-Plasmen führen zu athermischen Phasenumwandlungen, direktem Bindungsbruch und explosionsartigem Zerfall des Gitters durch elektronische Abstoßung (Coulomb-Explosion [39]) [32].

Eine direkte Umwandlung von fest zu gasförmig ist möglich. Die Wärmediffusion ins umliegende Material ist stark reduziert, was zu einer vernachlässigbaren WEZ führt.

Die Elektronen und Phononen des Gitters sind nicht im thermischen Gleichgewicht und können als zwei getrennte Einheiten betrachtet werden. Statt der klassischen Wärmeleitung lässt sich das System durch das Zwei-Temperatur-Modell (kurz ‚TTM‘ für ‚two temperature model‘) beschreiben. Es besteht aus zwei gekoppelten

Differentialgleichungen. Eine beschreibt die Wärmeleitung der Elektronen, die andere die im Gitter [35,40].

Es ist anzumerken, dass keine scharfen Grenzen zwischen den Regimen bestehen und dass Übergangszonen existieren, in denen sowohl direkte Ablation als auch Schmelzphasen auftreten. Bei Metallen ist dies beispielsweise im Pikosekundenbereich stark ausgeprägt. So wird auch je nach Autor zwischen zwei (Kurz- und Ultrakurzpuls [31,33]) oder drei Zonen (Nano-, Piko-, Femtoregime [41]) unterschieden. Eine ausführliche Herleitung der einzelnen Zonen aus dem Zwei-Temperatur-Modell lässt sich beispielsweise in den Veröffentlichungen von Chichkov et al. [36] und Hamad [42] finden.

2.3.2 Entstehung der Oberflächenmuster bei Metallen nach der Interferenzbestrahlung

Damit ein Materialabtrag initiiert werden kann, muss eine von Material und Laserstrahlung abhängige Fluenzschwelle (alternativ ‚Zerstörschwelle‘ oder ‚Ablationsschwelle‘) überschritten werden [41,43]. Die Fluenz ist dabei als Pulsenergie pro Fläche definiert und wird üblicherweise in $\left[\frac{J}{cm^2}\right]$ angegeben. Eine konkrete Formelherleitung für Laserstrahlen mit Gaußprofil kann der Veröffentlichung von Garcia-Lechuga und Grojo [44] entnommen werden.

Wie in Abschnitt 2.3.1 bereits erläutert, unterscheiden sich die ablaufenden Prozesse in Abhängigkeit von der Laserpulsdauer in erheblichem Maße, sodass die Wahl des Lasers einen signifikanten Einfluss auf den Strukturierungsprozess besitzt.

Kurzpulsregime (Abbildung 2-4 linke Spalte):

Bei langen Laserpulsen im Nanosekundenbereich und darüber wird das Material je nach erreichter Temperatur aufgeschmolzen, verdampft oder geht in einen Plasmazustand über [28,45]. Der Abtrag wird sowohl durch Verdampfen, Spallation und Phasenexplosion als auch durch Austreiben der Schmelze bestimmt. Die beiden Hauptantriebskräfte, die für den Schmelze-Austrieb aus dem Laserspot verantwortlich sind, sind der Rückstoßdruck, der durch den aktiven Verdampfungsprozess entsteht, und der Marangoni-Effekt. Beide Effekte resultieren aus einem Temperaturgradienten und der damit verbundenen inhomogenen Verteilung der Oberflächentemperatur. Da die Oberflächenspannung flüssiger Metalle mit steigender Temperatur abnimmt, wirken die Marangoni-Spannungen in der dem Oberflächentemperaturgradienten entgegengesetzten Richtung. Im Falle der Lasererwärmung ist die Temperatur in der Regel in der Mitte des Laserspots am höchsten und die Marangoni-Spannungen induzieren einen Schmelzfluss von der Mitte zum Rand des Laserspots und leisten so einen zusätzlichen Beitrag zur Schmelzaustreibung [46]. Bei hohen Heizraten und geringen Dicken der Schmelzschicht können die Marangoni-Spannungen zum Bruch der Schmelzschicht [47], zu Schmelzespritzern und zur Bildung von Tröpfchen [48] führen. Eine grafische Zusammenfassung dieser Effekte ist in Abbildung 2-4 (a) zu sehen.

Wird auf der Oberfläche ein Interferenzmuster mit der passenden Energie erzeugt, wirkt dies wie mehrere kleinere Laserstrahlen nebeneinander. Ein Teil des Materials verdampft, der andere Teil wird durch die Marangoni-Konvektion und den Impuls der Strahlung aufeinander zubewegt, wodurch sich ein sinusförmiges Oberflächenprofil ausbildet (Abbildung 2-4 (c)). Ist die angelegte Energie zu gering (beispielsweise durch lokale Störungen im Intensitätsprofil des Lasers) oder die Periode zu groß gewählt, können sich die durch benachbarte Intensitätsmaxima ausgelösten Schmelzfronten nicht berühren und es entstehen Störungen im Muster, wie Lücken oder Doppelmaxima.

In Abbildung 2-4 (e) ist das Resultat einer solcher Strukturierung beispielhaft an einer Wolframoberfläche dargestellt. Man sieht auf den Rasterelektronenmikroskopaufnahmen (kurz REM-Aufnahmen) die durch die erstarrte Schmelze geglättete Oberfläche, die zuvor beschriebenen Schmelztröpfchen sowie thermisch induzierte Risse [49]. Die Unterbilder II und III zeigen Beispiele, in denen die Energie lokal nicht ausgereicht hat und die Schmelzfronten vorzeitig erstarrten.

Ultrakurzpulsregime (Abbildung 2-4 rechte Spalte):

Im Ultrakurzpulsbereich (bei Metallen beginnend mit Pikosekunden und kürzer) ist aufgrund der Komplexität des Ablationsprozesses noch keine vollständige Theorie zur Beschreibung der Laser-Materie-Wechselwirkungen entwickelt. In Untersuchungen wurden mehrere Ablationsmechanismen identifiziert, darunter Spallation, explosives Sieden und Verdampfung [28,50–54]. Spallation tritt bei einer Laserfluenz knapp oberhalb der Abtragsschwelle auf und bezieht sich auf den Auswurf von Materialfragmenten, der durch die Relaxation der laserinduzierten Spannungen ausgelöst wird. Höhere Fluenzen bewirken den Übergang in das Regime der Phasenexplosion und den Wechsel des dominanten Mechanismus, der für den Materialauswurf verantwortlich ist. Die Phasenexplosion wird durch die explosionsartige Freisetzung des Dampfes angetrieben. Es wird angenommen, dass die Phasenexplosion der primäre Mechanismus bei der Femtosekundenlaserablation unterhalb der Schwelle der Plasmabildung ist [55]. Bei sehr hohen Fluenzen kann die Oberflächenschicht des Materials vollständig atomisiert werden und das Material wird durch Verdampfung/Sublimation abgetragen. In diesem Fall sind die relevantesten Ablationsmechanismen Fragmentierung, Ladungstrennung durch Lawinen- und Multiphotonen-Ionisation sowie Coulomb-Explosion [39,50]. Der Materialabtrag wird von einer stark gerichteten Gaswolke begleitet, die aus der bestrahlten Zone ausgestoßen wird. Die dichte Gaswolke kann feste und flüssige Materialcluster enthalten [32].

Eine vereinfachte schematische Zusammenfassung der Wechselwirkung eines Ultrakurzpuls laserstrahles ist in Abbildung 2-4 (b) dargestellt. Die Wirkung auf die Oberfläche bei einem angelegten Interferenzmuster wird unmittelbar darunter gezeigt Abbildung 2-4 (d). Im Gegensatz zum Nanosekundenlaser gibt es hier keinen Schmelzfluss und nur eine verschwindend geringe WEZ. In den Bereichen mit passender Fluenz findet ein direkter Materialabtrag statt. Abbildung 2-4 (f) zeigt das Ergebnis eines solchen Prozesses an einer realen Wolframprobe, wobei zu erwähnen ist, dass in diesem Fall durch Aneinanderreihung von Laserinterferenzspots jeder abgebildete Bereich dreimal vom Laser getroffen wurde. Die angeraute Oberfläche ist durch Oxidbildung, Kondensation abgedampften Materials in Form von Agglomeraten sowie Ripple- bzw. Lipps-Effekten zu erklären [56–59].

2. Laserinterferenz

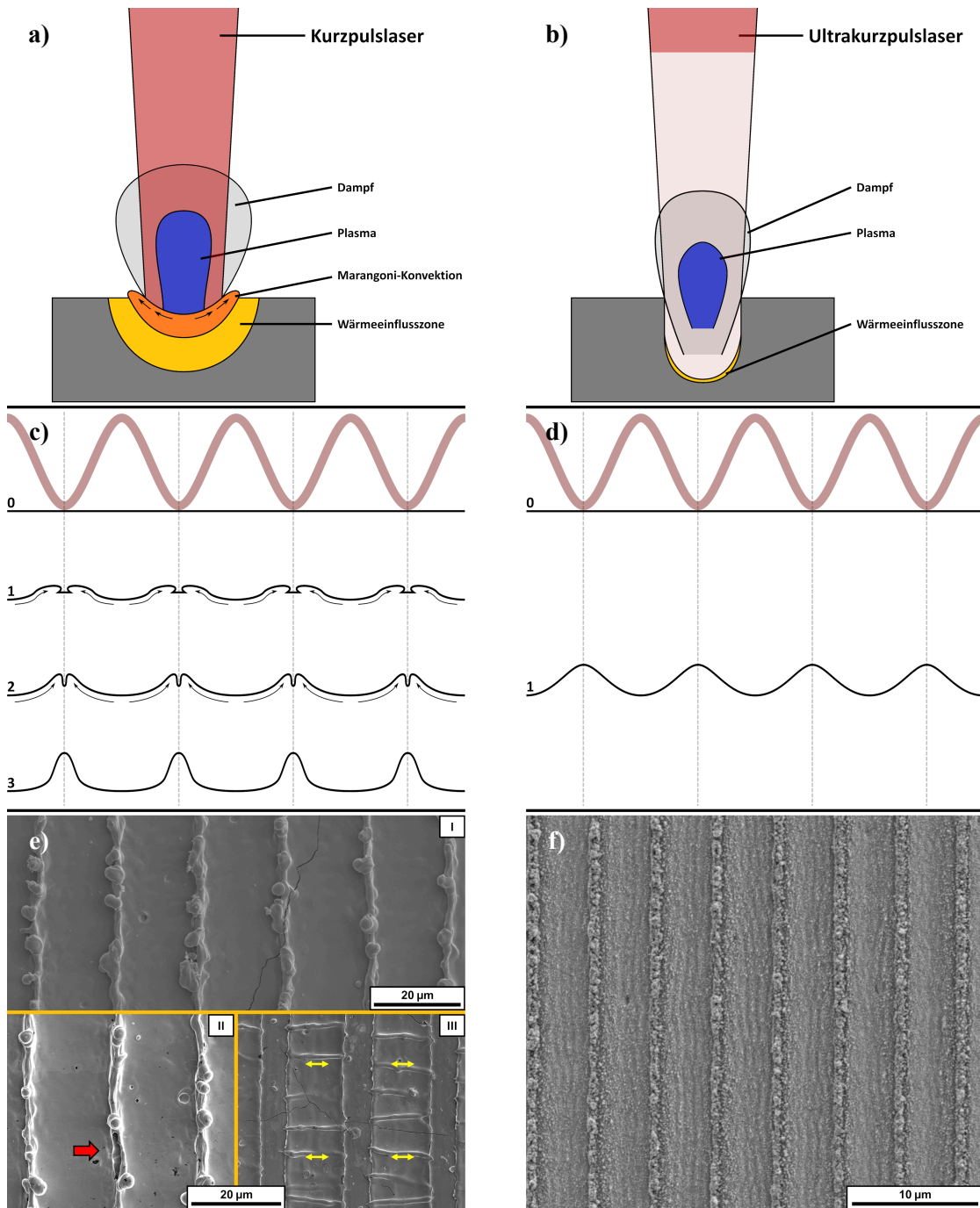


Abbildung 2-4: Die linke Spalte skizziert den Beschuss eines Metalls mittels Kurzpuls-Laser, die rechte den mittels Ultrakurzpuls-Laser. (a) Einzelbeschuss mit großem Wärmeeintrag. (b) Einzelbeschuss mit überwiegend direkter Ablation. (c) Oberflächenformung durch Schmelze und Marangoni-Konvektion 1-3 nach Interferenzbeschluss 0. (d) UKP-Interferenz 0 und daraus folgende Oberflächenformung durch direkte Ablation 1. (e) REM-Aufnahme einer Wolframoberfläche nach Kurzpuls-Interferenzbeschluss [I]. Teilweise [II] oder vollständig [III] ungeschlossene Schmelzfronten aufgrund zu geringer Laserleistung. (f) REM-Aufnahme der gleichen Wolframoberfläche nach Interferenzbeschluss (dreifach) mittels Ultrakurzpuls-Laser. Für die Erstellung der Skizzen wurde folgende Literatur hinzugezogen: [28,42,45,60–62].

2.4 Technische Umsetzung der Laserinterferenz

Es gibt zahlreiche Möglichkeiten, die in Abschnitt 2.1.1 beschriebene Interferenz technisch zu realisieren. Eine Übersicht über die wichtigsten Verfahren wurde von Nakata [63] zusammengefasst. Allen Methoden ist gemein, dass der Laserstrahl zunächst separiert wird, was beispielsweise durch diffraktive optische Elemente (kurz DOE) oder durch halbdurchlässige Strahlteiler erreicht werden kann. Im Anschluss werden die Teilstrahlen mittels Optiken wie Spiegeln, Linsen oder eines Schwarzschildobjektivs wieder überlagert, wodurch sie ein periodisches Intensitätsmuster erzeugen.

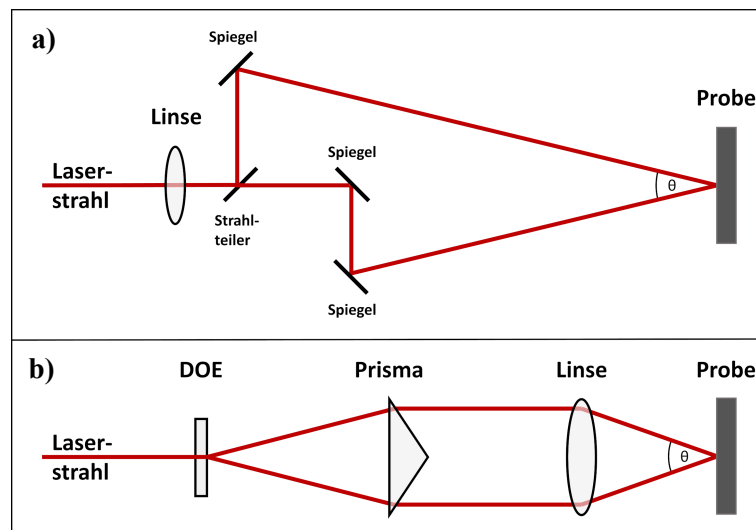


Abbildung 2-5: (a) klassischer DLIP-Aufbau mit Strahlteiler und Spiegeln, (b) moderne DLIP-Variante mit Prisma und Linse

Zu den industriell bedeutsamsten Verfahren zählt die direkte Laserinterferenzstrukturierung. Klassisch erfolgt die Strahlaufspaltung durch halbdurchlässige Strahlteiler und Überlagerung mittels Spiegeln am Zielort (Abbildung 2-5 (a)) [2]. Durch Linsen kann, wenn nötig, die Fluenz auf der Zieloberfläche erhöht werden. Der Einsatz zusätzlicher Strahlteiler und Spiegel erlaubt auch komplexe Interferenzen. Der Aufbau besitzt einen einfachen experimentellen Zugang. Optiken können unkompliziert hinzugefügt, entfernt oder in ihrer Aufstellung zueinander verändert werden. Unter praktischen Bedingungen (je nach Winkel, Wellenlänge und Art des Lasersystems) können Strukturperioden zwischen ca. 0,5 und 30 μm mit Laserstrahlung im (nah-)optischen Bereich realisiert werden. Die Grenzen sind hier überwiegend durch die Laser-Materie-Wechselwirkungen bestimmt, weniger durch den Aufbau selbst. Bei kleinen Perioden

besteht die Gefahr, dass sich benachbarte Intensitätsmaxima, aufgrund der Wärmeinflusszonen auf der Probe, gegenseitig negativ beeinflussen. Bei großen Perioden schafft es der Schmelzfluss benachbarter Maxima es nicht mehr, sich zu verbinden. Zusätzlich nimmt das Aspektverhältnis der resultierenden Strukturen immer weiter ab. Ein Nachteil in diesem Aufbau liegt darin, dass sich die Variationen nicht automatisieren lassen. Das Verfahren ist damit eher für Grundlagenforschung geeignet. Zusätzlich ist es schwierig, teilweise sogar unmöglich, die Weglängen der einzelnen Teilstrahlen perfekt aneinander anzugleichen, weswegen der Aufbau primär für Kurzpulslaser (im Nanosekundenbereich und darüber) mit langer Kohärenzlänge in Frage kommt.

In der weiterentwickelten modernen DLIP-Variante [64] wird der Laserstrahl durch ein DOE aufgeteilt, über ein Prisma parallelisiert und mittels Linse zur Interferenz gebracht (Abbildung 2-5 (b)). Die Distanz zwischen DOE und Linse kann variiert werden und steuert den Abstand der parallelisierten Teilstrahlen zur optischen Achse. Da das parallel einfallende Licht durch die Linse immer Richtung Brennpunkt abgelenkt wird, kann hierüber der Interferenzwinkel θ und damit die resultierende Strukturperiode gesteuert werden. Die Achssymmetrie des Verfahrens eliminiert das Problem von Weglängenunterschieden der Teilstrahlen, sodass diese Methode sowohl für Kurzpuls- als auch für Ultrakurzpulslaser in Frage kommt. Der Aufbau kann problemlos automatisiert werden und benötigt keine manuelle Justage, weshalb er für industrielle Anwendungen geeignet ist. Dafür sind jedoch die Variationsmöglichkeiten bezüglich Muster und Periode wesentlich geringer als im klassischen Aufbau. Die Strukturperiode kann je nach Ausführung bis zu $10\mu\text{m}$ automatisiert variiert werden [65,66]. Umfangreichere Änderungen [62] benötigen in der Regel kostenintensive neue Optiken, die perfekt aufeinander abgestimmt sein müssen.

Es ist anzumerken, dass aufgrund der strukturellen Nähe beider Aufbauten Optimierungsmöglichkeiten, die für die klassische Variante erforscht werden, das Potential besitzen, auf den industriell bedeutsameren modernen Aufbau übertragen zu werden.

2.5 Herausforderungen der großflächigen Anwendung

Der durch den Laser emittierte Strahl besitzt in der Regel einen runden Querschnitt mit einem Durchmesser von etwa 1 cm oder weniger. Die Oberfläche eines Werkstücks ist häufig wesentlich größer, was weitere Maßnahmen zur Strukturierung erforderlich macht.

Bei Polymeren kann dieses Problem aufgrund der nichtlinearen Absorptionsprozesse durch eine Aufweitung des Strahls teilweise umgangen werden. Bei Metallen hingegen erfolgt aufgrund der höheren Fluenzschwelle die Strukturierung größerer Bereiche durch Überlagerung oder Aneinanderreihung einzelner kleinerer Laserinterferenzspots. Dies geschieht beispielsweise, indem das Werkstück bewegt wird oder indem der Strahl mittels Scanner die Oberfläche abrastert [66].

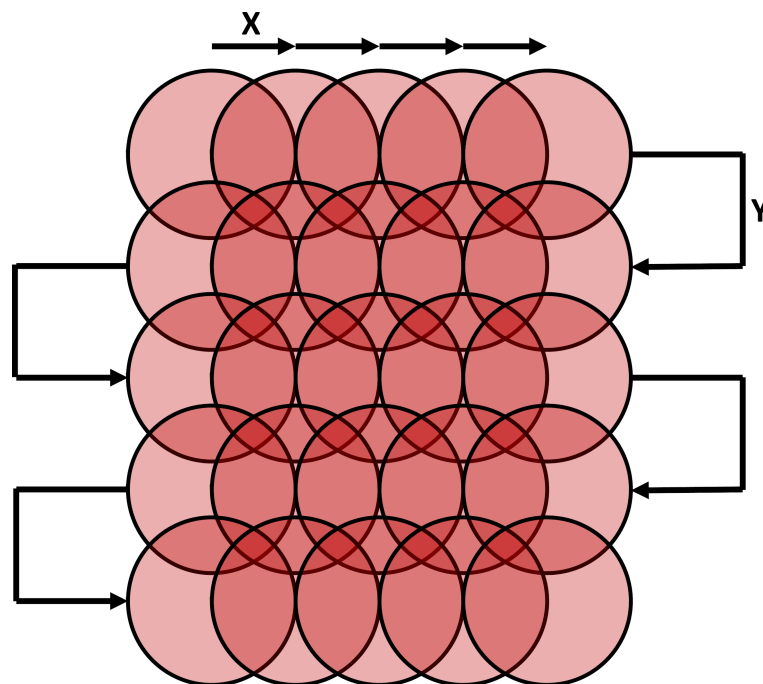


Abbildung 2-6: Die Abbildung zeigt den Scanweg, mit dem eine Oberfläche vollständig strukturiert werden kann. Die Strecke X/Y kann variiert werden, um die Überlappung zu vergrößern oder zu verringern. Bei einem runden Strahlquerschnitt werden Teile der Oberfläche unterschiedlich oft vom Laser getroffen.

Die Verwendung eines runden Gauß-Strahls führt dabei dazu, dass einzelne Bereiche der Oberfläche häufiger als andere bestrahlt werden (Abbildung 2-6), was zu Variationen der Oberflächenmuster führen kann. Es gibt Optiken und Laser, die die Strahlform rechteckig transformieren, wodurch der Bereich des Mehrfachbeschusses reduziert wird [67]. Da in diesem

2. Laserinterferenz

Fall die Ränder aber keine scharfe Kante aufweisen, wird der Mehrfachbeschuss in den Randbezirken nicht völlig verhindert. Ein zusätzliches Problem ergibt sich daraus, dass einige dieser Optiken die Kohärenz reduzieren, wodurch das Aspektverhältnis der Struktur reduziert, oder die Interferenz völlig verhindert wird.

Im klassischen DLIP-Aufbau erfolgt die Strahlformung zur Reduzierung des Überlapps über einfache Rechteckmasken, die allerdings je nach Position entscheidende Nachteile besitzen. Werden Sie zu Beginn des Aufbaus in den Strahlengang eingeführt, treten an den Rändern signifikante Beugungseffekte auf, die sich in Form von zusätzlichen Intensitätsschwankungen auf der Probe niederschlagen [68], und somit eine homogene Strukturierung (beispielsweise von Metallen) unmöglich machen.

Alternativ kann die Maske mit sehr geringem Abstand direkt vor der Probe positioniert werden. Wenn eine Rasterung der Probe erfolgen soll, ist der Abstand Null nicht möglich. In diesem Fall können die Beugungseffekte zwar stark reduziert werden, doch bedingt durch den Winkel, mit dem die Strahlen auf die Maske/Probe treffen, gibt es zwangsweise Bereiche hinter der Maske, die nur einfach vom Laser getroffen werden (siehe Abbildung 2-7). Hierdurch werden erneut lokal Bereiche mit unterschiedlicher Bestrahlung generiert und damit wird letztlich Inhomogenität auf der Oberfläche erzeugt.

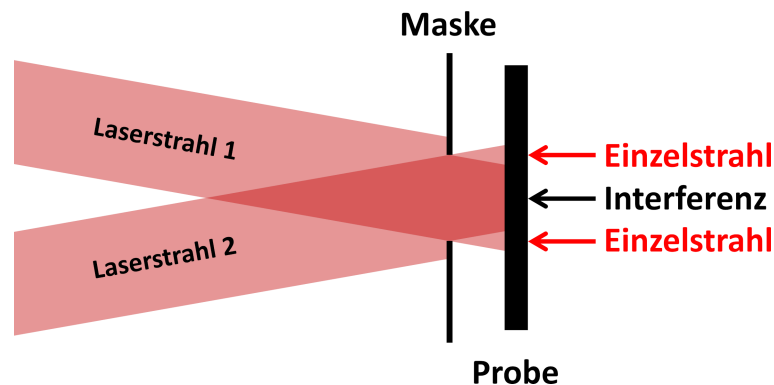


Abbildung 2-7: Schematische Darstellung der Überlagerung der Teilstrahlen für den Fall, dass eine Maske vor der Probenoberfläche positioniert wurde. Hinter der Maske ergeben sich zwangsweise Bereiche ohne Interferenz [69].

2.6 Zusammenfassung und offene Fragen

Es lässt sich festhalten, dass die Wechselwirkungsmechanismen des Laserlichts mit Festkörpern u. a. stark von der Pulsdauer beeinflusst sind:

- Bei einer Bestrahlung im **Kurzpulsbereich** (Pulsdauer $>$ Thermalisierungszeit der Phononen) sind die klassischen Wärmeleitungsgesetze gültig und der Laser fungiert als einfache Wärmequelle. Ist die Fluenz hoch genug, wird das Material u. a. aufgeschmolzen und der auftretende Temperaturgradient sorgt für eine Marangoni-Strömung. Wird ein Interferenzmuster mit passender Fluenz auf einem Werkstück aufgebracht, fließen die Schmelzfronten aufeinander zu und bilden periodische Strukturen aus. Die eingebrachte Wärme strahlt in den Festkörper aus und hat Einfluss auf das Gefüge. Schwankungen in der lokalen Lichtintensität, wie sie beispielsweise durch Beugungseffekte ausgelöst werden, wirken sich direkt auf den Schmelzfluss aus und führen zu ungeschlossenen Schmelzfronten oder der Verstärkung unerwünschter Tröpfchenbildung. Ein weitere Störquelle resultiert aus dem Mehrfachschuss, der zwangsweise durch großflächige nahtlose Strukturierungen auftritt. Durch den ersten Schuss bildet sich ein periodisches Muster aus und erstarrt, der zweite Schuss trifft nun nicht mehr auf eine ebene Fläche, sondern auf ein topographisches Muster. Die nun eingebrachte Wärme wird sich anders verteilen, als dies beim ersten Schuss der Fall war, was zwangsweise zu Abweichungen in der Bewegung der Schmelzfronten und damit in der resultierenden Topographie führt.
- Bei einer Bestrahlung im **Ultrakurzpulsbereich** (Pulsdauer $<$ Abkühlzeit der Elektronen) haben die Elektronen nicht genug Zeit, ihre aufgenommene Energie abzugeben. Gitter und Elektronen finden sich hier nicht im thermischen Gleichgewicht. Die auftreten Ablationsmechanismen sind zum Teil fluenzabhängig (z. B. Spallation und Phasenexplosion), eine direkte Umwandlung von fest zu gasförmig ist möglich. Allen Mechanismen ist gemein, dass nur eine sehr eingeschränkte Wärmediffusion ins umliegende Material stattfindet, was zu einer vernachlässigbaren WEZ führt. Die bestrahlte Oberfläche wird durch Oxidbildung, Kondensation des verdampften Materials und Ripple-/Lipps-Effekten aufgeraut. Wird ein Interferenzmuster mit passender Fluenz auf einem Werkstück aufgebracht, wird Material in diesen Bereichen abgetragen, wodurch sich ein periodisches Muster ausbildet. Die umgebenden Bereiche

bleiben davon nahezu unbeeinflusst. Da keine bzw. nur eine sehr geringe Wärme ins Material abgegeben wird, hat ein Mehrfachbeschuss im Vergleich zur Kurzpuls-Wechselwirkung keine ungewollten Aufschmelzungen oder Veränderungen des Gefüges zur Folge. Material wird stets nur an den Interferenzmaxima abgetragen. Die angeraute Oberfläche nach dem ersten Beschuss kann jedoch die Absorptionsfähigkeit steigern [18], was durch den darauffolgenden Beschuss zu Höhenunterschieden führen kann. Im Allgemeinen ist eine Überlagerung bzw. ein Mehrfachbeschuss sogar erwünscht, um das Aspektverhältnis der Strukturen zu erhöhen.

Kurz- und Ultrakurzpuls-Interferenzstrukturierungen haben einen unterschiedlichen Einfluss auf Gefüge und Oberfläche. Je nach Anwendungsbereich ersetzen sich die Verfahren daher nicht einander, sondern ergänzen sich. Während es im UKP-Bereich aufgrund der fehlenden WEZ bereits möglich ist, große Bereiche gleichmäßig und durchgängig zu strukturieren, ist dies im Kurzpulsbereich, insbesondere bei Metallen, nur bedingt möglich.

Die größten Probleme stellen dabei lokale Energieschwankungen des einzelnen Laserspots (z.B. durch Beugungseffekte, inhomogenes Strahlprofil [Abbildung 3-1] oder Fehljustagen ausgelöst) und die Überlappungszonen, die bei der Aneinanderreihung der Interferenzspots auftreten, dar. Gleichmäßiges und großflächiges Texturieren eines Werkstücks, insbesondere bei Metallen, wird durch diese Störungen erschwert und teilweise ganz verhindert.

Für eine Optimierung des DLIP-Verfahrens wäre es daher erforderlich, eine Möglichkeit zu finden, das Strahlprofil entweder gleichförmig zu transformieren oder einen gleichförmigen Teil auszuschneiden, ohne dabei neue Defekte hinzuzufügen. Parallel dazu ist es nötig, den Strahlquerschnitt in eine Form zu bringen, die es erlaubt, einzelne Spots ohne Überlappung aneinanderzureihen.

Beides lässt sich prinzipiell durch Abbildungsverfahren erreichen. Indem nur der gewünschte Bereich auf die Probenoberfläche projiziert wird, könnten die beschriebenen Probleme reduziert werden. Eine genaue Ausarbeitung dieser Idee erfolgt in Kapitel 6 in der Veröffentlichung "Direct laser interference patterning combined with mask imaging" [69].

3 Homogenitätsanalyse

Bedingt durch die zunehmende Anzahl an Verfahren und Anwendungen der Laserinterferenztechnik in Wissenschaft und Industrie ist eine korrekte und reproduzierbare Bewertung dieser Oberflächen von stetig wachsender Bedeutung. Die durch Laserinterferenz geschaffenen Oberflächen bestehen aus periodischen, sich wiederholenden Abschnitten, die im Idealfall alle dieselbe Eigenschaft aufweisen, was in der Realität aber nur im Ausnahmefall zutrifft. Diese Periodizität unterscheidet sie von den meisten gewöhnlichen technischen Oberflächen und erschwert die Charakterisierung.

Die Gründe für diese Ungleichheit bzw. Inhomogenität sind vielfältig. Die bedeutendsten sollen im Folgenden kurz zusammengefasst werden:

- **Störungen der lokalen Intensitätsverteilung**

Wie in Kapitel 2 erklärt, ist eine gleichmäßige Intensitätsverteilung während des Texturierens für eine homogene Ausbildung der Struktur, insbesondere im Kurzpuls-Bereich, unabdingbar. Liegt die Energiedichte in einem Bereich unterhalb der Zerstörschwelle, erfolgt gar kein Abtrag; ist sie stark darüber, können ungewollte Defekte, wie Schmelztröpfchen oder unkontrollierte Aufschmelzungen, auftreten. Lokale Energieschwankungen haben also einen direkten Einfluss auf die Gleichmäßigkeit der resultierenden Strukturierung.

Mögliche Quellen für eine ungleichmäßige Energieverteilung gibt es in großer Zahl. Dazu gehören u. a.:

- das Strahlprofil des Lasers; die Intensität ist in der Regel nicht über den gesamten Querschnitt konstant (Top-Hat-Profil), sondern gaußverteilt. Das heißt, die Intensität fällt vom Zentrum des runden Spots nach außen hin ab. Weitere Abweichungen können durch das aktive Medium und die Resonatorkammer bewirkt werden. So kann ein Nd-YAG-Laser (Neodym-dotierter Yttrium-Aluminium-Granat-Laser) Beugungsringe besitzen (Abbildung 3-1), die für zusätzliche Schwankungen des Intensitätsprofils sorgen.

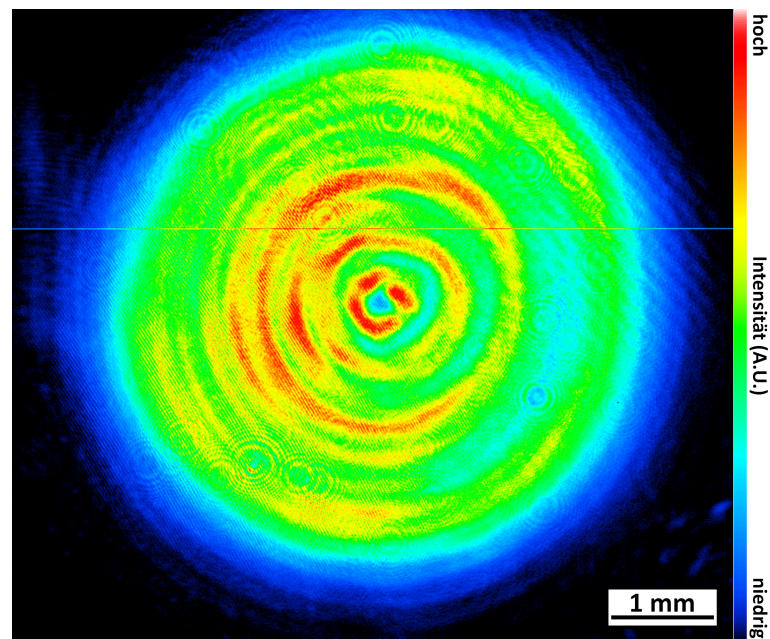


Abbildung 3-1: Strahlprofil des verwendeten Nd-YAG-Lasers: Rot bedeutet höhere, Blau niedrigere Intensität (siehe Skala rechts in der Abbildung) [69].

- Die für den Interferenzaufbau nötigen Optiken wie Linsen, Masken und Spiegel besitzen neben den gewünschten oft auch ungewollte Wirkungen auf das Strahlprofil. So können Abbildungsfehler, Beugungseffekte, Fehljustagen oder Beschädigungen (z.B. Einbrände) die Energieverteilung negativ beeinflussen.
- **Mehrfachbestrahlung**

Eine zusätzliche Fehlerquelle bietet das Aneinanderreihen der Interferenzspots. Wie in Abschnitt 2.5 erläutert, ist der Querschnitt eines Laserspot in der Regel zu klein dafür, die Fläche eines Werkstücks mit einem Schuss vollständig zu strukturieren. Bei der Aneinanderreihung der kleinen Spots treten Zonen auf, die mehrfach oder gar nicht beschossen werden, was zu Abweichungen der resultierenden Oberflächenmusters führt.

- **Materialfehler**

Auch wenn es möglich wäre, alle Ungleichmäßigkeiten der Energieverteilung zu eliminieren, wäre das Ergebnis einer Interferenzstrukturierung nicht homogen, da das zu bearbeitende Material in der Praxis immer Defekte aufweist.

Dazu zählen beispielsweise Topographiedefekte wie Höhenunterschiede, Kratzer, Poren und lokale Abweichungen der Rauheit. Weiterhin existieren Variationen im Gefügebau oder in der Oxidschicht. Zusammen sorgen diese Störungen dafür, dass auch bei exakt homogener Laserbestrahlung die Reaktion des Materials lokal abweicht.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das Ergebnis einer Laserstrukturierung in der Praxis, selbst unter optimalen Prozessbedingungen, nie eine perfekt homogene periodische Oberfläche sein wird. Es ist daher nötig und wichtig, diese Abweichungen objektiv und reproduzierbar zu bewerten. Nur so lassen sich optimale Prozessparameter oder Aufbauten bestimmen.

Die Relevanz dieser Abweichungen ist dabei stark von der Anwendung abhängig und lässt sich nicht generell bewerten. Bei einigen Anwendungen, beispielsweise der durch Laserstrukturen erhöhten Effizienz von Solarkollektoren, wird der gewünschte Effekt nur vermindert. Bei anderen Anwendungen, etwa dem Interlocking-Effekt von Linienmustern [70], können Abweichungen den Effekt nicht nur reduzieren, sondern vollständig verhindern, da das Einrasten nur dann geschehen kann, wenn es sich um durchgängige Linien handelt. Es ist also von zentraler Bedeutung, die Bewertung der Qualität und Homogenität einer Oberfläche stets in Relation zur gewünschten Anwendung zu tätigen.

Im Folgenden werden zunächst die Probleme, die mit der Bestimmung der Homogenität periodischer Muster verbunden sind, detailliert erläutert. Im Anschluss wird ein möglicher Lösungsansatz präsentiert und erklärt, worin die Herausforderungen in dessen Umsetzung liegen.

3.1 Problem bestehender Normen

Für ‚normale‘ technische Oberflächen existiert eine Vielzahl an Normen und Kenngrößen wie Rauheit, Schiefe, Welligkeit etc., die eine objektive und reproduzierbare Bewertung zulassen.

Bei den meisten dieser Kennwerte handelt es sich um statistisch gemittelte Größen. Es wird jeweils über einen größeren Bereich gemittelt oder es werden mehrere Werte an verschiedenen definierten Orten gemessen, um Rückschlüsse über die Qualität bzw. die Eigenschaften einer Größe/Oberfläche zu gewinnen.

Das Problem an diesen Größen besteht darin, dass diese per Definition nur empfindlich auf Änderungen der gemittelten Höheninformationen reagieren, nicht jedoch auf die Verteilung der Höhen [19].

Dies kommt daher, dass die Werte entwickelt wurden, um Abweichungen der realen Oberfläche von einer ideal glatten zu beschreiben. Periodische Oberflächen sind jedoch absichtliche Veränderungen der idealen Oberfläche, was Standardoberflächenparameter für deren Beschreibung nur eingeschränkt oder gänzlich unbrauchbar macht. Vor allem lässt sich damit die Homogenität einer Oberfläche nicht erfassen.

So können auch sehr inhomogene Oberflächen dieselben Kenngrößen wie homogene Flächen ergeben. In Abbildung 3-2 sind Beispielquerschnitte durch Modelloberflächen mit derart unterschiedlichen Höhenverteilungen zu sehen.

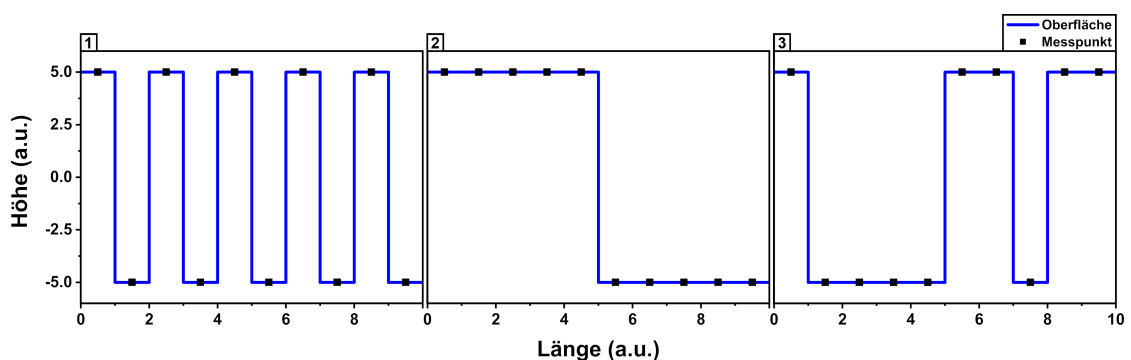


Abbildung 3-2: Modellquerschnitte durch Oberflächen mit unterschiedlicher Höhenverteilung. Trotz der Unterschiede ist der quadratische Mittelwert aller Beispiele mit $R_q = 5$ identisch.

Berechnet man hieran eine Standardkenngröße wie den quadratischen Mittelwert R_q ,

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i'^2} \quad (4)$$

ergibt eine Bewertung bezüglich der Höhen y_i' für alle gezeigten Beispiele denselben Wert von $R_q = 5$. Daraus folgt, dass sich die Oberflächen anhand dieser Kenngröße nicht unterscheiden lassen. Es sind daher Alternativen zur Beurteilung periodischer Oberflächen nötig.

3.2 Anforderungen an die Bewertung der Homogenität periodischer Oberflächen

Ein Hauptproblem bestehender Normen liegt darin, dass die Periodizität keine Berücksichtigung findet und bestenfalls händisch einbezogen wird. Auch wird der Verteilung der zu untersuchenden Eigenschaft nur selten Beachtung geschenkt.

Eine Methodik, die die Bewertung der Güte der Homogenität (also der Gleichheit der sich wiederholenden Segmente) einer periodischen Oberfläche ermöglicht, müsste an folgenden Punkten ansetzen:

- **Berücksichtigung der Periodizität**
- **Berücksichtigung der Verteilung einer Eigenschaft**
- **Anwenderunabhängig (objektiv reproduzierbar)**
- **Anwendbar auf frei definierbare Eigenschaften**

3.3 Bestehende Ansätze, die Homogenität zu bewerten

Es gibt mehrere Ansätze, die Homogenität einer Fläche zu untersuchen. Es folgt eine kurze Übersicht der wichtigsten Methoden sowie eine jeweilige Bewertung bei der Anwendung auf periodische Oberflächen:

- Eine Methode basiert auf der Idee, dass es bei einer homogenen Oberfläche gleichgültig sein sollte, wie sie zerlegt wird. Die Messung eines Oberflächenparameters sollte bei einer perfekt homogenen Oberfläche immer denselben Wert liefern. Das bedeutet, der Mittelwert und die Varianz einer Variablen sollten unabhängig von Form und Größe des Ausschnittes sein.

Die Bewertung der Homogenität kann nun erfolgen, indem die zu untersuchende Oberfläche nacheinander in verschiedene Teilbereiche zerlegt und der gewünschte Parameter jeweils berechnet wird. Die Bewertung der realen Unterschiede in der Verteilung der Parameter erfolgt dann mittels Chi-Quadrat-Test [71,72].

- Das Problem bei diesem Verfahren ist, dass es nur für statistisch verteilte Oberflächen funktioniert. Bei periodischen Oberflächen hängen die berechneten Parameter stets von der Größe und Form des Segments ab, je nachdem, wie groß der Abschnitt einer Zelle ist, die für die jeweilige Berechnung ausgeschnitten wird. Damit ist dieses Verfahren für laserinterferenzstrukturierte Oberflächen nicht geeignet.

- Ein anders Verfahren basiert auf der Untersuchung der Varianz der Oberflächenparameter. In der Arbeit von A. I. Aguilar-Morales et al. [73] wird die Varianz der Höhe eines periodischen Linienprofils an einem 1D-Querschnitt gemessen. Dafür wird der Querschnitt des Profils manuell in die periodischen Komponenten zerlegt und im Anschluss die mittlere Höhe R_c sowie die Standardabweichung σ des Wertes berechnet. Die Homogenität wird nun über das Verhältnis von σ und R_c beurteilt.

- Diese Methode zeigt Potential für einfache, relativ ungestörte Muster wie beispielsweise ein Linienprofil. Hier kann die manuelle Zerlegung störungsfrei durchgeführt werden. Bei komplexen periodischen Mustern ist es jedoch schwer bis unmöglich, objektive reproduzierbare Querschnitte festzulegen. Das Verfahren wird

daher anwenderabhängig zu unterschiedlichen Ergebnissen führen. Insbesondere in stärker gestörten Bereichen ist eine Zerlegung in die Komponenten manuell schwierig, was zu anwenderbezogenen Abweichungen führt.

- Die Homogenität lässt sich nicht nur rechnerisch bestimmen, sondern es gibt auch experimentelle Methoden, diese abzuschätzen. Hierbei macht man sich zunutze, dass periodische Oberflächen wie Beugungsgitter mit Gitterkonstante g fungieren können. Wenn die Oberfläche mit Licht der passenden Wellenlänge λ bestrahlt wird, kommt es zu Beugungseffekten k -ter Ordnung, die zu konstruktiven Interferenz unter dem Winkel γ führen.

$$\sin(\gamma) = k \cdot \lambda / g \quad (5)$$

Die Homogenität kann nun bestimmt werden, indem die reflektierte Intensität unter dem Winkel γ gemessen wird. Je homogener die Oberfläche ist, desto mehr Bereiche erfüllen diese Bedingung und desto höher ist die gemessene Intensität.

In der Arbeit von J. G. A. B. Simões et al. [74] wurde die beschriebene Methode an einem Linienmuster durchgeführt. Die Oberfläche wurde mit weißem Licht bestrahlt und die Intensität des blauen Anteils unter dem Winkel γ bestimmt.

- Die Methode lässt sich nur für Oberflächen anwenden, die die Bedingungen in (5) erfüllen. Komplexe periodische Strukturen führen zu komplexen Beugungsmustern, die eine korrekte Leistungsmessung erschweren können. Zusätzlich kann aus der Leistung nicht herausgelesen werden, was die Gründe der Reduzierung sind. Die Art der Abweichung von der Homogenität wird also nicht festgestellt. So kann die Ursache, beispielsweise in einer Abweichung der Gitterabstände, einer unterschiedlichen Höhe der Strukturen oder sonstigen Störungen liegen. Dafür ist sie objektiv und anwenderunabhängig.

- Eine weitere Methode wurde in der Arbeit von Rossi et al. [75] vorgestellt. Er zeigte, dass sich die Homogenität von Gefügen mithilfe des Gini-Koeffizienten bewerten lässt. Dabei handelt es sich um ein Maß, das normalerweise in der Wirtschaft zur Bewertung von Vermögensverteilungen verwendet wird. Hierfür wird ein Bereich des Gefüges in n gleiche Segmente unterteilt und für jedes Segment die Eigenschaft y_i (beispielsweise die Anzahl an Graphitpartikel) bestimmt. Im Anschluss wird die Verteilung dieser Eigenschaft bewertet und darüber die Homogenität des Gefüges abgeleitet.
Im Ausblick seiner Arbeit demonstrierte er, dass sich damit potenziell auch Laserinterferenzstrukturen bewerten lassen. Hierfür wurde ein einzelner Querschnitt eines Linienmusters manuell in Abschnitte zerlegt und für jeden Abschnitt manuell der höchste und der tiefste Punkt ermittelt. Im Anschluss wurde die Verteilung des ‚Peak-Valley‘-Verhältnisses bewertet und darüber auf die Homogenität der Laserstruktur geschlossen.
- Die Methode liefert brauchbare Ergebnisse bei der Beurteilung von Gefügen. Bei der Anwendung auf Interferenzmuster verhindern die manuelle Einteilung der Segmente und die Betrachtung eines eindimensionalen Querschnittes eine objektive und reproduzierbare Bewertung, weshalb sie in der vorgestellten Form nur bedingt sinnvoll ist. Zusätzlich unterliegt der Gini-Koeffizient gewissen Restriktionen, was die zu untersuchenden Eigenschaften beschränkt.

3.4 Homogenitätsbestimmung mittels Gini-Analyse und offene Fragen in der Umsetzung

Den zuvor aufgelisteten Verfahren ist gemein, dass sie prinzipiell zur Bewertung der Homogenität eingesetzt werden können, allerdings meist nur für bestimmte Eigenschaften und einfache Muster. Zudem sind die rechnerischen Methoden aufgrund der Verwendung eines manuell gewählten ‚repräsentativen‘ Querschnitts oft nicht objektiv und reproduzierbar. Dabei scheint insbesondere die von Rossi et al. [75] vorgestellte Methode das Potential für eine rechnerische Bewertung periodischer Oberflächen zu bieten, wenngleich sie in der dort dargelegten Form nicht allgemein anwendbar ist. Im Folgenden sollen das Verfahren und die Problematik in der Anwendung kurz zusammengefasst werden. Eine ausführliche Erklärung und Herleitung ist in Kapitel 6 in der Veröffentlichung "Objective homogeneity quantification of a periodic surface using the Gini coefficient" [76] zu finden.

3.4.1 Gini-Koeffizient

Der Gini-Koeffizient G ist ein Ungleichverteilungsmaß, das in der Wirtschaft zur Bewertung gesellschaftlicher Vermögenverteilungen genutzt wird. G kann einen Wert zwischen 0 und 1 annehmen, wobei 0 für völlige Gleichverteilung (jeder Bürger eines Landes hat dieselbe Menge Geld) und 1 für vollkommene Ungleichverteilung steht (ein Mensch besitzt das Geld des gesamten Landes und die übrigen Bürger besitzen nichts) [77,78].

Ermittelt werden kann der Gini-Koeffizient mittels der Lorentzkurve, der grafischen Darstellung einer Wahrscheinlichkeitsverteilung, die die relative Häufigkeit visualisiert. Die Herleitung kann sowohl für den diskreten als auch den kontinuierlichen Teil erfolgen, wobei für diese Arbeit ausschließlich der diskrete Fall von Bedeutung ist [79].

Zur Berechnung wird das System zunächst in n gleich große Komponenten aufgeteilt. Danach wird für jede einzelne Komponente i das Attribut $y_i \geq 0$ bestimmt. Die so berechneten Werte werden anschließend in aufsteigender Reihenfolge $y_1 \leq y_2 \leq \dots \leq y_n$ sortiert.

3. Homogenitätsanalyse

Unter Verwendung des Durchschnittswertes $\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i$ der Attribute y_i kann der kumulative Anteil des i -ten Attributs wie folgt berechnet werden:

$$L_i = \frac{1}{n\bar{y}} \sum_{j=1}^i y_j \quad (6)$$

Hierbei gilt $L_0 = 0$ und $L_n = 1$.

Der kumulative Anteil der Komponenten F_i lässt sich über folgende Formel berechnen:

$$F_i = \frac{i}{n} \quad (7)$$

Mit den so ermittelten Werten lässt sich die Lorentzkurve darstellen (Abbildung 3-3), wobei die Ordinate den kumulativen Anteil L_i des Attributs y_i wiedergibt und die Abszisse den kumulativen Anteil F_i :

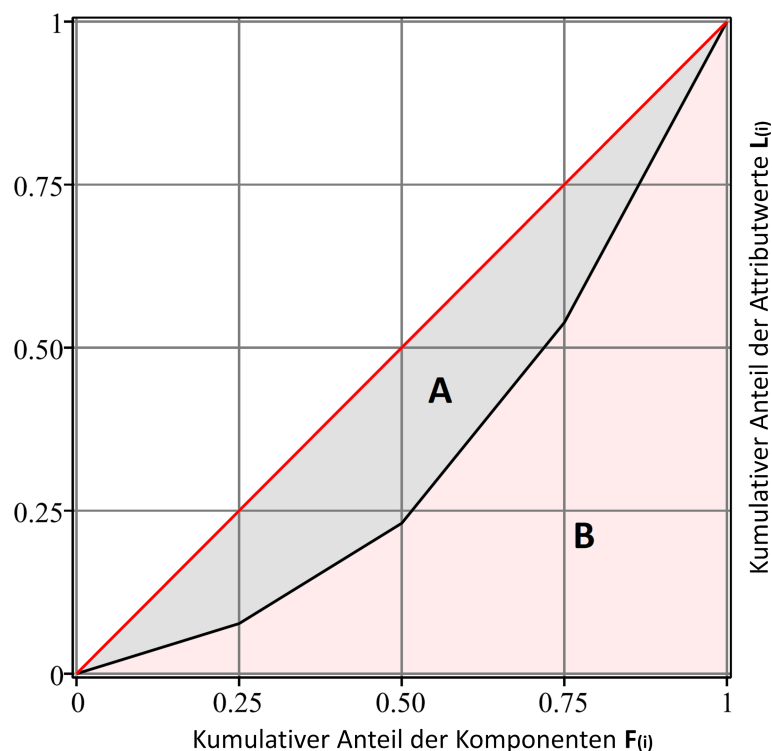


Abbildung 3-3: Hier ist ein Beispiel für die diskrete Lorentz-Kurve gezeigt. Die rote Linie stellt die ideale Gleichverteilung jedes Attributs mit dem gleichen Wert für jede Komponente dar. Die schwarze Linie repräsentiert eine davon abweichende Verteilung eines Attributs. Der Gini-Koeffizient wird als das Verhältnis der Fläche A zur Summe der Flächen A und B ($A+B$) berechnet [76].

3. Homogenitätsanalyse

Während die rote Linie eine ideale, gleichmäßige Verteilung darstellt, zeigt die schwarze Linie einen abweichenden Fall. Der Gini-Koeffizient kann als das Verhältnis der Fläche A zur Gesamtfläche unter der roten Linie $A+B$ berechnet werden:

$$G := \frac{A}{A+B} \quad (8)$$

3.4.2 Homogenitätsbestimmung mittels Gini-Koeffizient

Rossi et al. [75] haben gezeigt, dass der Gini-Koeffizient zur Beurteilung der Homogenität von Gefügen und prinzipiell auch von periodischen Oberflächen genutzt werden kann. Dabei wurde auf folgende Definition zurückgegriffen.

"Die Homogenität H eines Systems ist die Ähnlichkeit seiner Bestandteile unter Berücksichtigung eines gegebenen Attributs y ."

Wenn nun Ungleichheit mit Inhomogenität gleichgesetzt wird, kann die Homogenität H folgendermaßen berechnet werden:

$$H = 1 - G \quad (9)$$

Mit den Formeln (6), (7), (8), (9) und mit der Lorentzkurve (Abbildung 3-3) lässt sich H auf folgenden Zusammenhang reduzieren [76]:

$$H = \frac{2}{n^2 \bar{y}} \left(\sum_{i=1}^n (n+1-i) y_i \right) - \frac{1}{n} \quad (10)$$

Die Homogenität eines bestimmten Attributs kann somit anhand seiner Attributwerte y_i und ihrer Gesamtzahl n bestimmt werden.

Zusammengefasst, lässt sich die Homogenität einer Oberfläche berechnen, indem sie in n gleichwertige Komponenten zerlegt wird und für jede dieser Komponenten dieselbe gewünschte Eigenschaft y_i bestimmt wird.

3.4.3 Offene Fragen und Beschränkungen

Die Herausforderung für eine objektive Anwendung liegt in der gleichwertigen Zerlegung. In der Arbeit von Rossi et al. [75] wurde eine periodische Oberfläche anhand eines Querschnitts bewertet, bei dem die einzelnen Perioden händisch separiert wurden.

Dies führt zu zwei Fehlerquellen: Zum einen ist ein einzelner Querschnitt aus einer Fläche mit hoher Wahrscheinlichkeit nicht repräsentativ und zum anderen werden verschiedene Anwender die Einteilung der Perioden mit hoher Wahrscheinlichkeit nicht identisch durchführen. Die Einteilung in gleichwertige Komponenten ist also nicht gegeben. Es muss eine Möglichkeit gefunden werden, die Zerlegung objektiv und reproduzierbar durchzuführen.

Unabhängig davon ist zu beachten, dass nur nicht negative Attribute ($y_i \geq 0$) bewertet werden können, da dies eine Voraussetzung zur Berechnung des Gini-Koeffizienten darstellt, was die Auswahl an zu untersuchenden Attributen einschränkt. Hier wäre zu ermitteln, ob es eine Möglichkeit gibt, dies zu umgehen.

4 Untersuchung der realen Kontaktfläche

Die Tribologie ist ein stetig wachsender Anwendungszweig der Laserbearbeitung. Sie ermöglicht eine gezielte Manipulation der Reib- und Verschleißigenschaften eines Systems im industriellen Maßstab.

So können beispielsweise in Anwendungen mit geschmierter Reibung durch den Laser gleichmäßige Vertiefungen erzeugt werden, die als Schmiermittelreservoir oder zum Auffangen von Verschleißpartikeln dienen und so Verschleiß und Reibung signifikant reduzieren können [80–87].

Im Fall von trockenen Reibkontakten wird durch die Texturierung die Kontaktfläche zwischen den Reibpartnern beeinflusst, womit sich unter anderem Reibkoeffizient und Verschleiß steuern lassen [12,88–91].

Zum Verständnis der Wirkung dieser Strukturen ist die Kenntnis der Kontaktfläche zwischen den Reibpartnern und ihrer Entwicklung während des Reibens von zentraler Bedeutung. Da sich die Fläche zwischen den im Reibkontakt befindlichen Körpern ausbildet, entzieht sie sich meist der direkten Betrachtung. Ihre Messung stellt bis heute eine Herausforderung dar, die im Folgenden erläutert werden soll.

Hierzu wird zunächst dargelegt, was unter der realen Kontaktfläche zu verstehen ist und weshalb sie für tribologische Vorgänge von Bedeutung ist. Anschließend werden Methoden zur Messung der Größe präsentiert und deren jeweilige Einschränkungen erläutert. Zuletzt wird ein neuer potenzieller Ansatz vorgestellt, die reale Kontaktfläche experimentell abzuschätzen.

4.1 Unterscheidung zwischen realer und scheinbarer (geometrischer) Kontaktfläche

Wenn zwei feste Körper in Kontakt treten, berühren sich diese nicht über ihre komplette scheinbare bzw. geometrische Kontaktfläche A_{geo} . Eine real fast immer existierende Oberflächenrauheit mindert den Kontaktbereich zwischen den Körpern erheblich (Abbildung 4-1). Wie von Bowden und Tabor [92] beschrieben, stehen diese Flächen lediglich über Rauheitsspitzen, sogenannten Asperiten, in Kontakt. Die reale Kontaktfläche A_{real} ist daher auf die Summe aller Mikrokontakte reduziert und fällt in der Regel wesentlich geringer als die geometrische Kontaktfläche zwischen den Körpern aus [93–97].

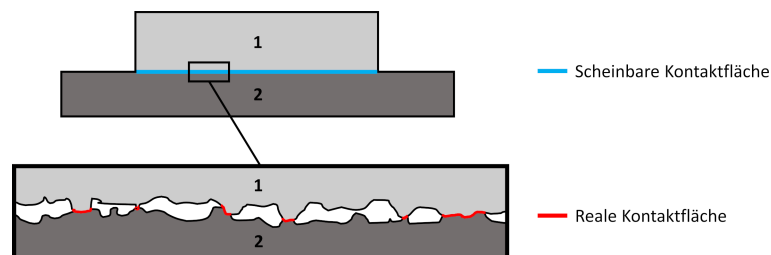


Abbildung 4-1: Zwei in Kontakt stehende raue Körper berühren sich nicht über die gesamte scheinbare Fläche A_{geo} (blau), sondern nur an Rauheitsspitzen. Die Summe der sich berührenden Spitzen bildet die reale Kontaktfläche A_{real} (rot).

Die reale Kontaktfläche steigt in erster Näherung linear mit der anliegenden Last F_N (11). Dieser Zusammenhang gilt bei zufälligen rauen Oberflächen sowohl für plastische als auch elastische Deformationen und ist durch Modellierungen und Experimente vielfach verifiziert [92,93,98–106]. Die Zunahme der realen Kontaktfläche erfolgt primär durch eine Erhöhung der Anzahl der Mikrokontakte. Die durchschnittliche Kontaktfläche der einzelnen Asperiten bleibt nahezu gleich [93,98,107–109].

$$A_{real} \sim F_N \quad (11)$$

Während in früheren Arbeiten vermutet wurde, dass die Zunahme der realen Kontaktfläche primär auf plastische Deformationen zurückzuführen ist [92], hat sich die Erkenntnis durchgesetzt, dass die Verformungen in zahlreichen Fällen hauptsächlich elastischer Natur sind [94,95,110]. Treten raue Körper in Kontakt, verteilt sich die gesamte Last auf den Rauheitsspitzen, was dort zu große Kontaktspannungen führt. Dies hat i. d. R. zur Folge, dass

4. Untersuchung der realen Kontaktfläche

sich die Asperiten zunächst zwar plastisch verformen, dabei jedoch eine Gestalt annehmen, bei der weitere Verformungen zum großen Teil elastisch sind [103,110].

Eine Einschätzung, ob ein konkretes System sich plastisch oder elastisch verhält, kann mit dem Plastizitätsindex ψ , der aus dem Modell von Greenwood und Williamson abgeleitet ist, erfolgen [93]:

$$\Psi = \left(\frac{E^*}{H'}\right) \cdot \sqrt{\frac{\sigma^*}{\beta}} \quad (12)$$

Es handelt sich dabei um eine dimensionslose Größe, die aus dem effektiven Elastizitätsmodul E^* , der Härte H' des sich verformenden Materials, der Standardabweichung der Peakhöhenverteilung σ^* und dem durchschnittlichen Radius der Asperiten β berechnet wird.

Das hierfür benötigte effektive Elastizitätsmodul lässt sich mit den Elastizitätsmodulen $E_{1,2}$ und den Poissonzahlen $\nu_{1,2}$ der beteiligten Körper wie folgt bestimmen:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1}{E_1} + \frac{1 - \nu_2}{E_2} \quad (13)$$

Elastische Verformungen dominieren für Werte $\Psi < 0,6$ und Plastische für $\Psi > 1$.

Es ist zu erwähnen, dass Modifizierungen und alternative Modelle existieren, die den Plastizitätsindex jeweils anders berechnen und auch andere Grenzwerte definieren [94,95,111–113]. Für eine korrekte Interpretation ist es daher nötig, anzugeben, auf welches Modell Bezug genommen wird.

4.1.1 Bedeutung für die Tribologie

Wie von Boden und Tabor erstmals beschrieben, kann Reibung als die Kraft verstanden werden, die nötig ist, mikroskopische Bindungen (u. a. Verschweißungen, Adhäsion, Van-der-Waals-Kräfte und elektrostatische Wechselwirkungen) zwischen kontaktierenden Oberflächen durch Scherung zu trennen [114–117]. Die Reibkraft F_R kann daher als proportional zur Scherspannung τ und der realen Kontaktfläche A_{real} angenommen werden [92,118]:

$$F_R = \tau \cdot A_{real} \quad (14)$$

Der anfangs erklärte lineare Zusammenhang zwischen der Normalkraft F_N und der realen Kontaktfläche (11) liefert zusammen mit der von Bowden und Tabor erläuterten Beziehung (14) einen möglichen Ansatz, das klassische Reibgesetz von Amontou/Coulomb herzuleiten (15). Dieses besagt, dass die Reibkraft proportional zur angelegten Normalkraft ist, mit einem von der Materialpaarung abhängigen Proportionalitätsfaktor, dem Reibungskoeffizient μ [114]:

$$F_R = \mu \cdot F_N \quad (15)$$

Zusammenfassend ist die Reibkraft in erster Näherung unabhängig von der geometrischen, aber linear abhängig von der realen Kontaktfläche.

Allgemein stellt die reale Kontaktfläche den zentralen Bereich der Wechselwirkung sich berührender Körper während des Reibvorgangs dar und hat daher einen entscheidenden Einfluss auf wichtige Eigenschaften eines Tribosystems. Dazu zählen Reibung und Verschleiß [119–122], elektrischer und thermischer Widerstand zwischen den Körpern [114] und andere thermische Effekte [123–126] wie Energieverlust durch Wärme [127].

Die Kenntnis der realen Kontaktfläche ist also von zentraler Bedeutung für das Verständnis und die Steuerung tribologischer Phänomene.

4.2 Methoden zur Bestimmung der realen Kontaktfläche

Trotz der Bedeutung der realen Kontaktfläche ist es bis heute nicht möglich, diese Größe für beliebige Tribosysteme experimentell zu bestimmen. Die aufeinanderliegenden Körper entziehen sich in der Regel einer direkten Beobachtung. Dies führt dazu, dass die meisten Verfahren sich auf spezielle Anwendungen beschränken.

Es folgt eine kurze Auflistung der wichtigsten Methoden, die sich grob in *In-situ*- und *Ex-situ*-Verfahren unterteilen lassen:

Verfahren, die eine In-situ-Messung erlauben:

- Eine der ältesten Methoden zur Bestimmung der Kontaktfläche stellt die Messung des elektrischen Kontaktwiderstandes dar. Je geringer die reale Kontaktfläche ist, desto höher wird der Widerstand [128].
 - Hier gibt es Einschränkungen dadurch, dass nicht alle Tribosysteme elektrisch leitfähig sind. Außerdem können Messungen auch bei leitenden Reibpartnern durch Störungen wie fast immer auftretenden Oxidpartikeln verfälscht werden.

- Es gibt optische Methoden, die angewandt werden können, wenn zumindest einer der beteiligten Reibpartner transparent ist. Die reale Kontaktfläche wird dann durch den Körper mittels Kamera und Mikroskop direkt gemessen [129–131].
 - Dieser Aufbau erlaubt einen direkten Zugriff auf die reale Kontaktfläche, allerdings sind die meisten technisch relevanten Systeme nicht transparent. Neben der Verwendung bei Kristallen, Gläsern oder Elastomeren ist die Methode dazu geeignet, Modellsysteme zu untersuchen und zu verifizieren.

- Eine weitere Möglichkeit bieten Ultraschallverfahren. Hier werden Ultraschallwellen durch die Reibpartner geschickt und es wird die reale Kontaktfläche durch die Analyse der reflektierten Wellen direkt bestimmt. Dabei wird ausgenutzt, dass der Reflexionskoeffizient im Bereich der Kontaktfläche theoretisch bei null liegt und mit Abstand zwischen den Körpern schnell stark ansteigt (mit einem Maximum bei eins, wenn die Flächen unendlich weit auseinander liegen) [96,132].

4. Untersuchung der realen Kontaktfläche

- Messungen in ausreichender Qualität können nur erfolgen, wenn die Körper vollständig in Öl oder Wasser getaucht sind, wodurch viele Anwendungsgebiete ausgeschlossen werden. Des Weiteren ist die Auflösung mit lateral rund $100\ \mu\text{m}$ relativ gering, was dazu führt, dass eine Vielzahl kleiner Asperitkontakte nicht korrekt detektierbar ist.

4. Untersuchung der realen Kontaktfläche

Ex-situ-Verfahren:

- Ein Ex-situ-Verfahren stellt die Marker-Methode dar (auch ‚Footprint‘ oder ‚Third-Body-Methode‘ genannt), bei der ein dünner Körper zwischen die zwei in Kontakt tretenden Flächen gebracht wird. Dafür geeignet sind beispielsweise drucksensitive Filme [133], Polymere [134,135] oder dünne Goldfilme [136,137]. Die zu untersuchenden Körper hinterlassen auf der Folie einen Abdruck (‚Footprint‘), der im Anschluss mit Bildgebungsverfahren untersucht werden kann. Die reale Kontaktfläche kann per Analysesoftware von den so gewonnen Daten als Summe der markierten Bereiche ausgelesen werden.
- Je nach verwendetem Zwischenkörper kann die so bestimmte reale Kontaktfläche unter- oder überschätzt werden. Haupteinschränkung ist allerdings die Tatsache, dass nur ein Zustand, in der Regel der Anfangszustand (das erste Aufsetzen), untersucht werden kann, eine Untersuchung der Evolution der Kontaktfläche ist nicht möglich.

- Die reale Kontaktfläche zwischen zwei Körpern kann für eine gegebene Normalkraft auch modelliert werden. Hierfür kommen sowohl Kontaktmodelle (z.B. Hertz, Greenwood–Williamson, Persson etc.) [138] als auch numerische ‚Brute-Force-Methoden‘ (wie z.B. die Randelementmethode) [139–141] in Frage. Bei Letzterem wird das Verhalten der Oberflächen numerisch simuliert. Diese Variante beinhaltet weniger Näherungen und führt in der Regel zu exakteren Ergebnissen. Dafür ist diese Methodik ressourcenintensiv und liefert keine einfachen Gleichungen, die sich auf ähnliche Probleme übertragen lassen, als Lösung [142].
Eine ausführliche Erläuterung und Gegenüberstellung der einzelnen Methoden lässt sich beispielsweise folgender Literatur entnehmen: [104,143–145].
- Da zur Berechnung der realen Kontaktfläche die Höheninformationen der beteiligten Körper benötigt werden und diese sich nach jedem Reibzyklus verschleißbedingt ändern, kann, ähnlich wie bei der Markermethode, nur ein Ist-Zustand ermittelt werden. Eine Untersuchung der Veränderungen während eines Reibprozesses ist damit nicht möglich. Zusätzlich führen die Verwendung von Näherungen und Materialkonstanten zu Abweichungen zwischen der berechneten und der tatsächlichen Kontaktfläche. Nichtsdestotrotz sind die Verfahren, insbesondere für das allgemeine Verständnis

4. Untersuchung der realen Kontaktfläche

tribologischer Zusammenhänge, von zentraler Bedeutung und zeigen adäquate Übereinstimmungen mit der Realität.

Eine Übersicht weiterer Methoden ist beispielsweise den Veröffentlichungen von Woo und Thomas [146] oder Xu et Al. [147] zu entnehmen, wozu u. a. die Computertomographie [148], die Magnetresonanztomographie [149] oder die Fluoreszenzmikroskopie [150] gehören.

Zusammenfassend zeigt sich, dass es keine allgemeine Möglichkeit zur Bestimmung der realen Kontaktfläche gibt, sodass die Entwicklung neuer Verfahren ein wichtiges Tätigkeitfeld der aktuellen Forschung darstellt.

4.3 Offene Fragen

Trotz der großen Auswahl an Methoden ist es nach wie vor schwierig, die reale Kontaktfläche in einer konkreten technischen Anwendung zu bestimmen. So konnten beispielsweise in der Arbeit von Gachot et al. [70] Indizien gesammelt werden, die vermuten lassen, dass die Veränderung der realen Kontaktfläche für die Änderung des Reibkoeffizienten verantwortlich ist. Der tatsächliche Nachweis aber blieb aus.

Das dort verwendete tribologische System, bestehend aus einer mit DLIP strukturierten Stahloberfläche und einer polierten 100Cr6-Kugel, war einer direkten Analyse der Kontaktfläche nicht ohne Weiteres zugänglich. Die Reibbedingungen waren trocken, die Oberfläche besaß eine Oxidschicht und die verwendeten Materialien waren nicht transparent. Um den konkreten Nachweis zu erbringen, sind daher die zuvor erläuterten In-situ-Verfahren ungeeignet. Einzig mittels einer der vorgestellten Ex-situ-Methoden könnte eine Messung der realen Kontaktfläche in diesem Fall erfolgen. Diese haben jedoch den Nachteil, dass das Reibexperiment unterbrochen und die Probe ausgebaut werden muss. Ein erneuter Einbau führt in der Regel zu Abweichungen und hat einen unerwünschten Einfluss auf das Experiment.

Um dieses Problem zu umgehen, muss der Widerspruch gelöst werden, eine Ex-situ-Methode in situ durchzuführen.

4.4 Lösungsansatz und Umsetzung

Da bei der Markermethode die Oberfläche des Materials verändert wird, ist diese nicht dazu geeignet, die Entwicklung der realen Kontaktfläche während eines Reibexperiments zu untersuchen. Von den vorgestellten Verfahren bietet am ehesten die Modellierung das Potential, diese Aufgabe zu erfüllen, da diese zerstörungsfrei durchzuführen ist und so keine ungewünschten Effekte auf das eigentliche Reibexperiment ausübt. Als Grundlage für die Berechnungen dienen die Höheninformation der beteiligten Körper und deren Materialkonstanten (z. B. Elastizitätsmodul und Poissonzahl).

4.4.1 Erfassung der Höheninformation

Wenn die Materialkonstanten als bekannt vorausgesetzt werden, besteht die erste Aufgabe darin, die Topographiedaten während des Reibexperiments zu bestimmen. In Standardtribometern muss hierfür die Probe ausgebaut und die Oberfläche mit einem passenden Instrument (z. B. einem Weißlichtinterferometer oder Laserscanningmikroskop [kurz LSM]) untersucht werden. Der anschließende erneute Einbau in das Tribometer zieht in der Regel unkontrollierbare und unerwünschte Effekte auf das eigentliche Reibexperiment nach sich, was zu einer Verfälschung der Messung führt.

Theoretisch gelöst werden kann dieses Problem durch das von Korres und Dienwiebel entwickelte In-situ-Tribometer [151]. Hierbei handelt es sich um ein speziell konstruiertes ‚Pin-on-Disk‘-Tribometer, das durch ein integriertes Hologrammikroskop in der Lage ist, nach jedem Reibzyklus eine Aufzeichnung der Höheninformation vorzunehmen, ohne das Experiment zu unterbrechen oder ungewollt zu beeinflussen. Hierdurch wird eine Untersuchung der vollständigen Evolution der Oberfläche und damit auch der Kontaktfläche ermöglicht.

4.4.2 Methode zur Berechnung der Kontaktfläche

Wie in Abschnitt 4.2 angemerkt, existiert eine Vielzahl an Varianten, aus den gewonnenen Höheninformationen die Kontaktfläche zu bestimmen. Dabei zeigen insbesondere numerische Brute-Force-Methoden, bei denen die elastische/plastische Verformung der Oberflächen konkret berechnet werden, erhebliches Potential, die reale Kontaktfläche möglichst exakt zu bestimmen.

Eine elegante und allgemein zugängliche Möglichkeit, diese Berechnungen durchzuführen, liefert die unter der Leitung von Lars Pastewka in Entwicklung befindliche, quelloffene Software: „contact.engineering“. Es handelt sich dabei um eine webbasierte Anwendung, die verschiedenste State-of-the-Art-Oberflächenanalysetechniken in sich vereint. Eine ausführliche Beschreibung der funktionsweise und Anwendungsmöglichkeiten der Software ist der Veröffentlichung von Röttger et al. [142] zu entnehmen.

Für die Berechnung der realen Kontaktfläche bedient sich das Tool der numerischen Umsetzung der Kontinuums-Kontaktmechanik. Betrachtet werden dabei nur Verschiebungen der Oberfläche in Richtung der Normalen. Diese Näherung ist in modernen Kontaktberechnungen üblich und ermöglicht es, den Kontakt zwischen zwei elastischen Festkörpern mit beliebiger Geometrie auf den Kontakt zwischen einer starren rauhen und einer elastischen ebenen Oberfläche abzubilden. Die raue Ersatzfläche ist dabei so konstruiert, dass der initiale Hohlraum zwischen den Original- und den Ersatzkörpern identisch ist.

Die Software berechnet die elastischen Verformungen berührender Topographien für einen linear-elastischen, isotropen reibfreien Festkörper exakt. Plastische Verformungen können zusätzlich über Näherungsmodelle eingebunden werden. Die Berechnungen erfolgen mit einer durch FFT-beschleunigten Randelementmethode, die nur die Freiheitsgrade der Oberfläche berücksichtigt und die Masse als elastischen Halbraum behandelt [152,153]. Die reale Kontaktfläche, der Ort, an dem sich die beiden Flächen durch die Verformungen berühren, wird letztlich über den konjugierten Gradientenalgorithmus von Polonsky & Keer ermittelt [154].

Das Ergebnis dieser Berechnungen wird als Graph ausgegeben, bei dem der reale Kontaktflächenanteil $\frac{A_{geo}}{A_{real}}$ als Funktion der normierten Flächenpressung $\frac{p}{E^*}$ angezeigt wird. Die

4. Untersuchung der realen Kontaktfläche

Flächenpressung p wird, über die geometrische Kontaktfläche A_{geo} berechnet (16). Die Normierung erfolgt über den effektiven Kontaktmodul E^* (13).

$$p = \frac{F_N}{A_{geo}} \quad (16)$$

Mit Kenntnis der anliegenden Normalkraft und den Materialkonstanten kann final der für den jeweiligen Reibzyklus entsprechende Wert des realen Kontaktflächenanteils abgelesen werden.

4.4.3 Einschränkungen und nötige Vereinfachungen

Für eine Berechnung der realen Kontaktfläche müssen u. a. die Oberflächeninformationen von Grund und Gegenkörper vollständig bekannt sein. Das vorgestellte In-situ-Tribometer ist jedoch nur dazu in der Lage, die Evolution des Grundkörpers aufzuzeichnen.

Daraus folgt, dass eine exakte Kalkulation der realen Kontaktfläche mit dem vorgeschlagenen Instrument nicht möglich sein wird. Jedoch lässt sich diese Größe durch eine geschickte Auswahl an Prozessparametern und Vereinfachungen abschätzen, wodurch sich die prinzipielle Machbarkeit und das Potential der Methodik überprüfen lassen.

Im Folgenden werden die wichtigsten Einschränkungen und Näherungen aufgelistet:

- Da die Informationen des Gegenkörpers nicht erhoben werden, unterliegt die Berechnung der Lücke zwischen den Reibpartnern einem systematischen Fehler. Indem als Gegenkörper eine möglichst große, glatte und verschleißbeständige Kugel (z. B. aus Wolframcarbid oder Korund) genutzt wird, kann der Gegenkörper für den Bereich der realen Kontaktfläche in erster Näherung als glatte Ebene angenommen werden. (Hierfür erfolgte ein Austausch der Kantilever-Feder, um das Tribometer in ‚Ball-on-Disk‘-Konfiguration zu betreiben [Anhang A].)
- Zum Zeitpunkt der Versuchsdurchführung war es in der Kontaktsoftware noch nicht möglich, plastische Verformungen zu berücksichtigen. Da, wie in Abschnitt 4.1 erwähnt, die Verformungen primär elastischer Natur sind, kann dieser Fehler in erster Näherung vernachlässigt werden.

4. Untersuchung der realen Kontaktfläche

- Wenn zwei polierte Oberflächen aufeinandertreffen, lässt sich nicht vorhersagen, wo und wie sich die Kontaktflächen ausbilden. Durch die Verwendung von homogenen, durch DLIP mit Linienmuster versehenen Proben lassen sich die Freiheitsgrade des Systems reduzieren und der Ort der möglichen Kontaktflächen auf die Topographiemaxima kann beschränkt werden. Dies bietet zusätzlich die Möglichkeit, die von Gachot et al. [70] vermutete Korrelation des Verhalten des Reibkoeffizienten und der realen Kontaktfläche der DLIP-Proben zu untersuchen.

Zusammenfassend birgt die Kombination aus In-situ-Tribometer und der Software „contact.engineering“ das Potential, die Evolution der realen Kontaktfläche in Systemen zu untersuchen, in denen dies mit bisherigen Methoden nicht möglich war. Hierzu zählen einige Tribosysteme mit interferenzstrukturierten Oberflächen, deren Periodizität zusätzlich den Vorteil bietet, die Freiheitsgrade zu reduzieren und so eine Machbarkeitsstudie zu vereinfachen. Die Ausführung dieser Idee erfolgt in Kapitel 6 in der Veröffentlichung "Evolution of the True Contact Area of Laser Textured Tungsten Under Dry Sliding Conditions" [155].

5 Übersicht der Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die zentralen Ergebnisse dieser Arbeit zusammengefasst. Es ist gelungen, die Homogenität großflächiger DLIP-Strukturierungen signifikant zu verbessern, und zwar auch unter der Verwendung einfacher inhomogener Strahlquellen im dafür herausfordernden Kurzpulsregime für Metalle (Ziel 1: Optimierung). Es wurde eine Methodik entwickelt, die mittels Fouriertransformation und Gini-Analyse die Qualität periodischer Oberflächen objektiv vergleichbar macht. Dabei ist hervorzuheben, dass die vorgestellte Methode nicht auf die Gini-Analyse beschränkt und durch andere Ungleichverteilungsmaße ersetzt bzw. ergänzt werden kann (Ziel 2: Analyse). Zudem gelang es unter Verwendung homogen strukturierter Wolframoberflächen, das Verständnis des Verhaltens der realen Kontaktfläche zu verbessern und eine Methode zu verifizieren, die es erlaubt, die reale Kontaktfläche auf bisher der Messung unzugänglichen Systemen abzuschätzen (Ziel 3: Anwendung). Die vollständige Darstellung und Diskussion der Ergebnisse erfolgt in Kapitel 6 in Form von drei Publikationen.

5.1 Optimierung des Interferenzaufbaus

Publikation 1: *Direct Laser Interference Patterning Combined with Mask Imaging*

In diesem Teil der Arbeit wurde ein Hybridverfahren aus Abbildungsaufbau und klassischer DLIP-Zweistrahlinterferenz entwickelt. Die Methode erlaubt es, selbst unter der Verwendung einer relativ inhomogenen und kostengünstigen Nd:Yag-Nanosekunden-Laserstrahlquelle eine gleichmäßige Struktur über eine große Fläche zu erzeugen, und dies in einer Gleichförmigkeit, die sonst meist nur mit alternativen Strahlquellen im Ultrakurzpulsbereich möglich war.

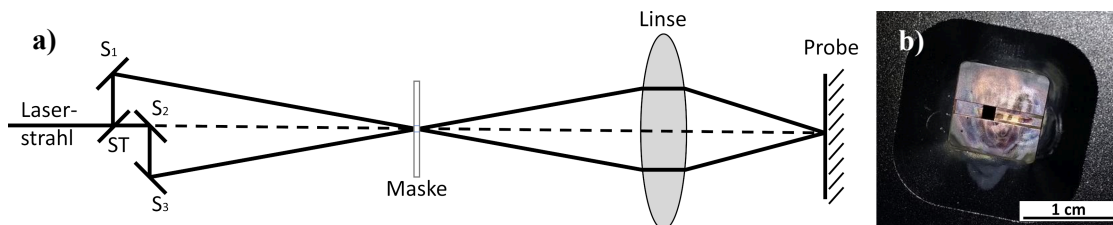


Abbildung 5-1: (a) Der Laserstrahl wird wie beim klassischen DLIP-Aufbau durch einen Strahlteiler (ST) geteilt, über Spiegel (S) umgelenkt und schließlich überlagert. In den Bereich des Interferenzvolumens wird eine Maske gesetzt. Die Ebene aus Maske und Interferenz wird mit Hilfe einer Linse auf der Probenoberfläche abgebildet. (b) Ein Foto der verwendeten Maske, die aus zwei übereinanderliegenden parallelen Messingplatten bestand, die stufenlos bis zu einer maximalen Öffnung von 1 cm variiert werden konnten [69].

5. Übersicht der Ergebnisse

Erreicht wird dies, indem die Teilstrahlen des Lasers zunächst nicht auf der Probe überlagert werden, sondern in der Luft. Dort wird mittels einfacher Rechteckmaske ein Bereich aus dem Interferenzvolumen herausgeschnitten und im Anschluss wird die Objektebene aus Maske und Interferenz mit einer Linse auf die Probenoberfläche (Bildebene) abgebildet (Abbildung 5-1).

Im Grunde verhält sich das System dadurch so, als würde die Maske im klassischen DLIP-Aufbau direkt auf der Probe aufliegen. Dies ist normalerweise nicht möglich, wenn die Oberfläche großflächig stückweise bearbeitet werden soll. Eine auf der Probe aufgeklebte Maske würde zum einen die Strukturen beschädigen und zum anderen den Prozess deutlich verlangsamen.

Dieser hybride Aufbau bietet zahlreiche Vorteile. Das Auftreten von Interferenzschatten oder Beugungseffekten wird nahezu vollständig verhindert. Zusätzlich ist es möglich, dem für gewöhnlich runden Strahlquerschnitt eine Form zu verleihen, die eine nahtlose und überlappungsfreie Aneinanderreihung erlaubt. Dabei kann parallel ein möglichst homogener Bereich aus dem Strahlquerschnitt bzw. Interferenzvolumen ausgewählt werden, was in vielen Fällen auch die Nutzung einer einfachen und inhomogenen Strahlquelle erlaubt. Abbildung 5-2 zeigt den direkten Vergleich zweier aneinandergereilter Interferenzspots mit klassischem Aufbau (links) und dem neu entwickelten Hybrid-Aufbau (rechts). Während es klassisch einen signifikanten Anteil ungewollter Aufschmelzungen und Defekte gibt, ist im Hybridaufbau der Übergang zwischen den beiden Spots verschwunden. Dabei ist anzumerken, dass die verwendete Maske des klassischen Aufbaus eine bereits optimierte Eigenkonstruktion war, die in Anhang B näher erläutert wird, und dass für den Hybridaufbau auch eine alternative Maske getestet wurde, die in Anhang C näher beschrieben ist.

Unabhängig von der Qualitätssteigerung der Strukturen kann die Linse auch zur Verkleinerung oder Vergrößerung des Spots genutzt werden. Hierdurch lässt sich die Fluenzdichte gezielt auf der Probenoberfläche erhöhen, wodurch die Optiken davor geschont werden und die Lebensdauer des Aufbaus verlängert wird. Allgemein bleiben alle Vorteile des klassischen DLIP-Aufbaus, also die Variationsmöglichkeiten bezüglich Strukturperiode und des experimentellen Zugangs, erhalten; einzig der manuelle Justageaufwand ist erhöht.

Hervorzuheben ist, dass das Verfahren nicht auf das klassische DLIP-Verfahren beschränkt ist und auch in der modernen Variante mit Prisma als Verbesserung eingebaut werden kann. Dies

5. Übersicht der Ergebnisse

würde den erhöhten Justageaufwand eliminieren und die gesteigerte Qualität industriell nutzbar machen.

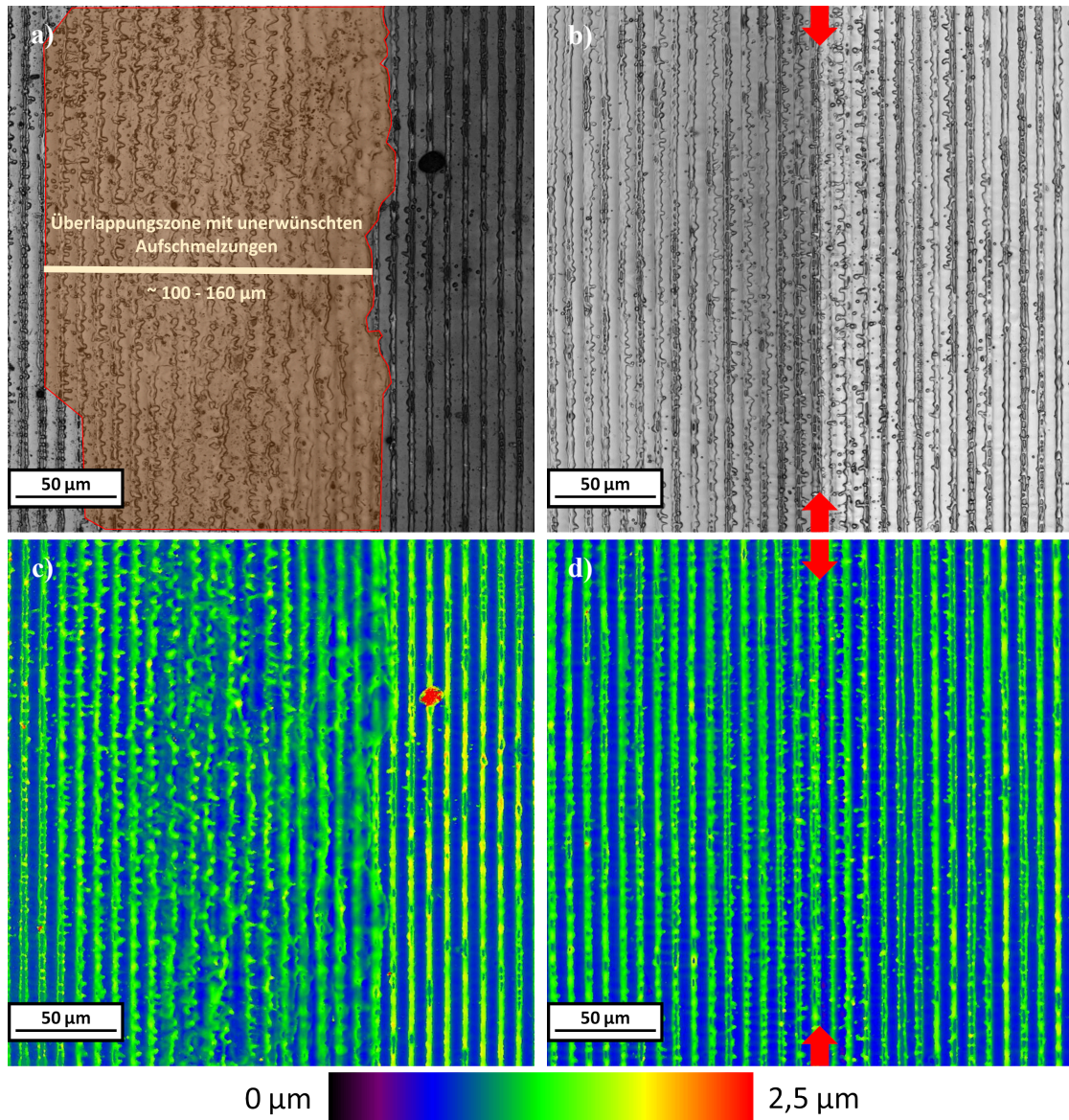


Abbildung 5-2: Diese LSM-Aufnahmen zeigen die Grenze zwischen zwei horizontal aneinandergereihten Interferenzspots. Bilder (a) und (b) zeigen jeweils das Intensitätsprofil, (c) und (d) das farbcodierte Höhenprofil. Auf der linken Seite (a) und (c) wurden die Spots mit dem klassischen DLIP-Verfahren hergestellt, auf der rechten Seite (b) und (d) kam die Hybridmethode zum Einsatz. Der schattierte, rot umrandete Bereich in Bild (a) zeigt unerwünschte Aufschmelzungen der Überlappungszone, die im entsprechenden Grenzbereich (zwischen den roten Pfeilen) im neuen Aufbau nicht zu erkennen sind (b) und (d) [69].

5.2 Bewertung der Homogenität

Publikation 2: Objective homogeneity quantification of a periodic surface using the Gini coefficient

Es wurde eine Methodik entworfen, die es erlaubt, die Homogenität einer periodischen Fläche objektiv und reproduzierbar in Bezug auf nahezu frei wählbare Eigenschaften zu bestimmen.

Hierfür wird zunächst ein Höhenprofil der Oberfläche angefertigt, was in dieser Arbeit mittels eines Laserscanningmikroskops durchgeführt wurde. Aus dem so erzeugten Bild wurde durch eine Fourieranalyse die Periodizität der Oberfläche extrahiert. Im Anschluss wurde mit den so gewonnen Daten die Oberfläche in zu den jeweiligen Perioden gehörige Segmente (bzw. Zellen) unterteilt. Für den Fall einer im Fourierraum eindimensionalen Frequenz (zum Beispiel bei Linienmuster) wurde die ermittelte Periode sowohl für die X- als auch die Y-Achse verwendet (Abbildung 5-3). Daraufhin erfolgte für jedes Segment die Berechnung der gewünschten Eigenschaft (z.B. des ‚Peak-Valley‘-Verhältnisses oder der Höhe bzw. Tiefe des Segmentmittelpunktes), ehe deren Verteilung mittels Gini-Analyse bewertet wurde. Der so ermittelte Wert liegt zwischen 0 und 1 und erlaubt eine objektive Messung der Ungleichverteilung bzw. Homogenität dieser Eigenschaft.

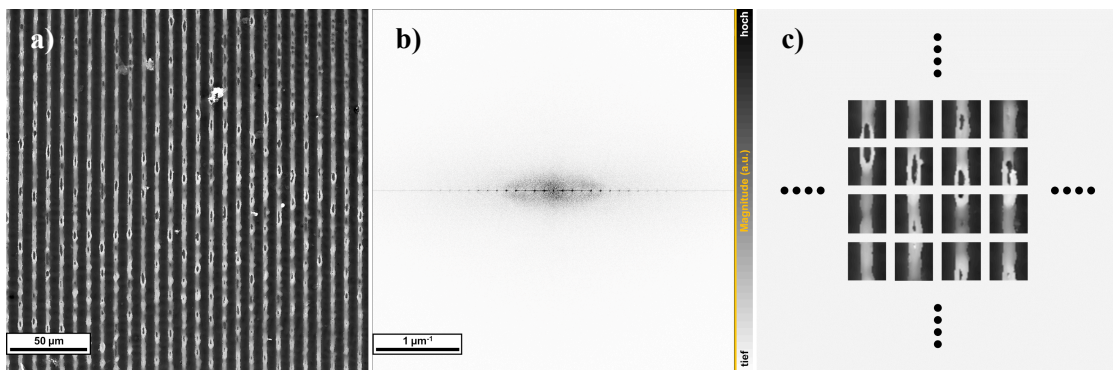


Abbildung 5-3: Bild (a) zeigt die Mitte eines mittels DLIP erzeugten Interferenzspots auf einer Stahlprobe, (b) ist die Fouriertransformation des Bildes aus (a) und in (c) ist die Zerlegung in einzelne Segmente (bzw. Zellen) dargestellt, die sich aus der extrahierten Periode ergibt [76].

Dabei ist anzumerken, dass der gewonnene Wert keinen absoluten Eigenschaftswert darstellt, sondern es nur ermöglicht, verschiedene Oberflächen, die unter denselben experimentellen Bedingungen (u. a. Vergrößerung) charakterisiert wurden, zu vergleichen.

Getestet wurde das Verfahren an drei verschiedenen, mittels DLIP strukturierten Oberflächen: einer durch Ultrakurzpulsinterferenz bestrahlten Wolframprobe und zwei mit

5. Übersicht der Ergebnisse

Kurzpulsinterferenz bearbeiteten Stahlproben. Hier wurde einmal der Ausschnitt aus der Mitte eines einzelnen Spots untersucht und einmal der Überlagerungsbereich aus vier einzelnen Interferenzspots. Ein Ausschnitt der Ergebnisse ist in Abbildung 5-4 dargestellt.

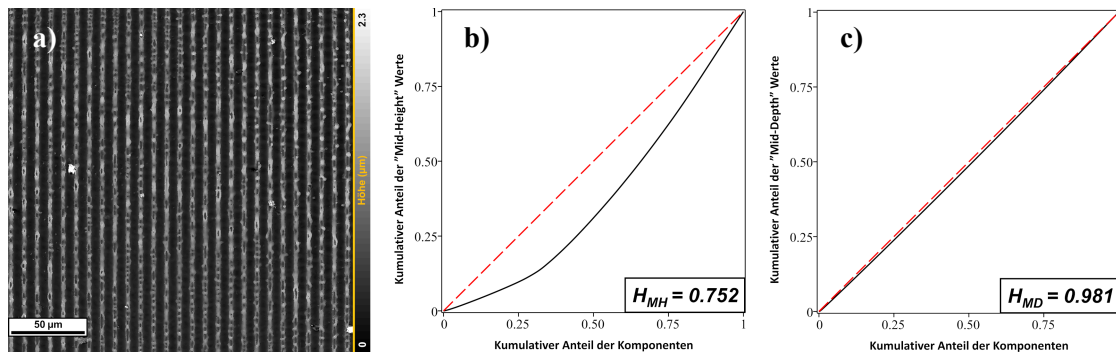


Abbildung 5-4: Bild (a) zeigt die LSM-Aufnahme einer mittels Kurzpuls strukturierten Stahloberfläche, (b) den berechneten Homogenitätswert für die Höhe der Strukturmaxima und (c) die Homogenität der Strukturminima. Für die Berechnung wurden die Höhen bzw. Tiefen der Mittelpunkte der jeweiligen Segmente betrachtet [76].

Für die in (a) gezeigte Stahlprobe wurden u. a. die Topographiemaxima und -minima getrennt auf ihre Homogenität untersucht, wobei zur Berechnung jeweils der Mittelpunkt einer Zelle verwendet wurde. Dabei ergab sich für die Höhe der Strukturen ein Wert von $H_{MH} = 0.752$ (b). Die Maxima sind zwar prinzipiell durchgängig, jedoch gibt es nicht geschlossene Schmelzfronten und Schmelztropfen, die zu einer deutlichen Varianz im Höhenprofil führen.

Die Betrachtung der Topographieminima ergab eine Homogenität von $H_{MD} = 0.981$ (c). Mit Ausnahme weniger Schmelztropfen sind hier kaum Abweichungen zu verzeichnen. Die Minima sind nahezu perfekt homogen. Die Erklärung hierfür ist im Herstellungsprozess zu finden. Der Energieeintrag in das Material durch den Nanosekundenlaser war nicht immer hoch genug, die Schmelzfronten zu schließen, aber in den Topographieminima (Ort der Laserintensitätsmaxima) stets ausreichend, die Oberfläche aufzuschmelzen und zu glätten.

Insgesamt zeigten sich die berechneten Werte durchweg als sinnvolle Bewertung der Oberfläche, wobei darauf zu achten ist, dass sich die Homogenität nur auf die zu untersuchende Eigenschaft bezieht.

Die vorgeschlagene Methode zeigt Potential als leistungsfähiges Werkzeug, um verschiedene periodische Oberflächen objektiv zu vergleichen, entweder hinsichtlich einer gewünschten Eigenschaft oder zur Bestimmung optimaler Prozessparameter bei der Herstellung. Die beschriebene Technik ist flexibel und kann auf nahezu jedes Attribut, einschließlich selbst

5. Übersicht der Ergebnisse

definierter Eigenschaften, angewendet werden. Einschränkungen liefert unter anderem die Gini-Analyse, die nur nicht negative Werte verarbeiten kann. Da die vorgeschlagene Methodik modular ist, könnte dies allerdings durch die Verwendung anderer Maße in Zukunft ausgeglichen werden.

Erwähnenswert ist, dass der hier vorgestellte Ansatz bereits von einer der weltweit führenden Gruppen für Laserinterferenzstrukturierung an der TU Dresden und dem Fraunhofer IWS übernommen und implementiert wurde [156].

5.3 Experimentelle Abschätzung der realen Kontaktfläche

Publikation 3: Evolution of the True Contact Area of Laser Textured Tungsten Under Dry Sliding Conditions

In dieser Arbeit wurde untersucht, ob durch die Kombination aus In-Situ-Tribometer und quelloffener Kontaktsoftware eine Methodik konstruiert werden kann, mit der sich die reale Kontaktfläche abschätzen lässt. Hierfür wurde eine mittels UKP-DLIP strukturierte Wolframprobe gegen eine 6mm-Aluminiumoxidkugel in ‚Ball-on-Disk‘-Konfiguration gerieben. Verwendet wurde hierfür ein von Korres und Dienwiebel entwickeltes In-Situ-Tribometer [151], das es erlaubt, die komplette Entwicklung der Oberfläche aufzuzeichnen, indem nach jedem einzelnen Reibzyklus ein Oberflächenprofil mittels Hologrammimikroskop erstellt wird. Diese Daten wurden im Anschluss dazu genutzt, die reale Kontaktfläche mithilfe einer unter der Leitung von Pastewka entwickelten Kontaktapplikation [142] numerisch zu berechnen. Da das In-Situ-Tribometer nur den Grundkörper aufzeichnet, wurde näherungsweise angenommen, dass der Gegenkörper (die Kugel) sich nicht verändert und plan ist. Zusätzlich wurde auf die Berücksichtigung plastischer Verformungen verzichtet.

Trotz dieser Näherungen zeigte sich nach einer kurzen Einlaufphase eine gute Korrelation zwischen Reibkoeffizient und realer Kontaktfläche (Abbildung 5-5).

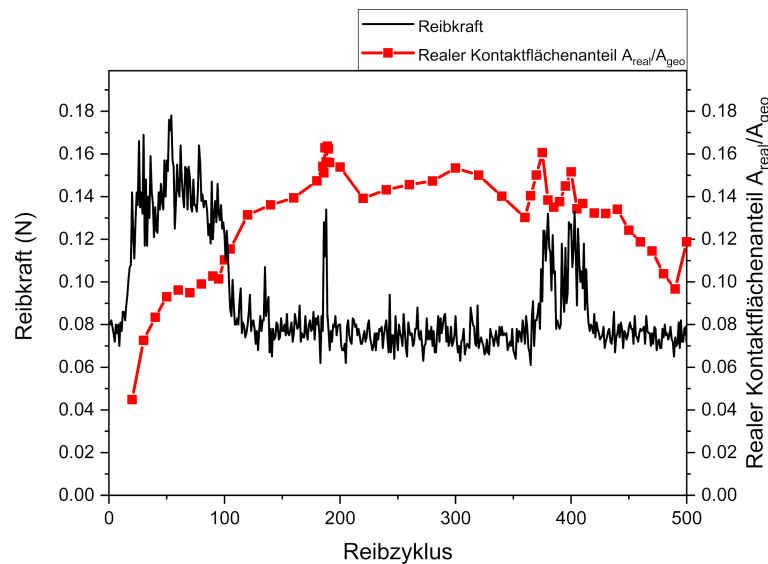


Abbildung 5-5: Die schwarze Linie zeigt die Reibkraft, die rote den realen Kontaktflächenanteil (das Verhältnis von realer und scheinbarer Kontaktfläche). Nach einer Einlaufphase von etwa 105 Zyklen ist der Verlauf der realen Kontaktfläche und des Reibungskoeffizienten korreliert [155].

5. Übersicht der Ergebnisse

Dadurch konnte zum einen die Vermutung untermauert werden, dass der Anstieg des Reibungskoeffizienten lasertexturierter Oberflächen, wie in der Arbeit von Gachot et al. [70] vorgeschlagen, auf eine Vergrößerung der realen Kontaktfläche zurückzuführen ist. Zum anderen wurde demonstriert, dass die Methode das Potential besitzt, die Entwicklung der realen Kontaktfläche sinnvoll abzuschätzen, und zwar auch für Tribosysteme, für die dies bisher entweder gar nicht oder nur schwer möglich war.

6 Einbezogene Veröffentlichungen

Die wissenschaftlichen Ergebnisse, des kumulativen Teils dieser Dissertation, werden in den folgenden Publikationen vorgestellt und diskutiert:

I. Direct laser interference patterning combined with mask imaging

B. Lechthaler, T. Fox, S. Slawik und F. Mücklich

Optics & Laser Technology **123**, 105918 (2020).

II. Objective homogeneity quantification of a periodic surface using the Gini coefficient

B. Lechthaler, C. Pauly und F. Mücklich

Scientific Reports **10**, 1–17 (2020).

III. Evolution of the true contact area of laser textured tungsten under dry sliding conditions

B. Lechthaler, G. Ochs, F. Mücklich und M. Dienwiebel

Frontiers in Mechanical Engineering **5**, 1–6 (2019).

I. Direct Laser Interference Patterning Combined with Mask Imaging

Björn Lechthaler¹, Tobias Fox¹, Sebastian Slawik¹ und Frank Mücklich¹

¹Lehrstuhl für Funktionswerkstoffe, Fachrichtung Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, Universität des Saarlandes, Campus D33, 66123 Saarbrücken, Deutschland

Veröffentlicht in „**Optics & Laser Technology**“

Online zugänglich unter: <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.105918>

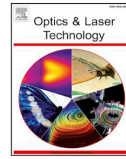
Eigene Beiträge:

- Erdachte die vorgestellte Methode
- Planung der Experimente
- Betreuung der experimentellen Durchführung
- Laserscanningmikroskop – Aufnahmen und Auswertung
- Diskussion der Ergebnisse
- Schrieb das Manuskript und erstellte die Grafiken



Contents lists available at ScienceDirect

Optics and Laser Technology

journal homepage: www.elsevier.com/locate/optlastec

Full length article

Direct laser interference patterning combined with mask imaging

Björn Lechthaler*, Tobias Fox, Sebastian Slawik, Frank Mücklich

Institute for Functional Materials, Department of Materials Science & Engineering, Saarland University, Campus D3.3, 66123 Saarbrücken, Germany



HIGHLIGHTS

- Artifact free homogeneous large-area nanosecond laser material processing.
- Continuously variable pitch laser micro-structuring.
- Reduced cost improved throughput laser material processing.

ARTICLE INFO

Keywords:

Laser interference
Nanosecond laser
Surface structure
Laser processing
Imaging
Homogeneous

ABSTRACT

Direct laser interference patterning (DLIP) is a one step process to produce customized textured surfaces on the micrometer scale. Depending on the laser system, achieving a large area homogeneous pattern can be challenging. Particularly, with nanosecond lasers, an irregular intensity distribution or superposition leads to uneven melting, and an inhomogeneous surface structure. In this study, a robust methodology was developed, which allows the formation of a homogeneous pattern over a large area without these issues. A pulsed nanosecond laser with a clear diffraction influenced beam profile was used. The laser beam was split using a beam splitter, and the two beams were steered and superimposed by mirrors. A simple rectangular mask was used for beam shaping. Finally, the mask, together with an intermediate image of interference, were simultaneously projected onto a metal surface using a lens to create a homogeneous line pattern. Subsequent comparison with conventional DLIP method showed a significant reduction of surface defects, especially within the overlapping zones (over 90%). The proposed method retained the flexibility and advantages of a simple interference system.

1. Introduction

In recent years, laser technology has proved to be a suitable tool to produce various surface modifications, such as to improve tribological [1–4], optical [5], wetting [6–9] and antibacterial [10] performance or to increase solar cell efficiency [11].

Laser surface modification can be performed using various methods. In the laser lithography technique [12], a laser can be used indirectly on an additional chemical layer to modify the material surface into certain patterns. In other cases, such as in laser writing [13] or direct laser interference patterning (DLIP) [14], the surface can be modified directly.

The DLIP process, which is one-step, is especially interesting for industrial applications. No chemicals are required in this eco-friendly process, and post treatment is not needed, which reduces the process time. No vacuum is required, which simplifies the technique and makes the process less expensive. The DLIP process can be set up in various ways [15]: Direct imaging with phase masks [16] or gratings [17], using a Lloyd's mirror interferometer [18,19], or by separating the laser beam with beam splitters

and then overlapping them with mirrors on the sample [20]. For technical applications, it is essential that the surface modifications are consistent and homogeneous over a large area.

Large surface patterns are created by superimposing [21] or aligning individual interference spots. The use of a round Gaussian beam results in individual areas of the surface being irradiated more often than others, which can lead to inhomogeneities of the surface textures.

This problem can be overcome, for example, using ultrashort pulse lasers [22]. In this case, melting and the influence of heat on the microstructure can be neglected; thus, multiple laser pulses do not lead to significant artifacts. Owing to the short coherence length of these lasers, even small differences in the path lengths of the partial beams prevent a working interference. So, any optical elements such as prisms, DOEs, phase masks, and lenses must be perfectly matched to each other. Variations in the patterns generated by this system are possible only on a small scale, and to realize different patterns, new components must usually be introduced. In addition, because of the lower energy density the laser beam must be focused tightly, which leads to a reduction in

* Corresponding author.

E-mail address: b.lechthaler@mx.uni-saarland.de (B. Lechthaler).<https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.105918>Received 19 March 2019; Received in revised form 27 August 2019; Accepted 18 October 2019
0030-3992/ © 2019 Elsevier Ltd. All rights reserved.

6. Einbezogene Veröffentlichungen

B. Lechthaler, et al.

Optics and Laser Technology 123 (2020) 105918

the spot diameter, at the same time, the individual spots must be strongly overlapped for a homogeneous result [23]. These factors lead to an increase in the amount of time required to structure a surface. In addition, ultrashort pulse systems lead to a roughening of the surface due to oxide formation and the ripple effect, which can be undesirable depending on the application [24,25].

The use of nanosecond lasers reduces the requirements of the system due to the longer coherence length. In addition to the complex configurations commonly used for the ultra-short range, such as those involving DOEs, prisms or phase masks, simple variants employing beam splitters and mirrors can also be used. Owing to the higher energy density per laser shot, the diameter of the interference spot can be increased, which increases the process speed. The surface structure of these laser sources is created by the use of melting and convection currents (Marangoni effect [26]), which leads to the smoothing of the surface and introduces additional surface modifications. The oxide layer is only a few nanometers thick in this case. The main disadvantage of this type of beam source is that the surface melts unevenly due to the superposition of the laser spots, which leads to the presence of artifacts in the topography; this in turn means that the surface pattern is not uniform over all areas.

This paper proposes a robust and simple method to prevent unevenly melted overlap zones caused by stitching, leading to a homogeneous overall surface. The design can be implemented with simple optics and even with relatively inhomogeneous beam sources, and it offers the advantage that a high degree of flexibility is guaranteed. This implies that the resulting patterns and their respective periods can be varied with minimal effort owing to the use of a simple DLIP setup [20], which is extended by imaging.

1.1. Simple interference methods and related problems

To generate direct laser interference patterning, a beam splitter is used to split the coherent laser beam into two beams which is redirected via mirrors and then recombined to interfere on the sample surface. When the two laser beams interfere, a \cos^2 intensity pattern, with lines is generated on the sample surface, the pitch of which may be varied continuously as a function of the angle α of the laser beam, as shown in Fig. 1.

Lasagni et al. [27] first described the above method of interference which is not limited to the use of two beams.

Here, surface textures with micrometer resolution can be produced in one step. The structural period P (the distance between neighboring intensity maxima) can be calculated, and adjusted accordingly, as a function of the angle α and the wavelength λ of the laser as follows:

$$P = \frac{\lambda}{2 \cdot \sin \alpha} \quad (1)$$

Another method is to apply a mask, which although reduces the problem of multiple exposures, might cause an additional diffraction effect. If the mask is positioned at the beginning of the beam path, because of Fraunhofer diffraction it will have a strong influence on the intensity distribution.

Although the diffraction effect can be minimized by placing the mask close to the sample, it cannot be completely eliminated due to the distance and thus a Fraunhofer diffraction occurs at the sample plane. However, since the power density near the sample is extremely high, the mask material may be ablated and transferred to the sample. In addition, handling is difficult and prone to errors, especially with complex sample geometries.

Furthermore, behind the mask there are some areas which are only exposed to one of the two interfering beams (Fig. 2). In these areas, there is no interference, and uncontrolled melting can occur. If such spots are stitched, strong inhomogeneous overlapping zones in the border areas will result.

Depending on the application, this problem can be avoided by using a highly focused laser beam without a mask. The surface is then directly scanned pixel by pixel. This results in unevenly melted edges of each pixel. This can be minimized, but not eliminated, by using a diffractive fundamental beam mode shaper to obtain a top-hat beam profile [28]. These edge irregularities can be ignored in many applications, such as optical surface decoration.

However, in many other applications, this deviation may be a significant disturbance. If, for example, the contact resistance is to be controlled, the contact surface must be exact and therefore homogeneous [29]. If surface properties are to be simulated or calculated on the basis of DLIP, this is made more challenging by any deviation. Or, when machining for controlling the tribological properties, this uneven melting can prevent the surface features (lines) from interlocking [30]. Thus, it is desirable to have an alternative method for continuous patterns.

In the following sections, a method is presented which not only overcomes the problems of diffraction and interference shadows, but also simultaneously makes it possible to adjust the intra-beam angle continuously and thereby, adjust the period of the line-like patterns. As a result, homogeneous large-area structuring is feasible.

2. Materials and methods

Two materials were used in the present study. At the beginning alignment tests, in order to find the optimal positions of the optics, were carried out on titanium. It reacts less sensitively to energy peaks in the laser profile, and disturbances in the structures can be more easily attributed to misalignment. Rods supplied by Goodfellow Inc. with a purity of 99.6 wt% and a diameter of 25.4 mm were used to perform these tests. The rods were sliced into discs with a thickness of 5 mm, and then the surface was polished to a roughness (rms) of 13 ± 2 nm. It should be noted that the polishing caused deformations of the microstructure of the topography. Etching would have removed them but added unwanted height variations. Since the features have no notable effect on the alignment, but deviations in the height likely would, etching was omitted.

After the alignment, these positions of the optics were used to structure larger areas by stitching the individual interference spots together on the surface of an industrially prevalent steel. The material (steel: X5CrNi18-10) was procured from Brio Kontrollspiegel GmbH. The surface was mirror polished in the acquired condition with a

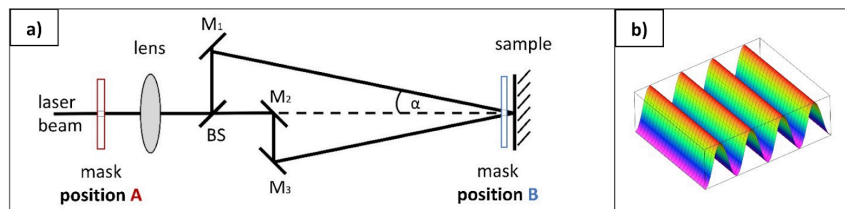


Fig. 1. The diagram (a) shows a simple two-beam interference setup. The beam is split by a beam splitter (BS), redirected by mirrors (M_i) at an intra-beam angle 2α and interferes on the sample surface. By using a lens, the laser fluence at the sample can be increased if necessary. For simple beam shaping, a mask can be interposed into the beam path at position A or B to allow stitching of large surface areas. Image (b) shows the intensity distribution of the two interfering laser beams. The lines are perpendicular to the plane of the two laser beams.

6. Einbezogene Veröffentlichungen

B. Lechthaler, et al.

Optics and Laser Technology 123 (2020) 105918

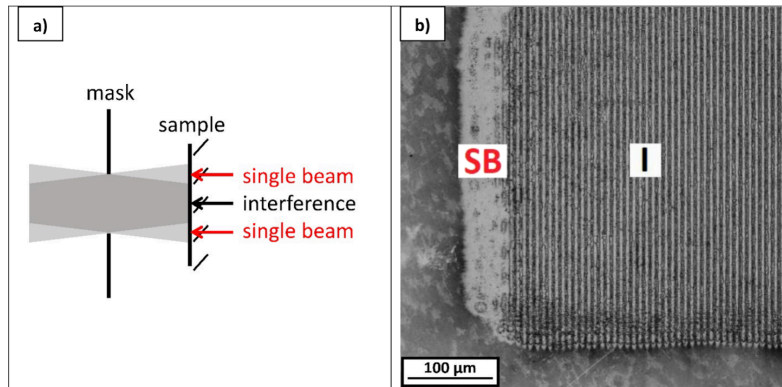


Fig. 2. (a) A schematic showing the mask directly in front of the sample, corresponding to position B of Fig. 1(a). Micrograph (b) shows a structured polished titanium surface processed by a nanosecond laser with a fluence of 1.5 J/cm^2 . In the area “I” (interference), the laser beams overlap and interfere, whereas, in the area “SB” (single beam), only one beam irradiates the surface.

roughness (rms) of $18 \pm 2 \text{ nm}$. Before starting the patterning process, the surface was cleaned with acetone and isopropanol solutions in ultrasonic baths to remove any adhesive residues. Samples were square having dimensions of $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$, with 1 mm thickness.

The beam source for the interference was a Q-switched high energy Nd:YAG laser (Quanta Ray PRO 290), obtained from Spectra Physics GmbH. The source was operated at a repetition rate of 10 Hz , pulse duration of 10 ns , wavelength of 532 nm , beam diameter ($1/e^2$) of 8 mm , and the output power of the Q-switch was 11 W .

The intensity distribution of the laser beam was recorded by a Metrolux ML3743 camera (Fig. 3). The camera sensor is $8.98 \text{ mm} \times 6.71 \text{ mm}$ with a pixel size of $6.45 \mu\text{m} \times 6.45 \mu\text{m}$. Due to the low damage threshold of the photodetector and the limited aperture of the camera, the intensity profile was recorded by using a long pulse duration setting of the laser (no change of beam profile), a collimating lens (focal length = 2 m) was interposed to reduce the beam diameter, and multiple ND filters (in total $\text{ND} = 5$) to protect the camera.

The applied mask (Fig. 4b), during material processing consisted of two stacked parallel brass plates which could be varied continuously to a maximum opening of 1 cm . The mask with its holder, supplied by OWIS GmbH, is used to block some area of the laser spot. The lens used was an uncoated plano-convex lens of silicon oxide with a focal length of 79 mm and a diameter of 25.4 mm .

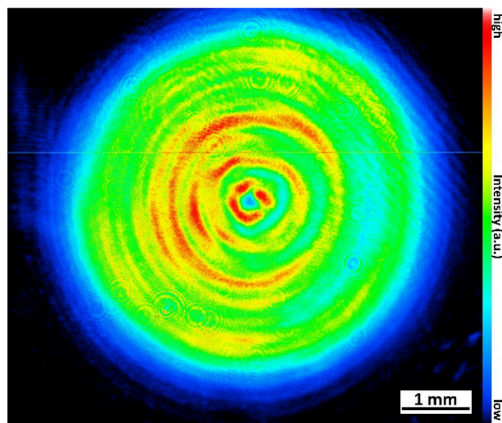


Fig. 3. Beam profile of the used Nd-YAG laser: red signifies higher intensity and blue signifies lower intensity, per the scale bar on the right of the figure. (For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

The height profile and intensity images were recorded by a laser scanning microscope (LSM, OLS4100, Olympus) with a lateral resolution of $0.2 \mu\text{m}$ and a z-resolution of 10 nm .

2.1. Schematic representation of the proposed “hybrid” interference setup

The proposal is to perform the superposition of the laser beams not directly on the sample surface but in the free space where a homogenous area is extracted a mask. This intermediate image is then projected together with the mask, by means of a lens a distance b from the sample surface. The two beam DLIP setup [20] is extended by an imaging process, as used in lithography techniques [12] or in the imaging of phase masks [16]. In contrast to the above-mentioned methods, two “objects” are mapped simultaneously in this case: The intermediate image is the superposition of the interference pattern via the intensity distribution and the mask. The basic structure of the setup is shown in Fig. 4.

The lens can be used for de-/magnification or 1:1 imaging, depending on the required fluence for the material being patterned. Notably, the structural period P also changes due to the change of magnification V . If P remains constant, then the angle α_1 must be adjusted accordingly.

The equation used to calculate the pitch (distance between intensity maxima) at the sample plane can be stated with a known magnification $V = b/g$ as follows:

$$P_2 = V \cdot P_1 \quad (2)$$

where P_1 represents the structural period at the mask plane and P_2 is the period at the sample plane.

A lens of focal length 79 mm and diameter 25.4 mm was used for the experiments. The distance g between the mask and the lens was 197.62 mm , and the distance b between the lens and the sample surface was 131.6 mm , resulting in a magnification of $2/3$. Unless otherwise specified, the laser fluence during patterning was $F = 1.5 \text{ J/cm}^2$.

3. Experimental results and discussion

Imaging works well if the object-plane (mask + interference), image-plane (sample) and lens are precisely matched. In the parameter study, the influence of positioning offset on the interference spot was determined. With no positioning error ($z = 0 \text{ mm}$), the laser interference spots were stitched together on a metal surface. Subsequently, the interface between the spots was examined, both parallel and perpendicular to the lines. The result was compared with regards to the interference setup used previously.

3.1. Influence of the alignment on the resulting laser textured topography

The exact alignment of the lens, mask and sample plays a critical

6. Einbezogene Veröffentlichungen

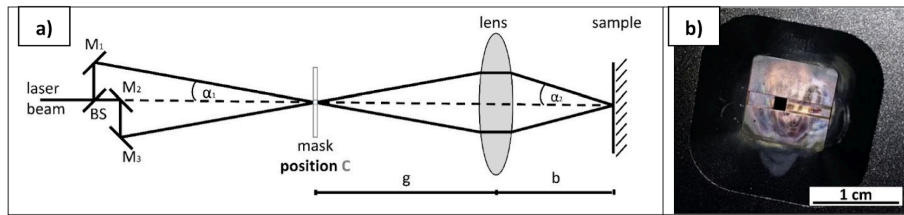


Fig. 4. (a) The laser beam is split up by a beam splitter, as before, and the two beams brought into interference in free space by mirrors. At the location of the first interference volume, a mask is set. This intermediate image is ultimately imaged on the sample surface by means of a lens. (b) A photo of the used mask. It consisted of two stacked parallel brass plates which could be varied continuously to a maximum opening of 1 cm.

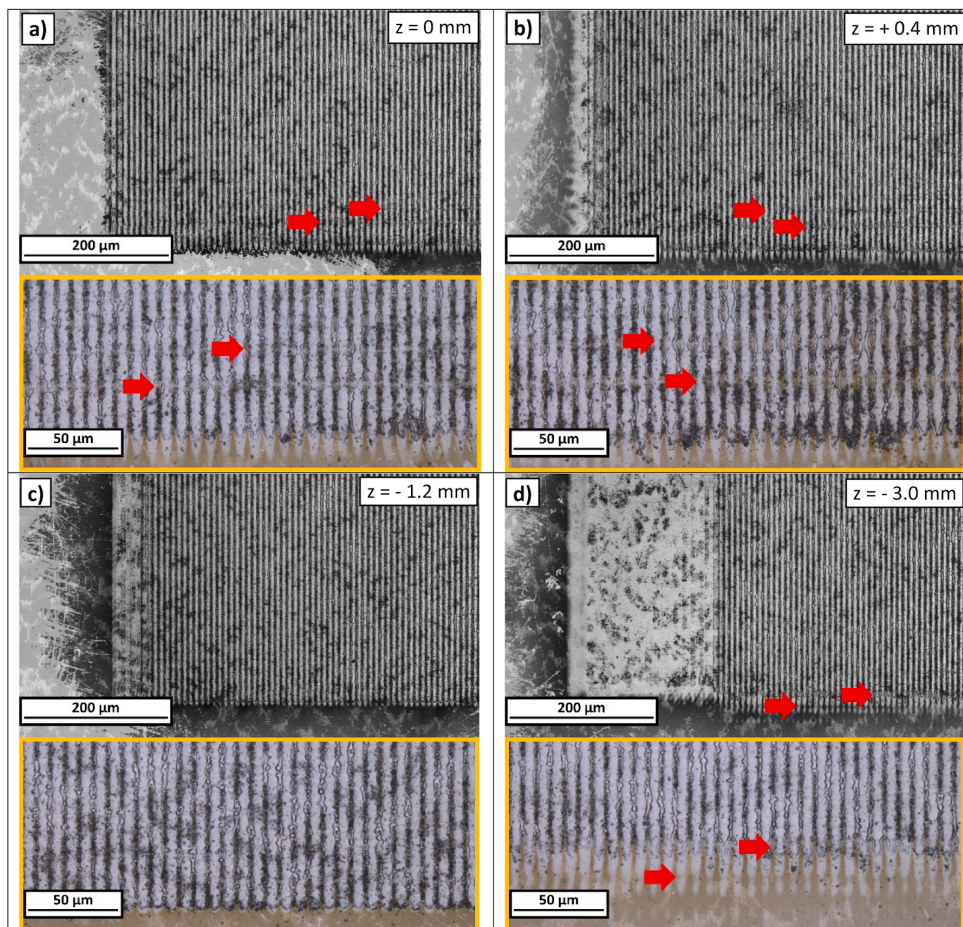


Fig. 5. Each frame shows an intensity image (LSM, $\times 20$) at the top for an overview and a light image at the bottom (LSM, $\times 50$) for highlighting diffraction effects. The titanium sample was moved out of the image plane of $z = 0$ mm (a), away from the lens by $z = +0.4$ mm (b) and towards the lens $z = -1.2$ mm (c) and $z = -3.0$ mm (d). If there is any defocus, the beams do not overlap properly. As a result, diffraction phenomena (marked with red arrows) and areas not exposed to laser interference but to one single laser beam result. The streaks on the titanium surface are deformations of the microstructure caused by polishing. Etching would have removed the streaks, but this would have created unwanted topography, thus was omitted. (For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

role in this study because incorrect positioning and alignment lead to aberrations, diffraction effects, and unwanted beam deformations.

In order to make the effects of a misalignment visible, the titanium

sample was moved along the optical axis (z) and structured in the respective position. The optimal positioning was specified as $z = 0$ mm. An increase of the distance between the sample and the lens was defined as a positive

6. Einbezogene Veröffentlichungen

B. Lechthaler, et al.

Optics and Laser Technology 123 (2020) 105918

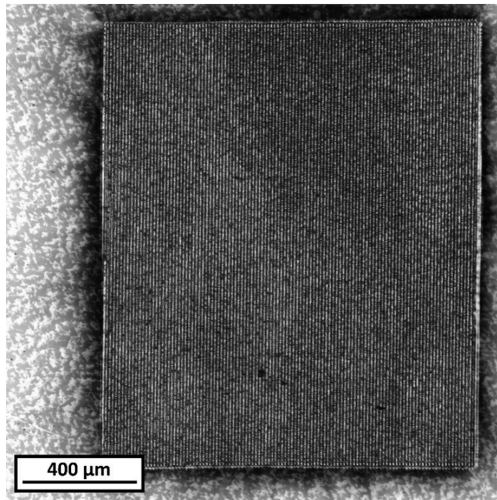


Fig. 6. Laser-structured titanium sample with the hybrid method. There are no single beam irradiated areas on left and right sides. Scarcely any diffraction effects are observed. The diffraction lines at the top and bottom edges originate from the mask, which is constructed from plates occupying two planes; only one plane can be imaged at a time.

movement “+” on the Z-axis, a reduction as a negative “-”.

The results for the four different positions are shown in Fig. 5. In each block the upper part shows an intensity image (LSM, 20×), here single beam areas can be seen well. And the lower part shows a light image (LSM, 50×) of the lower edge, here diffraction effects can be observed better.

With $z = 0$ mm (a), the left edge of the interference spot one the sample is sharp and the bottom edge, marked with red arrows, is consistent with processing resulting from very little diffraction.

When $z = +0.4$ mm (b), artifacts corresponding to diffraction (lines) become visible at the bottom edge, and a narrow area developed due to single laser irradiation at the left.

Moving the sample to $z = -1.2$ mm (c), the lines attributed to diffraction on the bottom edge as seen to disappear, but the width of the area exposed to single laser irradiation increased. This effect is easily explained by the structure of the mask (Fig. 4b), which is constructed from plates occupying two planes and only one plane can be imaged at a time. In this example, an other plane than for the case $z = 0$ mm is mapped, so the interference lines disappear at the bottom.

In (d), at $z = -3.0$ mm, a larger artifact corresponding to diffraction was observed at the bottom edge, which resulted in a large error zone on the edges. The same effects could be observed when moving the lens or mask instead of the sample. Therefore, no additional tests, corresponding to the movement of these components, were conducted.

Fig. 6 illustrates one complete spot with correct alignment. The processed material, titanium, was processed at $F = 1.7$ J/cm², with a magnification of $V = 2/3$. The mask and the interference are projected simultaneously onto the sample surface. Thus, unwanted diffraction effects are almost completely eliminated. On the upper and the lower edges minimal interference effects can be observed, this is due to the fact that the applied mask is composed of two sets of parallel plates, occupying two parallel planes. These two planes cannot be accurately focused at the same time. With the use of an alternative mask, which consists of co-planar plates, unwanted diffraction originating from the offset between the plates could be eliminated completely.

Despite the inhomogeneous beam profile, the surface texture is homogeneous. This is for two reasons. If the alignment of the positions along the optical axis of the mask, lens and sample is correct, the mask can be moved laterally until a homogeneous area of the laser beam (Fig. 3) is selected. Additionally, by reducing the image size, the inhomogeneity of the laser is no longer resolved at the material.

In addition to the homogenizing effect, the demagnification has the advantage that the energy density at the sample surface is higher than in the optics. This simplifies the structuring of metals and increases the lifetime of the components used.

Conversely, for lasers with good beam quality and high power, the spot size can be increased significantly. For polymers, especially, which do not require as high a power density as metals, large surfaces can be structured at once. This is accompanied by a reduction in the processing time for large areas.

An important advantage of the proposed method is the use of intermediate images instead of predefined form of masks or grids. Thus,

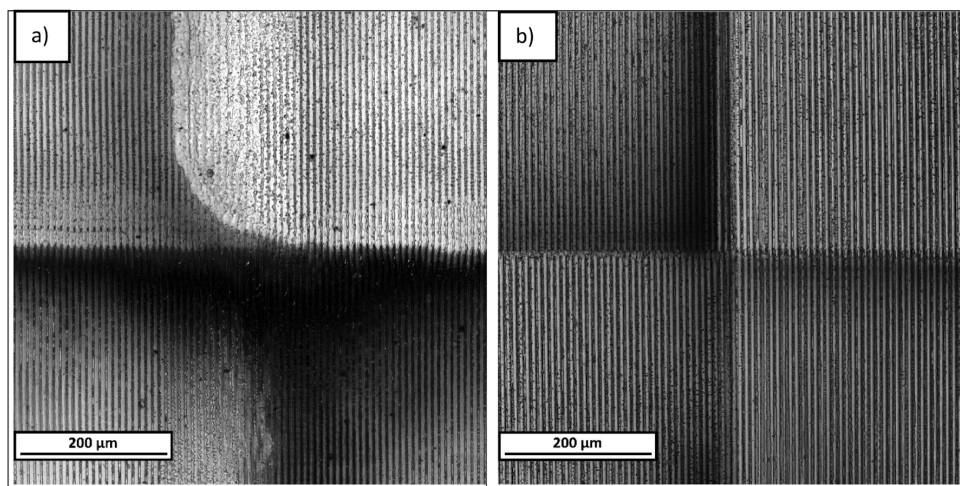


Fig. 7. LSM intensity image showing a stitching of the corners of four spots (a) with the conventional DLIP procedure, the (b) with the hybrid process. Inhomogeneities are significantly reduced in the new process, in which the intersection of the four corners is clearly visible.

6. Einbezogene Veröffentlichungen

B. Lechthaler, et al.

Optics and Laser Technology 123 (2020) 105918

compared to other imaging methods, i.e. lithography, there is the significant advantage that the imaged object, which is often very expensive, cannot be damaged or destroyed. This can be a problem especially when working with high power densities and shorter wavelengths. Only the shaping mask is subject to wear, and it can easily be replaced. A further advantage is that a completely new mask, grid, or DOE, does not have to be installed for every new pattern. The intermediate image can be continuously varied by adjusting the beam splitters and mirrors.

The method has certain limitations due to the accuracy of imaging and the lens diameter. For very large intra-beam angles, the beams will strike the edge or side of the lens, making it impossible to obtain a clean image. A disadvantage of this method is that some energy is not used for patterning because of blocking a part of the laser spot by the mask.

3.2. Stitching

To quantify the quality of the proposed method and compare it to the former one, several spots with good alignment were stitched

together on a steel sample. Subsequently, the edge areas of the steel samples, which were manufactured by using the original process, were compared in detail with those of the hybrid method. Fig. 7 presents an overview of the surfaces: the former method is on the left side and the proposed method is on the right side.

It is clearly visible from Fig. 7 that the inhomogeneities and areas with artifacts are significantly reduced by the proposed method of imaging.

3.3. Details of comparison

3.3.1. Horizontal stitching

Fig. 8 shows an LSM close-up of the boundary of vertical interference lines connected along the lines. The micrographs on the left correspond to the case of the mask (B) directly in front of the sample, while the right side to that of the mask at position (C). The area of unwanted heat affected material exists from 100 to 160 μm when processed by the earlier laser interference application method.

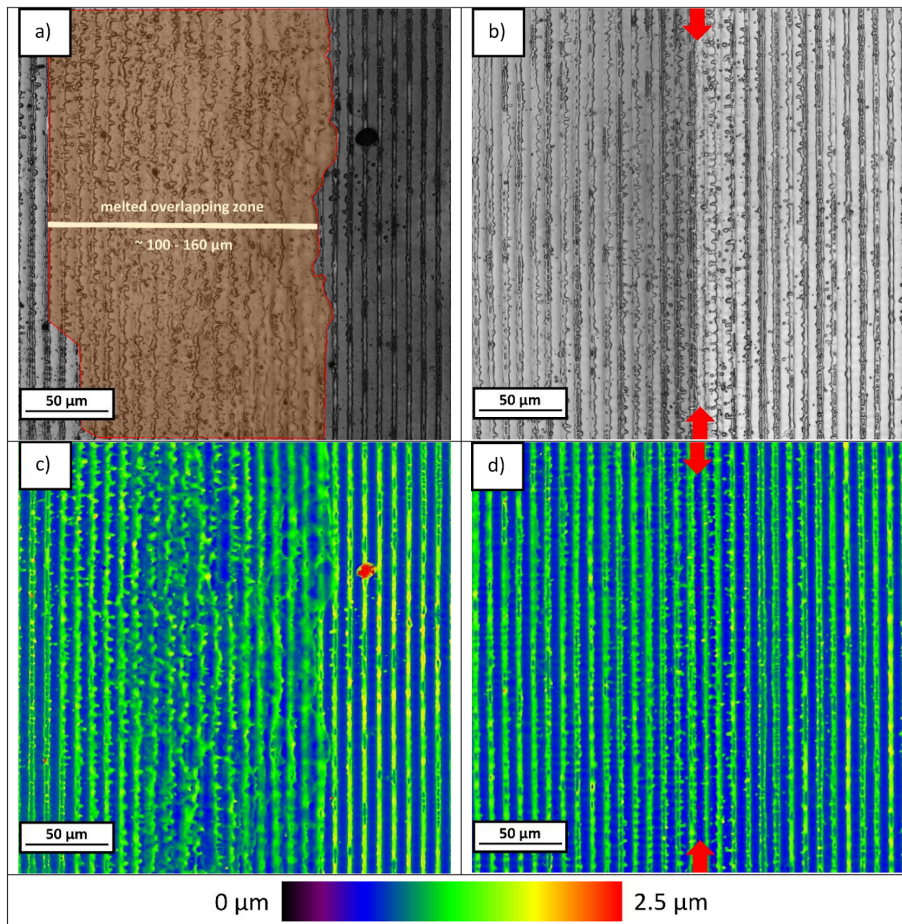


Fig. 8. These LSM micrographs show the boundary of two horizontally aligned spots with a line-like pattern. Micrographs (a) and (b) show the reflected light intensity profile, micrographs (c) and (d) show a false color height profile. Left (a) and (c) are the images obtained by using the conventional DLIP procedure. Right (b) and (d) are the images obtained by using the hybrid method. The shaded area bounded by red (micrograph a) shows an unwanted heat affected area of the overlap zone resulting from conventional DLIP. In contrast, a corresponding border zone (between the red arrows) is not manifested in the micrograph of the sample resulting from the hybrid method (micrographs b and d). (For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

6. Einbezogene Veröffentlichungen

In contrast, the results of mask imaging by the proposed modified DLIP show no diffraction effects, thereby the border between the spots is not clearly visible. Nevertheless, the laser melt droplet is formed in the opposite direction, thus it is still possible to identify the boundary between spots in the surface micrographs.

3.3.2. Vertical stitching

Fig. 9 illustrates an LSM close-up of the boundary of vertically stacked laser interference spots which is perpendicular to the lines. Micrographs of the left are of the sample in the case of the mask being directly in front of the sample (B), and those on the right are of interference in the in free space projected on to the sample with the mask

(C). The diffraction effects in the width range of 66–190 μm (the exact range is difficult to determine) can be seen on the spots by using the former method, and here also, no diffraction effects are discernable on the patterns produced using the present method. The boundary is recognizable here, since the material is melted by the nanosecond laser and the melt fronts of the different spots flow towards each other, which produces a narrow edge less than 1 μm between the interference spots. The negligible nonuniformities lead to an almost seamless transition of the line structures. This increases the possibility to control contact resistance and friction properties and to simulate surface properties.

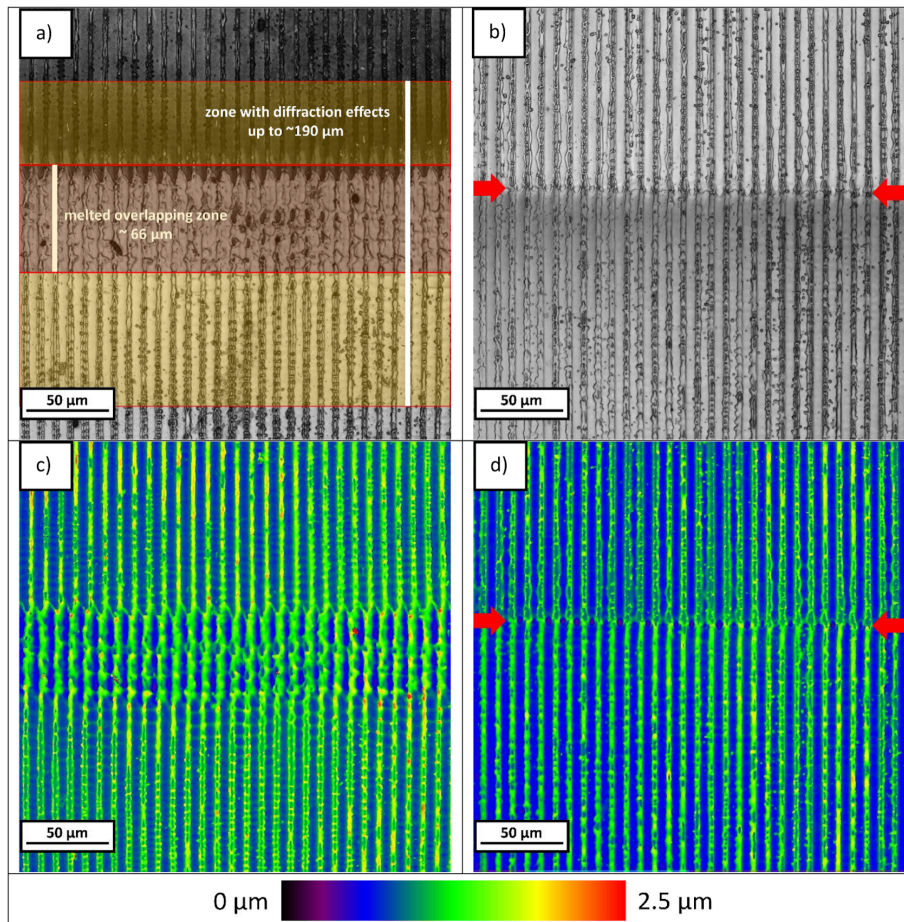


Fig. 9. These LSM micrographs show the boundary of two vertically aligned spots with a line-like pattern. Micrographs (a) and (b) show the reflected light intensity profiles, micrographs (c) and (d) show false color height profiles. Left (a and c) are the images obtained by using the conventional DLIP procedure. Right (b and d) are the images obtained by using the proposed hybrid method. Overlay artifacts in the area shaded brown and bounded by red and the diffraction artifact in the two orange areas bounded by red, are clearly visible (micrograph a). The area marked in brown (picture a) shows the area where patterning artifacts occur in the overlap zone as obtained using the conventional setup. With the hybrid setup, no diffraction artifacts are apparent, and furthermore, the dividing line between the two spots (between the red arrows) is barely visible. (For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

What is noticeable when comparing the two stitched spots is that the lines of the topography maxima have many holes or are split above the border, while the lines of the lower spot are largely closed. In the case of the split maxima, the energy was locally too low. This is caused by fluctuations of the laser beam profile and is not due to the imaging process. These fluctuations can easily be avoided by upgrading the beam source. In summary, the intermediate step of imaging in air shows advantages over the traditional direct laser interference patterning setup. The minimum width of the regions where the pattern is distorted at the boundaries shows a reduction of the error by more than 99%, as listed in Table 1.

Table 1

Estimation of the width of the area exhibiting patterning artifacts in the juxtaposition of interference spots. Areas exhibiting patterning artifacts are reduced by more than 99%.

Patterning Artifact	Conventional DLIP (μm)	Hybrid Method (μm)
Horizontal	100–160	<1
Vertical	66	<1
	190 (diffraction zone included)	

It should be kept in mind that the area of patterning artifacts in the old procedure is not a fixed size. The range is determined among the used material and other things by the distance between the mask and the sample. Therefore, such artifacts cannot be completely mitigated. Except when mask and sample are brought into direct contact. But then, it would not be possible to stitch the surface with individual spots. The imaging method, on the other hand, achieves exactly this. The plane of the mask is projected directly onto the surface. Furthermore, the interference image can be mapped to almost any surface, which allows even complex objects to be structured homogeneously.

The main advantage of this process can be compared to the traditional DLIP process. It is possible to design homogeneous patterns over a large area with significantly less artifacts. The remaining artifacts, which are the results of stitching side by side perpendicular to the line direction, cannot be eliminated completely. Because of the long pulse duration of the nanosecond laser, the material melts and naturally flows into the area of the former spot, producing a small thermally influenced zone less than $1\ \mu\text{m}$ wide. This could be eliminated by the use of ultrashort pulse lasers.

4. Conclusions

In this study, it has been demonstrated that it is possible to generate homogeneous, nearly deviation-free spots by utilizing a setup combining imaging and simple two-beam interference. The method is applicable even to a relatively inhomogeneous and low-cost nanosecond laser beam source and is capable of generating a uniform structure over a large surface area. Such results can normally only be achieved by using alternate beam sources in the ultrashort pulse range.

The advantage of the hybrid method is the simplicity with which homogeneity is achieved. The beam source does not have to be of high quality and moreover, expensive DOEs, prisms, and phase masks, which must be matched perfectly to each other and in some cases the laser beam, are not required.

The limiting factor in terms of the structural period and type of pattern is the imaging lens. If the lens diameter is too small or the quality of the lens is poor, aberrations may occur, which affect the resulting surface structure. As mentioned previously, the lens, mask and object must be positioned accurately.

Another advantage is that a real intermediate image, and not the shadow of an element such as a phase mask or grid, is projected. These elements are subject to degradation due to the high energy density of the nanosecond laser. In addition, the intermediate image can be

continuously adjusted by the arrangement of beam splitters and mirrors. This means that a new mask does not have to be acquired for every new application, which reduces the costs.

The mask, which defines the edges of the interference fringes, can take any shape, such as a honeycomb, rhombus or rectangle, and it is easy to replace in case of damage.

By using better beam sources, for example, a top-hat profile, it is possible to further improve the quality. The interference spot size can be increased, and thus, the speed of surface structuring can be further increased. Furthermore, this method is not limited to nanosecond lasers, in principal, it is possible to extend the approach to picosecond and femtosecond lasers, in which beam splitting can be performed by using a diffractive optical element (DOE) instead of a beam splitter.

The method provides a desirable alternative for applications requiring high surface quality over a large area but requiring the ability to quickly and cheaply machine a large variety of patterns.

Acknowledgements

The present work is supported by funding from the German Research Foundation (DFG, project: MU 959/30-1).

Appendix A. Supplementary material

Supplementary data to this article can be found online at <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.105918>.

References

- [1] I. Etsion, E. Sher, Improving fuel efficiency with laser surface textured piston rings, *Tribol. Int.* 42 (4) (2009) 542–547.
- [2] S. Schreck, K.H. Zum Gahr, Laser-assisted structuring of ceramic and steel surfaces for improving tribological properties, *Appl. Surf. Sci.* 247 (1–4) (2005) 616–622.
- [3] S. Rung, et al., Possibilities of dry and lubricated friction modification enabled by different ultrashort laser-based surface structuring methods, *Lubricants* 7 (5) (2019) 43.
- [4] T. Stark, S. Alamri, A.I. Aguilar-morales, T. Kiedrowski, A.F. Lasagni, Positive effect of laser structured surfaces on tribological performance, *J. Laser Micro/Nanoeng.* 14 (1) (2019).
- [5] J. Li, W. Wang, X. Mei, X. Sun, A. Pan, The formation of convex microstructures by laser irradiation of dual-layer polymethylmethacrylate (PMMA), *Opt. Laser Technol.* 106 (2018) 461–468.
- [6] V. Zorba, et al., Making silicon hydrophobic: wettability control by two-lengthscale simultaneous patterning with femtosecond laser irradiation, *Nanotechnology* 17 (13) (2006) 3234–3238.
- [7] Y. Lu, et al., Biomimetic surfaces with anisotropic sliding wetting by energy-modulation femtosecond laser irradiation for enhanced water collection, *RSC Adv.* 7 (18) (2017) 11170–11179.
- [8] J.T. Cardoso, S. Alamri, F. Cordovilla, A.F. Lasagni, J.L. Ocaña, Superhydrophobicity on hierarchical periodic surface structures fabricated via direct laser writing and direct laser interference patterning on an aluminium alloy superhydrophobicity on hierarchical periodic surface structures fabricated via direct laser, *Opt. Lasers Eng.* 111 (August) (2018) 193–200.
- [9] A. Pan, W. Wang, X. Mei, K. Wang, X. Yang, Rutile TiO₂ flocculent ripples with high antireflectivity and superhydrophobicity on the surface of titanium under 10 ns laser irradiation without focusing, *Langmuir* 33 (38) (2017) 9530–9538.
- [10] A.H.A. Lutey, et al., Towards laser-textured antibacterial surfaces, *Sci. Rep.* 8 (1) (2018) 10112.
- [11] L. Müller-Meskamp, et al., Efficiency enhancement of organic solar cells by fabricating periodic surface textures using direct laser interference patterning, *Adv. Mater.* 24 (7) (2012) 906–910.
- [12] D.J. Ehrlich, J.Y. Tsao, *Laser Microfabrication: Thin Film Processes and Lithography*, Elsevier, 1989.
- [13] J. Neumann, K.S. Wiekling, D. Kip, Direct laser writing of surface reliefs in dry, self-developing photopolymer films, *Appl. Opt.* 38 (25) (1999) 5418–5421.
- [14] A.F. Lasagni, T. Roch, J. Berger, T. Kunze, V. Lang, E. Beyer, To use or not to use (direct laser interference patterning), that is the question, *SPIE* 9351 (2015) 935115.
- [15] Y. Nakata, Interference laser processing, *Adv. Opt. Technol.* 5 (1) (2016) 29–38.
- [16] J. Ihlemann, J.H. Klein-Wiele, J. Bekesi, P. Simon, UV ultrafast laser processing using phase masks, *J. Phys. Conf. Ser.* 59 (1) (2007) 449–452.
- [17] P. Simon, J. Ihlemann, Ablation of submicron structures on metals and semiconductors by femtosecond UV-laser pulses, *Appl. Surf. Sci.* 109 (110) (1997) 25–29.
- [18] M.C. Marconi, P.W. Wachulak, Extreme ultraviolet lithography with table top lasers, *Prog. Quant. Electron.* 34 (4) (2010) 173–190.
- [19] J. de Boor, N. Geyer, U. Gösele, V. Schmidt, Three-beam interference lithography:

6. Einbezogene Veröffentlichungen

B. Lechthaler, et al.

- upgrading a Lloyd's interferometer for single-exposure hexagonal patterning, *Opt. Lett.* 34 (12) (2009) 1783–1785.
- [20] F. Mücklich, A. Lasagni, C. Daniel, Laser interference metallurgy - periodic surface patterning and formation of intermetallics, *Intermetallics* 13 (3–4) (2005) 437–442.
- [21] J.G.A.B. Simões, R. Riva, W. Miyakawa, High-speed laser-induced periodic surface structures (LIPSS) generation on stainless steel surface using a nanosecond pulsed laser, *Surf. Coat. Technol.* 344 (2018) 423–432.
- [22] C. He, K. Vannahme, A. Gillner, High-efficiency sub-micrometer multi-beam interference structuring for large-scale surface using ultrashort laser pulses, *J. Laser Micro/Nanoeng.* 14 (1) (2019) 95–99.
- [23] A.I. Aguilar-Morales, S. Alamri, T. Kunze, A.F. Lasagni, Influence of processing parameters on surface texture homogeneity using Direct Laser Interference Patterning, *Opt. Laser Technol.* 107 (2018) 216–227.
- [24] A.Y. Vorobyev, C. Guo, Direct femtosecond laser surface nano/microstructuring and its applications, *Laser Photo. Rev.* 23 (2012) 1–23.
- [25] J. Bonse, J. Krüger, S. Höhm, A. Rosenfeld, Femtosecond laser-induced periodic surface structures, *J. Laser Appl.* 24 (4) (2012) 042006 <http://lia.scitation.org/doi/10.2351/1.4712658><https://doi.org/10.2351/1.4712658>.
- [26] M. D'Alessandria, A. Lasagni, F. Mücklich, Direct micro-patterning of aluminum substrates via laser interference metallurgy, *Appl. Surf. Sci.* 255 (5(2)) (2008) 3210–3216.
- [27] A.F. Lasagni, *Advanced Design of Periodical Structures by Laser Interference Metallurgy in the Micro/Nano Scale on Macroscopic Areas*, PHD Universität des Saarlandes, 2006.
- [28] M. El-khoury, B. Voisiat, T. Kunze, A.F. Lasagni, Utilizing fundamental beam-mode shaping technique for top-hat laser intensities in direct laser interference patterning, *J. Laser Micro Nanoeng.* 13 (3) (2018) 268–272.
- [29] L. Kogut, K. Komvopoulos, Electrical contact resistance theory for conductive rough surfaces, *J. Appl. Phys.* 94 (5) (2003) 3153–3162.
- [30] C. Gachot, et al., Dry friction between laser-patterned surfaces: Role of alignment, structural wavelength and surface chemistry, *Tribol. Lett.* 49 (1) (2013) 193–202.



Björn Lechthaler is a doctoral candidate at the chair of Functional Materials at Saarland University. After his Diploma in Physics he currently works on surface texturing with laser in the nano and ultrashort pulse range, mathematical homogeneity analysis of periodic surface pattern. As well as the investigation and manipulation of the development of laser-textured surfaces in tribological contact.



Tobias Fox works as a student assistant at the Chair of Functional Materials at Saarland University (Germany) since 2015. In 2016 he wrote his bachelor thesis describing and analyzing the imaging interference setup discussed in this paper. Since 2016 he studies the international master programme AMASE in Saarbrücken and Barcelona and is scholarship holder of the “Deutschlandstipendium” since 2017.



Sebastian Slawik is a doctoral candidate at the chair of Functional Materials at Saarland University. After his diploma in Materials Science he currently works on mechanical surface treatments and corresponding microstructure modifications within the Advanced Surfaces group and is responsible for the X-Ray Diffraction Laboratory. His special interest goes into the process of laser peening.



Frank Mücklich heads the Institute for Functional Materials at Saarland University. His research focuses on 3D microstructural research on the micro-, nano- and atomic scale, surface functionalization by interfering laser beams and the development of new metallic structural and functional materials. He has more than 400 scientific publications, 12 patents and is editor of the journal “Practical Metallography - Preparation, Imaging and Analysis of Microstructures”. Prof. Mücklich was appointed as Fellow of the American Society for Materials (ASM), elected into the German Academy of Engineering Sciences (ACATECH) and is currently also President of the German Materials Society (DGM).

II. Objective homogeneity quantification of a periodic surface using the Gini coefficient

Björn Lechthaler¹, Christoph Pauly¹, und Frank Mücklich¹

¹Lehrstuhl für Funktionswerkstoffe, Fachrichtung Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, Universität des Saarlandes, Campus D33, 66123 Saarbrücken, Deutschland

Veröffentlicht in „**Scientific Reports**“

Online zugänglich unter: <https://doi.org/10.1038/s41598-020-70758-9>

Eigene Beiträge:

- Erdachte das vorgestellte Konzept und plante die Durchführung
- Probenpräparation
- Lasertexturierung
- Oberflächensimulation
- Laserscanningmikroskop – Aufnahmen und Auswertung
- Fouriertransformationen
- Schrieb das Mapleprogramm und führte die Berechnungen aus
- Origin Auswertung
- Diskussion der Ergebnisse
- Schrieb das Manuskript und erstellte die Grafiken



OPEN

Objective homogeneity quantification of a periodic surface using the Gini coefficient

Björn Lechthaler[✉], Christoph Pauly & Frank Mücklich

The significance of periodic surface structuring methods, such as direct laser interference patterning, is growing steadily. Thus, the ability to objectively and consistently evaluate these surfaces is increasingly important. Standard parameters such as surface roughness or the arithmetic average height are meant to quantify the deviation of a real surface from an ideally flat one. Periodically patterned surfaces, however, are an intentional deviation from that ideal. Therefore, their surface profile has to be separated into a periodic and a non-periodic part. The latter can then be analyzed using the established surface parameters and the periodic nature allows a quantification of structure homogeneity, e.g. based on Gini coefficient. This work presents a new combination of established methods to reliably and objectively evaluate periodic surface quality. For this purpose, the periodicity of a given surface is extracted by Fourier analysis, and its homogeneity with respect to a particular property is determined for the repeating element via a Gini analysis. The proposed method provides an objective and reliable instrument for evaluating the surface quality for the selected attribute regardless of the user. Additionally, this technique can potentially be used to both identify a suitable surface structuring technique and determine the optimal process parameters.

Processes with periodic surface modifications, such as lithography and Direct Laser Interference Patterning (DLIP), are becoming steadily more important. These methods make it possible to design the topography of workpieces over a large area at the micrometer scale and thus change the properties of a system. This results in a wide range of applications.

For example, it is possible to control the wettability^{1–4}, to increase the efficiency of solar cells^{5–7}, to decrease the contact resistance of electrical connectors⁸, or to improve the tribological^{9–12} and the antibacterial performance¹³.

The periodically modified surface consists of repeating cells, which in the optimal case all have the same property. In reality, there will always be deviations between the individual components due to material and process errors. This means that the surface will never be absolutely homogeneous and imperfections can impair the desired application. Therefore, the ability to objectively evaluate these surfaces becomes critical for process control.

Standard surface values such as roughness or average height are not suitable for this purpose. By definition, they are only sensitive to average variations in the amplitude of the surface heights and not on how the heights are distributed on the surface, which is a critical parameter of periodic surfaces¹⁴. This is because these parameters were developed to quantify the deviation of a real surface from an ideally flat one. Periodically patterned surfaces, however, are an intentional deviation from the ideally flat surfaces, which renders standard surface parameters alone useless for their description.

Thus, other methods are required to determine the homogeneity of a surface:

One method, for example, is based on the idea that, on a homogeneous surface, it should not matter how this surface is partitioned. The means and variances of a variable should be independent of the size and shape of a segment. The homogeneity is then examined by dividing the area sequentially and classifying the real differences in the distribution of the parameters using a chi-square test^{15,16}. The problem is that this can only work on random surfaces without a preferred spatial direction. For periodic surfaces, the calculated variables will always depend on the size and shape of the segments, so that this procedure cannot be easily applied.

Another possibility is to study the spatial variance of the surface parameters. In the work of A.I. Aguilar-Morales et al.¹⁷ the homogeneity of a laser-patterned with line-like structures is evaluated by analyzing the

Department of Materials Science & Engineering, Institute for Functional Materials, Saarland University, Campus D3.3, 66123 Saarbrücken, Germany. ✉email: b.lechthaler@mx.uni-saarland.de

height fluctuations calculated for arbitrary 1D extractions perpendicular to the lines of the 2D surface profile. This is used to calculate the mean structure height (R_c) and the data dispersion by its standard deviation (SD). Homogeneity is now rated by the ratio between the terms SD and R_c .

This method shows potential for line patterns. With complex periodic patterns, however, it is difficult or even impossible to objectively determine a representative line profile. Depending on user choices, the calculation will yield different results. This applies in particular to surfaces with disturbances.

In addition to mathematical analysis methods, some periodic surfaces also allow an experimental investigation of homogeneity. In the work of Simões et al.¹⁸ the homogeneity of a periodic line pattern is experimentally investigated. For this purpose, the structured surface is irradiated with white light, and the intensity of the reflected blue light with the wavelength λ is measured at a fixed angle α . The surface behaves like a reflection grating only if the line spacing (g) satisfies the condition:

$$\sin(\alpha) = \lambda/g \quad (1)$$

This leads to constructive interference and makes it possible to measure the intensity of the diffracted light. In case of inhomogeneities, the condition is not perfectly fulfilled, and intensity decreases below the angle α .

The procedure is only applicable for patterns with suitable surface periods. Furthermore, the diffraction pattern of complex surface periods is very complex and not easy to measure. Additionally, the type of inhomogeneities cannot be specified.

All these methods have in common that they can be used to evaluate the homogeneity in principle, but usually only for particular properties and only for simple patterns. In addition, they are often not completely objective and reproducible because of the use of a manually chosen “representative” cross-section.

In order to solve these problems, the approach mentioned by Rossi et al.¹⁹ should be pursued further. They showed that the homogeneity of alloy microstructures can be evaluated by means of a Gini coefficient, a measure that is usually used in economy. In the outlook, the potential for surface analysis of this technique was demonstrated with a very simple example. A manually selected line profile perpendicular to the lines of a periodic line-like pattern was selected and divided into sections by manually labeling the local maxima and minima based on the known periodicity. Based on this manual segmentation homogeneity of the line profile was calculated by means of Gini coefficient. However, this manual and subjective approach cannot be transferred to general periodic surfaces in the presented way because it relies on the user to recognize the periodicity and label the maxima and minima correctly.

The aim of this research is to find a universal solution for any periodic surface containing regularly recurring elements by developing a modular procedure. To this end, a concept from crystallography is adopted. A crystal can be considered to be composed of a lattice and a motif. The former is a pure mathematical description of the translational symmetry while the latter is the actual structural element that is placed on the lattice points (e.g. an atom, an ion, or even a molecule). The translational symmetry and therefore also the periodicity of the structure can be readily extracted by Fourier transform which yields the reciprocal space representation of the crystal. If we consider a periodic surface structure to be the crystal, a Fourier transform of a height-encoded surface image can be used to quantify its periodicity. The surface can then be decomposed into segments of a size related to the periodicity and attributes of the individual segments can be determined. Finally, the homogeneity of these attributes is calculated with an unequal distribution metric. Note that the obtained periodicity does not depend on the actual shape of the characteristic surface element (e.g. lines, circles, triangles, etc.)

Methods and materials

The homogeneity will be calculated by using the Gini coefficient as an inequality metric. Therefore, the theoretical background of the Gini analysis is first explained in detail. Subsequently, a description of the experimental procedures follows.

Theoretical background of the Gini coefficient. The Gini coefficient is an established inequality metric used in the economy to evaluate wealth distributions. In the following, the technique will first be explained in general and then demonstrated where the potential but also the difficulty in the evaluation of periodic surfaces lies.

To develop a suitable surface analysis method, the definition of homogeneity proposed by Rossi et al.¹⁹ must be reiterated, and its applicability to periodic surfaces determined. The concept of homogeneity has been defined as follows:

“The homogeneity (H) of a system is the similarity of its components considering a given attribute y .”

Referring to the definition, in this work the surface to be examined is considered the system, the repeating surface structures (i.e. the individual segments) are termed the components; and the property whose homogeneity is to be determined is named the attribute.

The Gini coefficient G is a measure of inequality distribution that can assume a value between 0 and 1^{20,21}. Here, 0 stands for completely equal distribution, and 1 represents completely unequal distribution. In economy, this means that everyone has the same wealth or all the wealth is in the possession of a single person, respectively.

If unequal distribution is equivalent to inhomogeneity, the homogeneity H can be simply calculated as:

$$H = 1 - G \quad (2)$$

The computed homogeneity is always related to a particular attribute and can only be compared with respect to that particular property. All properties with non-negative values can be used as attributes for this purpose

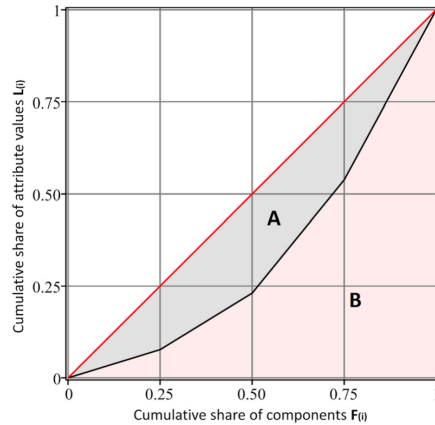


Figure 1. An example of the discrete Lorenz curve. The red line depicts the ideal equal distribution of each attribute with the same value for each component. The black line depicts the real distribution of a system. The Gini coefficient is calculated as the ratio of area A to the sum of areas A and B (A + B).

(for example, surface roughness, peak-to-valley (PV) distance, or the distance between individual maxima, but not surface skewness).

For both discrete and continuous distributions, G can be calculated using a Lorenz curve, which is a graphical representation of a probability distribution that visualizes relative frequency²¹. Because the main goal of this work is to analyze real measured values, only the discrete case are discussed therein²². As described in detail in the previously mentioned paper, the calculation is performed as follows. First, the system is divided into n components of equal size. After that, the attribute $y_i \geq 0$ is determined for each component i . The calculated values are then sorted in ascending order $y_1 \leq y_2 \leq \dots \leq y_n$.

Using the average value $\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i$ of the attributes y_i , the cumulative share of the i th attribute can be calculated as:

$$L_i = \frac{1}{n\bar{y}} \sum_{j=1}^i y_j \tag{3}$$

With $L_0 = 0$ and $L_n = 1$. In the resulting plot of the Lorenz curve (Fig. 1), the ordinate represents the cumulative part L_i of the attribute y_i , while the abscissa denotes the cumulative share F of the components calculated using the following formula:

$$F_i = \frac{i}{n} \tag{4}$$

The red line represents a completely uniform distribution, which corresponds to absolute homogeneity with equal values of all attributes. The black line denotes the real case whose deviation from the perfect homogeneity draws it closer to the abscissa.

The Gini coefficient can then be calculated as the ratio of area A to the total area under the red line A + B:

$$G := \frac{A}{A + B} \tag{5}$$

Because $A + B = \frac{1}{2}$, it follows that:

$$G = 1 - 2B \tag{6}$$

The area under the Lorenz curve can be easily calculated numerically:

$$B = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n (F_i - F_{i-1})(L_i + L_{i-1}) \tag{7}$$

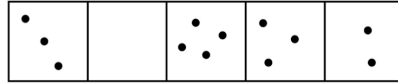


Figure 2. In this example, the entire area (the system) is divided into 5 subsections (components (n)), which contain different numbers of dots (attribute (y)).

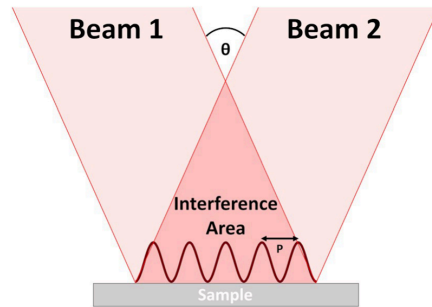


Figure 3. Two overlapping coherent laser beams that produce an intensity distribution, $\sim \sin^2$, which periodically melts the surface and creates a line-like pattern.

Combining (6) and (2), the homogeneity can be determined as a function of the attribute y :

$$H_Y = \sum_{i=1}^n (F_i - F_{i-1})(L_i + L_{i-1}) \quad (8)$$

After inserting (3) and (4) in (8), the following expression for H_y is obtained:

$$H_Y = \frac{2}{n^2 y} \left(\sum_{i=1}^n (n+1-i)y_i \right) - \frac{1}{n} \quad (9)$$

Thus, the homogeneity of a particular attribute can be determined from its values (y_i) and their total number (n). An overall homogeneity H can be defined for different attributes z, y, x, \dots etc. of the same system, as follows¹⁹:

$$H_{total} = H(z) \cdot H(y) \cdot H(x) \cdot \dots \quad (10)$$

It should be noted that from a physical point of view, it is difficult to interpret the obtained results when the number of attributes is high. In this case, it is more reasonable to directly compare individual attributes. To ensure comparability in specifying the homogeneity of a system, it must always be stated with respect to which attributes the parameter is defined.

To illustrate this principle, the following example is considered. Figure 2 shows five boxes filled with different numbers of dots. The five boxes represent the five components of the system. The number of dots corresponds to the attribute of the specific component. The homogeneity of the filled boxes is calculated as follows. In the first step, prerequisite conditions are verified. The number of dots that fill a box represent an attribute with $y_i \geq 0$, and sorting the filled sections by size yields $y_1 = 0, y_2 = 2, y_3 = 3, y_4 = 3$, and $y_5 = 4$. Using Eq. (5), the homogeneity value of 0.7 is obtained. For the distribution with $y'_1 = 2, y'_2 = 3, y'_3 = 3, y'_4 = 3$, and $y'_5 = 4$, a value of 0.83 is calculated, which corresponds to a greater degree of homogeneity.

The Gini analysis was performed as described with a self-written code in Maple (Maplesoft).

Experimental implementation. Samples with periodic surfaces are created using the Direct Laser Interference Patterning (DLIP) process. A coherent (ultra-)short pulsed laser beam is split and overlaid under a certain angle between 0° and 180° to form an interference pattern on the sample surface. Depending on the number of beams and angles, different periodic intensity distributions can be generated. In the simplest case, a periodic line-like pattern is obtained from two-beam interference if an appropriate laser pulse energy density is chosen (Fig. 3). The distance between the maxima, i.e. the periodicity P of the surface, can be calculated using Eq. (11). Under practical conditions (angle, wavelength, and type of laser system), periods between 0.5 and 30 μm can be achieved. A general overview of different methods to realize the procedure can be found here²³.

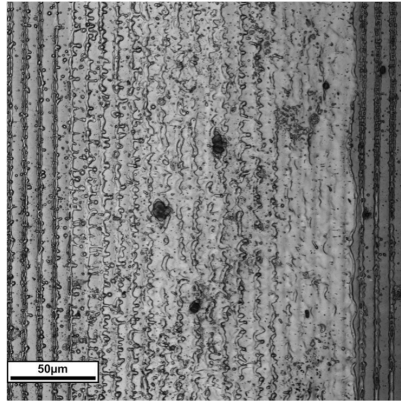


Figure 4. An intensity image of an inhomogeneous laser-textured steel surface obtained with a confocal laser-scanning microscope. The underlying periodic structure is clearly visible.

$$P = \frac{\lambda}{2 \cdot \sin \frac{\theta}{2}} \quad (11)$$

The first set of samples was structured using a nanosecond laser (Quanta Ray PRO 290, Spectra Physics; repetition rate: 10 Hz, pulse duration: 10 ns, wavelength 532 nm). Owing to the resulting interference pattern, high temperature gradients were formed between the minima and maxima, leading to Marangoni convection, which creates a line-like topography²⁴. The energy maxima correspond to the topography minima on the surface and vice versa (details of the utilized method can be found in the study by Mücklich et al.²⁵). In the present work, the described procedure was performed on a stainless steel sample (X5CrNi18-10, Brio Kontrollspiegel GmbH). The structural period as distance between the maxima was 8.8 μm. In order to pattern a surface completely, single shot spots of 1.1 × 1.0 mm² size are stitched together. This results in double and quadruple exposures at edges and corners of individual spots, respectively. As the number of exposures increases, the pattern quality degrades due to multiple melting events. A detailed description of the type of defects that occur can be found here²⁶.

The second set of samples was structured using a picosecond laser (PX200-3-GH, ps-INNOSLAB-Laser, EdgeWave; repetition rate: 10 kHz, pulse duration: 10 ps, wavelength: 1,064 nm). The short pulse duration shifts the laser-matter-interaction away from melting and towards ablation, even under multiple exposure conditions. Further details regarding this procedure can be found in the publication of Bieda et al.²⁷. This method was applied to tungsten discs (purity > 99.95 wt.-%, Plansee) with a diameter of 20 mm and a thickness of 5 mm, which were cut off a rod and polished. The laser structure period was 8.8 μm.

For further analysis, grayscale height profile images of the surfaces were recorded using a confocal laser-scanning microscope (LSM) (OLS4100, Olympus). A 50× objective lens with the numerical aperture NA = 0.95 was used with an optical zoom of 1.1× for each observation. In each case, a data field of 1,024 × 1,024 pixels was recorded with a pixel size of about 0.23 × 0.23 μm², which corresponds to a field of view of about 235 × 235 μm².

To extract the period, a discrete Fourier transformation was performed on the obtained height profiles using the free software "Gwyddion"²⁸. It should be noted that the software only allows pixel-precise filtering of the data for the inner part of the Fourier images. As a result, the frequency analysis was focused on this area. In the examples shown, this has no noticeable influence on the calculated period.

The subsequent calculation of the period and the drawing of the colormap was carried out with Origin (OriginLabs).

Developing a method for homogeneity analysis

The main obstacle to calculate the Gini coefficient for surfaces is the determination of the components. If the previously described procedure is applied to a periodically structured surface (Fig. 4), the challenge of classifying its components objectively and consistently must be addressed. An arbitrary grid (utilized in the previous example as well as in the analysis of microstructures by Rossi¹⁹) is not applicable here because it would produce different results for different positions. It is clear that the periodic structure needs to be accounted for when choosing the components.

In the following, it is explained how the type, position, and size of the periodic pattern can be determined objectively and reproducibly using Fourier analysis, and how the components are specified by this. Furthermore, the conditions that must be fulfilled for the attributes to be evaluated by Gini analysis are also defined.

Specification of surface components. To define the proper segments (components) of the surface that account for its periodicity, Fourier analysis is performed. For this purpose, the height profiles were first

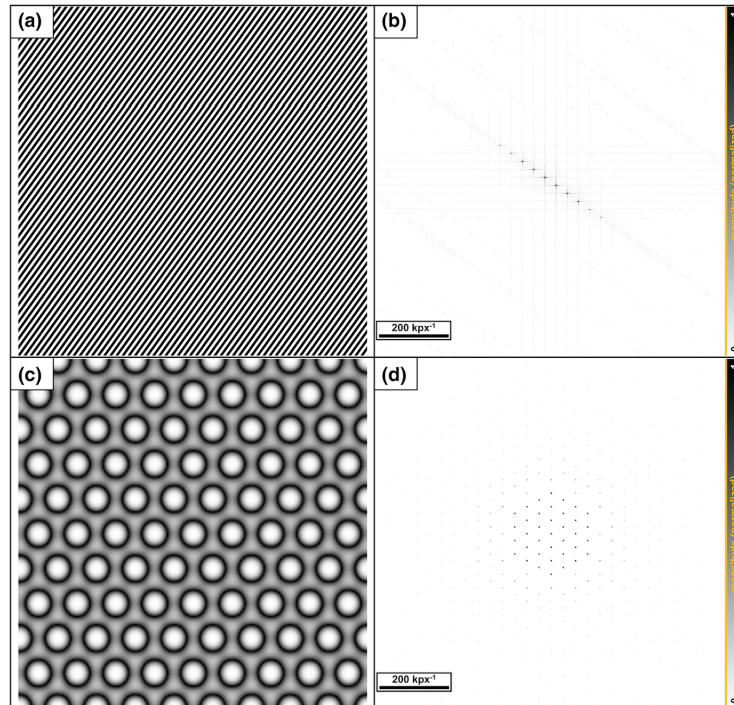


Figure 5. (a) An oblique linear profile with a resolution of $3,543 \times 3,543$ pixel and (b) the corresponding (inverted) Fourier transform (c). A simulated perfect hexagonal surface with (d) the corresponding (inverted) pattern in the Fourier space. Here the original image was reduced to 256×256 pixels (px) before the transformation in order to increase the visibility of the main frequencies.

determined using a confocal laser-scanning microscope. The information obtained in this way was converted into grayscale images, in which the brightest area is represented as the highest one, and the darkest region as the lowest one.

Because the image of a surface is resolved pixel by pixel, discrete Fourier analysis is conducted by converting the image pixels into a matrix. The position of the pixel of line x and column y corresponds to the matrix entry $[x, y]$ with a specific gray value. A two-dimensional (2D) Fourier transformation converts the image into an object in the Fourier or so-called frequency space. The brighter a point, the higher its intensity, and the more often this spatial period (distance) occurs in the real space. Note that the general result of the Fourier transform not depend on the actual scale of the original image. For the sake of representation, inverted images are used in this work.

In addition to the main frequency, higher harmonics with lower intensities can also be observed. Examples using artificially generated images are shown in Fig. 5. The diagonally aligned lines in the local space (Fig. 5a) lead to a distribution in the Fourier space arranged at the same angle (Fig. 5b). Figure 5c below shows a simulated hexagonal structure with a corresponding image in the Fourier space (Fig. 5d). The single maxima often have cross-shaped extensions owing to the rectangular shapes of the pixels (px), which generate additional frequencies.

According to the Bravais classification²⁹, periodic surfaces have repetitive components that can be arranged only in six different patterns (Fig. 6). This includes one 1-dimensional (Fig. 6a) and five 2-dimensional lattices (Fig. 6b-f).

Division procedure example: 1D case. Surface components are represented by the grayscale height-profile image of a laser-textured sample in Fig. 7a. First, a Fourier transform is performed on this image (Fig. 7b). The main frequencies are arranged horizontally. From this it can be deduced that this is a 1-dimensional case (like Fig. 6a) and that the repeating components line up without slope. The next step is the elimination of all frequencies in the Fourier space, except for the domain of the main frequencies including the first few harmonic (denoted by the red points). It should be noted that more harmonics could be included in the calculation. As described in “Experimental implementation”, the reduction is due to limitations of the software used, but this has no negative effect on the result in the examples shown.

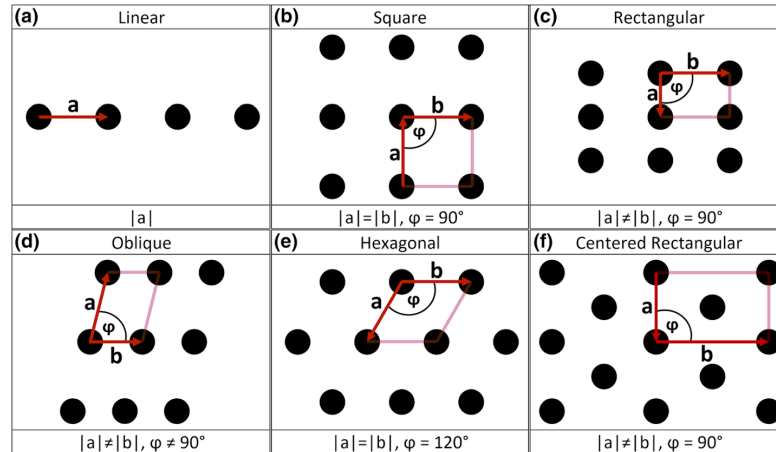


Figure 6. One 1D and five 2D Bravais lattices. Five of these structures are primitive (linear (a), square (b), rectangular (c), oblique (d), and hexagonal (e)). The only non-primitive structure corresponds to the centered rectangular lattice (f).

Because information is contained in one dimension in the linear case, the data can be reduced to a line with a 1-pixel height mask. The filtered image is then transformed back into the real space, which displays only the periodic part of the structure (Fig. 7c). Since all disturbing elements have been removed, an objective classification can be carried out on this reconstructed surface. For this purpose, the position of the peaks is first determined using the integral center of gravity (Fig. 7d). The distance between the peaks $|a|$ is calculated by a simple linear fit of the peak positions (Fig. 7e). This defines the width of the unit cell. In the 1D case, the height of the unit cell is limited only by the image section. If the cells are tilted as shown in Fig. 5a, the individual cells have different heights. To avoid this situation, it is suggested that a cell with a height equal to its width should be selected (this is not mandatory and could also be defined differently).

In principle, the center of the cell can be selected arbitrarily. The surface is always evenly covered by stringing them together. In this study, either the topography maximum or the topography minimum is selected as the center of the unit cell. Finally, the indices of these resulting cells can then be transferred to the original surface data matrix (Fig. 7f) and serve as components for the Gini analysis.

It should be noted that data recording is discrete, but the real period is continuous. So the decomposition will usually not be absolutely perfect. It is therefore recommended to adjust the positioning of the center of the cell to the attribute in order to minimize possible errors.

This approach advantageously allows a division procedure that is unambiguous and independent of the operator, which solves the problem of objective component determination. The described process can be applied to any periodic surface. Similar to the Bravais lattice, unit cells can be produced for each sample to form a basis for the objective and reproducible Gini analysis.

Division procedure example: 2D case. In the following, a subdivision for the 2D case is shown. For this example, the sample surface was artificially created by first digitally enlarging the data of a line pattern, then rotating it by 90° and finally overlaying it with the original data set. This was done by simple addition and averaging of the data per pixel. The result was then plotted as a grayscale height profile (Fig. 8). It is important to note that this and much more complex periodic patterns can be realized with a suitable interference setup for real applications^{30–32}.

The procedure is nearly the same as in the 1D case. First, a Fourier transform is performed on this image. This time the main frequencies are arranged perpendicular to each other and spread over 2 dimensions. For this reason, the main frequencies, including the first few harmonics, have to be filtered on these two axes. The filtered image is then transformed back into the real space, which displays only the periodic part of the structure. The extraction of the period is now done in the directions given by the main frequencies (direction of a and b , Fig. 6c). A cell now has the respective period as height and width and the peak center is located in the middle. In the 2D case, the complete cell is specified so that there are no degrees of freedom as in the 1D case. The indices of these resulting cells can now be transferred to the original surface data matrix and serve as components for the Gini analysis.

Alternatively, the period of the corresponding direction can also be read out by applying a cross-section to the frequency spectrum and determining the dominant frequency by a fit.

Due to the limited resolution of the images, the value determined in this way often has too large a deviation from the real period. It is therefore advisable to use the overlay of a wider frequency range as described above.

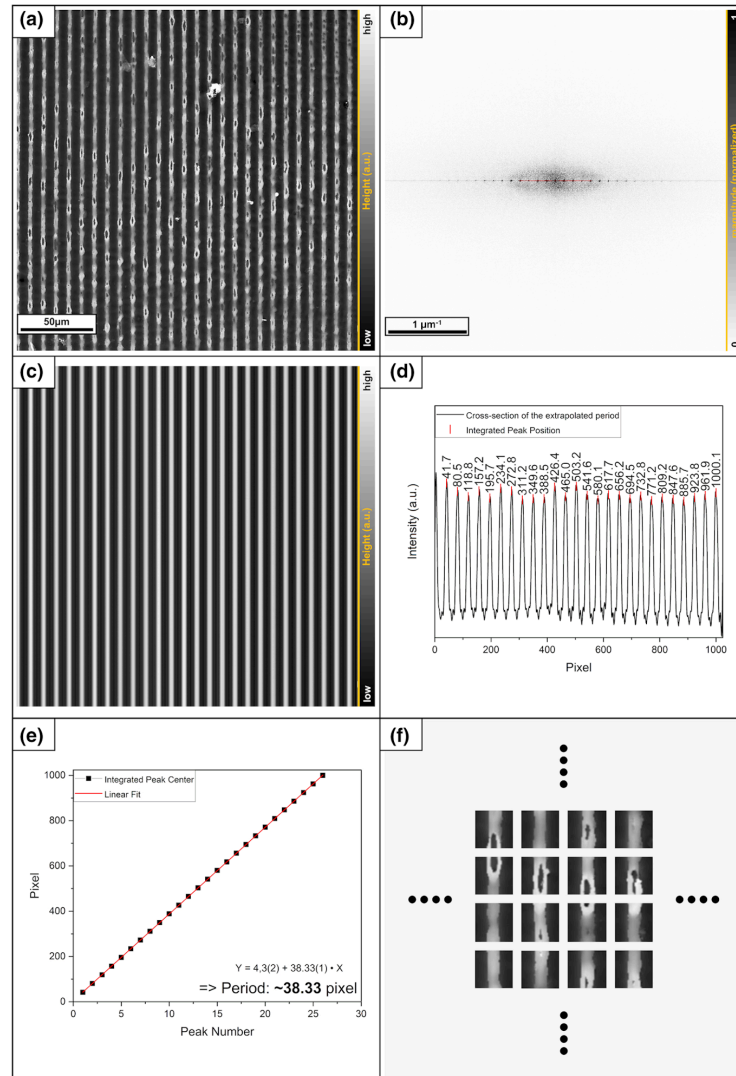


Figure 7. (a) Original LSM surface image, (b) Fourier transformed, everything except the red part will be filtered out (c) reverse transform of the part marked red. (d) Cross section of the reverse transformed imaged including the integrated peak positions. (e) Calculation of the distances between the peaks. (f) An excerpt of the decomposition of the original data with the evaluated results.

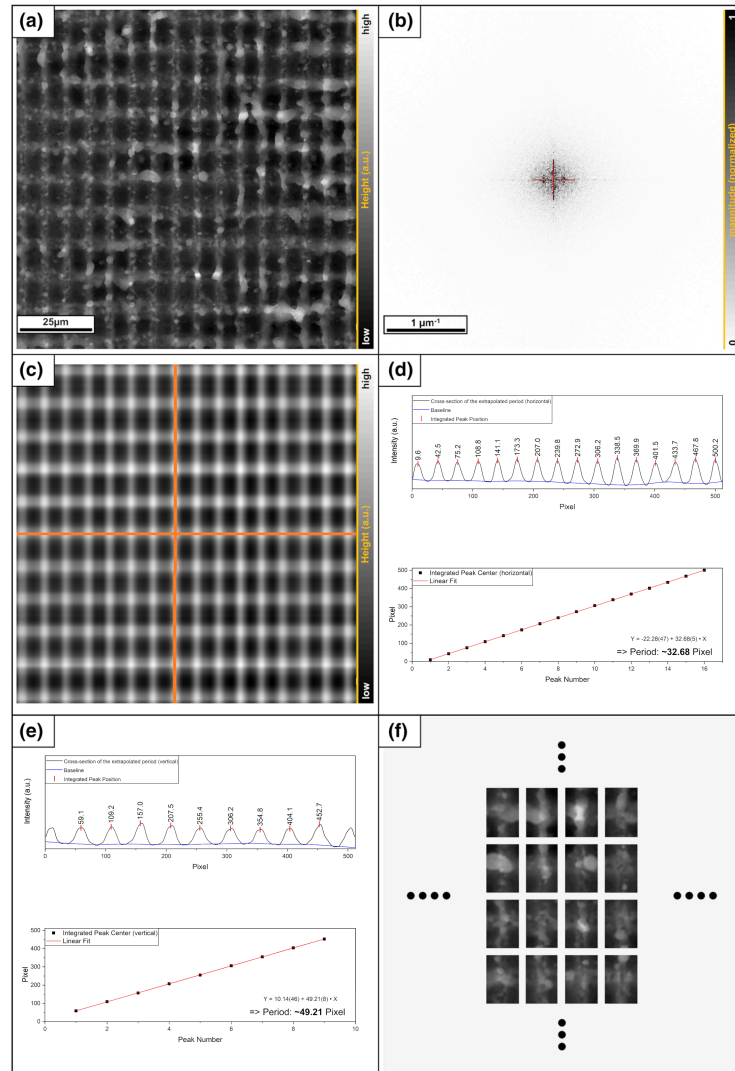
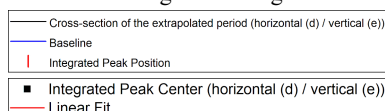


Figure 8. (a) Original grayscale image of a cross pattern (512 × 512 pixel), (b) the Fourier transformed image, the red part contains the main frequencies. (c) Shows the reverse transformed, the orange lines (symmetry axes) mark the positions of the cross-sections for the calculation of the cell size. (d) and (e) The determination of the distance between the components in the respective symmetry axis. (f) An excerpt of the decomposition of the original data with the evaluated results.

Attribute determination. Once the surface components are defined, the attributes must be calculated in the subsequent step (the resulting homogeneity will be applicable to only these attributes). The selected property must not have negative values and must be sortable¹⁴.

In the following sections, periodic laser structures will be investigated, and the surface data will be obtained via a laser scanning microscope. During recording, measurement artifacts can occur in the form of negative or positive spikes. These can falsify the calculation of the attributes severely and must be eliminated first. For this purpose, 3% peak material volume and 3% valley void volume were removed from the surface data. This is achieved using the Abbot–Firestone curve³³. The disturbance spikes have large amplitudes but only a very small



volume and are eliminated in this manner. The principle is shown in Fig. 9 for a better understanding on a 2D cross-section. For this work, these values were calculated for the volume of the component/sample:

The following attributes were selected for the homogeneity analysis (see Fig. 9):

1. Peak-Valley distance (PV):

For this attribute, the center of the unit cell is placed on the topography maxima of the period. Then, 3% peak material volume and 3% valley void volume were calculated and removed separately for each component. Finally, the distance from the plane passing through the highest point to that passing through the lowest point is calculated.

2. Mid-Height (MH):

Here, the center of the unit cell is placed again on the topography maxima of the period. Then, the material ratio is calculated for the entire area, and the lowest 3% is removed. The remaining lowest point is defined as the global minimum.

The mid-height is now calculated as the height of each cell center with respect to the global minimum. The purpose is to distinguish between open and closed topography maxima (see Fig. 7f). It is clear that this value will not detect every hole, but only works approximately.

3. Mid-Depth (MD):

Here, the center of the unit cell is placed on the topography minimum of the period. Then, the material coat is calculated for the entire area and the top 3% is deducted. The remaining highest point is defined as the global maximum.

The Mid-Depth value is now calculated as the distance of each cell center to the global maximum.

Regardless of the chosen attribute, it is imperative to note under which conditions the parameters are recorded. The homogeneity of different systems can only be compared if the values have been determined under equivalent conditions.

In addition, it is useful but not necessary to display the attributes as a location-dependent heatmap. In this manner, the exact locations of the deviations can be visualized, and it can be easier to detect the origin of disturbances.

Results and discussion

In the following sections, the previously developed procedure is tested on real surfaces. For this purpose, two materials were interference-patterned by different methods and subsequently examined to determine their homogeneities with respect to three different attributes.

Surface decomposition and homogeneity analysis. The first sample (Fig. 10) is tungsten processed with the picosecond laser. The period is approximately $8.8 \mu\text{m}$, which yields a corresponding square decomposition of the surface. The first 25×25 cells were used for the evaluation. The color map reveals that the surface of the sample exhibits a relatively high homogeneity ($H_{PV} = 0.928$), but it indicates that a second period is hidden under the main one. This effect results from the manufacturing process. When structuring the sample, the surface is scanned in lanes of $\sim 55 \mu\text{m}$ width. For a homogeneous result, these tracks are partially overlapped. This implies that some areas of the surface are irradiated more than others, leading to slightly stronger ablation. In the studied case, this effect is very small (approximately $0.08 \mu\text{m}$ height difference), so it has a very small effect on the PV distance.

The structure of sample 2 was created by applying a two-beam nanosecond-laser interference to a polished steel surface (Fig. 11). The image shows the center of a single square interference spot of approximately 1 mm^2 . Diffraction effects and other disturbances occur primarily at the edges of the spot; therefore, the displayed area is quite homogeneous. The structure period was $8.8 \mu\text{m}$. The middle 25×25 cells were used for the analysis. The color map displays four extreme values depicted in green and red. A comparison with the original pictures shows melt droplets at these positions. Otherwise, the attribute values are almost identical for different cells, as indicated by the high homogeneity. Note that the chosen attribute (PV distance) is not affected by the cavities in the topographic maxima (see the magnification in Fig. 7f). This finally yields a homogeneity value of $H_{PV} = 0.904$.

The surface depicted in Fig. 12 exhibits the overlap area of four neighboring interference spots on the steel surface produced by the nanosecond laser. The size of the periodic unit is $8.8 \mu\text{m}$. The inner 25×25 cells were used for the calculation. The color map is clearly divided into different zones formed by the four spots. Owing to multiple instances of melting, some areas are flattened; in other areas, the topography maxima are not closed and there are double peaks. In addition, the melting drops are present again. As a result, the PV distance homogeneity is lower than that for the first two samples, $H_{PV} = 0.838$.

The calculated homogeneity values exhibit a consistent pattern: the larger the deviations of the PV distance, the smaller the homogeneity determined for the studied attribute. However, it should not be forgotten that the PV value is the difference between the highest and lowest points of a cell, i.e. the manner in which the material is deformed has no relevance.

The next step is to attempt to illustrate the difference in the shape of the material more clearly. For this, homogeneity analyses are performed once for the Mid-Height (MH) and once for the Mid-Depth (MD). In addition, they demonstrate the flexibility of the described method by selecting a non-standard parameter for evaluation.

First, the Mid-Height for all samples is examined, as in Fig. 13:

Sample 1: Tungsten exhibits a very high homogeneity $H_{MH} = 0.910$ with regard to the Mid-Height attribute; the deviations are primarily explained by the rough oxidized surface. A closer examination of the oxide layer for this type of sample can be found in³⁴.

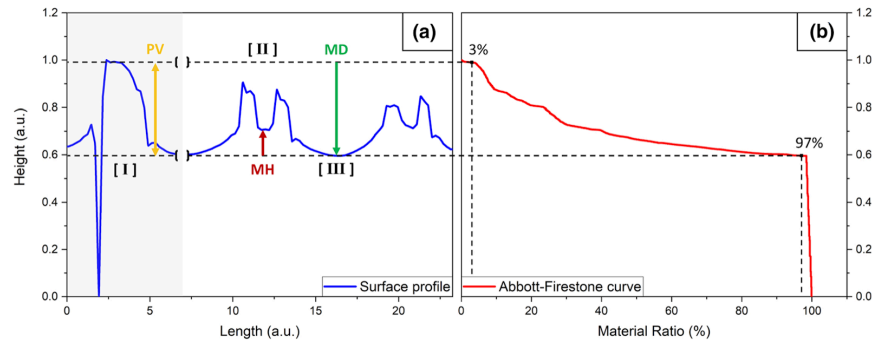


Figure 9. In (a) the cross section for a real profile can be seen in blue. [I] marks a closed peak with a measurement artifact, [II] a disturbed maximum with an open peak and [III] a smooth melted area between two peaks. In (b) the corresponding Abbott-Firestone curve is shown in red. To eliminate spikes, the 3% peak material volume and 3% valley void volume are removed. This is performed globally for the entire sample area for the Mid-Height (MH) and the Mid-Depth (MD) attributes and per component for the peak-valley distance (PV). Note that this is a 2D illustration to explain the principle, but the parameters were calculated in 3D.

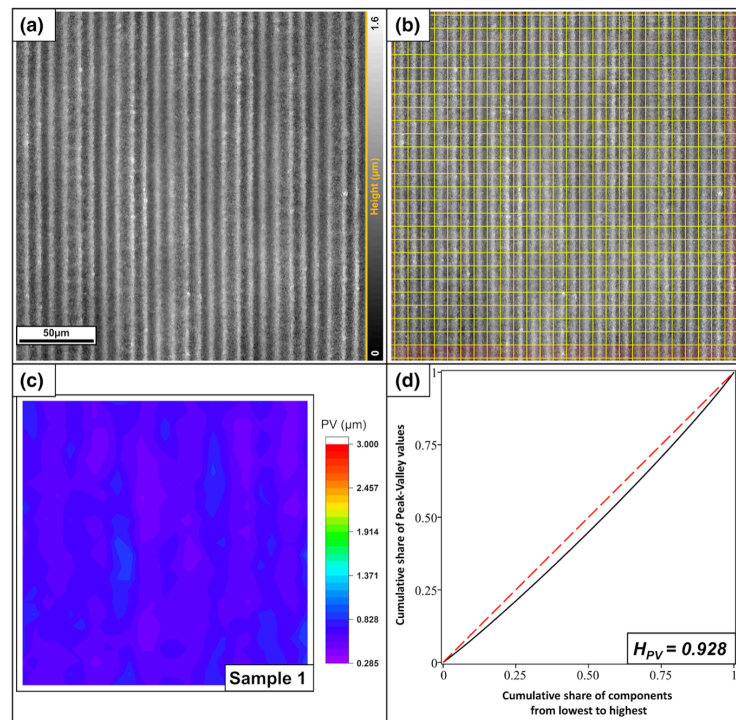


Figure 10. (a) LSM image of a tungsten sample patterned with a picosecond laser. (b) Splitting into the individual components. The red area was not used to calculate the homogeneity. (c) Color map of the PV-values. (d) Gini curve of the PV distances, yielding a homogeneity of $H_{PV} = 0.928$.

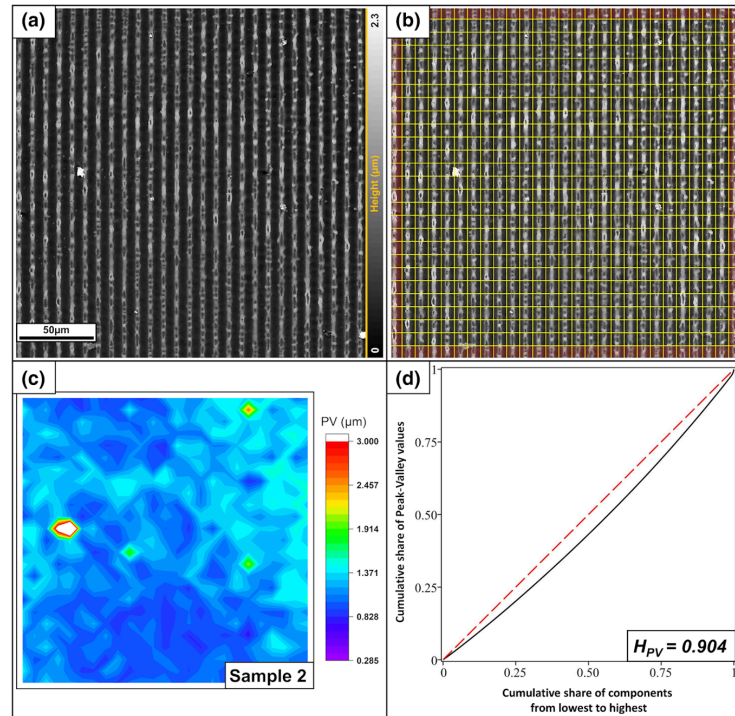


Figure 11. (a) LSM grayscale height profile image of a polished steel sample patterned with a nanosecond laser. (b) Splitting into the individual components. The red area was not used to calculate the homogeneity. (c) Color map of the PV values. The four green/red peaks are caused by melting drops. (d) Gini curve of the PV distances, yielding a homogeneity of $H_{PV} = 0.904$.

Sample 2: The MH values possess a significantly higher variance than the PV values before. A closer look at the LSM grayscale height profile images (in Figs. 7 and 11) indicates that the lines of the topography maxima are not continuous, but rather show cavities, bumps, and melting droplets. This has negligible influence on the PV value but induces a strong reduction in the homogeneity with respect to the Mid-Height, $H_{MH} = 0.752$.

Sample 3: The textured steel surface with overlapping zones shows local areas with slightly homogeneous sections in the individual quadrants. There are areas with constant open or constant closed maxima, as well as completely melted areas. However, over the entire sample, the value varies greatly, yielding a homogeneity value of $H_{MH} = 0.767$.

Finally, the Mid-Depth for all samples is analyzed, as shown in Fig. 14:

Sample 1: Appears relatively homogeneous for the Mid-Depth $H = 0.905$ but is slightly worse than for the Mid-Height. The sample (Fig. 10) indicates that the minima, in contrast to the maxima, contain a slightly uneven wavy pattern. This is caused by the overlapping of the area with the laser beam when scanning the sample.

Sample 2: Appears with the exception of the melting drops as almost perfectly homogeneous $H = 0.981$. The explanation can be found in the manufacturing process. The energy input into the material by the nanosecond laser induces melting and smoothing of the topographic minima.

Sample 3: Here, the value is still high for the same reason as in example 2. As already explained, it comes to a melting and smoothing by the nanosecond laser. However, the value is somewhat lower, because the overlap leads to disturbance areas, $H = 0.936$.

From a physical perspective, the observed differences are easy to explain. In the case of the nanosecond laser, the surface is locally melted at the intensity maxima³⁵. Owing to the Marangoni effect²⁴, the melted areas converge towards the colder low intensity regions to produce the structural maxima on the original surface³⁶. The topographic minima are simultaneously smoothed during this process. If the power of the laser is insufficient, the melting fronts do not touch each other, and cavities remain in the ridges of the topography maxima (see Fig. 7f).

If the sample surface is not flat, for example because the surface has already structured, or if there are disturbances in the beam source, additional uneven melting occurs. This has a further influence on the shape as well as the height of the peaks and depth of the valleys and can be a major source of inhomogeneities.

The effects on the attributes can be seen in Fig. 9a, which shows a line-profile of a real surface. The first peak [I] shows a closed maximum, the others [II], [III], where the power of the laser was not sufficient, an open maximum.

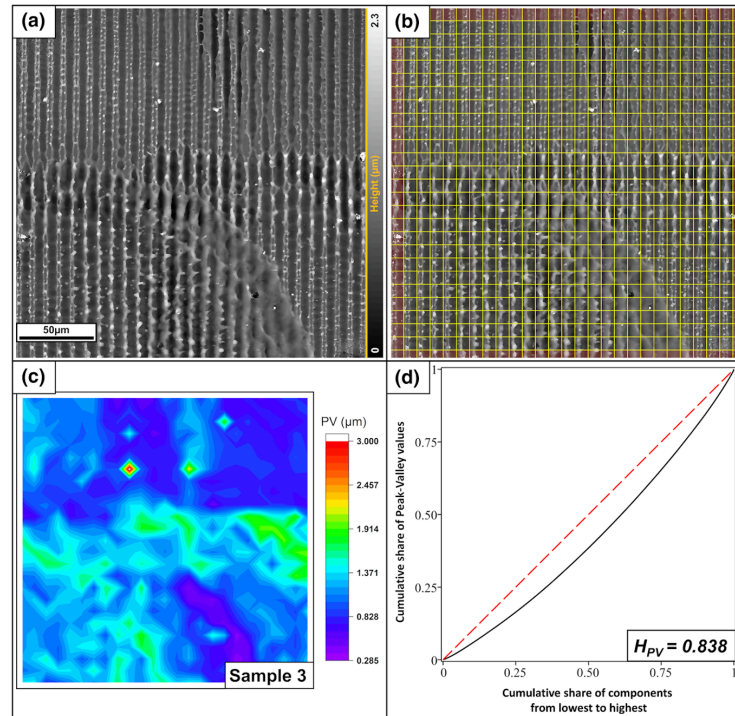


Figure 12. (a) LSM grayscale height profile image of a polished steel sample patterned with a nanosecond laser. The figure depicts the area where 4 different spots are stitched together. (b) Splitting into the individual components. The red area was not used to calculate the homogeneity. (c) Color map of the PV values. (d) Gini curve of the PV distances, yielding a homogeneity of $H_{PV} = 0.838$.

While the “Peak-Valley distance” is only slightly different, there are big differences in the “Mid Height”. Due to the smoothing effect, the “Mid-Depth” remains mostly constant. This explains why for the samples processed with the nanosecond laser, MD is the most homogeneous followed by PV and then MH.

In the case of the picosecond-laser, the structuring is dominated by ablation³⁵. Without significant metal flow, imperfections in the topographic maxima are less pronounced, so there are no double peaks of the maxima. Which is reflected by the high level of homogeneity for PV and MH. Only the oxide formation and the overlap areas lead to a slight deterioration, which slightly affects the MD value.

Finally, the overall homogeneity of the system with respect to the selected attributes can be calculated according to formula (10), which yields the following values:

- $H_{total-1} = 0.764$ for the tungsten sample.
- $H_{total-2} = 0.667$ for the steel sample.
- $H_{total-2} = 0.601$ for the steel sample with overlaps

From this, it can be concluded that the picosecond laser on tungsten has created the most homogeneous structures with respect to the examined attributes “Peak-Valley distance”, “Mid-Height” and “Mid-Depth”. Behind it lies the undisturbed interference structure generated by the nanosecond laser and finally the surface containing the overlapping zones of the nanosecond structures.

In summary, it can be confirmed that the analysis provides reasonable results both individually and overall. Nevertheless, there are also some areas in which the method requires further investigation, which will be addressed briefly below.

Method limitations. Although the method presented is very flexible and reliably evaluates surface qualities, there are limitations and room for improvement. First, there are restrictions in the detection of the surface periodicity. The discrete Fourier analysis is based on using rectangular pixels with finite sizes. Consequently, the calculated period and pattern orientation do not always perfectly match reality. However, these errors can be

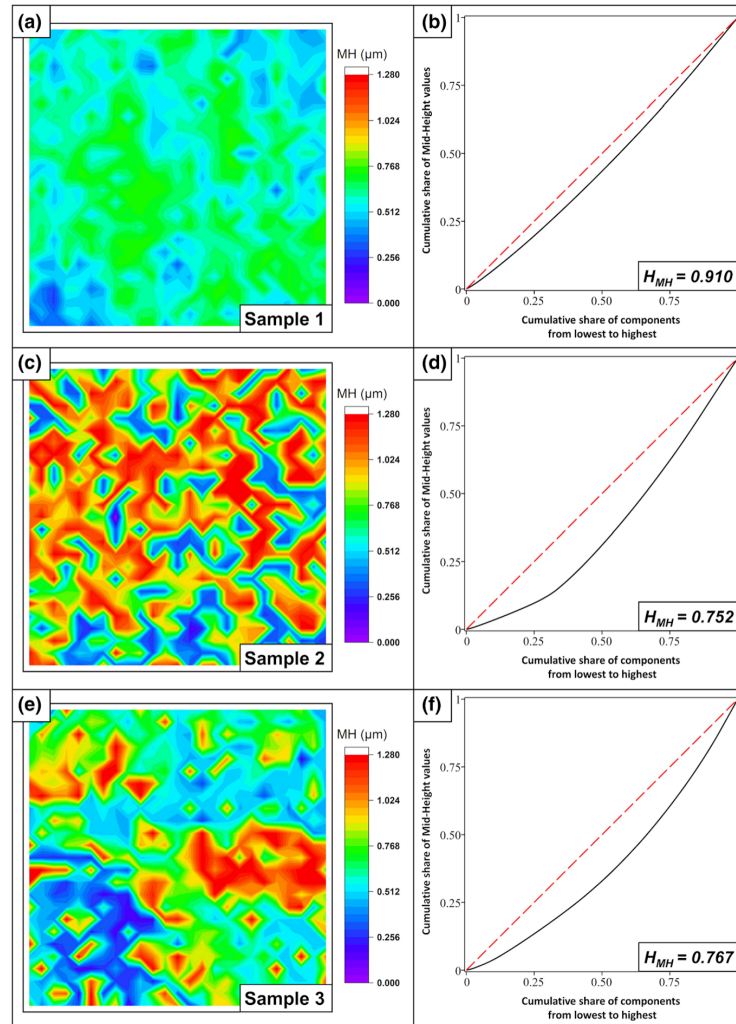


Figure 13. Mid-Height—Color map and Gini curve for sample 1/tungsten (a,b), sample 2/steel (c,d), and sample 3/steel with overlaps (e,f).

minimized to a negligible level. For this purpose, the sample should already be aligned with the horizontal or vertical axis during scanning. This reduces the error of the calculated orientation.

Second, the Gini analysis has some restrictions. No attributes with negative values are permitted for the calculation of the Gini coefficient. This would draw the Gini curve below the X-axis (compare Fig. 1) and induce a distortion of the result. There are approaches for a new definition of the Gini coefficient, as explained in³⁷. However, these are still experimental and are therefore not used here, but they could be a possible option for future usage. Alternatively, another uneven distribution measure can be considered, which is an advantage of the modular method.

Finally, it is important to realize that the absolute homogeneity value is not very significant. The value is only used for comparing systems and depends strongly on the number of components and the type of attributes.

Thus, an increase in the number of components leads to a decrease in the influence of each individual component on the Gini coefficient. If, for example, the system comprises 10 components and one value deviates greatly, the error impacts 10% of the considered system. If the system is broken down into 1,000 components, the error only impacts 1 per mille of the system. The homogeneity value will therefore be closer to one than in the first case.

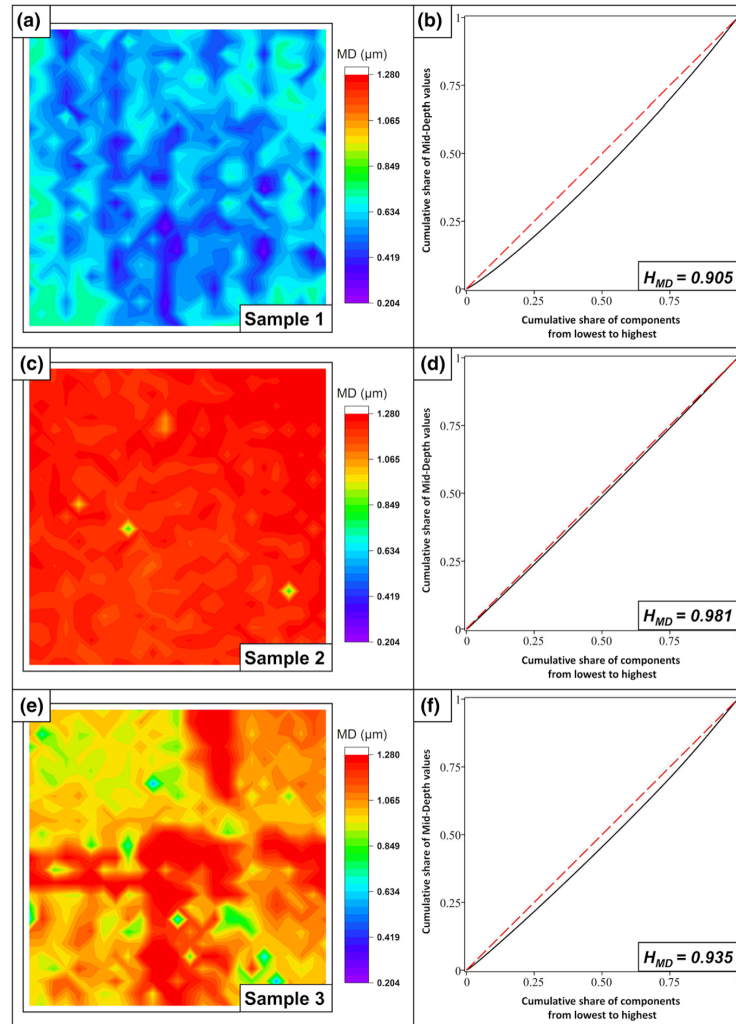


Figure 14. Mid-Depth—Color map and Gini curve for sample 1/tungsten (a,b), sample 2/steel (c,d), and sample 3/steel with overlaps (e,f).

The same applies to the attributes. If the values fluctuate in the per mille range, it naturally has less influence on the homogeneity value than if the measured attributes differ significantly. This could be improved by appropriate normalization and the specification of a certain number of components but requires further investigation.

Nevertheless, the tendency is always correctly displayed, and only the degree of deviation will vary. This must be accounted for when interpreting the data. Additionally, this underlines that measurements of different systems can only be compared if they are performed under the same conditions with the same number of components.

Despite these restrictions, the method already shows great potential and provides meaningful results in application examples.

Conclusion

A method was proposed to measure the homogeneity of a periodic surface objectively and reproducibly with respect to many attributes. It has been demonstrated for the first time that the Gini coefficient, which is primarily used in economics, can be applied to evaluate the homogeneity of periodic surfaces. The biggest challenge of this method is the selection of components that can be solved via Fourier analysis. Obtained homogeneity values of different samples can only be compared if the underlying data was acquired under the same experimental

conditions. Taking this into account, the proposed method is a powerful tool to objectively compare different periodic surface texturing methods, either regarding a desired attribute, or to determine optimal process parameters. The described technique is extremely flexible and can be applied to almost any attribute, including self-defined properties.

It should also be emphasized that this technique does not represent a universal solution for all situations, because the Gini coefficient is only one inequality measure of many. By determining other measures along with the Gini coefficient, the limitations of the Gini coefficient, such as its restriction to attributes with positive values, can be eliminated. For example, the Theil index can be utilized to decompose the surface and account for negative values by considering the coefficient of variation. However, these methods have their own limitations, and it is important to apply suitable measures for different properties. Further research is required to achieve this. Ultimately, the method presented here is a promising tool for the analysis of periodic surfaces and could further benefit from continued investigations.

Data availability

The datasets generated and analysed during the current study are available from the corresponding author on reasonable request.

Received: 8 November 2019; Accepted: 27 July 2020

Published online: 03 September 2020

References

- Zorba, V. *et al.* Making silicon hydrophobic: Wettability control by two-lengthscale simultaneous patterning with femtosecond laser irradiation. *Nanotechnology* **17**, 3234–3238 (2006).
- Lu, Y. *et al.* Biomimetic surfaces with anisotropic sliding wetting by energy-modulation femtosecond laser irradiation for enhanced water collection. *RSC Adv.* **7**, 11170–11179 (2017).
- Cardoso, J. T., Alamri, S., Cordovilla, F., Lasagni, A. F. & Ocaña, J. L. Superhydrophobicity on hierarchical periodic surface structures fabricated via direct laser writing and direct laser interference patterning on an aluminium alloy superhydrophobicity on hierarchical periodic surface structures fabricated via direct laser. *Opt. Lasers Eng.* **111**, 193–200 (2018).
- Dong, L. *et al.* Controllable superhydrophobic surfaces with tunable adhesion fabricated by laser interference lithography. *Surf. Coat. Technol.* **372**, 434–441 (2019).
- Sivasubramaniam, S. & Alkai, M. M. Inverted nanopyramid texturing for silicon solar cells using interference lithography. *Microelectron. Eng.* **119**, 146–150 (2014).
- Cho, K. S. *et al.* Improved efficiency in GaAs solar cells by 1D and 2D nanopatterns fabricated by laser interference lithography. *Opt. Commun.* **284**, 2608–2612 (2011).
- Müller-Meskamp, L. *et al.* Efficiency enhancement of organic solar cells by fabricating periodic surface textures using direct laser interference patterning. *Adv. Mater.* **24**, 906–910 (2012).
- Trinh, K. E. *et al.* Topographical and microstructural effects of laser surface texturing on tin-coated copper electrical connectors under load cycling. *IEEE Trans. Compon. Packag. Manuf. Technol.* **7**, 582–590 (2017).
- Schreck, S. & Zum Gahr, K. H. Laser-assisted structuring of ceramic and steel surfaces for improving tribological properties. *Appl. Surf. Sci.* **247**, 616–622 (2005).
- Etsion, I. & Sher, E. Improving fuel efficiency with laser surface textured piston rings. *Tribol. Int.* **42**, 542–547 (2009).
- Stark, T., Alamri, S., Aguilar-morales, A. I., Kiedrowski, T. & Lasagni, A. F. Positive Effect of Laser structured surfaces on tribological performance. *J. Laser Micro/Nanoengineering* **14**, 13–18 (2019).
- Rung, S. *et al.* Possibilities of dry and lubricated friction modification enabled by different ultrashort laser-based surface structuring methods. *Lubricants* **7**, 43 (2019).
- Lutey, A. H. A. *et al.* Towards laser-textured antibacterial surfaces. *Sci. Rep.* **8**, 10112 (2018).
- Gadelmawla, E. S., Koura, M. M., Maksoud, T. M. A., Elewa, I. M. & Soliman, H. H. Roughness parameters. *J. Mater. Process. Technol.* **123**, 133–145 (2002).
- Forbes, A. *et al.* Methodologies for assessing local surface texture features that are relevant to cell attachment. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* **21**, 2463–2477 (2010).
- Filliben, J. J., Kafadar, K. & Shier, D. R. Testing for homogeneity of two-dimensional surfaces. *Math. Model.* **4**, 167–189 (1983).
- Aguilar-Morales, A. I., Alamri, S., Kunze, T. & Lasagni, A. F. Influence of processing parameters on surface texture homogeneity using direct laser interference patterning. *Opt. Laser Technol.* **107**, 216–227 (2018).
- He, C., Vannahme, K. & Gillner, A. High-efficiency sub-micrometer multi-beam interference structuring for large-scale surface using ultrashort laser pulses. *J. Laser Micro/Nanoengineering* **14**, 95–99 (2019).
- Rossi, P., Engstler, M. & Mücklich, F. Homogeneity quantification method and its application to microstructure assessment. *Pract. Metallogr.* **51**, 180–199 (2014).
- Gini, C. Variabilità e mutabilità. *Repr. Mem. di Metodol. Stat. (Ed. Pizetti E, Salvemini, T). Rome Libr. Eredi Virgilio Veschi* (1912).
- Gastwirth, J. L. The estimation of the Lorenz curve and Gini Index. *Rev. Econ. Stat.* **54**, 306 (1972).
- Xu, K. How has the literature on Gini's index evolved in the past 80 years?. *SSRN Electron. J.* <https://doi.org/10.2139/ssrn.423200> (2003).
- Nakata, Y. Interference laser processing. *Adv. Opt. Technol.* **5**, 29–38 (2016).
- D'Alessandria, M., Lasagni, A. & Mücklich, F. Direct micro-patterning of aluminum substrates via laser interference metallurgy. *Appl. Surf. Sci.* **255**, 3210–3216 (2008).
- Mücklich, F., Lasagni, A. & Daniel, C. Laser interference metallurgy—periodic surface patterning and formation of intermetallics. *Intermetallics* **13**, 437–442 (2005).
- Lechthaler, B., Fox, T., Slawik, S. & Mücklich, F. Direct laser interference patterning combined with mask imaging. *Opt. Laser Technol.* **123**, 105918 (2020).
- Bieda, M., Siebold, M. & Lasagni, A. F. Fabrication of sub-micron surface structures on copper, stainless steel and titanium using picosecond laser interference patterning. *Appl. Surf. Sci.* **387**, 175–182 (2016).
- Nečas, D. & Klapetek, P. Gwyddion: an open-source software for SPM data analysis. *Cent. Eur. J. Phys.* **10**, 181–188 (2012).
- Kittel, C. *Introduction to Solid State Physics* 8th edn, 3–8 (Wiley, Hoboken, 2004).
- Nakata, Y. *et al.* Designing of interference pattern in ultra-short pulse laser processing. *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.* **112**, 191–196 (2013).
- Momoo, K., Sonoda, K., Nakata, Y. & Miyanaga, N. Generation of new nanostructures in designed matrix by interfering femtosecond laser processing. *Laser Appl. Microelectron. Optoelectron. Manuf.* **XVII** **8243**, 82431E (2012).

6. Einbezogene Veröffentlichungen

www.nature.com/scientificreports/

32. Klein-Wiele, J. H. & Simon, P. Fabrication of periodic nanostructures by phase-controlled multiple-beam interference. *Appl. Phys. Lett.* **83**, 4707–4709 (2003).
33. Dong, W. P., Sullivan, P. J. & Stout, K. J. Comprehensive study of parameters for characterising three-dimensional surface topography. III: parameters for characterising amplitude and some functional properties. *Wear* **178**, 29–43 (1994).
34. Lechthaler, B., Ochs, G., Mücklich, F. & Dienwiebel, M. Evolution of the true contact area of laser textured tungsten under dry sliding conditions. *Front. Mech. Eng.* **5**, 1–6 (2019).
35. Leitz, K. H., Redlingshöfer, B., Reg, Y., Otto, A. & Schmidt, M. Metal ablation with short and ultrashort laser pulses. *Phys. Proc.* **12**, 230–238 (2011).
36. Lang, V., Voisiat, B., Kunze, T. & Lasagni, A. F. Fabrication of high aspect-ratio surface micro patterns on stainless steel using high-speed direct laser interference patterning. *Adv. Eng. Mater.* **21**, 1–9 (2019).
37. Raffinetti, E., Siletti, E. & Vernizzi, A. On the Gini coefficient normalization when attributes with negative values are considered. *Stat. Methods Appl.* **24**, 507–521 (2015).

Acknowledgements

The present work is supported by funding from the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG, project: MU 959/30-1). We acknowledge support by the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG, German Research Foundation) and Saarland University within the funding programme Open Access Publishing. Special thanks go to Valentin Lang from the Chair of Large Area Laser Based Surface Structuring of Prof. Dr. Andrés Lasagni (TU Dresden) for his help in the production of the tungsten sample. Open access funding provided by Projekt DEAL.

Author contributions

B.L. conceived of the presented idea. B.L. carried out the experiments and performed the computations. B.L. wrote the manuscript with support from C.P. B.L., C.P., F.M. discussed interpretation of results. F.M. supervised the project. All authors reviewed the manuscript.

Competing interests

The authors declare no competing interests.

Additional information

Correspondence and requests for materials should be addressed to B.L.

Reprints and permissions information is available at www.nature.com/reprints.

Publisher's note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Open Access This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons licence, and indicate if changes were made. The images or other third party material in this article are included in the article's Creative Commons licence, unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons licence and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this licence, visit <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

© The Author(s) 2020

III. Evolution of the True Contact Area of Laser Textured Tungsten Under Dry Sliding Conditions

Björn Lechthaler¹, Georg Ochs^{2,3}, Frank Mücklich¹ und Martin Dienwiebel¹

¹Lehrstuhl für Funktionswerkstoffe, Fachrichtung Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, Universität des Saarlandes, Campus D33, 66123 Saarbrücken, Deutschland

²Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik, Freiburg, Deutschland

³MikroTribologie CentrumµTC, Institut für Angewandte Materialien, Karlsruhe Institut für Technologie, Karlsruhe, Deutschland

Veröffentlicht in „**Frontiers in Mechanical Engineering**“ als Artikel und als Teil eines Sammelbandes („**Friction and Wear: From Elementary Mechanisms to Macroscopic Behavior**“).

Online zugänglich unter: <https://doi.org/10.3389/fmech.2019.00003> (Artikel)

<https://doi.org/10.3389/978-2-88963-074-5> (Sammelband)

Eigene Beiträge:

- Probenherstellung
- Lasertexturierung
- Adapter entworfen
- Charakterisierung der Proben vor und nach dem Reibexperiment
- Origin Auswertung
- Diskussion der Ergebnisse
- Schrieb das Manuskript und erstellte die Grafiken



Evolution of the True Contact Area of Laser Textured Tungsten Under Dry Sliding Conditions

Björn Lechthaler^{1*}, Georg Ochs^{2,3}, Frank Mücklich¹ and Martin Dienwiebel^{2,3}

¹ Department of Materials Science and Engineering, Institute for Functional Materials, Saarland University, Saarbrücken, Germany, ² Fraunhofer Institute for Mechanics of Materials, Freiburg, Germany, ³ Microtribology Centre μ TC, Institute for Applied Materials, Karlsruhe Institute of Technology, Karlsruhe, Germany

OPEN ACCESS

Edited by:

Yu Tian,
Tsinghua University, China

Reviewed by:

Jiliang Mo,
Southwest Jiaotong University, China
Luciano Afferrante,
Politecnico di Bari, Italy
Qunyang Li,
Tsinghua University, China

*Correspondence:

Björn Lechthaler
b.lechthaler@mx.uni-saarland.de

Specialty section:

This article was submitted to
Tribology,
a section of the journal
Frontiers in Mechanical Engineering

Received: 02 November 2018

Accepted: 22 January 2019

Published: 08 February 2019

Citation:

Lechthaler B, Ochs G, Mücklich F and Dienwiebel M (2019) Evolution of the True Contact Area of Laser Textured Tungsten Under Dry Sliding Conditions. *Front. Mech. Eng.* 5:3. doi: 10.3389/fmech.2019.00003

Despite the great importance of the real contact area, it is a parameter which, depending on the tribological system, is difficult or impossible to obtain experimentally. In this work, a combination of methods was used to estimate the development of the real contact surface, and the results were compared with the friction coefficient course. The measurements were carried out with a home-built *in situ* tribometer, which records a 3D image of the surface after each individual friction cycle. A tungsten sample was treated by laser interference with a line-like pattern to produce a deterministic surface. This allowed for more precise tracking of the real contact area when combined with the use of an inert corundum sphere as a counter-body. The real contact area was calculated numerically from the height information obtained using a contact application. Finally, the true contact surface was compared with the parallel-recorded friction values. After a short running-in phase, the friction behavior and the real contact surface showed comparable courses. This indicates that the changes in the real contact area could explain the friction behavior of the laser-patterned sample, and the methodology was proven to be suitable for experimentally estimating the real contact area.

Keywords: direct laser interference patterning, dry friction, *in-situ* tribometer, real contact area, asperity contacts

1. INTRODUCTION

The area of contact A_C has a great influence on the behavior of a tribosystem. Both the friction coefficient and wear can be influenced by changing the topography of the surface. Therefore, there are many well-known methods for modifying surfaces (Willis, 1986; Gerbig et al., 2002; Li et al., 2010).

It is important to distinguish the difference between geometric and real contact surfaces (Bowden and Tabor, 1951; Bhushan, 1998), since energy is only dissipated on the real contact surface.

One process for producing tailor-made surfaces, and thus specifically influencing the true contact area, is the direct laser interference patterning method, which allows for large-area structuring with micrometer accuracy (Mücklich et al., 2006).

Gachot et al. (2013) showed how the frictional properties of a tribosystem can be changed by laser structuring on both the base and counter-body. It was observed that the coefficient of friction initially drops rapidly and rises again continuously after a short break-in period. The results suggest that this increase is caused either by changes in the material (martensite transformation of the steel

6. Einbezogene Veröffentlichungen

or inhomogeneity in the laser structure) or, more possibly, by an increase in the real contact area due to flattening of the laser structures.

The question now is how to verify, in this example or for other systems, that the increase in the real contact area is the decisive factor for the behavior of the coefficient of friction? Despite the importance of this parameter, experimental access to the real contact surface is difficult. There are some methods, but they are usually restricted (Woo and Thomas, 1980). In optical methods, for example, one of the bodies must be transparent. The real contact area is then measured directly through the body using a microscope and CCD camera (Ovcharenko et al., 2006). If the experiment can be carried out completely in water or oil, the contact surface can be measured using ultrasonics (Aymerich and Pau, 2004). For a dry case, a simulation is possible, but for complex geometries, it is difficult to accurately replicate the material behavior, and the surface and the simulation can only indicate a tendency (Sayles and Thomas, 1978; Bhushan, 1998).

In this work, a different approach has been chosen. A friction experiment was performed using a home-built *in situ* tribometer with an on-line holographic microscope (Korres and Dienwiebel, 2010; Feser, 2014). Tungsten was used instead of steel to exclude the martensite transition. Furthermore, by using a new optimized laser interference method (Bieda et al., 2016), a very homogeneous, sinusoidal pattern was created to minimize the influence of uncontrolled surface defects. This type of pattern has the advantage of flattening continuously and in a defined manner, which simplifies the analysis compared to a static rough surface. The height information of the obtained topography development was then evaluated with a contact mechanics code developed by Pastewka Jacobs et al. (2016). This application made it possible to numerically calculate the real contact surface directly from the power density spectra. Finally, these data were compared with the evolution of the coefficient of friction, which allowed us to clarify whether the friction behavior can be explained by the flattening of the structures and an increase in the contact surface.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

Disc-shaped samples of 20 mm in diameter and 5 mm in thickness were cut from a tungsten rod (Plansee, purity 99.95 %,

Young's modulus 411 GPa and Poisson's ratio 0.28), polished to a surface roughness (Ra) of 10(2) nm, and finally patterned with a laser interference method to create a well-defined, wavy, line-like surface.

For this experiment, a picosecond interference system was used (Bieda et al., 2016). In this method, the laser beam is split by a diffractive optical element into two beams, parallelized by a prism, and finally interfered with a lens on the sample. This results in a line-shaped intensity distribution (Figure 1). After the production of the sample, the height profiles were recorded with a laser scanning microscope (LSM, OLS4100, Olympus) with a lateral resolution of 0.2 μm and a z-resolution of up to 10 nm. For this experiment, a 50× lens was used. Friction tests were conducted with a special *in situ* ball-on-disk tribometer in linear reciprocating sliding mode with online topography and wear measurements (Korres and Dienwiebel, 2010; Feser, 2014). As a counter-body, an alumina ball (with a diameter of 6 mm, a surface roughness (Ra) of 14(5) nm, a Young's modulus 380 GPa and a Poisson's ratio of 0.22) by Anton Paar GmbH (formerly CSM Instruments) was used.

The tests were conducted at a normal load of 0.22 N, the linear sliding speed was set to 5 mm/s, and the stroke length was 79 mm. The experiment was finished after 500 cycles. Due to the large minimum stroke length of the tribometer, the tungsten disc was mounted in a specially designed and polished steel adapter (Figure 2). During each cycle, the counter-body moved over both the steel surface and the laser-textured tungsten disc. The following surface analysis considered only the changes on the tungsten surface.

After each cycle, a 3D image was taken with a digital holographic microscope (DHM, R2100 series Lyncee Tec SA, Switzerland, Feser, 2014) with a 20× lens. The contact mechanics simulations were performed on the web interface of the python code PyCo by L. Pastewka (<http://contact.engineering/>). Based on the boundary element method, it employs FFT coupled to a conjugate gradient method for an efficient calculation of the inter-surface gap and pressure distribution (Pastewka and Robbins, 2016; Kling et al., 2018; Weber et al., 2018). This code outputs a diagram in which the quotient of real and geometric contact surfaces is plotted over the normalized surface pressure

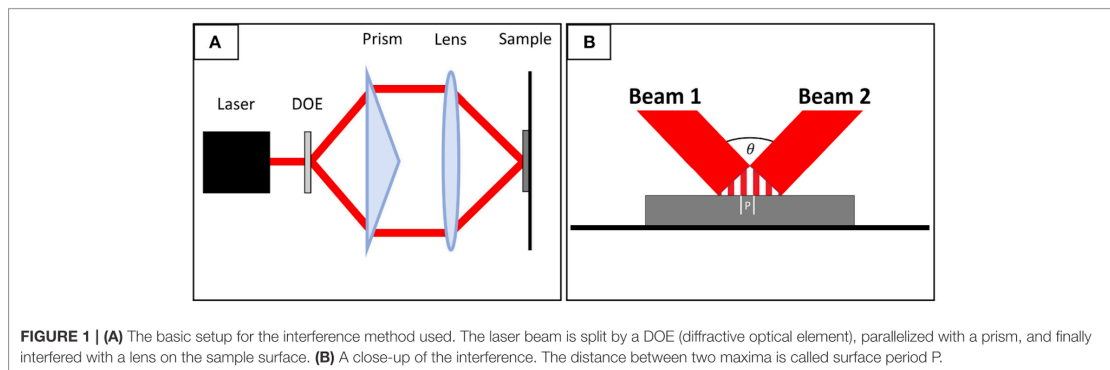
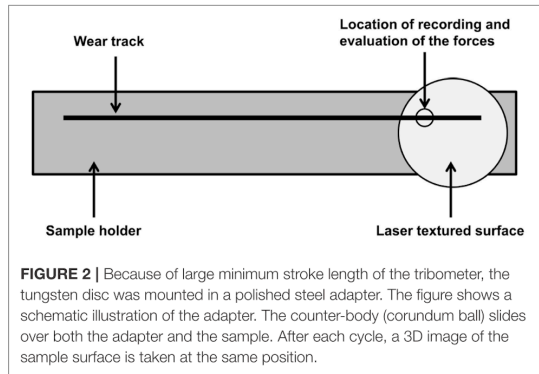


FIGURE 1 | (A) The basic setup for the interference method used. The laser beam is split by a DOE (diffractive optical element), parallelized with a prism, and finally interfered with a lens on the sample surface. (B) A close-up of the interference. The distance between two maxima is called surface period P.

6. Einbezogene Veröffentlichungen



σ^* . The following applies to the surface pressure:

$$\sigma = \frac{F_N}{A_{geo}} \quad (1)$$

The normalization of σ is done by the normalized modulus of elasticity E^* which is calculated from the modulus of elasticity E and Poisson's ratio ν of the two contact partners as follows:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1}{E_1} + \frac{1 - \nu_2}{E_2} \quad (2)$$

In the version provided by Pastewka for this work, the counter-body is assumed to be smooth and even, and only elastic deformations are considered.

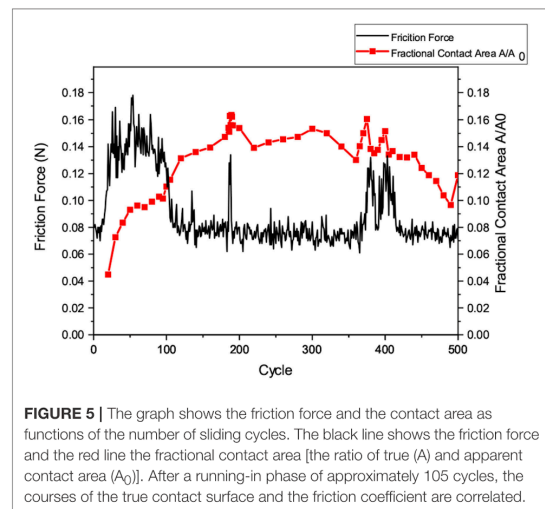
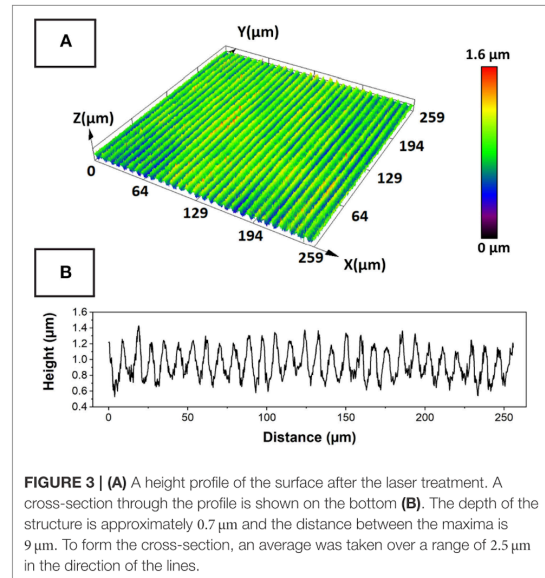
The surface morphology was imaged by scanning electron microscopy (SEM, Helios, Nanolab600). In addition, a focused ion beam (FIB) microscope (Helios, Nanolab600) was selected to prepare cross-sections to investigate the microstructure of the sample before and after the experiments (The unedited original images can be found in the **Supplementary Material**). The chemical composition of the laser-structured surface was analyzed by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) with an acceleration voltage of 3 kV using an EDAX instrument detector and EDAX Genesis software.

3. RESULTS

After the laser treatment, the surface was first characterized with the LSM. The laser treatment created a sinusoidal line-like pattern on the surface of the tungsten sample. A depth of approximately $0.7 \mu\text{m}$ and a distance between the maxima of approximately $9 \mu\text{m}$ were determined (**Figure 3**).

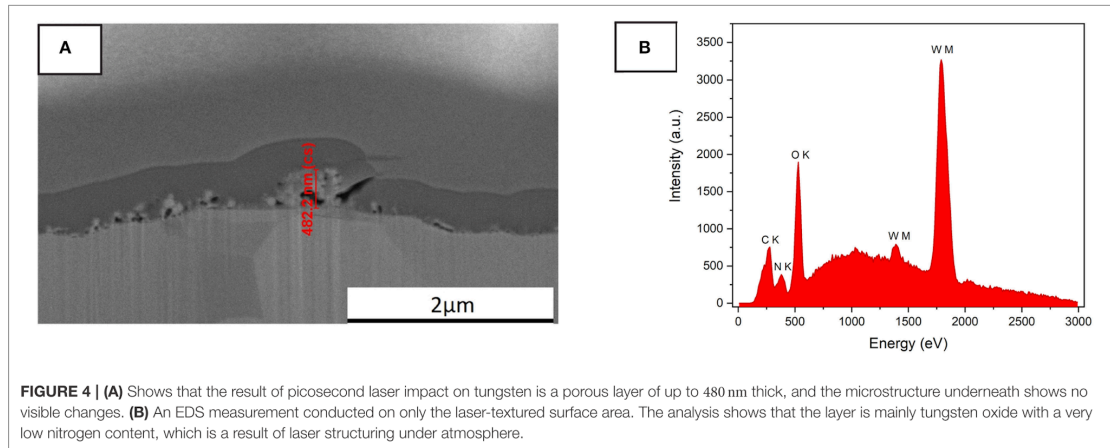
The patterning was conducted under atmosphere and a porous layer up to 480 nm thick was formed on the surface. An EDS analysis conducted on the layer showed that it was tungsten oxide (**Figure 4**). Due to the use of a picosecond laser, there was a negligible influence on the microstructure.

On this laser-patterned surface, the friction force was measured under a constant normal force of 0.22 N . The



normal force was stable during the process. The friction force presented a plateau between the 15 and 105th cycles and several peaks around the 183, 386, and 405th cycles. For the remaining duration, the friction force showed a steady value of 0.08 N (**Figure 5**).

To determine the real contact area, every 20th recorded cycle was evaluated manually with the contact mechanics code. In sections where the frictional force varied significantly, the number of analyzed cycles was increased to capture the change in detail. The surface pressure was calculated for a circular contact. The width of the friction track ($26.62 \mu\text{m}$) was used as



the diameter. As an approximation, this value was assumed to be constant in the calculations.

The real contact area could only be determined from the 20th cycle onward, since no reliable friction track could be measured beforehand. Up to the 105th cycle, the contact surface increased rapidly, and afterwards, the course of the contact surface corresponded to the course of the frictional force. This behavior can be correlated to the 3 major peaks that were present in both the course of frictional force and the real contact surface. This means that, apart from the running-in phase, a correlation between friction force and real contact area was observed. An increase in the real contact area led to a corresponding increase in the coefficient of friction. The results of the real contact area calculations and the recorded friction forces are illustrated in 5.

Microstructural investigations of the laser-textured sample were carried out before and after the rubbing experiment with the FIB. For this experiment, cross-sections were prepared on a reference area and on a rubbed area. In the contact surfaces of the topography maximum, the oxide layer was completely removed, and in the underlying microstructure, significant deformation layers were obtained in the grain orientation contrast (**Figure 6**).

4. DISCUSSION

The temporal development of the fractional contact area surface correlates to but is not completely identical to the development of the friction coefficient. The most obvious deviation can be found at the beginning of the curve, where the measured real contact area is close to the zero point and the coefficient of friction rises rapidly in a short term for the first 105 cycles before dropping back down.

The increase in the real contact area at the beginning of the experiment can be explained by the continuous removal

of the oxide layer and flattening of the asperities (**Figure 4**), which increases the surface conformity. The initial height and fluctuating frictional force are a consequence of the formation and disruption of oxide particulate agglomerates. In addition, a plastic deformation of the surface, which takes place primarily at the topography maxima, can lead to a local recrystallization of the microstructure (**Figure 6**) until a state of equilibrium is formed. The sudden decrease in frictional force is mainly due to the complete removal of the oxide layer after 105 cycles, which is known to contribute to the high frictional resistance (Polcar et al., 2007). Afterwards, there is a purely metallic contact situation. It should be noted that the use of the adapter may lead to a minor contamination of the tungsten surface with steel wear particles. This could also influence the friction coefficient.

After the running-in phase, the basic course of the calculated true contact area and the measured friction forces show comparable behavior. The fact that the behavior of the frictional force depends on the contact area can be further substantiated by observing the topographical images. In **Figure 7**, there are 3 height profiles: before the friction force peak (cycle 160), at the peak (cycle 188), and after the peak (cycle 220). Notably, in cycles 160 and 220, there are considerably more areas with isolated heights (dark brown/red areas) than in cycle 188. If these heights are missing, the hard counter-body can lie on more of the surface, which leads to an increase in the contact area. This in turn would agree with the calculated course of the contact surface shown in **Figure 5**.

After the running-in phase, the real contact area was correlated to the friction force, but some deviations were observed. They were mainly related to the method of calculating the real contact area. Several approximations were used. First, the counter-body, which in reality is a ball with its own surface roughness and a diameter of 6 mm, was assumed in the calculation to be flat with a perfectly smooth surface. Additionally, the SEM images in **Figure 6** showed

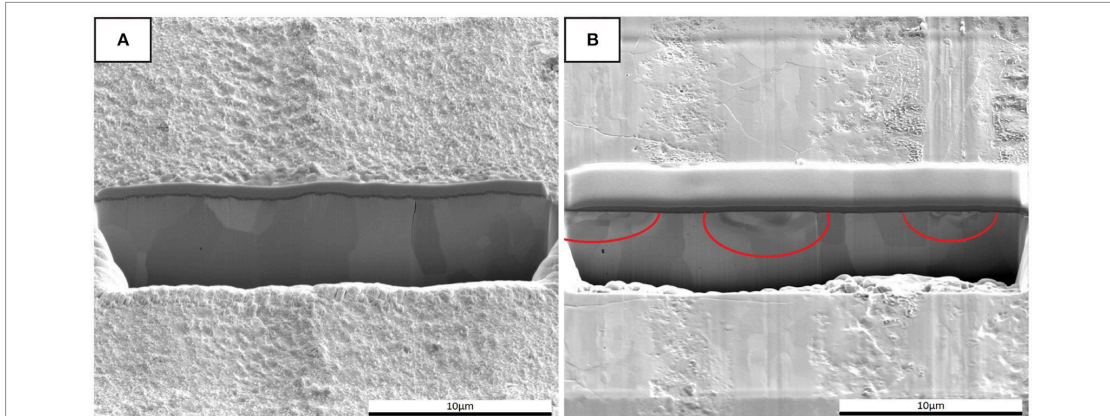


FIGURE 6 | (A) A cross-section through the surface of the laser-structured tungsten sample, where the continuous dark area is platinum applied for the cross-section. The small porous layer underneath is the oxide, for which a layer thickness of up to 480 nm was measured. The tungsten structure with the individual grains is visible below. **(B)** A cross-section in the wear track after the rubbing experiment. In the contact surfaces of the topography maximum, the oxide layer is completely removed, and in the underlying microstructure, significant deformation layers can be seen in the grain orientation contrast (marked with red circles). The normal force during the experiment was 0.22 N and the speed was 5 mm/s. As a counter-body, an alumina ball with a diameter of 6 mm was used.

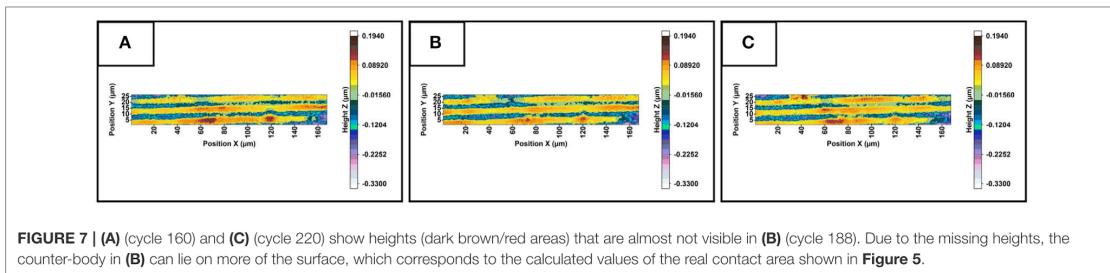


FIGURE 7 | (A) (cycle 160) and **(C)** (cycle 220) show heights (dark brown/red areas) that are almost not visible in **(B)** (cycle 188). Due to the missing heights, the counter-body in **(B)** can lie on more of the surface, which corresponds to the calculated values of the real contact area shown in **Figure 5**.

a clear plastic deformation which was not considered in the calculation.

It can be concluded that, despite the approximations, a clear trend and correlation between the real contact area and the frictional force can be observed and proved, which indicates the potential of this method.

5. CONCLUSION

It was shown that the combination of an *in situ* tribometer, contact application, and laser-textured surface allows for the estimation of the course of the real contact surface. Thus, it was demonstrated that, after a short run-in period, the course of the friction coefficient correlated directly with the development of the true contact surface. It can be concluded that the increase in the friction coefficient of laser-textured surfaces, as suggested in Gachot et al. (2013), can be attributed to an increase in the real contact area. In addition, the procedure showed much potential despite the deviations. Pastewka's contact

application is still under development. If plastic deformations and the surface properties of the counter-body are correctly considered, a very precise calculation of the contact area might be possible.

DATA AVAILABILITY STATEMENT

The Datasets for this work can be found in the **Supplementary Materials**.

AUTHOR CONTRIBUTIONS

BL designed the adapter, produced, and characterized the samples before and after the friction process and wrote the manuscript. GO conducted the friction experiment and calculated the real contact area using the contact mechanics code. BL, GO, FM, and MD discussed interpretation of results. MD and FM supervised the project.

6. Einbezogene Veröffentlichungen

FUNDING

The present work is supported by funding from the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG, project: MU 959/30-1 and DI 1464/5-1).

ACKNOWLEDGMENTS

Special thanks go to Valentin Lang from the Chair of Large Area Laser Based Surface Structuring of Prof. Dr. Andrés

Lasagni for his help in the production of the samples. And to Dr. Lars Pastewka from Karlsruhe Institute of Technology for providing the contact application for the evaluation of the contact surface.

SUPPLEMENTARY MATERIAL

The Supplementary Material for this article can be found online at: <https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fmech.2019.00003/full#supplementary-material>

REFERENCES

- Aymerich, F. and Pau, M. (2004). Assessment of nominal contact area parameters by means of ultrasonic waves. *J. Tribol.* 126, 639–645. doi: 10.1115/1.1760764
- Bhushan, B. (1998). Contact mechanics of rough surfaces in tribology: multiple asperity contact. *Tribol. Lett.* 4, 1–35.
- Bieda, M., Siebold, M., and Lasagni, A. F. (2016). Fabrication of sub-micron surface structures on copper, stainless steel and titanium using picosecond laser interference patterning. *Appl. Surf. Sci.* 387, 175–182. doi: 10.1016/j.apsusc.2016.06.100
- Bowden, F. P. and Tabor, D. (1951). The friction and lubrication of solids. *Am. J. Phys.* 19:428.
- Feser, T. (2014). *Untersuchungen zum Einlaufverhalten binärer α - Messinglegierungen unter Ölschmierung in Abhängigkeit des Zinkgehaltes*. KIT Scientific Publishing. doi: 10.5445/KSP/1000041146
- Gachot, C., Rosenkranz, A., Reinert, L., Ramos-Moore, E., Souza, N., Müser, M. H., et al. (2013). Dry friction between laser-patterned surfaces: role of alignment, structural wavelength and surface chemistry. *Tribol. Lett.* 49, 193–202. doi: 10.1007/s11249-012-0057-y
- Gerbig, Y., Dumitru, G., Romano, V., Spassov, V., and Haefke, H. (2002). Effects of laser texturing on technical surfaces. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 750, 1–6. doi: 10.1557/PROC-750-Y5.37
- Jacobs, T., Junge, T., and Pastewka, L. (2016). Quantitative characterization of surface topography using spectral analysis. *arXiv* 1607.03040.
- Kling, T., Vogler, D., Pastewka, L., Amann, F., and Blum, P. (2018). Numerical simulations and validation of contact mechanics in a granodiorite fracture. *Rock Mech. Rock Eng.* 51, 2805–2824. doi: 10.1007/s00603-018-1498-x
- Korres, S. and Dienwiebel, M. (2010). Design and construction of a novel tribometer with online topography and wear measurement. *Rev. Sci. Instr.* 81:063904. doi: 10.1063/1.3449334
- Li, J., Xiong, D., Dai, J., Huang, Z., and Tyagi, R. (2010). Effect of surface laser texture on friction properties of nickel-based composite. *Tribol. Int.* 43, 1193–1199. doi: 10.1016/j.triboint.2009.12.044
- Mücklich, F., Lasagni, A. F., and Daniel, C. (2006). Laser interference metallurgy – using interference as a tool for micro / nano structuring. *Int. J. Mat. Res.* 97, 1337–1344. doi: 10.3139/146.101375
- Ovcharenko, A., Halperin, G., Etsion, I., and Varenberg, M. (2006). A novel test rig for *in situ* and real time optical measurement of the contact area evolution during pre-sliding of a spherical contact. *Trib. Lett.* 23, 55–63.
- Pastewka, L. and Robbins, M. O. (2016). Contact area of rough spheres: Large scale simulations and simple scaling laws. *Appl. Phys. Lett.* 108:221601. doi: 10.1063/1.4950802
- Polcar, T., Parreira, N. M., and Cavaleiro, A. (2007). Tungsten oxide with different oxygen contents: sliding properties. *Vacuum* 81, 1426–1429. doi: 10.1016/j.vacuum.2007.04.001
- Sayles, R. S. and Thomas, T. R. (1978). Computer simulation of the contact of rough surfaces. *Wear* 49, 273–296.
- Weber, B., Suhina, T., Junge, T., Pastewka, L., Brouwer, A. M., and Bonn, D. (2018). Molecular probes reveal deviations from Amontons' law in multi-asperity frictional contacts. *Nat. Commun.* 9:888. doi: 10.1038/s41467-018-02981-y
- Willis, E. (1986). Surface finish in relation to cylinder liners. *Wear* 109, 351–366.
- Woo, K. L. and Thomas, T. R. (1980). Contact of rough surfaces: a review of experimental work. *Wear* 58, 331–340.

Conflict of Interest Statement: The authors declare that the research was conducted in the absence of any commercial or financial relationships that could be construed as a potential conflict of interest.

Copyright © 2019 Lechthaler, Ochs, Mücklich and Dienwiebel. This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (CC BY). The use, distribution or reproduction in other forums is permitted, provided the original author(s) and the copyright owner(s) are credited and that the original publication in this journal is cited, in accordance with accepted academic practice. No use, distribution or reproduction is permitted which does not comply with these terms.

7 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde untersucht, wie sich Defekte in DLIP-Strukturen reduzieren lassen und damit deren Homogenität gesteigert werden kann. Der Fokus lag dabei auf dem Kurzpulsregime, in dem sich großflächige gleichmäßige Texturierungen aufgrund des Wärmeeinflusses bisher nur schwer realisieren ließen (**Ziel 1: Optimierung**).

Bei diesem Optimierungsprozess stellt sich zwangsweise die Frage, wie sich objektiv entscheiden lässt, wann eine periodische Oberfläche als homogen anzusehen ist. Da bestehende Kenngrößen zur Beschreibung technischer Oberflächen und Verfahren dies nicht leisten konnten, musste hierfür eine neue Methodik entwickelt werden (**Ziel 2: Analyse**).

Zuletzt wurden homogene DLIP-Strukturen in der Anwendung studiert. Durch die Laserstrukturierung wird unter anderem die Kontaktfläche eines Tribosystems verändert. Eine experimentelle Untersuchung dieser Kontaktfläche während des Reibvorgangs ist für das Verständnis der Wirkung der DLIP-Strukturen von zentraler Bedeutung, entzieht sich jedoch in den meisten technischen Systemen der direkten experimentellen Beobachtung, sodass ein neuer Ansatz evaluiert wurde, diese Informationen aus dem System zu gewinnen (**Ziel 3: Anwendung**).

Im Folgenden werden die bedeutendsten Ergebnisse dieser Arbeit zusammengefasst und es wird ein Ausblick auf zukünftige Anwendungs- und Forschungsmöglichkeiten gegeben.

Ziel 1: Optimierung des DLIP-Verfahrens

Als größtes Problem für eine gleichmäßige DLIP-Strukturierung erwiesen sich zum einen lokale Intensitätsunterschiede im Interferenzprofil und ungleichmäßiger Mehrfachbeschuss auf der Probenoberfläche. Verursacht wird dies u.a. durch Beugungseffekte, ein inhomogenes Strahlprofil des Lasers und schlechte Strahlformung, die eine passgenaue Aneinanderreihung einzelner Interferenzspots verhindert.

Es konnte gezeigt werden, dass sich diese Störungen durch einen Hybrid Aufbau aus klassischem DLIP und einer abbildenden Einheit nahezu vollständig eliminieren lassen. Erreicht wird dies, indem die Interferenz zunächst im freien Raum durchgeführt und dort mittels Maske ein Bereich mit homogenem Interferenzmuster ausgeschnitten wird. Zuletzt wird die Ebene aus Maske und Interferenz auf der Probenoberfläche abgebildet. Dieser Aufbau wirkt, als läge eine dünne Maske perfekt auf der Probenoberfläche auf, weswegen Beugungseffekte oder Interferenzschatten verschwinden. Die so erzeugten scharfkantigen Interferenzspots können nahezu überlagerungsfrei aneinandergereiht werden, wodurch eine großflächige gleichmäßige Strukturierung möglich wird – selbst im Kurzpulsregime, in dem dies aufgrund der Wärmeeinflusszone (mit anderen Verfahren) in der Regel kaum bis gar nicht möglich ist.

Limitiert ist der entwickelte Aufbau u.a. durch die Abbildungsqualität und die Größe der verwendeten Linse. So können Abbildungsfehler zu Defekten in den resultierenden Mustern führen. Zu kleine Linsen beschränken die realisierbaren Interferenzwinkel und damit die möglichen Strukturperioden. Auch die Wahl der Maske ist entscheidend: Ist diese zu dick oder aus mehreren Ebenen aufgebaut, können nach der Projektion auf die Probenoberfläche leichte Beugungseffekte auftreten.

Ziel 2: Analyse der Homogenität periodischer DLIP-Strukturen

Die Herausforderung der Homogenitätsbeurteilung bestand darin, eine Analysemethode zu entwerfen, die sowohl die Periodizität der Oberfläche als auch die Verteilung der zu untersuchenden Eigenschaft berücksichtigt und dabei anwenderunabhängig, also objektiv durchzuführen ist.

Um diese Ziele zu erreichen, wurde eine neue modulare Methodik konzipiert: Zu Beginn wird die Oberfläche durch eine Fourier-Analyse in ihrer Periode entsprechende Kacheln zerlegt. Die so gewonnenen Komponenten werden daraufhin alle bezüglich derselben Eigenschaft untersucht. Zuletzt wird die Verteilung dieser Eigenschaft und damit deren Homogenität mittels Gini-Analyse bewertet.

Das entscheidende dabei ist, dass sowohl die Aufteilung als auch die Bewertung mathematisch reproduzierbar sowie objektiv erfolgt und somit anwenderunabhängig vergleichbare Ergebnisse erzielt werden können. Das auf diese Weise entwickelte Verfahren wurde an diversen periodischen Oberflächen für verschiedene Eigenschaften getestet und zeigte durchweg plausible Bewertungen.

Mit der entwickelten Methode wurde ein Werkzeug geschaffen, das es erstmalig ermöglicht, periodische Oberflächen objektiv quantitativ zu bewerten, und somit ein hilfreiches Instrument für das Auffinden optimaler Prozessparameter und für die Qualitätssicherung darstellt.

Limitiert wird die Anwendung u. a. durch die Voraussetzungen der Gini-Analyse, die nur nicht negative Werte erlaubt, es können also nicht alle Eigenschaften bewertet werden. Zusätzlich ist anzumerken, dass die Sensibilität des Homogenitätswertes von der Anzahl der Komponenten und der Art des Attributes abhängt. So führt eine Erhöhung der Anzahl der Komponenten zu einer Verringerung des Einflusses jeder einzelnen Komponente auf den Gini-Koeffizienten. Daraus folgt auch, dass der berechnete Homogenitätswert lediglich als Vergleich von Systemen dient, die unter identischen Bedingungen (gleiche Vergrößerung, selbe Anzahl an Komponenten etc.) berechnet wurden; er ist keine universelle Eigenschaft der untersuchten Oberfläche.

Ziel 3: Anwendung der DLIP-Strukturen – Untersuchung der realen Kontaktfläche

In diesem Teil der Arbeit bestand die Herausforderung darin, eine Ex-situ-Methode zur Analyse der realen Kontaktfläche in situ durchzuführen, um so Einblicke in die Entwicklung der realen Kontaktfläche von DLIP-Strukturen während des Reibvorgangs zu erhalten.

Hierfür wurde eine homogene, mittels UKP-DLIP strukturierte Wolframprobe gegen eine polierte 6mm-Al₂O₃-Kugel gerieben. Die Verwendung eines speziellen In-situ-Tribometers ermöglichte die Aufzeichnung der Höheninformation nach jedem Reibzyklus. Diese Daten wurden im Anschluss dazu genutzt, die Kontaktfläche zwischen den Reibpartnern mit einer speziellen Kontaktsoftware (contact.engineering) numerisch abzuschätzen. Nach einer kurzen Einlaufphase zeigte sich eine Korrelation zwischen den berechneten Werten und dem Reibkoeffizienten. Dieses Verhalten entspricht der gängigen Kontakttheorie und demonstriert, dass die zur Berechnung nötigen Vereinfachungen zu einer sinnvollen Bewertung der Kontaktfläche führen. Das vorgestellte Verfahren stellt daher ein einfaches Werkzeug zur Abschätzung der realen Kontaktfläche dar, das auch in Tribosystemen genutzt werden kann, in denen sich diese Größe sonst gar nicht oder nur unter hohem Aufwand untersuchen lässt.

Limitiert wird das Verfahren u. a. dadurch, dass das genutzte In-situ-Tribometer nur die Topographie des Grundkörpers aufzeichnen kann. Die fehlende Höheninformation des Gegenkörpers muss daher über Näherungen in die Kalkulationen einfließen. Auch das begrenzte Auflösungsvermögen des im Tribometer eingebauten Hologrammikroskops reduziert die Genauigkeit des Verfahrens. Zusätzlich erfolgen die numerischen Berechnungen für den reibfreien, statischen Fall ohne Berücksichtigung der plastischen Verformungen, was zu weiteren Abweichungen führt.

7.1 Fazit und Ausblick

Zusammenfassend ausgedrückt gelang es, die gesetzten Ziele dieser Dissertation zu erreichen und die Qualität der klassischen Interferenzstrukturierung im Kurzpulsregime deutlich zu verbessern. Zusätzlich wurden Werkzeuge geschaffen, die künftig dabei helfen können, periodische Strukturen und Verfahrensprozesse zu bewerten, zu verstehen und zu optimieren.

Die homogene DLIP-Strukturierung wurde durch das Hinzufügen einer abbildenden Einheit erreicht. Dabei ist anzumerken, dass dies an einem relativ inhomogenen Lasersystem mit einfacher Linse und einer aus zwei Ebenen aufgebauten Maske demonstriert wurde. Durch Verwendung einer homogenen Strahlquelle (im Optimalfall mit Top-Hat-Profil), einer großen Linse und einer komplett ebenen Maske könnte die Qualität der Strukturierung noch weiter gesteigert werden. Auch eine Umsetzung mit Ultrakurzpulslasern ist denkbar und sollte untersucht werden. Eventuell verstärk auftretenden Problemen mit Plasmabildung im Fokusbereich hinter der Linse könnte mit Schutzgas oder Vakuum entgegengewirkt werden. Der logische finale Schritt wäre der Einbau der abbildenden Einheit in ein modernes, mit Prisma arbeitendes DLIP-System. Hierdurch kann der erhöhte Justageaufwand des Hybridbaus vollständig beseitigt und die vorgestellte Qualität im industriellen Maßstab nutzbar gemacht werden.

Zur Bewertung der Homogenität der periodischen Muster wurde eine Methode konzipiert, die erstmals objektiv und quantitativ durchzuführen ist. Die geltenden Einschränkungen des verwendeten Ungleichverteilungsmaßes geben zugleich die Richtung für eine mögliche Weiterentwicklung des Verfahrens vor. So ist es denkbar, die Sensibilität der Homogenitätswerte durch eine geeignete Normierung zu regulieren. Wichtig ist auch, dass die Prozedur zwar mittels Gini-Koeffizienten demonstriert wurde, nicht aber darauf beschränkt ist. Die modulare Bauweise erlaubt es, den Gini-Koeffizienten durch ein beliebiges anderes Ungleichverteilungsmaß zu ersetzen. An der vorgestellten Prozedur ändert sich hierdurch einzig die Formel zur Berechnung der Homogenität. Auf diesem Wege könnten die Beschränkungen der Gini-Analyse umgangen werden. Andere Maße unterliegen jedoch auch anderen Restriktionen, sodass in diesem Bereich weitere Forschung nötig ist. Im Optimalfall steht am Ende für eine zu untersuchende Eigenschaft eine Auswahl geeigneter Maße zur Verfügung.

Zuletzt wurde erfolgreich ein Ansatz zur Bewertung der Entwicklung der realen Kontaktfläche im trockenen Reibkontakt getestet. Eine exakte Berechnung der Größe wird mit der vorgestellten Methode aufgrund der nötigen Näherungen wahrscheinlich nie möglich sein, aber das präsentierte Verfahren stellt eine einfache Möglichkeit dar, einen Einblick in Systeme zu gewinnen, für die dies vorher gar nicht oder nur unter hohem Aufwand möglich war. In zukünftigen Anwendungen könnte die Genauigkeit der Abschätzung durch die Verwendung einer besseren Kamera und der Berücksichtigung plastischer Verformungen gesteigert werden.

Nicht einbezogene Veröffentlichungen

Im Rahmen dieser Dissertation wurde an weiteren Forschungen mitgewirkt. Da die Ergebnisse jedoch nicht oder nur in geringem Maße zu den gesetzten Zielen dieser Arbeit beitragen, wurden sie nicht berücksichtigt. Dennoch sollen sie im Folgenden erwähnt werden:

I. Tribological behavior of self-lubricating carbon nanoparticle reinforced metal matrix composites

L. Reinert, I. Green, S. Gimmler, B. Lechthaler, F. Mücklich und S. Suárez,

Wear **408–409**, 72–85 (2018).

II. Estimation of residual stresses in perovskite films for capacitor applications

E. Ramos-Moore, P. Leibenguth, S. Slawik, R.S. Coelho, D. Horwat, S. Migot, B. Lechthaler und F. Mücklich,

Thin Solid Films **648**, 21–25 (2018).

III. Grain growth analysis of multiwalled carbon nanotube-reinforced bulk Ni composites

S. Suárez, E. Ramos-Moore, B. Lechthaler und F. Mücklich

Carbon **70**, 173–178 (2014).

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Schematischer Querschnitt zweier Laserstrahlen, die auf einer Oberfläche interferieren. Die Kohärenz des Lasers ermöglicht konstruktive und destruktive Interferenz, wodurch sich eine periodische Intensitätsverteilung ausbildet. Den Abstand P der Maxima lässt sich durch den Winkel θ beeinflussen.	5
Abbildung 2-2: Grundlegender schematischer Aufbau eines Lasers. Ein aktives Medium wird durch eine äußere Energiequelle zur stimulierten Emission angeregt. Die so entstehenden Photonen werden durch eine Resonatorkammer gerichtet, verstärkt und über einen teildurchlässigen Spiegel ausgekoppelt.....	6
Abbildung 2-3: Termschemen für Drei-Niveau- und Vier-Niveau-System	8
Abbildung 2-4: Die linke Spalte skizziert den Beschuss eines Metalls mittels Kurzpulslaser, die rechte den mittels Ultrakurzpulslaser. (a) Einzelbeschuss mit großem Wärmeeintrag. (b) Einzelbeschuss mit überwiegend direkter Ablation. (c) Oberflächenformung durch Schmelze und Marangoni-Konvektion 1-3 nach Interferenzbeschuss 0. (d) UKP-Interferenz 0 und daraus folgende Oberflächenformung durch direkte Ablation 1. (e) REM-Aufnahme einer Wolframoberfläche nach Kurzpuls-Interferenzbeschuss [I]. Teilweise [II] oder vollständig [III] ungeschlossene Schmelzfronten aufgrund zu geringer Laserleistung. (f) REM-Aufnahme der gleichen Wolframoberfläche nach Interferenzbeschuss (dreifach) mittels Ultrakurzpulslaser. Für die Erstellung der Skizzen wurde folgende Literatur hinzugezogen: [28,42,45,60–62]. ..	15
Abbildung 2-5: (a) klassischer DLIP-Aufbau mit Strahlteiler und Spiegeln, (b) moderne DLIP-Variante mit Prisma und Linse.....	16
Abbildung 2-6: Die Abbildung zeigt den Scanweg, mit dem eine Oberfläche vollständig strukturiert werden kann. Die Strecke X/Y kann variiert werden, um die Überlappung zu vergrößern oder zu verringern. Bei einem rundem Strahlquerschnitt werden Teile der Oberfläche unterschiedlich oft vom Laser getroffen.....	18
Abbildung 2-7: Schematische Darstellung der Überlagerung der Teilstrahlen für den Fall, dass eine Maske vor der Probenoberfläche positioniert wurde. Hinter der Maske ergeben sich zwangsweise Bereiche ohne Interferenz [69].....	19
Abbildung 3-1: Strahlprofil des verwendeten Nd-YAG-Lasers: Rot bedeutet höhere, Blau niedrigere Intensität (siehe Skala rechts in der Abbildung) [69].....	23

Abbildung 3-2: Modellquerschnitte durch Oberflächen mit unterschiedlicher Höhenverteilung. Trotz der Unterschiede ist der quadratische Mittelwert aller Beispiele mit $Rq = 5$ identisch. 25

Abbildung 3-3: Hier ist ein Beispiel für die diskrete Lorentz-Kurve gezeigt. Die rote Linie stellt die ideale Gleichverteilung jedes Attributs mit dem gleichen Wert für jede Komponente dar. Die schwarze Linie repräsentiert eine davon abweichende Verteilung eines Attributs. Der Gini-Koeffizient wird als das Verhältnis der Fläche A zur Summe der Flächen A und B (A+B) berechnet [76]. 31

Abbildung 4-1: Zwei in Kontakt stehende raue Körper berühren sich nicht über die gesamte scheinbare Fläche *Ageo* (blau), sondern nur an Rauheitsspitzen. Die Summe der sich berührenden Spitzen bildet die reale Kontaktfläche *Areal* (rot). 35

Abbildung 5-1: (a) Der Laserstrahl wird wie beim klassischen DLIP-Aufbau durch einen Strahlteiler (ST) geteilt, über Spiegel (S) umgeleitet und schließlich überlagert. In den Bereich des Interferenzvolumens wird eine Maske gesetzt. Die Ebene aus Maske und Interferenz wird mit Hilfe einer Linse auf der Probenoberfläche abgebildet. (b) Ein Foto der verwendeten Maske, die aus zwei übereinanderliegenden parallelen Messingplatten bestand, die stufenlos bis zu einer maximalen Öffnung von 1 cm variiert werden konnten [69]. 46

Abbildung 5-2: Diese LSM-Aufnahmen zeigen die Grenze zwischen zwei horizontal aneinandergereihten Interferenzspots. Bilder (a) und (b) zeigen jeweils das Intensitätsprofil, (c) und (d) das farbcodierte Höhenprofil. Auf der linken Seite (a) und (c) wurden die Spots mit dem klassischen DLIP-Verfahren hergestellt, auf der rechten Seite (b) und (d) kam die Hybridmethode zum Einsatz. Der schattierte, rot umrandete Bereich in Bild (a) zeigt unerwünschte Aufschmelzungen der Überlappungszone, die im entsprechenden Grenzbereich (zwischen den roten Pfeilen) im neuen Aufbau nicht zu erkennen sind (b) und (d) [69]. 48

Abbildung 5-3: Bild (a) zeigt die Mitte eines mittels DLIP erzeugten Interferenzspots auf einer Stahlprobe, (b) ist die Fouriertransformation des Bildes aus (a) und in (c) ist die Zerlegung in einzelne Segmente (bzw. Zellen) dargestellt, die sich aus der extrahierten Periode ergibt [76]. 49

Abbildung 5-4: Bild (a) zeigt die LSM-Aufnahme einer mittels Kurzpuls strukturierten Stahloberfläche, (b) den berechneten Homogenitätswert für die Höhe der Strukturmaxima und (c) die Homogenität der Strukturminima. Für die Berechnung wurden die Höhen bzw. Tiefen der Mittelpunkte der jeweiligen Segmente betrachtet [76]. 50

Abbildung 5-5: Die schwarze Linie zeigt die Reibkraft, die rote den realen Kontaktflächenanteil (das Verhältnis von realer und scheinbarer Kontaktfläche). Nach einer Einlaufphase von etwa 105 Zyklen ist der Verlauf der realen Kontaktfläche und des Reibungskoeffizienten korreliert [155]. 52

Abbildung A-1: Zwei Kantilever des Nanotribometers der Firma Anton Paar. Die Kugeln werden mit Sekundenkleber befestigt, was zu schwer zu entfernenden Rückständen führt. . 110

Abbildung A-2: Bild (a) zeigt einen Kantilever, (b) eine Korundkugel, die auf einer Sechskant-Mutter mit eingedrehter Madenschraube festgeklebt wurde. In (c) ist das Haltesystem zu sehen, das auf den Kantilever aufgelegt wird und ein Festschrauben mittels zweiter Mutter erlaubt, was in (d) gezeigt wird. Bild (e) zeigt das Tribometer mit eingebautem Grund und Gegenkörper fertig im Einsatz. 111

Abbildung B-1: Bild (a) zeigt eine Skizze des selbstdesignte Masekenhalters und erklärt wie die Spaltplättchen angebracht werden. In (b) sind reale Aufnahmen des Halters zu sehen, welche an einem Haltearm (c) montiert werden können. Aufnahme (d) zeigen die Konstruktion im Einsatz. 113

Abbildung C-1: Foto der, für den Hybrid Aufbau genutzten, Owis Maske. Die vier Plättchen können jeweils separat über die gesamte Öffnung verschoben werden. 114

Abbildung C-2: Bild (a) zeigt die LSM-Aufnahme einer mittels Hybrid Aufbau und selbstkonstruierter Korundmaske strukturierten Titan Oberfläche. In (b) ist ein Lichtmikroskopbild der Öffnung einer solchen Korundmaske zu sehen. 115

Literaturverzeichnis

1. Lasagni, A. F. *et al.* To use or not to use (direct laser interference patterning), that is the question. *Laser-based Micro- Nanoprocessing IX* **9351**, 935115 (2015).
2. Mücklich, F., Lasagni, A. F. & Daniel, C. Laser Interference Metallurgy – using interference as a tool for micro / nano structuring. *Int. J. Mat. Res.* **97**, 1337–1344 (2006).
3. Meyer, H. M., Sabau, A. S. & Daniel, C. Surface chemistry and composition-induced variation of laser interference-based surface treatment of Al alloys. *Appl. Surf. Sci.* **489**, 893–904 (2019).
4. Catrin, R., Lasagni, A. F., Gachot, C., Schmid, U. & Mücklich, F. Microstructural Design of Advanced Architectures in Titanium/Platinum Thin Films by Laser Interference Metallurgy. *Adv. Eng. Mater.* **10**, 466–470 (2008).
5. Lang, V., Roch, T. & Lasagni, A. F. High-Speed Surface Structuring of Polycarbonate Using Direct Laser Interference Patterning: Toward 1 m² min⁻¹ Fabrication Speed Barrier. *Adv. Eng. Mater.* **18**, 1342–1348 (2016).
6. Mack, C. *Fundamental Principles of Optical Lithography: The Science of Microfabrication.* (John Wiley & Sons, Ltd, 2008).
7. Baumann, R. *et al.* Tailored wetting of copper using precise nanosecond direct laser interference patterning. *Opt. Lasers Eng.* **137**, 106364 (2021).
8. Alamri, S. *et al.* Self-Limited Ice Formation and Efficient De-Icing on Superhydrophobic Micro-Structured Airfoils through Direct Laser Interference Patterning. *Adv. Mater. Interfaces* **7**, 1–10 (2020).
9. Müller, D. W. *et al.* Increasing Antibacterial Efficiency of Cu Surfaces by targeted Surface Functionalization via Ultrashort Pulsed Direct Laser Interference Patterning. *Adv. Mater. Interfaces* **8**, 2001656 (2021).
10. Soldera, M. *et al.* Toward High-Throughput Texturing of Polymer Foils for Enhanced Light Trapping in Flexible Perovskite Solar Cells Using Roll-to-Roll Hot Embossing. *Adv. Eng. Mater.* **22**, 1901217 (2020).
11. Wu, H. *et al.* Large area metal micro-/nano-groove arrays with both structural color and anisotropic wetting fabricated by one-step focused laser interference lithography. *Nanoscale* **11**, 4803–4810 (2019).
12. Xing, Y., Deng, J., Wu, Z. & Wu, F. High friction and low wear properties of laser-textured ceramic surface under dry friction. *Opt. Laser Technol.* **93**, 24–32 (2017).
13. Bieda, M., Schmädicke, C., Roch, T. & Lasagni, A. Ultra-Low Friction on 100Cr6-Steel Surfaces After Direct Laser Interference Patterning. *Adv. Eng. Mater.* **17**, 102–108 (2015).

14. Jähmig, T. & Lasagni, A. F. Laser interference patterned ta-C-coated dry forming tools. *Ind. Lubr. Tribol.* **72**, 1001–1005 (2020).
15. Rosenkranz, A. *et al.* Improved wear behavior of cylindrical roller thrust bearings by three-beam laser interference. *Adv. Eng. Mater.* **18**, 854–862 (2016).
16. Trinh, K. E. *et al.* Topographical and Microstructural Effects of Laser Surface Texturing on Tin-Coated Copper Electrical Connectors Under Load Cycling. *IEEE Trans. Components, Packag. Manuf. Technol.* **7**, 582–590 (2017).
17. Rosenkranz, A. *et al.* Direct Laser Interference Patterning: Tailoring of Contact Area for Frictional and Antibacterial Properties. *Lubricants* **4**, 2 (2016).
18. Müller, D. W., Fox, T., Grützmacher, P. G., Suarez, S. & Mücklich, F. Applying Ultrashort Pulsed Direct Laser Interference Patterning for Functional Surfaces. *Sci. Rep.* **10**, 3647 (2020).
19. Gadelmawla, E. S., Koura, M. M., Maksoud, T. M. A., Elewa, I. M. & Soliman, H. H. Roughness parameters. *J. Mater. Process. Technol.* **123**, 133–145 (2002).
20. Einstein, A. Zur Quantentheorie der Strahlung. *Phys. Zeitschrift* **18**, 121–128 (1917).
21. Maiman, T. H. Stimulated optical radiation in Ruby. *Nature* **187**, 493–494 (1960).
22. Naidu, S. M. *Engineering Physics*. (Pearson Education India, 2013).
23. D’Alessandria, M., Lasagni, A. & Mücklich, F. Direct micro-patterning of aluminum substrates via laser interference metallurgy. *Appl. Surf. Sci.* **255**, 3210–3216 (2008).
24. Taylor, T. S. *Introduction to Laser Science and Engineering. Introduction to Laser Science and Engineering* (CRC Press, 2019).
25. Sigrist, M. W. *Laser: Theorie, Typen und Anwendungen. Laser: Theorie, Typen und Anwendungen* (Springer Berlin Heidelberg, 2018).
26. Eichhorn, M. *Laserphysik: Grundlagen und Anwendungen für Physiker, Maschinenbauer und Ingenieure*. (Springer Spektrum Berlin, 2013).
27. *Springer Handbook of Lasers and Optics*. (Springer Berlin Heidelberg, 2012).
28. Li, X. & Guan, Y. Theoretical fundamentals of short pulse laser-metal interaction: A review. *Nami Jishu yu Jingmi Gongcheng/Nanotechnology Precis. Eng.* **3**, 105–125 (2020).
29. Mishra, S. & Yadava, V. Laser Beam MicroMachining (LBMM) - A review. *Opt. Lasers Eng.* **73**, 89–122 (2015).
30. Yao, Y. L., Chen, H. & Zhang, W. Time scale effects in laser material removal: a review. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* **26**, 598–608 (2005).
31. Meijer, J. Laser beam machining (LBM), state of the art and new opportunities. *J. Mater. Process. Technol.* **149**, 2–17 (2004).

32. Sugioka, K., Meunier, M. & Piqué, A. *Laser Precision Microfabrication. Angewandte Chemie International Edition* vol. 135 (Springer Berlin Heidelberg, 2010).
33. Poprawe, R. *Tailored Light 2 - Laser Application Technology. Tailored Light 2 - Laser Application Technology* (Springer Berlin Heidelberg, 2011).
34. Stuart, B. C., Feit, M. D., Rubenchik, A. M., Shore, B. W. & Perry, M. D. Laser-induced damage in dielectrics with nanosecond to subpicosecond pulses. *Phys. Rev. Lett.* **74**, 2248–2251 (1995).
35. Bäuerle, D. *Laser Processing and Chemistry. Laser Processing and Chemistry* (Springer Berlin Heidelberg, 2011).
36. Chichkov, B. N., Momma, C., Nolte, S., Von Alvensleben, F. & Tünnermann, A. Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids. *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.* **63**, 109–115 (1996).
37. Krüger, J. & Kautek, W. Ultrashort pulse laser interaction with dielectrics and polymers. *Adv. Polym. Sci.* **168**, 247–289 (2004).
38. von der Linde, D., Sokolowski-Tinten, K. & Bialkowski, J. Laser–solid interaction in the femtosecond time regime. *Appl. Surf. Sci.* **109–110**, 1–10 (1997).
39. Stoian, R., Ashkenasi, D., Rosenfeld, A. & Campbell, E. E. B. Coulomb explosion in ultrashort pulsed laser ablation of Al₂O₃. *Phys. Rev. B* **62**, 13167–13173 (2000).
40. Anisimov, S. I., Kapeliovich, B. L. & Perel'man, T. L. Electron emission from metal surfaces exposed to ultrashort laser pulses. *Sov. Phys. JETP* **39**, 375–377 (1974).
41. Pham, D. T., Dimov, S. S. & Petkov, P. V. Laser milling of ceramic components. *Int. J. Mach. Tools Manuf.* **47**, 618–626 (2007).
42. Hamad, A. H. Effects of Different Laser Pulse Regimes (Nanosecond, Picosecond and Femtosecond) on the Ablation of Materials for Production of Nanoparticles in Liquid Solution. in *High Energy and Short Pulse Lasers* (InTech, 2016).
43. Byskov-Nielsen, J., Savolainen, J. M., Christensen, M. S. & Balling, P. Ultra-short pulse laser ablation of metals: Threshold fluence, incubation coefficient and ablation rates. *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.* **101**, 97–101 (2010).
44. Garcia-Lechuga, M. & Grojo, D. Simple and robust method for determination of laser fluence thresholds for material modifications: an extension of Liu's approach to imperfect beams. *Open Res. Eur.* **1**, 7 (2021).
45. Leitz, K. H., Redlingshöer, B., Reg, Y., Otto, A. & Schmidt, M. Metal ablation with short and ultrashort laser pulses. *Phys. Procedia* **12**, 230–238 (2011).
46. Volkov, A. N. & Zhigilei, L. V. Melt dynamics and melt-through time in continuous wave laser heating of metal films: Contributions of the recoil vapor pressure and Marangoni effects. *Int. J. Heat Mass Transf.* **112**, 300–317 (2017).

47. Ajaev, V. S. & Willis, D. A. Thermocapillary flow and rupture in films of molten metal on a substrate. *Phys. Fluids* **15**, 3144–3150 (2003).
48. Willis, D. A. & Xu, X. Transport phenomena and droplet formation during pulsed laser interaction with thin films. *J. Heat Transfer* **122**, 763–770 (2000).
49. Phillips, K. C., Gandhi, H. H., Mazur, E. & Sundaram, S. K. Ultrafast laser processing of materials: a review. *Adv. Opt. Photonics* **7**, 684 (2015).
50. Garasz, K. *et al.* The Effect of Process Parameters in Femtosecond Laser Micromachining. *Bulg. J. Phys.* **43**, 110–120 (2016).
51. Zhigilei, L. V. & Garrison, B. J. Microscopic mechanisms of laser ablation of organic solids in the thermal and stress confinement irradiation regimes. *J. Appl. Phys.* **88**, 1281–1298 (2000).
52. Perez, D. & Lewis, L. J. Ablation of Solids under Femtosecond Laser Pulses. *Phys. Rev. Lett.* **89**, 1–4 (2002).
53. Schäfer, C., Urbassek, H. M. & Zhigilei, L. V. Metal ablation by picosecond laser pulses: A hybrid simulation. *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.* **66**, 1154041–1154048 (2002).
54. Ivanov, D. S. & Zhigilei, L. V. Effect of Pressure Relaxation on the Mechanisms of Short-Pulse Laser Melting. *Phys. Rev. Lett.* **91**, 1–4 (2003).
55. Perez, D. & Lewis, L. J. Molecular-dynamics study of ablation of solids under femtosecond laser pulses. *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.* **67**, (2003).
56. Biswas, S., Ghosh, A., Odusanya, A. & Kietzig, A. M. Effect of irradiation wavelength on femtosecond laser-induced homogenous surface structures. *Appl. Surf. Sci.* **493**, 375–383 (2019).
57. Buividas, R., Mikutis, M. & Juodkazis, S. Surface and bulk structuring of materials by ripples with long and short laser pulses: Recent advances. *Prog. Quantum Electron.* **38**, 119–156 (2014).
58. Florian, C., Kirner, S. V., Krüger, J. & Bonse, J. Surface functionalization by laser-induced periodic surface structures. *J. Laser Appl.* **32**, 022063 (2020).
59. Bonse, J. & Gräf, S. Maxwell Meets Marangoni - A Review of Theories on Laser-Induced Periodic Surface Structures. *Laser Photonics Rev.* **14**, 2000215 (2020).
60. Yan, Z. *et al.* Numerical simulation on nanosecond laser ablation of titanium considering plasma shield and evaporation-affected surface thermocapillary convection. *Opt. Commun.* **453**, 124384 (2019).
61. Petkov, P. V., Dimov, S. S., Minev, R. M. & Pham, D. T. Laser milling: Pulse duration effects on surface integrity. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf.* **222**, 35–45 (2008).

62. Lang, V., Voisiat, B., Kunze, T. & Lasagni, A. F. Fabrication of High Aspect-Ratio Surface Micro Patterns on Stainless Steel using High-Speed Direct Laser Interference Patterning. *Adv. Eng. Mater.* **21**, 1900151 (2019).
63. Nakata, Y. Interference laser processing. *Adv. Opt. Technol.* **5**, 29–38 (2016).
64. Bieda, M., Siebold, M. & Lasagni, A. F. Fabrication of sub-micron surface structures on copper, stainless steel and titanium using picosecond laser interference patterning. *Appl. Surf. Sci.* **387**, 175–182 (2016).
65. Alamri, S. & Lasagni, A. F. Development of a general model for direct laser interference patterning of polymers. *Opt. Express* **25**, 9603 (2017).
66. Madelung, A. *et al.* Scanner-Based Direct Laser Interference Patterning on Stainless Steel. *Adv. Eng. Mater.* **23**, 2001414 (2021).
67. El-Khoury, M., Voisiat, B., Kunze, T. & Lasagni, A. F. Utilizing a Diffractive Focus Beam Shaper to Enhance Pattern Uniformity and Process Throughput during Direct Laser Interference Patterning. *Materials (Basel)*. **15**, 591 (2022).
68. Hecht, E. *Optics - Global Edition. 5th ed.* (Pearson Education, 2016).
69. Lechthaler, B., Fox, T., Slawik, S. & Mücklich, F. Direct laser interference patterning combined with mask imaging. *Opt. Laser Technol.* **123**, 105918 (2020).
70. Gachot, C. *et al.* Dry friction between laser-patterned surfaces: Role of alignment, structural wavelength and surface chemistry. *Tribol. Lett.* **49**, 193–202 (2013).
71. Forbes, A. *et al.* Methodologies for assessing local surface texture features that are relevant to cell attachment. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* **21**, 2463–2477 (2010).
72. Filliben, J. J., Kafadar, K. & Shier, D. R. Testing for homogeneity of two-dimensional surfaces. *Math. Model.* **4**, 167–189 (1983).
73. Aguilar-Morales, A. I., Alamri, S., Kunze, T. & Lasagni, A. F. Influence of processing parameters on surface texture homogeneity using Direct Laser Interference Patterning. *Opt. Laser Technol.* **107**, 216–227 (2018).
74. Simões, J. G. A. B., Riva, R. & Miyakawa, W. High-speed Laser-Induced Periodic Surface Structures (LIPSS) generation on stainless steel surface using a nanosecond pulsed laser. *Surf. Coatings Technol.* **344**, 423–432 (2018).
75. Rossi, P., Engstler, M. & Mücklich, F. Homogeneity Quantification Method and its Application to Microstructure Assessment. *Pract. Metallogr.* **51**, 180–199 (2014).
76. Lechthaler, B., Pauly, C. & Mücklich, F. Objective homogeneity quantification of a periodic surface using the Gini coefficient. *Sci. Rep.* **10**, 1–17 (2020).
77. Gini, C. Variabilità e mutabilità. *Repr. Mem. di Metodol. Stat. (Ed. Pizetti E, Salvemini, T). Rome Libr. Eredi Virgilio Veschi* (1912).

78. Gastwirth, J. L. The Estimation of the Lorenz Curve and Gini Index. *Rev. Econ. Stat.* **54**, 306 (1972).
79. Xu, K. How has the Literature on Gini's Index Evolved in the Past 80 Years? *SSRN Electron. J.* 1–41 (2003)
80. Vlădescu, S.-C., Olver, A. V., Pegg, I. G. & Reddyhoff, T. Combined friction and wear reduction in a reciprocating contact through laser surface texturing. *Wear* **358–359**, 51–61 (2016).
81. Vladescu, S.-C., Olver, A. V., Pegg, I. G. & Reddyhoff, T. The effects of surface texture in reciprocating contacts – An experimental study. *Tribol. Int.* **82**, 28–42 (2015).
82. Braun, D., Greiner, C., Schneider, J. & Gumbsch, P. Efficiency of laser surface texturing in the reduction of friction under mixed lubrication. *Tribol. Int.* **77**, 142–147 (2014).
83. Varenberg, M., Halperin, G. & Etsion, I. Different aspects of the role of wear debris in fretting wear. *Wear* **252**, 902–910 (2002).
84. Wakuda, M., Yamauchi, Y., Kanzaki, S. & Yasuda, Y. Effect of surface texturing on friction reduction between ceramic and steel materials under lubricated sliding contact. *Wear* **254**, 356–363 (2003).
85. Costa, H. L. & Hutchings, I. M. Effects of die surface patterning on lubrication in strip drawing. *J. Mater. Process. Technol.* **209**, 1175–1180 (2009).
86. Pettersson, U. & Jacobson, S. Friction and Wear Properties of Micro Textured DLC Coated Surfaces in Boundary Lubricated Sliding. *Tribol. Lett.* **17**, 553–559 (2004).
87. Pettersson, U. & Jacobson, S. Influence of surface texture on boundary lubricated sliding contacts. *Tribol. Int.* **36**, 857–864 (2003).
88. Schreck, S. & Zum Gahr, K.-H. Laser-assisted structuring of ceramic and steel surfaces for improving tribological properties. *Appl. Surf. Sci.* **247**, 616–622 (2005).
89. Rung, S. *et al.* Possibilities of Dry and Lubricated Friction Modification Enabled by Different Ultrashort Laser-Based Surface Structuring Methods. *Lubricants* **7**, 43 (2019).
90. Stark, T., Alamri, S., Aguilar-Morales, A. I., Kiedrowski, T. & Lasagni, A. F. Positive Effect of Laser Structured Surfaces on Tribological Performance. *J. Laser Micro/Nanoengineering* **14**, 13–18 (2019).
91. Dunn, A. *et al.* Laser surface texturing for high friction contacts. *Appl. Surf. Sci.* **357**, 2313–2319 (2015).
92. Bowden, F. P. & Tabor, D. *The Friction and Lubrication of Solids*. (Oxford: Clarendon Press, 1954).
93. Greenwood, J. A. & Williamson, J. B. P. Contact of nominally flat surfaces. *Proc. R. Soc. London. Ser. A. Math. Phys. Sci.* **295**, 300–319 (1966).

94. Whitehouse, D. J. & Archard, J. F. The properties of random surfaces of significance in their contact. *Proc. R. Soc. London. A. Math. Phys. Sci.* **316**, 97–121 (1970).
95. Onions, R. A. & Archard, J. F. The contact of surfaces having a random structure. *J. Phys. D. Appl. Phys.* **6**, 289–304 (1973).
96. Ludema, K. C., Arbor, A., Carlisle, S. & Schwartz, S. Friction, wear, lubrication: a textbook in tribology. *Choice Rev. Online* **34**, 34-2769-34–2769 (1997).
97. Singer, I. L. & Pollock, H. *Fundamentals of friction: macroscopic and microscopic processes*. vol. 220 (Springer Science & Business Media, 2012).
98. Campañá, C. & Müser, M. H. Contact mechanics of real vs. randomly rough surfaces: A Green's function molecular dynamics study. *Europhys. Lett.* **77**, 38005 (2007).
99. Sayles, R. S. & Thomas, T. R. On the plastic contact of rough surfaces. *Proc. R. Soc. London. A. Math. Phys. Sci.* **327**, 159–173 (1972).
100. Dieterich, J. H. & Kilgore, B. D. Direct observation of frictional contacts: New insights for state-dependent properties. *Pure Appl. Geophys. PAGEOPH* **143**, 283–302 (1994).
101. Yashima, S. *et al.* Normal contact and friction of rubber with model randomly rough surfaces. *Soft Matter* **11**, 871–881 (2015).
102. Rubinstein, S. M., Cohen, G. & Fineberg, J. Detachment fronts and the onset of dynamic friction. *Nature* **430**, 1005–1009 (2004).
103. Archard, J. F. Elastic deformation and the laws of friction. *Proc. R. Soc. London. Ser. A. Math. Phys. Sci.* **243**, 190–205 (1957).
104. Persson, B. N. J., Albohr, O., Tartaglino, U., Volokitin, A. I. & Tosatti, E. On the nature of surface roughness with application to contact mechanics, sealing, rubber friction and adhesion. *J. Phys. Condens. Matter* **17**, R1–R62 (2005).
105. Pastewka, L. & Robbins, M. O. Contact between rough surfaces and a criterion for macroscopic adhesion. *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* **111**, 3298–3303 (2014).
106. Yastrebov, V. A., Anciaux, G. & Molinari, J. F. From infinitesimal to full contact between rough surfaces: Evolution of the contact area. *Int. J. Solids Struct.* **52**, 83–102 (2015).
107. Yang, C., Tartaglino, U. & Persson, B. N. J. A multiscale molecular dynamics approach to contact mechanics. *Eur. Phys. J. E* **19**, 47–58 (2006).
108. Hyun, S., Pei, L., Molinari, J.-F. & Robbins, M. O. Finite-element analysis of contact between elastic self-affine surfaces. *Phys. Rev. E* **70**, 026117 (2004).
109. Borri-Brunetto, M., Chiaia, B. & Ciavarella, M. Incipient sliding of rough surfaces in contact: a multiscale numerical analysis. *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* **190**, 6053–6073 (2001).

110. Stachowiak, G. W. & Batchelor, A. W. *Engineering Tribology*. (Elsevier, 2014).
111. Johnson, K. L. Contact mechanics and the wear of metals. *Wear* **190**, 162–170 (1995).
112. Kappor, A., Johnson, K. L. & Williams, J. A. A model for the mild ratcheting wear of metals. *Wear* **200**, 38–44 (1996).
113. Bower, A. F. Influence of Strain Hardening on the Cumulative Plastic Deformation Caused By Repeated Rolling and Sliding Contact. *Cambridge Univ. Eng. Dep. (Technical Report) CUED/C-Mech* **37**, (1987).
114. Popov, V. L. *Kontaktmechanik und Reibung: von der Nanotribologie bis zur Erdbebendynamik*. (Springer-Verlag, 2016).
115. Whitten, P. G. & Brown, H. R. Polymer entanglement density and its influence on interfacial friction. *Phys. Rev. E* **76**, 026101 (2007).
116. Tabor, D. Friction—The Present State of Our Understanding. *J. Lubr. Technol.* **103**, 169–179 (1981).
117. Tas, N. R., Gui, C. & Elwenspoek, M. Static friction in elastic adhesion contacts in MEMS. *J. Adhes. Sci. Technol.* **17**, 547–561 (2003).
118. Mo, Y., Turner, K. T. & Szlufarska, I. Friction laws at the nanoscale. *Nature* **457**, 1116–1119 (2009).
119. Brendlé, M., Diss, P. & Stempflé, P. Nanoparticle detachment: A possible link between macro- and nanotribology? *Tribol. Lett.* **9**, 97–104 (2000).
120. Stempflé, P., Castelein, G. & Brendlé, M. Influence of environment on the size of the elemental wear debris of graphite. in *Tribology Series* vol. 40 295–304 (2002).
121. Gnecco, E. & Meyer, E. *Fundamentals of friction and wear*. (Springer Science & Business Media, 2007).
122. Stempflé, P. & Brendlé, M. Tribological behaviour of nacre—Influence of the environment on the elementary wear processes. *Tribol. Int.* **39**, 1485–1496 (2006).
123. Chey, S. K., Tian, P. & Tian, Y. Estimation of real contact area during sliding friction from interface temperature. *AIP Adv.* **6**, 065227 (2016).
124. Vick, B., Furey, M. J. & Iskandar, K. Theoretical surface temperatures generated from sliding contact of pure metallic elements. *Tribol. Int.* **33**, 265–271 (2000).
125. Vick, B. & Furey, M. J. A basic theoretical study of the temperature rise in sliding contact with multiple contacts. *Tribol. Int.* **34**, 823–829 (2001).
126. Vick, B. & Furey, M. J. An investigation into the influence of frictionally generated surface temperatures on thermionic emission. *Wear* **254**, 1155–1161 (2003).
127. Stempflé, P. *et al.* Evaluation of the real contact area in three-body dry friction by micro-thermal analysis. *Tribol. Int.* **43**, 1794–1805 (2010).

128. Holm, R. *Electric Contacts. Electric Contacts* (Springer Berlin Heidelberg, 1967).
129. Ovcharenko, A., Halperin, G., Etsion, I. & Varenberg, M. A novel test rig for in situ and real time optical measurement of the contact area evolution during pre-sliding of a spherical contact. *Tribol. Lett.* **23**, 55–63 (2006).
130. Weber, B. *et al.* Molecular probes reveal deviations from Amontons' law in multi-asperity frictional contacts. *Nat. Commun.* **9**, 888 (2018).
131. Weber, B., Suhina, T., Brouwer, A. M. & Bonn, D. Frictional weakening of slip interfaces. *Sci. Adv.* **5**, 1–8 (2019).
132. Aymerich, F. & Pau, M. Assessment of nominal contact area parameters by means of ultrasonic waves. *J. Tribol.* **126**, 639–645 (2004).
133. Lekue, J., Dörner, F. & Schindler, C. On the Source of the Systematic Error of the Pressure Measurement Film Applied to Wheel–Rail Normal Contact Measurements. *J. Tribol.* **140**, (2018).
134. Nitta, I. Measurements of real contact areas using PET films (thickness, 0.9 μm). *Wear* **181–183**, 844–849 (1995).
135. Nitta, I. & Matsuzaki, Y. Experimental study of the performance of static seals based on measurements of real contact area using thin polycarbonate films. *J. Tribol.* **132**, 1–7 (2010).
136. Bettscheider, S., Gachot, C. & Rosenkranz, A. How to measure the real contact area? A simple marker and relocation foot-printing approach. *Tribol. Int.* **103**, 167–175 (2016).
137. Xu, Y., Jackson, R. L., Chen, Y., Zhang, A. & Prorok, B. C. A comparison of nanoscale measurements with the theoretical models of real and nominal contact areas. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part J J. Eng. Tribol.* **234**, 1735–1745 (2020).
138. Persson, B. N. J. Contact mechanics for randomly rough surfaces. *Surf. Sci. Rep.* **61**, 201–227 (2006).
139. Rey, V., Anciaux, G. & Molinari, J.-F. Normal adhesive contact on rough surfaces: efficient algorithm for FFT-based BEM resolution. *Comput. Mech.* **60**, 69–81 (2017).
140. Ilincic, S., Vorlaufer, G., Fotiu, P. A., Vernes, A. & Franek, F. Combined finite element-boundary element method modelling of elastic multi-asperity contacts. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part J J. Eng. Tribol.* **223**, 767–776 (2009).
141. Campañá, C. & Müser, M. H. Practical Green's function approach to the simulation of elastic semi-infinite solids. *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.* **74**, 075420 (2006).
142. Röttger, M. C. *et al.* Contact engineering—Create, analyze and publish digital surface twins from topography measurements across many scales. *Surf. Topogr. Metrol. Prop.* **10**, 035032 (2022).

143. Ciavarella, M., Murolo, C. & Demelio, G. On the elastic contact of rough surfaces: Numerical experiments and comparisons with recent theories. *Wear* **261**, 1102–1113 (2006).
144. Jackson, R. L. & Green, I. On the modeling of elastic contact between rough surfaces. *Tribol. Trans.* **54**, 300–314 (2011).
145. Müser, M. H. *et al.* Meeting the Contact-Mechanics Challenge. *Tribol. Lett.* **65**, 118 (2017).
146. Woo, K. L. & Thomas, T. R. Contact of rough surfaces: A review of experimental work. *Wear* **58**, 331–340 (1980).
147. Xu, Y., Chen, Y., Zhang, A., Jackson, R. L. & Prorok, B. C. A New Method for the Measurement of Real Area of Contact by the Adhesive Transfer of Thin Au film. *Tribol. Lett.* **66**, 32 (2018).
148. Roussos, C. C. & Swingler, J. A 3D contact analysis approach for the visualization of the electrical contact asperities. *AIP Adv.* **7**, 015023 (2017).
149. Johnson, J. E., McIff, T. E., Lee, P., Toby, E. B. & Fischer, K. J. Validation of radiocarpal joint contact models based on images from a clinical MRI scanner. *Comput. Methods Biomech. Biomed. Engin.* **17**, 378–387 (2014).
150. Suhina, T. *et al.* Fluorescence Microscopy Visualization of Contacts Between Objects. *Angew. Chemie Int. Ed.* **54**, 3688–3691 (2015).
151. Korres, S. & Dienwiebel, M. Design and construction of a novel tribometer with online topography and wear measurement. *Rev. Sci. Instrum.* **81**, (2010).
152. Stanley, H. M. & Kato, T. An fft-based method for rough surface contact. *J. Tribol.* **119**, 481–485 (1997).
153. Liu, S., Wang, Q. & Liu, G. A versatile method of discrete convolution and FFT (DC-FFT) for contact analyses. *Wear* **243**, 101–111 (2000).
154. Polonsky, I. A. & Keer, L. M. A numerical method for solving rough contact problems based on the multi-level multi-summation and conjugate gradient techniques. *Wear* **231**, 206–219 (1999).
155. Lechthaler, B., Ochs, G., Mücklich, F. & Dienwiebel, M. Evolution of the True Contact Area of Laser Textured Tungsten Under Dry Sliding Conditions. *Front. Mech. Eng.* **5**, 1–6 (2019).
156. Soldera, M., Reichel, C., Kuisat, F. & Lasagni, A. F. Topography Analysis and Homogeneity Quantification of Laser-Patterned Periodic Surface Structures. *J. Laser Micro/Nanoengineering* **17**, 81–88 (2022).

Anhang A – Tribometer-Modifikation

Die tribologische Voruntersuchung wurden an einem ‚Ball-On-Disk‘-Nano-Tribometer der Firma Anton Paar (ehemals CSM Instruments) durchgeführt (Abbildung A-2 (e)). Bei diesem Gerät wird eine Kugel (der Gegenkörper) an der Spitze eines Kantilevers befestigt und mit vorgegebener Normalkraft auf einen darunter liegende Grundkörper gedrückt, der sich während des Experiments mit definierter Geschwindigkeit und Amplitude, linear oszillatorisch bewegt. Über am Kantilever befestigte Spiegel können die Auslenkungen und damit die auftretenden Kräfte (Normalkraft, Reibkraft) detektiert werden. Vom Hersteller ist es angedacht, dass die Kugel mittels Sekundenkleber an der Kantileverspitze befestigt wird (Abbildung A-1).



Abbildung A-1: Zwei Kantilever des Nanotribometers der Firma Anton Paar. Die Kugeln werden mit Sekundenkleber befestigt, was zu schwer zu entfernenden Rückständen führt.

Das hat mehrere Nachteile:

- Der Wechsel des Gegenkörpers ist Zeitintensiv (30 min und mehr): Der Kleber der Kugel muss zwischen den Messungen mit Lösemittel (z. B. Aceton) beseitigt werden. Da die Spiegel ebenfalls festgeklebt sind, ist dieser Prozess immer mit der Gefahr verbunden, dass sich die Spiegel lösen, was mit einer erneuten Montage der Spiegel und einer zeitaufwendigen Kalibrierung des Tribometers verbunden ist. Daraus folgt, dass sich der Kleber in der Regel nicht vollständig entfernen lässt. Am Ende erfolgt die Anbringung einer neuen Kugel mit Sekundenkleber, der vollständig aushärten muss.
- Kleberrückstände führen dazu, dass Kugeln nicht immer in derselben Position befestigt werden können, was sich negativ auf Wiederholungsexperimente auswirken kann.
- Es ist nicht möglich, die Kugel zu bearbeiten (z. B. mittels DLIP-Verfahren) und im Anschluss ausgerichtet an der Kantileverspitze aufzubringen.

Um diese Probleme zu umgehen, wurde im Verlauf der Dissertation das bestehende System überarbeitet. Die Gegenkörper wurden nicht mehr direkt am Kantilever (Abbildung A-2 (a)) selbst, sondern auf Sechskantmuttern aufgeklebt, in die bereits eine Madenschraube eingedreht wurde (b). Die so präparierten Kugeln können im Anschluss mit Hilfe eines selbst designten Halters (c) und einer zweiten Mutter schnell und einfach, am Loch in der Kantilever Spitze, festgeschraubt werden (d).

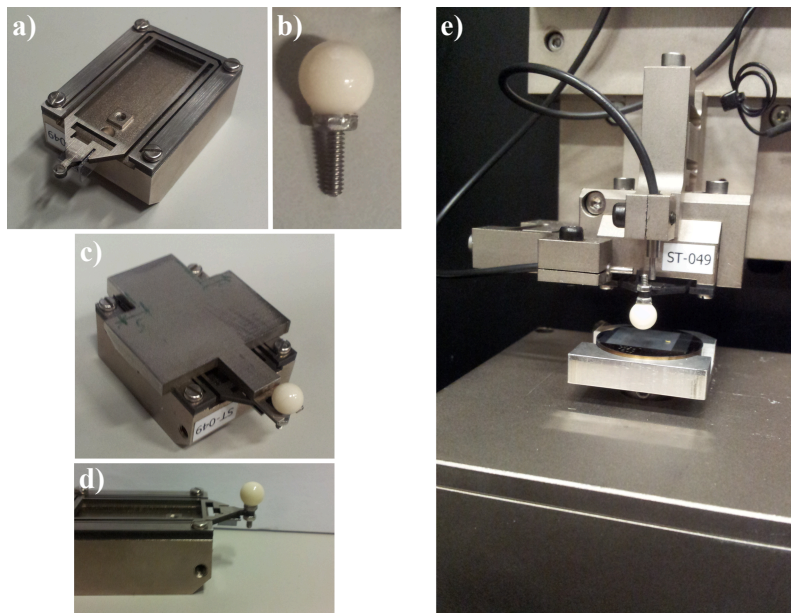


Abbildung A-2: Bild (a) zeigt einen Kantilever, (b) eine Korundkugel, die auf einer Sechskant-Mutter mit eingedrehter Madenschraube festgeklebt wurde. In (c) ist das Haltesystem zu sehen, das auf den Kantilever aufgelegt wird und ein Festschrauben mittels zweiter Mutter erlaubt, was in (d) gezeigt wird. Bild (e) zeigt das Tribometer mit eingebautem Grund und Gegenkörper fertig im Einsatz.

Diese Art der Befestigung eliminiert alle zuvor genannten Nachteile:

- Der Wechsel kann innerhalb von Minuten sicher durchgeführt werden.
- Alle Proben werden identisch montiert, wodurch sich die Vergleichbarkeit von Wiederholungsmessungen erhöht.
- Die Kugeln können extern bearbeitet werden (z. B. durch DLIP-Beschuss). Die Sechskant-Form der Mutter erlaubt zusammen mit dem Haltesystem, welches an der Spitze eine Gabelform mit Zwei Zinken besitzt (Abbildung A-2 (c)), eine gerichtete Montage.

Für die Veröffentlichung „Evolution of the True Contact Area of Laser Textured Tungsten Under Dry Sliding Conditions“ wurde die hier beschriebene, selbst konstruierte Methode zur Befestigung der Gegenkörper genutzt. Hierfür wurde die Kantilever-Feder mittels Adapter montiert und für die vorgestellten Experimente verwendet. Die Nutzung einer Kugel hatte zum einen den Vorteil, dass sie, im Gegensatz zu einem Stift (Pin), immer korrekt auf der Probenoberfläche ausgerichtet ist und zum anderen waren durch Vormessungen bereits die optimalen Parameter (u. a. Normalkraft) bekannt und konnten so einfach auf das In-situ-Tribometer übertragen werden.

Anhang B – Optimierter Maskenhalter

Vor der Entwicklung des Hybridaufbaus wurde der Maskenhalter des klassischen DLIP-Aufbaus optimiert und neu konstruiert. Der alternative Halter wurde dabei so designt, dass der Abstand zwischen Probe und Maske minimiert werden kann, wodurch Interferenzschatten und Beugungseffekte reduziert werden. Gleichzeitig wurde darauf geachtet, dass die kommerziell erhältlichen Spaltplättchen der zuvor verwendeten Maske von Owis weiter genutzt werden können, wodurch Wartung und Austausch vereinfacht werden.

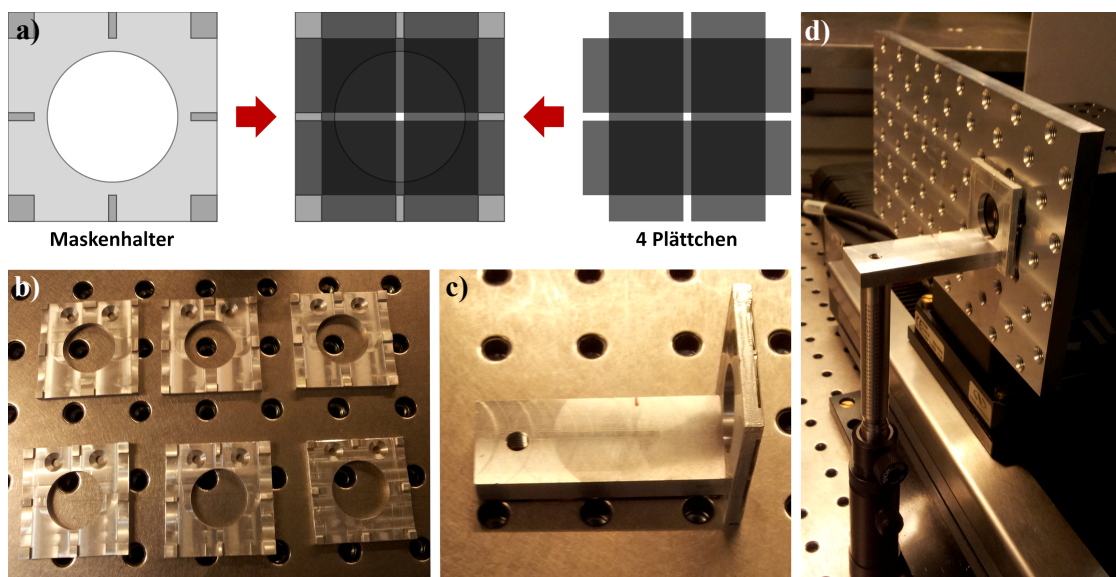


Abbildung B-1: Bild (a) zeigt eine Skizze des selbstdesignte Masekenhalters und erklärt wie die Spaltplättchen angebracht werden. In (b) sind reale Aufnahmen des Halters zu sehen, welche an einem Haltearm (c) montiert werden können. Aufnahme (d) zeigen die Konstruktion im Einsatz.

Das Resultat ist in Abbildung B-1 gezeigt. Vier Bronzeplättchen können paarweise übereinander festgeklemmt und bei Bedarf mit Klebeband fixiert werden (a). Eine Variation der Öffnung lässt sich durch jeweils angepasste Halter mit unterschiedlich breitem Mittelsteg realisieren (b). Die gesamte Konstruktion besitzt keine über die Maskenebene herausragenden Erhebungen und kann an einem Arm befestigt (c) der sich nahe an die Probenoberfläche heranführen lässt (d), wodurch letztlich eine Reduzierung von Defekten (Beugung/Maskenschatten) erreicht wird.

Die in der Veröffentlichung des Hybridverfahrens präsentierte Referenz des klassischen Interferenzaufbaus wurde mit der hier vorgestellten optimierten Maske erzeugt

Anhang C – Flache Maske

Für den Hybridaufbau wurde zum Ausschneiden des Zwischenbildes eine kommerziell erhältliche variable Spaltmaske von Owis genutzt (Abbildung C-1). Diese hat den Vorteil, dass die vier Seiten der Öffnung unabhängig voneinander bewegt werden können und so gezielt ein möglichst homogener Bereich aus dem Interferenzvolumen ausgeschnitten werden kann. Nachteilig ist jedoch, dass die Maske aus zwei Ebenen (aus jeweils zwei paarweise aufeinanderliegenden Plättchen) aufgebaut ist. Da die abbildende Einheit jedoch nur eine Ebene exakt projizieren kann, können hierdurch leichte Beugungslinien entstehen.



Abbildung C-1: Foto der, für den Hybridaufbau genutzten, Owis Maske. Die vier Plättchen können jeweils separat über die gesamte Öffnung verschoben werden.

In der Veröffentlichung wurde vermutet, dass die in der Arbeit aufgetretenen marginalen Beugungseffekte am oberen und unteren Rand vollständig verschwinden, wenn eine Maske verwendet wird, die auf eine Ebene beschränkt ist.

Da eine passende Maske nicht erworben werden konnte, wurde zum Überprüfen dieser These eine eigene Maske hergestellt. Hierfür wurde am Lehrstuhl für Laserbasierte Methoden der großflächigen Oberflächenstrukturierung von Prof. Andrés Lasagni mithilfe eines Lasers eine quadratische Öffnung aus dünnen Korundplättchen herausgeschnitten. Die so präparierte Scheibe wurde daraufhin in einem (in Anhang B beschriebenen) modifizierten Maskenhalter befestigt und zur Hybridstrukturierung genutzt.

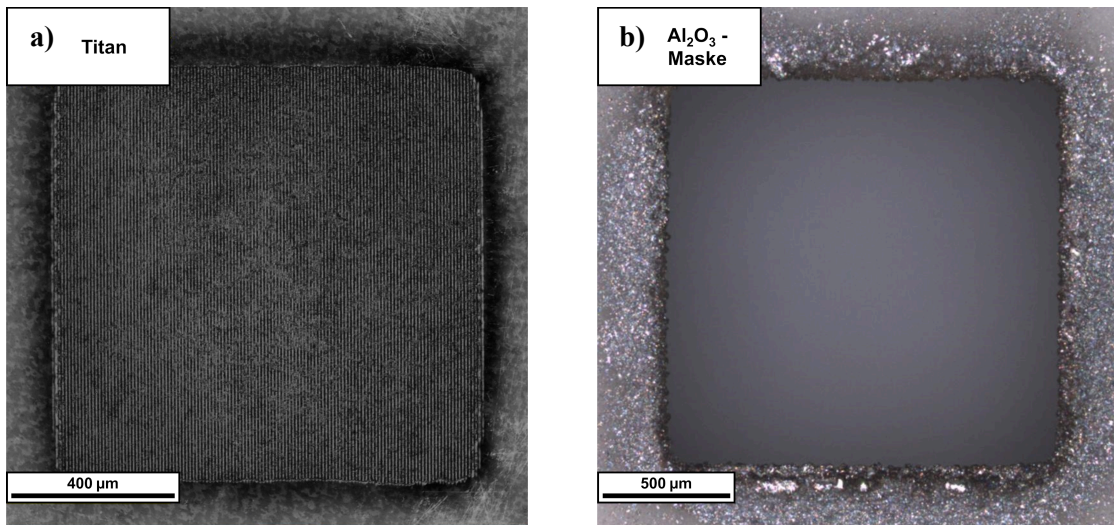


Abbildung C-2: Bild (a) zeigt die LSM-Aufnahme einer mittels Hybrid Aufbau und selbstkonstruierter Korundmaske strukturierter Titan Oberfläche. In (b) ist ein Lichtmikroskopbild der Öffnung einer solchen Korundmaske zu sehen.

Das Ergebnis dieser Prozedur ist in Abbildung C-2 (a) gezeigt. Wie vermutet, sind an allen vier Rändern keine durch Beugung verursachten Defektlinien zu erkennen. Der Nachteil ist jedoch, dass die Ränder ausgefranzt und rau erscheinen. Die Ursache hierfür liegt darin, dass die Öffnung der Maske mit den zur Verfügung stehenden Mitteln nicht gerade ausgeschnitten werden konnte. Die Ungleichmäßigkeiten der Maskenränder (Abbildung C-2 (b)) übertragen sich eins zu eins auf den projizierten Interferenzspot.

Da die auftretenden Beugungslinien nur schwach ausgeprägt waren und die großflächige gleichmäßige Strukturierung in dieser Arbeit im Vordergrund stand, wurde für alle finalen Experimente die kommerzielle Maske von Owis genutzt. Es ist jedoch festzuhalten, dass mit der entwickelten Hybrid-Methode unter der Verwendung einer geeigneten Maske nahezu frei von Beugungsdefekten strukturiert werden kann.