

Aktenzeichen der MV

1. Forschungsthema

Untersuchung zur Materialreaktion im Innern optisch transparenter Materialien nach Ultrakurz-Laserpulsanregung: Generierung **spannungsarmer** Innenmarkierungen (**micro-dots**)

2. Wissenschaftliche, technische und wirtschaftliche Problemstellung

Wirtschaftliche Problemstellung

Die Notwendigkeit, im Produktionsprozess auch transparente Werkstoffe, Gläser und Polymere, zu markieren, nimmt an Bedeutung zu. Ab September 2006 trat die neue gesetzliche Vorschrift zur Kennzeichnung von Sicherheitsglas aus Gründen der Produktnachverfolgbarkeit (CE-Norm: DIN EN 12150-2, DIN EN 1863-2) in Kraft. Für die Kennzeichnung existieren eine Reihe von Optionen, die jedoch weitgehend darauf abzielen, etwas auf die Oberfläche aufzutragen oder diese durch abtragende oder thermische Methoden zu verletzen. Dagegen besitzen im Materialinneren vorliegende Kennzeichnungen, insbesondere spannungsarme Innenmarkierungen, folgende Vorteile gegenüber Oberflächenmarkierungen:

- Die Oberfläche bleibt für weitere Veredelungsschritte (z. B. Beschichtungen) intakt.
- Oberflächenmarkierungen durch Abtrag schwächen prinzipiell die Haltbarkeit und Stabilität des Bauteils gegenüber mechanischen und chemischen Einflüssen.
- Der Oberflächenabtrag stellt einen Risskeim dar, der unter mechanischer Belastung überkritisch wächst und zum Versagen (Bruch) des Bauteils führt.
- Eine Modifikation im Inneren ist mechanisch, chemisch und im Fall einer Gefügeänderung thermisch stabil. Sie ist daher ohne Zerstörung des Bauteils nicht entfernbar und manipulierbar.
- Eine laser-induzierte spannungsarme Innenmarkierung ist prinzipiell auf alle Glas- und Polymersorten übertragbar.

Die Anwendung, auf die das Forschungsvorhaben abzielt, spricht insbesondere Fertigungsbereiche mit hohem Automatisierungsgrad an. Zusätzlicher Handlungsdruck zur Entwicklung neuer Markierungsstrategien entsteht in Bereichen der Industrie, die sich gegen Plagiate zur Wehr setzen müssen. Schätzungen gehen davon aus, dass jährlich mehrere 100 Milliarden Euro weltweit mit Plagiaten, umgesetzt werden. In Ergänzung zur fälschungssicheren Kennzeichnung sind Interferenzeffekte für eine markttechnische Umsetzung von Interesse. Durch die Laser Einschreibung von Gitter- und Hologrammstrukturen lassen sich räumliche und „farbige“ Signaturen auch bei recht moderater, jedoch für eine optische Erkennung völlig ausreichender Beugungseffizienz erreichen. Eine nicht vernachlässigbare wirtschaftlicher Bedeutung hat die 3D-Innenmarkierung zu dekorativen Zwecken. Über die bekannten Umsetzungen hinaus besteht der Wunsch nach einer höheren Auflösung (größerer Punktdichte), minimaler inneren Spannung und zusätzlichen Farbeffekten durch Lichtbeugung.

Neben der Produktkennzeichnung und dekorativer Bearbeitung gibt es eine Vielzahl von weiteren wirtschaftlich relevanten Anwendungen, die mit der laserinduzierten Einbringung von spannungsarmen Gefügeänderung in transparente Werkstoffe bewerkstelligt werden könnten. Eine Anwendung aus dem Bereich Medizintechnologie zielt auf die kontrollierte Streuung bzw. Ablenkung von Lichtenergie, z. B. in Lichtleitfasern zur gezielten Einbringung von diffusem Licht in Gewebestrukturen.

Wissenschaftlich-technische Problemstellung

Eine Innenmarkierung wird durch die Anwendung gepulster Laserstrahlung realisiert, wobei unterschiedliche Optionen bei der Wahl der Laser Parameter, Wellenlänge und Pulsdauer, existieren. Insbesondere die Laserpulsdauer und Strahlführung haben einen entschiedenen Einfluss auf die induzierbare Materialreaktion in Gläsern, siehe auch Tab. 1: a) ausgedehnte Rissbildung (*micro-crack*), b) lokale Änderung des (komplexen) Brechungsindex (Phasenobjekt, **micro-dot**) und c) Abnahme in der (optischen) Transmission (Volumenfärbung, Farbzentrenbildung).

Tab. 1: Merkmale und Eigenschaften Laser induzierte Innenmodifikationen zur Innenmarkierungen

	Rissbildung / <i>micro-crack</i>	Dichteänderung / <i>micro-dot</i>	Absorptionszunahme / Volumenfärbung
Laser Pulsdauer (355 bis 1064nm)	Nanosekunden (Pikosekunden)	Pikosekunden und Femtosekunden	Pikosekunden und Femtosekunden
Umsetzung	Stand der Technik	Am besten geeignet für die Innenmarkierung	Innenmarkierung limitiert auf spezielle Anwendungen
Verteilung im Innern	3D Innenmarkierung	3D Innenmarkierung	2D Innenmarkierung (hohe Tiefenausdehnung)
Stabilität	Thermisch stabil Probleme bei dünnen Gläsern (<1mm)	Thermisch stabil Anwendbar auch bei dünnen Gläsern (<1mm)	Thermisch reversibel Erkennbarkeit proble- matisch bei dünnen Gläsern
Mikroskopbild	Ungeordnete Mikrorisse Doppelbrechung	Kein Mikroriss Phasenobjekt erkennbar	Diffuses Bild Kein Objekt erkennbar
Ausdehnung	Transversal > lateral	Transversal ≥ lateral	Transversal >> lateral
Eigenspannung	Groß	Gering (spannungsarm)	Kaum Nachweisbar
Optische Wirkung	Starke Streuung (teilweise auch Absorption möglich)	Streuung und Diffraktion (Beugung und Interferenz)	Absorption (typischerweise Braunfärbung in Gläsern)
Beschaffenheit	Makroskopische Zerstörung (Risse im Volumen)	Brechungsindexänderung (Dichtereduktion und Verdichtungen)	Akkumulierung von mikroskopischen Defekten (Farbzentren)

Die Untersuchungen im IGF Vorhaben 14982N zur Generierung **spannungsfreier Innenmarkierung** haben wesentliche neue Ergebnisse und Erkenntnisse zur Volumenfärbung in Gläsern erbracht. Die Volumenfärbung in Gläsern beruht im Wesentlichen auf der **Entstehung und Akkumulierung von Farbzentren**. Beim Einsatz von Pikosekunden-Laserpulsen, insbesondere bei 355nm, konnte eine Volumenfärbung in nahezu allen technischen und dekorativen Gläsern erzielt werden; teilweise mit einer Tiefenausdehnung von >50mm. Abhängig von der Strahlführung, Fokusslage und der Pulsverteilung können so Innenmarkierungen eingebracht werden, ohne dass bisher eine Eigenspannung in den Gläsern festgestellt wurde. Die Technologie zur Generierung **spannungsfreier Innenmarkierungen** auf der Grundlage von Farbzentrenbildung besitzt jedoch einige Nachteile:

1. Die Volumenfärbung bleicht mit der Zeit aus.
2. Die Volumenfärbung ist in den meisten Gläsern thermisch nicht stabil.
3. Komplexe 3D Kodierungen sind aufgrund der großen Tiefenausdehnung schwer umsetzbar.
4. Die Übertragbarkeit der Volumenfärbung auf andere transparente Materialien ist eingeschränkt.

Eine kontrollierte Einbringung und Ausformung von **micro-dots** mit fokussierter Pikosekunden-Laserstrahlung zur **spannungsarmen Innenkennzeichnung** erfüllt dagegen die Forderungen nach Beständigkeit und definierter 3D-Verteilung. Die *micro-dot* Bildung ist mit einer thermomechanischen Bewegung und unvollständigen Wiederherstellung der ursprünglichen Dichteverteilung verbunden. Eine direkte **zeitaufgelöste Abbildung** der bestrahlten Region kann mittels eines **Phasenkontrast-Mikroskops** vorgenommen werden, um die zeitliche Änderung der Laser induzierten Dichteverteilung und Brechungsindexänderung zu visualisieren. Das vorgeschlagene Verfahren wird wichtige Erkenntnisse zur Reaktionsdynamik und erste Anhaltspunkte zur Steuerung der *micro-dot* Ausbildung mittels **Doppelpuls-Anregung** liefern. Zur Erzeugung von *micro-dots* mit möglichst **geringer Tiefenausdehnung** ist der Einsatz von **Doppelpulsen** mit abgestimmtem Zeitabstand eine sehr viel versprechende Umsetzungsstrategie, die in dem beantragten Anschlussvorhaben untersucht und für die relevanten Umsetzungsziele verfolgt wird. Der Zeitabstand bei der Doppelpuls-Anregung kann hinsichtlich der Tiefenausdehnung des *micro-dots* optimiert werden, um das Aspektverhältnis aus transversaler und lateraler *micro-dot* Ausdehnung zu minimieren.

3. Forschungsziel / Ergebnisse / Lösungsweg

Aus der wissenschaftlichen, technischen und wirtschaftlichen Problemstellung ergibt sich folgende Ausgangssituation für das geplante Vorhaben:

- Verfahren und Anlagen zur Innenmarkierung von Glas- und Polymerbauteilen zur Produktkennzeichnung und Fälschungssicherheit besitzen eine hohe wirtschaftliche Bedeutung.
- Zusätzlich sind neuartige optisch wirksame Strukturen zur Lichtbeugung und Lichtstreuung für verschiedene technische und medizinische Anwendungen gefragt.

- Ultrakurzpuls-Lasersysteme bieten gute Voraussetzungen zur Induzierung spannungsarmer Veränderungen im Inneren transparenter Werkstoffe.
- Die wissenschaftlich-technischen Erkenntnisse zur laserinduzierten Innenmodifikation beruhen fast ausschließlich auf dem Einsatz von Femtosekunden-Laserpulsen (Pulsdauer < 1ps), die mit Objektiven hoher numerischer Apertur in das Material fokussiert wurden.
- Die Spitzenintensität von Pikosekunden-Laserpulsen ist jedoch ausreichend für eine nicht-lineare Anregung zur Induzierung der gewünschten Materialreaktion (Volumenfärbung / *micro-dots*) bei moderater Einzelpulsenergie.
- Der Einsatz von konventioneller Scannertechnologie (F_{theta} Optiken mit Brennweiten ab 80mm) zur Verfolgung der **spannungsarmen Innenmarkierung** ist für eine nachhaltige Verwertung ein wesentliches Umsetzungsziel.
- Doppel- und Mehrfachanregung ist ein viel versprechender technologischer Ansatz zur Senkung der Umwandlungsschwelle und Steuerung der *micro-dot* Geometrie (in der Tiefenausdehnung).
- Der Einsatz der zeitaufgelösten Phasenkontrastmikroskopie (ns bis ms) ist zum Verständnis der Reaktionsprozesse bei der *micro-dot* Bildung sehr geeignet und dient zur Ermittlung der umsetzungsrelevanten Zeitabstände bei der Doppel- bzw. Mehrfachanregung.
- Die diffraktive optische Wirkung einer *micro-dot* Matrix liefert Erkenntnisse zu den Eigenschaften (Brechungsindexänderung) einzelner *micro-dots*.

3.1 Forschungsziel

Ziel ist die Untersuchung der Wechselwirkung zwischen gepulster Laserstrahlung und transparenter Materie in einem Parameterregime, das zur Erzeugung von *micro-dots* geeignet ist. Insbesondere werden dabei berücksichtigt:

- Strahlparameter am Ort der Bearbeitung
- Pulsregime und Wellenlänge
- Materialabhängigkeiten
- Entstehungsdynamik, zeitaufgelöste Untersuchungen
- Doppelpuls-Anregung

3.1.1 Angestrebte Forschungsergebnisse

Wissenschaftlich-technische Ergebnisse

1. Charakterisierung der induzierten Mikromodifikation, Gefügeänderung eines *micro-dots*. Bestimmung der Außenstruktur (Durchmesser, Tiefenausdehnung); Vergleich verschiedener (zerstörungsfreier) Messmethoden (Transmissions- und Phasenkontrastmikroskopie, Mikro-Raman).
2. Erkenntnisse zur *micro-dot* Entstehungsdynamik (plastische Deformation, Ausdehnung der thermischen Einflusszone, Material und Dichtenumverteilung) aus der zeitaufgelösten Phasenkontrastmikroskopie.
3. Ermittlung der Abhängigkeiten vom Material (Glas- und Polymerzusammensetzung, Kristallaufbau) und der Strahlführung (Brennweite zwischen 10 und 100mm / Scanneroptiken).
4. Erfassung der Unterschiede in der Entstehungsdynamik bei Doppelpulsanregung in Abhängigkeit vom zeitlichen Pulsabstand.
5. Minimierung der Tiefenausdehnung durch gezielte Doppelpulsanregung, insbesondere für den Fall der Anwendung einer Scanneroptik.
6. Herstellung von (durch Doppelpulsanregung optimierten) *micro-dots* mit periodischem Abstand (Interferenz), Analyse der Beugungsstrukturen, Abschätzung zur Brechungsindexänderung eines einzelnen *micro-dots*.
7. Herstellung von (durch Doppelpulsanregung optimierten) *micro-dots* mit nicht-periodischem Abstand (keine Interferenzstruktur), Analyse der Streuablenkung, Abschätzung zum Streukoeffizienten eines einzelnen *micro-dots*.
8. Abschätzung zur Spannungsverteilung bzw. Ermittlung der maximalen *micro-dot* Dichte in Abhängigkeit von der Kennzeichnungstiefe bzw. Stärke des Werkstoffes.
9. Umsetzung der Erkenntnisse zur Herstellung von Demonstratoren, z. B. mit einer möglichst spannungsarmen Innenkennzeichnung aus *micro-dots* und Variation der visuellen Erkennbarkeit bzw. technischen Lesbarkeit.

Der innovative Beitrag wird durch die Entwicklung neuer Verfahren erzielt. In diesem Vorhaben werden die bisher ausschließlich punktuell erzielten Ergebnisse zur Entwicklungsdynamik der Laser-Innenmodifikation von transparenten Werkstoffen und experimentelle Untersuchungen zur gezielten Doppelpuls-(Mehrfachpuls) Anregung von Pikosekunden-Laserstrahlung systematisch erweitert, charakterisiert und physikalisch bewertet.

3.2 Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels, Definition der Arbeitsschritte (AS)

Arbeitsschritte	Personalmonate	Erwartete Ergebnisform / Meilensteine
AS1: Vorbereitung, Exp. Aufbau, Einrichtung	LMTB (1PM) MBI (3 PM)	Einrichtung und Test des zeitaufgelösten Phasenkontrast-Mikroskops (Nanosekunden Nd:YAG Beleuchtungslaser)
AS2: Einbringung von einzelnen „micro-dots“	LMTB (2PM) MBI (0 PM)	Einzelimpuls-Anregung: Tiefenausdehnung für verschiedene Gläser, Quarz, kristallines Al ₂ O ₃ (Saphir) und Polymere
AS3: Charakterisierung der induzierten micro-dots	LMTB (3PM) MBI (3 PM)	Vorhabensdurchgängig: Charakterisierung und Auswertung der Laser induzierten micro-dots (inkl. Mikro-Raman)
AS4: Zeitaufgelöste Phasenkontrast-Mikroskopie	LMTB (4PM) MBI (4 PM)	Entwicklungsdynamik der induzierten micro-dots, abhängig vom Material (Phase 1), der Strahlbündelung (Phase 2) und bei Doppelpuls-Anregung vom zeitlichen Pulsabstand (Phase 3)
AS5 Periodisch angeordnete micro-dots	LMTB (4PM) MBI (1 PM)	Doppelpuls-Anregung optimiert zur Reduzierung der Tiefenausdehnung der induzierten micro-dots, Beugungsanalyse zur Abschätzung der Brechungsindexänderung
AS6: micro-dots für zukünftige Anwendungen	LMTB (3PM) MBI (0 PM)	Überprüfung vorhabensrelevanter Anwendungen: Einbringung von spannungsarmen Innenmarkierung und Streuzentren, Herstellung von spannungsbegrenzten Sollbruchstellen
AS7: Interpretation und Dokumentation	LMTB (1PM) MBI (1 PM)	Vorträge (Treffen), Sachberichte, Veröffentlichungen, Messedarstellung, ggf. erfindungsgemäße Absicherung

4. Voraussichtliche Nutzung der angestrebten Forschungsergebnisse

Die hauptsächliche Nutzung der Ergebnisse und angestrebten Umsetzung der laserinduzierten spannungsarmen Innenmodifikation (Innenkennzeichnung) transparenter Materialien erfolgt in den Fachgebieten **Verfahrenstechnik** und **Produktion**. Voraussetzung ist eine technisch erfolgreiche und marktgerechte Integration von Schlüsseltechnologien (Ultrakurzimpuls-Lasersysteme, optische Scanner, Bilderkennungssysteme, etc.) zur Produktkennzeichnung in der **Chemie**, **Biotechnik**, **Medizintechnik** und ggf. **Kommunikationstechnik** (Datensicherung). Das Fachgebiet **Werkstoffe**, **Materialien** zieht indirekt einen Nutzen aus den Forschungsergebnissen, da zukünftig eine Abstimmung der Zuschlagstoffe in Silikatgläsern und Polymerwerkstoffen zur Optimierung der Innenkennzeichnung bzw. Einbettung von optischen Funktionselementen denkbar ist.

Die Forschungsergebnisse zielen auf die Entwicklung eines Verfahrens, das einen unmittelbaren Nutzen in vielen Wirtschaftszweigen hat. Die Nutzung in Abteilung 29* (**Maschinenbau**) zur Umsetzung des Verfahrens dürfte die höchste Relevanz besitzen; des Weiteren wird eine Nutzung in den Abteilungen 24* (**chemische Industrie**), 25* (**Kunststoffwaren**), 26* (**Glasgewerbe**), 33* (**Feinmechanik und Optik**), 34/35* (**Fahrzeugbau**) und 36* (**Schmuck**) erwartet. (* Zuordnung gemäß Vordruck [4.1.23 und .24])

4.2 Möglicher Beitrag zur Steigerung der Leistungs- und Wettbewerbsfähigkeit der KMU

Die Palette der gewünschten Kennzeichnungen reicht von einfachen Codes zur Unterstützung von Fertigungsschritten, zur Produktverfolgung und Qualitätskontrolle, bis hin zu einer ausgefallenen, dekorativer Bearbeitung, die eine Veredelung oder Individualisierung des Produktes darstellt. Die angestrebten Forschungsergebnisse dieses Vorhabens liefern wertvolle Informationen und Entscheidungshilfen für Zulieferer von optischen Komponenten und Lasertechnik. Diese sind zur anlagenspezifischen Umsetzung des Verfahrens (Spezialmarkierung, Kodierung) erforderlich und können beitragen, die Marktsituation der entsprechenden KMU zu verbessern. Systeme, die für allgemeine Aufgaben z. B. zur Mikrobearbeitung (Abtrag) konzipiert wurden, können besser auf diese neue Anwendung abgestimmt werden, was einen deutlichen Kostenvorteil darstellt. Des Weiteren gibt es eine Vielzahl von KMU in Deutschland, die im Bereich der Glasveredelung tätig sind und einen unmittelbaren Nutzen aus den Forschungsergebnissen zur Innenmarkierung, dekorativen Bearbeitung oder sogar Herstellung neuer Funktionselemente in der technischen Optik ziehen könnten. Ähnliches ist für viele KMU bei der Herstellung und Integration von (transparenten) Polymerwerkstoffen zu erwarten, die z. B. für die Verpackung von wertvollen Wirkstoffen neue Sicherungssignaturen anbieten könnten. Im Umfeld der Biotechnologie und Hersteller von Spezialmedikamenten, die häufig KMU Status besitzen, liefert das

Forschungsvorhaben neue fälschungssichere Verfahren, um die teure Produktentwicklung gegenüber Reimporten abzusichern. Im Bereich der Luxusgüter und Schmuckindustrie, die in zumeist kleinen Betrieben mit langjähriger Tradition wertvolle Einzelstücke – z. B. Spezialuhren – anfertigen, stellen nicht entfernbare und individuell abgestimmte Innenmarkierungen eine interessante Bereicherung dar. „Last but not least“ werden die Erkenntnisse nachhaltig für Anwendungen zur Innenmodifikation nutzbar, die eine streuende Wirkung benötigen, beispielsweise in der Medizintechnik, wo ein großes Interesse an neuen Konzepten zur Herstellung von Faser-Applikatoren für Lasertherapieverfahren besteht.

5. Beabsichtigte Umsetzung der angestrebten Forschungsergebnisse

Zusätzlich zu den bestehenden Verpflichtungen (Projektbegleitender Ausschuss / Zwischenbericht / Schlussbericht / Veröffentlichung in Fachzeitschriften) sollen z. B. durch Beiträge zu nationalen und internationalen Konferenzen, Flyer zu den aktuellen Forschungsergebnissen, Beratung und Machbarkeitsstudien, Pressemitteilungen, Internetpräsentationen und durch die Herstellung von Demonstratoren die Ergebnisse einem breiten Publikum vorgestellt werden. Konkret sind folgende Transfermaßnahmen beabsichtigt:

- Technologie- und Wissenstransfer zur Realisierung industrienaher Anlagen für Anwender
- Erstellung von Demonstrationsobjekten zur weiteren Evaluierung der Bearbeitung als Ausgangspunkt für zukünftige Umsetzungen.
- Unterstützung bei der Realisierung von Prototypanlagen und Integration von Arbeitsstationen, abgestimmt auf die Anwendung (Innenkennzeichnung) und Materialsorte
- Muster-Präsentation an Workshops, Konferenzen und Messen in enger Zusammenarbeit mit der Industrie zur Unterstützung der Verwertungsziele
- Installation eines Arbeitskreises im Dachverband Spectaris zur **Laser-Innenmarkierung**, in Absprache mit den Mitgliedern des Industriekonsortiums
- Begleitend 2-3 Diplomarbeiten im Rahmen des Vorhabens, die dann am Arbeitsmarkt für eine weitere industrienaher Umsetzung in der Wirtschaft geeignet sind (Personaltransfer)
- Laborbesichtigung mit Vorführung der zeitaufgelösten Phasenkontrast-Mikroskopie (die für andere Fragestellungen der Laser-Materialbearbeitung angepasst werden kann)
- Vereinbarung praxisnaher Weiterbildungsangebote zur (dekorativen) Laser-Innenbearbeitung
- Weiterentwicklung der Doppelpuls-Anregungsstrategie für andere Anwendungsfelder der Mikrobearbeitung mit Pikosekunden-Laserpulsen

6. Durchführende Forschungsstellen

Laser- und Medizin-Technologie GmbH, Berlin
 Fabeckstr. 60-62, 14195 Berlin, Germany

Tel: 030-844923-0, Fax: 030-844923-99, E-Mail: lasertech@LMTB.de, Internet: www.LMTB.de,

- Leiter der Forschungsstelle
- Projektleiter

Dr. Gerd Illing, Prof. Dr. Hans Joachim Fichte
 Dr. David Ashkenasi, Dipl.-Physiker

Laser- und Medizin-Technologie
 GmbH Berlin
 Fabeckstraße 60-62
 14195 Berlin
 Tel.: (030) 844923-0
 Fax: (030) 84492399



Berlin, 13.03.2009

Ort, Datum

[Handwritten signatures]

Unterschrift des Leiters und Stempelabdruck
 der Forschungsstelle

Max-Born-Institut für Nichtlineare Optik und Kurzzeitspektroskopie
 Max Born Str. 2A, 12489 Berlin, Germany

Tel: 030-63921201, Fax: 030-63921209, E-Mail: rosenfeld@mbi-berlin.de, Internet: www.mbi-berlin.de

- Leiter der Forschungsstelle
- Projektleiter

Prof. Dr. Ingolf Hertel
 Dr. Arkadi Rosenfeld, Dipl.-Physiker



6.3.2009

Ort, Datum

Unterschrift des Leiters und Stempelabdruck
 der Forschungsstelle