

gefördert durch



Deutsche
Bundesstiftung Umwelt

www.dbu.de

Abschlussbericht DBU-AZ36019/01

**3 μm Laseranlage zur Klebe- und Lackiervorbehandlung in der nachhaltigen
Konditionierung von Faserverbundmaterialien (3KLANK)**

Projektpartner:

Clean-Lasersysteme GmbH (Bewilligungsempfänger)

Fraunhofer-Institut für Lasertechnik ILT

Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung IFAM

Verfasst von:

Veronika Katzy (cleanLASER)

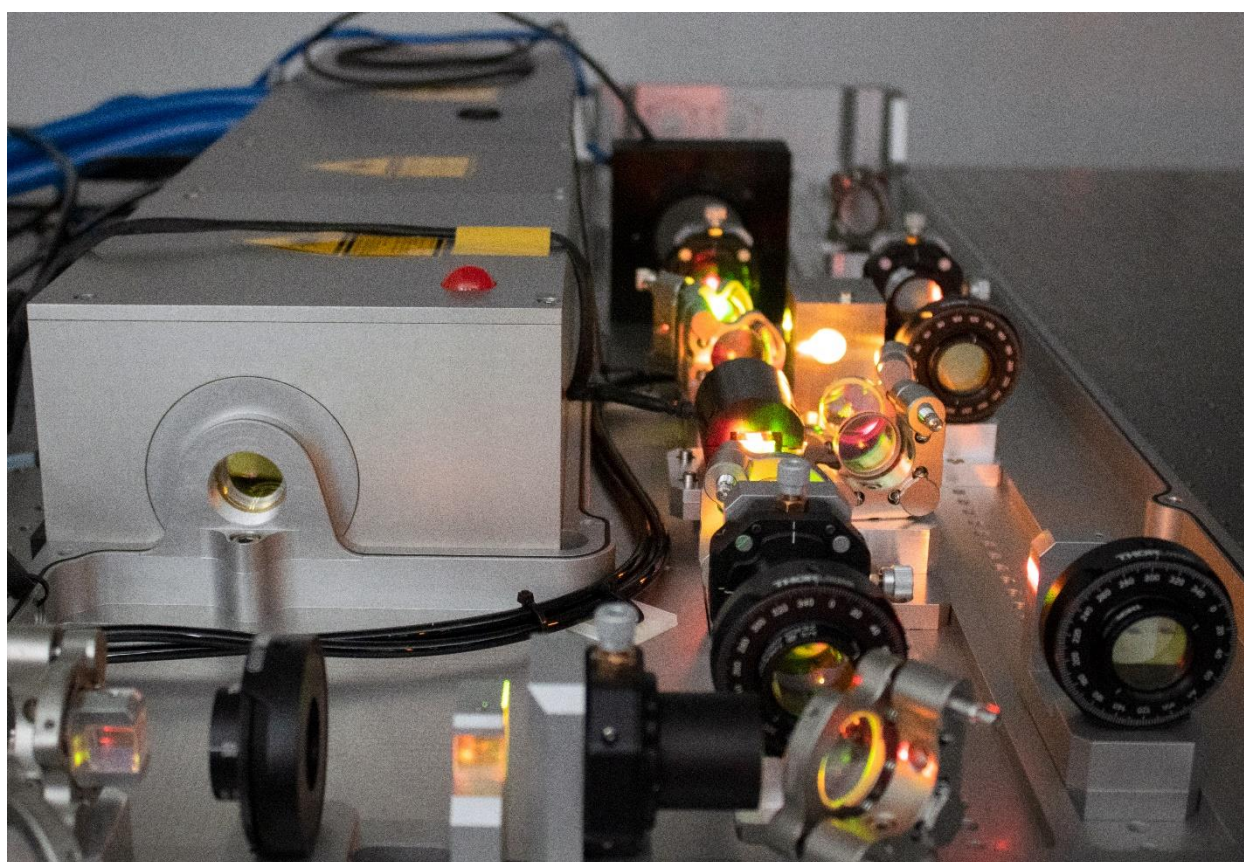
Dr. Sebastian Nyga (Fraunhofer ILT)

Dr. Markus Veltrup (Fraunhofer IFAM)

Herzogenrath, Februar 2024

Projektlaufzeit: 07.12.2020 – 07.11.2023

Fördermittel: 457.869 €



gefördert durch



Deutsche
Bundesstiftung Umwelt

„3 μm Laseranlage zur Klebe- und Lackiervorbehandlung in der nachhaltigen Konditionierung von Faserverbundmaterialien (3KLANK)“

Inhalt

Abbildungsverzeichnis.....	6
Tabellenverzeichnis.....	8
Zusammenfassung.....	10
1. Einleitung.....	11
2. Hauptteil.....	15
2.1. Basisversuche mit Laborsystem	15
2.2. Grundwerkstoff und Charakterisierung / Materialbearbeitungsversuche	16
2.2.1. Verwendete Methoden und Analytik.....	16
Optische Mikroskopie.....	16
Laserkonfokalmikroskop	16
Rasterelektronenmikroskop (REM)	16
Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS).....	16
Festigkeitsuntersuchungen unter Scher- und Mode-1-Belastung	17
Beschleunigte Alterung der Prüfkörper	17
Vorversuche zur Systemauslegung.....	18
Grundlegende Versuche zur Strahlungs-Material-Wechselwirkung.....	19
2.2.2. Probenmaterialbeschaffung.....	22
Klebstoff	23
2.2.3. Materialcharakterisierung des Ausgangszustandes.....	24
2.2.4. Materialbearbeitungsversuche	26
Versuche mit erhöhter Laserflächenleistung	34
2.3. Auslegung und Komponentenbeschaffung (elektrooptisches System)	43
2.4. Konstruktion und Fertigung (mechanische Komponenten des Funktionsdemonstrators, Schaltschrankaufbau und Bearbeitungsoptik)	44
2.5. Umsetzung des Funktionsdemonstrators und Faserkopplungsversuche	47
2.6. Eigenschaftsprüfung und Analytik mit Funktionsdemonstrator	52
2.7. Wirtschaftlichkeit und Potentialbewertung.....	53
3. Fazit	54
Literaturverzeichnis.....	55
A Anhang.....	56
Screening des 3µ-Lasersystems an verschiedenen Materialien.....	56

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Absorptionsspektrum einer 200 µm dicken Epoxidharz Probe.	13
Abbildung 2: Schematische Darstellung der Hauptarbeitspakete mit zeitlicher Abfolge (blau) und relevanten Übergabepunkten (orange).	14
<i>Abbildung 3: Gemessene Kopplungseffizienz in die ZrF4-Faser in Abhängigkeit der Eingangsleistung des CL150 in den Frequenzkonverter (links) und gemessene Ausgangsleistung nach der ZrF4-Transportfaser bei 3 µm Wellenlänge (rechts).</i>	15
Abbildung 4: REM-Aufnahme einer mit geringer (links) und mittlere Laserintensität (rechts) bearbeiteten CFK-Oberfläche.	18
Abbildung 5: Für die Versuche zur Strahlungswechselwirkung verwendeten Reinharzproben.	18
Abbildung 6: Transmissionsspektrum vom EP-Matrixmaterial (HexFlow RTM6).	19
Abbildung 7: Höhenfilmmessung (links) und die Topografie in Falschfarben des Ablationskraters (rechts) bei einer maximalen Laserleistung des Laborsystems von 10,5 W für das HexFlow RTM6 EP-Reinharz.	20
Abbildung 8: Laserkonfokalmessungen der Oberfläche (links) des Höhenprofils (rechts) der mit unterschiedlichen Laserleistungen vorbehandelte RTM6 Reinharzprobe bei 60% Pulsüberlapp.	20
Abbildung 9: Laserkonfokalmessungen der Oberfläche (links) des Höhenprofils (rechts) der mit unterschiedlichen Laserleistungen vorbehandelte RTM6 Reinharzprobe bei 80% Pulsüberlapp.	21
Abbildung 10: Laserkonfokalmessungen der Oberfläche (links) des Höhenprofils (rechts) der mit unterschiedlichen Laserleistungen vorbehandelte E321 Reinharzprobe bei 80% Pulsüberlapp.	22
Abbildung 11: REM-Aufnahme von einer mit 10,5 W und 80 % Pulsüberlapp bearbeiteten Sigrapreg E321 Reinharzprobe.	22
Abbildung 12: Skizze zur Einbauposition des CFK-Rotorblattgurts.	23
Abbildung 13: Foto der Oberfläche (links) sowie Mikroskopbilder des Querschliffs (rechts) des CFK-Materials Sigrapreg	24
Abbildung 14: Foto der Oberfläche (links) sowie Mikroskopbilder des Querschliffs (rechts) des CFK-Materials Röchling Pulcap® CFE.	25
Abbildung 15: REM-Aufnahme der mit verschiedenen Laserleistungen durch Einzelpulse bearbeiteten Oberfläche.	26
Abbildung 16: REM-Aufnahme der mit verschiedenen Laserleistungen und einen Pulsüberlapp von 80 % bearbeiteten Oberfläche.	27
Abbildung 17: REM-Aufnahmen der Einzelpulsbearbeitung des Sigrapreg CFK an verschiedenen Positionen mit unterschiedlich großer Deckharzschicht.	27
Abbildung 18: Skizze Top-Down-Prozess und Bottom-Up-Prozess.	28
Abbildung 19: Schliffbilder der unbehandelten Referenz und der laserbehandelten CFK-Proben.	28
Abbildung 20: EDX-Aufnahme und zugehörige Elementenkonzentration von C, O und Si an den mittels 3µ-Laser freigeligten Kohlefasern des Sigrapreg CFKs.	28
Abbildung 21: REM-Aufnahme der korundgestrahlten Sigrapreg CFK Oberfläche.	29
Abbildung 22: Zugscherfestigkeiten für das Sigrapreg CFK ungealter (hellgrau) und gealtert (dunkelgrau) mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsivesversagen; CF = Kohäsivesversagen im Klebstoff; CFS = Kohäsivesversagen im Substrat).	30
Abbildung 23: Lichtmikroskopaufnahmen der Sigrapreg CFK Bruchflächen für unterschiedliche Laserintensitäten.	31
Abbildung 24: REM-Aufnahme der mit Abreißgewebe konditionierten Röchling Pulcap® CFE Oberfläche.	32
Abbildung 25: Zugscherfestigkeiten für das Röchling Pulcap® CFE ungealtert (hellgrau) und gealtert (dunkelgrau) mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsives Versagen; CF = Kohäsives Versagen im Klebstoff; CFS = Kohäsives Versagen im Substrat).	32

Abbildung 26: Lichtmikroskopaufnahmen der Röchling Pulcap® CFE-Bruchflächen für unterschiedliche Laserintensitäten und dem Abreißgewebe.	33
Abbildung 27: Draufsicht (links) und Querschnitt (rechts) des laserbearbeiteten Bereichs mit hoher Laserflächenleistung auf Sigrapreg E321 EP-Reinharz.	35
Abbildung 28: Zugscherfestigkeiten für das Sigrapreg CFK mit gesteigerter Laserflächenleistung ungealter (hellgrau) und gealtert (dunkelgrau) mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsivesversagen; CF = Kohäsivesversagen im Klebstoff; CFS = Kohäsivesversagen im Substrat).	36
Abbildung 29: Lichtmikroskopaufnahmen der Sigrapreg CFK Bruchflächen (links) und Laserbehandelten Oberfläche (rechts) für gesteigerte Laserflächenleistung.	36
Abbildung 30: Zugscherfestigkeiten für das Röchling Pulcap® CFE Material mit gesteigerter Laserflächenleistung ungealter (hellgrau) und gealtert (dunkelgrau) mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsives Versagen; CF = Kohäsives Versagen im Klebstoff; CFS = Kohäsives Versagen im Substrat).	38
Abbildung 31: "Fracture toughness energy" der Referenz und laserbehandelten Sigrapreg CFK-Proben im ungealterten (hellgrau) und gealterten (dunkelgrau) Zustand mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsivesversagen; CF = Kohäsivesversagen im Klebstoff; CFS = Kohäsivesversagen im Substrat).	39
Abbildung 32: Lichtmikroskopaufnahmen der Sigrapreg CFK Bruchflächen für verschiedene Laserparameter.	40
Abbildung 33: "Fracture toughness energy" der Referenz und laserbehandelten Röchling Pulcap® CFE -Proben im ungealterten (hellgrau) und gealterten (dunkelgrau) Zustand mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsives Versagen; CF = Kohäsives Versagen im Klebstoff; CFS = Kohäsives Versagen im Substrat).	41
Abbildung 34: Lichtmikroskopaufnahmen der Röchling Pulcap® CFE-Bruchflächen für verschiedene Laserparameter.	41
Abbildung 35: Probenvorbereitung der CFK Prüfplatten.	42
Abbildung 36: Benetzungsverhalten nach Spritzapplikation.	43
Abbildung 37: Schema des Frequenzkonverters (links) und CAD-Modell des an die Laserplattform von cleanLASER angepassten Funktionsdemonstrators des 3 µm Lasers, bestehend aus einem CL150 und dem Frequenzkonverter.	44
Abbildung 38: Absorption von Wasser im Bereich um 3 µm gelb markiert [12].	45
Abbildung 39: Transmissionskurven unterschiedlicher optischer Materialien im mittleren bis hohen Infrarotbereich (Daten aus [13]).	46
Abbildung 40: F-Theta mit 150 µm Spotdurchmesser und F-Theta mit 260 µm Spotdurchmesser und 35 x 35 mm ² Bearbeitungsfeld.	46
Abbildung 41: Messung der Strahlqualität des Basislasersystems M ² = 15,9.	47
Abbildung 42: Strahlvermessung der Basisstrahlquelle.	47
Abbildung 43: Im Aufbau befindlicher Funktionsdemonstrator.	48
Abbildung 44: Kennlinie der Ausgangsleistung bei 3 µm Wellenlänge (links) und Kaustik (rechts) der Propagation bei einer Fokussierung des Ausgangsstrahls auf eine Fleckgröße von etwa 1 mm.	48
Abbildung 45: Nahfeldverteilung (links) und Fernfeldverteilung (rechts) des Ausgangsstrahls bei 3 µm Wellenlänge.	49
Abbildung 46: Transmission von Zirkoniumfluorid im Vergleich zu Germaniumoxid [15] und [16].	50
Abbildung 47: Schema zum Aufbau einer Hohlkernfaser.	51
Abbildung 48: CAD-Modell des Schaltschranks mit 3 µm Laserquelle und Bearbeitungsbereich.	53
Abbildung 49: REM-Aufnahmen einer PEEK-CFK- (links) und einer PA6-GFK-Oberfläche (rechts) nach einer Behandlung mit unterschiedlichen Laserflächenleistungen.	56
Abbildung 50: Lichtmikroskopbild einer EP-basierten Lackoberfläche nach einer Laserbearbeitung.	56

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Lagenaufbau des Sigrapreg CFKs.	23
Tabelle 2: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Sigrapreg CFK-Proben.	24
Tabelle 3: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Sigrapreg CFK-Proben nach Kontamination mit Frekote.	25
Tabelle 4: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Röchling Pulcap® CFE - Proben im Anlieferungszustand.	26
Tabelle 5: Verwendete Laserparameter mit zugehöriger Flächengeschwindigkeit.	29
Tabelle 6: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Sigrapreg CFK-Proben der Referenzproben und unterschiedlich vorbehandelten Proben.	31
Tabelle 7: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Röchling Pulcap® CFE - Proben der Referenzproben und unterschiedlich vorbehandelten Proben.	33
Tabelle 8: Verwendete Laserparameter mit zugehöriger Flächengeschwindigkeit.	34
Tabelle 9: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Sigrapreg CFK-Proben der Referenzproben und der mit größerer Laserflächenleistung vorbehandelten Proben.	37
Tabelle 10: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Röchling Pulcap® CFE - Proben der Referenzproben und der mit größerer Laserflächenleistung vorbehandelten Proben.	38
Tabelle 11: Versuchsparameter zu den Lackierversuchen.	42
Tabelle 12: Spezifikationen und Messergebnisse der Faserkoppelversuche des 3 µm Lasers.	52

gefördert durch



Deutsche
Bundesstiftung Umwelt

„3 μm Laseranlage zur Klebe- und Lackiervorbehandlung in der nachhaltigen Konditionierung von Faserverbundmaterialien (3KLANK)“

Zusammenfassung

Faserverbundmaterialien auf Kunststoffbasis (Faserverstärkte Kunststoffe (FVK)) finden aufgrund ihres geringen Gewichts und ihrer hohen mechanischen Belastbarkeit in vielfältigen Bereichen, wie beispielsweise Luftfahrt und Automobilbau, Anwendung.

Die formbasierte Herstellung der FVK-Bauteile bedingt einen Übertrag des Trennmittels aus der Form auf das fertige Bauteil. Da sich das Trennmittel nachteilig auf die Weiterverarbeitung auswirkt, müssen Fügeflächen sowie die gesamte Außenfläche vor dem Aufbringen der Lackierung, die das Rotorblatt vor Umwelteinflüssen wie Sonneneinstrahlung durch UV-Licht, Erosion und vor Salzwasser schützt, vorbehandelt werden. Zur mechanischen Reinigung werden überwiegend manuelle und nach neuestem Stand der Technik auch erste automatisierte Schleifverfahren oder Strahlprozesse eingesetzt. Diese Verfahren sind jedoch mit einem hohen Aufwand verbunden und erzeugen große Mengen gesundheitsschädlicher sowie umweltbelastender und explosiver Stäube und / oder nicht recyclingfähiger Strahlmittelrückstände. Beide Technologien können zudem bei unsachgemäßer Anwendung zu einer Schädigung der Fasern und einer Reduktion der mechanischen Beständigkeit führen.

Eine vielversprechende Alternative stellt die Oberflächenvorbereitung mittels Laserstrahlung mit einem in der Polymermatrix hohen Absorptionsverhalten dar. Ein möglicher Wellenlängenbereich, der eine Absorption von nahezu 100 % in Epoxidharzen zeigt, liegt bei etwa $\sim 3 \mu\text{m}$. Ein laserbasiertes Verfahren bietet die Möglichkeit einer hohen Effizienz bei gleichzeitig hoher Prozessstabilität. Allerdings mangelt es derzeit an geeigneten fasergekoppelten Lasersystemen, die eine effektive und effiziente Oberflächenvorbereitung von FVK-Bauteilen auf einem industrierelevanten Leistungsniveau ermöglichen.

Ziel des DBU-Projekts 3KLANK war die Bereitstellung eines robusten, effizienten und flexiblen Vorbehandlungsverfahrens für Faserverbundmaterialien, welches im industriellen Umfeld einsetzbar ist. Mittels eines vom Fraunhofer ILT und der cleanLASER GmbH neuentwickelten frequenzkonvertierten Lasersystems mit einer Emissionswellenlänge von $3 \mu\text{m}$ ist eine Reinigung der Faserverbundwerkstoffoberfläche durch einen schonenden und gezielten Laserabtrag der Kunststoffmatrix möglich, ohne die für die Materialfestigkeit wichtigen Fasern zu schädigen. Diese Strahlquelle stellt die Basis für die Entwicklung und Optimierung neuer Prozesse zur Laserbehandlung von Oberflächen zur Optimierung von Lackier- und Klebprozessen. Das Fraunhofer IFAM bringt die benötigte Expertise auf dem Gebiet der Verbesserung der Haftfestigkeit von Lacken und Klebstoffen sowie in der Stabilisierung gegenüber Alterungseffekten oder korrosiven Angriffen ein.

Im Rahmen des Projektes wurde nachgewiesen, dass ein schädigungsfreies Reinigen von Faserverbundwerkstoffen mit der Wellenlänge von $3 \mu\text{m}$ möglich ist und vergleichbare oder bessere Ergebnisse für Lackier- und Klebprozesse liefert.

Zum Projektende ist die Konstruktion und Bestellung der Komponenten für einen mobilen Funktionsdemonstrator mit Bearbeitungsoptik und Achssystem in Form eines Schaltschranksaufbaus abgeschlossen. Aufgrund des erhöhten Umfangs von Bearbeitungsversuchen und Analysen sowie Verzögerungen bei der Faserkopplung kann der Aufbau erst nach Projektende fertig gestellt werden. Kurzfristig nach Projektende wird dann ein industrienahes Bearbeitungssystem bei cleanLASER zur Verfügung stehen. Nach Projektende werden damit die Erprobungen an verschiedenen Materialien fortgesetzt, um weitere Anwendungsfelder zu ermitteln.

Wir danken der Deutschen Bundesstiftung Umwelt, die das Projekt 3KLANK unter dem Aktenzeichen 36019/01 mit förderfähigen Gesamtkosten i. H. v. 457.869 € im Rahmen der Richtlinien gefördert hat.

1. Einleitung

Faserverbundmaterialien auf Kunststoffbasis (Faserverstärkte Kunststoffe (FVK)) kombinieren das geringe Gewicht und die stabilisierende Wirkung einer Kunststoffmatrix mit der hohen mechanischen Belastbarkeit eines Fasergeleges. Anwendung finden sie insbesondere bei tragenden Strukturen im Luftfahrtbereich aber auch im Automobilbau, unter anderem dem Sonder- oder Nutzfahrzeugbau. Darüber hinaus sind FVK-Materialien Standard bei der Herstellung von Rotorblättern für Windkraftanlagen. Als Ausgangsmaterial für die bis zu 88 m langen Rotorblätter wird als Matrix ein Polyester- oder Epoxidharz verwendet. Als Gelege nutzt man standardmäßig Glasfasern, bei längeren Rotorblättern in Starkwind- oder Offshore-Situationen zunehmend Kohlefasern. Die Herstellung der Rotorblätter erfolgt durch klebtechnisches Fügen zweier Halbschalen, die in einem trennmittelbelegten Formwerkzeug hergestellt werden. Die einzelnen Arbeitsschritte sind mit einem großen manuellen Aufwand verbunden [1], wobei zunehmend Automatisierungskonzepte zur Verbesserung der Wirtschaftlichkeit und Erhöhung der Arbeitssicherheit betrachtet werden (z. B. [2]).

Nachteilig für die Weiterverarbeitung wirkt sich der partielle Übertrag des Trennmittels aus der Form auf das fertige FVK-Bauteil aus. Es muss lokal vor dem Verkleben der Halbschalen und für die gesamte Rotorblatt-Außenfläche vor der finalen, mehrlagigen Schutzlackierung entfernt werden, um die notwendige Langzeitbeständigkeit der Beschichtung zu gewährleisten. Die verwendeten Gelcoatings und Polyurethan-Decklacksysteme schützen das Rotorblatt vor Umwelteinflüssen, wie Regen, Schnee, Hitze und UV-Licht und vermeiden ungewollte Lichtreflexionen [3]. Um eine ausreichende Lackhaftung zu gewährleisten, wird die Oberfläche vor der Schichtapplikation mechanisch vorbereitet (Reinigung und Aufräuhung). Primär finden dabei manuelle und teilweise auch erste automatisierte Schleifverfahren oder Strahlprozesse Anwendung [3] [1] [4]. Schleifprozesse sind jedoch mit einem großen Aufwand verbunden und erzeugen große Mengen gesundheitsschädlicher sowie umweltbelastender und explosiver Stäube [2]. Ähnliches gilt für Strahlprozesse, welche für den mechanischen Abtrag ein Strahlmittel (z. B. Korund oder Glasperlen) verwenden. Ein Recycling oder eine mehrfache Wiederverwendung des Strahlmittels ist aufgrund der daran haftenden FVK-Rückstände nur in Ausnahmefällen möglich. Beide Technologien können weiterhin bei unsachgemäßer Anwendung zu einer Schädigung der Fasern und damit der mechanischen Beständigkeit des Bauteils führen, wodurch Nacharbeiten und dadurch zusätzliche Belastungen notwendig werden.

Über den kompletten Rotorblatt-Herstellungsprozess betrachtet ergibt sich bei einer konservativen Abschätzung der mittleren Schleiftiefe von 10 µm, einer Rotorblattoberfläche von 410 m² für ein Standard-Rotorblatt von 55 m Länge [2] und einer Anzahl von Schleifzyklen je Rotorblatt von bis zu 3 – 4 [4] eine Staubmenge von 0,025 – 0,033 m³ je Rotorblatt. Bezogen auf die Anzahl an Rotorblättern je Windrad (3 Stück) und die durchschnittliche Anzahl der installierten Anlagen in Deutschland in den „Boom“-Jahren 2014 bis 2017 von 1.640 ergibt sich pro Jahr ein Volumen an umwelt- und gesundheitsbelastenden Stäuben von ca. 123 – 162 m³ [5], weltweit betrachtet von ca. 1.380 – 1.825 m³ ¹. Dazu kommen ein durchschnittlicher jährlicher Durchsatz an Schleifscheiben zwischen 4 und 16 Millionen Stück allein für Deutschland und 45 bis 180 Millionen Stück weltweit ² sowie ein abgeschätzter Bedarf an Lösemittel (Aceton) zur Entfernung der Staubrückstände von 605.000 bis 810.000 Litern (Deutschland) bzw. 6,8 bis 9,1 Millionen Litern (weltweit) ³. Ein vergleichbarer Aufwand

¹ Bezogen auf eine durchschnittliche Anzahl an installierten Windrädern in den Jahren 2014 - 2017 weltweit von 18410, berechnet aus der installierten Windkraftleistung und der Leistung einer modernen Windkraftanlage [20] [21]

² Ausgehend von einer schleifbaren Fläche je Scheibe von 0,5 – 1,5 m² [4]

³ Ausgehend von einem Aceton-Verbrauch von 1 Liter je 10 m²

entsteht ebenfalls bei anderen FVK-verarbeitenden Anwendungen, zum Beispiel im Flugzeug- oder Schiffsbau.

Eine vielversprechende Alternative stellt die Oberflächenvorbereitung mittels Laserstrahlung mit einem in der Polymermatrix hohen Absorptionsverhalten dar. Das im Rahmen des Projektes angestrebte Verfahren zur Laservorbehandlung von FVK-Materialien vor der Beschichtung oder Verklebung ermöglicht gegenüber der derzeit etablierten mechanischen Bearbeitung zudem eine gesteigerte Prozesssicherheit und -reproduzierbarkeit und potenziell einen hohen Automatisierungsgrad.

Auch wenn die Lasertechnik die mechanische Bearbeitung im Windkraftbereich nicht gänzlich ersetzen kann (z. B. weiterhin notwendig: fertigungsbedingte Anpassung der Kontur), so ermöglicht ihre Anwendung für die Kleb- und Lackiervorbehandlung dennoch eine deutliche Reduktion der oben erwähnten Belastungen, da sie ohne Schleifmedium oder Strahlmittel auskommt und durch einen oberflächennahen, thermischen Verdampfungsprozess weniger Stäube erzeugt. Letzteres führt neben dem wichtigen Arbeitsschutz-Aspekt vor allem zu einer reduzierten Umweltbelastung. Auf ein lösemittelbasiertes Abwischen der Stäube bei der Oberflächenvorbereitung kann verzichtet werden. Durch einen automatisierbaren Prozess in Kombination mit dem schonenden und gezielten Laserabtrag der Kunststoffmatrix kann die Dicke der abgetragenen Schicht präziser eingestellt werden. Nacharbeiten bei Fehlern durch das Schleifen oder Strahlen (z. B. Faserschädigungen) werden so ebenfalls vermieden.

Die im Projekt adressierte 3 μm -Lasertechnik liefert eine Möglichkeit die oben adressierten Umweltbelastungen und die Energiewende umweltverträglich zu unterstützen. Allerdings mangelt es derzeit an geeigneten fasergekoppelten Lasersystemen, die eine effektive und effiziente Reinigung von FVK-Oberflächen ermöglichen, ohne dabei die Verbundmaterialien zu schädigen. Industriell etablierte Lasersysteme basieren hauptsächlich auf Festkörperlasern und Faserlasern mit Emissionswellenlängen um 1 μm . Typische Matrixmaterialien, wie z. B. Epoxidharze, weisen jedoch bei 1 μm eine geringe Absorption auf. Dies ist am Beispiel einer 200 μm dicken Epoxidharzschicht in Abbildung 1 verdeutlicht. Im Ergebnis wird die Laserstrahlung erst an den obersten Faserlagen absorbiert und führt dort zu einer Schädigung. Aufgrund dieser Schädigung können Delaminationseffekte auftreten, die eine Verringerung der Kleb- und Lackhaftfestigkeit unter medialer Belastung bewirken und dadurch die Langzeitbeständigkeit und Wirtschaftlichkeit von FVK-Bauteilen verringern.

Wird jedoch eine Laserstrahlung eingesetzt, die nahezu vollständig von der Harzmatrix absorbiert wird, sinkt die Eindringtiefe ins Material, sodass die Bearbeitung auf eine oberflächennahe dünne Schicht von einigen 10 nm bis wenigen 100 nm konzentriert ist. Die darunterliegende Schicht und insbesondere die Fasern bleiben hierbei unbeschädigt. Im Wellenlängenbereich um 10 μm , also im Bereich von CO₂-Lasern, sowie im UV-Bereich, der z. B. von frequenzverdreifachten und -vervierfachen Festkörperlasern oder Excimer-Lasern adressiert wird, weist Epoxidharz eine hohe Absorption auf. Laserstrahlung bei diesen Wellenlängen kann jedoch in wirtschaftlich relevanten Leistungsklassen mangels hinreichend transparenter Lichtwellenleiter nicht fasergeführt werden, was den Einsatz im industriellen Umfeld bei Großstrukturen unmöglich macht. Ein weiterer Wellenlängenbereich mit nahezu 100 % Absorption liegt für Epoxidharze zwischen 2,7 μm und 3,1 μm (siehe Abbildung 1). In diesem Wellenlängenbereich existieren bereits Laserstrahlquellen, die z. B. in der Medizintechnik Einsatz finden. Für industrielle Anwendungen sind diese Laserquellen allerdings ungeeignet, da für eine effiziente und damit wirtschaftliche Bearbeitung typischerweise Pulsfrequenzen von ≥ 10 kHz bei Pulsdauern von etwa 100 ns nötig sind. Verfügbare Strahlquellen arbeiten überwiegend mit Pulsrepetitionraten im Bereich ≤ 1 kHz und Pulsdauern im Bereich um 100 μs . Auf Basis von Er:ZBLAN wurden bereits Faserlaser bei einer Wellenlänge von 2,94 μm mit bis zu 10 W mittlerer Leistung bei Pulsdauern um 100 ns und Pulsfrequenzen von 100 kHz im Labor

demonstriert [6]. Die zugehörigen Pulsenergien liegen jedoch mit 100 μJ deutlich unterhalb der benötigten typischen Energie für Einzelpulsabtrag ($\geq 1 \text{ mJ}$), sodass auch diese Strahlquellen für die hier anvisierten Anwendungen ungeeignet sind.

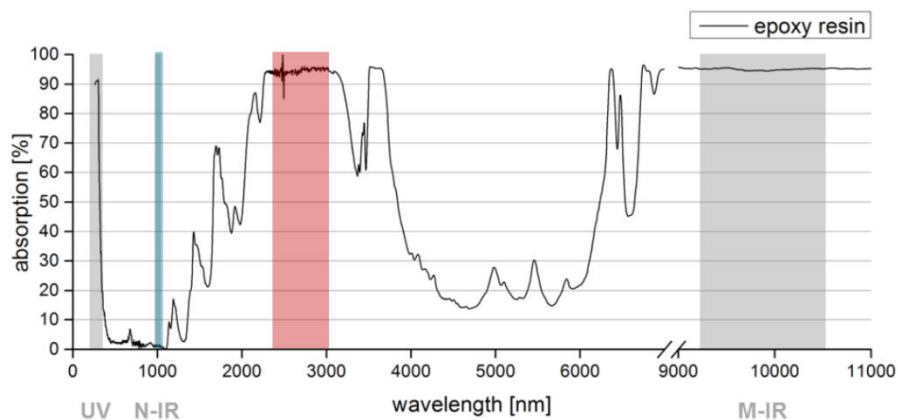


Abbildung 1: Absorptionsspektrum einer 200 μm dicken Epoxidharz Probe.

Eine weitere Möglichkeit Laserstrahlung im Bereich um 3 μm zu erzeugen, stellt die Frequenzkonversion dar. Für den hier angestrebten Parameterbereich mit hohen mittleren Leistungen ($> 10 \text{ W}$) und Pulsdauern um 100 ns ist die Kombination aus einem optisch parametrischen Oszillator (OPO) und einem optisch parametrischen Verstärker (OPA) vorteilhaft. Im hier diskutierten Spektralbereich wurden bereits gepulste Laser mit Energien oberhalb von 100 mJ gezeigt. Die maximal erzielten mittleren Leistungen skalieren mit der Repetitionsrate, liegen bei Wellenlängen um 3 μm aber immer unterhalb von 10 W. Dabei werden Grundlaser bei 1 μm (vornehmlich gepulste) Festkörper- und Faserlaser mit vorteilhaften Laserparametern wie linear polarisierte Grundmodestrahlung und schmalbandige Emission eingesetzt.

Im Rahmen des BMBF Verbundprojekts GEWOL (FKZ: 13N12930) hat das Fraunhofer ILT zusammen mit cleanLASER einen Labordemonstrator einer Laserstrahlquelle auf Basis eines gepulsten Lasers von cleanLASER bei einer Wellenlänge von 3 μm entwickelt. Das Gesamtsystem aus Grundlaser und Frequenzkonverter liefert eine Ausgangsleistung bis zu 18 W bei einer Pulsfrequenz von 12 kHz und Pulsdauern um 100 ns [7]. Im Rahmen von Laborexperimenten wurde die Klebvorbehandlung an CFK-Materialproben aus der Automobil- und Luftfahrtbranche untersucht. Mittels standardisierter Prüfverfahren (Zugscher- und Schälprüfungen) konnte gezeigt werden, dass bei der Laservorbehandlung mit einer Wellenlänge von 3 μm vergleichbare Festigkeiten wie bei konventionellen Vorbehandlungsmethoden bei gleichzeitig erheblich reduzierter Staubentwicklung bei einigen ausgewählten Materialien erreicht werden können. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass der Einsatz von Laserstrahlung bei 3 μm gegenüber 1 μm zu keiner Delamination zwischen Matrix und Faserlage oder einer Schädigung der Fasern führt und ein schichtweiser Abtrag der Polymermatrix erzielt werden kann [8]. Damit konnte ein industriell relevanter Fortschritt gegenüber der Klebvorbehandlung mit kommerziell etablierten Laserstrahlquellen (1 μm) sowie gegenüber konventionellen Methoden zur Klebvorbehandlung von CFK-Bauteilen demonstriert werden.

Diese positiven Ergebnisse konnten jedoch bisher lediglich im Labor, an singulären CFK-Materialproben sowie nur für eine singuläre Applikation (Klebevorbehandlung) gezeigt werden. Im Rahmen des 3KLANK Projektes wurde dies nun auch für weitere industriell relevante Materialien sowie Applikationen umgesetzt und validiert. Um eine industrielle Anwendbarkeit, z. B. im Windkraftbereich, zu gewährleisten, mangelt es im speziellen an weiterführenden Prüfungen zur Klebvorbehandlung – insbesondere unter Alterungsbedingungen – sowie an entsprechenden Untersuchungen zur Lackhaftfestigkeit.

Ziel des Vorhabens ist die Bereitstellung eines Vorbehandlungsverfahrens für Faserverbundmaterialien, welches robust, effizient und flexibel im industriellen Umfeld einsetzbar ist. Basierend auf der Systemtechnologie von cleanLASER wurde ein frequenzkonvertiertes Lasersystem mit einer Emissionswellenlänge von 3 µm und Pulsdauern von etwa 100 ns für den industriellen Einsatz konzipiert, konstruiert und entwickelt. Hierzu wurde von cleanLASER und ILT gemeinsam, auf Basis der Vorarbeiten des ILT, ein optimierter Frequenzkonverter entwickelt, der den Anforderungen eines industriellen Umfelds hinsichtlich mechanischer Stabilität, Vibrationen, Schutz vor Staub und Kontamination der optischen Komponenten genügt. Zur Integration des Frequenzkonverters in die Systemtechnologie von cleanLASER wird ein optimiertes und vor allem industrietaugliches Design ausgelegt. Die Umsetzung erfolgte in Form von Konstruktion und Fertigung eines Gesamtsystems und einer Bearbeitungsoptik.

Die Prüfung der Eignung des Laserprozesses erfolgte am IFAM in Hinblick auf die Verbundfestigkeit mit anwendungsrelevanten Klebstoffsystemen sowie auf die Haftfestigkeit von Lacksystemen, mit dem Anwendungsschwerpunkt Windenergie. Darüber hinaus wurden erste Tests zur Übertragbarkeit der Erkenntnisse auf weitere FVK-verarbeitenden Anwendungsfelder durchgeführt. Im Zuge dieser Untersuchungen wurden in enger Abstimmung der drei Forschungsstellen entsprechende Verfahrensparameter der Laserbehandlung durch iterative Versuchsplanungen erarbeitet und hinsichtlich der Oberflächenfunktionalisierung optimiert.

Der Arbeitsplan ist schematisch in Abbildung 2 dargestellt.

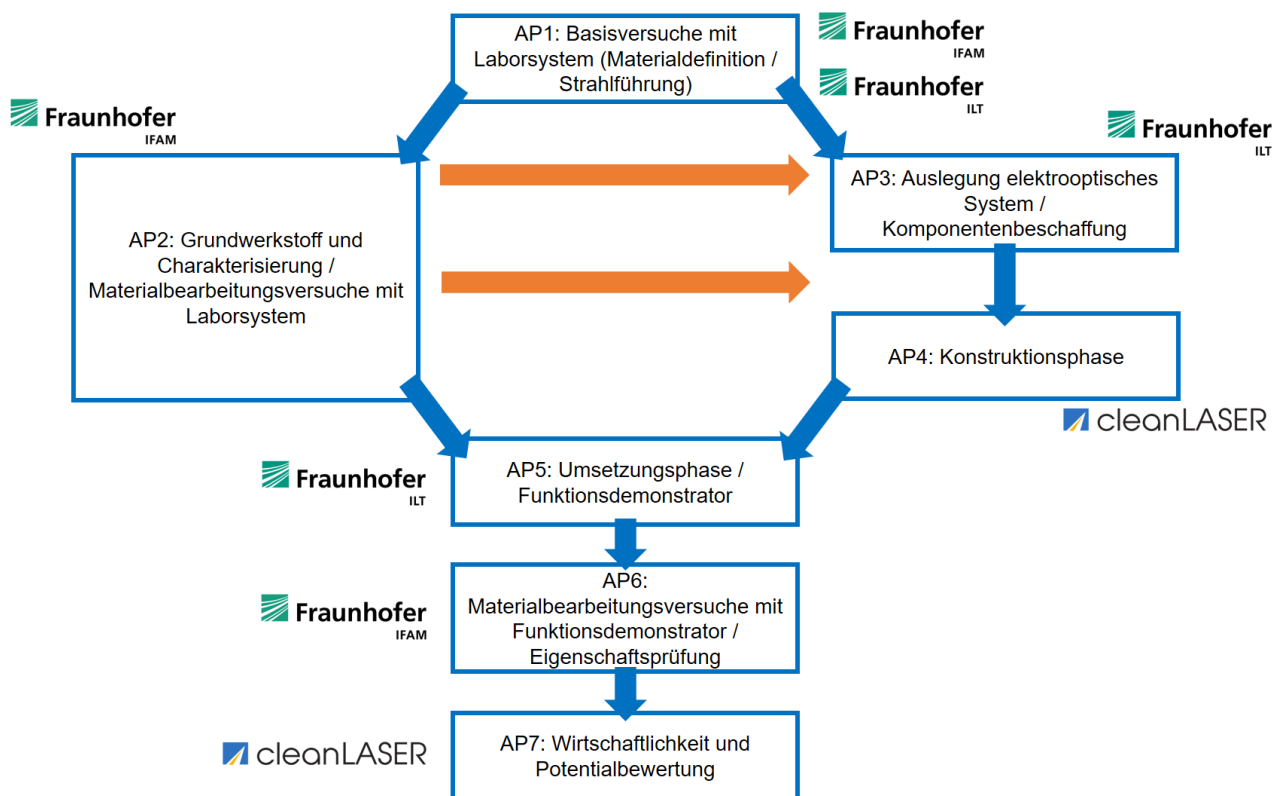


Abbildung 2: Schematische Darstellung der Hauptarbeitspakete mit zeitlicher Abfolge (blau) und relevanten Übergabepunkten (orange).

2. Hauptteil

2.1. Basisversuche mit Laborsystem

Das am ILT im Rahmen des BMBF-Projekts GEWOL entwickelte Laborsystem des 3 µm Lasers wurde in Stand gesetzt und für die Bearbeitungsexperimente bereitgestellt. Das System liefert etwa 11 W mittlere Leistung bzw. 1 mJ Pulsenergie bei 11 kHz Pulsfrequenz am Ort der Bearbeitung. Die Pulsdauer beträgt ca. 80 ns. Für die Bearbeitungsexperimente steht ein galvanometrischer Scanner mit einer F-Theta-Optik mit einer Brennweite von 80 mm zur Verfügung. Die Optik erzeugt einen Fleck mit 250 µm Durchmesser und ermöglicht eine maximale Bearbeitungsfläche von 20 x 20 mm² bei guter Homogenität.

Die Abtragseffizienz und der Reinigungseffekt wurden im Rahmen gemeinsamer Bearbeitungsversuche an verschiedenen faserverstärkten Probenmaterialien untersucht. Die Laserparameter wurden an unterschiedliche im Projekt verwendete CFK-Materialien angepasst. Die weitere Beschreibung der Versuche und Ergebnisse aus den analytischen Untersuchungen erfolgt in 2.2.

Zur Untersuchung der Faserkopplung bei 3 µm Wellenlänge wurden Vorexperimente mit einer am ILT vorhandenen, konfektionierten ZrF₄(Zirkonium(IV)-fluorid)-Faser durchgeführt. Hierzu wurde ein geeigneter opto-mechanischer Aufbau, bestehend aus einer Fokussieroptik, die in drei Achsen translatiert und zwei Achsen gekippt werden kann und einer Faseraufnahme, die in drei Achsen translatiert werden kann, aufgebaut.

Die Ergebnisse dieser Vorversuche sind in Abbildung 3 dokumentiert.

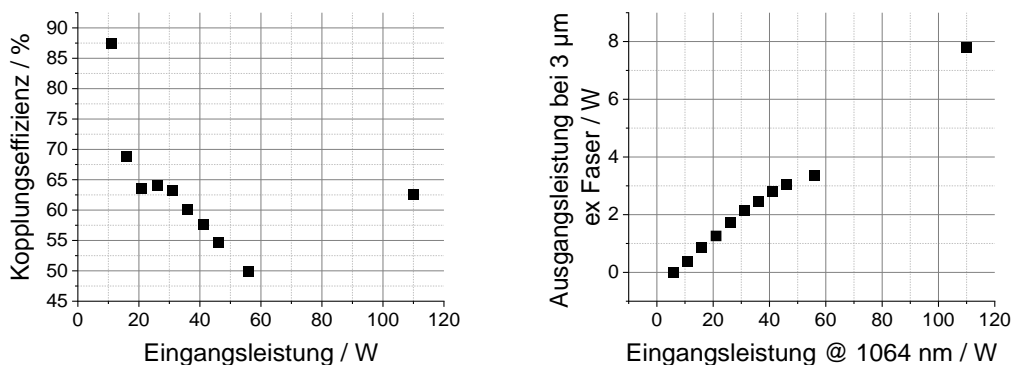


Abbildung 3: Gemessene Kopplungseffizienz in die ZrF₄-Faser in Abhängigkeit der Eingangsleistung des CL150 in den Frequenzkonverter (links) und gemessene Ausgangsleistung nach der ZrF₄-Transportfaser bei 3 µm Wellenlänge (rechts).

Abbildung 3 (links) zeigt, dass die Koppeffizienz von der Eingangsleistung abhängt und zunächst mit steigender Leistung von etwa 87 % auf etwa 50 % bei etwa halber Eingangsleistung sinkt. Bei voller Eingangsleistung steigt die Koppeffizienz jedoch wieder auf etwa 63 % an. Dieses Verhalten ist eine direkte Folge der variablen Strahlqualität der Ausgangsstrahlung nach dem Frequenzkonverter in Abhängigkeit der Eingangsleistung in den Frequenzkonverter. Wie später in Abschnitt 2.3 gezeigt besteht der 3 µm Laser aus einem Grundlaser (CL150) und einem Frequenzkonverter, der wiederum aus einem Optisch-parametrischen Oszillator (OPO), der die gewünschte Strahlung bei 3 µm erzeugt und einem Optisch-parametrischen Verstärker (OPA), der die im OPO erzeugte Strahlung nachverstärkt, besteht. Mit steigender Eingangsleistung des Grundlasers (CL150), erzeugt der OPO-Strahlung bei 3 µm mit zunehmend reduzierter Strahlqualität. Diese Verschlechterung der Strahlqualität führt zu einer schlechteren Fokussierbarkeit der Strahlung bzw. erhöht den Divergenzwinkel mit dem sich der fokussierte Laserstrahl im Raum ausbreitet. Für die Faserkopplung

bedeutet dies, dass sich der Divergenzwinkel bei einer Fokussierung auf den Kerndurchmesser erhöht. Da die numerische Apertur (NA) – der Akzeptanzwinkel für Totalreflexion innerhalb der Faser – der ZrF₄-Faser limitiert ist, führt die Verschlechterung der Strahlqualität zu einem Überschreiten der zulässigen NA und damit zu einer Abnahme der Koppeffizienz. Das Hinzuschalten der Nachverstärkung im OPA hat den entgegengesetzten Effekt und führt zu einer Verbesserung der Strahlqualität und damit auch zu einer Verbesserung der Koppeffizienz in die Faser.

2.2. Grundwerkstoff und Charakterisierung / Materialbearbeitungsversuche

2.2.1. Verwendete Methoden und Analytik

Im Rahmen des Vorhabens 3KLANK wurden verschiedene un- und faserverstärkte Kunststoffe mittels 3 µm-Lasersystem bearbeitet. Die Bewertung der Ergebnisse wurde anhand verschiedener analytischer, sowie mechanischer Prüfverfahren durchgeführt, welche im Folgenden vorgestellt werden.

Optische Mikroskopie

Für die Oberflächentopografie-Analyse kam ein digitales Lichtmikroskop des Typs VHX-600 von Keyence Deutschland GmbH zum Einsatz, betrieben im Auflichtmodus. Mit einem lichtempfindlichen 54-Megapixel-CCD-Sensor bietet das Mikroskop hohe Auflösung und Tiefenschärfe. Drei verschiedene Objektive (VH-Z-50, VH-Z-100, VH-Z-500) ermöglichen Vergrößerungen von 20x bis 5000x.

Laserkonfokalmikroskop

Das konfokale Laserscanningmikroskop ermöglicht die zerstörungsfreie Aufnahme von Bildern der Probenoberfläche und bildet die Grundlage für die Berechnung dreidimensionaler Oberflächenrekonstruktionen. Das Messprinzip nutzt eine punkt- oder linienförmige Lichtquelle, die in der Ebene der Probenoberfläche abgebildet wird. Reflektiertes Licht wird über die gleiche Optik und einen Strahlteiler auf einen Detektorspalt fokussiert, wodurch nur fokussiertes Licht erfasst wird. Das Oberflächenprofil wird aus der detektierten Antwortfunktion (konfokale Funktion) durch das Scannen des zu untersuchenden Bereichs in vorgegebenen Schritten mit verschiedenen Fokustiefen in z-Richtung berechnet. In dieser Arbeit wurde ein konfokales Profilometer PLu neox von SENSO FAR (Barcelona, Spanien) mit einer violetten Laserdiode (Wellenlänge 460 nm) für Messungen an Reinharzoberflächen verwendet. Die Daten wurden mithilfe der SensoMAP-Software ausgewertet.

Rasterelektronenmikroskop (REM)

Für eine detaillierte Untersuchung der Oberfläche der bearbeiteten Proben im µm-Bereich wurden rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen angefertigt. Hierbei erfolgt die Abtastung der Probenoberfläche durch einen fokussierten Elektronenstrahl. Die auftreffenden Elektronen können durch inelastische Stoßprozesse (BSE) zurückgestreut werden und auch Sekundärelektronen (SE) durch verschiedene Wechselwirkungsmechanismen erzeugen. Beide Arten von emittierten Elektronen können prinzipiell für die Bildgebung genutzt werden. Die resultierenden Bilder bieten topographische Informationen, die je nach verwendetem Detektor mit chemischen Informationen über die Probenoberfläche (EDX) kombiniert werden können. Die Morphologie der Oberfläche nach der Laserbehandlung wurde mithilfe eines Phenom XL Rasterelektronenmikroskops von ThermoFisher Scientific (Eindhoven, Niederlande) charakterisiert.

Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS)

Die Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) ist eine Methode zur Bestimmung der Oberflächenzusammensetzung von Proben und basiert auf dem externen photoelektrischen Effekt. Die XPS-Untersuchungen im 3KLANK-Projekt wurden mit einem Thermo Fisher Scientific (Waltham MA, USA) K-Alpha K1102 System unter Verwendung von Al-K-Strahlung ($h = 1486,6$ eV) bei einem

Photoelektronenakzeptanzwinkel von 0 durchgeführt. Die Spektren wurden mit einer Energie von 150 eV für die Übersichtsscans und einer Energie von 40 eV für die hochauflösenden Scans gemessen. Der Messfleck hatte einen Durchmesser von $d = 0,40$ mm.

Festigkeitsuntersuchungen unter Scher- und Mode-1-Belastung

Für die Untersuchung des Einflusses der Oberflächenvorbehandlung auf die Klebefestigkeit wurden die behandelten Proben mit dem Klebstoff Araldit 2011 verklebt. An den verbundenen Prüfkörpern wurden verschiedene mechanische Prüfverfahren durchgeführt. Dies ermöglicht den Vergleich von Oberflächenvorbehandlungen und die Untersuchung physikalisch-chemischer Umwelteinflüsse auf die Verklebung unter verschiedenen Belastungsbedingungen. Zugscherversuche und G1C-Tests wurden an ungealterten und künstlich gealterten Proben durchgeführt. Die Zugscherversuche bieten einen Überblick über die Scherbeanspruchung der Verklebungen, während die G1C-Tests die Schälspannungseigenschaften an der Grenzfläche des Substrats für ausgewählte Proben abbilden. Diese Methode zeigt eine höhere Empfindlichkeit für Delaminationen in der Grenzschicht. Die Haftversuche wurden unter Verwendung einer Zugprüfmaschine Z020 der Zwick GmbH (Ulm, Deutschland) durchgeführt. Um Kräfte senkrecht zur Zugrichtung zu vermeiden, wurden die Klemmen der Zugprüfmaschine horizontal eingestellt. Die Zugkraft wurde mithilfe eines für 20 kN ausgelegten Kraftsensors gemessen, und die Messstrecke wurde aufgezeichnet.

Für die Überlappungsscherversuche gemäß DIN EN 1465 wurden gleich behandelte CFK-Proben miteinander verklebt. Die wirksame Klebefläche (12,5 mm x 25 mm) wurde durch den Einsatz einer Klebevorrichtung nach DIN EN 1465 sichergestellt. Um eine Klebedicke von 0,1 mm zu erreichen und ein Verkanten der Teile während der Aushärtung zu verhindern, wurden die CFK-Proben je nach Dicke mit Abstandshaltern (Platten) ausgekleidet. Die Belastung erfolgte senkrecht zur Klebefläche mit 10 kPa. Nachfolgend wurde die Probe eine Stunde lang bei $T = 60^{\circ}\text{C}$ in einem Umluftofen gehärtet. Vor der Prüfung der Klebkraft wurden die Proben 24 Stunden lang bei Raumtemperatur gelagert. Um eine statistische Aussage über die Zuverlässigkeit der gemessenen Überlappungsscherkräfte zu treffen, wurde die mittlere Festigkeit von fünf gleich vorbehandelten Proben angegeben.

Zur Prüfung der Adhäsionseigenschaften unter Modus-I-Belastung und der Empfindlichkeit gegenüber Delamination wurden Versuche nach dem DCB-Test (Double Cantilever Beam) G1C-Test durchgeführt. In diesem Test wird zunächst ein Vorriss erzeugt, indem eine Trennfolie in den ersten 25 mm zwischen den beiden Verbundpartnern eingelegt wird. Die Mode-I-Zugfestigkeit (senkrecht zur Rissebene) gewährleistet eine kontrollierte Rissbildung, bis eine Risslänge von 60 mm erreicht ist. Gleichzeitig werden die Rissausbreitung und die jeweilige Belastung gemessen. Die Prüfungen wurden im Allgemeinen nach der Prüfmethode "AITM" 1-0053 durchgeführt. Die einzigen Ausnahmen von den AITM-Empfehlungen sind die Ausmaße des Vorrisses und der verwendeten Probekörper, die beide kürzer (150 mm) als empfohlen (250 mm) waren. Dies hat keinen Einfluss auf die Ergebnisse, da diese kürzeren Abmessungen bei allen Versuchen verwendet wurden und die Ergebnisse nur miteinander verglichen wurden. Dies geschah, um die Anzahl der aus den CFK-Platten herausgeschnittenen Probekörper zu maximieren. Eine Kraftmessdose von 20 kN und eine Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min wurden verwendet, wie in der AITM-Norm beschrieben. Jede G1C-Prüfung wurde bei Raumtemperatur und Feuchtigkeit mit der Zwick Prüfmaschine Zwick Z020 durchgeführt.

Beschleunigte Alterung der Prüfkörper

Um eine Alterung der Verklebung zu simulieren, wurden die Probekörper unter feuchtwarmen Bedingungen gelagert. Dies geschah nach dem Cataplasma-Test (DIN EN ISO 9142) in einem Klimaschrank des Typs 190/G7 (Feutron Klimasimulation GmbH, Langenwetzendorf, Deutschland). Dabei wurden die Probekörper von allen Seiten in mit demineralisiertem Wasser befeuchtete Baumwolle eingepackt und mit Aluminiumfolie dicht verschlossen. Zusätzlich wurden die Proben in

einen Polyethylenbeutel eingeschweißt und sieben Tage lang bei 70°C gelagert. Anschließend wurden sie 16 Stunden lang bei -25°C gelagert. Nach dem Entfernen der Verpackung wurden die Proben 12 Stunden lang unter Standardbedingungen konditioniert und innerhalb von 24 Stunden getestet.

Vorversuche zur Systemauslegung

Im Verlauf der Vorversuche zur Systemauslegung mit dem im Fraunhofer ILT verfügbaren Laborsystem wurde überraschenderweise ein Laserabtragsverhalten beobachtet, das sich von den Annahmen des vorangegangenen BMBF-Projekts GEWOL unterscheidet. In einem ersten Schritt wurden CFK-Oberflächen mit unterschiedlichen Laserleistungen behandelt und anschließend mit einem Rasterelektronenmikroskop auf der Mikrometerskala analysiert. Hierbei zeigte sich, dass die Kohlenstofffasern auf den laserbehandelten CFK-Proben, abhängig von der Intensität der Behandlung, entweder überhaupt nicht oder vollständig freigelegt wurden (vgl. Abbildung 4).

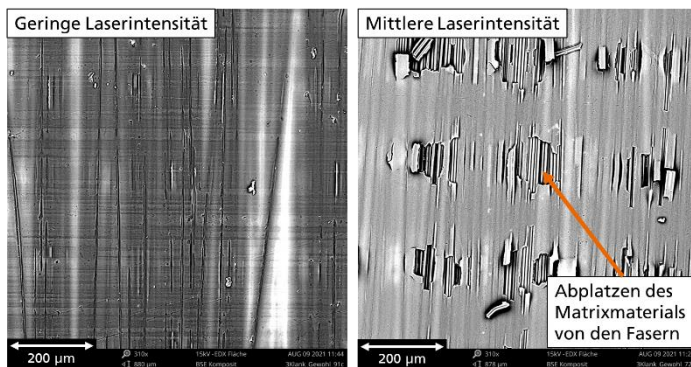


Abbildung 4: REM-Aufnahme einer mit geringer (links) und mittlerer Laserintensität (rechts) bearbeiteten CFK-Oberfläche.

Diese Beobachtung lässt darauf schließen, dass es sich bei den verwendeten Laserparametern eher um einen Bottom-Up-Laserprozess handelt, bei dem das Material nicht selektiv von oben nach unten abgetragen wird. Stattdessen wird die Strahlung transmittiert und führt im Inneren des Materials an den Kohlefasern zur Ablation (Abbildung 4 rechts). Um diese wichtige Vermutung für den Prozess zu überprüfen, wurde abweichend vom ursprünglichen Arbeitsplan zunächst eine

Untersuchung der Einzelkomponenten durchgeführt, um den 3 µm-Laserablationsprozess genauer zu verstehen. Für diese Versuche wurden im Vorfeld zwei verschiedene Matrixsysteme ausgewählt, die bereits in der Vergangenheit mit anderen Lasersystemen (UV- und IR-Laser) am Fraunhofer IFAM getestet wurden. Dies bietet den Vorteil, dass die verwendeten Materialien und ihre Wechselwirkung mit Strahlung gut bekannt sind, und ein Vergleich zu anderen Vorbehandlungstechniken und Lasersystemen einfach möglich ist. Für die grundlegenden Versuche zur Strahlungs-Matrixmaterial-Wechselwirkung wurden zwei EP-basierte Reinharzsysteme ohne Kohlenstofffasern verwendet (siehe Abbildung 5).

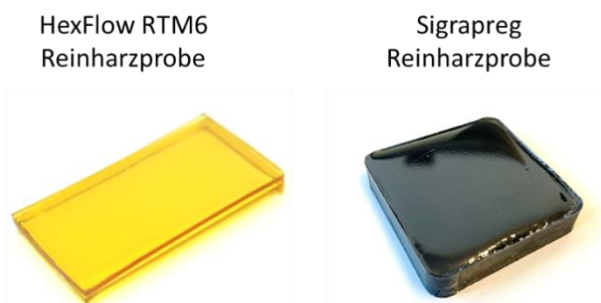


Abbildung 5: Für die Versuche zur Strahlungswechselwirkung verwendeten Reinharzproben.

Zum einen wurden Proben aus handelsüblichem HexFlow RTM6 (Hexcel Composites, Duxford UK) hergestellt. Die Epoxidkomponente des vorgemischten Einkomponentensystems ist dabei Tetraglycidylmethyldianilin (TGMDA). Die Härter sind zwei aromatische Amine: Methylen-bis-(2,6-diethylanilin) und Methylen-bis-(2,6-Diisopropylanilin). Dieses Harz hat den Vorteil, dass keine weiteren Additive zugefügt sind und so die Strahlungs-Materie-Wechselwirkung ohne Beeinflussung

dieser grundlegend untersucht, werden kann. Die Reinharzproben wurden am Fraunhofer IFAM mittels des in [9] beschriebenen Verfahrens hergestellt. Bei dem zweiten untersuchten Reinharz handelt es sich um Sigrapreg E321 Reinharz, welches von der Firma SGL Technologies GmbH

(Meitingen, Deutschland) hergestellt wurde. Hierzu sind leider keine genaueren chemischen Spezifikationen vorhanden.

Grundlegende Versuche zur Strahlungs-Material-Wechselwirkung

Um die Mechanismen der CFK-Laservorbereitung besser zu verstehen, ist es entscheidend, die Wechselwirkung der Laserstrahlung mit den einzelnen Materialien im CFK zu kennen. In den folgenden Abschnitten werden die Strahlungsabsorption und der Abtragprozess analysiert. Die Absorption in den einzelnen Faserverbundkomponenten, einschließlich Trennmittel, spielt eine entscheidende Rolle. Zusammen mit der material- und wellenlängenabhängigen Ablationsschwelle bestimmt sie, ob der Prozess als Top-Down- oder Bottom-Up-Prozess stattfindet. Transmissionsmessungen wurden mit einem IR-Spektrometer für alle einzelnen CFK-Materialien (Matrix, Kohlefaser und Trennmittel) durchgeführt. Abbildung 6 zeigt den Transmissionsgrad in Abhängigkeit der eingestrahlichten Wellenlänge (925 nm – 7500 nm) am Beispiel des reinen Matrixharzmaterials (HexFlow RTM6). Der Transmissionsgrad der Kohlefaser betrug im vermessenen Wellenlängenbereich durchgehend $T = 0$, und der des externen Trennmittels (Frekote 700-NC) etwa $T = 1$; diese Werte sind in der Abbildung nicht dargestellt. Zur Herstellung der dünnen Epoxidharzproben wurde das Harz im Spincoating-Verfahren auf ein Glassubstrat aufgetragen und bei 180°C im Ofen ausgehärtet, wodurch eine Schichtdicke von 50 µm für das EP-Harz erreicht wurde. Um die Absorption des Trennmittels zu überprüfen, wurde das Glassubstrat mittels des beschriebenen Dip-Coating-Verfahrens kontaminiert und im Ofen nachvernetzt. Die Kohlenstofffasern mit einem Durchmesser von 7 µm wurden einlagig als Bündel vermessen.

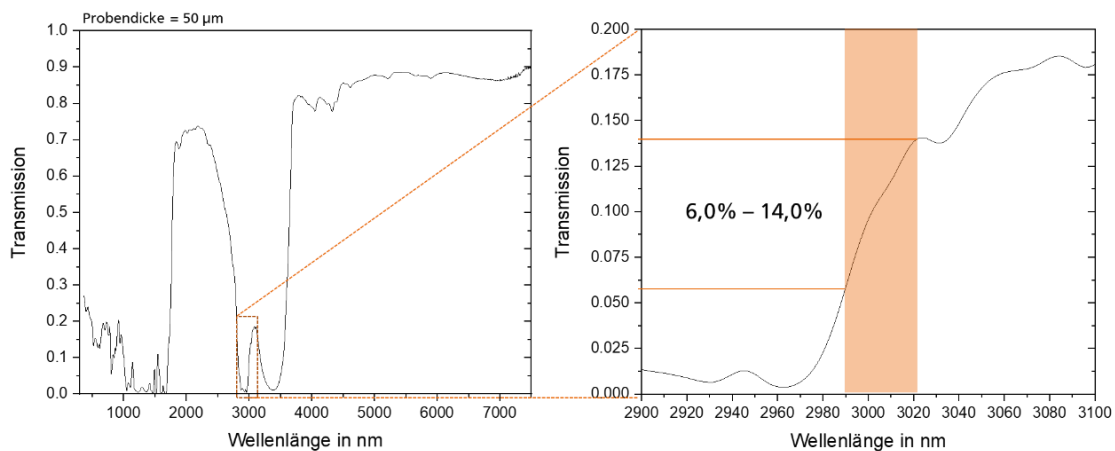


Abbildung 6: Transmissionsspektrum vom EP-Matrixmaterial (HexFlow RTM6).

Man kann deutlich erkennen, dass im Wellenlängenbereich der im Projekt verwendeten Strahlquelle (Abbildung 4, orange markierter Bereich) bei einer Schichtdicke von 50 µm etwa 6 – 14 % der Strahlung transmittiert werden. Da durch das verwendete Trennmittel nahezu 100 % der Strahlung transmittiert werden, ist eine direkte Ablösung des Trennmittels durch den Laser ausgeschlossen. Die verwendeten Kohlefaser absorbieren hingegen bei einem üblichen Durchmesser von 7 µm die Strahlung vollständig. Somit liegt das Hauptaugenmerk im Folgenden auf dem epoxidbasierten Matrixmaterial der verwendeten kohlefaserverstärkten Kunststoffe, da dieses je nach Ablationsschwelle des Matrixmaterials und Deckharzschichtdicke die Art des Abtragsprozesses bestimmt.

Um den Abtragsprozess genauer zu untersuchen, wurden Einzelpulse bei verschiedenen Laserleistungen auf HexFlow RTM6- und Sigrapreg E321-EP-Reinharzproben emittiert und diese mit einem Laserkonfokalprofilometer analysiert. Abbildung 7 zeigt eine Höhenprofilmessung (links) und

die Topografie in Falschfarben des Ablationskraters (rechts) bei einer maximalen Laserleistung des Laborsystems von 10,5 W für das HexFlow RTM6 EP-Reinharz.

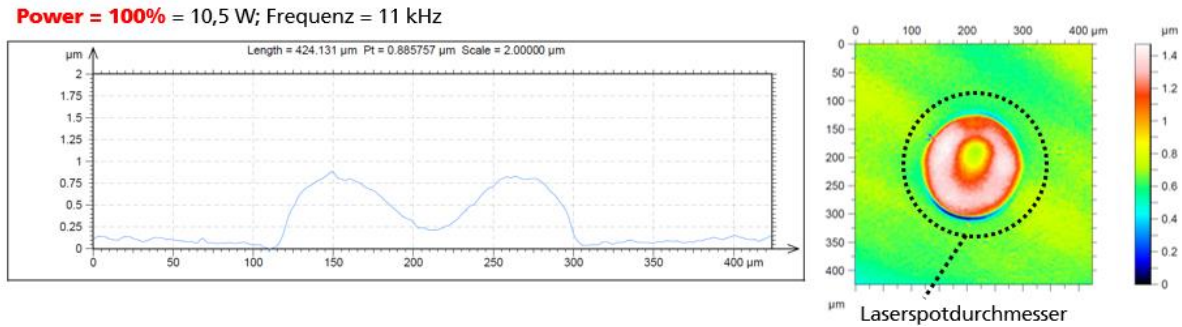


Abbildung 7: Höhenprofilmessung (links) und die Topografie in Falschfarben des Ablationskraters (rechts) bei einer maximalen Laserleistung des Laborsystems von 10,5 W für das HexFlow RTM6 EP-Reinharz.

Hierbei sind im Laserkraterrandbereich deutliche Erhöhungen bis ca. 1 µm erkennbar (Donut), welche zur Kratermitte hin geringer ausfallen. Dieser Effekt ist ebenfalls bei einer scannenden Behandlung des Substrats erkennbar. Abbildung 8 zeigt eine scannende Behandlung der Substratoberfläche mit geringem Pulsüberlapp von 60 % bei unterschiedlichen Laserstrahlleistungen. Hierbei ist mit zunehmender Leistung ein Aufwachsen der Oberfläche auf 3 µm im Randbereich zu beobachten. In der Fläche beträgt das Aufwachsen etwa 2 µm.

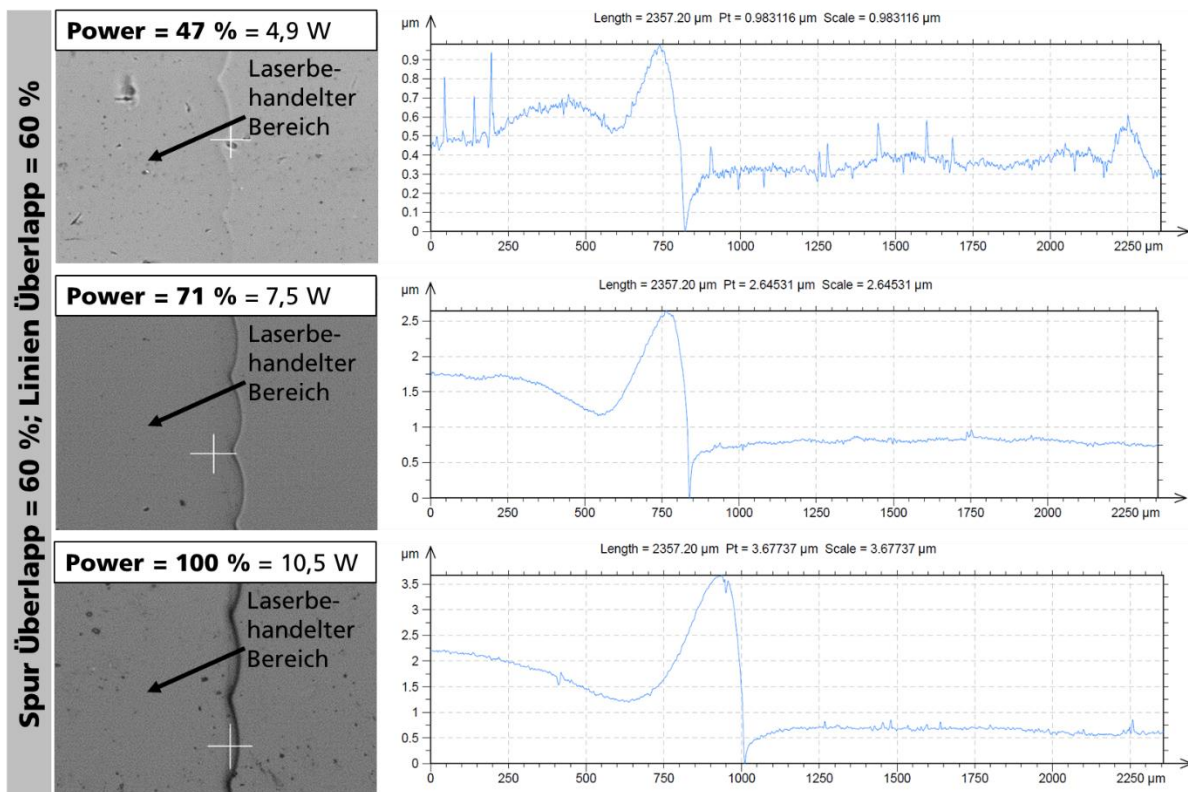


Abbildung 8: Laserkonfokalmessungen der Oberfläche (links) des Höhenprofils (rechts) der mit unterschiedlichen Laserleistungen vorbehandelte RTM6 Reinharzprobe bei 60% Pulsüberlapp.

Bei einer Erhöhung des Überlapps bei einer scannenden Behandlung auf 80 % verstärkt sich das Aufwachsen weiter. Bei einer Laserleistung von 7,5 W zeigt die Oberfläche blasenartige Strukturen, ohne dass ein Wachstum der Oberfläche zu erkennen ist. Bei einer Laserleistung von 10,5 W und 80 % Pulsüberlappung kommt es schließlich zu einem Abtrag in der Tiefe (siehe Abbildung 9).

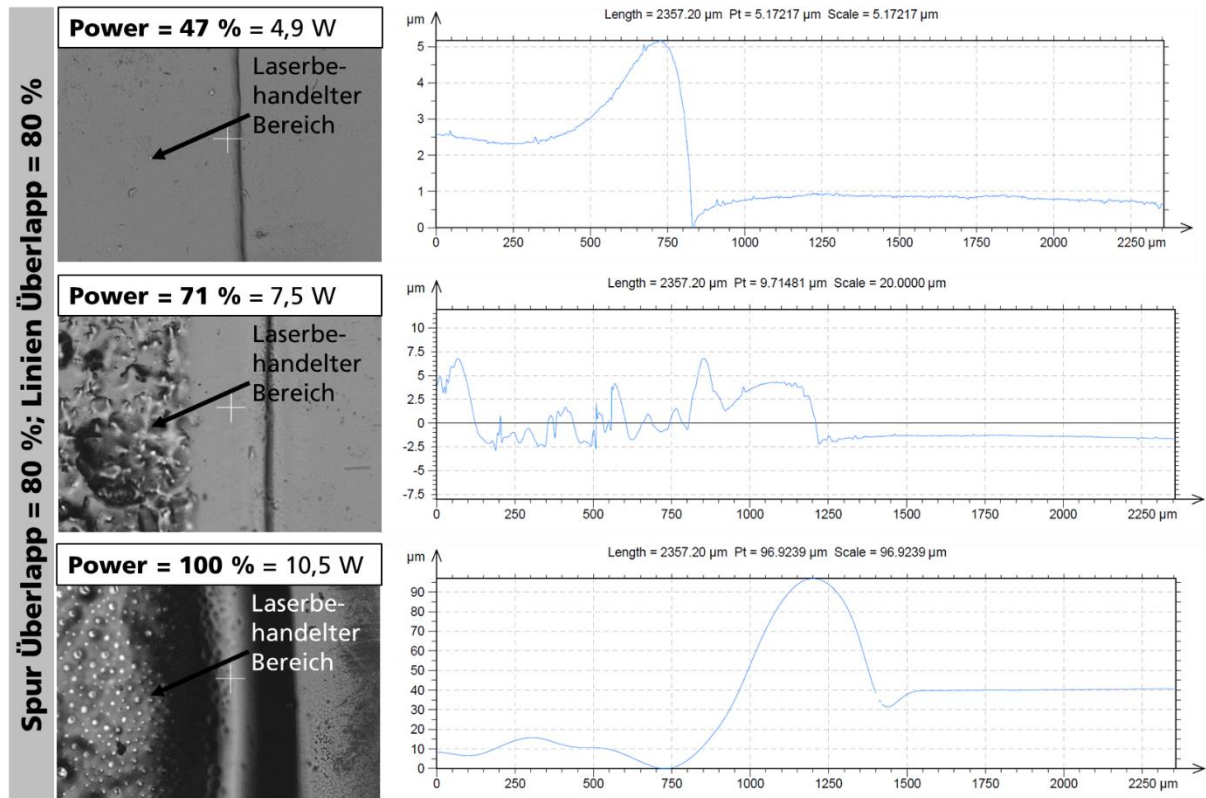


Abbildung 9: Laserkonfokalmessungen der Oberfläche (links) des Höhenprofils (rechts) der mit unterschiedlichen Laserleistungen vorbehandelte RTM6 Reinharzprobe bei 80% Pulsüberlapp.

Durch die etwas rauere Probenoberfläche der extern hergestellten Reinharzproben konnte das Aufwachsen der Oberfläche beim Sigrapreg E321 Reinharz nicht so deutlich wie bei dem zuvor beschriebenen RTM6 Harz beobachtet werden. Eine Blasenbildung bei intensiverer Laserbehandlung und eine bei weiterer Steigerung der Behandlungsintensität stattfindende Ablation konnten jedoch auch hier detektiert werden (siehe Abbildung 10).

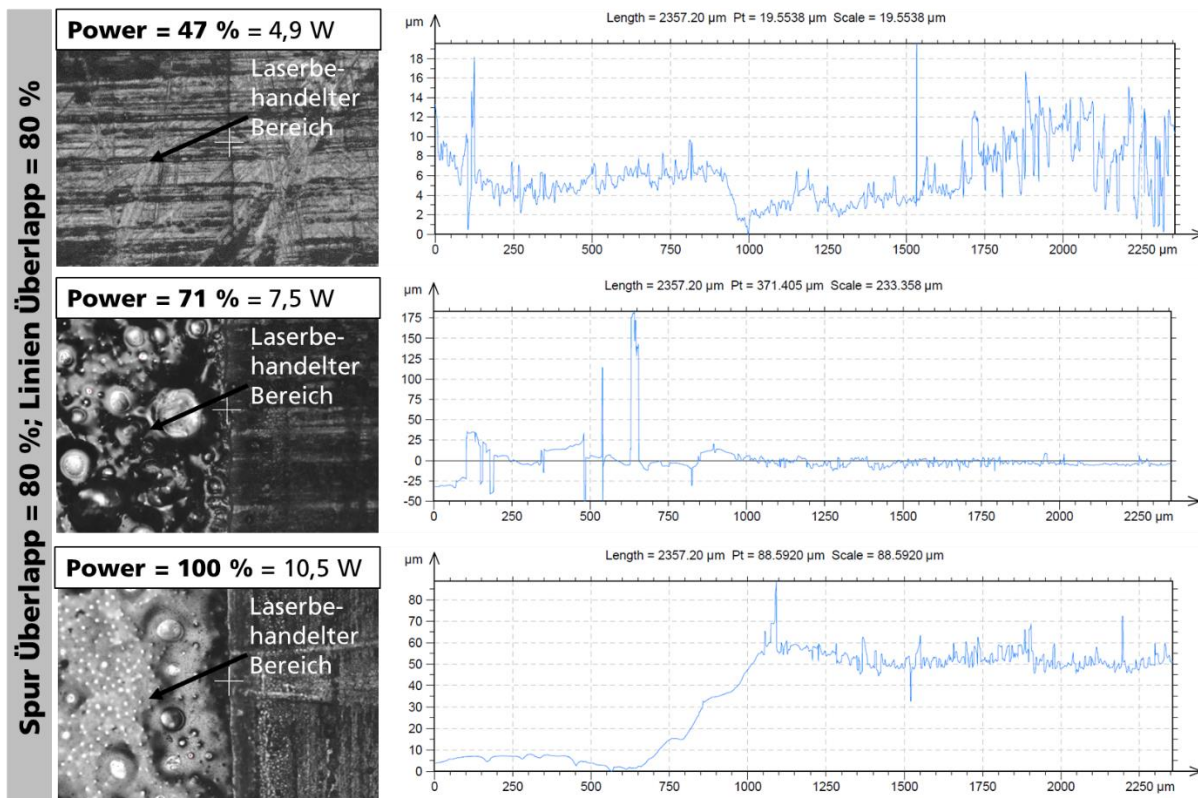


Abbildung 10: Laserkonfokalmessungen der Oberfläche (links) des Höhenprofils (rechts) der mit unterschiedlichen Laserleistungen vorbehandelte E321 Reinharzprobe bei 80% Pulsüberlapp.

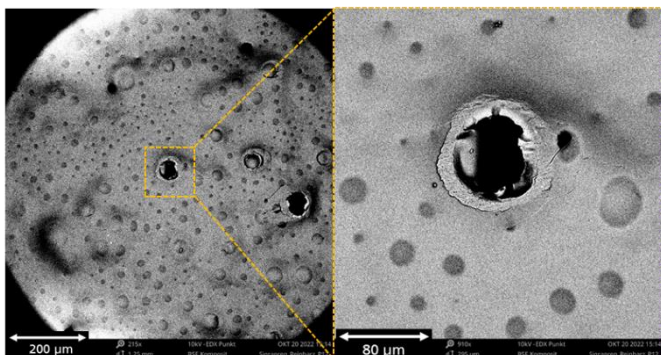


Abbildung 11: REM-Aufnahme von einer mit 10,5 W und 80 % Pulsüberlapp bearbeiteten Sigrapreg E321 Reinharzprobe.

Das beschriebene Verhalten des Aufwachsens des Materials und der Blasenbildung ist auf Inkubationseffekte zurückzuführen, d. h. mit jedem Puls akkumulieren lokale Defekte, und die Temperatur nimmt graduell zu. Die Energiedichte bewegt sich dabei zwischen den Schwellenwerten für das Aufschmelzen und Abtragen. Dabei entstehen Blasen im Material, welche bei genügend hoher Laserleistung aufbrechen, wie in den REM-Detailaufnahmen für das Sigrapreg E321 Reinharz in Abbildung 11 zu sehen ist.

Es kann damit festgehalten werden, dass entgegen der bisherigen Annahme bei den mit dem Testsystem zur Verfügung stehenden Ausgangsleistungen kein sauberer Ablationsprozess des EP-Matrixmaterials und somit kein Top-Down-Prozess stattfindet. Um zu prüfen, was dies für den Faserverbundwerkstoff bedeutet, wurden im nachfolgenden Abschnitt zwei für das Anwendungsfeld Windkraftanlagen relevante CFK-Materialien mit unterschiedlichem Faseraufbau analysiert.

2.2.2. Probenmaterialbeschaffung

Mit den gewonnenen neuen Erkenntnissen wurden für das Anwendungsfeld Windenergieanlagen in Absprache mit verschiedenen Anlagenherstellern und Zulieferern der Windkraft Branche relevante Materialien ausgewählt und beschafft. Hierbei werden nahezu ausschließlich Epoxidharz basierte

Matrixmaterialien und Klebstoffe im Rotorblattbau verwendet, so dass Materialien welchen diesen entsprechen ausgewählt wurden.

Als Faserverbundwerkstoffe wurden für das Projekt 3KLANK zwei im Lagenaufbau und Produktionsverfahren unterschiedliche CFK-Materialien untersucht. Hierbei handelt es sich um das bereits in den Versuchen zur Material-Strahlungs-Wechselwirkung erwähnte Sigrapreg Material, welches in verschiedenen Bereichen wie z.B. der Automobilindustrie bis hin zum Windkraftanlagenbau eingesetzt wird und im Prepreg-Verfahren mit Hilfe von externem Trennmittel hergestellt wird. Die Plattenproduktion wurde von der Firma SGL Technologies GmbH (Meitingen, Deutschland) durchgeführt. Diese haben eine Dicke von 3,25 mm, mit dem in Tabelle 1 beschriebenen Schichtaufbau.

Tabelle 1: Lagenaufbau des Sigrapreg CFKs.

Lage	Prepregtyp		Dicke	Gewebetyp
	Gewebe	Matrix		
1x	C W 830-TW 2/2	E321	0,8 mm	Körperbindung
3x	C U 600-0 SD	E501	0,55 mm	unidirkktional
1x	C W 830-TW 2/2	E321	0,8 mm	Körperbindung
Gesmatdicke =			3,25 mm	

Hierbei ist die oberste und unterste Lage ein Gewebe, die restlichen Lagen bestehen aus unidirektional angeordneten Fasern. Für das epoxidbasierte Matrixmaterial E321 bzw. E501 ist die chemische Zusammensetzung nicht weiter bekannt.

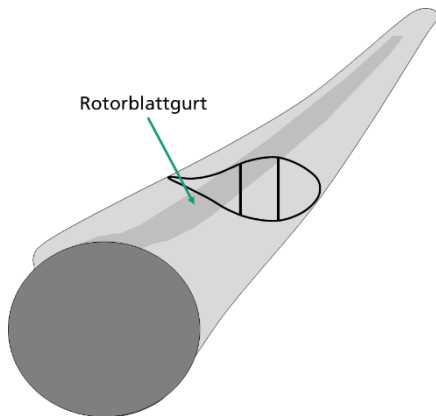


Abbildung 12: Skizze zur Einbauposition des CFK-Rotorblattgurtes.

Bei dem zweiten Material handelt es sich um das ebenfalls epoxidbasierte Röchling Pulcap® CFE, ein von der Firma Röchling KG bereitgestelltes CFK-Material, welches in der Windkraftbranche zur Herstellung von Rotorblattgurten, wie in Abbildung XX skizziert, verwendet und im Pultrusionsverfahren mittels internen Trennmittels hergestellt wird. Das Material besteht aus Unidirektionalgelegten und weist eine Materialstärke von 5 mm auf.

Klebstoff

Die Wahl des Klebstoffs in dieser Arbeit basierte auf den typischen Anforderungen der praktischen Anwendungen. Temperaturstabile Klebstoffe, wie z.B. duroplastische 2K-Epoxidharz-Systeme, werden aufgrund der Verwendung von CFK in der Luft- und Raumfahrt sowie in der Rotorblattherstellung eingesetzt. Zur Untersuchung des Einflusses der Oberflächenvorbehandlung auf die Haftfestigkeit wurden die vorbehandelten Fügeiteile mit dem Klebstoff Araldite 2011 (Huntsman, Basel, Schweiz) bei Raumtemperatur auf beide Probenseiten aufgetragen. Anschließend wurden die Proben 1 Stunde lang bei 60 °C in einem Umluftofen entsprechend dem Datenblatt ausgehärtet. Der

Aushärtungsmechanismus des Klebstoffs basiert auf der Reaktion von Bisphenol A (DGEBA) mit Epichlorhydrin und organischen Aminen als Härterkomponenten [10]. Die Festigkeit und Haltbarkeit einer Klebeverbindung hängen von der richtigen Behandlung der zu verklebenden Oberflächen ab. Nach Angaben des Herstellers erreicht der Klebstoff Scherzugfestigkeiten von 23 MPa in CFK-Klebung und ist für statische und dynamische Belastungen bei -50 °C bis 100 °C geeignet [11].

2.2.3. Materialcharakterisierung des Ausgangszustandes

Im folgenden Abschnitt werden die verwendeten Materialien im Anlieferungszustand charakterisiert. Dies ist wichtig, um im weiteren Verlauf laserinduzierte Effekte quantitativ bewerten zu können. Abbildung 13 zeigt ein Foto der Oberfläche (links) sowie Mikroskopbilder des Querschliffs (rechts) des CFK-Materials Sigrapreg. Es ist deutlich die Undulation der Kohlefasern des oben liegenden Gewebes zu erkennen. Durch die Undulation der Fasern variiert die für den Laserabtrag wichtige Deckharzschicht zwischen 2 µm – 150 µm, je nach Position auf der Oberfläche.



Abbildung 13: Foto der Oberfläche (links) sowie Mikroskopbilder des Querschliffs (rechts) des CFK-Materials Sigrapreg

Um den Anlieferungszustand der CFK-Oberfläche zu analysieren, wurden XPS-Messungen direkt und nach einem weiteren Reinigungsschritt (manuelles Abwischen der Probenoberfläche mit IPA-getränktem Tuch) durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 ersichtlich. Sie zeigen, dass nur minimale Mengen an Si, wahrscheinlich aus der die Faser umgebenden Schichte (Silan), auf den Oberflächen vorhanden sind. Außerdem ist eine minimale Menge an Cl auf den Oberflächen nachweisbar, die von einer externen Kontamination stammt. Daraus lässt sich schließen, dass die Proben bei der Anlieferung bereits sehr sauber waren. Da die Probenoberfläche vor der Laserbehandlung gezielt mit Trennmittel kontaminiert werden soll, wurden dennoch die Probenoberflächen mit IPA gereinigt und mit der ungereinigten Referenz verglichen. Die geringe Menge an Cl wird entfernt, sodass für diese Arbeit alle Probenplatten vor der weiteren Probenvorbereitung mit IPA gereinigt wurden.

Tabelle 2: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Sigrapreg CFK-Proben.

Probe	Atomprozent [at.%]				
	C1s	O1s	N1s	Si2p	Cl2p
Sigrapreg CFK Anlieferungszustand Pos. 1	76,2	22,2	1,3	0,2	0,1
Sigrapreg CFK Anlieferungszustand Pos. 2	76,5	22,1	1,1	0,2	0,1
Sigrapreg CFK IPA gereinigt Pos.1	75,2	22,9	1,7	0,1	-
Sigrapreg CFK IPA gereinigt Pos.2	75,2	23,4	1,2	0,2	-

Da in den meisten Fällen bei der CFK-Produktion mit Trennmitteln gearbeitet wird, soll im Folgenden die Oberfläche des Sigrapreg CFK im Tauchverfahren mit einem Si-haltigen Trennmittel kontaminiert werden, um somit einen definierten und einheitlichen Oberflächenzustand in Bezug auf die

Trennmittelkontamination zu erhalten und den gleichen Ausgangszustand für die Laserbehandlung zu gewährleisten. Um die nach der Entformung auf der Oberfläche verbleibende Trennmittelmenge zu ermitteln, stellte die Benteler GmbH zwei mit dem Trennmittel Frekote 700-NC2 entformte CFK-Platten (Sigrapreg CFK) mit dem Trennmittel Frekote 700-NC2 im Rahmen des abgeschlossenen AiF-Projekts BeQuaVor3 her. Die Platten wurden mit dem Trennmittel entformt, bevor die XPS-Messungen an insgesamt 16 Positionen durchgeführt wurden. Für die entformten Platten konnte eine durchschnittliche Si-Konzentration von 16,3 at. % ermittelt werden.

Im Projekt 3KLANK erfolgt die gezielte Kontamination der Proben mit dem Trennmittel (Frekote 700-NC) durch Tauchbeschichtung. Hierfür wurde ein Tauchbeschichtungsgerät der Firma Bungard Elektronik (Windeck, Deutschland) verwendet. Um die gewünschte Trennmittelkonzentration zu erreichen, wurden verschiedene Lösungen des Trennmittels in Heptan hergestellt. Das jeweilige Tauchbeschichtungsergebnis wurde mittels XPS überprüft, um die erreichte Trennmittelbelegung zu kontrollieren. Die entsprechenden Ergebnisse sind in Tabelle 3 dargestellt. Um die sehr hohe Si-Konzentration der Probenplatte für die Vorbehandlung abzudecken, war eine Trennmittelkontamination von 20 at. % Si erforderlich. Dies wurde erreicht durch eine Trennmittelkonzentration von 30 % und eine Tauchgeschwindigkeit von $v = 250 \text{ mm/min}$ für beide CFK erreicht.

Tabelle 3: XPS-Messung der chemischen Oberflächenszusammensetzung der Sigrapreg CFK-Proben nach Kontamination mit Frekote.

Probe	Atomprozent [at.%]			
	C1s	O1s	N1s	Si2p
Sigrapreg CFK (Frekote) Pos. 1	49,8	30,5	0,5	19,2
Sigrapreg CFK (Frekote) Pos. 2	49,6	30,2	0,6	16,6
Sigrapreg CFK (Frekote) Pos. 3	47,0	30,8	0,4	21,8

Das zweite untersuchte CFK-Material, Röchling Pulcap® CFE, zeichnet sich durch unidirektionale Faserlagen aus und weist eine Materialstärke von 5 mm auf. Abbildung 14 zeigt ein Foto der CFK-Oberfläche (links) sowie Mikroskopbilder des Querschnitts (rechts). Durch die unidirektionale Faserlage ergibt sich eine gleichmäßige Deckharzschicht von $4 \mu\text{m} - 20 \mu\text{m}$. Dies bedeutet, dass die Fasern an jeder Position auf der Oberfläche eine geringe Deckharzschicht aufweisen.

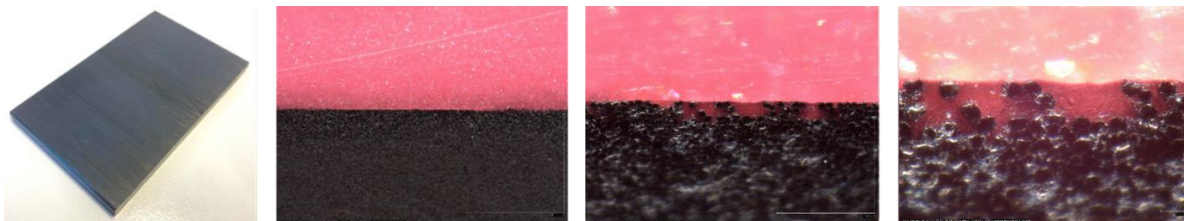


Abbildung 14: Foto der Oberfläche (links) sowie Mikroskopbilder des Querschnitts (rechts) des CFK-Materials Röchling Pulcap® CFE.

Um auch den Anlieferungszustand des Röchling CFK zu bestimmen, wurden ebenfalls XPS-Messungen durchgeführt (siehe Tabelle 4).

Tabelle 4: XPS-Messung der chemischen Oberflächenszusammensetzung der Röchling Pulcap® CFE -Proben im Anlieferungszustand.

Probe	Atomprozent [at.%]						
	C1s	O1s	N1s	Si2p	Na	Ca	S
Röchling Pulcap® CFE Pos. 1	82,6	14,8	0,6	0,2	0,6	1,0	0,1
Röchling Pulcap® CFE Pos. 2	85,0	12,5	0,4	0,2	0,2	1,5	0,2

Die Oberfläche wurde an zwei Positionen vermessen und weist einen geringen Anteil Si auf, dieser kann der Faser umgebenden Schicht zugeordnet werden. Des Weiteren können verschiedene Kontaminationen wie Na, Ca oder S auf der Oberfläche nachgewiesen werden. Da das Röchling Pulcap® CFE nicht zusätzlich mit externem Trennmittel kontaminiert wird, wird auf eine Lösemittelreinigung der Oberfläche verzichtet. Somit wird der Zustand der Oberfläche so dargestellt, wie er aus der Produktion stammt.

Vor der Behandlung wurden die CFK-Platten (sowohl Röchling als auch Sigrapreg) nass in 25 mm x 100 mm (Zugschergeometrie) und 25 mm x 150 mm (G1C-Geometrie) große Proben gesägt. Im Fall des Röchling Pulcap® CFE wurde die 0-Lage der unidirektionalen Schicht parallel zur Längsseite des Proben verlaufs gesägt, um die bei den Klebeversuchen auftretenden Kräfte parallel zur Faserrichtung einzubringen. Dies entspricht den in der Praxis auftretenden Lastfall.

2.2.4. Materialbearbeitungsversuche

Um einen ersten Eindruck vom Materialabtrag auf den für das 3KLANK-Projekt relevanten Kohlefaserverbundwerkstoffen zu gewinnen, wurden diese zunächst mit Einzelpulsen bei verschiedenen Laserleistungen bearbeitet. Abbildung 15 zeigt die REM-Aufnahmen der jeweiligen Probenoberfläche in verschiedenen Vergrößerungen. Dabei konnte sowohl beim Sigrapreg-CFK als auch beim Röchling Pulcap® CFE nach einer bestimmten minimalen Leistung ein Abplatzen der Matrix von den Fasern im inneren Kraterbereich beobachtet werden.

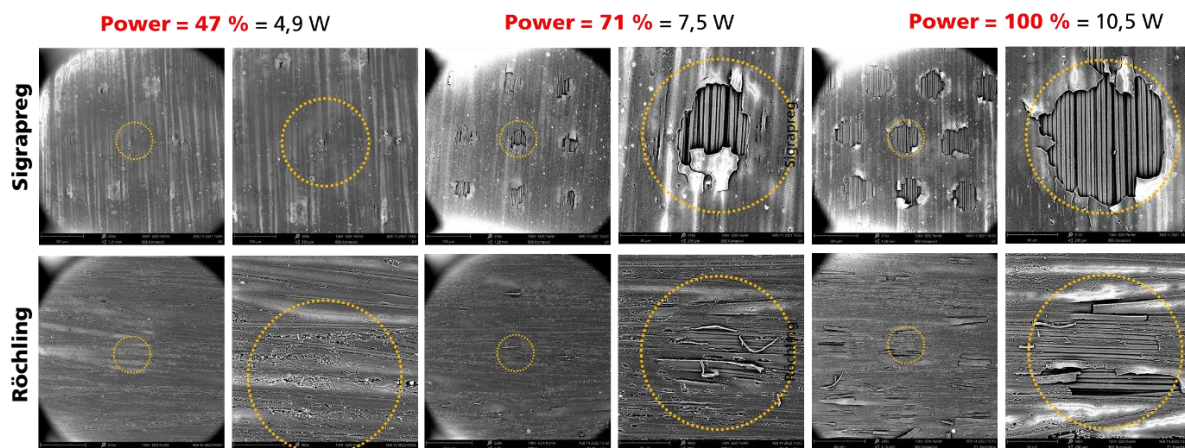


Abbildung 15: REM-Aufnahme der mit verschiedenen Laserleistungen durch Einzelpulse bearbeiteten Oberfläche.

Wird nun bei den gleichen Laserleistungen der Pulsüberlapp bei der Laserbehandlung erhöht kann bei beiden Materialien ein großflächiges Freilegen der Kohlefasern beobachtet werden (Abbildung 16). Hierbei ist durch die geringen Deckharzschicht und dem Unidirektionalgelege für das Röchling Pulcap® CFE ein nahezu vollflächiges Freilegen der Fasern feststellbar. Bei dem Sigrapreg-CFK handelt es sich um ein partiales Freilegen von Fasern im Bereich geringer Deckharzschichten.

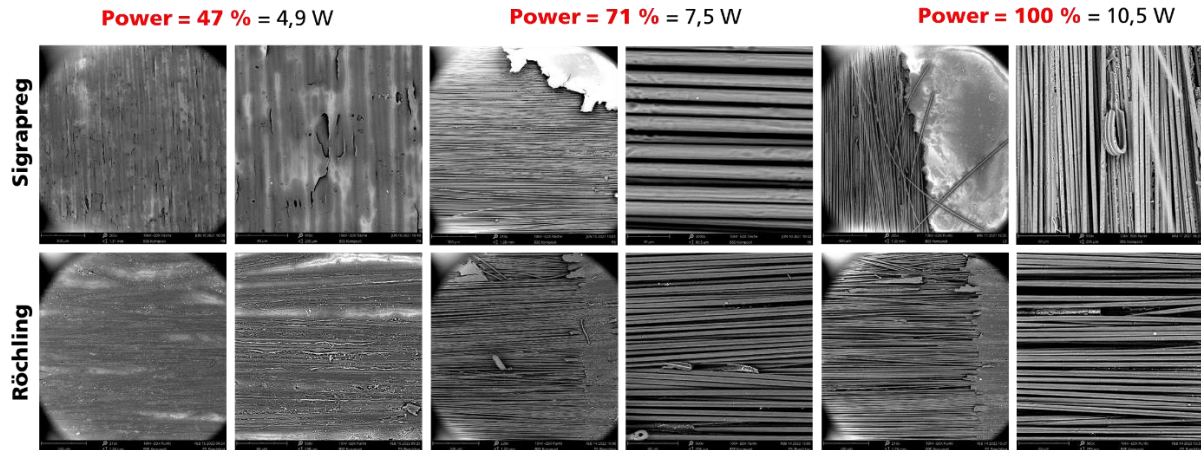


Abbildung 16: REM-Aufnahme der mit verschiedenen Laserleistungen und einer Pulsüberlapp von 80 % bearbeiteten Oberfläche.

Der unterschiedliche Abtrag je nach Position auf der Oberfläche des Sigrapreg-Materials wird in der REM-Aufnahme für eine Einzelpulsbearbeitung in Abbildung 17 deutlich. Hierbei ist in Bereichen mit einer gewebebedingten größeren Deckharzschicht ein Aufwachsen des Materials zu erkennen, ohne dass das Matrixmaterial ablatiert wird. Dies führt dazu, dass bei einer Trennmittelkontamination dieser Bereich aufgrund der fehlenden Ablation der Matrix und des für die Laserwellenlänge transparenten Trennmittels kontaminiert bleibt und an diesen Stellen nicht gereinigt wird. Das Verhalten des Matrixmaterials belegt, dass das zuvor an Reinharzproben beobachtete Inkubationsverhalten des EP-Matrixmaterials vorliegt.

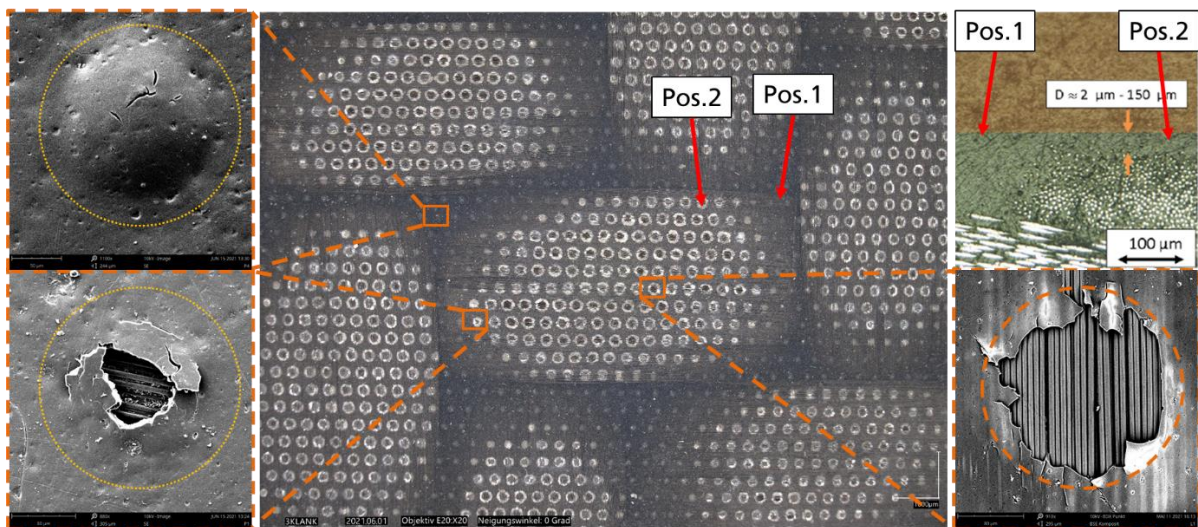


Abbildung 17: REM-Aufnahmen der Einzelpulsbearbeitung des Sigrapreg CFK an verschiedenen Positionen mit unterschiedlich großer Deckharzschicht.

Hierbei wird die Strahlung durch das leicht transparente EP-Harz transmittiert und wird von den oberflächennahen Kohlefasern absorbiert und werden kurzzeitig aufgeheizt. Hierdurch bilden sich Spannungen im Material, was zu einem Abplatzen der Deckharzschicht inklusive Trennmittel führt. In Bereichen mit großen Deckharzschichten wird die Laserstrahlung vollständig vom Matrixmaterial aufgenommen und führt zu Inkubationseffekten wie zum Beispiel dem Aufwachsen von Material oder der Bildung von Blasen in diesem Bereich.

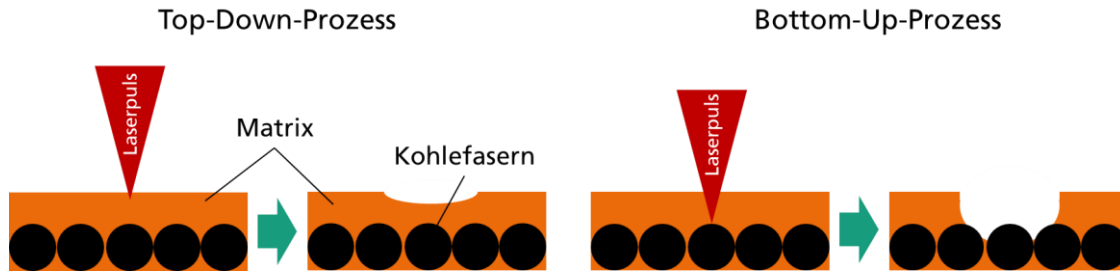


Abbildung 18: Skizze Top-Down-Prozess und Bottom-Up-Prozess.

Durch den festgestellten Bottom-Up-Prozess (siehe Abbildung 18) der Laserbehandlung ist ein wichtiger Punkt für eine spätere Verklebung der Komponenten die Unversehrtheit der kraftleitenden Kohlefasern nach der Laserbehandlung und die Tiefenwirkung der Strahlung. Hierzu wurden Schliffpräparationen von Proben vor und nach einer sehr intensiven Laserbehandlung angefertigt und unter einem Lichtmikroskop analysiert (Abbildung 19).

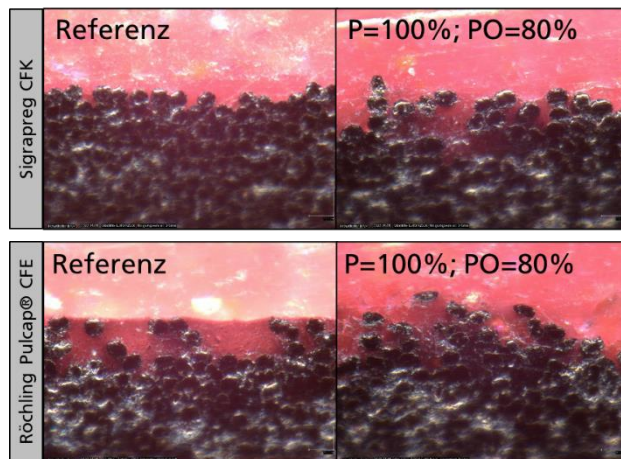


Abbildung 19: Schliffbilder der unbehandelten Referenz und der laserbehandelten CFK-Proben.

Hierbei konnte sowohl für das Sigrapregmaterial als auch für das Röchlingmaterial nur ein oberflächiges Freilegen der optisch zugänglichen maximal ersten zwei Lagen der Kohlefaserbündel beobachtet werden. Für die tieferliegenden Bereiche konnte mittels Lichtmikroskop keine thermischinduzierte Faserschädigung wie z. B. Risse in und um die Fasern, festgestellt werden. Es kann somit von einer weiterhin guten Festigkeit des Bulkmaterials als auch in der erweiterten Grenzschicht ausgegangen werden.

Um den Zustand der wichtigen Kohlefasern nach einer intensiven Laserbehandlung genauer zu analysieren, wurden REM-Aufnahmen und eine EDX-Analyse der freigelegten Fasern angefertigt. Wie

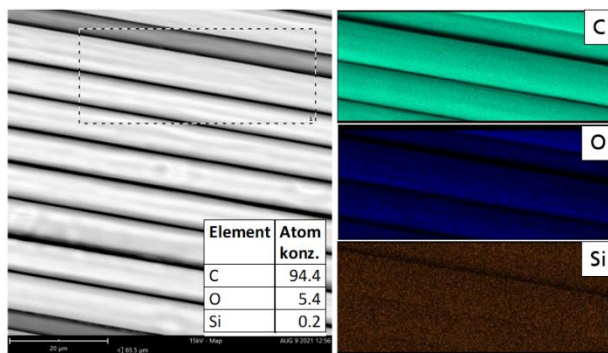


Abbildung 20: EDX-Aufnahme und zugehörige Elementkonzentration von C, O und Si an den mittels 3µm-Laser freigelegten Kohlefasern des Sigrapreg CFKs.

in Abbildung 20 zu erkennen ist, konnte in den REM-Bildern keine Schädigung der Faseroberfläche festgestellt werden. Vielmehr konnte in den EDX-Messungen nachgewiesen werden, dass die die Fasern umgebende und für eine anschließende Anbindung des EP-basierten Klebstoffs wichtige Schichte (Si-Signal in der EDX-Messung) nach dem Laserprozess um die Faser erhalten geblieben ist. Somit zeigt sich, dass die 3µm-Laserbehandlung trotz der Faserfreilegung ein sehr schonender Prozess ist, der die Kohlenstofffasern nicht schädigt.

Um den Einfluss der 3µm-Laserbehandlung auf die Klebfestigkeit zu prüfen, wurden mit dem am Fraunhofer ILT vorhandenen Lasersystem verschiedene Laserparameter mittels Zugscherversuch analysiert. Nach einem Parameterscreening wurden die in Tabelle 5 aufgeführten

Parametervariationen getestet. Dabei wurden sowohl Laserparameter mit unterschiedlicher Laserleistung als auch mit unterschiedlich großen Pulsüberlappungen ausgewählt, um mögliche Einflüsse dieser wichtigsten Laserparameter sichtbar zu machen. Des Weiteren wurde ein Parameter mit einer erhöhten Anzahl von Behandlungszyklen ausgewählt, um den Effekt einer Mehrfachbehandlung bei geringen Pulsüberlappungen zu prüfen.

Tabelle 5: Verwendete Laserparameter mit zugehöriger Flächengeschwindigkeit.

Parameter	Leistung [W]	Brennweite [mm]	Fluence [mJ/mm ²]	Spur Überlapp [%]	Linien Überlapp [%]	Überfahrten [-]	Flächen- geschw. [m ² /h]
P6	10,6	80	13,8	60	60	1	0,4
P9	7,5	80	9,1	60	60	1	0,4
P23	10,6	80	13,8	-40	-40	1	4,9
P24	10,6	80	13,8	-20	-20	1	3,6
P24x3	10,6	80	13,8	-20	-20	3	1,2

Des Weiteren wurden als Referenz für das Sigrapreg-Material eine mit Korund gestrahlte Probe und eine unbehandelte Probe betrachtet. In Abbildung 21 ist zur Veranschaulichung eine REM-Aufnahme

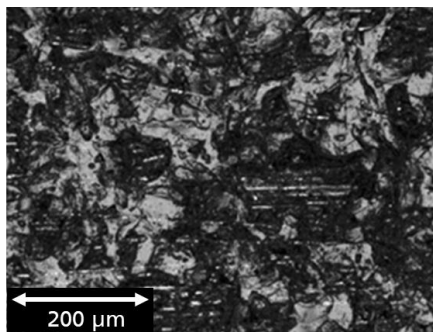


Abbildung 21: REM-Aufnahme der korundgestrahlten Sigrapreg CFK Oberfläche.

der korundgestrahlten CFK-Oberfläche dargestellt. Für das Korundstrahlverfahren wurde als festes Strahlmittel Korund F100 verwendet, das zu mehr als 95 % aus scharfkantigen Aluminiumoxidkörnern mit einer Korngröße zwischen 105 µm und 150 µm besteht. Um eine flächige Behandlung der CFK-Proben zu erreichen, wurde die Strahldüse manuell mäanderförmig über die Substratoberfläche geführt. Die Behandlungsintensität wurde über die verwendeten Prozessparameter eingestellt: Druck = 4 bar; Abstand zwischen der Strahldüse und der Substratoberfläche $d = 5$ cm; Strahlwinkel = 45°. Nach der Behandlung wurden die Proben mit Druckluft und zusätzlich mit IPA in einem Ultraschallbad für 15 Minuten gereinigt.

Weiter wurden ungealterte, als auch mittels Kataplasmatetest gealterte Proben getestet. Hierbei wurden alle Probekörper im Vorfeld wie zuvor beschrieben mit Frekote im Tauchverfahren kontaminiert und weisen an der Oberfläche eine Si-Konzentration von ca. 20 at. % auf.

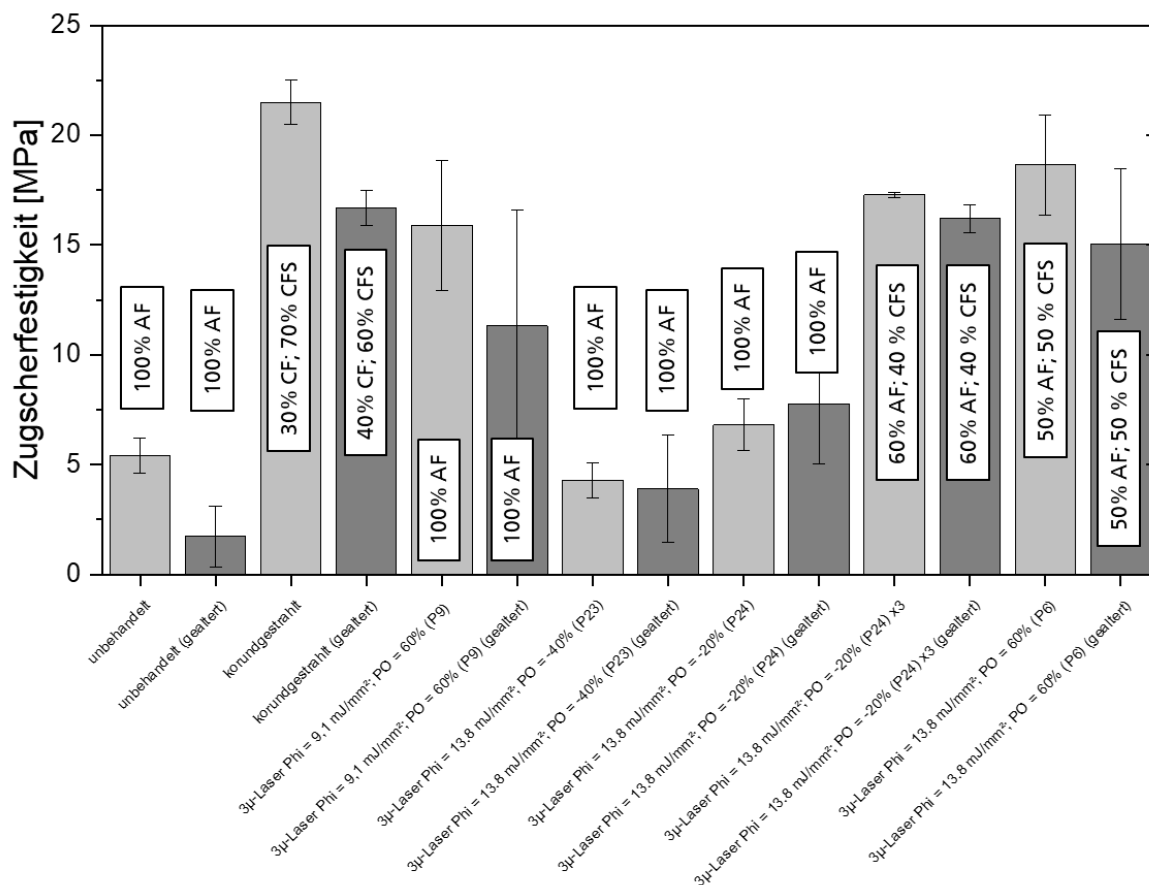


Abbildung 22: Zugscherfestigkeiten für das Sigrapreg CFK ungealtert (hellgrau) und gealtert (dunkelgrau) mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsivesversagen; CF = Kohäsivesversagen im Klebstoff; CFS = Kohäsivesversagen im Substrat).

In den in Abbildung 22 gezeigten Zugscherfestigkeiten vor Alterung (hellgrau) und nach Alterung (dunkelgrau) ist zu erkennen, dass nahezu alle laserbehandelten Proben eine höhere Festigkeit als die unbehandelte Probe aufweisen. Allerdings erreichen sie nicht die Festigkeitswerte der korundgestrahlten Proben, die jedoch größtenteils kohäsives, oberflächennahes Substratversagen aufweisen, was auf eine Schädigung der Anbindung der ersten Faserlagen zur Matrix hindeutet. Weiterhin ist festzustellen, dass innerhalb der Laserparameter große Variationen in den gemessenen Festigkeiten vor und nach der Alterung auftreten. Insbesondere unter Berücksichtigung der Bruchbilder in Abbildung 23 lässt sich ein adhäsives Versagen an der Oberfläche feststellen, dass von der Laserleistung und dem Pulsüberlapp abhängt. Dabei können zwei Fälle unterschieden werden: ein vollständiges adhäsives Versagen des Klebstoffs an der Oberfläche bei geringen Laserleistungen oder ein teilweises kohäsives Versagen im Klebstoff in Bereichen geringer Deckharzschicht bzw. ein geringer Anteil grenschichtnahes kohäsives Versagen im Substrat. Gerade in den Bereichen mit großer Deckharzschicht kann aufgrund der fehlenden Ablation auf eine unzureichende Reinigung der Oberfläche geschlossen werden. Dies spiegelt sich wiederum in den geringer ausfallenden Festigkeiten unter Zugbelastung wider. Weiterhin spielt auch der Pulsüberlapp eine Rolle. Mit zunehmendem Pulsüberlapp bzw. mit einer höheren Anzahl an Behandlungszyklen konnte eine Steigerung der Klebfestigkeit vor und nach der Alterung festgestellt werden, dies jedoch auf Kosten der Behandlungsgeschwindigkeit. Im Allgemeinen zeigt sich nach der Alterung bei nahezu allen Proben ein geringfügiger Rückgang der Festigkeiten.

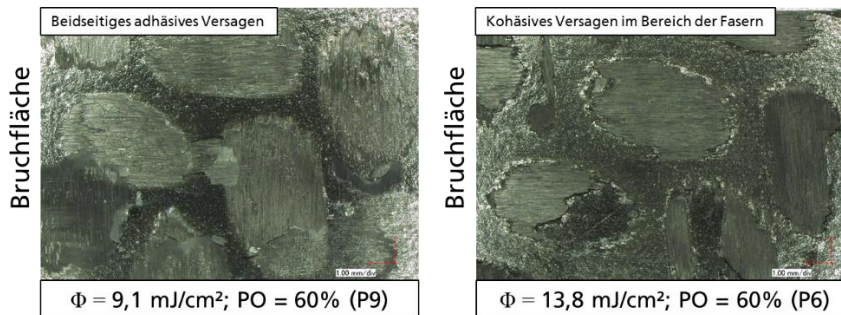


Abbildung 23: Lichtmikroskopaufnahmen der Sigrapreg CFK Bruchflächen für unterschiedliche Laserintensitäten.

Um den Reinigungseffekt des Laserprozesses quantitativ zu verifizieren, wurden von den in den Bruchbildern gezeigten Laserparametern XPS-Messungen der Oberfläche angefertigt. Ebenso wurden die als Referenz geltenden korundgestrahlten Proben vermessen (siehe Tabelle 6).

Tabelle 6: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Sigrapreg CFK-Proben der Referenzproben und unterschiedlich vorbehandelten Proben.

Probe	Atomprozent [at.%]				
	C1s	O1s	N1s	Si2p	Al
Referenz Pos.1	75,2	22,9	1,7	0,1	-
Referenz Pos.2	75,2	23,4	1,2	0,2	-
Referenz (kontaminiert) Pos.1	49,8	30,5	0,5	19,2	-
Referenz (kontaminiert) Pos.2	49,6	30,2	0,6	16,6	-
Referenz (kontaminiert) Pos.3	47,0	30,8	0,4	21,8	-
Korundgestrahl Pos. 1	82,8	11,1	4,5	0,5	0,7
Korundgestrahl Pos. 2	82,5	11,2	4,3	0,5	0,8
Laser P9 (geringe Deckharzschicht)	51,6	28,4	0,5	19,5	-
Laser P9 (große Deckharzschicht)	47,5	28,8	0,2	23,5	-
Laser P6 (geringe Deckharzschicht)	88,0	11,0	0,6	0,4	-
Laser P6 (große Deckharzschicht)	50,1	28,7	0,5	20,7	-

Bei der korundgestrahlten Oberfläche lässt sich ein Abtrag des siloxanbasierten Trennmittels auf 0,5 at. % und ein leichter Anstieg des Kohlenstoffsignals feststellen, was auf das Freilegen der Kohlefasern durch den abrasiven Prozess zurückzuführen ist. Zudem konnte auf der korundgestrahlten Oberfläche des Sigrapreg-CFK ein Strahlmittelübertrag und somit ein detektierbares Al-Signal von etwa 0,8 at. % festgestellt werden. Für die Laserbehandlung wurden zwei Positionen gemessen, um zwischen Positionen an der Oberfläche mit geringer Deckharzschicht und Positionen mit großer Deckharzschicht für das Sigrapreg-Material zu unterscheiden. Nach einer Laserbehandlung mit geringer Leistung (P9) an beiden Positionen konnte kein signifikanter Rückgang des Si-Signals im XPS-Spektrum festgestellt werden. Dies deckt sich mit den zuvor gezeigten Bruchbildern, und es ist davon auszugehen, dass die Laserleistung hier sowohl für einen direkten als auch für einen indirekten Abtrag, über das Einkoppeln in die Kohlefasern, nicht ausreicht. Für den zweiten intensiveren Laserparameter P6 konnte in Bereichen mit geringerer Deckharzschicht ein Rückgang des Si-Signals auf 0,4 at. % festgestellt werden. Dies hat seinen Ursprung in einer indirekten Ablation des Matrixmaterials durch

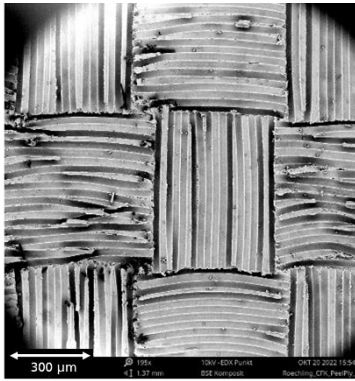


Abbildung 24: REM-Aufnahme der mit Abreißgewebe konditionierten Röchling Pulcap® CFE Oberfläche.

Abplatzen an den die Strahlung absorbierenden Kohlefasern. Das an dieser Messposition auf 88,0 at. % ansteigende Kohlenstoffsignal kann auf die mit der indirekten Ablation einhergehende Faserfreilegung zurückgeführt werden. An der Position mit großer Deckharzschicht konnte auch bei gesteigerter Laserintensität kein signifikanter Rückgang des Si-Signals im Vergleich zur Referenz und somit keine Abreinigung des Trennmittels detektiert werden.

Für das Röchling Pulcap® CFE wurden ebenfalls die zuvor in Tabelle XX aufgeführten Laserparameter geprüft. Als Referenzbehandlung wurde für dieses Material zum einen eine unbehandelte Probe direkt aus der Produktion, als auch eine Probe mit werksseitig aufgetragenen Abreißgeweben ausgewählt, welche den Stand der Technik darstellt. Abbildung 24 zeigt eine durch das Abreißgewebe strukturierte Pulcap® CFE Oberfläche.

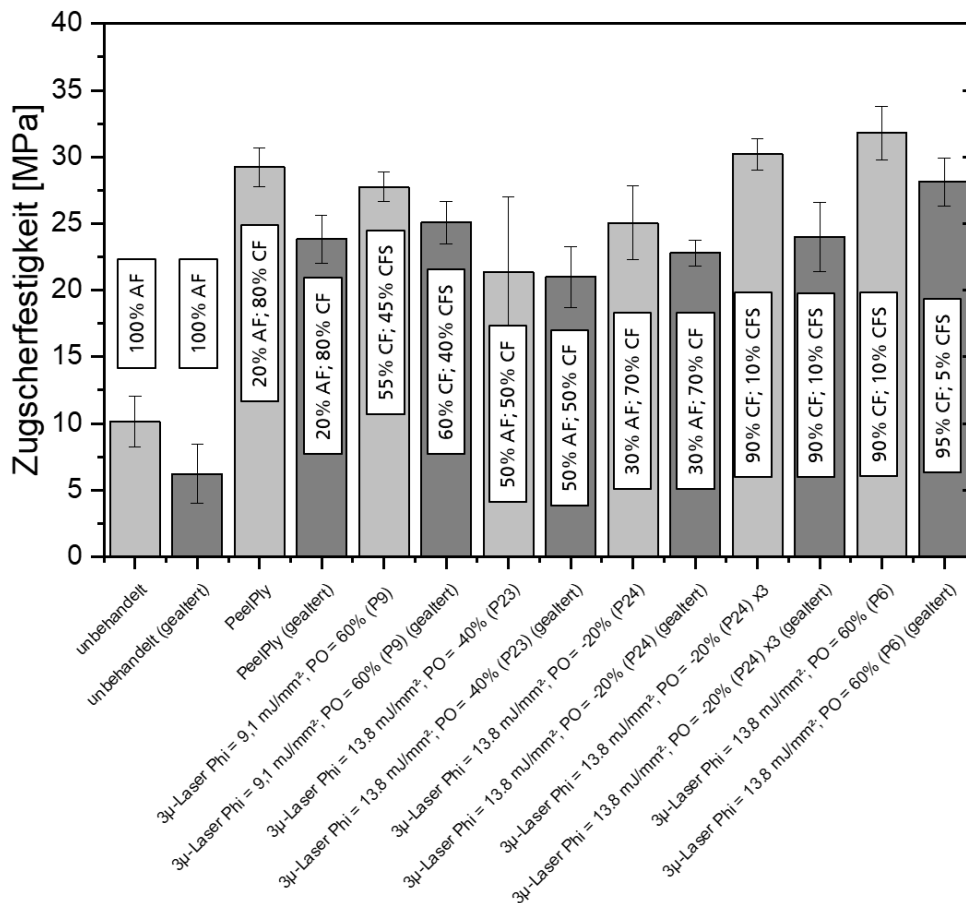


Abbildung 25: Zugscherfestigkeiten für das Röchling Pulcap® CFE ungealtert (hellgrau) und gealtert (dunkelgrau) mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsives Versagen; CF = Kohäsives Versagen im Klebstoff; CFS = Kohäsives Versagen im Substrat).

Die Zugscherergebnisse für das laserbehandelte Röchling Pulcap® CFE zeigen deutlich höhere Festigkeiten im Vergleich zur unbehandelten Referenzprobe. Durch die homogenere Oberflächenstruktur des unidirektionalen Geleges variieren die Festigkeitswerte je nach Laserparameter nicht so stark wie für das Sigrapreg-Material. Diese liegen für Laservorbehandlungen mit etwas größeren Pulsüberlappungen bzw. Mehrfachbehandlungen auf einem ähnlichen oder höheren Festigkeitsniveau wie die Oberflächenkonditionierung mittels Abreißgewebe. Für die

laserbehandelten Proben kann überwiegend ein kohäsives Versagen im Klebstoff mit unterschiedlich hohen Anteilen an kohäsivem Versagen in der Substratgrenzfläche festgestellt werden. Eine Ausnahme bildet die Behandlung mit einem geringen Pulsüberlapp (Parameter P23 und P24). Hier ist ein hoher Anteil adhäsiven Versagens bei gleichzeitig reduzierten Festigkeiten zu beobachten. Durch den geringen bzw. nicht vorhandenen Pulsüberlapp beim Laserprozess kann davon ausgegangen werden, dass auf der Oberfläche nach der Vorbehandlung nicht behandelte Bereiche vorliegen und damit zu den adhäsiven Versagensanteilen führen. Nach der Alterung kann bei allen Proben ebenfalls ein geringfügiger Rückgang der Festigkeiten festgestellt werden.

In Abbildung 26 sind beispielhaft die Bruchbilder für die Referenzprobe mit Abreißgewebe und die Laserparameter P9 und P6 dargestellt. Für das Abreißgewebe und den Laserparameter P9 ist überwiegend ein kohäsives Versagen des Klebstoffs zu erkennen, mit geringen Anteilen an adhäsivem Versagen an der Oberfläche. Für den Laserparameter P6 kann ebenfalls ein großer Anteil an kohäsivem Versagen im Klebstoff erkannt werden, allerdings mit vereinzelt kohäsivem Versagen in der Substratgrenzschicht bei etwas erhöhten Festigkeitswerten. Diese etwas erhöhten Festigkeitswerte können vermutlich auf Verklammerungseffekte des Klebstoffs mit der freigelegten ersten Lage Kohlefasern zurückgeführt werden.

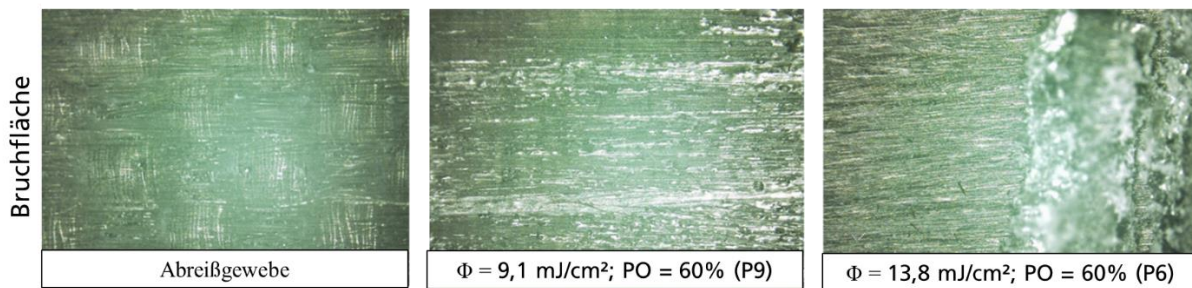


Abbildung 26: Lichtmikroskopaufnahmen der Röchling Pulcap® CFE-Bruchflächen für unterschiedliche Laserintensitäten und dem Abreißgewebe.

Auch für das Röchling Pulcap® CFE wurden zur quantitativen Auswertung des Reinigungseffekts XPS-Analysen von ausgewählten Proben durchgeführt (Tabelle 7).

Tabelle 7: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Röchling Pulcap® CFE -Proben der Referenzproben und unterschiedlich vorbehandelten Proben.

Probe	Atomprozent [at.%]						
	C1s	O1s	N1s	Si2p	Na	Ca	S
Referenz Pos.1	82,6	14,8	0,6	0,2	0,6	1,0	0,1
Referenz Pos.2	85,0	12,5	0,4	0,2	0,2	1,5	0,2
Abreißgewebe Pos. 1	76,4	22,8	0,8	-	-	-	-
Abreißgewebe Pos. 2	77,0	22,0	1,0	-	-	-	-
Laser P9 Pos.1	51,6	28,4	0,5	19,5	-	-	-
Laser P9 Pos.2	47,5	28,8	0,2	23,5	-	-	-
Laser P6 Pos.1	86,6	13,5	-	-	-	-	-
Laser P6 Pos.2	83,1	17,0	-	-	-	-	-

Hierbei ist sowohl nach einer schwachen Laserbehandlung mit Parameter P9 als auch für den stärkeren Laserparameter P6 eine Reinigung der Kontaminationen (Si, Na, Ca, S) beobachtbar. Ebenfalls kann ein fehlendes Stickstoffsignal nach der Laserbehandlung beobachtet werden, was auf eine Entfernung der EP-basierten Deckharzschicht schließen lässt und somit auf eine Faserfreilegung bei beiden Parametern hindeutet. Für die Probe, die mit Abreißgewebe konditioniert wurde, kann ebenfalls eine Reinigung der Kontaminationen festgestellt werden, jedoch auch ein Verbleib des Matrixmaterials auf der Oberfläche.

Die oben aufgeführten Versuchsreihen haben gezeigt, dass der 3µm-Laserprozess kein Top-Down-Prozess ist, sondern vielmehr die Strahlung bei ausreichend geringer Deckharzschicht direkt von den Kohlefasern aufgenommen wird. Vermutlich führt dies durch thermische Verspannungen im Material zum Abplatzen der Deckharzschicht. Dies hat zur Folge, dass ab einer bestimmten materialabhängigen Schwellenleistung eine Faserfreilegung und Reinigung der Oberfläche stattfindet. Unterhalb dieser Leistung kann Inkubationsverhalten der EP-Matrix beobachtet werden, jedoch keine Reinigung der Oberfläche. Dies ist besonders kritisch bei Fasergeweben, bei denen die Fasern undulieren und somit Harznester mit größerer Deckharzschicht entstehen. An diesen Positionen konnte nach 3µm-Laserbehandlung keine Abreinigung des Trennmittels festgestellt werden.

Versuche mit erhöhter Laserflächenleistung

Im folgenden Teil werden durch stärkere Fokussierung des Laserstrahls höhere Flächenleistungen erreicht, um somit über die Ablationschwelle des Matrixmaterials zu gelangen und eine direkte Ablation dieses zu ermöglichen. Dadurch wird auch eine Reinigung der Oberfläche in Bereichen mit großer Deckharzschicht gewährleistet. In Tabelle 8 sind die für die folgenden Untersuchungen verwendeten Laserparameter dargestellt:

Tabelle 8: Verwendete Laserparameter mit zugehöriger Flächengeschwindigkeit.

Parameter	Leistung [W]	Brennweite [mm]	Fluence [mJ/mm ²]	Spur Überlapp [%]	Linien Überlapp [%]	Überfahrten [-]	Flächen- geschw. [m ² /h]
P12	10,6	50	54,0	60	60	1	0,14
P21	10,6	50	54,0	30	30	1	0,44
P22	10,6	50	54,0	-40	-40	1	1,8

Abbildung 27 zeigt eine lichtmikroskopische Draufsicht (Links) und einen Schnitt durch den Ablationsbereich (rechts) nach einer Behandlung mit Parameter P12 an Sigrapreg E321 EP-Reinharz. Es ist gut zu erkennen, dass mit der nun gesteigerten Laserflächenleistung eine direkte Ablation des Matrixmaterials stattfindet. Daher ist anzunehmen, dass die Ablationsschwelle des Matrixmaterials mit den angepassten Laserparametern erreicht wurde.

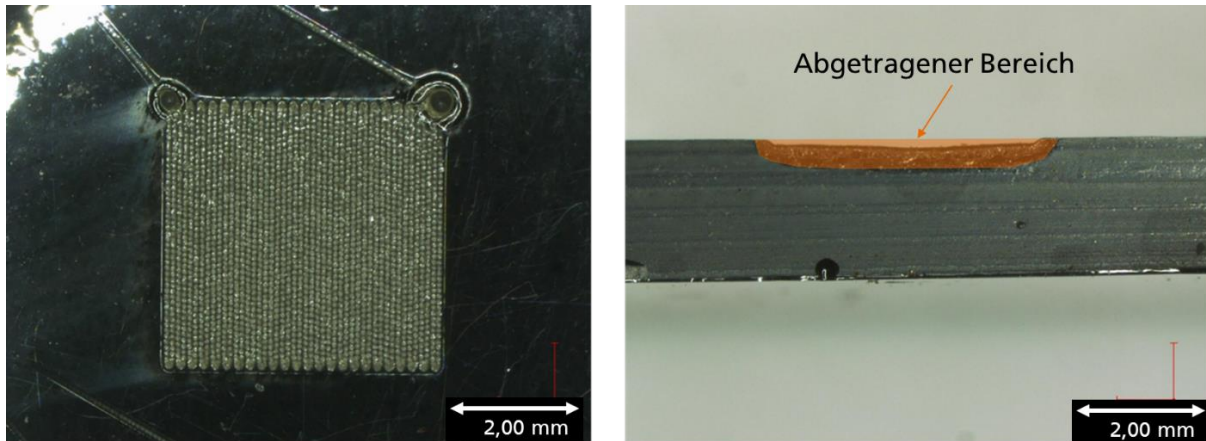


Abbildung 27: Draufsicht (links) und Querschnitt (rechts) des laserbearbeiteten Bereichs mit hoher Laserflächenleistung auf Sigrapreg E321 EP-Reinharz.

In Abbildung 28 sind analog zu den zuvor beschriebenen Messungen die Zugscherfestigkeiten für das Sigrapreg CFK mit den angepassten Laserparametern dargestellt, ebenfalls sind wiederum die Referenzproben aufgeführt. Es ist deutlich eine Steigerung der Zugscherfestigkeit, für die mit der erhöhten Laserflächenleistung vorbehandelten Proben sowohl im gealterten als auch im ungealterten Zustand zu erkennen. Hierbei liegen die Festigkeiten auf dem Niveau der korundgestrahlten Proben oder sogar darüber hinaus. Eine einzige Ausnahme bildet eine Behandlung mit einem geringen Pulsüberlapp von -40%. Hier verharren die Proben auf mittlerem Festigkeitsniveau. Die Ursache hierfür liegt bei den großen Pulsabständen, zwischen den einzelnen Pulsen bleiben dabei unbehandelte Bereiche bestehen, welche somit immer noch kontaminiert sind.

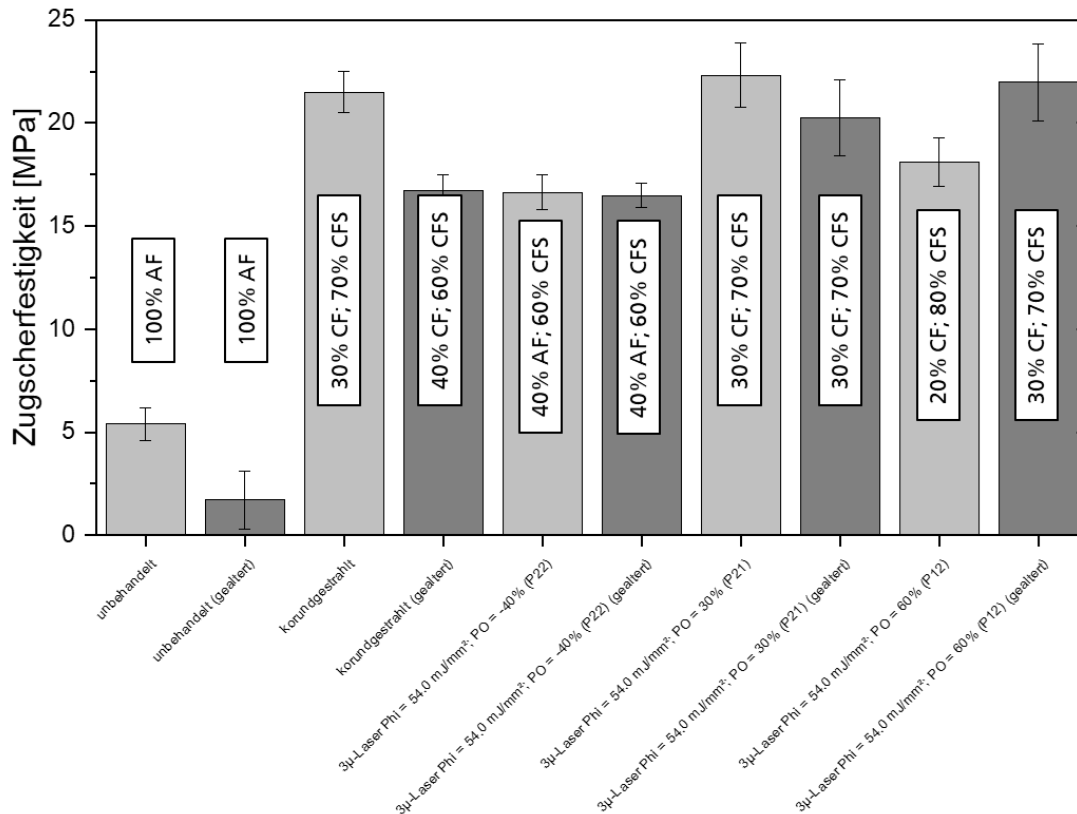


Abbildung 28: Zugscherfestigkeiten für das Sigrapreg CFK mit gesteigerter Laserflächenleistung ungealtert (hellgrau) und gealtert (dunkelgrau) mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsivesversagen; CF = Kohäsivesversagen im Klebstoff; CFS = Kohäsivesversagen im Substrat).

Im in Abbildung 29 dargestellten Bruchbild für eine Laserbehandlung mit P21 kann ein zum größten Teil kohäsives Versagen im Klebstoff bzw. in den Bereichen oberflächennaher Fasern ein kohäsives Versagen in der Grenzschicht zum Substrat festgestellt werden. Auf der nicht geklebten Seite kann auch deutlich eine Ablation des Matrixmaterials in den Bereichen mit hoher Deckharzschicht festgestellt werden.

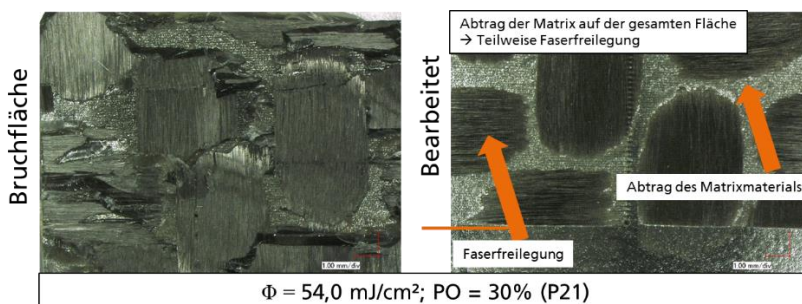


Abbildung 29: Lichtmikroskopaufnahmen der Sigrapreg CFK Bruchflächen (links) und Laserbehandelten Oberfläche (rechts) für gesteigerte Laserflächenleistung.

Dieses Verhalten spiegelt sich ebenfalls in den XPS-Messungen in Tabelle 9 für die intensiveren Laserparameter wider. Hierbei kann eine deutliche Reduktion des Si-Anteils je nach Pulsüberlapp und Position erkannt werden. In Bereichen geringer Deckharzschicht wird das Trennmittel unabhängig vom Pulsüberlapp durch das zuvor beschriebene Einkoppeln der Strahlung in die Kohlefasern abgereinigt. Für die Positionen mit großer Deckharzschicht können jedoch Unterschiede zum jeweils verwendeten Pulsüberlapp erkannt werden. Hierbei konnte das Trennmittel bei einem Pulsüberlapp von 30 % nur

teilweise abgereinigt werden. Dies hat seinen Ursprung darin, dass durch den runden Laserspot auch bei einem Pulsüberlapp von 30 % Bereiche nicht vom Laser vorbehandelt werden. Bei einer weiteren Steigerung des Pulsüberlapps konnte eine saubere Oberfläche erreicht werden, jedoch verringerten sich die Zugscherfestigkeiten (vgl. Abbildung 28). Dies könnte einen ersten Hinweis auf eine Überbehandlung des Matrixmaterials geben und somit eine schlechtere Anbindung des Klebstoffs in diesen Bereichen.

Tabelle 9: XPS-Messung der chemischen Oberflächensammensetzung der Sigrapreg CFK-Proben der Referenzproben und der mit größerer Laserflächenleistung vorbehandelten Proben.

Probe	Atomprozent [at. %]				
	C1s	O1s	N1s	Si2p	Al
Referenz Pos.1	75,2	22,9	1,7	0,1	-
Referenz Pos.2	75,2	23,4	1,2	0,2	-
Referenz (kontaminiert) Pos.1	49,8	30,5	0,5	19,2	-
Referenz (kontaminiert) Pos.2	49,6	30,2	0,6	16,6	-
Referenz (kontaminiert) Pos.3	47,0	30,8	0,4	21,8	-
Korundgestrahl Pos. 1	82,8	11,1	4,5	0,5	0,7
Korundgestrahl Pos. 2	82,5	11,2	4,3	0,5	0,8
Laser P21 (geringe Deckharzschicht)	81,7	15,9	1,9	0,3	-
Laser P21 (große Deckharzschicht)	64,3	24,3	1,3	10,1	-
Laser P12 (geringe Deckharzschicht)	82,0	15,6	2,0	0,2	-
Laser P12 (große Deckharzschicht)	80,3	16,1	2,2	1,4	-

Wie in Abbildung 30 zu erkennen ist, konnte für das Röchling Pulcap® CFE Material durch die Steigerung der Laserflächenleistung keine weitere Erhöhung der Zugscherfestigkeit erreicht werden. Eine Ausnahme bildet lediglich eine Behandlung mit einem sehr intensiven Laserparameter P12, der in der Initialfestigkeit im ungealterten Zustand eine leichte Erhöhung der Festigkeit aufweist. Diese Parameteranpassung wirkt sich jedoch sehr negativ auf die Flächengeschwindigkeit des Prozesses aus. Die Festigkeiten für die gealterten Proben liegen wiederum leicht niedriger als die Initialfestigkeiten. Die mit erhöhter Laserflächenleistung behandelten Proben versagen hierbei zum größten Teil kohäsiv im Klebstoff, mit unterschiedlich großen Anteilen an kohäsivem Versagen in der Grenzschicht zum Substrat.

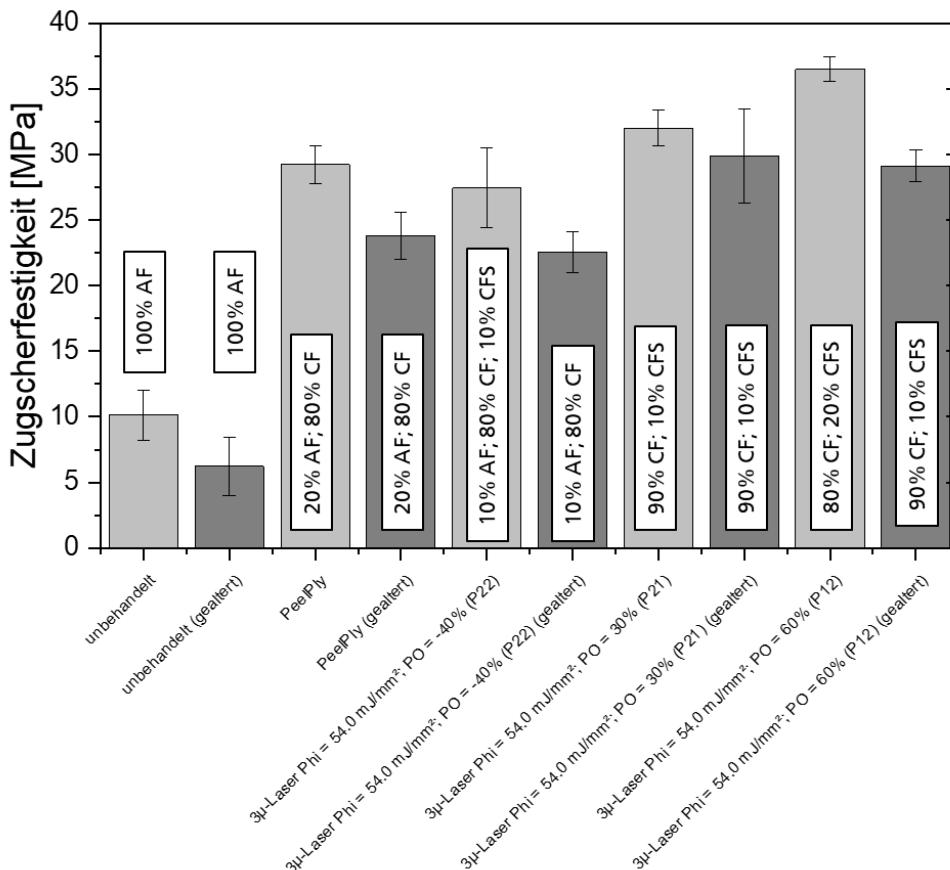


Abbildung 30: Zugscherfestigkeiten für das Röchling Pulcap® CFE Material mit gesteigerter Laserflächenleistung ungealter (hellgrau) und gealtert (dunkelgrau) mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsives Versagen; CF = Kohäsives Versagen im Klebstoff; CFS = Kohäsives Versagen im Substrat).

Auch in den in Tabelle 10 aufgeführten XPS-Messungen können keine signifikanten Änderungen in der chemischen Zusammensetzung im Vergleich zu den mit den schwächeren Laserparametern vorbehandelten Proben festgestellt werden. Bei beiden analysierten Parametern wurde die Probe vollständig gereinigt, und es ist kein Silizium (Si), Natrium (Na), Calcium (Ca) oder Schwefel (S) auf der Oberfläche detektierbar.

Tabelle 10: XPS-Messung der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Röchling Pulcap® CFE -Proben der Referenzproben und der mit größerer Laserflächenleistung vorbehandelten Proben.

Probe	Atomprozent [at.%]						
	C1s	O1s	N1s	Si2p	Na	Ca	S
Referenz Pos.1	82,6	14,8	0,6	0,2	0,6	1,0	0,1
Referenz Pos.2	85,0	12,5	0,4	0,2	0,2	1,5	0,2
Abreißgewebe Pos. 1	76,4	22,8	0,8	-	-	-	-
Abreißgewebe Pos. 2	77,0	22,0	1,0	-	-	-	-
Laser P21 Pos.1	84,6	15,2	0,2	-	-	-	-
Laser P21 Pos.2	84,8	15,1	-	-	-	-	-

Um die Empfindlichkeit gegenüber einer faserfreilegungsbedingten Delamination der Grenzschicht unter Mode-1-Belastung zu prüfen, wurden Versuche nach dem DCB-Test (Double Cantilever Beam) G1C-Test für ausgewählte Laserparameter durchgeführt. In Abbildung 31 ist die „Fracture toughness energy“ und die verschiedenen Bruchanteile der Klebfläche für die Referenzproben sowie die ausgewählten laserbehandelten Proben für das untersuchte Sigrapreg CFK Material vor (hellgrau) und nach (dunkelgrau) der Alterung dargestellt. Es ist eine deutliche Steigerung der Festigkeitswerte für alle laserbehandelten Proben im Vergleich zur unbehandelten als auch zur korundgestrahlten Probe erkennbar. Ebenfalls kann erkannt werden, dass eine Behandlung mit gesteigerter Laserflächenleistung zu größeren initialen Festigkeiten führt. Weiter fällt auf, dass die korundgestrahlten Proben in Mode-1-Belastung schlechter abschneiden als in Zugscherbelastung. Dies hängt damit zusammen, dass das Korundstrahlen ein abrasives Verfahren ist, das die Einbindung der Kohlefaser in die Matrix sowie die Kohlefaser an sich schädigt (vgl. Abbildung 21). Dies spiegelt sich auch im Bruchbild für die korundgestrahlten Proben wider, in dem ein großflächiges kohäsives grenzflächennahes Versagen im Substrat vorliegt. Für die laserbehandelten Proben sind beispielhaft zwei Mikroskopaufnahmen der Bruchfläche in Abbildung 32 dargestellt. Hierbei kann erkannt werden, dass für den Parameter P22 zum größten Teil ein kohäsives Versagen im Klebstoff erreicht wird, mit geringen Anteilen adhäsiven Versagens (nicht im Bild zu sehen). Für den Parameter P21 kann hingegen neben dem kohäsiven Versagensbild im Klebstoff ein positionsabhängiger Anteil grenzschichtnahes kohäsives Versagen im Substrat erkannt werden.

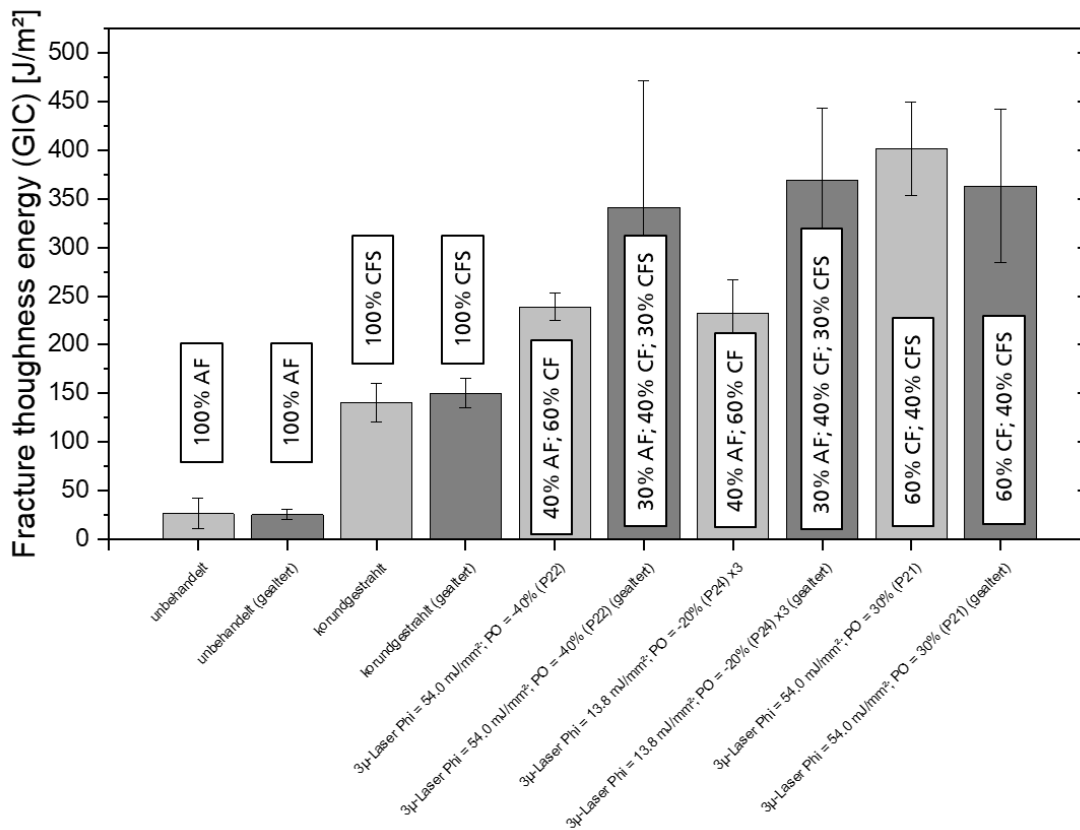


Abbildung 31: "Fracture toughness energy" der Referenz und laserbehandelten Sigrapreg CFK-Proben im ungealterten (hellgrau) und gealterten (dunkelgrau) Zustand mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsivesversagen; CF = Kohäsivesversagen im Klebstoff; CFS = Kohäsivesversagen im Substrat).

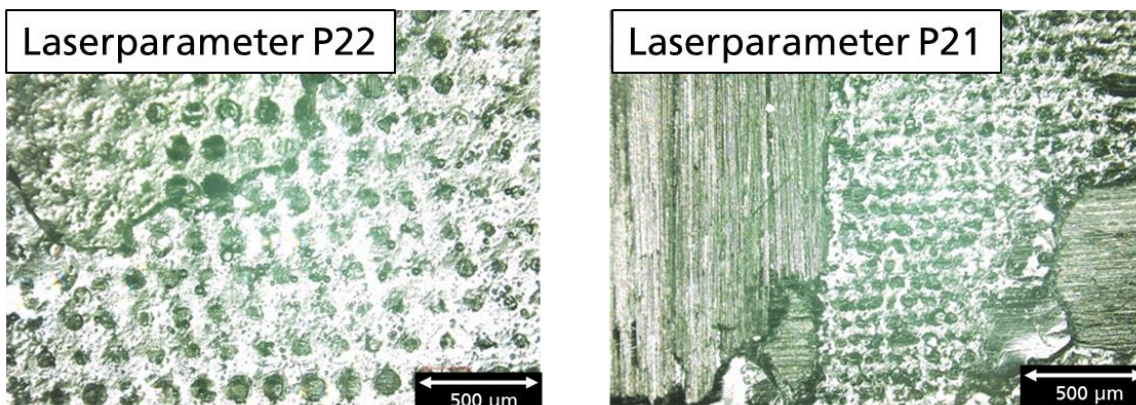


Abbildung 32: Lichtmikroskopaufnahmen der Sigapreg CFK Bruchflächen für verschiedene Laserparameter.

Für das Röchling Pulcap® CFE Material wurden analog zum Sigapreg Material G1C-Tests durchgeführt. In Abbildung 33 sind jeweils die erreichten „Fracture toughness energy“ für die laserbehandelten Proben sowie für die Referenzproben im ungealterten (hellgrau) und im gealterten Zustand (dunkelgrau) dargestellt. Ähnlich wie beim Sigapreg CFK kann gerade bei einer Behandlung mit höherer Laserflächenleistung (P21) ein guter Festigkeitswert erreicht werden. Dieser liegt in der Initialfestigkeit sogar deutlich über der Probe, die mit Abreißgewebe vorbehandelt wurde. In Abbildung 34 sind ebenfalls ausgewählte Bruchbilder der geprüften Oberfläche der ungealterten G1C-Proben dargestellt. Hierbei konnte für die Probe mit Abreißgewebe neben kohäsiem Versagen im Klebstoff auch großflächiges adhäsives Versagen beobachtet werden. Für den schwächeren Laserparameter P24 und P24x3 konnte neben großflächigem kohäsiem Versagen im Klebstoff auch ein größerer Anteil adhäsives Versagen beobachtet werden, was die geringeren Festigkeitswerte erklärt. Für den intensiveren Laserparameter P21 konnte weitestgehend kohäsives Versagen im Klebstoff mit Anteilen von grenzschichtnahe kohäsiem Versagen des Substrats beobachtet werden.

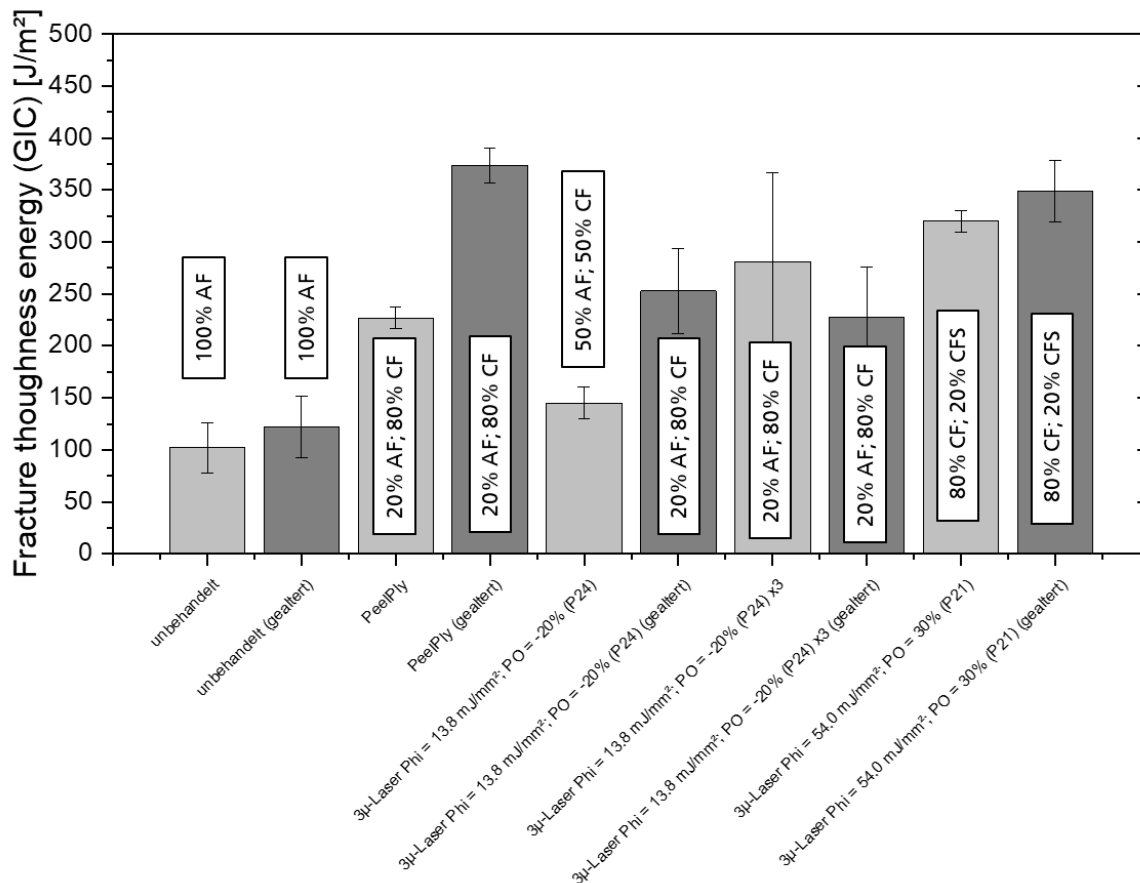


Abbildung 33: "Fracture toughness energy" der Referenz und laserbehandelten Röchling Pulcap® CFE -Proben im ungealterten (hellgrau) und gealterten (dunkelgrau) Zustand mit den jeweiligen Bruchanteilen (AF = Adhäsives Versagen; CF = Kohäsives Versagen im Klebstoff; CFS = Kohäsives Versagen im Substrat).

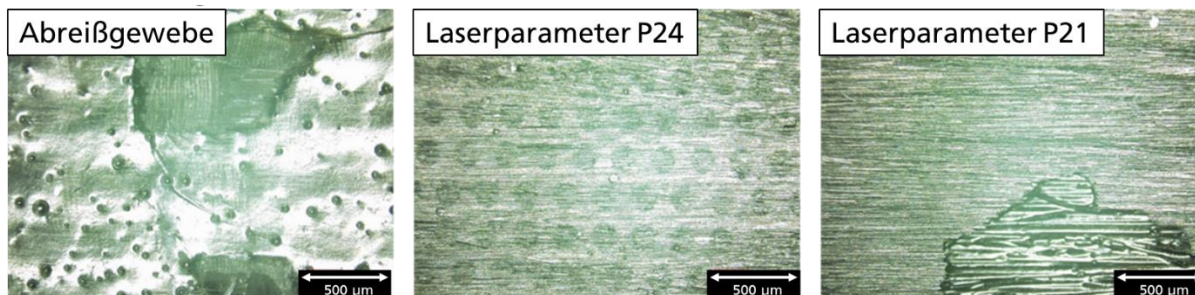


Abbildung 34: Lichtmikroskopaufnahmen der Röchling Pulcap® CFE-Bruchflächen für verschiedene Laserparameter.

Neben den zuvor beschriebenen Festigkeitsuntersuchungen wurden auch Versuche zur Lackierarbeit der Proben durchgeführt. Dafür wurden die vorbehandelten CFK-Proben mit einer lösemittelhaltigen 3K Epoxid Grundierung im Versuchstechnikum des Fraunhofer Institutes IFAM unter Normbedingungen beschichtet.

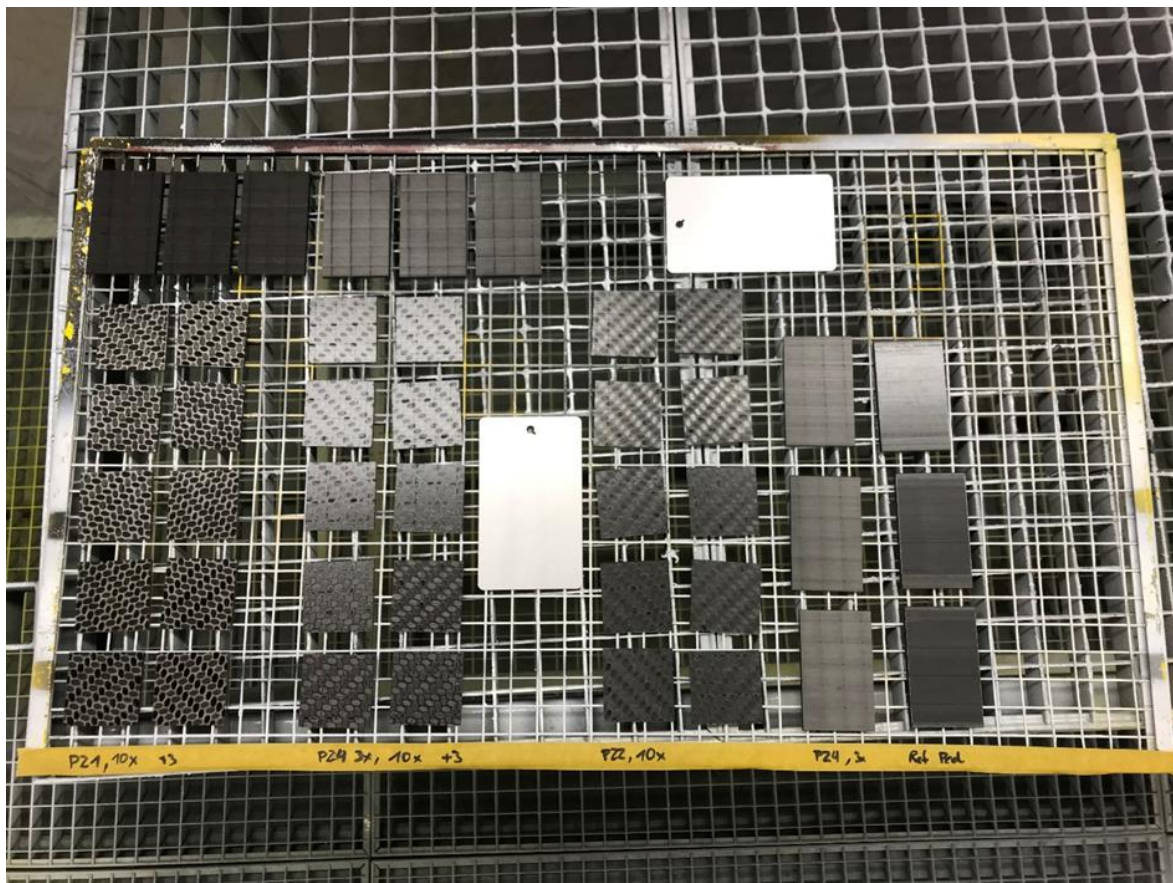


Abbildung 35: Probenvorbereitung der CFK Prüfplatten.

Das verwendete Lacksystem wurde nach den Vorgaben des Lackherstellers angemischt, verarbeitet und ausgehärtet.

Tabelle 11: Versuchsparameter zu den Lackversuchen

	Beschreibung/Parameter
Lacksystem	Basiskomponente: Aerodur Barrier Primer 37045 Härterkomponente: Harderner S66/14 Verdünner: Thinner C 25/90 S
Mischungsverhältnis	1 : 0,5 : 1 nach Volumenanteile
Schichtdicke	Ca. 30 µm
Aushärtebedingungen	Raumtemperatur bei 23 °C für 168 Stunden

Nach der Applikation des Lackes wurde visuell die Oberfläche der vorbehandelten und beschichteten Proben bewertet. In den folgenden Abbildungen sind die beschichteten Proben dargestellt.



Abbildung 36: Benetzungsverhalten nach Spritzapplikation.

Bei allen untersuchten Proben waren massive Benetzungsstörungen zu erkennen und eine geschlossene Lackoberflächen war nicht zu beobachten. Die Bestimmung der Haftfestigkeit nach DIN EN ISO 2409 war somit hinfällig und wurde nicht durchgeführt. Die schlechten Ergebnisse in den Lackversuchen haben vermutlich den Ursprung in der massiven Faserfreilegung nach Vorbehandlung bzw. für das Sigrapreg CFK ebenfalls die unzureichende Reinigung des Trennmittels an Stellen mit großer Deckharzschicht. Durch die Freilegung der Fasern kann vermutet werden, dass die Oberfläche zunehmend hydrophob wird und dadurch eine Benetzung des Lacks erschwert, trotz gleichzeitig guter Klebergebnisse.

Über die Vorbehandlung von CFK-Materialien für den Rotorblattbau hinaus wurden im Verlauf des Projektes verschiedenen Materialien zur Bearbeitbarkeit mit der 3 μm -Quelle gescreened. Eine kleine Auswahl der untersuchten Materialien ist im Anhang aufgeführt.

2.3. Auslegung und Komponentenbeschaffung (elektrooptisches System)

Der 3 μm Laser besteht aus zwei wesentlichen Funktionskomponenten dem Fundamentallaser, der die Laserstrahlung mitsamt aller Laserparameter bereitstellt und dem Frequenzkonverter, der die Wellenlänge von der Fundamentalwellenlänge 1,064 μm nach 3 μm konvertiert. Als Fundamentallaser wurde ein für die Frequenzkonversion angepasstes System CL150 eingesetzt. Der Frequenzkonverter wurde bereits im Rahmen des BMBF Projekts GEWOL vorentwickelt und dient zusammen mit einem von cleanLASER dem ILT zur Verfügung gestellten CL150 als Labordemonstrator eines 3 μm Lasers.

In 3KLANK wurde das opto-mechanische Design des Frequenzkonverters (siehe Abbildung 37) an die Laserplattform von cleanLASER angepasst und ein kompakter Aufbau des Frequenzkonverters an einen CL150 umgesetzt.

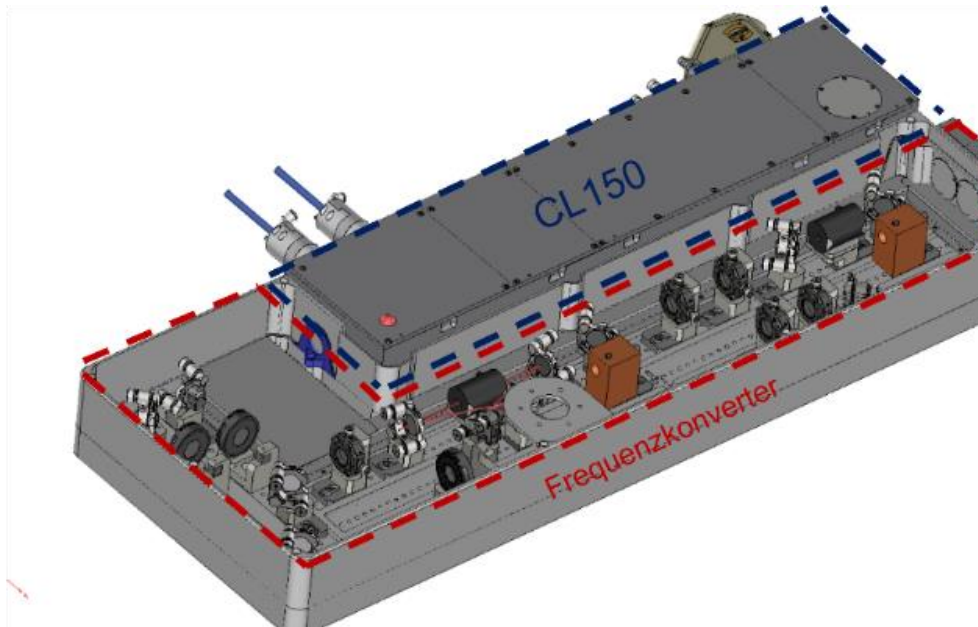
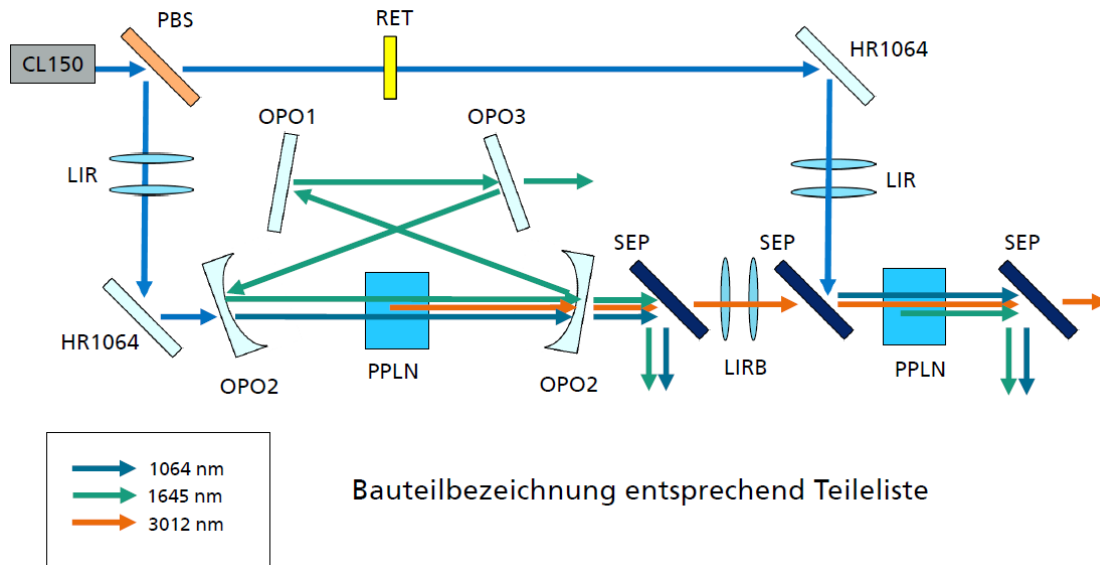


Abbildung 37: Schema des Frequenzkonverters (links) und CAD-Modell des an die Laserplattform von cleanLASER angepassten Funktionsdemonstrators des 3 μm Lasers, bestehend aus einem CL150 und dem Frequenzkonverter.

2.4. Konstruktion und Fertigung (mechanische Komponenten des Funktionsdemonstrators, Schaltschrankaufbau und Bearbeitungsoptik)

Das vom ILT ausgelegte opto-mechanische Design wurde von cleanLASER konstruktiv umgesetzt. Hierzu wurden die benötigten mechanischen Komponenten zur Integration des Frequenzkonverters in das cleanLASER-System konstruiert. Der Gesamtaufbau besteht aus dem vorhandenen Resonatorgehäuse der Strahlquelle CL150 und dem daran anschließenden Gehäuse für den Frequenzkonverter. Das Übergangsstück zum Resonator-Gehäuse wird modifiziert und mit einer Dichtfläche versehen. An der Grundplatte werden Verschraubungsmöglichkeiten von unten vorgesehen für die Montage. Zur Entkopplung sind Gummi-Metall-Dämpfer vorgesehen. Aufgrund der hohen Absorption der 3 μm Strahlung von Wasser (s. Abbildung 38), muss die Feuchtigkeit im Gehäuse möglichst niedrig gehalten werden. Um die empfindlichen optischen Bauteile nach Möglichkeit zu schützen, werden zusätzliche Feuchtesensoren und Trockenpatronen integriert.

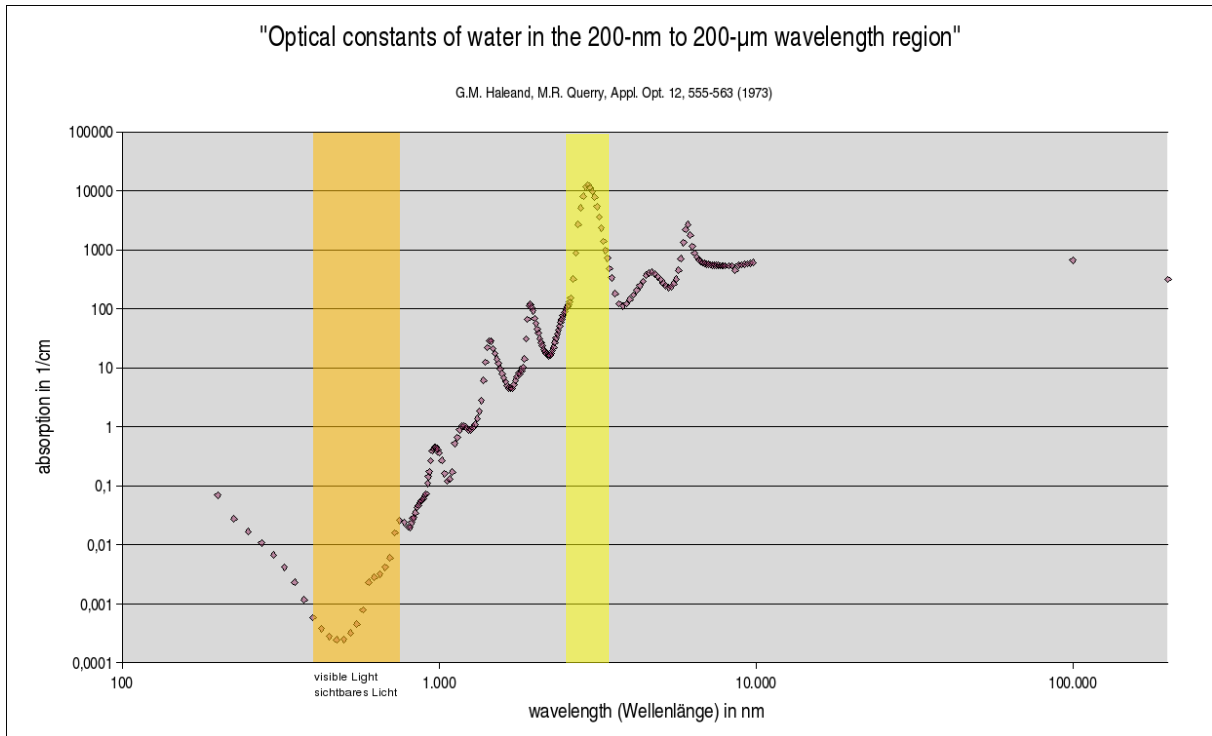


Abbildung 38: Absorption von Wasser im Bereich um 3 µm gelb markiert [12].

Die Auswahl der benötigten optischen Komponenten wie Kristalle und spezielle Spiegel wurden schon zu Beginn des Projektes ausgewählt und bestellt, um Verzögerungen aufgrund der langen Lieferzeiten zu vermeiden. Die Fertigungsteile und optische Standardkomponenten wurden nach Konstruktionsabschluss angefragt und beschafft.

Der Laserstrahl wird zur Bearbeitung über ein optisches System bestehend aus Kollimationsoptik, Scanner und Objektiv geformt und über die Oberfläche des Werkstücks abgelenkt. Anhand der Auslegung der Komponenten werden Parameter wie die Intensität des Lasers im Bearbeitungspunkt und die Größe des Bearbeitungsbereiches festgelegt. Für die Bearbeitungsoptik am Funktionsdemonstrator wird ein Scankopf mit großer Apertur ausgewählt, um mit geeigneten Fokussierbrennweiten eine hohe Intensität auf der Werkstückoberfläche zu erzielen. Für die Reflexion werden metallische Spiegel gewählt, da diese auch im mittleren IR-Bereich eine geringe Absorption aufweisen und kostengünstiger als dielektrische Spiegel sind.

Die Vorversuche an faserverstärkten Kunststoffen und Reinharzproben haben gezeigt, dass für einen effizienten Abtrag hohe Energiedichten notwendig sind. Um ausreichend hohe Intensitäten zu erreichen, wurde eine weitere F-Theta Linse am ILT entwickelt, die eine um den Faktor 2 höhere Energiedichte auf der Probenoberfläche erzeugt.

Für transmittierende optische Komponenten im mittleren IR-Bereich kommen verschiedene Materialien in Frage. Im Laboraufbau am ILT wurden bereits verschiedene Materialien wie Germanium und Silizium erprobt. Für den Aufbau des Funktionsdemonstrators werden noch CaF₂-Linsen getestet, die den Vorteil haben, dass sie auch ohne Antireflexbeschichtung eine hohe Transmission aufweisen, s. Abbildung 39.

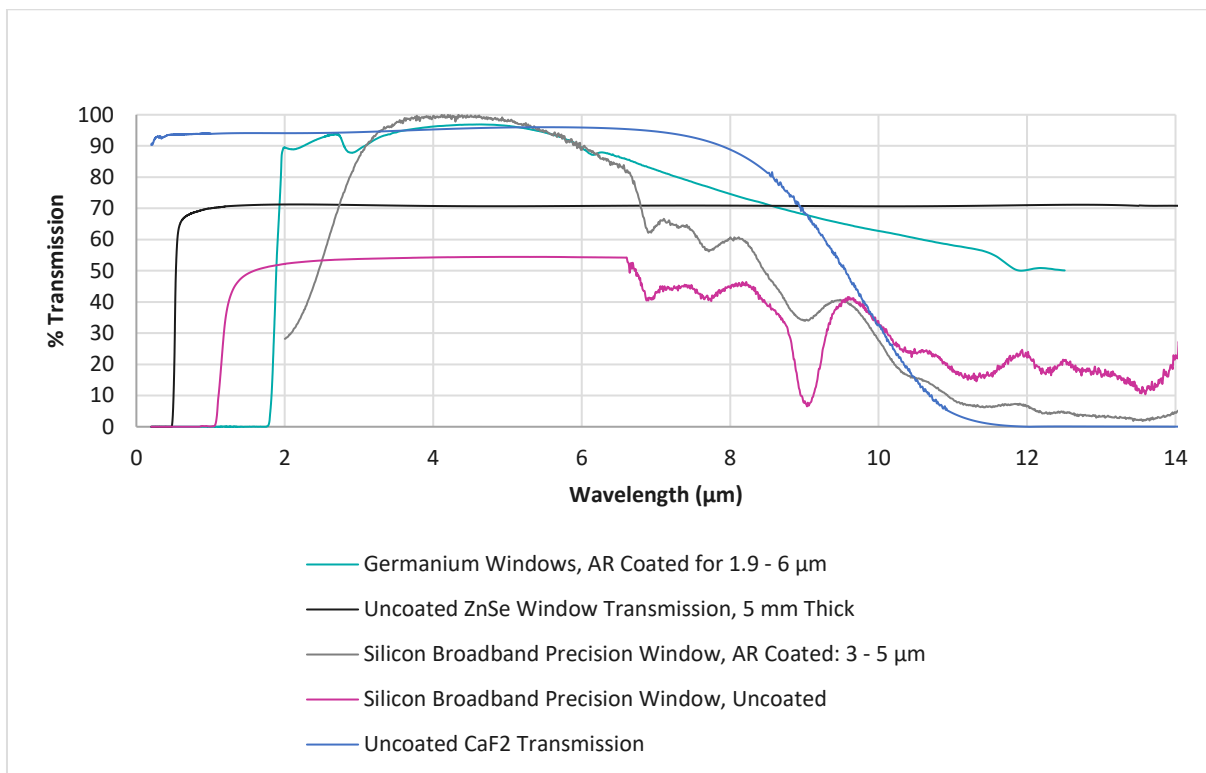


Abbildung 39: Transmissionskurven unterschiedlicher optischer Materialien im mittleren bis hohen Infrarotbereich (Daten aus [13]).

CaF₂-Materialien werden aufgrund ihrer Transparenz, die vom UV-Bereich bis zu 8 µm reicht, hauptsächlich in Excimer-Lasern verwendet. CaF₂ ist ein wasserbeständiges Material und hat eine hervorragende Leistung bei hohen Temperaturen. Sein niedriger Brechungsindex (1,418) bei 3 µm verringert die Fresnel-Reflexion (~ 3 % bei 0 Grad Eintrittswinkel) und ermöglicht die Verwendung ohne Antireflexbeschichtungen in den meisten Fällen. Diese Eigenschaften kombiniert mit niedrigem Absorptionskoeffizienten und hoher Zerstörungsschwelle sind CaF₂-Komponenten ideal für den Einsatz in Hochleistungslasern und Hochenergie-Lasern im mittleren IR-Bereich [14].

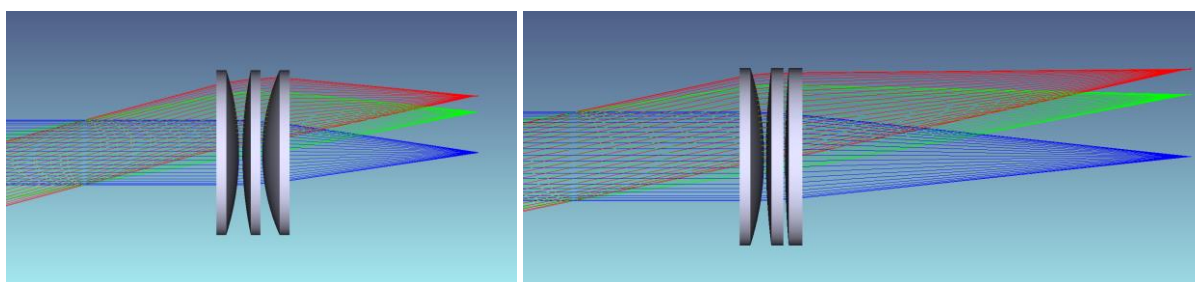


Abbildung 40: F-Theta mit 150 µm Spotdurchmesser und F-Theta mit 260 µm Spotdurchmesser und 35 x 35 mm² Bearbeitungsfeld.

Für die Bearbeitungsoptik, die für den Funktionsdemonstrator entwickelt wird, werden drei verschiedene Brennweiten ausgelegt, die sich aus CaF₂-Standardlinsen zusammensetzen lassen. Bei der Auslegung lag der Fokus auf der Erzeugung kleiner Spotdurchmesser und großer Bearbeitungsfelder (s. Abbildung 40). Mit der kürzesten Brennweite kann ein Spotdurchmesser von ca. 150 µm erzeugt werden. Die Größe des Bearbeitungsfeldes liegt maximal bei 20 x 20 mm². Die längste Brennweite erzeugt einen Spot von ca. 250 µm und ermöglicht ein Scanfeld von 40 x 40 mm².

Als Basisstrahlquelle zur Erzeugung der Laserstrahlung und Frequenzkonversion wird ein Nd:YAG-Laser von cleanLASER eingesetzt. Entsprechend den in AP3.2 festgelegten Spezifikationen wird ein Gesamtbasisystem mit einer Nd:YAG-Strahlquelle und den zuvor konstruierten mechanischen Komponenten zur Integration des Frequenzkonvertermoduls aufgebaut.

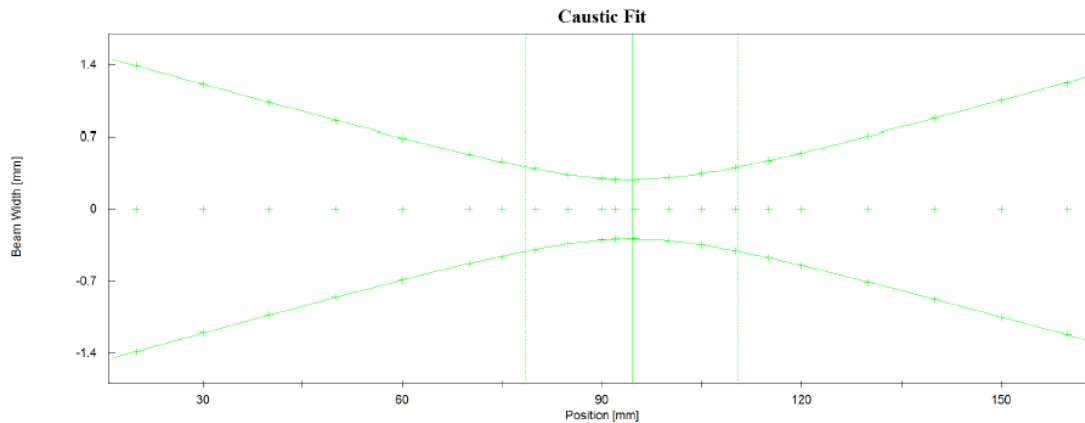


Abbildung 41: Messung der Strahlqualität des Basislasersystems $M^2 = 15,9$.

Das Standard CL150 System von cleanLASER liefert eine maximale Ausgangsleistung von 150 W, Pulsdauern im Bereich von 80 – 120 ns bei Pulsfrequenzen von 15 – 40 kHz. Das System ist standardmäßig fasergekoppelt und weist hinter der Faser eine Strahlqualität von M^2 22 – 25 auf (Abbildung 41). Zur Anpassung für eine effiziente Frequenzkonversion wird auf die Faserkopplung verzichtet und das System zu einer etwas besseren Strahlqualität sowie niedrigeren Pulsfrequenzen optimiert. Das System liefert bei einer minimalen Pulsfrequenz von 10 kHz noch 128 W mittlere Leistung. Die Strahlqualität konnte auf $M^2 = 15,9$ verbessert werden.

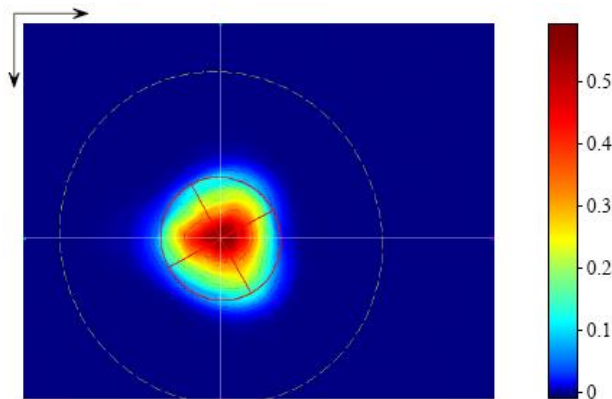


Abbildung 42: Strahlvermessung der Basisstrahlquelle.

2.5. Umsetzung des Funktionsdemonstrators und Faserkopplungsversuche

Mit den von cleanLASER gefertigten Bauteilen und den, nach den Vorgaben vom ILT, zugekauften Optiken wurde in den Laboren von cleanLASER mit dem ILT der Funktionsdemonstrator aufgebaut und charakterisiert.

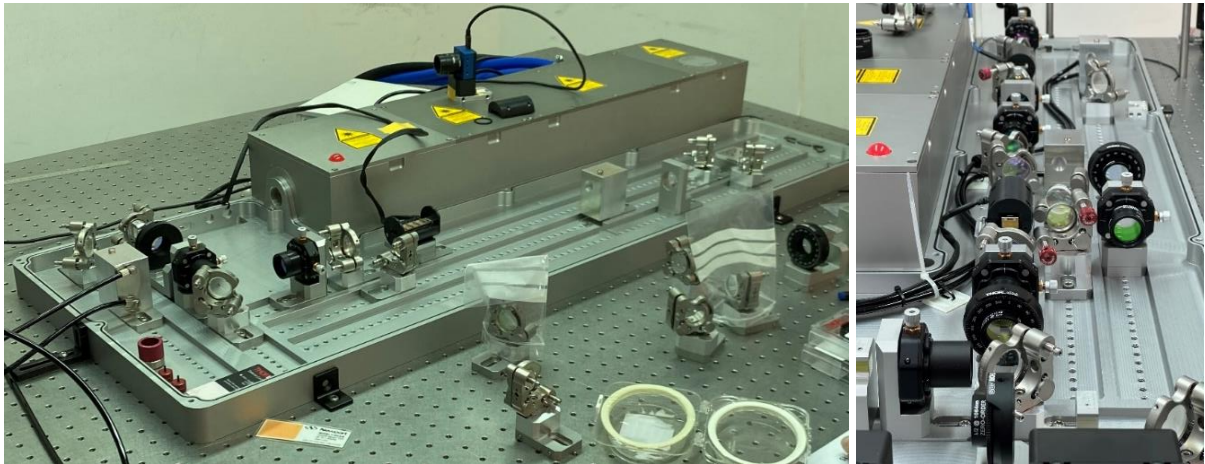


Abbildung 43: Im Aufbau befindlicher Funktionsdemonstrator.

Der aufgebaute Funktionsdemonstrator wurde hinsichtlich der wesentlichen Performanceparameter charakterisiert. Hierzu wurde zunächst die Ausgangsleistung bei 3 μm Wellenlänge in Abhängigkeit des Diodenstroms des CL150 Grundlasers mittels eines thermischen Messkopfs (Laserpoint Laserleistungssensor A-40/200-D40-HPB-Ub) protokolliert, siehe Abbildung 44 (links). Anschließend wurde der Ausgangsstrahl mittels einer geeigneten Linse so fokussiert, dass im Fokus ein Strahl mit einer Fleckgröße von etwa 1 mm entsteht. Mit einer pyroelektrischen Kamera (Ophir SP90404 Pyrocam IV) wurden dann die Strahldurchmesser entlang der Propagation aufgenommen. Abbildung 44 (rechts) zeigt die resultierenden Kaustiken in x- und y-Richtung und Abbildung 45 zeigt die transversalen Strahlprofile im Nahfeld und Fernfeld.

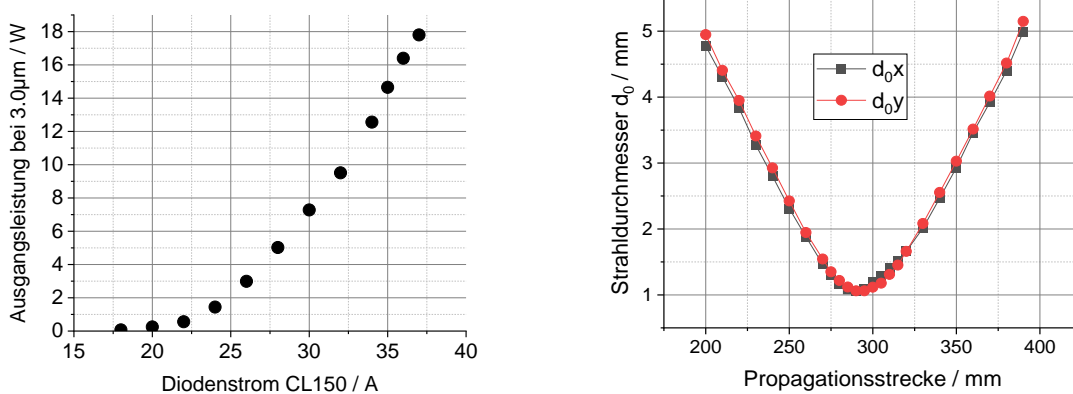


Abbildung 44: Kennlinie der Ausgangsleistung bei 3 μm Wellenlänge (links) und Kaustik (rechts) der Propagation bei einer Fokussierung des Ausgangsstrahls auf eine Fleckgröße von etwa 1 mm.

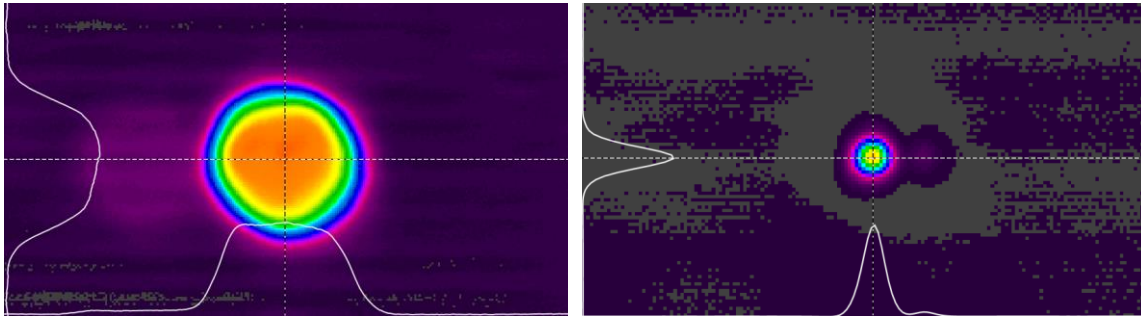


Abbildung 45: Nahfeldverteilung (links) und Fernfeldverteilung (rechts) des Ausgangsstrahls bei 3 μm Wellenlänge.

Der Laser liefert eine maximale Ausgangsleistung von etwa 18 W. Der Ausgangsstrahl besitzt sowohl im Nahfeld als auch im Fernfeld eine symmetrische Form und zeigt auch bei voller Ausgangsleistung keinen signifikanten Astigmatismus. Die Nahfeldverteilung besitzt eine ausgeprägte Abflachung im Zentrum des Strahlprofils (Tophat). Im Fernfeld zeigt sich eine eher gaußförmige Verteilung. Die in den Bildern erkennbaren Nebenmaxima sind kein Teil der Ausgangsstrahlung, sondern Reflexionen des Hauptstrahls an den Optiken zur Strahlabschwächung zur Messung der Strahlprofile. Unter Verwendung der 90/10 Knife Edge Methode beträgt die zugehörige Beugungsmaßzahl in x-Richtung $M^2_x = 13,6$ und in y-Richtung $M^2_y = 14,9$.

Zur Realisierung einer industrietauglichen Faserstrahlführung von gepulster Hochleistungsstrahlung bei einer Wellenlänge von 3 μm müssen geeignete Fasern qualifiziert werden. Hierzu wurden Fasern von unterschiedlichen Herstellern und aus unterschiedlichen Materialien beschafft, die Ausgangsstrahlung des Laborsystems in die jeweiligen Fasern eingekoppelt und die Qualität der Einkopplung und Strahlführung im Hinblick auf eine industrietaugliche Anwendung charakterisiert.

Eine hohe Transmission im Mid-IR Bereich weisen vor allem Fluoridfasern auf. Ein führender Hersteller ist Le Verre Fluoré Fiber Solutions. Zwei Fasertypen sind als Hauptmaterial für den Lichtwellenleiter besonders interessant. Zirconium ZrF_4 Fluoride Glas Fasern haben eine hohe Transmission über ein breites Wellenlängenspektrum von 0,3 bis 4,5 μm . Ebenfalls transparent ist Indium InF_3 Fluoride Glas im Wellenlängenspektrum von 0,3 bis 5,5 μm . Nachteilig ist die hohe Hygroskopie beider Materialien. Der Brechungsindex von Fluoridglas liegt nahe bei dem von Quarzglas. Daher weisen optische Fasern aus Fluoridglas geringe Rückflussverluste und Fresnel-Reflexionen an der Faser-Luft-Grenzfläche auf. Aufgrund der Hygroskopie sind dennoch angebondete Endcaps notwendig (wie sich in den Versuchen zeigt), damit die Fasern dauerstabil sind. Als Endcap-Material kann z. B. Germaniumoxid GeO_2 basiertes Glas (GeG) verwendet werden. GeG weist eine hohe Belastbarkeit für höhere Leistungen und eine gute Beständigkeit im Bereich von 2,7 – 3 μm auf.

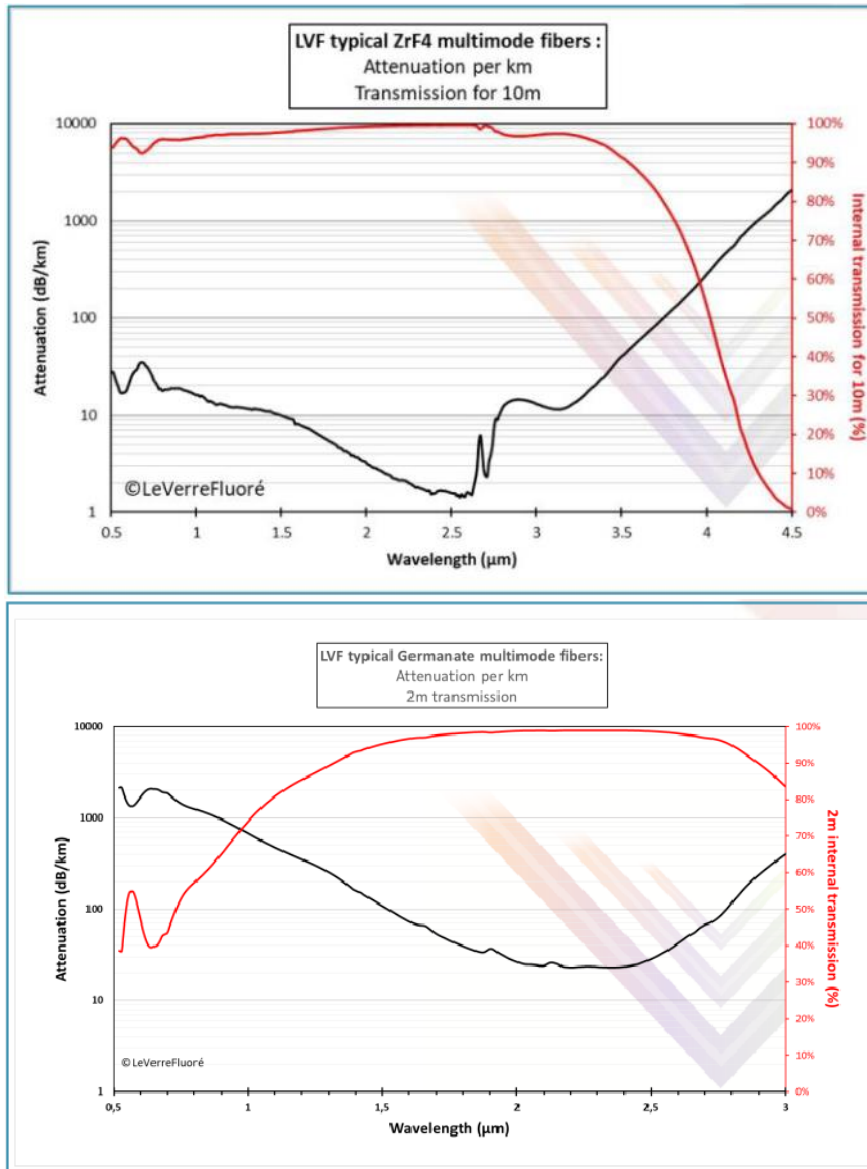


Abbildung 46: Transmission von Zirkoniumfluorid im Vergleich zu Germaniumoxid [15] und [16].

Die Abbildung 46 zeigt die Transmission von Zirkoniumfluorid- im Vergleich zu Germaniumoxidfasern. Die Gesamttransmission von ZrF₄-Fasern mit GeG Endcaps verschlechtert sich um ca. 10 % im Vergleich zu reinem ZrF₄, da die Fresnel-Verluste an den Grenzflächen Luft / Germaniumoxid fast 10 % betragen. Die hohe Dämpfung von GeG bei 3 μm hat aufgrund der kurzen Endcaps keinen großen Einfluss. Wie sich gezeigt hat, ist die Verwendung von Endcaps für den dauerhaften Einsatz mit hohen Leistungen und hohen Energiedichten unumgänglich.

Für den industriellen Einsatz werden die Fasern mit einem handelsüblichen Stecker konfektioniert, um einen zuverlässigen und verlustarmen Kontakt zu ermöglichen. Die Konfektionierung ermöglicht ein relativ einfaches An- und Abstecken der Faser, das mit hoher Wiederholbarkeit, wenn auch nicht ohne Einkoppelschwankungen, erfolgen kann. Da die Kopplung aufgrund von Reflexionen und Unregelmäßigkeiten der Schnittstelle nicht verlustfrei ist, kann es bei hohen Leistungen zu starker Erwärmung durch absorbiertes Licht kommen. Eine Erwärmung des Steckers auf Temperaturen > 120°C ist kritisch, da Klebungen beschädigt werden können, so dass sich verdampftes Material auf der Endfläche niederschlagen und zur Zerstörung der Faser führen kann. Die Hochleistungsstecker sind aus diesem Grund mit einer Kühlung versehen. Die Handhabung der Fluoridfasern wird aufgrund der Materialeigenschaften nicht von allen Faserherstellern und -konfektionierern beherrscht. Zirkonium-

als auch Indiumfluorid sind im Vergleich zu Quarzglas weich, die Endflächen lassen sich daher schwer polieren. Auch das Spleißen – das Anbringen der Endcaps – stellt eine Herausforderung für die Hersteller dar [17]. Daher werden für Hochleistungsanwendungen meist GeG-Fasern empfohlen, die für kurze Übertragungstrecken eine Transmission von bis zu 80 % aufweisen können. Jedoch schon ab einer Faserlänge von 0,5 m wäre die Kombination aus ZrF₄ und GeG Endcaps vorteilhaft für die Transmission.

Die Bereitstellung der mit Endcaps versehenen Fasern stellte sich im Verlauf des Projektes als schwieriger heraus als angenommen. Es kam immer wieder zu Verzögerungen bei der Lieferzusage. Insbesondere die Konfektionierung der Faser konnte nicht zuverlässig gewährleistet werden, so dass diese Fasern im Rahmen des Projektes nicht getestet werden konnten.

Im Rahmen des Projektes wurden aufgrund der eingeschränkten Verfügbarkeit der Wunschkonfiguration – einer Zirkoniumfluoridfaser mit Germaniumoxid-Endcaps und einer zusätzlichen Antireflexbeschichtung zur Verringerung der Fresnel-Verluste – verschiedene Fasern getestet.

Auch Hohlkernfasern (Schema zum Aufbau in Abbildung 47) (HWF) ermöglichen die Lichtleitung der Mid-IR Wellenlängen von 2 – 16 µm. Hohe Koppel-effizienzen und hohe Leistungsdichten sind ebenfalls möglich. Ein Vorteil ist die fehlende Reflexion an den Endflächen und eine Vermeidung von mantelgeführten Moden. Die Faser selbst kann als Modenfilter dienen. Die relative spektrale Transmission von Hohlfasern hängt von der Dicke der dielektrischen Schicht ab, die im Inneren der Hohl-faser aufgebracht ist. Diese Dicke ist ein Parameter, der vom Hersteller eingestellt werden kann.

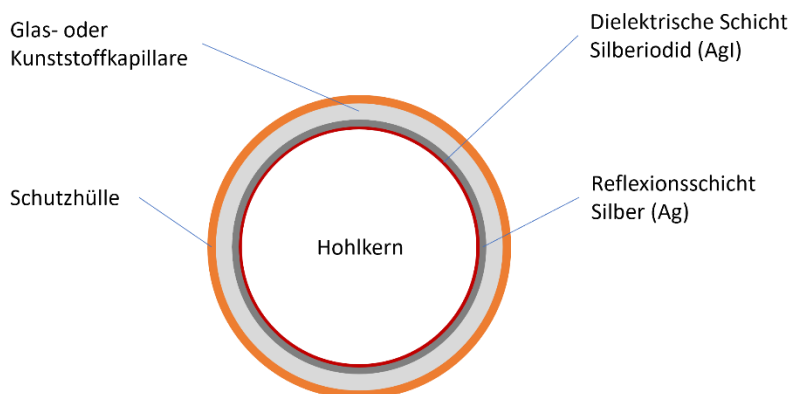


Abbildung 47: Schema zum Aufbau einer Hohlkernfaser.

Der Innendurchmesser der Hohlfasern bestimmt wesentlich die Gesamtübertragung. Fasern mit größeren Innendurchmessern haben einen geringeren Verlust, und unterstützen mehr Moden (d. h. Multimode). Mit kleineren Innendurchmessern werden die Moden höherer Ordnung stark gedämpft, so dass eine Singlemode-Ausgabe geliefert werden kann.

Die effektive numerische Apertur (NA) der Faser wird durch den Ausgangsdivergenzwinkel der Hohlkernfaser bestimmt. Der Begriff "effektive" NA wird verwendet, da er nicht mit der NA einer Festkernfaser gleichzusetzen ist. Eine Festkernfaser funktioniert nach dem Prinzip der internen Totalreflexion, und für solche Fasern ist die NA ein strenger Grenzwert in Bezug auf den Akzeptanzwinkel. Im Gegensatz dazu sind Hohlkernfasern im Wesentlichen ein reflektierendes Lichtrohr (d. h. ein Wellenleiter), der Begriff der effektiven NA kann als optimaler Kopplungswinkel betrachtet werden, ist aber kein strenger Grenzwert. Hohlfasern leiten das Licht auch bei einer höheren NA; je weiter man sich jedoch von der optimalen Kopplung entfernt, desto geringer ist die Transmission [18].

Zunächst wurden eine reine ZrF₄-Faser und eine reine InF₃-Faser getestet. Außerdem wurde eine GeG-Faser sowie eine Hohlkernfaser untersucht. Die Spezifikationen der einzelnen Fasern sowie die Ergebnisse aus den Koppelversuchen sind in Tabelle 12 gezeigt.

Tabelle 12: Spezifikationen und Messergebnisse der Faserkoppelversuche des 3 µm Lasers.

	InF3	ZrF4	GeG	HWF
Wellenlängenbereich	310 nm - 5,5 µm	285 nm - 4,5 µm	2 - 3 µm	3 -12 µm
Dämpfung	≤ 0,25 dB/m (2,0 µm to 4,6 µm)	≤ 0,2 dB/m (2,0 µm to 3,6 µm)	< 50 dB/km background loss < 150 dB/km @ 2,78 µm <400 dB/km @ 2,94 µm	0,5 dB/m
Fresnel-Verluste	~ 4 %	~ 4 %	8,6 % pro Facette	-
Numerische Apertur	0,2 ± 0,02 @ 2,0 µm	0,2 ± 0,02 @ 2,0 µm	0,18	0,03
Kern-durchmesser	200 ± 10 µm	200 ± 10 µm	200 µm	-
Mantel-durchmesser	290 µm ± 10 µm	290 µm ± 10 µm	260 µm	500 µm
Kurzzeit Biegeradius	≥ 4 cm	≥ 4 cm	≥ 25 mm	k. A.
Langzeit Biegeradius	≥ 8 cm	≥ 8 cm	≥ 75 mm	≥ 10 cm
Transmissionsmessung	72%	75%	58%	25% (bei 1,2 W)
Dauerstabilität bei voller Leistung	nein - < 30 s	nein - < 30 s	ja - bisher 14 h Dauerbetrieb	nicht getestet

Das Ergebnis der Faserkoppelversuche hat gezeigt, dass die aktuell verfügbaren Lösungen für den industriellen Einsatz nicht geeignet sind. Die Ergebnisse mit der Hohlkernfaser entsprechen nicht den Erwartungen und Aussagen der Hersteller. Bisher ist nicht geklärt, warum die Transmissionsverluste so viel höher waren, als dies laut Spezifikation zu erwarten wäre.

Die Ergebnisse der Fluoridfasern sind hingegen nicht überraschend, da zu erwarten war, dass die hygroskopischen Eigenschaften des Materials bei entsprechend hohen Leistungen problematisch sein würden. Auch die höheren Transmissionsverluste der Germaniumfaser entspricht etwa dem erwarteten Wert.

2.6. Eigenschaftsprüfung und Analytik mit Funktionsdemonstrator

Die Auslegung und Konstruktion einer mobilen industrienahen 3 µm-Bearbeitungsstation (Abbildung 48) konnten im Rahmen des Projektes abgeschlossen werden. Der Gesamtaufbau sowie die Prüfung müssen aufgrund der Verzögerungen im Anschluss an das Projekt erfolgen.

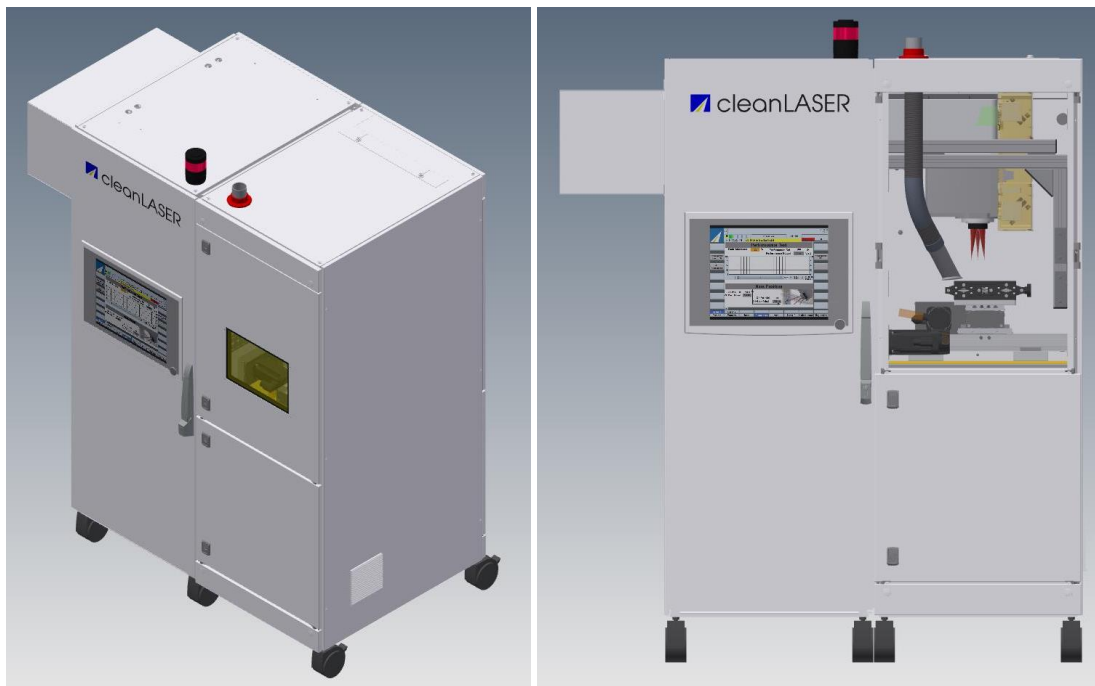


Abbildung 48: CAD-Modell des Schaltschranks mit 3 µm Laserquelle und Bearbeitungsbereich.

2.7. Wirtschaftlichkeit und Potentialbewertung

Für eine wirtschaftliche Nutzung der Laservorbereitung an großflächigen Bauteilen von Windkraftanlagen ist eine Steigerung der Flächenrate zu mindestens 5 m²/h notwendig. Für komplexe 3D-Bauteile ist auch die flexible Übertragbarkeit über Lichtleitkabel unumgänglich. Trotz der bislang nicht darstellbaren hohen Geschwindigkeiten bei der Bearbeitung, wird das Potenzial der Technologie basierend auf den positiven Ergebnissen aus den Versuchsreihen insbesondere zur Klebevorbehandlung weiterhin hoch bewertet. Eine Leistungssteigerung zu den benötigten Flächenraten ist durchaus vorstellbar. Weitere Forschungstätigkeiten auf diesem Gebiet sind notwendig und werden angestrebt bzw. sind bereits geplant.

Wie die Untersuchungen mit höheren Intensitäten vermuten lassen, könnten höhere Pulsenergien bzw. Leistungsdichten auf der Bauteiloberfläche den Durchbruch zur Top-Down Ablation ermöglichen und damit ein geeignetes Prozessfenster für die Lackiervorbereitung eröffnen.

Die Faserführung stellt aktuell noch eine große Herausforderung dar. Die Technologieentwicklung seitens der Faserhersteller und Konfektionierer schreitet ebenfalls voran. Weitere Forschung in Kooperation mit den Herstellern wird als vielversprechend eingeschätzt.

Die im Projekt entstandene neue Technologieplattform soll hinsichtlich Leistungsklasse, Industrietauglichkeit und Prozessfähigkeit weiter ausgebaut werden und damit weitere Einsatzfelder erschließen. Im Rahmen des Projektes waren beispielsweise biologische Materialien nicht Teil der Untersuchungen. Mit dem 3KLANK-Funktionsdemonstrator steht jetzt ein System zur Verfügung, mit dem das Anwendungsspektrum weiter untersucht werden soll.

Durch die Ausdehnung auf weitere Einsatzfelder und Branchen ist das Potenzial der Technologie sehr groß und auch die möglichen Multiplikatoreffekte in Bezug auf die Nachhaltigkeit sind sowohl direkt in der Nutzungsphase der Technik als auch in der Nutzung der damit behandelten Bauteile erzielbar. Die Ergebnisse zur Klebevorbehandlung zeigen, dass die Technologie im derzeitigen Entwicklungsstadium mit moderaten Flächenraten für kleinere Anwendungen bereits einsetzbar ist.

3. Fazit

Zum Abschluss des Projektes steht eine gepulste 3 µm Strahlquelle mit 18 W Ausgangsleistung im industrietauglichen Gehäuse zur Verfügung. Der Aufbau des Schaltschranks mit Bearbeitungskammer steht kurz vor der Fertigstellung. Eine Bearbeitungsoptik mit unterschiedlichen F-Theta Objektiven wurde ausgelegt und wird in den Schaltschrank integriert. Mit der Fertigstellung steht eine Bearbeitungsstation für einfache Probengeometrien einer Größe bis zu 300 x 300 mm² zur Verfügung.

Die Faserkopplung der 3 µm Strahlung konnte im Projekt nicht zufriedenstellend gelöst werden. Die Untersuchungen haben gezeigt, dass die Fluoridfasern die erwartete hohe Transmission aufweisen, jedoch nicht dauerhaft bei den hohen (Puls-)Leistungen betrieben werden können. Dagegen sind die Verluste bei der robusten Germaniumfaser für einen wirtschaftlichen Einsatz des 3 µm-Lasersystems zu hoch. Prinzipiell wurde mit der Konfiguration einer Zirkoniumfluoridfaser mit GeG-Endcaps eine vielversprechende Lösung ermittelt, die jedoch im Rahmen des Projektes aufgrund von Herstellungs- und Konfektionierungsschwierigkeiten nicht getestet werden konnte.

Die im Hauptteil aufgeführten Versuchsreihen haben gezeigt, dass der 3 µm-Laserprozess kein Top-Down-Prozess ist, sondern viel mehr die Strahlung bei ausreichend geringer Deckharzschicht direkt von den Kohlefasern aufgenommen wird und vermutlich durch thermische Verspannungen im Material zum Abplatzen der Deckharzschicht führt. Dies hat zur Folge, dass ab einer bestimmten materialabhängigen Schwellenleistung eine Faserfreilegung und Reinigung der Oberfläche stattfindet. Unterhalb dieser Leistung kann Inkubationsverhalten der EP-Matrix beobachtet werden, allerdings keine Reinigung der Oberfläche. Bei erhöhter Laserflächenleistung können Bereiche mit hoher Deckharzschicht ebenfalls abgetragen werden. In Bereichen mit geringer Deckharzschicht resultiert diese Behandlung weiter in einem Freilegen der oberflächennahen Faser. Die Fasern werden durch das Freilegen nicht geschädigt, vielmehr kann sogar der Verbleib, der für die Klebstoffanbindung wichtigen Schlichte, auf den Fasern nach einer Laserbehandlung nachgewiesen werden. Mit den Laserparametern mit gesteigerter Flächenleistung werden vergleichbare oder sogar höhere Klebfestigkeiten in Zugscher- und Mode-I-Belastung als für die Referenzverfahren erreicht, sowohl vor als auch nach der Alterung. Einzig die Lackierbarkeit verschlechtert sich, vermutlich durch die Faserfreilegung und somit das Entstehen einer hydrophoben Oberfläche.

Gerade für die Klebvorbehandlung bietet die 3 µm-Laserbehandlung Einsparungen an Ressourcen:

- Reduktion von Strahlmittel und somit keine Wiederaufarbeitung dieser notwendig
- Keine Verwendung von einmal nutzbarem Abreißgewebe notwendig
- Keine Lösungsmittel zur Reinigung notwendig

Das Verständnis der Strahlungs-Materialwechselwirkung konnte im Rahmen des Projektes grundlegend erweitert werden. Die Ergebnisse aus den Materialcharakterisierungen sind richtungsweisend für die weitere Entwicklung der Technologie. Um einen wirtschaftlichen Prozess zu gestalten und somit hohe Flächengeschwindigkeiten zu erzielen, ist eine Steigerung der Laserausgangsleistung notwendig, um gerade bei Materialien mit großer Deckharzschicht eine sichere Reinigung zu gewährleisten. Einen weiteren Vorteil würde die Homogenisierung des Strahlprofils mittels Faserkopplung mit sich bringen. Optimalerweise könnte ein rechteckiges Strahlprofil erzeugt werden, welches von Vorteil wäre, um den Pulsüberlapp bei der Vorbehandlung zu reduzieren und so eine weitere Steigerung der Flächengeschwindigkeit zu ermöglichen.

Literaturverzeichnis

- [1] A. W. Umpierrez, *Bachelorarbeit: Abhängigkeit der Fertigungskosten von Designparametern am Beispiel von Rotorblättern für Windenergieanlagen*, 2017.
- [2] Fraunhofer IWES (Projektkoordinator), *BMWi-Projekt BladeMaker*, 2012-2018.
- [3] Deutsches Lackinstitut, „Unter härtesten Bedingungen: Beschichtungen von Windkraftanlagen,“ 31 März 2020. [Online]. Available: <https://www.lacke-und-farben.de/magazin/wissenschaft-technik/langfristiger-schutz-fuer-windenergieanlagen/>.
- [4] P. Jöst, Europa Patent EP 2 460 624 A1, 2012.
- [5] Wind-Energie.de, „www. wind-energie.de,“ 31 Dezember 2019. [Online]. Available: <https://www.wind-energie.de/themen/zahlen-und-fakten/deutschland/>.
- [6] M. M. S. S. M. H. S. S. Shigeki Tokita, „12 W Q-switched Er:ZBLAN fiber laser at 2.8µm,“ *OPTICS LETTERS Vol. 36, No. 15*, pp. 2812-2814, 2011.
- [7] S. Nyga, D. Blass, V. Katzy, T. Westphalen, B. Jungbluth und H.-D. Hoffmann, „Fiber-coupled three-micron pulsed laser source for CFRP laser treatment,“ 2018.
- [8] D. N. S. J. B. H. H. D. & D. K. Blass, „CFRP Bonding Pre-Treatment with Laser Radiation of 3 µm Wavelength: A Robust Solution for Industrial Applications,“ *Materials Science Forum*, Nr. 939, 2018.
- [9] M. Veltrup, *Dissertation: Interaction mechanisms in UV-laser pre-treatment of CFRP parts for adhesive applications*, 2019.
- [10] Huntsman Araldite, *Safety Data Sheet*, 2017.
- [11] Huntsman Araldite, „Technical Data Sheet,“ 2011. [Online]. Available: <https://krayden.com/technical-data-sheet/huntsman-araldite-2011-technical-data-sheet/>. [Zugriff am 09 08 2018].
- [12] „de.wikipedia.org,“ 2005. [Online]. Available: https://de.wikipedia.org/wiki/Eigenschaften_des_Wassers. [Zugriff am 04 02 2024].
- [13] Thorlabs, „thorlabs.com,“ [Online]. Available: <https://www.thorlabs.com/>. [Zugriff am 06 02 2024].
- [14] Femtum, „https://femtum.com,“ [Online]. Available: <https://femtum.com/choosing-optical-elements-for-your-mid-infrared-lasers-and-applications/>. [Zugriff am 05 02 2024].
- [15] Le Verre Fluore, „leverrefluore.com,“ 16 01 2024. [Online]. Available: <https://leverrefluore.com/wp-content/uploads/2024/01/LVF-standard-GeG-MM-fibers-Datasheet-2024.pdf>. [Zugriff am 05 02 2024].
- [16] Le Verre Fluore, „leverrefluore.com,“ 2024. [Online]. Available: <https://leverrefluore.com/wp-content/uploads/2024/01/LVF-standard-ZFG-MM-fibers-Datasheet-2024.pdf>. [Zugriff am 05 02 2024].
- [17] S. B. C. P. J. B. S. P. M. P. Solenn Cozic, „Splicing fluoride glass and silica optical fiber,“ *EPJ Web of Conferences*, Bd. 215, p. 2, 2019.
- [18] „guidingphotonics.com,“ [Online]. Available: <https://guidingphotonics.com/mid-infrared-mid-ir-fiber-optic-solutions/#specifications>. [Zugriff am 05 02 2024].
- [19] „PLASTVERARBEITER,“ 01 April 2015. [Online]. Available: <https://www.plastverarbeiter.de/50628/flexibel-und-sicher-absaugen/>.
- [20] V. Quaschnig, „www.volker-quaschnig.de,“ März 2020. [Online]. Available: <https://www.volker-quaschnig.de/about/index.php>.
- [21] Austrian Wind Energy Association, „www.igwindkraft.at,“ 01 April 2020. [Online]. Available: [https://www.igwindkraft.at/?xmlval_ID_KEY\[0\]=1147](https://www.igwindkraft.at/?xmlval_ID_KEY[0]=1147).
- [22] Fraunhofer ISE, „www.energy-chart.de,“ 01 April 2020. [Online]. Available: https://www.energy-charts.de/ren_share_de.htm?source=ren-share&period=annual&year=all.

A Anhang

Screening des 3µ-Lasersystems an verschiedenen Materialien

Im Rahmen des 3KLANK-Projektes wurden im Projektverlauf weitere Materialien auf die Bearbeitbarkeit mittels 3 µm-Lasersystem getestet. Im Folgenden wird eine kleine Auswahl der begutachteten Materialien dargestellt.

Zum einen wurden thermoplastische FVKs geprüft. Hierbei konnte festgestellt werden, dass eine gewisse Ablation stattfindet, die thermoplastische Matrix geschmolzen wird und sich wieder um die jeweiligen Fasern herum legt (vgl. Abbildung 49). Um eine saubere Ablation zu erlangen, musste vermutlich auch hier die Laserflächenleistung weiter gesteigert werden.

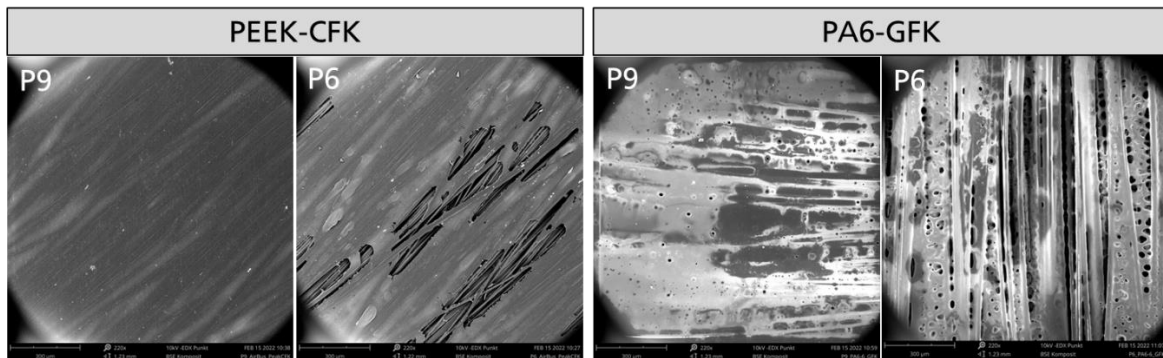


Abbildung 49: REM-Aufnahmen einer PEEK-CFK- (links) und einer PA6-GFK-Oberfläche (rechts) nach einer Behandlung mit unterschiedlichen Laserflächenleistungen.

Weiterhin wurde ein EP-basierter Lack auf Ablation untersucht. Dabei konnte ein schichtweiser Abtrag beobachtet werden, jedoch traten auch an der Oberfläche Blasenbildung durch Inkubationseffekte auf. Vermutlich würde auch hier eine weitere Steigerung der Laserflächenleistung zu einem sauberen Abtrag führen (vgl. Abbildung 32).

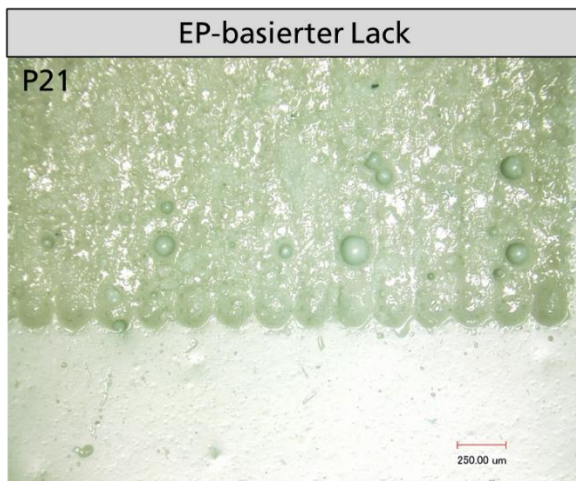


Abbildung 50: Lichtmikroskopbild einer EP-basierten Lackoberfläche nach einer Laserbearbeitung.