



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN
Vienna University of Technology



Diplomarbeit

Oberflächenmodifikation durch Femtosekunden-Laser-Mikrostrukturierung – Entwicklung von Anti-Eis-Oberflächen für Luftfahrtanwendungen

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines Diplom-Ingenieurs

eingereicht an der Technischen Universität Wien

Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften

von

Gabriel Grünsteidl

Mat.Nr.: 01618906

Unter der Leitung von

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gerhard Liedl

Unter der Betreuung von

Dipl.-Ing. Roland Fürbacher

Institut für Fertigungstechnik und Photonische Technologien

Wien, Oktober 2023

Diese Arbeit wurde von der österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft (FFG) im Rahmen des Projekts LABELO (D311022-4003) unterstützt. Ich nehme zur Kenntnis, dass ich zur Drucklegung dieser Arbeit nur mit Bewilligung der Prüfungskommission berechtigt bin.

Eidesstattliche Erklärung

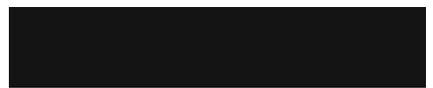
Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht.

Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einem_r Beurteiler_in zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachter_innen beurteilten Arbeit überein.

Ich nehme zur Kenntnis, dass die vorgelegte Arbeit mit geeigneten und dem derzeitigen Stand der Technik entsprechenden Mitteln (Plagiat-Erkennungssoftware) elektronisch-technisch überprüft wird. Dies stellt einerseits sicher, dass bei der Erstellung der vorgelegten Arbeit die hohen Qualitätsvorgaben im Rahmen der geltenden Regeln zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis „Code of Conduct“ an der TU Wien eingehalten wurden. Zum anderen werden durch einen Abgleich mit anderen studentischen Abschlussarbeiten Verletzungen meines persönlichen Urheberrechts vermieden.

Wien, 10.12.2023

Ort und Datum



Unterschrift

Abstract

Icing and ice accumulation in aviation, particularly on aircraft fuselages and wings, result in significant aerodynamic performance degradation and pose various safety risks in flight operations. Currently employed active anti-icing and de-icing systems have high energy requirements and are constrained in their application due to weight and space limitations. The passive anti-icing surfaces presented in this thesis, produced through femtosecond laser structuring in combination with a carbon surface treatment, represent a possible solution for overcoming these challenges in the future. In addition to the theoretical foundations in the fields of aviation icing, surface wetting properties and femtosecond laser processing, this work extensively explores the superhydrophobic and ice-repellent properties of the mentioned surfaces. Various nano- and microstructural types (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle), their physical characteristics and the resulting wetting and de-icing behavior are primarily investigated on stainless steel samples by contact angle and ice adhesion measurements. Following laser structuring, the nano- and microstructures undergo either a vacuum or gasoline surface treatment, inducing a rapid transformation into superhydrophobic wetting properties. A comprehensive comparison and evaluation of these two methods and their resulting behavior are conducted throughout the study. To ensure the applicability of the produced surfaces in real aircraft settings, a substantial portion of this investigation involves chemical corrosion tests on these superhydrophobic surfaces, examining their resistance against acetone and glycol. Results indicated that the petrol-treated samples maintain hydrophobic wettability for an extended immersion period compared to vacuum-treated samples. However, both treatment methods could not retain measured values such as low roll-off angles or low ice adhesion values. Nonetheless, the study demonstrated regenerative properties of the produced surfaces and revealed that contact angle hysteresis does not directly correlate with ice adhesion. Subsequent to the corrosion tests, UV resistance experiments and an analysis of the impact of structure depth on corrosion resistance and the transition from hydrophilic to hydrophobic characteristics are conducted. The research underscores that surface topography not only affects wetting and ice-repellent properties but also influences chemical conversion. Beyond the two carbon conversion processes (vacuum and petrol), investigations into coatings, including those based on HMDSO, reveal promising measured values. However, it is emphasized that excessively thick coatings may detrimentally affect superhydrophobic properties by covering nano- or microstructures. As part of this master's thesis, LIPSS structures are successfully generated on aluminum samples through varying and selecting the processing parameters. Furthermore, a series of focus variations and spot diameter measurements were carried out on stainless steel to simplify the future specification of processing parameters. Finally, a selection of processing parameters for the different structural types was determined through preliminary experiments, serving as the basis for future investigations.

Kurzfassung

Vereisungen und Eisansammlungen in der Luftfahrt, insbesondere auf Flugzeugrümpfen und Tragflächen, verursachen erhebliche aerodynamische Leistungsverluste und stellen diverse Sicherheitsrisiken im Flugbetrieb dar. Gegenwärtig verwendete aktive Anti- und De-Icing Systeme weisen hohe Energieanforderungen auf und sind aufgrund der Gewichts- und Platzbeschränkungen der Luftfahrt in ihrer Anwendung limitiert. Die in dieser Diplomarbeit präsentierten passiven Anti-Icing Oberflächen, hergestellt durch Femtolaserstrukturierung in Kombination mit einer Kohlenstoff-Oberflächenbehandlung, stellen eine Möglichkeit dar, diese Herausforderungen in der Zukunft zu bewältigen. Neben den theoretischen Grundlagen im Bereich der Luftfahrtvereisung, den Benetzungseigenschaften von Oberflächen und der Femtolaserbearbeitung wurden in dieser Arbeit die superhydrophoben und eisabweisenden Eigenschaften der hergestellten Oberflächen ausführlich erläutert. Es wurden verschiedene Nano- und Mikrostrukturtypen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) hergestellt sowie ihre physikalische Beschaffenheit und das daraus resultierende Benetzungs- und Eishaftungsverhalten auf Edelstahlproben durch Kontaktwinkel- und Eisadhäsionsmessungen untersucht. Nach der Laserstrukturierung wurden die Nano- und Mikrostrukturen entweder einer Vakuum- oder Benzinoberflächenbehandlung ausgesetzt, die zu einer raschen Umwandlung in superhydrophoben Benetzungseigenschaften führte. Diese beiden Methoden und das resultierende Verhalten wurden im Verlauf der Arbeit hinsichtlich verschiedener Aspekte verglichen und bewertet. Um die Eignung der hergestellten Oberflächen für den realen Einsatz auf Flugzeugoberflächen sicherzustellen, umfasst ein wesentlicher Teil dieser Arbeit chemische Korrosionsversuche dieser superhydrophoben Oberflächen, um Verschleißerscheinungen in Aceton oder Glykol zu untersuchen. Hierbei zeigte sich, dass die benzinbehandelten Proben im Vergleich zu den vakuumbehandelten Proben auch nach längerer Einlegezeit die hydrophobe Benetzbarkeit beibehalten konnten. Andererseits konnten die Proben beider Behandlungsmethoden Messwerte wie niedrige Abrollwinkel oder die niedrige Eisadhäsion nicht halten, jedoch konnten im Rahmen dieser Untersuchungen den hergestellten Oberflächen regenerative Eigenschaften nachgewiesen werden. Zusätzlich zeigten die Experimente, dass die Kontaktwinkelhysterese nicht direkt mit der Eisadhäsion korreliert. Im Anschluss an diese Korrosionstests wurden weitere ergänzende UV-Beständigkeitsuntersuchungen durchgeführt. Ebenfalls wurde die Auswirkung der Strukturtiefe auf die Korrosionsbeständigkeit und Umwandlungszeit analysiert. Dabei zeichnete sich ab, dass die Oberflächentopografie nicht nur die Benetzungs- und eisabweisenden Eigenschaften beeinflusst, sondern auch die chemische Umwandlung. Neben den beiden Kohlenstoff-Umwandlungsverfahren wurden zusätzlich die Effekte von Beschichtungen, einschließlich solcher auf Basis von HMDSO, auf den laserstrukturierten Oberflächen untersucht. In diesem Rahmen konnten außerordentlich gute Messwerte ermittelt werden, die eine optimistische Aussicht auf die Kombination von Nano- und Mikrostrukturen und zusätzlicher Beschichtungen zum Erreichen von superhydrophober Benetzungseigenschaften und niedriger Eisadhäsion liefert. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass eine zu dicke Schicht die superhydrophoben Eigenschaften negativ beeinflussen kann, indem sie die Nano- oder Mikrostrukturen überdeckt. Neben der vorrangigen Erzeugung der superhydrophoben Oberflächen auf Edelstahl, konnten im Rahmen der Arbeit ebenfalls erfolgreich LIPSS Strukturen auf Aluminiumproben hergestellt werden. Hierfür wurde eine Variation der verschiedenen Bearbeitungsparameter durchgeführt und die entsprechenden Bearbeitungsparameter zur LIPSS Herstellung auf Aluminium ausgewählt. Des Weiteren wurde eine Reihe an Fokusvariationen und Spotdurchmesser-Vermessungen auf Edelstahl erstellt, mithilfe derer die zukünftige Bearbeitungsparameterangabe vereinfacht wird. Abschließend wurde durch eine erneute Variation der Bearbeitungsparameter eine Vielzahl an LIPSS, Grid und Dimple Strukturen erzeugt und untersucht. Anhand dieser Vorversuche und Oberflächenaufnahmen wurden die interessantesten Strukturen und deren Bearbeitungsparameter ausgewählt, die die Basis für zukünftige Untersuchungen darstellen.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	3
2.1	Vereisung in der Luftfahrt	3
2.1.1	Allgemein	3
2.1.2	Auswirkungen von Vereisung	5
2.1.3	Schutzsysteme gegen Vereisung	6
2.1.4	Eiswarnsysteme	11
2.2	Wasser- und eisabweisende Oberflächen	12
2.2.1	Benetzung und Kontaktwinkel	12
2.2.2	Benetzung auf strukturierten Oberflächen	13
2.2.3	Methoden zur Herstellung von superhydrophoben Oberflächen	15
2.2.4	Eisabweisende Eigenschaften von superhydrophoben Oberflächen	20
2.3	Ultrakurzpuls Laser	23
2.3.1	Grundlagen Laser	23
2.3.2	Betriebsarten eines Lasers	24
2.3.3	Verwendeter Ultrakurzpuls Laser (FEMTOPOWER compact Pro)	25
3	Experimentalteil	28
3.1	Werkstoff	28
3.2	Laserbearbeitung	28
3.3	Oberflächentypen	29
3.4	Umwandlung zu hydrophoben Oberflächen	30
3.5	Kontaktwinkelmessungen	30
3.6	Eisadhäsionsmessungen	31
4	Korrosionstests	32
4.1	Einleitung	32
4.2	Mechanische und chemische Korrosionstests in der Literatur	32
4.3	Vorgehen	33
4.4	Aceton Korrosion	34
4.4.1	Statischer Kontaktwinkel (SCA) Aceton	34
4.4.2	Eisadhäsion Aceton	35
4.4.3	Kontaktwinkelhysterese (CAH) Aceton	36
4.5	Ethylenglykol Korrosion	37
4.5.1	Statischer Kontaktwinkel (SCA) Ethylenglykol	37
4.5.2	Eisadhäsion Ethylenglykol	38

4.5.3	Kontaktwinkelhysterese (CAH) Ethylenglykol	39
4.6	Regenerationsfähigkeit	40
4.7	Abrollwinkel	41
4.8	XPS-Analyse	42
4.9	UV-Strahlung Korrosion	43
4.10	Weitere Erkenntnisse zur mechanischen Widerstandsfähigkeit und Performance	44
4.11	Zusammenfassung der Korrosionstests	46
5	Auswirkung der Strukturtiefe auf die Aceton-Beständigkeit und die Umwandlung	47
5.1	Prismenkompressor Variation	47
5.2	Die verschiedenen Strukturtiefen	48
5.3	Abhängigkeit der Korrosionsbeständigkeit gegen Aceton von der Strukturtiefe	49
5.3.1	Statischer Kontaktwinkel (SCA)	49
5.3.2	Eisadhäsion	50
5.4	Abhängigkeit der Benzin-Umwandlung von der Strukturtiefe	51
5.4.1	Statischer Kontaktwinkel (SCA)	52
5.4.2	Eisadhäsion	52
5.5	Zusammenfassung und Schlussfolgerung	53
6	Beschichtungen	55
6.1	Beschichtung von INOCON Technologie	55
6.2	Beschichtung 2 von AAC Aerospace & Advanced Composites	60
7	LIPSS auf Aluminium	62
7.1	Vorgehen	62
7.2	Ausgewählte Bearbeitungsparameter für LIPSS auf EN AW 7075	66
7.3	Fokusvariationen Aluminium	66
7.4	Probleme beim Bearbeiten vom Aluminium	68
8	Fokusvariationen	70
8.1	Fokusvariationen auf Stahl	70
8.2	Fokusvariationen Abbildungen	72
8.3	Fokusvariationen bei nicht fokussiertem Laserstrahl	75
9	Parametervariationen auf Stahl	76
9.1	Vorgehen	76
9.2	Dimple	78
9.3	Grid und Triangle	80
9.4	LIPSS	82
10	Zusammenfassung und Ausblick	84
	Literaturverzeichnis	87

Abbildungsverzeichnis

92

Tabellenverzeichnis

94

1 Einleitung

Das Vereisen von Flugzeugoberflächen kann aufgrund der Erhöhung des Luftwiderstandes und der Reduzierung des Auftriebes dramatisch die Flugperformance limitieren und die Manövrierbarkeit einschränken [1]. Bei starken Vereisungsszenarien können diese Auswirkungen sogar zum Absturz des Flugzeuges führen [2]. Das zeigt die Wichtigkeit von Schutzsystemen gegen Vereisungen, um einen möglichst sicheren Flug gewährleisten zu können. Aktuelle Anti- und De-Icing Systeme haben hohe Energieanforderungen, sind wartungsintensiv, kompliziert und aufgrund der Platz- und Gewichtsbeschränkungen des Flugzeugbaues in ihrer Konstruktion begrenzt [3]. Auch im Windenergiesektor sind Vereisungen von Turbinen und deren Schutz ein relevanter Forschungsaspekt. So kommt es bei Windturbinen, die starken Vereisungsbedingungen ausgesetzt sind, zu jährlichen Stromerzeugungsverlusten von bis zu 20% [4] und zu einer verkürzten Lebensdauer der Rotorblätter bei schlechten Witterungsbedingungen [5]. Verwendete aktive Anti- und De-Icing Systeme, wie beispielsweise thermische Erwärmung, sind ebenfalls energieintensiv und können zu einer Schwächung der Verbundwerkstoffe der Rotorblätter führen [6].

Aufgrund der oben angeführten Punkte wären Oberflächen, die passiv die Eisbildung verhindern und die Eisabtragung erleichtern, äußerst vorteilhaft. Unter diesem Kontext haben superhydrophobe Oberflächen aufgrund ihrer selbstreinigenden, anti-bakteriellen und Anti-Icing Eigenschaften in den letzten Jahren zunehmendes Interesse erhalten [7]. Im Zuge von Forschungsarbeiten auf der TU Wien konnten am Institut für Fertigungstechnik und Photonische Technologien erfolgreich superhydrophobe Oberflächen mit einer reduzierten Eisadhäsion mittels Femtosekunden-Laserstrukturierung und anschließender Kohlenstoff-Behandlung hergestellt werden [8]. Basierend auf diesen Arbeiten wurden zusätzlich im Windkanal Vereisungsversuche durchgeführt, die zeigten, dass durch die hergestellten und behandelten Mikro-/Nanostrukturen die Eisbildung auf einem Tragflügel erfolgreich verzögert werden kann. Durch einen 6-monatigen Feldtest unter Realbedingungen, bei dem die superhydrophoben Oberflächen auf einer kleinen Windturbine in den österreichischen Alpen angebracht wurden, konnte außerdem eine mechanische Korrosionsbeständigkeit nachgewiesen werden [9].

Aufbauend auf diesen Forschungsergebnissen hat diese Diplomarbeit das Ziel, die wasser- und eisabweisenden Eigenschaften der hergestellten, superhydrophoben Oberflächen weiter zu untersuchen und zu verstehen. Hierfür werden die theoretischen Grundlagen im Kapitel 2 im Bereich der Flugzeugvereisung, der Benetzungseigenschaften von Oberflächen und der Laserstrukturierung vorgestellt. Im Rahmen der Arbeit wurden vier verschiedene Strukturtypen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) hergestellt und miteinander verglichen. Zur Charakterisierung des Benetzungsverhaltens und der eisabweisenden Eigenschaften dieser Strukturtypen wurden insbesondere Kontaktwinkelmessungen (statischer Kontaktwinkel, Kontaktwinkel-Hysterese und Abrollwinkel) sowie Eisadhäsionsmessungen durchgeführt. Das allgemeine Vorgehen beim Herstellungsverfahren und der anschließenden Messungen wird im Kapitel 3 präsentiert.

Angesichts der realen Umweltbedingungen müssen eisabweisende Oberflächen in ihrer Anwendung auf Flugzeugoberflächen oder Windrädern diverse Witterungserscheinungen widerstehen können. Aus diesem Grund widmet sich das Kapitel 4 der chemischen Korrosionsbeständigkeit der hergestellten superhydrophoben Oberflächen gegenüber Aceton und Glykol. Aus den hierbei gewonnenen Ergebnissen wurden Rückschlüsse auf die chemische Widerstandsfähigkeit und auf die physikalische und chemische Beschaffenheit der laserstrukturierten Oberflächen gezogen. (Die Auswahl von Aceton als organisches Lösungsmittel erfolgte aufgrund seiner guten Löslichkeit von Kohlenstoffverbindungen,

da diese vermutlich zur Umwandlung von hydrophil zu hydrophob und zur Verringerung der Eisadhäsion beitragen. Aufgrund der Nutzung von Ethylenglykol-Gemische für Enteisungssysteme auf Flugzeugen, sind auch diese Flüssigkeiten interessant für die durchgeführten Untersuchungen.) Anschließend wurde der optische Korrosionswiderstand durch UV-Bestrahlung über einen Zeitraum von 100 h analysiert, da optische Widerstanduntersuchungen gängige Verfahren zur Beurteilung von Beschichtungen für Anwendungen unter direkter Sonneneinstrahlung sind.

Das Erreichen der superhydrophoben Eigenschaften ist maßgeblich von der Kombination aus Mikro-/Nanostrukturen und anschließendem Umwandlungsverfahren abhängig. In diesem Kontext stellt sich die Frage nach dem Einfluss der Strukturtiefe und der Oberflächentopografie auf den Umwandlungsprozess sowie die wasser- und eisabweisenden Eigenschaften. Um diese Frage zu klären, wurde im Kapitel 5 dieser Arbeit das Korrosionsverhalten von zwei unterschiedlich tiefen, vakuumbehandelten Strukturen in Aceton untersucht und anschließend verglichen. Zudem wurde das Benetzungsverhalten von Proben mit unterschiedlichen Tiefen nach der Benzinbehandlung analysiert.

Im Verlauf der Forschungsarbeiten wurden die laserstrukturierten Oberflächen vorwiegend mittels eines Vakuum- oder Benzin-Umwandlungsverfahrens behandelt. Zusätzlich wurden aber auch mehrere Beschichtungstypen in Kooperation mit den Unternehmen „INOCON Technologie“ und „AAC“ auf die erzeugten Oberflächen aufgetragen und anschließend die daraus resultierenden Eigenschaften im Kapitel 6 untersucht. Die hierbei verwendeten Beschichtungen basieren unter anderem auf HMDSO und wurde mittels Plasma-Polymerisation aufgebracht.

Der Großteil der laserstrukturierten Oberflächen wurde in der vorliegenden Arbeit auf Edelstahlproben gefertigt. Da jedoch im Flugzeugbau in der Regel leichte Werkstoffe bevorzugt werden, wurden auch Untersuchungen zur Erzeugung von Nano-/Makrostrukturen auf Aluminiumproben durchgeführt. Im Anschluss an diese Untersuchungen konnte durch Variation der verschiedenen Bearbeitungsparameter des Lasersystems erstmalig erfolgreich LIPSS Strukturen auf Aluminiumproben EN AW 7075 gefertigt werden (Kapitel 7).

Für eine präzise Charakterisierung des Herstellungsprozesses von superhydrophoben Oberflächen sind verschiedene Herstellungsparameter, wie beispielsweise die aufgebrachte Energiedichte (Laserfluenz), von entscheidender Bedeutung. Die Ermittlung dieser Parameter erfordert die Bestimmung von sekundären Bearbeitungswerten wie dem aufgetragenen Spot-Durchmesser auf dem Werkstück. Aus diesem Grund wird im Kapitel 8 eine Reihe an Fokusvariationen mit variiertes Leistung und Pulsanzahl durchgeführt um anschließend die verschiedenen Spot-Durchmesser zu vermessen. Mit diesen Werten kann zukünftig durch Interpolation der Spot-Durchmesser einfacher bestimmt werden.

Die Herstellung der verschiedenen Strukturtypen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) wird vor allem über die Laserfluenz, den Bahnabstand und die aufgebrachte Pulsanzahl gesteuert. Mit dem Ziel zukünftig jene Bearbeitungsparameter zu finden, bei denen die bestmöglichen Benetzungs- und eisabweisenden Eigenschaften auftreten, wurden Variationen dieser Parameter für die verschiedenen Strukturtypen im Kapitel 9 durchgeführt. Hierbei wurde eine Vielzahl an Flächen durch Variation und Kombination der Herstellungsparameter hergestellt und anschließend unter dem Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht. Mittels der REM-Aufnahmen wurden daraufhin die vielversprechendsten Flächen und die entsprechenden Bearbeitungsparameter ausgewählt, die die Basis für zukünftige Untersuchungen darstellen.

2 Grundlagen

2.1 Vereisung in der Luftfahrt

2.1.1 Allgemein

Die Bildung von Eis auf kritischen Flugzeugkomponenten wie Tragflächen, Leitwerk, Sensoren und , stellt eine erhebliche Bedrohung für die Sicherheit und die Leistungsfähigkeit von Luftfahrzeugen dar. Aus diesem Grund stellen das Verständnis von Vereisungsvorgängen, der Vereisungsschutz und die Eisüberwachung von Luftfahrzeugen einen integralen Bestandteil der modernen Luftfahrt und der Forschung dar.

Im Flugbetrieb wird zwischen den zwei Vereisungsszenarien „In-flight Icing“ und „Ground Icing“ unterschieden, die vor allem im Temperaturbereich von -40 °C bis 0 °C auftreten [2], [10]. Damit diese Eisansammlungen im Flug entstehen können, ist ausreichend flüssiges Wasser in der Atmosphäre erforderlich. Zudem müssen die Flugzeugoberflächen Temperaturen unter 0 °C aufweisen. Der Wassergehalt in der Luft variiert mit der Temperatur und folglich mit der Flughöhe, wobei ab großen Flughöhen, im Bereich über 6.7 km, Vereisungsszenarien in der Regel auszuschließen sind, da die hier herrschenden Temperaturen zu niedrig ist [11]. Je nach meteorologischer Umweltbedingung und Luftfeuchtigkeit können verschiedene Tropfengrößen entstehen, die grob in Wolkenröpfchen, Nieseltropfen oder Regentropfen eingeteilt werden [10]. In diesem Kontext sind besonders die „Supercooled Water Droplets“ zu nennen. Diese können sich beim Auftreten von unterkühlten Nieseltropfen im beschriebenen Temperaturbereich bilden und stellen eine besondere Herausforderung für den Flugbetrieb dar. Die Supercooled Droplets behalten ihre flüssige Form selbst bei Temperaturen unter dem Gefrierpunkt bei, erstarren unmittelbar bei Kontakt mit der Flugzeugoberfläche und können dabei unterschiedliche Formen annehmen. Eine häufig auftretende Formation sind Speerformen, die sich insbesondere im Staupunkt ausbilden können. Dies ist jener Punkt/Ort auf der Oberfläche eines umströmten Körpers, an dem die Strömungsgeschwindigkeit relativ zum umströmten Körper Null wird. Die „Supercooled Droplets“ können sich auch formen, falls es zum Schneefall kommt und der Schnee aufgrund von warmer Luft wieder aufgetaut wird. Dies tritt vor Allem dann auf, sobald kalte und warme Luftmassen aufeinandertreffen und eine Inversionsschicht bilden [10].

Im Allgemeinen können die im Flug auftretenden Eisarten in Klareis, Raueis und Mischeis eingeordnet werden [2], [10], [12].

- Klareis (glace ice) bildet sich bei 0 °C bis -10 °C aus größeren, unterkühlten Wassertropfen oder gefrorenem Regen und verfügt über eine glasige Beschaffenheit. Weiters tritt diese Art von Eis bei einem hohen Flüssigwassergehalt und einer hohen Fluggeschwindigkeit auf, wodurch die Wassertropfen auch nicht direkt nach dem Auftreten auf der Flugzeugoberfläche gefrieren [2]. Klareis zeichnet sich zusätzlich durch eine hohe Dichte auf und ist im Vergleich zu den anderen auftretenden Eisarten fester mit der Oberfläche verbunden, was die Entfernung erschweren kann. Klareis bildet in den meisten Fällen eine einfache oder doppelte Hornformationen (Abbildung 1), da das Wasser entlang der Luftströmungsrichtung überströmt und dabei vereist. Diese Hornformen führen zu deutlich stärkeren Leistungsbeeinträchtigungen der Flugperformance als Misch- oder Raueisformationen [13] und sind aufgrund der komplexen aerodynamischen Effekte anspruchsvoll zu simulieren [14].

- Raueis (rime ice) tritt hingegen bei niedrigeren Temperaturen von -15 °C bis -20 °C aus kleinen Wassertropfen auf und weist eine raue, spröde Struktur sowie eine milchige Farbe auf. Typische Umgebungsbedingungen für Raueis sind niedrige Fluggeschwindigkeiten, niedrige Temperaturen, ein geringer Flüssigwassergehalt und kleine Tropfendurchmesser. Sobald die unterkühlten Wassertropfen die Flügelfläche erreichen, gefrieren sie sofort und behalten ihre halbkugelförmige Gestalt bei, sodass sich beim Raueis speerartige Eisformationen an der Vorderkante bilden. Aufgrund dieser etwas strömungslinienartigen Form haben Raueisbildungen weniger starke Auswirkungen auf die Flugperformance als die anderen Eisformationen.
- Mischeis (mixed ice) tritt bei Temperaturen von -10 °C bis -15 °C auf und repräsentiert eine Kombination aus den oben erwähnten Eisarten dar. Diese Art von Eis ist in der Realität aufgrund der Variation von Wassergehalt und Tropfendurchmesser in der Atmosphäre am häufigsten anzutreffen und weist Eigenschaften des Glatteises und des milchigen Raueises auf.



Abbildung 1 – Ausbildung einer Horn-Eisformation auf der Leading Edge der Tragfläche einer „de Havilland Canada DHC-6 Twin Otter“ während des Fluges im Rahmen eines NASA Forschungsprojektes [15].

Zusätzlich zu den Eisarten ist eine Klassifizierung des Vereisungsgrades notwendig, um den Einflussgrad der Eisbildung auf die Flugleistung genauer beurteilen zu können. Hierbei ist eine Differenzierung zwischen Eisspuren, leichten, mittleren und schweren Vereisungsszenarien möglich [12]. Während bei Eisspuren an der Flügelvorderkante in der Regel noch keine Aktivierung von Vereisungsschutzsystemen erforderlich ist, sollten diese bei leichten Vereisungsfällen aktiviert werden. Kommt es im Flug hingegen zu schweren Vereisungen können die Schutzsysteme die Flugsicherheit nicht mehr garantieren und das sofortige Landen wird notwendig. Diese Einordnung gibt dem Piloten die Möglichkeit den Vereisungsgrad besser einzuschätzen und zu kommunizieren, jedoch ist sie aufgrund der subjektiven und ungenauen Klassifizierung in der Kritik [12].

Diese genannten Vereisungsschutzsysteme werden und müssen im Luftfahrzeug implementiert werden, um die Einflüsse der Eisbildung auf die Flugperformance und -sicherheit zu reduzieren. Hierbei erfolgt eine Unterscheidung zwischen Enteisungssystemen (De-Icing) und Anti-Eissystemen (Anti-Icing). Während beim De-Icing das sich ansammelnde Eis periodisch, meist mechanisch oder thermisch entfernt wird, soll beim Anti-Icing die Eisansammlung generell verhindert werden. Eine genauere Beschreibung der verschiedenen Systeme erfolgt im Kapitel 2.1.3. Im Fall von Ground-Icing Szenarien

müssen an den Flughäfen routinemäßige Enteisungsdienste durchgeführt werden, um Eisanlagerungen vor dem Start abzutragen und zu verhindern. Abstürze wie die der Boeing 737, Air Florida Flight 90 am 13.01.1982 zeigen die Wichtigkeiten dieser Schutzmaßnahmen vor dem Start [11].

Im Rahmen der Luftfahrt sind klare rechtliche Verordnungen in Bezug auf den Vereisungsschutz für die Flugzeugentwicklung und den Flugbetrieb definiert, wobei die Entwicklung und Gestaltung der Schutzsysteme gegen Vereisungen auf Basis dieser geltenden Zulassungsanforderungen erfolgen müssen. Beispielsweise gilt nach § 21 LuftBOm (3) für Luftgeräte folgende Richtlinie: „Für Flüge unter Wetterbedingungen, bei denen Vereisung zu erwarten ist, müssen alle Luftfahrzeuge mit Einrichtungen zur Verhütung oder zur Beobachtung und Beseitigung von Eisansatz ausgerüstet sein.“ [16]. Zusätzlich schreibt die Bauvorschrift CS 25.1419 der EASA für große, turbinenbetriebene Flugzeuge vor: „Wenn eine Zertifizierung für Flüge unter Eisbedingungen gefordert wird, so muss das Flugzeug in der Lage sein, unter dauernden und periodischen maximalen Eisbedingungen zu fliegen ...“ [17]. Für die Entwicklung von Flugzeugen in Europa sind die Bauvorschriften bzw. Lufttüchtigkeitsforderungen (Certification Specification, CS) der EASA ausschlaggebend und beschreiben die Mindestanforderungen, die für Zulassungen der verschiedenen definierten Fluggerätklassen erfüllt werden müssen.

2.1.2 Auswirkungen von Vereisung

Kommt es zu ungewollter Eisbildung am Triebwerk, Flugzeugrumpf oder -tragflächen, sind starke Auswirkungen auf die Flugeigenschaften, sowie die Flugperformance die Folge. Vereisungen am Triebwerk, insbesondere am Einlauf oder den dahinterliegenden Fan-Schaufeln, stören die Luftströmung aufgrund der veränderten Geometrie und induzieren Wirbelbildungen in der Strömung. Diese Wirbel können zu einem instabilen Verdichterverhältnis führen oder Strömungsabrissen im Verdichter verursachen [18]. Darüber hinaus können Eisablagerungen zu erheblichen Schäden an den Flugzeugkomponenten führen. Ablösen von Eisstücken und -brocken am Triebwerkeinlauf kann Einschläge an den Verdichterschaufeln verursachen und in weiterer Folge die Triebwerksleistung und den sicheren Flug gefährden. Dahinterliegende Triebwerksbaugruppen wie Brennkammer und Turbine sind aufgrund der hier herrschenden hohen Temperaturen jedoch nicht mehr im Gefährdungsbereich. Auch werden Schutzmaßnahmen, die Vereisungen der glatten Fanschaufeln am Boden verhindern, meist nicht benötigt, da diese Eisbrocken beim Triebwerksstart ohnehin durch die Fliehkräfte abgetragen werden [19].

Kommt es zu Vereisungen an den Flügeln oder dem Rumpf, steigt der Strömungswiderstand im Flugbetrieb drastisch, begleitet von einem Rückgang des Auftriebs aufgrund der Profiländerung des Flügels. Der Luftwiderstandsbeiwert kann bei Vereisungen im Vergleich zum unvereisten Fall sogar je nach Quelle um 100-200 % [20] oder sogar 400% ansteigen [21]. Weiters beeinflusst die Eisbildung den Anstellwinkel, bei dem es zu Strömungsabrissen kommt, sowie die Stall-Geschwindigkeit (Geschwindigkeitsgrenze, unter der es zu Strömungsabrissen kommt). Ein starker Abfall der Steigleistung ist ebenfalls zu erwarten. Dies führt zu einer erheblichen Verschlechterung der allgemeinen Flugperformance und damit der Manövrierbarkeit im Flug.

Eine weitere Folge von Vereisung am Flugzeug ist das Auftreten eines unerwünschten Rollmoments. Dieses kann durch asymmetrische Vereisung oder Ausfall eines einseitigen Vereisungsschutzsystems ausgelöst werden. In diesem Zusammenhang kam es beispielsweise 1994 zum Absturz der ATR-72 [22]. Aufgrund des elektrisch beheizten Enteisungssystems an der Flügelvorderkante und den auftretenden Vereisungsbedingungen bildete sich auf der zweiten Hälfte des Flügels ein Eisrücken, der zu einer

Unterdruckzone auf dem Querruder der einen Seite führte. Bei einer Routinekurve führte diese Unterdruckzone zu einer automatischen Auslenkung des Querruders, wodurch der Pilot sofort die Kontrolle verlor, das Flugzeug rollte und schließlich abstürzte.

Nicht nur beim Hauptflügel, sondern auch beim Flugzeugleitwerk stellt Vereisung eine Herausforderung dar. Bei der Auslegung des Höhenleitwerkes darauf zu achten, dass Strömungsabriss am Leitwerk nicht vor dem Auftreten von Strömungsabrisse am Hauptflügel zustande kommen. Diese Voraussetzung ist ebenfalls bei Flugbedingungen mit Vereisungsgefahr zu beachten und ist besonders bei kleineren Turboprop-Maschinen nicht immer umsetzbar. Strömungsabriss an vereisten Höhenleitwerken treten am häufigsten beim Landeanflug in geringer Höhe beim Ausfahren der Hochauftriebstriebhilfen auf und hat schnelle kopflastige Nickbewegungen zur Folge. Dieses Überziehen des Höhenleitwerks führt zum Abnicken des Flugzeugs und zur Unkontrollierbarkeit im Flug [10].

Weitere Konsequenzen von Vereisung sind außerdem ein erhöhtes Gesamtgewicht und ein gesteigerter Treibstoffverbrauch. Einschränkungen einzelner vereister, mechanischer Komponenten und darauffolgende Funktionsverluste können ebenfalls zu Problemen führen. Zusätzliches Fluggewicht, Abbrechen von Antennen, Blockade von Sensoren und Reduzierung von Propellerwirkungsgrade sind somit weitere mögliche Folgen von Eisbildung [10].

Auch bei anderen Fluggeräten wie Hubschraubern treten die hier beschriebenen Probleme in Vereisungsszenarien auf. Zusätzlich stellt bei Hubschraubern, aufgrund der hohen Zentrifugalkraft, das Ablösen von Eis von den Rotorblättern eine ballistische Gefahr dar und erzeugt aufgrund der auftretenden Unwucht starke Vibrationen. Im Allgemeinen gelten Hubschrauber als anfälliger für Vereisungserscheinungen als Starrflügler, da sie in geringeren Flughöhen eingesetzt werden, in denen unterkühlte Wassertropfen häufiger auftreten [23].

2.1.3 Schutzsysteme gegen Vereisung

2.1.3.1 Pneumatische Enteisungsmatten

Ein weitverbreiteter Eisschutzmechanismus für Propellerflugzeuge stellen pneumatische Enteisungsmatten (im Englischen „boots“) seit den 1930er Jahren dar (Abbildung 2). Diese Enteisungsmatten werden in der Regel aus stoffverstärktem, synthetischem Gummi oder anderen flexiblen Materialien hergestellt und befinden sich an der Leading Edge der Tragflügel oder Leitwerke. Die Enteisung erfolgt durch das periodische Aufblasen und Ablassen der Gummimatten, wobei das Aufblasen in etwa 5-10 s benötigt und zum Zerschneiden der Eisschicht in mehrere Einzelteile führt. Diese Einzelteile werden anschließend durch den Luftstrom im Flugbetrieb weiter abgetragen. Langsamere Ausdehnungszeiten führen in der Regel zu schlechteren Enteisungsergebnissen. Dieser beschriebene Inflations-/Deflationszyklus wird ungefähr einmal pro Minute durchgeführt [11].

Gemäß Definition handelt es sich deswegen hierbei um ein Deicing-Schutzsystem, da die eigentliche Eisbildung nicht direkt verhindert wird. Angewendet werden sie vor allem bei Flugzeugen mit niedriger bis mittlerer Reisegeschwindigkeit. Bei größeren Flugzeugen mit höheren Reisegeschwindigkeiten im Bereich von 0,85 Mach werden jedoch aufgrund der aerodynamischen Nachteile durch den erhöhten Luftwiderstand alternative Vereisungsschutzsysteme bevorzugt. Enteisungsmatten zeichnen sich durch eine geringe Gesamtdicke von weniger als 1.9 mm aus und verbrauchen nur wenig Energie im Vergleich zum Gesamtsystem. Bei der Auslegung ist darauf zu achten, dass die Vakuumquelle die

Matten vollständig entleeren kann, da sonst ein ungewollter Luftwiderstand entsteht. Aufgrund konstruktiver Limitierungen ist eine Vergrößerung des Widerstandes jedoch in der Regel schwer zu vermeiden [10]. Abhilfe kann beispielsweise durch eingeplante Ausbuchtungen in der Flügeloberfläche geschaffen werden, in welche die Enteisungsmatten eingefügt werden.

Des Weiteren ist darauf zu achten, dass aufgrund der sich ändernden Flughöhe, die Pumpleistung an den entsprechenden atmosphärischen Druck angepasst werden muss. Möglicher Schaden an den Matten kann außerdem durch Vogelschlag oder anderen Objekte verursacht werden. Aus diesem Grund muss das Mattenmaterial in regelmäßigen Zeitabständen inspiziert und ausgewechselt werden, jedoch gilt die Technologie aufgrund der langjährigen Anwendung als gut erprobt und zuverlässig. Auch Abnutzungserscheinungen durch die ständige UV-Strahlungsaussetzung können auftreten und führen zu den regelmäßig erforderlichen Wartungskontrollen.

Bei älteren Mattensystemen kann die sogenannte Eisbrückenbildung eine Schwierigkeit darstellen. Hierbei bilden sich Eisbogen genau anliegend um die Matte an, wodurch die Eisschicht durch Ausdehnung der Matte nicht vollständig entfernt werden kann. Aufgrund von Optimierung der Inflations- und Deflationszeiten, sowie der Zeit zwischen den einzelnen Zyklen kommt es jedoch bei modernen Systemen in der Regel nicht mehr zu der Ausbildung solcher Eisbrücken [10].

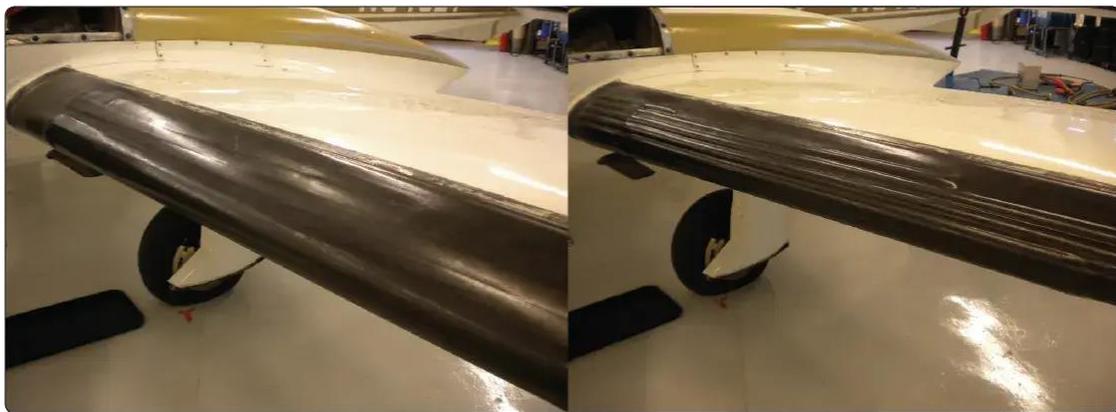


Abbildung 2 - Pneumatische Matten auf der Leading Edge, deaktiviert (links), aktiviert (rechts) [24].

2.1.3.2 Heißluftsysteme

Heißluftsysteme stellen thermische Eisschutzsysteme dar und kommen insbesondere bei größeren Transportflugzeugen zum Einsatz. Bei diesen Flugzeugtypen kann die heiße Luft als Zapfluft aus den Turbofantriebwerken relativ einfach und sicher zu den gewünschten Positionen geführt werden. Zu den beaufschlagten Oberflächen gehören am Triebwerk der Einlauf sowie der Spinner und die Leading Edge an den Tragflächen. Letztere wird über ein integriertes Leitungssystem von der Innenseite aus beheizt. Bei größeren Flugzeugen, bei denen das Leitwerk weit entfernt von den Triebwerken positioniert ist, gestaltet sich der Einsatz von Zapfluftsystemen als schwierig. In solchen Fällen kommen alternative Schutzsysteme wie pneumatische Enteisungsmatten oder elektrische Heizsysteme zum Einsatz [11].

Für den Heißluftvereisungsschutz der Triebwerkseinlaufklappen wird in der Regel die Luft aus dem Hochdruckverdichter genutzt [18]. Die Wahl der Verdichterstufe für die Abnahme der Zapfluft wird nach der benötigten Wärme am Einlauf für den Vereisungsschutz gewählt, wobei meist die Luft aus

den hinteren Stufen abgezapft wird. Zur gleichmäßigen Verteilung und Beaufschlagung der Zapfluft an der Einlaufkante wird die Luft durch Ventile und Rohrleitungen zu einem Verteilerring mit regelmäßig angeordneten, kleinen Bohrungen geleitet. In der Regel wird die Hochtemperaturluft auch für andere Zapfluftsysteme wie Kabinendruck, Kabinendruckregulierung und allgemeiner Umweltkontrolle in der Kabine eingesetzt [25].

Die Materialien der Leitungen und Ventile, sowie der beaufschlagten Oberfläche, müssen den hohen Temperaturen der Triebwerksluft widerstehen können. Diese beaufschlagte Luft weist eine Temperatur von ca. 200 °C und einen Druck von ca. 1,72 bar [26]. Beim Start sowie beim Landeanflug dürfen diese Eisschutzsysteme jedoch nicht aktiviert werden, da andernfalls bei Triebwerksausfällen oder einem erneuten Durchstarten notwendige Schubleistungen fehlen. Im Allgemeinen ist der zusätzliche Treibstoffverbrauch bei Aktivierung der Zapfluftsysteme nicht zu unterschätzen und beträgt bei modernen kommerziellen Flugzeugen rund 1-1,5% [25]. Weiters dürfen diese Schutzsysteme nicht am Boden aktiviert werden, da sonst der kühlende Flugwind für die beaufschlagten Oberflächen fehlt.

Die Heißluftsysteme lassen sich im Allgemeinen in folgende Untergruppen einteilen [10]:

- Verdampfungssysteme: Diese Schutzsysteme nutzen die zugeführte Wärme, um die auftreffenden Wassertropfen direkt auf der zu schützenden Fläche zu verdampfen. Dieses System gilt als besonders energieintensiv.
- Nassfließsysteme: Hierbei wird gerade so viel Energie und Wärme aufgebracht, dass im zu schützenden Bereich das Eis auftauen und abfließen kann. Dahinter liegende Bereiche sind aufgrund von weiterfließenden Wassertropfen (mögliche Runback Ice Bildung) nicht vor Vereisungen geschützt. Nur Flächen, bei denen dieses Runback Ice keine kritische Gefahr darstellt, sollten aus diesem Grund mit Nassfließsystemen ausgestattet werden. Vorteil der Nassfließsysteme ist der geringere Energieverbrauch.
- Zyklischen Enteisungssysteme: Diese Schutzsysteme lösen Eis durch periodisch zugeführte Wärme ab. Solche Systeme benötigen ebenfalls weniger Energie als kontinuierlich laufende Verdampfungssysteme.

Ein Triebwerksbauteil, das potenziellen Vereisungsbedingungen ausgesetzt ist und daher mit einem Heißluftsystem beaufschlagt wird, ist der Spinner beziehungsweise Nasenkonus. Dieser soll die einströmende Luft möglichst verlustfrei in den Fanbereich weiterleiten und wird meist aus glasfaserverstärktem Kunststoff gefertigt. Es existieren zwei weit verbreitete Bauformen: elliptische und konische Spinner. Bei elliptischen Spinnern kommt es schon bei geringer Luftfeuchtigkeit zu Vereisungserscheinungen, weshalb diese üblicherweise mit warmer Luft aus dem Verdichter beaufschlagt werden. Diese heiße Luft wird über die hohle Niederdruckwelle aus dem Niederdruckverdichter weitergeleitet. Ein Beispiel dieser Bauform ist das Triebwerk Pratt & Whitney PW4000, das bei Flugzeugenmodellen des Typs Airbus A300 und der Boeing 747 und 767 eingesetzt wird.

Konische Spinner weisen eine deutlich spitzere Bauform auf, wodurch die Staupunktfläche verringert wird. Aus diesem Grund kommt es erst bei einer höheren Luftfeuchtigkeit zur Eisbildung, jedoch sind bei dieser Konfiguration zusätzliche aerodynamische Nachteile zu erwarten. Darüber hinaus kann die Konusspitze aus elastischem Gummi gefertigt werden. Vereisungen, die im Regelfall unsymmetrisch auftreten, erzeugen aufgrund der entstehenden Unwucht Schwingungen auf der Gummispitze und schütteln so den Eisabsatz ab.

Ein Zwischenmodell stellen konisch-elliptische Spinner, die über einen konischen Konturbeginn verfügen und in weiterer Folge elliptisch enden. Diese sollen Vorteile der beiden vorherigen Typen kombinieren und finden bei Triebwerken von den Firmen CFM und GE Aviation ihre Anwendung [18].

2.1.3.3 Elektrische Schutzsysteme

Elektrische Schutzsysteme verhindern die Eisbildung der Flugzeugoberflächen ebenfalls durch thermische Energiezufuhr und sind auch in die drei Untergruppen einzuteilen:

- Verdampfungssysteme
- Nassfließsysteme
- Zyklische Enteisungssysteme

Innerhalb dieser Kategorien werden Heizfolien, Heißfilme und Heizdrahtnetze als elektrische Widerstandsheizungen eingesetzt, um Oberflächen und Komponenten zu erwärmen und über 0 °C zu halten. Nicht transparente Flächen bei Flugzeugen können mit elektrisch-zyklischen Enteisungssystemen ausgestattet werden, um die Vereisungseffekte zu reduzieren. Durchgängig heizende Verdampfungssysteme würden hier deutlich höhere Energieanforderungen mit sich bringen, die beispielsweise größere Flugzeugtypen (Boeing 787) mit breiten Flügelspanweiten nicht problemlos erfüllen können. Die intervallbeheizte Fläche wird durch Trennstreifen in mehrere Teilflächen aufgeteilt. Diese Streifen sind in der Regel entlang der Staupunktlinie ausgerichtet und sollen dafür sorgen, dass sich keine Eisbrücken ausbilden können. Sobald sich die Adhäsionskräfte zwischen Eis und Haftfläche durch Anschmelzen ausreichend reduzieren, wird das Eis durch aerodynamische und zentrifugale Kräfte abgetragen. Wird zu wenig Energie durch das Beheizungssystem zur Verfügung gestellt, kann es zur Ausbildung der bereits erwähnten Eisbrücken kommen. Auf der anderen Seite kann es jedoch auch zu einem Übermaß an Schmelzwasser (erneute Gefahr von Runback Ice) kommen, sobald zu viel Leistung vom Heizsystem auf die Fläche aufgetragen wird. Aus diesem Grund ist das Zeitintervall der zyklischen Enteisung klar zu definieren und befindet sich meist im Bereich von 3-4 Minuten.

Bei großen Flächen ist der hohe Energiebedarf ein stark limitierender Faktor bei der Auslegung der elektrischen Widerstandssysteme. Da in der Luftfahrt das Gesamtgewicht und die Gewichte der Subsysteme eine übergeordnete Rolle in der Gestaltungs- und Entwicklungsphase spielen, können zusätzliche Batterien oder Generatoren dem Luftfahrzeugsystem nur schwer hinzugefügt werden. Für Cockpitscheiben werden in der Regel elektrische Widerstandssysteme angewendet, bei denen die Windschutzscheibe durch einen transparenten Film oder ein Heizdrahtnetz beheizt wird. Dabei ist zu beachten, dass durch die erhöhte Temperatur der geforderte Widerstand und Zähigkeit der Scheibe gegen möglichen Vogelschlag nicht vernachlässigt wird. Alternativ können aber auch Heißluftsysteme an Cockpitscheiben installiert werden, die gleichzeitig als Regenschutzanlage dienen. Der Luftstrahl verhindert hierbei den Wasseraufprall durch Ablenkung der Wassertropfen und trägt dazu bei, dass das Wasser von der Scheibenoberfläche abgeleitet wird oder zu verdunsten [10].

2.1.3.4 Elektro-Magnetische Impulse

Eine weitere Möglichkeit zur Enteisierung von Flugzeugoberflächen stellt der Einsatz von elektromagnetischen Impulsen dar. Über elektromagnetische Spulen wird Spannung induziert, wodurch aufgrund der entstehenden Kräfte des Magnetfeldes zwischen Spule und Metalloberflächen Schwingungen erzeugt werden. Durch diese Schwingungen wird die Eisschicht aufgebrochen und in weiterer Folge abgetragen. Diese Methode gilt als energiesparend, die notwendigen Systeme sind jedoch meist teuer und weisen ein hohes Gewicht auf. Bisher wird dieses Verfahren daher nur vereinzelt eingesetzt [26].

2.1.3.5 Flüssigkeitseisschutzsysteme

Im Kontext von Flüssigkeitseisschutzsystemen werden die zu schützenden Oberflächen mit Enteisungsflüssigkeiten, meist auf Basis von Glykol, behandelt. Hierbei erfolgt eine Unterscheidung zwischen Anti- und De-Icing:

- Beim Anti-Icing wird die Enteisungsflüssigkeit mit den Wassertropfen vermischt, wodurch die Gefrierpunkttemperatur gesenkt wird. Hierdurch kommt es bei leichten bis mittelmäßigen Eisverhältnissen zu keiner Eisbildung und das Wasser-Flüssigkeitsgemisch wird im Flugbetrieb abgetragen.
- Beim De-Icing wird das Anwachsen des Eises auf der Oberfläche zunächst zugelassen. Bei Aktivierung des Schutzsystems wird die Enteisungsflüssigkeit zwischen Eis und Oberfläche gepumpt, wodurch die Adhäsionskräfte geschwächt werden.

Bei Anti- sowie De-Icing Systemen wird die Flüssigkeit durch kleine Löcher an der Oberfläche oder durch Aufsprühen aufgetragen, wobei die porösen Oberflächen meist aus gesintertem, rostfreiem Stahl oder lasergebohrtem Titan gefertigt werden. Diese Systeme sind auch unter der Bezeichnung TKS (Tecalemit-Kilfrost-Sheepbridge Stokes) bekannt, benannt nach den Unternehmern, die erstmals solch ein System gemeinsam entwickelten.

Bei Propellern wird die Enteisungsflüssigkeit mittels einer Druckpumpe intern über einen Verteilerring auf die einzelnen Propellerblätter aufgeteilt. Die eigentliche Auftragung über die gesamte Länge erfolgt über die Zentrifugalkraft und aufgeklebte Führungen zu gleichmäßigerer Ausbreitung [27]. Die notwendigen Flüssigkeiten müssen im Allgemeinen in einem Zusatztank mitgeführt werden und können je nach Menge zu einer nicht zu vernachlässigenden Gewichtszunahme führen. Aufgrund der Gewichtslimitierung und dem begrenzten Platz für Zusatztanks ist die Anzahl der möglichen Enteisungszyklen begrenzt. Die Menge der mitgeführten Flüssigkeiten ist an das Einsatz-/Missionsprofil, die Flugdauer und die Wetterbedingungen anzupassen. Eine Wiederverwendbarkeit der Enteisungsflüssigkeiten wird meist nicht vorgesehen. Am Flugfeld müssen diese Flüssigkeitsmischungen bei den entsprechenden Witterungsbedingungen direkt durch das Flughafenpersonal unter Einhaltung der entsprechenden Richtlinien auf die Flugzeugoberflächen auftragen werden. Weiters sind in diesem Fall sind durch Regelungen klare Zeitfenster charakterisiert, in denen der darauffolgende Flugzeugstart stattfinden muss.

Die verwendeten Vereisungsschutz- und Enteisungschemikalien enthalten in der Regel eine Vielzahl an Additiven (rund 10-20%), beispielsweise Korrosions- und Rostschutzmittel, Verdickungsmittel und Tenside. Diese verfügen meist über eine hohe Toxizität und können daher in der konzentrierten Anwendung problematisch für die Umwelt sein [28].

2.1.4 Eiswarnsysteme

Zur korrekten und rechtzeitigen Aktivierung der Schutzsysteme sind entsprechend verlässliche Eiserkennungs- und Eiswarnsysteme notwendig. Manuelle Sichtererkennung und Erfahrung der Piloten, sowie die Beobachtung von Scheibenwischern und Staupunkte an Profilvorderkanten sind ebenso zu nennen wie moderne elektronische Erkennungssensoren. Eiserkennungssonden sind an der Flugzeugoberfläche im freien Luftstrom montiert und vibrieren aufgrund der Schwingungen in einer bestimmten zu erwartenden Frequenz. Tritt Eisbildung an der Sonde auf, verändert sich diese Frequenz, woraufhin die entsprechenden Schutzsysteme aktiviert werden. Damit nach erstmaligem Vereisen die Sonden erneut einsatz- und betriebsfähig bleiben, müssen auch diese mit Heizelementen ausgestattet sein. Zusätzliche Sensoren zur Messung der Geschwindigkeit, Temperatur und des Umgebungsdruckes müssen zur Einhaltung der Einsatzfähigkeit ebenfalls durch Heizelemente vor der Vereisung geschützt werden. Hier werden beispielsweise bei Widerstandsthermometern, die zur Temperaturmessung am Triebwerkseinlauf eingesetzt werden, beheizte Mäntel genutzt [10].

2.2 Wasser- und eisabweisende Oberflächen

2.2.1 Benetzung und Kontaktwinkel

Die Entwicklung widerstandsfähiger Materialien und resistenter Oberflächen ist ein fortwährendes Ziel von Forschung und Industrie. In den letzten Jahren steht besonders die Erforschung wasserabweisender Eigenschaften im Fokus. Die Anwendung von Biomimetik zielt in diesem Kontext darauf ab, die in der Natur vorkommenden hydrophoben Merkmale besser zu verstehen und durch Nachahmung für technische Anwendungen zu adaptieren. In diesem Zusammenhang wurde der Lotus-Effekt 1970 von Wilhelm Barthlott entdeckt und beschreibt die geringe Benetzbarkeit von Oberflächen, wie sie bei der namensgebenden Lotuspflanze vorkommt, wobei vor allem die genaue Blattmorphologie hierbei eine große Rolle spielt. Durch die Kombination der auf der Pflanze auftretenden, mikro- und nanoskaligen Strukturen sowie der geringen Oberflächenenergie perlen Wassertropfen direkt ab und waschen so Schmutz- und Staubpartikel von der Oberfläche. Dies verleiht der Pflanze selbstreinigende Eigenschaften, aufgrund dessen sie selbst in schlammigen Umgebungen sauber bleibt. Dieses superhydrophobe Verhalten im Falle der Lotus-Pflanze bedeutet, dass der Wassertropfen die Mikrostrukturräume auf dem Blatt nicht vollständig benetzen kann und so nur geringe Adhäsionskraft zwischen Wasser und Blatt vorliegen. Diese geringen Kräfte treten auf, da das Wasser die Strukturräume nicht vollständig ausfüllt und Luft zwischen Flüssigkeit und Oberfläche vorhanden bleibt [29].

Als Benetzungsprozess (wetting process) wird die Wechselwirkung von Flüssigkeit und fester/gasförmiger Phase und dem Ausbilden einer Grenzfläche zwischen einer Flüssigkeit und einem Festkörper bezeichnet. Die Benetzung der Oberfläche ist stark abhängig von der Oberflächenchemie, der vorliegenden Oberflächenstruktur sowie der Art der Flüssigkeit und wird über den Kontaktwinkel quantifiziert. Der Kontaktwinkel ist jener Winkel, der zwischen der Festkörperoberfläche und der Oberfläche der benetzenden Flüssigkeit auftritt und wird gemessen ausgehend von der Festkörperoberfläche und der Tangente zur Tropfenoberfläche (ausgehend vom Dreiphasenpunkt). Dieser Kontaktwinkel kann experimentell einfach über die Methode des abgesetzten Wassertropfens (sessile drop method) gemessen werden, bei der ein einzelner Tropfen auf der untersuchten Probe abgesetzt wird. Dieses Verfahren wurde auch im Zuge der vorliegenden Arbeit angewendet [29].

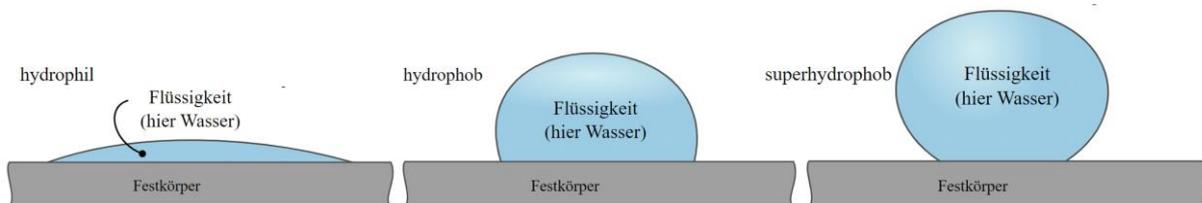


Abbildung 3 - Benetzungsverhalten, hydrophil (links), hydrophob (mitte), superhydrophob (rechts) [30].

Benetzende (wetting) und nicht benetzende (non wetting) Oberflächen werden häufig aufgrund dieser Kontaktwinkelmessungen bewertet und bei Benetzung mit Wasser in die Klassen hydrophob und hydrophil eingeordnet (Abbildung 3). Tritt ein Kontaktwinkel unter 90° auf, spricht man von einem hydrophilen Benetzungsverhalten, also einer hohen Benetzbarkeit (high wettability). Bei Kontaktwinkeln von 90° bis 150° liegt hydrophobes Verhalten vor und darüber hinaus ($> 150^\circ$) superhydrophobes Verhalten (Abbildung 3). Hierbei ziehen sich die aufliegenden Flüssigkeiten zu nahezu kugelförmigen Tropfen zusammen. Ideale superhydrophobe Oberflächen wie das Lotus-Blatt weisen des Weiteren einen niedrigen Abrollwinkel ($< 10^\circ$) und eine niedrige Hysterese ($< 5^\circ$) auf. Als Abrollwinkel wird jener Winkel bezeichnet, bei dem der Wassertropfen von der untersuchten

Oberfläche abrollt, beziehungsweise abrutscht. Die Hysterese wird wiederum als die Differenz, also der Abweichung, zwischen dem fortschreitenden/maximalen (θ_a) und zurückgehenden/minimalen (θ_r) Kontaktwinkel definiert. Die Messung dieser Kontaktwinkel wird in der Regel durch dynamische Erhöhung des Tropfenvolumens mit vordefinierten Minimal- und Maximalwassermengen gemessen und erfolgt mit Hilfe eines Kontaktwinkelmessgerätes. Darüber hinaus korreliert die Kontaktwinkelhysterese häufig mit dem Abrollwinkel, wodurch die Hysterese zur Vorhersage des Abrollwinkels von texturierten Oberflächen durch eine modifizierte Cassie-Baxter-Beziehung verwendet werden kann [31]. Beide Messungen (Abrollwinkel und Hysterese) wurden bei der Analyse der hergestellten Oberflächen im Zuge dieser Arbeit angewendet.

Eine Besonderheit in der Natur stellen Rosenblätter dar. Wassertropfen nehmen auf diesen zwar einen sehr hohen Kontaktwinkel im superhydrophoben Bereich ein, rollen jedoch nicht vom Blatt ab, da weiterhin starke Adhäsionskräfte vorliegen. Im Vergleich zum bereits vorgestellten Lotus-Effekt sind die Strukturen des Rosenblütenblattes größer als bei der Lotus-Pflanze. Hierdurch kann die Flüssigkeit die Rillen und Strukturen vollständig ausfüllen und es kommt zu keinem Ausbilden von Lufträumen. Die hier vorliegenden Adhäsionskräfte sind somit höher als bei der Lotus-Pflanze. Bushan et al. [32] verglich zwei Arten von Blütenblättern, die zwar beide hohe Kontaktwinkel, jedoch einerseits hohe und andererseits niedrige Adhäsionskräfte aufweisen. Rosenblätter mit einer hohen Haftkraft hatten eine Mikrostruktur mit einer geringen „peak to base“ Höhe und einen größeren „pitch“ Wert (Spacing/Dichte der Struktur), sowie einer geringen Dichte der Nanostrukturen. Bei den Rosenblättern mit einer geringen Adhäsion waren diese Eigenschaften gegenteilig.

Durch die Young'sche Gleichung kann die Benetzung einer idealen Festkörperoberfläche über den vorgestellten Kontaktwinkel θ_c einfach beschrieben werden [33]:

$$\cos \theta_c = \frac{\gamma_{SG} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LG}}$$

γ_{SV} , γ_{SL} und γ_{LV} beziehen sich auf die Grenzflächenspannungen an den Grenzen zwischen dem Feststoff (solid S), der Flüssigkeit (liquid L) und dem Gas (gas G). Die ideale Festkörperoberfläche wird hierbei als homogen, unlöslich, isotrop, glatt und nicht deformierbar definiert. Somit beschreibt die angegebene Formel die Beziehung und das Kräftegleichgewicht zwischen Kontaktwinkel und den Adhäsions- beziehungsweise Kohäsionskräften und stellt ein thermodynamisches Gleichgewicht dar. Zusätzlich kann die Oberflächenenergie über den Kontaktwinkel indirekt bestimmt werden (Abbildung 4).

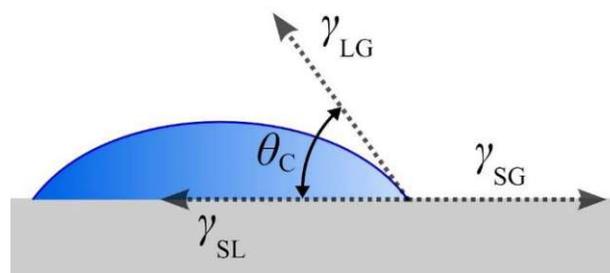


Abbildung 4 – Idealer Kontaktwinkel nach Young [34].

2.2.2 Benetzung auf strukturierten Oberflächen

Da Oberflächen in der Realität nicht den Anforderungen einer idealen Festkörperfläche entsprechen und stattdessen raue Strukturen aufweisen, kommt es zu Abweichungen des idealen Kontaktwinkels gemäß Young. Dieser Umstand wird zusätzlich durch die bereits erwähnte Kontaktwinkelhysterese

verdeutlicht, da dieser die Haftkräfte bei Messung des verringerten und vergrößerten Wassertropfens miteinbezieht. Diese Haftkräfte sind wiederum abhängig von der Oberflächentopografie und somit von der Rauheit der vorhandenen Oberflächenstrukturen.

Strukturierte oder texturierte Oberflächen können in ein homogenes oder heterogenes Benetzungssystem eingeteilt werden. Bei einer homogenen Benetzung werden die Oberflächenstrukturen und -rillen durch die Flüssigkeit vollständig ausgefüllt, bei der heterogenen Benetzung liegt der Tropfen jedoch praktisch auf diesen Rillen und füllt sie dadurch nicht aus. Dadurch bleiben Luftblasen zwischen Wasser und Feststoff erhalten, weshalb dieser Zustand als heterogen bezeichnet wird.

Verschiedene entwickelte Modelle ermöglichen eine präzisere Beschreibung des Benetzungsverhaltens von strukturierten und rauen Oberflächen. In weiterer Folge wird auf das Wenzel und das Cassie-Baxter Modell weiter eingegangen [33].

2.2.2.1 Wenzel-Modell:

Für den Fall der homogenen Benetzung kann das Wenzel-Modell (Abbildung 5) den Kontaktwinkel mit der folgenden Gleichung beschreiben [33]:

$$\cos \theta^* = r * \cos \theta_Y$$

Als θ^* wird der scheinbare Kontaktwinkel definiert, der dem stabilen Gleichgewichtszustand entspricht. Der Winkel θ repräsentiert den bereits vorgestellten idealisierten Kontaktwinkel aus der Young'schen Gleichung. Über r wird das Rauheitsverhältnis der vorliegenden realen Oberflächenrauheit gegenüber einer idealen Oberfläche miteinbezogen und berechnet sich aus dem Verhältnis der tatsächlichen Fläche der festen Oberfläche zur projizierten Fläche. Dieses Verhältnis nimmt Werte im Bereich von 1 bis 1,7 an. Übersteigt der Faktor den Wert 1,7, kommt es zu einer Abnahme der Hysterese, entgegen der Wenzel-Abschätzung [29]. Diese Abnahme der Hysterese ist auf den Übergang vom Wenzel-Zustand zum Cassie-Baxter-Zustand zurückzuführen, da es zu Lufteinschlüssen zwischen Flüssigkeit und Oberflächenstruktur kommt.

Das Wenzel-Modell ist im Allgemeinen nur unter der Voraussetzung gültig, dass die Tropfengrößen ausreichend groß im Vergleich zur Oberflächenrauheitsskala sind. Dies gilt auch für das folgende Cassie-Baxter Modell.

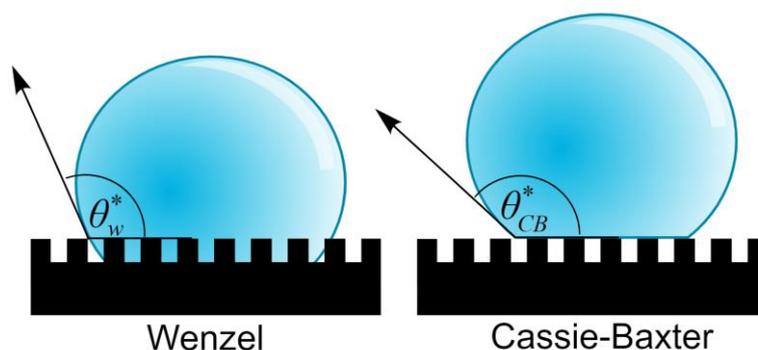


Abbildung 5 - Benetzung strukturierter Oberflächen; Wenzel-Modell (links); Cassie-Baxter-Modell (rechts) [35].

2.2.2.2 Cassie-Baxter-Modell:

Im Falle heterogenen Oberflächen wird das vorgestellte Wenzel-Modell nicht herangezogen, sondern ein komplexeres Modell benötigt. Diese Oberflächen werden durch das Cassie-Baxter Modell (Abbildung 5) beschrieben, welches über die folgende Gleichung definiert wird [33]:

$$\cos \theta^* = r_f * f * \cos \theta_Y + f - 1$$

Über den Faktor r_f wird erneut das Rauheitsverhältnis in das Modell miteinbezogen, wobei zusätzlich die genauere Strukturgeometrie über Strukturhöhe und -abstand in die Berechnung des Rauheitsfaktors miteinfließt. Die Variabel f repräsentiert den Anteil der benetzten, festen Oberfläche. Im Fall $r_f = 1$ und $f = 1$ geht die Cassie-Baxter Gleichung in die Wenzel-Gleichung über.

Ob sich ein Wenzel- oder ein Cassie-Baxter Zustand einstellt, wird maßgeblich über die Geometrie der Oberflächenstruktur, die Oberflächenspannung des Tropfens sowie die Oberflächenenergie des Festkörpers bestimmt.

2.2.3 Methoden zur Herstellung von superhydrophoben Oberflächen

Inzwischen existieren die verschiedensten Methoden zur Übertragung der superhydrophoben Oberflächeneigenschaften aus der Natur auf die technische Anwendung [36]. Die Implementierung biomimetischer, superhydrophober Oberflächen eröffnet ein breites Anwendungsspektrum in den verschiedensten Bereichen und Problemstellungen, wie etwa:

- Anti-Icing Oberflächen [37]
- Anti-Drag Oberflächen [39]
- Anti-Fog Oberflächen [40]
- selbstreinigende Oberflächen [38]
- Biomedizinische Anwendung [41]
- Sonstige [41]

Nach Guo et al. [42] lassen sich die Herstellungsverfahren superhydrophober Oberflächen in folgende Kategorien unterteilen:

- Erhöhung der Oberflächenrauheit zur Verringerung der Kontaktflächen zwischen den Grenzflächen
- Verringerung der Oberflächenenergie durch die Behandlung von Oberflächen mit Chemikalien
- Herstellung von Oberflächen unter Verwendung energiearmer Materialien

In den folgenden Kapiteln werden einige der möglichen Herstellungsverfahren grob vorgestellt.

2.2.3.1 Spin Coating/Spray Coating/Dip Coating

Das Spin-Coating, also die Rotationsbeschichtung, ist ein Verfahren, das häufig in der Halbleiter- und Mikrosystemtechnik angewendet wird. Die aufzutragende Lösung wird in der Mitte der Oberfläche platziert und durch Rotation gleichmäßig verteilt. Die Zentrifugalkraft sorgt dafür, dass sich auf dem Substrat ein gleichförmiger, dünner Film ausbildet. Die geringen Abweichungen der Schichtdicke wird

als großer Vorteil des Spin Coating Verfahrens gesehen, wobei die Dicke der Schicht zusätzlich durch die chemischen Eigenschaften der Lösung und der Drehgeschwindigkeit verlässlich vorhergesagt und gesteuert werden kann. Für die Herstellung superhydrophober Oberflächen können verschiedene Verbindungen aufgetragen werden, beispielsweise Perfluorsilan-Titanoxid [43]. Zusätzlich kann zur Verbesserung der Haftkräfte zwischen der Oberfläche und der Beschichtung sowie zur Erhöhung des Korrosionswiderstands vor dem Beschichtungsverfahren Haftvermittler auf die Substratoberfläche aufgetragen werden.

Neben dem Spin Coating kann die Beschichtung auch durch das Spray Coating, also Sprühbeschichten, aufgebracht werden.

Eine andere Form der Oberflächenbeschichtung stellt das direkte Eintauchen des Substrats in die Lösung dar, bekannt als Tauchbeschichtung oder Dip Coating. Beispielsweise können superhydrophobe Oberflächen mit blumenartige Mikrostrukturen und einem Kontaktwinkel von 162° durch das Eintauchen von Kupfersubstraten in Fettsäurelösungen erzeugt werden [44]. Eine andere Möglichkeit wäre auch das Eintauchen von Kupfersubstraten in Ammoniaklösungen oder AgNO_3 -Lösungen und die anschließende Behandlung mit Fluorisierungsmittel zu Herstellung von dendritischen Silbernadelstrukturen oder Kupferhydroxid-Nanoarrays [29].

2.2.3.2 Casting

Das sogenannte Casting, im Deutschen Gießen, bezeichnet eine nasschemische Methode, bei der Nanopartikel, Präpolymere, Vernetzer oder Blasen aufgeschwemmt werden und daraufhin erstarren. Eine häufige Anwendung ist die Herstellung von gleitfähigen Oberflächen durch Hinzugabe von Schmiermitteln. Die Erstarrung kann physikalisch oder auch chemisch erfolgen, beispielsweise durch das Einfrieren des Gussteils. Bei vielen Metallen auf Kohlenstoffbasis ist eine darauffolgende Nachbehandlung (beispielsweise Sintern) notwendig. Das Verfahren gilt als wirtschaftlich, simpel und kann für eine Vielzahl an Materialkombinationen eingesetzt werden [29].

2.2.3.3 Layer-By-Layer Deposition

Die Layer-By-Layer Beschichtung (Schicht für Schicht) ist eine Methodik zur Herstellung von dünnen, nanoskaligen Substratbeschichtungen als Multi-Schichtsystem. Das Verfahren nutzt die Adsorption von alternierenden Polyelektrolytschichten mit entgegengesetzten Ladungen, um einen mehrschichtigen Film mit der erforderlichen Dicke zu erreichen. Beispielsweise kann durch das abwechselnde Eintauchen von Kompositpolymeren in kationische und anionische Lösungen eine alternierende Schicht inklusive Oberflächentextur erzeugt werden [29].

2.2.3.4 Electrospinning

Durch die Methodik des Electrospinning werden superhydrophobe Polymerlösungen, wie zum Beispiel Polystyrol (PS), Polyvinylidenfluorid (PVDF), Fluoralkylpolyhedral oligometric silsesquioxane (POSS) und Nanofasern zu einer Membran verwoben (Abbildung 6). Diese Membran kann je nach angelegter Spannung und Durchflussrate der Lösung unterschiedliche Rauheiten aufweisen und verfügt über

hydrophobe Eigenschaften. Ablagerungen sowie unerwünschte Ausrichtungen der Elektrospinn-Nanofaser können aufgrund elektrischer Instabilitäten eine Herausforderung darstellen. Durch erhöhte Konzentration der Polymerlösung und der darauffolgenden Struktur auf dem Substrat kann es zur Ausbildung von Perlenformen kommen (Abbildung 6). Hybride Lösungen aus Polymeren und Nanopartikeln können auch mit Nanoprofilen elektrogewoben werden, wodurch sich die superhydrophoben Strukturen verbessern. Diese Nanostrukturen werden durch Nanopartikel gebildet und aus den Fasern können rillenartige Strukturen erzeugt werden [29], [45].

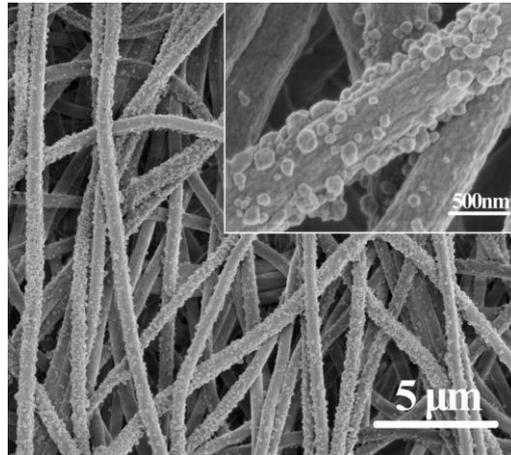


Abbildung 6 - Elektrogespinnene Polyacrylnitril (APAN)-Nanofasern (APAN-Ag-SR-30) [45].

2.2.3.5 Fotolithografie

Zur Herstellung von Mikroarray-Oberflächen mit vorgegeben Geometrien kann das Verfahren der Fotolithografie eingesetzt werden. Durch die Kombination von Diffusorlithographie und Replikationstechnik können mikrostrukturierte Oberflächen aus Polydimethylsiloxan (PDMS) erzeugt werden. Die Hydrophobie kann durch die Beschichtung der Oberfläche mit einer Fluorpolymerschicht zusätzlich verbessert werden. Spezielle überhängende Mikroscheibenmuster können durch ein zweistufiges Lithographieverfahren ebenfalls generiert werden (Abbildung 7) [46]. Auch die Erzeugung von Mikrorillen für die gerichtete Verteilung und dem Transport von Flüssigkeiten durch lithografische Verfahren ist möglich [29].

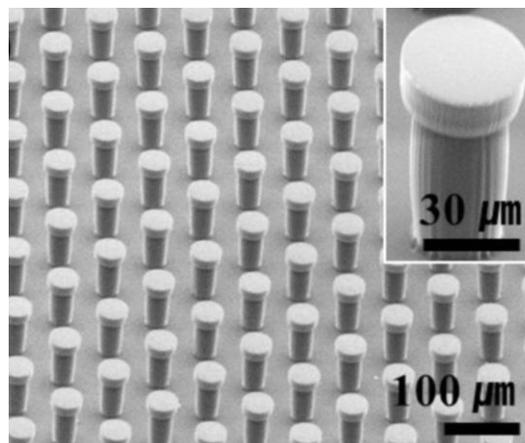


Abbildung 7 - Überhängende Mikroscheibenmuster erzeugt durch ein zweistufiges Lithographieverfahren [46].

2.2.3.6 Etching/Ätzen

Durch das Ätzen/Etching von Oberflächen kann Substratmaterial gezielt und selektiv abgetragen werden. Durch dieses Materialabtragen können vordefinierte Oberflächengeometrien und komplexe 3D-Mikrostrukturen generiert werden. Je nach Phase des Ätzmittels wird das Verfahren in Nass- oder Trockenätzen eingeteilt, wobei beim Nassätzen eine Ätzlösung und beim Trockenätzen reaktive Ionen eingesetzt werden. Trockenätzverfahren haben weiters den Vorteil, Material anisotrop abzutragen und Strukturen mit hoher Auflösung, gutem Aspektverhältnis und hoher Genauigkeit herzustellen. Als großer Nachteil wird jedoch die Verunreinigung des Substrats durch Chemikalien genannt. Superhydrophobe Oberflächen können durch anisotropes Ätzen von einem hydrophilen Siliziumdioxid-Substrat erzeugt werden. Die hierfür entstehenden Strukturen werden als doppelte serifenförmige T-Mikroarrays beschrieben [47]. Dieses Verfahren führt zusätzlich zu omniphoben Materialeigenschaften [29].

2.2.3.7 Laserstrukturierung und LIPSS

Durch Laserstrukturierung können Oberflächenschichten berührungsfrei bearbeitet und komplexe Geometrien im nano- und mikroskaligen Bereich erzeugt werden. Beispielsweise kann unter anderem durch die Anwendung von ultrakurzen Laserpulsen unter bestimmten Bearbeitungsbedingungen rippelförmige Strukturen erzeugt werden. Diese treten auf, sobald sich die Fluenz des linear polarisierten Laserstrahls in der Nähe der Ablationsschwelle des zu bearbeiteten Materials befindet. Diese sogenannten laserinduzierten periodischen Oberflächenstrukturen (LIPSS) (Abbildung 8) wurden erstmalig in den 1960er Jahren entdeckt [48] und bestehen aus wellenförmigen Ripples mit einer regelmäßigen Periodizität. Diese Periodenlänge der auftretenden Nanostrukturen ist gleich oder kleiner der Wellenlänge der eingesetzten Laserquelle [29].

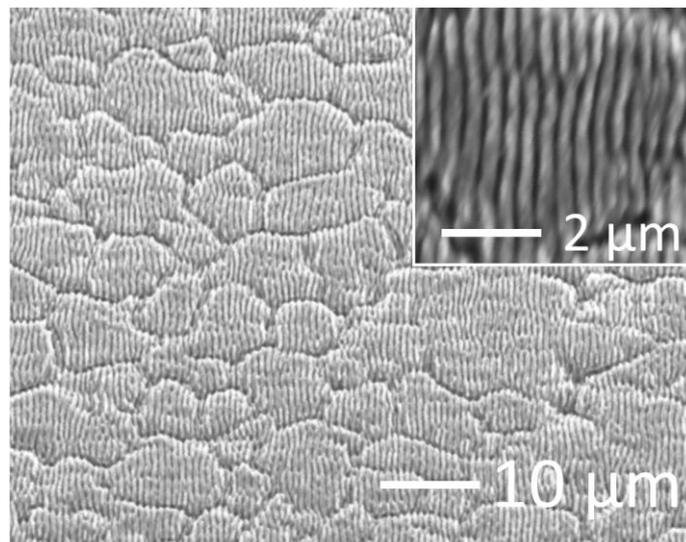


Abbildung 8 - LIPSS auf Edelstahl, hergestellt im Rahmen dieser Arbeit.

Die Bildung der LIPSS kann durch einen Kopplungsmechanismus zwischen dem einfallenden Laserlicht und den Oberflächenplasmonen erklärt werden, der zu der Anregung der sogenannten Oberflächenplasmonenpolaritonen (SPP) führt [49]. Diese Oberflächenplasmonen können als

kollektive Schwingungen von freien Elektronen (oder als Elektronenplasma) gegenüber ihren Ionenrümpfen beschrieben werden. Werden sie angeregt, sind SPPs evaneszente, longitudinale, transversale und magnetische Modenwellen, die sich an der Grenzfläche zwischen einem Metall und einem Dielektrikum ausbreiten. Theoretisch ist die Anregung von SPPs möglich, sobald entweder die Phasengeschwindigkeiten des einfallenden Lichts und der sich ausbreitenden Plasmon-Polariton-Wellen aufeinander abgestimmt sind [50] oder durch Kopplung über die Oberflächenrauheit [51]. Zusätzlich können die resultierenden Ripples oder LIPSS können anhand ihrer Ortsperiode unterschieden werden, die normalerweise im Bereich von $0,5 \leq \Lambda/\lambda \leq 1$ liegt, wobei Λ die Ortsperiode und λ die einfallende Laserwellenlänge ist.

Im Fall, dass sich die Periodizität im Bereich der Laserstrahlenwellenlänge befindet, spricht man von Low Spatial Frequency LIPSS. Falls sich die Ortsperiode der LIPSS deutlich unter der Wellenlänge des Strahls befindet, entstehen High Spatial Frequency LIPSS. Des Weiteren ist zur hierarchischen Einordnung der Strukturen eine Unterscheidung zwischen primärer und sekundärer Ripples möglich. Primäre Ripples sind die grundlegenden, durch Laserlicht direkt erzeugten periodischen Strukturen auf größeren Längenskalen, die in der Abbildung 8 ersichtlich sind. Sekundäre Ripples sind zusätzliche Strukturen, die auf bereits vorhandenen primären Ripples entstehen, mit kleineren Periodizitäten. Die Entstehung dieser sekundären Strukturen wird mit der Relaxation hoch angeregter instabiler Oberflächenschichten begründet [52].

Eine weitere Eigenschaft der LIPSS ist die Entstehung eines Beugungsgitters, an dem das einfallende Licht in Abhängigkeit der Periodizität der Oberfläche und des Einfallswinkels reflektiert wird. Aus diesem Grund ergibt sich bei Betrachtung der LIPSS-Oberflächen bei weißem Licht ein regenbogenartiges Farbmuster.

Nach der Laserbearbeitung bilden sich an der Oberfläche Metalloxide aus, die aufgrund der entstehenden hohen Oberflächenenergien zu einem hydrophilen Benetzungsverhalten führen [53]. Durch diese polare Oxidschicht werden Wassermoleküle aus der Umgebungsluft angezogen und es kommt zur Ausbildung einer hydroxylierten Schicht. Hydroxylgruppen können zur Chemiesorption von organischen Molekülen, beispielsweise Kohlenwasserstoffen führen, die in weiterer Folge die Entstehung einer unpolaren, hydrophoben Schicht ermöglichen [54]. Dieser Umwandlungsprozess von polar (hydrophil) zu nicht-polar (hydrophob) kann jedoch je nach der Lagerungsbedingungen mehrere Tage bis Monate dauern [55]. Zur Beschleunigung dieser Transformationszeit oder auch Verstärkung der hydrophoben Eigenschaften können Beschichtungen, zum Beispiel bestehend aus Fluorsilan [56], Alterungsprozesse [57] oder Vakuumbehandlungen [53] herangezogen werden. In Rahmen dieser Arbeit wurden ebenfalls verschiedene Behandlungsverfahren (Vakuum, Benzin, Beschichtungen) eingesetzt und die Ergebnisse verglichen.

Die Laserstrukturierung bietet den großen Vorteil der Flexibilität bei den anwendbaren Materialien (LIPSS Strukturen auf Metallen, Halbleitern und Polymere [58]) sowie die Möglichkeit der kontrollierten Erzeugung von komplexen Geometrien. In der vorliegenden Arbeit wurden die Metalloberflächen mithilfe eines Femtosekunden-Lasers strukturiert. Zur Erzeugung von LIPSS oder superhydrophober Oberflächen, können jedoch auch andere Lasersysteme, wie Pico oder Nanosekundenlaser, herangezogen werden, die kostengünstigere Alternativen darstellen [52].

2.2.4 Eisabweisende Eigenschaften von superhydrophoben Oberflächen

Im Allgemeinen lässt sich die Forschung zum Thema Vereisungsschutz in zwei Teilgebiete unterteilen:

- Verzögerung der Eisbildung
- Verringerung der Eisadhäsion

Superhydrophobe Oberflächen konnten aufgrund ihrer Grenzflächenbenetzbarkeit und Adhäsionseigenschaften mit Wasser und Eis sowohl im Labor als auch unter natürlichen Bedingungen vielversprechende Anti-Icing Fähigkeiten in beiden beschriebenen Teilgebieten aufweisen. Da es sich bei den Benetzungs-, Vereisungs- und Anhaftungsverhalten auf den superhydrophoben Oberflächen jedoch um vielschichtige Interaktionen handeln, an dem verschiedene Oberflächeneigenschaften und Umweltbedingungen beteiligt sind, sind die genauen physikalischen Mechanismen nach wie vor Gegenstand aktiver Forschung [42].

Die Bildung von Eis erfolgt gemäß der Keimbildungstheorie durch die Entstehung eines Keimes und sein anschließendes Wachstum. Grundsätzlich kann diese Bildung auf zwei Arten erfolgen:

- Die homogene Keimbildung findet in Wasser ohne Einfluss von Oberflächen und Fremdpartikeln oder -stoffen statt.
- Die heterogene Keimbildung findet an heterogenen Keimen statt, beispielsweise Staub, Moleküle, Bakterien oder Oberflächen.

Zunächst muss sich ein Kristallit bilden, der spontan auftreten oder durch äußere Einflüsse wie Temperatur-, Druckänderungen oder von Fremdpartikeln ausgelöst werden kann. Dieser Kristallit ist jedoch meist instabil und löst sich nicht wieder in der Flüssigkeit. Zur stabilen Ausbildung muss eine gewisse freie Energiebarriere der Gibb'schen Energie und der entsprechende kritische Radius überwunden werden. Zusätzlich muss sich die Flüssigkeit im unterkühlten Zustand befinden [42].

Die optimale Gestaltung von Anti-Eis und Anti-Frost Materialien und Beschichtungen ist nach wie vor ein Schwerpunkt der Forschung. Guo et al. [42] stellte nach Diskussion der Mechaniken der Eisbildung folgende wichtige Aspekte für die Gestaltung von Anti-Frost Oberflächen in den Vordergrund:

- Förderung der superhydrophoben Kondensation auf festen Oberflächen
- Verbesserung des selbstspringenden Abgangs der kondensierten Mikrotropfen
- Auswahl von Substratmaterialien mit hoher Wärmeleitfähigkeit

Aufgrund ihres geringen Abrollwinkels können Tropfen auf superhydrophoben Oberflächen kontinuierlich abrollen, ohne zu gefrieren oder sich anzusammeln, sobald das Substrat leicht gekippt wird. Dieses dynamische Benetzungsverhalten führt zu positiven Vereisungsschutz-eigenschaften von superhydrophoben Oberflächen im Vergleich zu unbehandelten Oberflächen. Die Reduzierung von Abrollwinkel und Hysterese ist daher eine mögliche Zielsetzung zur Verbesserung des Vereisungsschutzes. Allerdings zeigen aktuelle Forschungsarbeiten, dass die Beziehung zwischen Hysterese und Eisadhäsion nicht vollständig geklärt ist und eine niedrige Hysterese nicht automatisch eine geringe Eisadhäsion vorhersagt. Dennoch kann die Hysterese einer Oberfläche bereits bei der Herstellung von Strukturen gesteuert werden. Im Allgemeinen bilden flache, geschlossen-zellige Strukturen (z. B. waben- und gitterförmige Strukturen) eine kontinuierliche dreiphasige Kontaktlinie und bewirken somit eine hohe Hysterese. Auf der anderen Seite erzeugen beliebige offen-zellige Strukturen (wie Mikro-/Nanostäbchen und nadelartige Strukturen) diskontinuierliche dreiphasige Kontaktlinien und führen zu einer geringeren Hysterese [59].

Die Gefrierzeit eines Wassertropfens mit einem definierten Volumen wird maßgeblich von der Kontaktfläche zwischen Festkörper und Flüssigkeit sowie von der Wärmeleitfähigkeit des Festkörpers beeinflusst. Das bedeutet im Umkehrschluss, dass die Verringerung dieser Fest-Flüssig-Kontaktfläche und der Wärmeleitfähigkeit des Substratmaterials zu einer Verzögerung der Eisbildung und damit zu einer Verbesserung der Vereisungsschutzeigenschaften führt. Aufgrund des hohen Kontaktwinkels bei superhydrophoben Oberflächen und der daraus resultierenden geringen Kontaktfläche, weisen superhydrophobe Oberflächen dementsprechend auch eine vergleichsweise lange Gefrierzeit auf [42].

Zusätzlich zeichnen sich superhydrophobe Oberflächen durch ein dynamisch günstiges Abprallverhalten von auftreffenden Wassertropfen aus, bedingt durch das Zusammenspiel von Oberflächenrauheit und Oberflächenenergie. Das bedeutet, dass der auftreffende Tropfen vollständig von der unterkühlten Oberfläche abprallen kann, bevor es zur Keimbildung und zum Gefrieren kommt, was somit positiv zu den Vereisungsschutzeigenschaften beiträgt. Zur Verbesserung dieser Eigenschaften sollten Mikro- und Nanosäulen auf den Oberflächen erhöht und verdichtet werden. Zusätzlich weisen die oben erwähnten geschlossen-zelligen Strukturen ein deutlich besseres Abprallverhalten auf. Interessanterweise weisen Oberflächen mit kreuzförmigen Säulen (anstelle von dreieckigen Prismen, quadratischen Säulen, fünfeckigen Prismen, zylindrischen Säulen und kugelförmigen Säulen) die beste Rückpralleigenschaft aufweisen, was auf den großen Kapillardruck und die besonderen Strukturen zurückzuführen ist, die während des Aufpralls Luft in den Zwischenräumen einfangen können [42].

Obwohl bisher nachgewiesen werden konnte, dass superhydrophobe Oberflächen die Eisbildung erfolgreich verzögern, vereisen auch diese Oberflächen unweigerlich unter lang andauernden eisigen Umgebungsbedingungen. Aus diesem Grund sind wirksame Eigenschaften der Oberflächen zur Verringerung der Eisadhäsion enorm wichtig zur Sicherstellung des Vereisungsschutzes. In diesem Zusammenhang wird oft auch der Begriff der „Eisphobie“ genutzt, wobei dieser auch im Kontext der Eisbildungsverzögerung und der Abstoßung von auftreffenden Wassertropfen in der Literatur verwendet wird. Inwiefern superhydrophobe Eigenschaften mit den eisphoben Eigenschaften zusammenhängen, ist nach wie vor Gegenstand der Forschung. Beispielweise konnte Dotan et al. [60] zeigen, dass Oberflächen mit hohen Kontaktwinkeln eine geringe Eisadhäsion aufweisen. Auf der anderen Seite demonstrierte Chen et al [61], dass superhydrophobe Oberflächen nicht automatisch die besseren Eishaftungsergebnisse erzielten und sogar höhere und somit schlechtere Werte lieferten als hydrophobe und hydrophile Flächen.

In Guo et al. [42] sind für diese Abweichungen mehrere Erklärungsvorschläge beschrieben: Superhydrophobe Oberflächen können je nach Umweltbedingungen deutlich unterschiedliche eisabweisende Eigenschaften aufweisen, so liefern sie deutlich schlechtere Ergebnisse in einer Umgebung mit hoher Luftfeuchtigkeit und niedriger Temperatur. Die hohe Luftfeuchtigkeit führt zur Wasserbildung und Kondensation auf der Oberfläche und auch zwischen den Strukturen. Mit der Ausbildung von „Wenzel-Eis“ (siehe Wenzel-Modell vorheriges Kapitel) ergeben sich hieraus starke Eisadhäsionswerte aufgrund der größeren Grenzflächeninteraktion und dem mechanischen Interlocking/Verzahnen.

Ein anderer Aspekt, der von Guo genannt wird, ist die Wichtigkeit der Art der Kraftauftragung bei den Adhäsionstests. In der Literatur werden verschiedene Prüfstände angewendet, die entweder die Eisformationen über eine horizontale Scherkraft, normale Zugkraft, Vibrationskraft oder Zentrifugalkraft abtragen. Je nachdem welche Methode genutzt wird, werden unterschiedliche Werte geliefert, da sich die Spannungskonzentrationspunkte, Kraftaufnahmeflächen und Verzahnungseffekte zwischen Eis und Oberfläche grundlegend unterscheiden. Beispielsweise kommt es zu keinem mechanischen Interlocking, sobald die Eisschicht durch eine Normalkraft abgetragen wird, im

Gegensatz zum Aufbringen einer Scherkraft. Im Allgemeinen unterscheiden sich die Prüfstände in der Literatur je nach Anwender, da diese in der Regel selbst entwickelt und konzipiert wurden. So unterscheiden sich Größe und Geschwindigkeit der Kraftübertragungsprobe und der Kraftkontaktpunkt zwischen Prüfstand und Eisformation, sodass es auch hier zu Ergebnisabweichungen kommt. Als letzten Punkt nennt Guo die Korrosionsbeständigkeit von superhydrophoben Oberflächen. Da die Oberflächenstrukturen beim Vereisungs- und Enteisungsprozess eventuell beschädigt werden, kann es auch hierbei zu unterschiedlichen Adhäsionswerten kommen. Im Allgemeinen werden die notwendige Korrosionsbeständigkeit und Haltbarkeit von superhydrophoben Oberflächen hervorgehoben, die einen wichtigen Punkt für die Forschung und in weiterer Folge für die industrielle Anwendung darstellen.

2.3 Ultrakurzpuls laser

Im Rahmen der vorliegenden Diplomarbeit wurde zur Herstellung der Nano- und Mikrostrukturen der superhydrophoben Oberflächen ein Femtosekunden-Lasersystem eingesetzt. Dabei handelt es sich um einen Ultrakurzpuls laser, der das gepulste Laserlicht mit einer Pulsdauer im Femtosekunden-Bereich aussendet. Über das Prinzip der Modenkopplung wird die Komprimierung der Energie in diesem kurzen Zeitbereich überhaupt erst realisierbar und führt zu der möglichen Ausbildung von hohen Spitzenintensitäten. Zu den Ultrakurzpuls lasern zählen ebenfalls die Pikosekunden laser und die Attosekunden laser. Diese Systeme finden beispielsweise Anwendung in der Messtechnik, Medizin und Materialbearbeitung.

2.3.1 Grundlagen Laser

Ein Laser besteht grundsätzlich aus einem aktiven Medium, einer Pumpquelle (Pumpleistung) und einem Resonator (Endspiegel und Auskoppelspiegel) (Abbildung 9). Die Atome und Moleküle des Mediums weisen verschiedene Energieniveaus auf, wobei sich die Teilchen im nicht angeregten Zustand auf dem niedrigsten Niveau, dem Grundzustand im thermodynamischen Gleichgewicht befinden. Durch externe Energiezufuhr, beispielsweise elektrische Entladung, optische Anregung oder chemische Reaktionen, können die Elektronen in höhere Energieniveaus gebracht werden. In diesem angeregten Zustand können die Atome spontan und zufällig Photonen emittieren, sobald sie in den Grundzustand zurückfallen, die sogenannte spontane Emission. Das Medium, in dem dieser Prozess stattfindet, kann gasförmig, flüssig oder fest sein, muss eine Benetzungsinversion zulassen können und mindestens über drei Energieniveaus verfügen. Benetzungsinversion bedeutet, dass ein höheres Niveau stärker besetzt ist als ein niedrigeres Niveau. In einem Zweiniveausystem (System mit zwei Energieniveaus) ergibt sich rechnerisch immer eine positive Benetzungsinversion. Somit befinden sich mehr Teilchen im unteren Niveau als im oberen und die Konstruktion eines Lasersystems ist hiermit nicht möglich. Aus diesem Grund wird für die Konstruktion eines funktionierenden Lasers, Systeme mit drei und mehreren Energieniveaus vorausgesetzt.

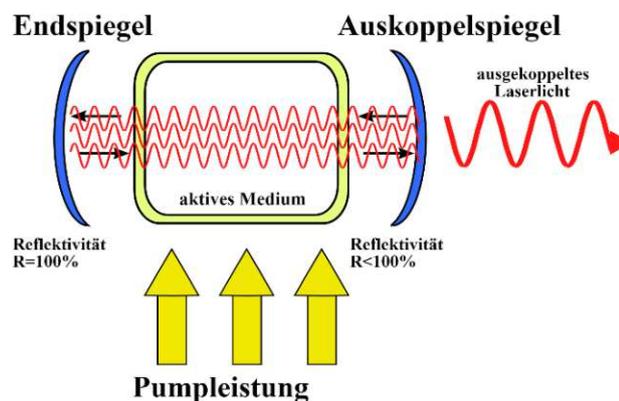


Abbildung 9 - Grundlegender Aufbau eines Lasersystems mit aktivem Medium, Pumpquelle und Resonator [62]

Im Fall der stimulierten Emission wird ein Photon durch Wechselwirkung mit einem bereits angeregten Teilchen stimuliert, wodurch ein weiteres Photon mit genau der gleichen Energie, Phase und Ausbreitungsrichtung ausgesendet wird. Dies führt dazu, dass die Photonen im Medium in Phase miteinander schwingen und sich gegenseitig verstärken. Hierbei kommt es zur Ausbildung eines

kohärenten (in Phase) und monochromatischen (gleiche Wellenlänge) Lichtstrahls. Durch einen optischen Resonator kann dieser Effekt in einem Lasersystem zusätzlich verstärkt werden. Der Resonator besteht im Grundaufbau aus zwei Spiegeln, wobei einer davon teilweise durchlässig ist. Die Photonen können an diesen Spiegeln reflektiert werden und weiter mit dem Medium reagieren. Durch den entstehenden Rückkopplungseffekt wächst die Photonenzahl exponentiell an. Für ein funktionierendes Lasersystem müssen die hier entstehenden Verstärkungseffekte jedoch größer als die ebenfalls auftretenden Resonatorverluste sein und diese ausgleichen. Aus dem teildurchlässigen Spiegel tritt ein Teil der Photonen als kohärenter Laserstrahl aus. Aufgrund dieser kohärenten Eigenschaften kann der Strahl auf einen engen Punkt fokussiert werden, wodurch Materialbearbeitungen wie das Laserschneiden ermöglicht werden. Lasersysteme werden in der Regel nach dem Lasermedium kategorisiert, da dieses die wesentlichen physikalischen Eigenschaften des Laserstrahls (Wellenlänge, etc.) definiert [63], [64].

2.3.2 Betriebsarten eines Lasers

Lasersysteme können je nach Konstruktion, Medium und Anwendung in verschiedenen Betriebsarten arbeiten. Im Folgenden werden die Wichtigsten präsentiert [63], [64].

- **Kontinuierlicher Betrieb (Continuous Wave, cw):**
Bei einem Laser im cw-Betrieb wird die Lichtwelle kontinuierlich und mit konstanter Intensität emittiert und verfügt über kohärente Eigenschaften. Die Betriebsart wird vor allem dann genutzt, sobald eine konstante Laserleistung benötigt wird. Im Einschwingvorgang des cw-Lasers können unregelmäßige Abgaben von Pulsen auftreten (Spiking), wobei dieses Verhalten bei modengekoppeltem Laser gezielt ausgenutzt wird.
- **Gepulster Betrieb:**
Bei einem gepulsten System erfolgt die Emission in diskreten Pulsen, wodurch die optische Leistung in bestimmten Dauern und bestimmten Wiederholungsraten auftritt. Diese Lasersysteme werden beispielsweise in der Materialbearbeitung oder Medizin genutzt, da das Materialvolumen bei Erhitzung in kurzer Zeit bei ausreichender Leistung verdampfen kann. Die angegebene Betriebsleistung eines gepulsten Lasersystem entspricht der gemittelten Leistung über die Zeit.
- **Güteschalter (Q-switch)**
Laser mit einem Güteschalter werden gepulst betrieben. Hierbei wird die stimulierte Emission bewusst kurzfristig blockiert und anschließend abrupt freigegeben, wobei kurze und leistungsintensive Pulse erzeugt werden.
- **Modengekoppelter Betrieb (mode-locking)**
Die Modenkopplung wird in der Lasertechnik vor Allem für die Erzeugung von ultrakurzen Pulsen mit hoher Intensität (Leistung/Fläche) genutzt (z.B. bei Femtosekunden-Lasern) und gehört ebenfalls zu den Lasern im gepulsten Betrieb. Hierbei werden die longitudinalen Lasermoden/Eigenschwingungen im Resonator so aufeinander abgestimmt und gekoppelt, dass sie in Phase und zeitlich synchron schwingen. Zu Beginn des Betriebs können verschieden Moden mit unterschiedlichen Frequenzen im Resonator existieren, wodurch Photonen nicht synchronisiert emittiert werden (entspricht dem kontinuierlichen Multi-Moden Betrieb, cw). Bei der selbsterregten Modenkopplung kann es nun spontan zur Beeinflussung von Photonen

einer Mode durch angeregte Elektronen einer anderen Mode kommen, wodurch wieder ein weiteres Photon mit gleicher Phase ausgesendet wird. Je mehr dieser Eigenzustände kohärent zueinander schwingen, desto kürzer werden wiederum die Pulse. Sobald die Kopplung intensiv genug wird, erreichen die Moden eine hohe Kohärenz und Phasenkopplung, wodurch sich ein einzelner, ultrakurzer Impuls ausbildet, der schließlich den Resonator durch den teildurchlässigen Spiegel verlässt. Im Gegensatz zu Lasersystemen mit einem Güteschalter sind die hier erzeugten Impulse phasenkohärent.

Man kann im Allgemeinen zwischen der aktiven und passiven Modenkopplung unterscheiden, wobei bei der aktiven Kopplung beispielsweise ein externes Signal zur Modulation genutzt wird. Bei der passiven Kopplung wird hingegen ein Element so im Medium platziert, dass eine Selbstmodulation ausgelöst wird. Bei Femtosekundenlasern (z.B. Titan-Saphir Laser) wird in der Regel die passive Modenkopplung eingesetzt, die den optischen Kerr-Effekt ausnutzt. Dieser besagt, dass Licht mit hoher Intensität anders fokussiert wird, als Licht mit einer niedrigen Intensität (Brechungsindex hängt nicht linear von der Intensität ab/Taylor-Reihen Entwicklung). Im Resonator wird das Licht mittels Linsen so aufgeweitet, dass nur die von einer Kerrlinse fokussierten Pulse mit hoher Intensität verlustfrei von Endspiegel zu Endspiegel reflektiert werden können. Die cw-Anteile werden also weiter aufgeweitet und verfügen dadurch über höhere Verluste. Durch die Selbstfokussierung erleiden die Strahlen mit hoher Intensität somit geringere Verluste als die Strahlen mit geringer Intensität [65]. Bei Titan-Saphir Ultrakurzpulslaser kann der Kristall als Kerr-Linse genutzt werden.

2.3.3 Verwendeter Ultrakurzpulslaser (FEMTOPOWER compact Pro)

Für das Herstellungsverfahren der in dieser Arbeit untersuchten, superhydrophoben Oberflächen wurde ein FEMTOPOWER compact Pro Lasersystem genutzt. Hierbei handelt es sich um einen mehrfach durchlaufenden Titan-Saphir Verstärker mit einer 1000 Hz Wiederholungsrate, der breitbandigen Femtosekunden-Pulsen mittels eines Titan-Saphir-Oszillator und einer zentralen Wellenlänge von 800 nm aussendet sowie eine modifizierte Version des chirped pulse amplification (CPA) scheme nutzt. Die Haupteinheit besteht aus dem Oszillator, Puls-Stretcher, Verstärker und dem Puls-Kompressor [66].

Der Oszillator sendet breitbandige (40 nm), ultrakurze (30 fsec) Pulse mit einer Repetitionsrate von ungefähr 76 MHz aus und wird von einem cw-Diodenlaser gepumpt. Die Erzeugung der ultrakurzen Pulse im Oszillator mittels passiver Modenkopplung und Kerr-Linse wurde bereits im vorherigen Kapitel erläutert. Zwischen dem Oszillator und Stretcher befindet sich ein Faraday'scher Isolator, bestehend aus einem Terbium-Gallium-Granat Kristall, umgeben von zwei Polarisatoren, der mögliche zurückkommende Reflexionen blockiert. Zusätzlich wird die Polarisation (Ausrichtung des elektrischen Feldes in der Lichtwelle) des Strahls für die folgenden Dispersionsspiegel dritter Ordnung (third order dispersion, TOD) angepasst, die insgesamt zweimal durchlaufen werden. Im dem hier vorliegenden Kontext bedeutet Dispersion (auch chromatische Dispersion) die Abhängigkeit der Phasengeschwindigkeit des Lichts in einem Medium von der Frequenz beziehungsweise Wellenlänge. Beispielsweise wird durch diesen Zusammenhang Licht verschiedener Wellenlängen an den Flächen eines Prismas unterschiedlich stark gebrochen, wodurch sich ein Lichtstrahl an einem Prisma in seine unterschiedlichen Farbkomponenten aufteilt. Aufgrund der Heisenbergschen Unschärferelation haben die hier vorliegenden ultrakurzen Pulse eine große Bandbreite. Die Dispersion dieser Breite an den verschiedenen optischen Bauelementen im Lasersystem verlängert die Pulsdauer von den ultrakurzen

Pulsen und führen zur Notwendigkeit der Dispersionskompensation. Bei Pulsen mit breiten optischen Spektren (z.B. den hier vorliegenden ultrakurze Pulse) müssen die Dispersionen höherer Ordnung (3. und höher in der Taylor-Entwicklung der Wellenzahl) ebenfalls berücksichtigt werden [67], [68].

Im Stretcher werden die Pulse auf einen optimalen Wert für die spätere Verstärkung zeitlich und spektral gestreckt beziehungsweise aufgeweitet. Durch diese Streckung legen die verschiedenen Farbkomponenten des Laserstrahls unterschiedliche Distanzen zurück, wobei die niederfrequenten Komponenten einen kürzeren Weg zurücklegen als die hochfrequenten (positiver chirp) (Abbildung 10). Als chirp wird ein Signal mit einer zeitlich veränderten Frequenz bezeichnet. Hierdurch sollen Schäden am Verstärkerkristall und an optischen Bauelementen durch mögliche auftretende Spitzenintensitäten vermieden werden und der Anteil der Selbstphasenmodulation, der zu erheblichen Verzerrungen des Pulsspektrums führen kann, auf einen vernünftigen Wert begrenzt werden. Die Vorkompensation der Dispersion dritter Ordnung wird durch die bestimmte Anzahl von Reflexionen an TOD-Dispersionskompensationsspiegeln erreicht und wird durch den breitbandigen Ausgangspuls ermöglicht [67], [68].

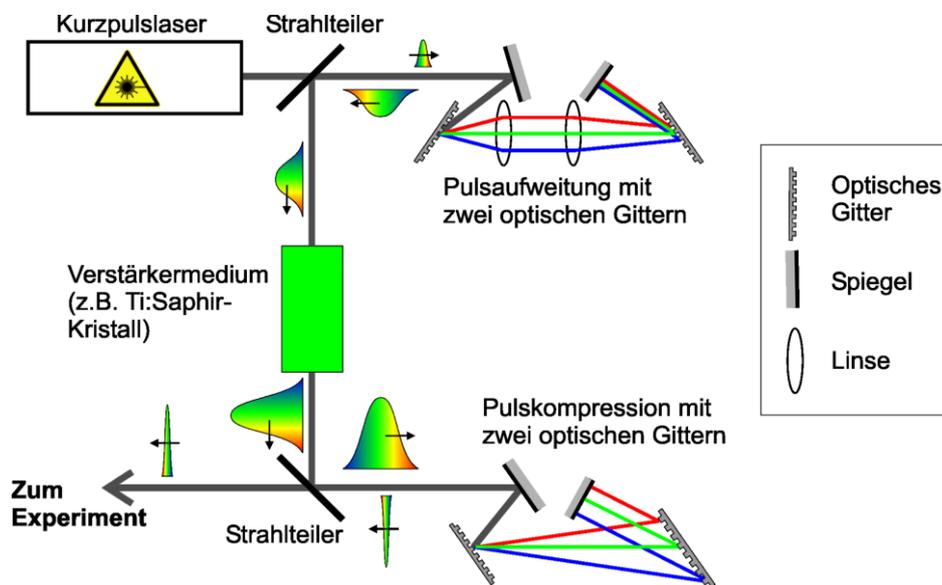


Abbildung 10 - Grundlegender Aufbau eines chirped-pulse Verstärkers [69]

Die gestreckten Pulse („chirped-Pulse“) werden anschließend in mehreren Durchläufen durch den Titan-Saphir Verstärkerkristall mit einem Nd:YLF Pumplaser auf maximal 0,8 mJ verstärkt. Nach vier Durchläufen durch den Verstärkerkristall wird ein einzelner Puls ausgewählt (Pulse Picking in den folgenden Absätzen), der in den weiteren fünf Durchläufen verstärkt wird. Der Titan-Saphir Verstärkungskristall wird in einer Vakuum-Kammer auf -35 °C gekühlt, da sich bei höheren Temperaturen das Strahlprofil am Ausgang aufgrund von thermischen Effekten (thermische Linse) verschlechtern kann. In den späteren Durchgängen wird außerdem der Durchmesser des Strahls erweitert, um weiterhin unterhalb der Schadensschwelle zu bleiben [66].

Neben dem hier angewendeten Multipass-Verstärkersystems könnte das chirped-pulse Verstärkungsschema auch mittels eines regenerativen Verstärkers angewendet werden. Hierbei wird der Puls über mehrere Durchläufe durch einen Resonator mit dem verstärkenden Medium und der Pockels-Zelle sowie einem dielektrischen Polarisator verstärkt. Die Pockels-Zelle und der dielektrische Dünnschicht-Polarisator werden ebenfalls mehrfach durchlaufen und weisen meist eine beträchtliche

Dispersion höherer Ordnung auf, die den Chirp des Wanderpulses kumulativ beeinflusst. Da beim Multipass-Verstärken der Puls-Slicer hingegen nur einmal durchlaufen wird, wurde im vorliegenden Lasersystem auf diese Methode zurückgegriffen. Im Allgemeinen wird beim Multipass-Verstärkungsaufbau eine höhere Einzelpassverstärkung benötigt [66].

Einzelne Pulse werden durch die Pockels-Zelle, platziert zwischen zwei gekreuzten Polarisatoren, für die weitere Verstärkung ausgewählt. Dieses Pulse-Picking durch die Pockels Zelle, also die Auswahl des einzelnen Pulses, wird über ein Zeitfenster eingestellt, während dem ein Hochspannungssignal an den KDP (Kaliumdihydrogenphosphat) Kristall in der Pockels Zelle angelegt wird. Hierbei wird die Polarisation des übertragenen Pulses um 90° gedreht, wobei dieser Effekt als der namensgebende Pockels Effekt bezeichnet wird. Das Zeitfenster kann über die Pulsbreite an einer Kontrolleinheit manuell eingestellt werden und beträgt ungefähr 10 ns. Der Hochspannungsimpuls wird durch die Steuereinheit erzeugt und durch das Signal von zwei Photodioden getriggert. Aufgrund der Positionierung der Pockels Zelle zwischen zwei gekreuzten Polarisierungen, wird der Laserstrahl umgelenkt, sobald keine Spannung an der Pockels Zelle anliegt. Da das Pulse-Picking erst an einem bereits verstärkten Signal erfolgt, wird das hier angewendete Schema als modifiziertes chirped-pulse Verstärkungsschema bezeichnet. Vorteil hierbei ist, dass der Energiegehalt der verstärkten spontanen Emission in der Ausgangsimpulsfolge verringert wird [65]. Zwischen Pockelszelle und polarisierendem Beamsplitter ist ein Berek-Kompensator eingebaut. Hierbei handelt es sich um einer drehbare $\lambda/2$ -Platte, mittels derer Adjustierung das Kontrastverhältnis zusätzlich optimiert werden kann.

Schlussendlich wird der nach wie vor gestreckte Puls mittels eines Doppelprismenkompressors wieder auf weniger als 30 fsec komprimiert. Der Einsatz eines Gitterkompressors wäre hier ebenfalls eine häufig genutzte Kompressor-Bauweise, die zwar eine kompaktere Installation ermöglicht, dafür aber andere Nachteile mit sich bringt [66].

3 Experimentalteil

3.1 Werkstoff

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden zwei verschiedene Werkstoffe zur Herstellung der untersuchten Oberflächen verwendet:

- Für die Experimente in den Kapiteln 4, 5, 6, 8 und 9 diente kaltgewalzter, rostfreier Stahl (1.4301/AISI 304) als Substratmaterial. Die Walzplatten wurden vor der Laserbearbeitung nicht poliert, um die ursprüngliche Rauheit, die aus dem Kaltwalzprozess resultiert, beizubehalten.
- Für die Herstellung der LIPSS-Oberflächen auf Aluminiumproben im Kapitel 7 wurde Aluminium (EN AW 7075) als Substratmaterial herangezogen.

Das Ausschneiden der Proben aus den Stahl- und Aluminiumplatten erfolgte durch Nutzung des am Institut vorhandenen CO₂-Lasers, wobei die Stärke der gefertigten Probenplatten 2 mm betrug. Vor der Laserbearbeitung wurden die Substrate mit Aceton gereinigt und an der Luft getrocknet.

3.2 Laserbearbeitung

Die Strukturierung der Proben erfolgte mithilfe eines Femtosekunden-Lasers des Modells Femtopower Compact Pro dessen Aufbau und technische Spezifikationen im Kapitel 2.3.3 erläutert wurden [66]. Zur Steuerung der Laserfluenz auf der Oberfläche der Proben wird ein variables Dämpfungselement (polarisierender Strahlteiler/Beamsplitter) eingesetzt. Der Laserstrahl wird durch eine plan-konvexe, sphärische Linse mit einer Brennweite von 80 mm fokussiert und weist näherungsweise eine Gauß'sche Intensitätsverteilung auf. Da aufgrund des internen Aufbaus eine linear polarisierte Ausgangsstrahlung vorliegt, wird eine Erzeugung der LIPSS-Oberflächenstrukturen ermöglicht.

Basierend auf vorangegangenen Arbeiten und Experimenten am Institut wurden vier verschiedene Oberflächenstrukturtypen für die folgenden Untersuchungen ausgewählt: LIPSS, Grid, Dimple und Triangle (siehe Kapitel 3.3). Die LIPSS Strukturen wurden außerhalb des Fokus durch überlappende horizontale Linien erzeugt und die Dimple Strukturen durch wiederholte, statische Laserablation im Fokus. Ebenfalls im Fokus wurden die Grid und Triangle Strukturen durch Abfahren von Bahnen, die um 90° (Grid) oder 60° (Triangle) zueinander ausgerichtet sind, hergestellt. Die Bearbeitung erfolgte senkrecht zur Oberfläche der Proben, bei einem Einfallswinkel von 0° in einer kontrollierten Umgebung mit einer Temperatur von $21\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ und einer Luftfeuchtigkeit von $45\% \pm 5\%$, ohne Verwendung eines inerten Schutzgases. Die Anzahl der Laserpulse wurde durch die Vorschubgeschwindigkeit des motorisierten 3-Achsen-Tisches (Aerotech) gesteuert, bei einer konstanten Pulswiederholrate von 1 kHz.

3.3 Oberflächentypen

Für die Bildgebung kam ein Rasterelektronenmikroskop (REM) des Typs Jeol JCM-5000 zum Einsatz. Die untere Abbildung 11 zeigt die vier Strukturtypen, die in der Diplomarbeit und den nachfolgenden Experimenten untersucht wurden:

- Nanostruktur (1) - LIPSS: Laser Induced Periodic Surface Structures erscheinen als parallele Kanäle mit einer sinuswellenartigen Form, einer Strukturtiefe von mehreren zehn Nanometern und einer räumlichen Periode, die von der Wellenlänge des zur Erzeugung verwendeten Laserlichts abhängt. Zusätzliche Eigenschaften und Theorien zu den Entstehungsmechanismen wurden im Grundlagen Teil dieser Arbeit (Kapitel 2.2.3.7) weiter ausgeführt. Zur Analyse der LIPSS-Ortsfrequenz wurde eine Fast-Fourier-Transformation (FFT) der REM-Bilder senkrecht zur LIPSS-Ausrichtung durchgeführt. Diese ergab eine durchschnittliche räumliche Periode von 560 nm, die mit früheren Messungen dieser Laser-Material-Kombination übereinstimmt [70].
- Mikrostrukturen (2, 3 & 4) - Grid, Dimple & Triangle: Im Gegensatz zu den LIPSS wurden diese drei verschiedenen Mikrostrukturen mit einer Laserfluenz im Fokus und somit im Ablationsbereich des Substratmaterials aufgebracht. Durch die Schaffung einer rauen Oberfläche soll der Cassie-Baxter-Benetzungszustand erreicht werden, der in weiterer Folge die hydrophoben Eigenschaften der erzeugten Oberflächen verbessern soll. Die Einstellung eines Wenzel-Benetzungszustandes ist nicht gewollt und soll vermieden werden. Milne et al. [71] beschreibt, inwiefern die Cassie-Baxter-Gleichung zur Berechnung des Kontaktwinkels für die hier auftretenden hierarchischen Oberflächenstrukturen angepasst werden muss.

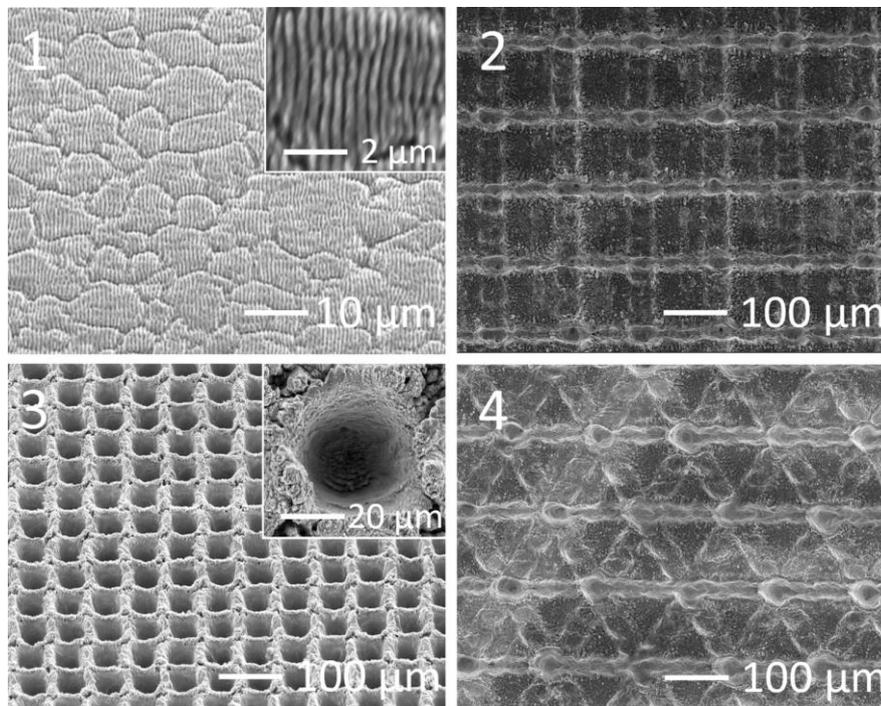


Abbildung 11 – REM-Bilder der laserstrukturierten Oberflächen 1-4; Aufnahmen der Abbildung 2 und 4 bei 45° Neigung; restliche Aufnahmen bei 0° Neigung.

3.4 Umwandlung zu hydrophoben Oberflächen

Nach der Bearbeitung mit dem Femtosekundenlaser sind die Metalloberflächen anfangs superhydrophil und wandeln sich erst im Verlauf mehrerer Tage bis Wochen in einen hydrophoben Zustand um (siehe Kapitel 2.2.3.7). Um den Herstellungsprozess besser zu kontrollieren und für potenzielle industrielle Anwendungen die Umwandlungszeit zu verkürzen, besteht ein erhebliches Interesse an der Beschleunigung dieses Umwandlungsprozesses.

Im Rahmen der Diplomarbeit wurden zwei verschiedene beschleunigte Umwandlungsprozesse herangezogen und untersucht: Ein Teil der Proben wurde in eine Vakuumkammer, ein anderer Teil in ein versiegeltes HDPE-Fass mit EuroSuper-Benzin (ROZ 95) eingelegt. Für die Vakuumumwandlung wurde die Vakuumkammer des für die Bildgebung ebenfalls genutzten REM-Gerätes (Jeol JCM-5000) herangezogen, wobei der Elektronenstrahl während des Umwandlungsprozesses deaktiviert wurde. Die Turbomolekularpumpe des Geräts sorgte für einen Druck von 10^{-4} mbar in der Probenkammer. Die Dauer dieser Behandlung wurde auf Grundlage früherer Forschungsarbeiten am Institut ausgewählt, bei denen der Fokus auf der Umwandlungszeit der Benetzungseigenschaften von laserstrukturierten Proben in verschiedenen Medien lag [8]. Da insbesondere für industrielle Anwendungen kürzere Umwandlungszeiten von Bedeutung sind, wurde die Behandlungsdauer auf 4 Stunden reduziert.

3.5 Kontaktwinkelmessungen

Zur Untersuchung der Benetzungseigenschaften und zur Messung des Kontaktwinkels der laserbehandelten Proben wurde ein DataPhysics-Kontaktwinkelsonometer OCA25 mit einer 0,4-mm-Kanüle und einer stumpfen Nadelspitze verwendet. Zur Bestimmung des statischen Kontaktwinkels (static contact angle - SCA) wurde ein Wassertropfenvolumen von 10 μ l eingesetzt, und in der entsprechenden Software wurde die Sessile-Drop-Methode mit einer Polynom-Anpassung ausgewählt. Die Bestimmung des fortschreitenden (ACA) und des zurückweichenden Kontaktwinkels (RCA) erfolgte mit der Needle-In-Methode mit elliptischer Anpassung. Die Messung des ACA und des RCA wurde mit einem anfänglichen Tropfenvolumen von 5 μ l, einer anschließenden Erhöhung des Volumens mit einer Rate von 5 μ l/s auf 100 μ l und der schlussendlichen Reduzierung des Volumens nach einer Verzögerungszeit von 2 s auf den Ausgangswert durchgeführt. Dieser Vorgang wurde für jede Messung jeweils zweimal durchgeführt. Das für eine adäquate Messung des fortschreitenden und zurückweichenden Kontaktwinkels (ARCA) erforderliche Wasservolumen wurde anhand der von Korhonen et al. [72] vorgeschlagenen Näherungswerte geschätzt. Vorversuche zeigten, dass eine geringere Wassermenge als die eingesetzten 100 μ l zu einem größeren Fehler führte und größere Wassermengen aufgrund der geringen Oberflächengrößen von 14 x 14 mm nur schwer messbar sind. Aus dem fortschreitenden und zurückweichenden Kontaktwinkel wurde schließlich die Kontaktwinkelhysterese (contact angle hysteresis - CAH) aus der Differenz ($CAH = ACA - RCA$) berechnet. In einigen Kapiteln dieser Arbeit wurde zusätzlich der Abrollwinkel (roll off angle – RoA) bestimmt. Hierfür wurde ein Tropfenvolumen von 30 μ l auf der Oberfläche abgesetzt und die Oberfläche mit einer Winkelgeschwindigkeit von 15 $^{\circ}$ /s auf maximal 90 $^{\circ}$ geneigt. Falls der Tropfen auch bei 90 $^{\circ}$ Neigung weiterhin an der Oberfläche haften blieb, konnte kein Abrollwinkel gemessen werden, wobei dies bei den entsprechenden Ergebnissen und Experimenten vermerkt wurde.

3.6 Eisadhäsionsmessungen

Zur Messung der Scherspannungen an der Grenzfläche zwischen Eis und Oberfläche wurde eine Methode verwendet, die der von Meuler et al. [73] beschriebenen Methode ähnelt und auf küvettenumhüllten Eissäulen basiert. In dem verwendeten Aufbau (Abbildung 12) wurden Küvetten mit einer offenen Unterseite auf die laserstrukturierte Oberfläche platziert und über einen Zeitraum von 15 Minuten auf -30 °C gekühlt. Die Temperatur wurde zwischen dem Kühlelement und der Probe gemessen und mithilfe eines Peltier-Kühlelements erreicht. Sobald sich die Zieltemperatur einstellte, wurde mithilfe einer Spritze und eines automatischen Dispensers 1 ml destilliertes Wasser mit einer Geschwindigkeit von $170\text{ }\mu\text{l/s}$ durch ein oberes Loch in die Küvette injiziert.

Nach einer weiteren Gefrierzeit von 15 Minuten wurde die Eissäule mit einer schrittmotorgetriebenen Schubstange (3 mm über der Probenoberfläche) abgeschert, die mit einem kalibrierten Kraftaufnehmer verbunden ist. Die Scherspannung der Eisadhäsion wurde anschließend berechnet, indem die gemessene Kraft durch die Grenzfläche von $10\text{ x }10\text{ mm}$ geteilt wurde. Nach Wang et al. [74] kommt es aufgrund der Höhe des Kraftübertragungspunktes zu einer gemischten Scher-/Zugkraftaufbringung. Da jedoch alle Messungen unter den gleichen Bedingungen durchgeführt wurden, sind diese Effekte der Druckhöhe in der Arbeit nicht berücksichtigt.

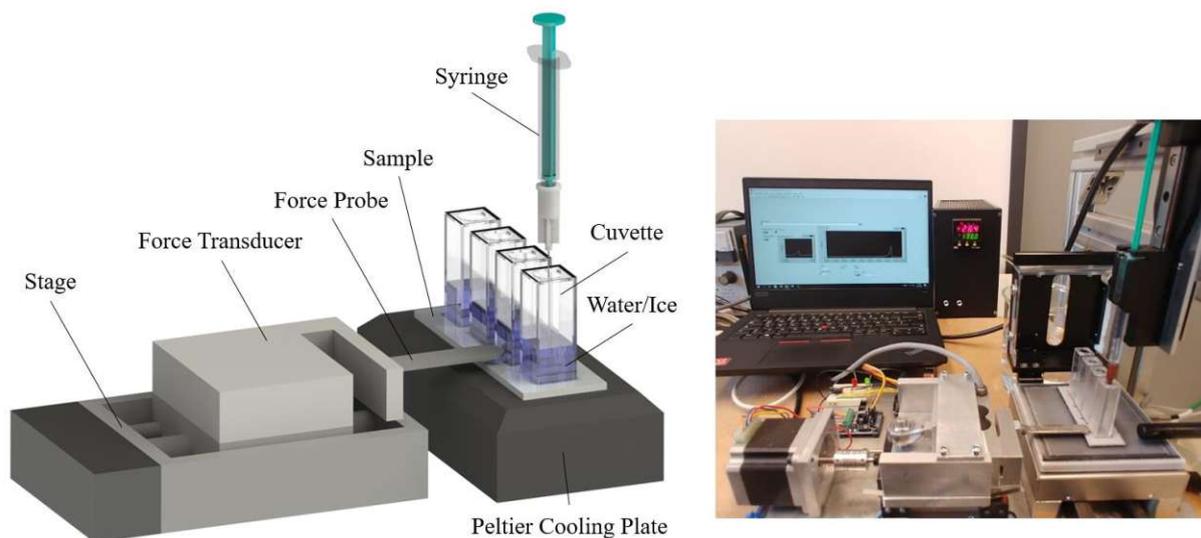


Abbildung 12 – Schematische Darstellung des Eisadhäsionsprüfstandes (links) – tatsächlicher Aufbau (rechts) [75]

4 Korrosionstests

4.1 Einleitung

Im Kapitel 2.1 dieser Arbeit werden die starken Auswirkungen von Vereisung an Luftfahrzeugen präsentiert, sowie gezeigt, dass auch mit dem heutigen Stand der Technik schwere Vereisungsszenarien im Flugbetrieb ein erhebliches Risiko darstellen können. Moderne Anti- und De-Icing Systeme ermöglichen zwar einen sicheren Flug, bringen aufgrund der hohen Energieanforderungen und aufgrund der Gewichts- und Platzbeschränkungen der Luftfahrzeugentwicklung diverse Nachteile mit sich. Passive Eisschutzsysteme, wie eisabweisende Oberflächen ohne eigenen Energiebedarf, sind aus diesem Grund für die Luftfahrt und andere Branchen (z.B. Windenergie) ein zentrales Forschungsgebiet. Diese eisabweisenden Oberflächen müssen jedoch in der Lage sein, realen Witterungsbedingungen zu widerstehen und ihre physikalischen Eigenschaften unter Umwelt- und Arbeitsbedingungen beizubehalten. Bereits aktuell eingesetzte Eisschutzoberflächen bestehen oft aus einer dünnen Polymerschicht, die jedoch anfällig für Erosion ist. Aus diesem Grund werden im folgenden Abschnitt die hergestellten hydrophoben Oberflächen auf ihre chemische Korrosionsbeständigkeit gegenüber Aceton sowie einer handelsüblichen Enteisungsflüssigkeit auf Glykolbasis getestet.

Die Widerstandsfähigkeit der laserstrukturierten, hydrophoben Oberflächen gegen Aceton wurde untersucht, da es sich bei Aceton um eine organische Flüssigkeit mit einer guten Löslichkeit gegenüber den auf den Oberflächen vorhandenen Kohlenwasserstoffschichten handelt. Darüber hinaus wurde bereits in bestehenden Forschungsarbeiten die Korrosionsbeständigkeit von superhydrophoben Oberflächen gegenüber Aceton und anderen organischen Lösungsmitteln getestet. Yang et al. [76] stellte superhydrophobe Oberflächen auf kohlenstoffaserverstärkten Polymerverbundwerkstoffen durch Pikosekundenlaser-Direktbeschriftung und einem Tauchbeschichtungsverfahren mit Fluoralkylsilan (FAS) her und konnten hierbei SCAs von $154,8^\circ$ erreichen. Diese Oberflächen wurden nach 1 Stunde Eintauchen in Aceton erneut gemessen und konnten weiterhin SCAs größer als 150° vorweisen. Aus diesem Grund argumentiert Yang et al. für eine gute Beständigkeit der Oberflächen gegenüber wässrigen Lösungen. Weitere Messungen nach der 1. Stunde wurden jedoch nicht mehr durchgeführt.

Da für die Luft- und Raumfahrtindustrie robuste, eisabweisende Oberflächen ein relevantes Forschungsgebiet sind, wurde als zweite Korrosionsflüssigkeit ein häufig verwendetes Enteisungsmittel für die Bodenenteisung von Flugzeugen und der Enteisung im Flug ausgewählt, das vorrangig auf Glykolalkoholen basiert [77]. Die Ergebnisse dieser chemischen Korrosionstests wurden in weiterer Folge auch publiziert [75].

4.2 Mechanische und chemische Korrosionstests in der Literatur

Im Kapitel 2.2.3 dieser Arbeit wurden die gängigsten Herstellungsverfahren von superhydrophoben Oberflächen präsentiert. Im Folgenden wird nun auf eine Auswahl an mechanischen und chemischen Widerstanduntersuchungen von verschiedenen superhydrophoben Oberflächen eingegangen, die in der aktuellen Literatur der Forschung zu finden sind:

Zeng et al. [78] stellte superhydrophobe Oberflächen durch ein Sprühbeschichtungsverfahren her und bewertete anschließend ihre mechanische Erosionsbeständigkeit durch Sandpapierabrieb- und Sandstrahltests. Die Beschichtung bestand aus einer hydrophob modifizierten Epoxidmatrix, in die Mikro-Nano-Fluorpolymerpartikel eingearbeitet wurden. Die getesteten Oberflächen behielten ihre superhydrophoben Eigenschaften nach 240 Abriebzyklen und 360 Sekunden Sandstrahlen bei. Darüber hinaus wurde auch die chemische Widerstandsfähigkeit der Beschichtungen untersucht, indem die Proben 2 Stunden lang in wässrige HCl- und NaOH-Lösungen getaucht wurden. Nach diesen Versuchen blieb die superhydrophobe Benetzbarkeit erhalten.

Das chemische Ätzen bietet eine alternative Methode zur Herstellung superhydrophober Oberflächen (siehe Kapitel 2.2.3.6). In der Studie von Zhang et al. [79] wurde mithilfe dieses Verfahrens eine superhydrophobe Schicht durch Verringerung der freien Energie von Kupferoxid auf der Kupferoberfläche erzeugt. Die Haltbarkeit der Oberfläche gegenüber UV-Strahlung wurde 12 Stunden lang bei Raumtemperatur und einer zentralen Wellenlänge von 450 nm getestet. Während der gesamten Untersuchung behielten die Oberflächen ebenfalls ihre superhydrophoben Eigenschaften bei.

Zheng et al. [80] beschreibt die Anwendung eines Femtosekundenlasers zur Bearbeitung der Oberfläche einer Titanlegierung, die durch eine zweiteilige Beschichtung funktionalisiert wurde, um lotusblattähnliche superhydrophobe Eigenschaften zu erzielen. Es wurden Tests zur Wasser-, Hitze- und Kerosinbeständigkeit durchgeführt, die zeigten, dass die hergestellten Oberflächen eine gute mechanische und chemische Stabilität aufweisen.

In der bereits im vorherigen Unterkapitel beschriebenen Arbeit konnte Yang et al. [76] durch Pikosekunden-Laser-Direktbeschriftung und Fluoralkylsilan-Immersion superhydrophobe Oberflächen auf kohlenstofffaserverstärkten Polymerverbundwerkstoffen erzeugen. Neben dem chemischen Korrosionswiderstand gegen verschiedene organische Lösungen (z.B. Aceton) wurde auch die mechanische Beständigkeit durch Fall-Sand-Abriebtests untersucht. Insgesamt behielten die Proben auch bei diesen Experimenten ihre superhydrophoben Eigenschaften bei.

4.3 Vorgehen

Zur Beurteilung der chemischen Beständigkeit wurden die hergestellten Proben für maximal 48 Stunden in Aceton oder ein Glykologemisch getaucht. Nach vordefinierten Zeitintervallen wurden die Proben aus diesen Chemikalien entnommen und der SCA, CAH, RoA und die Eisadhäsion gemessen. Als Referenz wurde wiederum eine Probe nach der Laserbearbeitung bei Umgebungsluft gelagert. Auf jeder Probe wurden die vier beschriebenen Oberflächenstrukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) mit den Laserparametern gemäß Tabelle 1 und den resultierenden Rauheitsparametern gemäß Tabelle 2 aufgebracht.

Strukturtyp	Laserfluenz [J/cm ²]	Spot Durchmesser [µm]	Bahnabstand [µm]	Anzahl der Pulse
LIPSS	1	150	150	15
Grid	30	35	100	18
Dimple	40	35	50	40
Triangle	20	35	100	18

Tabelle 1 - Laserbearbeitungsparameter der Proben für Korrosionsbeständigkeit.

Zwei Proben wurden in Aceton (Reinheit > 99,9%) und zwei Proben in ein Glykollgemisch mit einer Zusammensetzung von 85 % Ethylenglykol und 15 % Wasser eingetaucht. Diese Glykollmischung entspricht herkömmlichen ISO/SAE-Typ-I-Luftenteisungsflüssigkeiten und wurde nach den SAE-Spezifikationen AMS1424R [81] hergestellt. Kontaktwinkel- und Eisadhäsionsmessungen wurden für jede Probe nach einer Gesamteinlegezeit von 1, 4, 24 und 48 Stunden durchgeführt. So konnten über SCA-, RoA-, CAH- sowie Eisadhäsionsmessungen Aussagen über die hydrophoben und eisabweisenden Eigenschaften der hergestellten Oberflächen gemacht werden. Nach jeder Extraktion aus den Flüssigkeiten (Aceton, Glykollgemisch) wurden die Proben erneut mit gefilterter und komprimierter Luft bei 5 bar gereinigt und getrocknet.

Strukturtyp	Cut-off, λ_c [nm]	Sa [μm]	Sq [μm]	Sz [μm]	Sdr [%]
LIPSS	75	0.12	0.19	4.00	0.5
Grid	150	4.66	6.20	41.04	203.3
Dimple	300	16.19	18.27	77.66	1245.6
Triangle	150	3.57	4.69	32.87	115.5

Tabelle 2 - Typische Oberflächentopografie nach der Laserbearbeitung, vor der Korrosionsüberprüfung; Sa - arithmetische Mittelwertabweichung, Sq - quadratischer Mittelwert der Höhe, Sz - maximale Höhe, Sdr - entwickeltes Grenzflächenverhältnis [75].

4.4 Aceton Korrosion

4.4.1 Statischer Kontaktwinkel (SCA) Aceton

Nachdem die laserbearbeiteten Oberflächen der zuvor beschriebenen Vakuumbehandlung unterzogen wurden, konnte ein durchschnittlicher SCA-Wert von $160,5^\circ$ für alle Oberflächen gemessen werden (Abbildung 13). Die benzinbehandelten Proben erreichten ebenfalls eine gute hydrophobe Benetzbarkeit mit einem durchschnittlichen SCA von $156,6^\circ$. Für beide Behandlungsmethoden wurden die höchsten SCAs für die Dimple Strukturen mit einem Durchschnittswert von $163,5^\circ$ erreicht. Nachfolgend wird die chemische Beständigkeit der vakuum- und benzinbehandelten superhydrophoben Oberflächen gegenüber Aceton für 1, 4, 24 und 48 Stunden Einlegezeit untersucht.

Nach einer Stunde im Aceton blieben die superhydrophoben Eigenschaften der benzinbehandelten Proben mit einem durchschnittlicher SCA von $156,9^\circ$ erhalten (Abbildung 13). Die vakuumbehandelten Proben zeigten eine leichte Verschlechterung im Vergleich zu den benzinbehandelten Proben mit einem durchschnittlichen SCA von $149,9^\circ$, wiesen aber immer noch eine nahezu superhydrophobe Benetzbarkeit auf. Nach 4 Stunden nahm der SCA jedoch deutlich ab und nach 24 Stunden erreichte der SCA das Minimum, welches sich im hydrophilen Bereich befindet. Im Gegensatz dazu wiesen die benzinbehandelten Proben nach 48 Stunden immer noch einen hohen SCA-Wert auf (108° - 150°), je nach Oberfläche, und waren daher auch nach 48 Stunden noch hydrophob. Unter den verschiedenen Oberflächenstrukturen zeigten die Dimple Flächen der benzinbehandelten Proben die besten Ergebnisse mit einem SCA von $153,4^\circ$ nach der gesamten Einlegezeit.

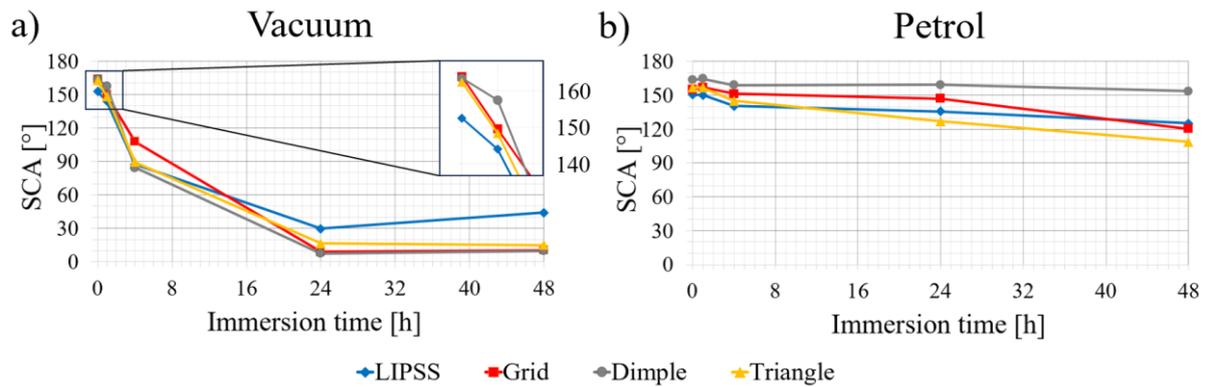


Abbildung 13 - Diagramm des statischen Kontaktwinkels (SCA) über die Einlegezeit in Aceton für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.

Da vorangegangene Untersuchungen von Fürbacher et al. [8] gezeigt haben, dass der Übergang der femtosekundenprozessierten Oberflächen von hydrophiler zu superhydrophober Benetzbarkeit bei Eurosuperbenzin ROZ 95 im Vergleich zu Petroleumbenzin 60-95 schneller und effektiver erfolgt, ist anzunehmen, dass Kraftstoffadditive eine entscheidende Rolle bei der Umwandlung der Oberflächenstrukturen spielen. Darüber hinaus könnte auch der deutliche Unterschied zwischen den oben beschriebenen vakuum- und benzinbehandelten Proben über die Einlegezeit im Aceton auf diese Zusätze zurückzuführen sein. Aus diesem Grund ist eine detaillierte Untersuchung der chemischen Verbindungen der Oberfläche von großem Interesse, um die physikalischen Eigenschaften und die zugrunde liegende Prozesse besser zu verstehen. Das Fehlen von Herstellerangaben zu den Inhaltsstoffen der Treibstoffe und der Kraftstoffadditive erschwert jedoch eine genaue Analyse der chemischen Verbindungen. Dennoch wurde eine umfassende XPS-Analyse durchgeführt, bei der aufgrund technischer Beschränkungen nur Daten zu den chemischen Gruppen und ihrer Polarität gesammelt wurden. Die ausgewerteten Ergebnisse werden im Kapitel 4.8 vorgestellt.

4.4.2 Eisadhäsion Aceton

Die anschließend gemessene Eishaftung für die unbehandelten Edelstahlproben ergab einen Durchschnittswert von 820 kPa. Alle superhydrophoben Oberflächen erzielten bessere Enteisungseigenschaften, mit Ausnahme der vakuumbehandelten Dimple Oberflächen (Abbildung 14). Obwohl die Dimple Struktur zuvor die besten hydrophoben Eigenschaften aufwies, waren die Eishaftungswerte im Vergleich zu den anderen Oberflächen deutlich schlechter. Nach Vercillo et al. [82] spielt die Oberflächenrauheit und die Strukturtiefe eine entscheidende Rolle für das Verhalten zwischen Eis und Oberfläche. Da bei allen verglichenen Strukturen die Dimple eindeutig die raueste Struktur darstellt (77,7 μm vs. 4 μm / 41 μm / 32 μm) (Tabelle 2), konnte der Cassie-Baxter-Benetzungszustand nicht vollständig erreicht werden, was zu einer Verzahnung zwischen Eis und Probe und damit zu hohen Eis-Adhäsions-Scherspannungen führt. Die geringste Adhäsionskraft wurde für die vakuumbehandelte LIPSS-Oberfläche mit nur 95 kPa erreicht. Dies entspricht einem Rückgang von 88,4 % im Vergleich zu der unbehandelten Edelstahlprobe. Bei den benzinbehandelten Proben erreichte die Triangle Struktur mit 364 kPa den besten Eisadhäsionsstartwert.

Die Untersuchung der chemischen Korrosionstests ergab, dass nach einer Stunde Eintauchzeit in Aceton die Scherspannungen der Eishaftung im Vergleich zu den Ausgangswerten der vakuumbehandelten Proben deutlich zunahm (Abbildung 14). Im Gegensatz dazu behielten die mit

Benzin behandelten Proben ihre Ausgangswerte auch nach 1 Stunde Eintauchen in Aceton nahezu bei (LIPSS, Grid- und Triangle Struktur). Nach 24 Stunden wurden jedoch bei beiden Behandlungsmethoden die Höchstwerte erreicht, wobei die vakuumbehandelten Proben (\varnothing 982 kPa) die benzinbehandelten Proben (\varnothing 875 kPa) übertrafen.

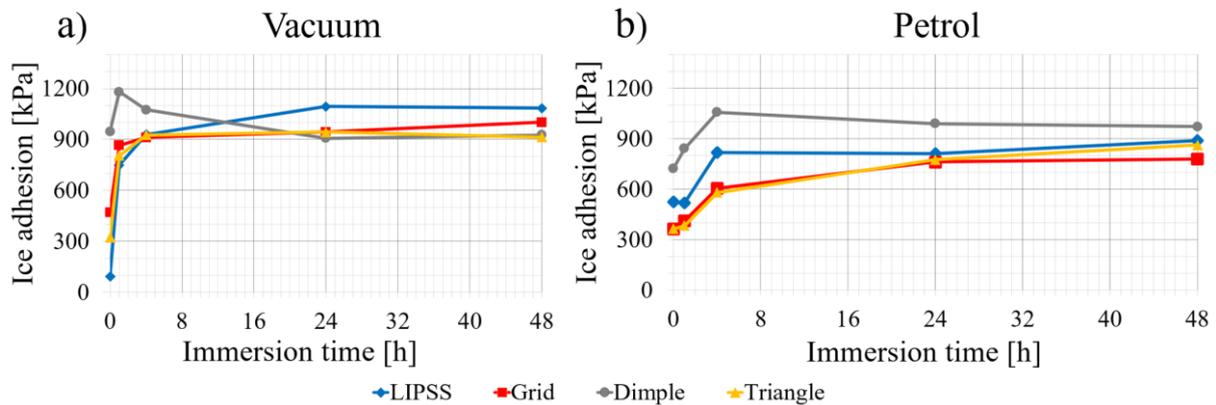


Abbildung 14 - Diagramm der Eishaftung über die Einlegezeit in Aceton für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.

4.4.3 Kontaktwinkelhysterese (CAH) Aceton

Frühere Veröffentlichungen deuten darauf hin, dass der CAH-Wert in Kombination mit dem SCA-Wert eine wichtige Rolle bei der Beschreibung des Vereisungsverhaltens von superhydrophoben Oberflächen und damit ihrer eisabweisenden Eigenschaften spielt [37], [83]. Janjua et al. [84] empfiehlt kleine CAH-Werte zusätzlich zu hohen SCA-Werten, um Oberflächen mit eisabweisenden Eigenschaften zu erzeugen und potentiell die Runback-Vereisung von Flugzeugflügeln und Rotorblättern von Windkraftanlagen zu verringern. Andererseits konnte Momen et al. [85] jedoch zeigen, dass die Eisadhäsionskraft keine direkte Funktion des CAH ist und der CAH daher nicht direkt mit den eisabweisenden Eigenschaften korreliert. Diese Diskrepanz der aktuellen Forschungsarbeiten zeigt die Notwendigkeit von weiteren Untersuchungen der Beziehung zwischen CAH und Eisadhäsion. Durch eine modifizierte Cassie-Baxter-Beziehung kann der CAH weiters zur Vorhersage des RoA von strukturierten Oberflächen verwendet werden [86]. Bei den Tests zur Chemikalienbeständigkeit veränderten sich sowohl der CAH als auch der RoA mit zunehmender Dauer des Eintauchens in die Chemikalien erheblich. Beide Werte können daher wertvolle Erkenntnisse über den Zustand einer Oberfläche liefern. Ab dem Punkt, an dem der Wassertropfen nach einer bestimmten Eintauchzeit nicht mehr abperlt und RoA-Messungen unpraktisch werden, eignet sich der CAH besser zur Charakterisierung des Verhaltens der Oberflächen, insbesondere in der Übergangsphase von hydrophob zu hydrophil.

Bei den vakuumbehandelten Proben erreichten die Strukturen Grid, Dimples und Triangle einen niedrigen durchschnittlichen CAH-Anfangswert von $38,1^\circ$ (Abbildung 15). Interessanterweise erreichte die LIPSS-Oberfläche, die zuvor deutlich die geringste anfängliche Eisadhäsion aufwies, hier den höchsten durchschnittlichen CAH-Wert von $72,2^\circ$. Bei den benzinbehandelten Proben wies die Dimple Struktur, die zuvor die stärksten Eisadhäsionskräfte erzeugte, mit $11,4^\circ$ eindeutig den niedrigsten durchschnittlichen CAH-Wert auf. Diese beiden Ergebnisse unterstützen die Annahme von Momen et al. [85], dass der CAH nicht linear mit der Eisadhäsion korreliert.

Die Auswertung der CAHs in Abbildung 15 zeigt einen starken Anstieg der CAHs nach einer Stunde bei den vakuumbehandelten Proben und nur geringe Veränderungen bei den benzinbehandelten Proben. Anschließend, nach 4 Stunden, kam es zu einem starken Abfall der CAHs der vakuumbehandelten Proben, was auf den Übergang von hydrophober zu hydrophiler Benetzbarkeit zurückzuführen ist. Im Gegensatz dazu zeigten die mit Benzin behandelten Proben ein anderes Verhalten. Hier kam es im Durchschnitt nach 1 Stunde nur zu einer geringfügigen Abweichung des CAH-Wertes, doch nach 4 Stunden stiegen die CAH-Werte für die Grid, Dimple und Triangle Strukturen deutlich an. Insgesamt blieben die benzinbehandelten Oberflächen während der gesamten Untersuchung hydrophob.

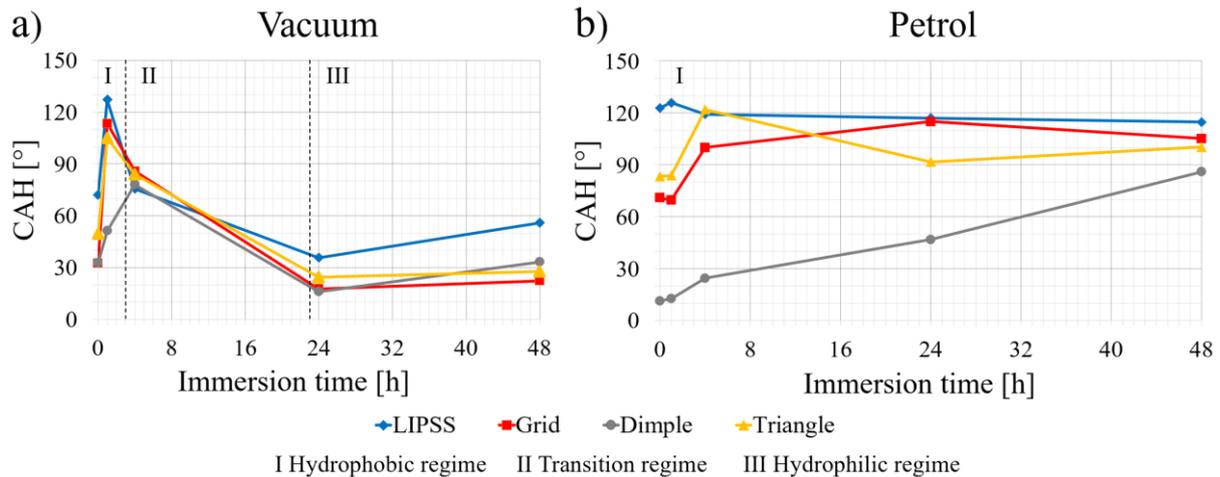


Abbildung 15 - Diagramm der Kontaktwinkelhysterese (CAH) über die Einlegezeit in Aceton für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.

4.5 Ethylenglykol Korrosion

4.5.1 Statischer Kontaktwinkel (SCA) Ethylenglykol

Die Ergebnisse der chemischen Korrosionstests im Ethylenglykolgemisch zeigen, dass bei beiden Behandlungsmethoden die hohen SCA-Werte und die hydrophoben Eigenschaften nach einstündigem Eintauchen erhalten blieben (Abbildung 16) (durchschnittlicher SCA-Wert der vakuumbehandelten Proben nach 1 Stunde: 155,6°; durchschnittlicher SCA der benzinbehandelten Probe nach 1 Stunde: 159,8°). Bei den vakuumbehandelten Proben sank der SCA jedoch nach 4 Stunden deutlich ab und nach 24 Stunden wurde ein Minimum erreicht (\emptyset 43,9°). Ein ähnliches Verhalten wurde bereits bei den vorangegangenen Tests in Aceton beobachtet, obwohl die durchschnittlichen minimalen SCA-Werte für die vakuumbehandelten Proben in Glykol (\emptyset 43,9°) höher waren als in den früheren Aceton-Tests (\emptyset 19,8°). Bei den benzinbehandelten Proben blieb die hydrophobe Benetzbarkeit auch nach 48 Stunden erhalten (\emptyset 139,4°) und lag damit sogar an der Schwelle zur Superhydrophobie. Auch hier übertraf der Wert des durchschnittlichen SCA nach 48 Stunden die bei den Aceton-Korrosionstests gemessenen Werte. Unter den verschiedenen Strukturtypen wiesen die Grid Strukturen nach der Gesamttauchzeit in der Glykollösung mit einem durchschnittlichen SCA von 145,9° die höchsten Ergebnisse auf.

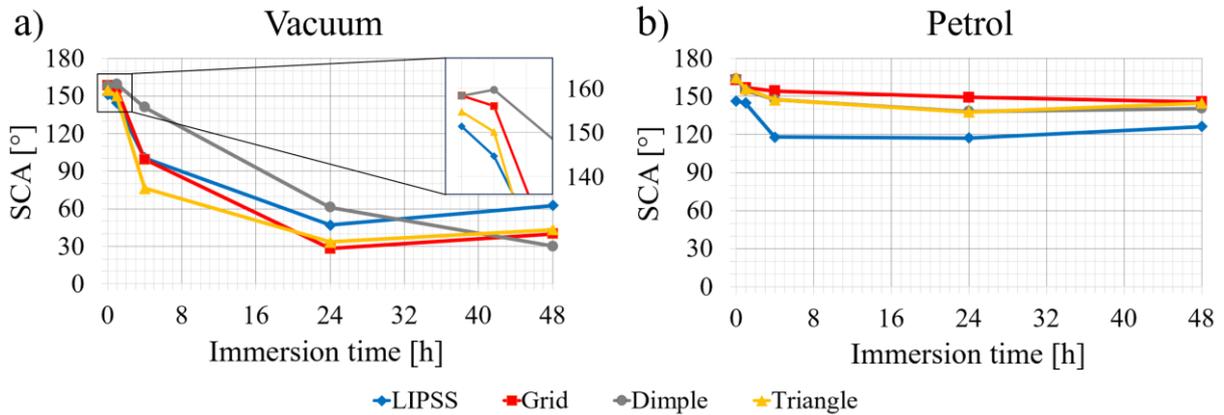


Abbildung 16 - Diagramm des statischen Kontaktwinkels (SCA) über die Einlegezeit in Glykol für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.

4.5.2 Eisadhäsion Ethylenglykol

Die besten Enteisungseigenschaften wurden mit der vakuumbehandelten LIPSS Struktur mit einem Eishaftungswert von 115 kPa erzielt, während bei der mit Benzin behandelten Probe die Grid Struktur mit 340 kPa die besten Ergebnisse aufwies. Darüber hinaus verfügten, wie bereits erläutert, die Dimple Struktur mit 1158 kPa die höchsten anfänglichen Adhäsionsschubspannungen auf, im Vergleich zu den anderen Oberflächen und der unbehandelten und unstrukturierten Edelstahlprobe (820 kPa).

Die Messungen der Eishaftung zeigten bei beiden Behandlungsmethoden bereits nach einer Stunde Eintauchzeit einen Anstieg, wobei die Höchstwerte nach 24 Stunden erreicht wurden (Abbildung 17). In den vorangegangenen Acetontests wiesen die benzinbehandelten Proben auch nach 1 Stunde noch eine bessere Korrosionsbeständigkeit auf. Dennoch übertrafen die mit Benzin behandelten Proben (mit Ausnahme der Dimple Struktur) die vakuumbehandelten Proben (durchschnittliche Adhäsionswert der benzinbehandelten Proben ohne Dimple Struktur: 790 kPa; durchschnittliches Adhäsionswert der vakuumbehandelten Proben: 912 kPa).

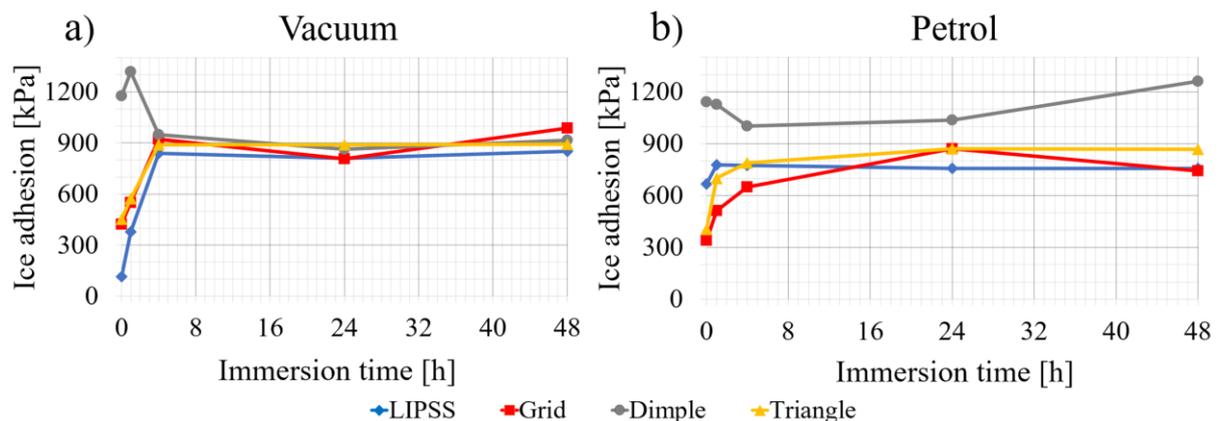


Abbildung 17 - Diagramm der Eishaftung über die Einlegezeit in Glykol für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.

4.5.3 Kontaktwinkelhysterese (CAH) Ethylenglykol

Aufgrund der mechanischen Verzahnung zwischen Eis und rauer Oberfläche zeigten die Dimple Strukturen bei beiden Behandlungsmethoden eine signifikante Zunahme der Eishaftung im Vergleich zu den anderen Strukturtypen. Wie bereits bei den Aceton-Experimenten ergaben die CAH-Werte der Dimple Struktur jedoch niedrige Anfangs-CAH-Werte (durchschnittlicher CAH der vakuumbehandelten Dimple Struktur: 25,2°; durchschnittlicher CAH der benzinbehandelten Dimple Struktur: 8,6°). Darüber hinaus wurden die besten eisabweisenden Eigenschaften von der vakuumbehandelten LIPSS-Oberfläche erzielt, die den höchsten durchschnittlichen CAH-Wert (91,6°) der vakuumbehandelten Proben aufwiesen. Diese Ergebnisse unterstützen ebenfalls die Erkenntnisse und Annahmen von Momen et al. [85].

Ähnlich wie bei Aceton stieg der CAH-Wert bei den vakuumbehandelten Proben nach einer Stunde Immersion an (Abbildung 18) und erreichte nach einer Stunde (LIPSS) bzw. vier Stunden (Grid, Dimple, Triangle) ein Maximum. Danach ging der CAH-Wert nach 24 Stunden deutlich zurück. Die mit Benzin behandelten Proben zeigten einen kontinuierlichen CAH-Anstieg bis zu einer Testdauer von 24 Stunden (mit Ausnahme der LIPSS Strukturen) und blieben während der gesamten Experimente in ihrem ursprünglichen hydrophoben Zustand. Bei beiden Behandlungsmethoden kam es nach einer Testdauer von 48 Stunden zu einer unerwarteten Gradientenänderung im Vergleich zu den Ergebnissen nach 24 Stunden. Das zeigt, dass die laserstrukturierten Oberflächen nach den Korrosionstests anfällig für die Chemisorption von Kohlenwasserstoffen aus der Luft bleiben, was zu einer erneuten Umwandlung der chemischen Polarität von polar zu unpolar und damit zu einer hydrophoben Benetzbarkeit führt [87]. Da die Proben zwischen der Probenentnahme aus dem Ethylen-Glykol-Gemisch und der 48-Stunden-Messung einige Tage an der Luft gelagert wurden, kann von einem Beginn dieses Umwandlungsprozesses ausgegangen werden. Der leichte Anstieg des SCA (für LIPSS, Grid, Triangle) und die Veränderung des CAH-Gradienten, beide nach 48 Stunden, unterstützen diese Hypothese. Ausgehend von diesen Beobachtungen stellte sich die Frage, inwieweit die Strukturen nach den Korrosionstests ihre hydrophoben und enteisenden Eigenschaften wiederherstellen können.

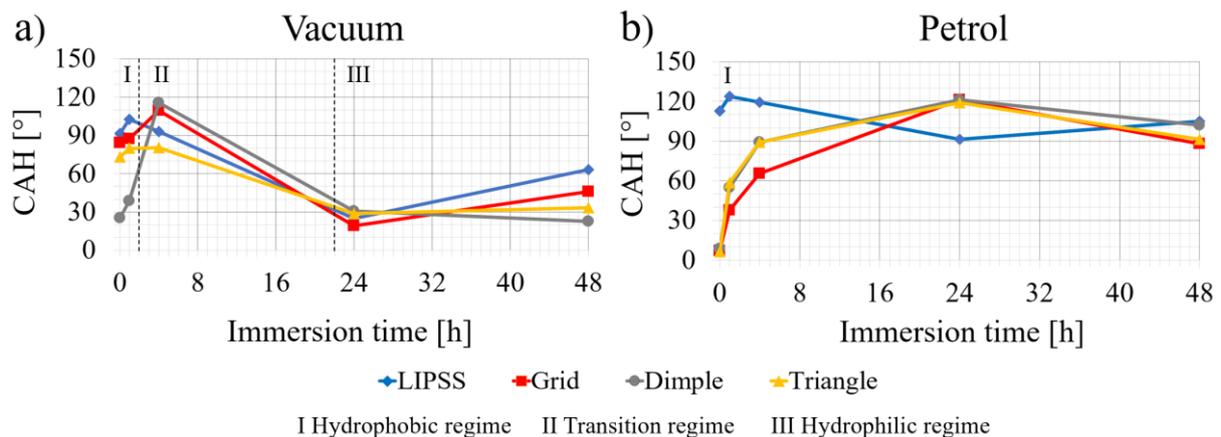


Abbildung 18 - Diagramm der Kontaktwinkelhysterese (CAH) über die Einlegezeit in Glykol für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.

4.6 Regenerationsfähigkeit

Um die potenziellen Regenerationsfähigkeiten der untersuchten Oberflächen zu untersuchen und die hydro- und eisphoben Eigenschaften nach der Korrosion wiederherzustellen, wurden die Proben erneut 4 Stunden lang der entsprechenden Behandlungsmethode ausgesetzt. Insgesamt zeigten die Ergebnisse der SCA-Messungen der Vakuumprobe nach dem zweiten Behandlungszyklus eine Wiederherstellung der superhydrophoben Benetzbarkeit (Tabelle 3). Allerdings wurde insgesamt ein leichter Rückgang der SCAs und der Eishaftung festgestellt, die jedoch durch eine längere zweite Behandlungsdauer noch verbessert werden können.

Struktur	Behandlungsmethode	SCA nach 0 h Aceton [°]	SCA nach 48 h Aceton [°]	SCA nach 48 h Aceton + 4 h Vakuum [°]	IA nach 0 h Aceton [kPa]	IA nach 48 h Aceton [kPa]	IA nach 48 h Aceton + 4 h Benzin [kPa]
LIPSS	Vakuum	148,4	42,2	148,4	101,9	1084,2	566,8
Grid		163,7	11,5	152,5	469,3	1041,8	677,6
Dimple		163,9	10,1	151,3	946,6	926,3	1358,7
Triangle		161,9	15,1	149,3	309,9	914,3	686,5
LIPSS	Benzin	151	134,6	125,4	694,3	910,6	640,1
Grid		156,6	148,3	145,1	233,7	792,7	823,5
Dimple		164,4	156	153,3	382	1008,8	1032,8
Triangle		161,9	150,8	143	182	837,3	616,9

Tabelle 3 - Regenerationsfähigkeit der vakuum- (ID 37) - und benzinbehandelten Proben (ID 28) nach 48 Stunden in Aceton, IA – Eisadhäsion (Ice Adhesion).

Eine benzinbehandelte Probe wurden nach den Acetontests ebenfalls erneut dem Umwandlungsverfahren im Eurosuper Benzin für weitere 4 Stunden ausgesetzt. Allerdings konnten sich die SCAs nach dem wiederholten Behandeln, im Gegensatz zum Vakuumverfahren, nicht verbessern (Tabelle 3). Die Eisadhäsionswerte der LIPSS- und Triangle Strukturen konnte zwar wieder leicht reduziert werden, jedoch zu einem deutlich geringeren Grad als bei den vorangegangenen vakuumbehandelten Proben. Da die benzinbehandelten Proben während der Umwandlungsversuche längere Einlegezeiten benötigten als die vakuumbehandelten Proben, wären eventuell hier bei den Regenerationsversuchen ebenfalls längere Zeiten notwendig. Weitere Untersuchungen mit längeren Umwandlungszeiten sind notwendig, um genauere Annahmen treffen zu können.

4.7 Abrollwinkel

Zusätzlich zum SCA, CAH und der Eisadhäsion wurde der RoA nach der Entnahme aus dem Aceton und dem Ethylenglykolgemisch gemessen. Im folgenden Kapitel werden diese Ergebnisse jeweils von einer vakuum- und einer benzinbehandelten Probe für beide Flüssigkeiten präsentiert.

Vor dem Einlegen in Aceton wiesen alle Strukturen beider Behandlungsmethoden (Vakuum und Benzin) einen Abrollwinkel (RoA) auf (Tabelle 4), wobei die Dimple Struktur jeweils mit 9,7° (Vakuum) und 1,5° (Benzin) über den geringsten RoA verfügten. Zusätzlich scheinen diese Werte der 0 h Messung gut mit den CAH-Startwerten aus dem Kapitel 4.4.3 zu korrelieren. Beispielsweise konnten die Dimple Strukturen die niedrigsten CAH-Werte sowie die niedrigsten RoAs erreichen. Weiters wies die Struktur mit dem höchsten Abrollwinkel (benzinbehandelte LIPSS: 54,2°) ebenfalls den höchsten CAH-Wert auf.

Während der Einlegezeit in Aceton verloren nach und nach alle Strukturen (außer benzinbehandelte Dimple) die Fähigkeit, den Wassertropfen erfolgreich abperlen zu lassen. Die benzinbehandelte Probe und vor Allem die benzinbehandelte Dimple Struktur konnten jedoch den Abrollwinkel länger beziehungsweise komplett beibehalten im Vergleich zu den vakuumbehandelten Strukturen. Diese etwas bessere Korrosionsbeständigkeit der benzinbehandelten Proben spiegelte sich bereits bei der Messung des SCA im Kapitel 4.4.1 wider. Bei diesen SCA-Messungen konnten ebenfalls die benzinbehandelten Dimple Strukturen nach den 48 h Aceton den höchsten SCA (156,8°) im superhydrophoben Bereich aufweisen.

Struktur	Behandlungs- methode	RoA nach				
		0 h	1 h	4 h	24 h	48 h
		Aceton	Aceton	Aceton	Aceton	Aceton
		[°]	[°]	[°]	[°]	[°]
LIPSS	Vakuum	42,8	-	-	-	-
Grid		27	80,4	-	-	-
Dimple		9,7	21,6	-	-	-
Triangle		12,3	-	-	-	-
LIPSS	Benzin	54,2	-	-	-	-
Grid		37,1	45	54	-	-
Dimple		1,5	12,4	8,4	44,3	67,1
Triangle		51,3	-	-	-	-

Tabelle 4 - Abrollwinkel (RoA) [°], jeweils einer der vakuum- und benzinbehandelten Proben nach 0, 1, 4, 24, 48 h im Aceton; [-] – kein Abrollen.

Vor dem Einlegen im Ethylglykolgemisch verfügten erneut alle Strukturen (außer benzinbehandelte LIPSS) über einen Abrollwinkel (Tabelle 5). Bei der vakuumbehandelten Probe erreichte wieder die Dimple Struktur den niedrigsten RoA (11,7°) und bei der benzinbehandelten Probe konnten jeweils Grid, Dimple und Triangle Strukturen alle einen sehr niedrigen RoA (\emptyset 1,6°) aufweisen. Auch hier korrelieren die RoAs der 0 h Messung mit den Startwerten der CAH-Messungen.

Die Glykol-Messungen zeigten abermals, dass bei der vakuumbehandelten Probe der Abrollwinkel zunahm und je nach Struktur bereits nach 1 h oder nach 4 h vollständig verschwand. Die benzinbehandelten Proben konnten wie bereits bei der RoA-Aceton-Untersuchung und in den vorangegangenen Kapiteln eine bessere Korrosionsbeständigkeit aufweisen, da nach wie vor nach 4 h bei den Grid, Dimple und Triangle Strukturen ein RoA gemessen werden konnte.

Auffallend ist jedoch, dass für diese drei benzinbehandelten Strukturen nach 48 h der Wassertropfen abrollen konnte, obwohl bei der vorherigen 24 h Messung kein RoA gemessen wurde. Diese Ergebnisse stimmen jedoch mit den Erkenntnissen aus den Kapiteln 4.5.3 und 4.6 „Regenerationsfähigkeit“ überein: Da vor der 48 h Stunden Messung die benzinbehandelten Proben nach der Entnahme aus dem Glykolegemisch an der Luft gelagert wurden, konnten sie ihre wasserabweisenden Eigenschaften und ihren RoA teilweise regenerieren, weshalb bei der 48 h Messung wieder ein RoA auftrat.

Struktur	Behandlungs- methode	RoA nach				
		0 h	1 h	4 h	24 h	48 h
		Glykol	Glykol	Glykol	Glykol	Glykol
		[°]	[°]	[°]	[°]	[°]
LIPSS	Vakuum	75,5	-	-	-	-
Grid		38,6	-	-	-	-
Dimple		11,7	25,6	-	-	-
Triangle		14,6	20,7	-	-	-
LIPSS	Benzin	-	-	-	-	-
Grid		1,2	24,2	27,6	-	62,3
Dimple		2,2	51,3	26,2	-	48,7
Triangle		1,3	78,4	29,7	-	72,6

Tabelle 5 - Abrollwinkel (RoA) [°], jeweils einer der vakuum- und benzinbehandelten Proben nach 0, 1, 4, 24, 48 h im Ethylglykolegemisch; [-] – kein Abrollen.

4.8 XPS-Analyse

In Folge der chemischen Korrosionsuntersuchungen wurde am Institut eine XPS-Analyse (Röntgenphotoelektronenspektroskopie) der vakuum- und benzinbehandelten Proben vor sowie nach dem Einlegen in Aceton oder dem Glykolegemisch durchgeführt. Diese Arbeiten wurden nicht im Rahmen der Diplomarbeit erstellt, dennoch werden die Ergebnisse aufgrund ihrer Relevanz zum Verständnis der chemischen Oberflächenzusammensetzung im folgenden Kapitel präsentiert.

Durch eine XPS-Analyse kann die chemische Zusammensetzung und die Bindungsumgebung von Oberflächen bestimmt werden, worüber eine Analyse der zugrunde liegenden Prozesse durchgeführt werden kann. Hierfür werden durch elektromagnetische Strahlung Photoelektronen aus dem untersuchten Festkörper herausgeschossen. Durch die anschließende Messung der kinetischen Energie können die Bindungsenergien ermittelt werden, die aufgrund ihrer charakteristischen Eigenschaften auf die einzelnen Atome Rückschlüsse geben. Im vorliegenden Fall soll die Oberflächenchemie bei der Umwandlung der laserstrukturierten Probe zu hydrophoben Eigenschaften analysiert werden, sowie die Veränderungen der Oberflächenzusammensetzung nach den chemischen Korrosionstests. Details zu den Parametern des verwendeten Spektrometers und den spezifischen Ergebnissen für jede Probe sind in der entsprechenden Publikation einzusehen [75].

Die ermittelten Untersuchungsspektren zeigten, dass es sich bei den vorhandenen Hauptelementen der Proben um Kohlenstoff (C), Sauerstoff (O) und Eisen (Fe) handelt. Durch den Laserstrukturierungsprozess kam es unabhängig von den vier Strukturtypen zu einem Anstieg des Sauerstoffes. Dies könnte auf die Bildung von Oxiden durch das Aufschmelzen des Materials zurückzuführen sein. Des Weiteren war ein deutlicher Rückgang des Kohlenstoffgehalts zu verzeichnen, was auf die Entfernung von Kohlenstoffverunreinigungen während des Laserprozesses hinweist.

Durch die Umwandlungsprozesse (Vakuum und Benzin Behandlung) kam es wieder zu einer Zunahme des Kohlenstoffes, die durch die Bildung einer neuen Oberflächenschicht durch Chemisorption von Kohlenwasserstoffen erklärt werden könnte [87], [88], [89]. Dieser Effekt war insbesondere bei den Dimple, Grid und LIPSS Strukturen messbar und weniger ausgeprägt bei den Triangle Strukturen. Nach dem Umwandlungsprozess nahmen außerdem die unpolaren C-C/C-H Komponenten deutlich zu, was zu den hydrophoben Eigenschaften der Oberflächen beiträgt.

Nachdem die Proben 48 Stunden lang in Aceton getaucht waren, verringerten sich die unpolaren Komponenten der vakuumbehandelten Proben, wobei das Verhältnis leicht über dem der Referenzprobe lag. Diese Ergebnisse stimmen auch mit den vorherigen SCA-Untersuchungen überein, bei denen der SCA nach den 48 h signifikant abnahm. Bei den benzinbehandelten Proben kam es ebenfalls zu einer Abnahme der unpolaren Komponenten, jedoch in geringerem Maße als bei den zuvor vakuumbehandelten Proben.

Die Auswertung der Untersuchungen zeigt, dass für die Erreichung der superhydrophoben Benetzbarkeit ein relativ hoher Gesamtkohlenstoffgehalt erforderlich ist, was zu einem niedrigen Fe/C-Verhältnis führt und den Anteil unpolarer Komponenten erhöht. Eben dieser hohe Anteil an unpolaren Komponenten scheint besonders wichtig für die superhydrophoben Eigenschaften der Oberflächen zu sein. Bei den einzelnen Untersuchungen der verschiedenen Strukturtypen ergab sich ebenfalls dieser beschriebene Trend, wobei sich jedoch eine genaue Differenzierung zwischen den einzelnen Strukturen als etwas schwierig erwies.

4.9 UV-Strahlung Korrosion

Zum Abschluss der Widerstandsuntersuchungen wurde die UV-Beständigkeit der superhydrophoben Oberflächen untersucht, um die Exposition gegenüber Sonnenlicht zu simulieren. Hierfür wurden zwei vakuumbehandelte und zwei benzinbehandelte Proben mit den vier Strukturtypen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) und denselben Bearbeitungsparametern der chemischen Korrosionstests (Tabelle 1) mit einer Xenon-Bogenquelle mit Tageslichtfilter (ASTM D7869) für eine Testdauer von 100 h bestrahlt. Die Testbedingungen entsprachen den Richtlinien nach IEC TS 62788-7-2, wobei eine Bestrahlungsstärke von $0,8 \text{ W/m}^2/\text{nm}$ bei einer Wellenlänge von 340 nm verwendet wurde (entspricht $81 \pm 8 \text{ W/m}^2$). In der Prüfkammer herrschte eine Temperatur von $65 \pm 3 \text{ °C}$ und eine relative Luftfeuchtigkeit von $20 \pm 5 \%$.

Zur Bestimmung der Benetzungseigenschaften und dem Verhalten nach der UV-Bestrahlung wurde der SCA und die Eisadhäsion vor und nach der Bestrahlung erhoben.

Nach der vollständigen Bestrahlungsdauer von 100 h zeigte sich ein deutlicher Rückgang des SCA für alle Strukturtypen außer den LIPSS (Tabelle 6). Diese konnten nach den UV-Tests ihr hydrophobes Benetzungsverhalten erfolgreich beibehalten und zeigten nur eine geringfügige SCA-Abnahme. Die benzinbehandelten Proben wiesen für Grid, Dimple und Triangle Strukturen einen stärkeren SCA-Abbau im Vergleich zu den vakuumbehandelten Proben auf. Bei der Eisadhäsionsmessung zeigten allerdings alle Strukturtypen einen deutlichen Anstieg und lagen nach den 100 h Bestrahlung im Bereich der unbehandelten, laserstrukturierten Referenzprobe.

Struktur	Behandlungs- methode	SCA vor 100 h UV [°]	IA vor 100 h UV [kPa]	SCA nach 100 h UV [°]	IA nach 100 h UV [kPa]	Änderung des SCA	Änderung der IA
LIPSS	4 h Vakuum	151,6	178,5	147,1	647,7	-3%	+263%
Grid		157,8	337,4	48,7	866,8	-69%	+157%
Dimple		158,9	1146,5	121,4	945,1	-24%	-18%
Triangle		155,1	292,0	63,3	926,1	-59%	+217%
LIPSS	4 h Benzin	144,0	661,4	126,0	772,2	-13%	+17%
Grid		163,1	535,4	0	906,8	-100%	+69%
Dimple		165,6	1566,4	5,9	822,7	-96%	-47%
Triangle		162,5	308,6	11,9	895,4	-93%	+190%

Tabelle 6 - Ergebnisse der optischen Beständigkeits tests vor und nach der Exposition, IA – Eisadhäsion (Ice Adhesion).

4.10 Weitere Erkenntnisse zur mechanischen Widerstandsfähigkeit und Performance

Zusätzlich zu den chemischen und optischen Korrosionsuntersuchungen wurden am Institut Experimente zur mechanischen Widerstandsfähigkeit und allgemeinen Performance der hydrophoben und eisabweisenden Oberflächen sowie der 4 verschiedenen Strukturtypen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) durchgeführt und publiziert [9]. Diese Untersuchungen und Ergebnisse waren nicht Teil der Diplomarbeit, werden aber aufgrund ihrer Relevanz für diese Arbeit im folgenden Kapitel vorgestellt.

Die Langzeitbeständigkeit der superhydrophoben Oberflächen wurde im Zuge eines sechsmonatigen Versuchsaufbaus unter realen Bedingungen getestet, indem laserbearbeitete Edelstahlproben mit den vier bekannten Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) auf Rotorblättern einer kleinen Windkraftanlage am Pretul-Gebirgskamm in den österreichischen Alpen (1600 m Höhe) angebracht wurden.

Nach den Langzeit-Feldtest zeigten die Mikrostrukturen (Grid, Dimple, Triangle) leichte Erosionserscheinungen, die sich durch eine verringerte Oberflächenrauheit darstellte. Die Nanostrukturen (LIPSS) wiesen diverse Abnutzungsspuren und Kratzer mit unterschiedlicher Größe und Tiefe auf, wodurch sich hier wiederum die Oberflächenrauheit erhöhte. Dennoch ergaben weitere Untersuchungen mittels REM und Rasterkraftmikroskopie (AFM), dass die eigentlichen LIPSS Strukturen weitgehend erhalten blieben. Diese Feldversuche zeigten somit zwar Veränderungen an den Oberflächen aufgrund von Erosion, untermauerten jedoch die Verschleißfestigkeit der Proben, da die grundlegenden Strukturen weiterhin vorhanden blieben.

Weiters wurde im Rahmen dieser Publikation die Auswirkungen der superhydrophoben Oberflächen auf den Eisbildungsprozess im kleinen Vereisungswindkanal der FH Joanneum praktisch untersucht. In diesem kalibrierten, geschlossen atmosphärischen Windkanal in der Göttinger Konfiguration wurden Edelstahlfolien mit den vier Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) auf ein NACA 0012 Tragflächensegment aufgeklebt und anschließend der Flug sowie die Vereisungen mit einem Anstellwinkel von 0° simuliert. Die untersuchten Proben bestanden aus der laserbearbeiteten Edelstahlfolie sowie einer nebenbei angebrachten unbehandelten Referenzfolie. Somit konnten die Vereisungsprozesse auf den superhydrophoben Oberflächen und den unbearbeiteten Oberflächen direkt nebeneinander verglichen werden und mittels einer Kamera (senkrecht über dem Tragflügelsegment) für 180 Sekunden aufgezeichnet werden. Die Untersuchungen konzentrierten sich insbesondere auf die Fähigkeit der Oberflächen ankommende Wassertropfen abperlen zu lassen und

den Abfluss von Wasser zu unterstützen. Weiters wurden besonders der beginnende Vereisungsprozess und die entstehenden Eisformationen und Rauheiten beobachtet.

Die aufgezeichneten Videos zeigen deutlich bis zur Bildung der ersten Eisschicht, dass die strukturierten und benzinbehandelten Oberflächen Wasser effizienter abstoßen konnten als die vakuumbehandelte Folie und die Referenzoberflächen. Des Weiteren wiesen die benzinbehandelten Grid-, Dimple- und Triangle-Strukturen zu Beginn glattere Eisformationen an der Flügelvorderkante auf und zeigten eine verzögerte bzw. verlangsamte Eisbildung im Vergleich zur Referenzoberfläche. Im weiteren Verlauf bildeten sich an der Referenzprobe Eisperlen (erhöhen Rauheit und somit Luftwiderstand), während die strukturierteren Proben glatter blieben und eine geringere Eisdicke aufwiesen. Zwar kam es nach der gesamten Versuchsdauer von 180 s auch bei den benzinbehandelten Proben zu einer dicken Eisschicht, dennoch konnten diese Versuche erfolgreich zeigen, dass die laserstrukturierten und benzinbehandelten Oberflächen die initiale Vereisungsphase positiv beeinflussen können.

Diese beschriebenen Erkenntnisse der Feld- und Windkanaltests führen zur Schlussfolgerung, dass die untersuchten laserstrukturierten Oberflächen tatsächlich zur Reduzierung der Eishaftung auf Flügelprofilen und somit auf konventionellen Tragflächen in der Luftfahrt und Windenergie aufgebracht werden können.

4.11 Zusammenfassung der Korrosionstests

Insgesamt zeigte sich in den chemischen Korrosionstests, dass benzinbehandelte Proben ihre hydrophobe Benetzbarkeit auch nach 48 Stunden Eintauchen in Aceton und dem Ethylenglykol-Gemisch beibehalten konnten und daher eine akzeptable chemische Korrosionsbeständigkeit in Bezug auf den SCA und die hydrophoben Eigenschaften aufwiesen. Vakuumbehandelte Proben behielten die anfängliche Hydrophobie für 1 Stunde bei, danach trat jedoch eine deutliche Verschlechterung ein. Hinsichtlich der Eishaftung waren die mit Benzin behandelten Proben den vakuumbehandelten Proben überlegen, allerdings konnten die eisabweisenden Eigenschaften nicht aufrechterhalten werden. Je nach Flüssigkeit kam es nach 1 Stunde (Glykolgemisch) bzw. 4 Stunden (Aceton) zu einer Verschlechterung. Bei den vakuumbehandelten Proben konnte eine rasche Zunahme der Eishaftung beobachtet werden. Beide Probenbehandlungen boten daher keine zufriedenstellende Korrosionsbeständigkeit in Bezug auf die Enteisungsfähigkeit. Beide Kohlenwasserstoff-Behandlungsmethoden konnten eine bessere Beständigkeit gegen das Glykolgemisch aufweisen als gegen Aceton. Darüber hinaus konnte nachgewiesen werden, dass eine erneute Exposition im Vakuum nach der Acetonkorrosion die hydrophobe Benetzbarkeit dieser Oberflächen wiederherstellen und die Enteisungsfähigkeit teilweise verbessern kann. Außerdem zeigten die Messungen, dass der CAH-Wert nicht direkt mit der Eishaftung korreliert. Die XPS-Analyse ergab im Anschluss, dass der SCA stark von der absoluten Menge an unpolaren C-C/C-H-Komponenten auf der Oberfläche abhängt, die während der Korrosionstests reduziert wurden (stärker bei den vakuumbehandelten Proben als bei den mit Benzin behandelten Proben).

Die abschließenden UV-Bestrahlungstests zeigten, dass die benzin- und vakuumbehandelten Stahlproben keine UV-Beständigkeit aufweisen, obwohl die LIPSS-Nanostrukturen ihre hydrophobe Benetzbarkeit nach den 100 h Exposition beibehalten konnte, nicht aber ihre eisabweisenden Eigenschaften.

Zusätzliche Untersuchungen am Institut wiesen darauf hin, dass die verschiedenen Strukturen im mehrmonatigen Feldtest eine gute mechanische Verschleißbeständigkeit aufweisen konnten. Weiters wurde im Windkanal erfolgreich beobachtet, dass durch laserbearbeitete und benzinbehandelte Oberflächen die anfängliche Vereisungsphase positiv beeinflussen wird.

In diesem Abschnitt wurden die ersten Arbeiten zur Analyse des Korrosionsverhalten der laserstrukturierten und superhydrophoben Oberflächen durchgeführt. Insgesamt bedarf es jedoch weiterer zukünftiger Forschung, um das Benetzungsverhalten der untersuchten Oberflächen in Bezug auf Korrosion und ihrer möglichen Regenerationsfähigkeiten vollständig zu erfassen.

5 Auswirkung der Strukturtiefe auf die Aceton-Beständigkeit und die Umwandlung

Während des Herstellungsverfahrens der superhydrophoben Oberflächen und der Arbeiten am Femtolasersystem hat sich herausgestellt, dass es durch die Adjustierung und Einstellung des Prismenkompressors zu einer deutlich stärkeren Materialabtragung am Werkstück kommt. Aufgrund dessen wurde im Laufe der Arbeiten Oberflächen mit verschiedenen Strukturtiefen hergestellt und verglichen. Hierbei zeichnete sich ab, dass die Oberflächentopografie und die Strukturtiefe Auswirkungen auf das Benetzungsverhalten, die eisabweisenden Eigenschaften und eventuell den Umwandlungsprozess nach der Laserbearbeitung hat. Dieses Kapitel widmet sich einer ersten detaillierten Untersuchung dieses Verhaltens, einerseits durch erneute Aceton Korrosionsuntersuchungen von vakuumbehandelten Proben und andererseits durch den Vergleich des Benetzungsverhaltens von laserstrukturierten Proben nach der Benzinbehandlung.

5.1 Prismenkompressor Variation

Die Stärke der Signalkomprimierung und des Dispersionsgrades im Kompressor kann stufenlos über die Verschiebung des zweiten Prismenkompressor-Paares eingestellt werden. Im verwendeten Lasersystem erfolgt diese Verschiebung über einen Drehregler im Wertebereich von 7,2 bis 25 (kleiner 7,2: keine Materialabtragung am Werkstück; größer 25: keine Verschiebung mehr möglich). Zu erwähnen ist, dass dieser Wertebereich stark abhängig von der verwendeten und spezifischen Optikkonfiguration zur Werkstückbearbeitung ist und sich daher nicht direkt mit anderen Femtolasersystemen vergleichen lässt.

Zur optimalen Bestimmung dieses Parameters wurden Dimple Strukturen (2 mm x 2 mm Felder) bei gleichbleibender Leistung (400 mW) und Pulsanzahl (40) hergestellt und der Prismenkompressorwert von 7 bis 25 in Einer-Schritten variiert. Hierbei hat sich herausgestellt, dass es im hohen Wertebereich (20 bis 25) zu den deutlichsten Einschüssen und ausgeprägtesten Strukturen kommt (Abbildung 19), weshalb als neuer Bearbeitungsparameter 25 gewählt wurde. Die hierbei erzeugten Dimple Strukturen wiesen eine höhere Tiefe auf, als es die bisherige Einstellung ermöglichte (Tabelle 9).

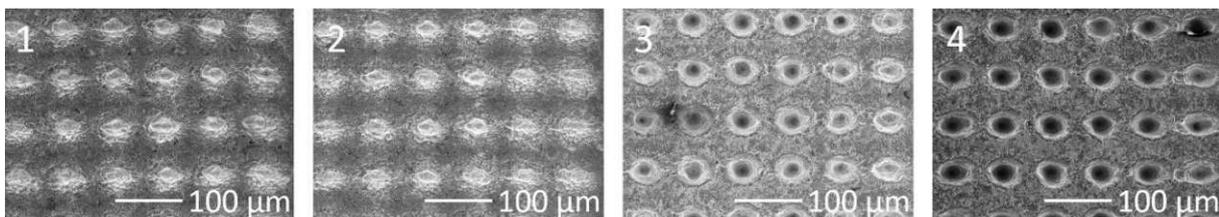


Abbildung 19 - Dimple Strukturen, hergestellt mit 400 mW und 40 Pulsen mit den folgenden Prismenkompressorwerten: 7,2 (Bild 1); 8 (Bild 2); 20 (Bild 3); 25 (Bild 4)

5.2 Die verschiedenen Strukturtypen

Im folgenden Kapitel wurden zwei verschiedene Proben typen verglichen, einmal mit den Prismenkompressor-Einstellungen bei einem Wert von 7.25 (Typ 1) und einmal mit einem Wert von 25 (Typ 2) mit einer tieferen Strukturtypen und höheren Oberflächenrauheit. Auf allen Proben wurden die vier Oberflächenstrukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) mit den Laserparametern gemäß Tabelle 7 aufgebracht. Die Proben mit den flacheren Strukturen (Typ 1 und Wert 7.25) wiesen die physikalischen Topografieeigenschaften gemäß Tabelle 8 auf und die tieferen Strukturen (Typ 2 und Wert 25) die Eigenschaften, die in der Tabelle 9 dargestellt sind. In den beiden Oberflächentopografie-Tabellen kann man deutlich erkennen, dass die maximale Höhe (Sz), also die Länge von „peak-to-base“ bei der Typ 2 Topografie höhere Werte annimmt als bei den Typ 1 Proben. Einfachheitshalber werden daher die Typ 2 Proben in diesem Kapitel als „tiefer“ und die Typ 1 Proben als „flacher“ bezeichnet.

Strukturtyp	Laserfluenz [J/cm ²]	Spot Durchmesser [μm]	Bahnabstand [μm]	Anzahl der Pulse
LIPSS	1	150	150	15
Grid	30	35	100	18
Dimple	40	35	50	40
Triangle	20	35	100	18

Tabelle 7 - Laserbearbeitungsparameter der Proben für Korrosionsbeständigkeit und Strukturen von Typ 1 und Typ 2.

Strukturtyp	Cut-off, λc [μm]	Sa [μm]	Sq [μm]	Sz [μm]	Sdr [%]
LIPSS	250	0.14	0.22	2.95	0.7
Grid	800	1.58	2.09	23.65	27.6
Dimple	800	5.58	7.07	45.51	357.8
Triangle	800	1.69	2.45	26.40	27.3

Tabelle 8 – Typische Oberflächentopografie für Strukturen Typ 1 nach der Laserbearbeitung mit einem Prismenkompressorwert von 7,25, vor der Korrosionsüberprüfung; Sa - arithmetische Mittelwertabweichung, Sq - quadratischer Mittelwert der Höhe, Sz - maximale Höhe, Sdr - entwickeltes Grenzflächenverhältnis.

Strukturtyp	Cut-off, λc [nm]	Sa [μm]	Sq [μm]	Sz [μm]	Sdr [%]
LIPSS	75	0.12	0.19	4.00	0.5
Grid	150	4.66	6.20	41.04	203.3
Dimple	300	16.19	18.27	77.66	1245.6
Triangle	150	3.57	4.69	32.87	115.5

Tabelle 9 - Typische Oberflächentopografie für Strukturen Typ 2 nach der Laserbearbeitung mit einem Prismenkompressorwert von 25, vor der Korrosionsüberprüfung; Sa - arithmetische Mittelwertabweichung, Sq - quadratischer Mittelwert der Höhe, Sz - maximale Höhe, Sdr - entwickeltes Grenzflächenverhältnis [75].

5.3 Abhängigkeit der Korrosionsbeständigkeit gegen Aceton von der Strukturtiefe

Zur Untersuchung der Korrosionsbeständigkeit gegen Aceton in Abhängigkeit der Strukturtiefe wurden 2 vakuumbehandelte Typ 1 Proben und 2 vakuumbehandelte Typ 2 Proben mit tieferen Strukturen für eine maximale Dauer von 24 h in Aceton (Reinheit > 99,9%) eingelegt. Die entsprechenden Herstellungsparameter und Oberflächentopografien wurden im vorherigen Kapitel vorgestellt und sind in Tabelle 7, Tabelle 8 und Tabelle 9 zu finden, wobei die Eigenschaften der Typ 2 Proben den der bereits untersuchten Proben aus dem Kapitel 4.4 „Aceton Korrosion“ entsprechen. Die maximale Einlegedauer von 24 h wurde auf Basis der vorherigen Korrosionsuntersuchungen gewählt, da es nach den 24 h zu keiner grundlegenden Änderung der Messwerte kam. Zur Bestimmung des Benetzungsverhaltens und der eisabweisenden Eigenschaften wurde jeweils nach 0 h, 1 h, 4 h und 24 h der statische Kontaktwinkel (SCA) und die Eisadhäsion gemessen. Nach jeder Extraktion aus dem Aceton wurden die Proben mit gefilterter und komprimierter Luft bei 5 bar gereinigt und getrocknet.

5.3.1 Statischer Kontaktwinkel (SCA)

Nach der Vakuumbehandlung wiesen alle Strukturen beider Probentypen (Typ 1 und Typ 2) ein superhydrophobes Benetzungsverhalten auf, mit Ausnahme der LIPSS Struktur der flacheren Typ 1 Proben (Abbildung 20). Diese blieben mit einem SCA von 149° ganz knapp unter der Grenze zur Superhydrophobie. Die tieferen Probenstrukturen (Typ 2) wiesen einen durchschnittlich höheren SCA (\varnothing 160,6°) auf, als die Strukturen der Typ 1 Proben (\varnothing 153,2°).

Dies änderte sich jedoch über die Einlegezeit in Aceton (Abbildung 20). Nach 4 h in Aceton lag der durchschnittliche SCA der tieferen Proben (Typ 2) mit (\varnothing 92°) unter dem durchschnittliche SCA der Typ 1 Proben (\varnothing 119,7°). Nach den 24 h verdeutlichte sich dieser Unterschied nochmal stärker, da die Typ 2 Strukturen ein hydrophiles Benetzungsverhalten aufwiesen (Typ 2: \varnothing 15,6°) vs (Typ 1: \varnothing 64°).

Interessant ist, dass für die Typ 1 Strukturen die tiefsten Strukturen (Dimple) nach 24 h ein hydrophiles Benetzungsverhalten aufwiesen (SCA: 7°). Die anderen Strukturen (LIPSS, Grid, Triangle) der Typ 1 Proben wiesen nach den 24 h in Aceton mit einem gesamten durchschnittlichen SCA von 83° eine deutlich bessere Korrosionsbeständigkeit gegen Aceton in Bezug auf den SCA auf als bisher für vakuumbehandelten Proben bekannt.

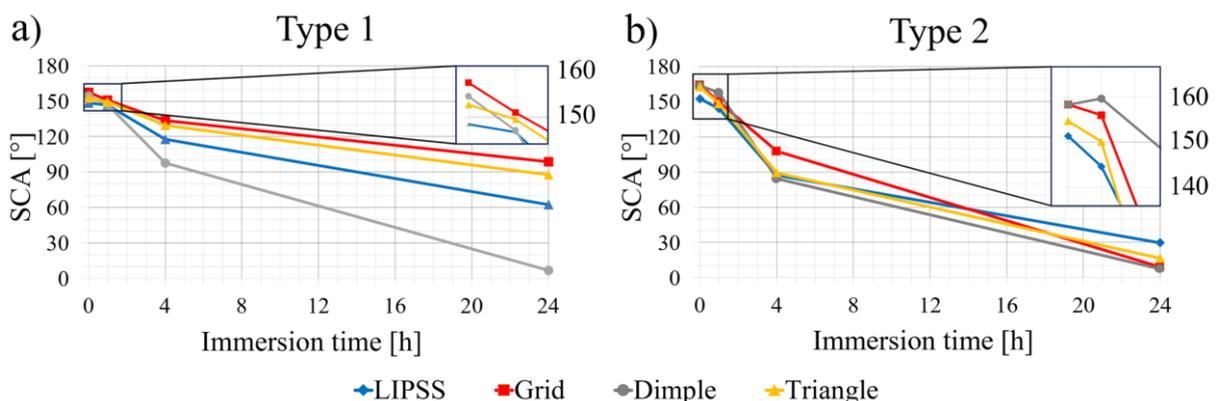


Abbildung 20 - Diagramm des statischen Kontaktwinkels (SCA) über die Einlegezeit in Aceton für: a) Typ 1 Proben; b) Typ 2 Proben mit tieferen Strukturen.

5.3.2 Eisadhäsion

Alle Strukturen beider Probentypen, mit Ausnahme der Dimple Strukturen beider Typen, erzielten niedrigere Eisadhäsionswerte als die unbehandelte Referenzedelstahlprobe (820 kPa) (Abbildung 21). Die flacheren Typ 2 Proben erreichten hier ein leicht besseres Ergebnis ($\bar{\sigma}$ 237 kPa) als die tieferen Typ 1 Proben ($\bar{\sigma}$ 297 kPa) unter Nichtmiteinbeziehung der Dimple Strukturen bei beiden Durchschnittswerten. Die geringste Adhäsionskraft wurde für die vakuumbehandelte LIPSS-Oberfläche der tieferen Typ 2 Proben mit nur 95 kPa erreicht.

Für beiden Probentypen trat die höchste Eisadhäsion mit knapp über 900 kPa für die rauesten und tiefsten Strukturen (Dimple) auf. Dieser Wert lag über dem Eisadhäsionswert der unbehandelten Edelstahlproben (820 kPa) und lässt sich durch Verzahnungseffekte aufgrund eines unvollständig erreichten Cassie-Baxter-Zustandes erklären, die bereits in den vorherigen Korrosionsuntersuchungen auftraten.

Nach 1 h Eintauchzeit in Aceton kam es bei den LIPSS, Grid und Triangle Strukturen beider Probentypen zu einem deutlichen Anstieg der Werte, wobei dieser für die flacheren Typ 1 Strukturen weniger stark ausfiel. Die tieferen Typ 2 Strukturen erreichten bereits nach 1 h nahezu den Referenzwert der unbehandelten Edelstahlprobe (820 kPa) mit einer durchschnittlichen Eisadhäsion von 807 kPa unter Nichtmiteinbeziehung der Dimple Proben. Die Typ 1 Strukturen konnten nach 1 h zwar noch niedrigere Adhäsionswerte vorweisen ($\bar{\sigma}$ 567 kPa ohne Dimple Struktur), überschritten aber ebenfalls den Referenzwert der unbehandelten Edelstahlprobe nach der 4 h Messung ($\bar{\sigma}$ 835 kPa ohne Dimple Struktur).

Die flacheren Typ 1 Proben waren somit in der Lage eine leicht verbesserte Korrosionsbeständigkeit gegen Aceton vorzuweisen, konnten langfristig jedoch erneut die anfänglich niedrigen Scherspannungswerte nicht halten. Ein abschließendes Gesamtfazit wird am Ende des Kapitels 5.5 gezogen.

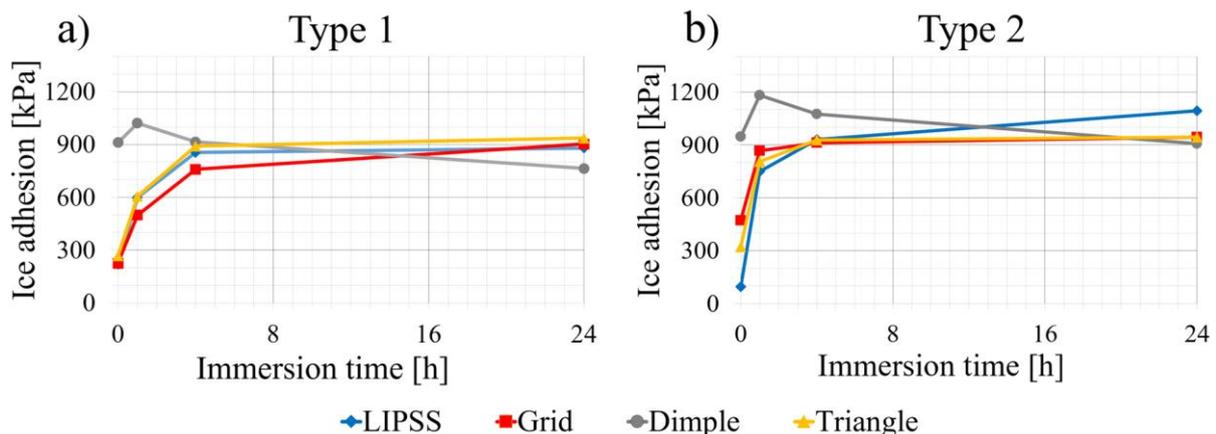


Abbildung 21 - Diagramm der Eishaftung über die Einlegezeit in Aceton für: a) Typ 1 Proben; b) Typ 2 Proben mit tieferen Strukturen.

5.4 Abhängigkeit der Benzin-Umwandlung von der Strukturtiefe

Im folgenden Kapitel wurde die Auswirkung der Strukturtiefe auf die chemische Umwandlung von hydrophil zu hydrophob für laserstrukturierte, benzinbehandelte Proben untersucht. Es wurden erneut die beiden Probentypen Typ 1 und Typ 2 aus dem vorherigen Kapitel mit den Bearbeitungsparametern und Oberflächentopografien gemäß Tabelle 7, Tabelle 8 und Tabelle 9 verglichen. Zusätzlich wurde ein neuer Probentyp (Typ 3) mit den 4 Strukturtypen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) gefertigt. Dieser sollte eine mitteltiefe Strukturtiefe zwischen den beiden anderen Typen (Typ 1 und Typ 2) aufweisen und wurde deswegen mit einem Prismenkompressorwert von 25 und einer halbierten Laserfluenz gefertigt. Die Typ 3 Proben wurden somit mit den Bearbeitungsparametern gemäß Tabelle 10 erzeugt und verfügen über die Oberflächentopografie gemäß Tabelle 11.

Direkt nach der Fertigung wiesen die Proben ein hydrophiles Benetzungsverhalten auf und wurden anschließend für 4 h der Benzinbehandlung (Einlegen in EuroSuper-Benzin ROZ 95) unterzogen. Zusätzlich wurden zwei Typ 2 Proben für 65 h in Benzin eingelegt, um die Auswirkung von deutlich längeren Umwandlungszeiten zu untersuchen. Jeweils nach dem Herstellungsverfahren und nach der Behandlung wurden die Proben mit gefilterter und komprimierter Luft bei 5 bar gereinigt und getrocknet.

Nach dem Umwandlungsverfahren wurde der statische Kontaktwinkel (SCA) und die Eisadhäsion gemessen, um Rückschlüsse zur Auswirkung der Strukturtiefe auf die Umwandlung zu ziehen.

Strukturtyp	Laserfluenz [J/cm ²]	Spot Durchmesser [μm]	Bahnabstand [μm]	Anzahl der Pulse
LIPSS	0,5	150	150	15
Grid	15	35	100	18
Dimple	20	35	50	40
Triangle	10	35	100	18

Tabelle 10 - Laserbearbeitungsparameter der Typ 3 Proben.

Strukturtyp	Cut-off, λc [nm]	Sa [μm]	Sq [μm]	Sz [μm]	Sdr [%]
LIPSS	250	0.11	0.16	1.94	0.5
Grid	800	2.85	4.00	29.91	62.1
Dimple	800	10.37	13.98	67.75	941.1
Triangle	800	1.96	2.66	21.63	21.7

Tabelle 11 - Typische Oberflächentopografie für Strukturen Typ 3 nach der Laserbearbeitung mit einem Prismenkompressorwert von 25, vor der Korrosionsüberprüfung; Sa - arithmetische Mittelwertabweichung, Sq - quadratischer Mittelwert der Höhe, Sz - maximale Höhe, Sdr - entwickeltes Grenzflächenverhältnis.

5.4.1 Statischer Kontaktwinkel (SCA)

Nach dem Einlegen in Benzin für 4 h zeigten nahezu alle Strukturen der 3 Probenotypen ein superhydrophobes Benetzungsverhalten (Tabelle 12). Eine Ausnahme bildeten die LIPSS Strukturen der Typ 2 und Typ 3 Proben, die unterhalb der 150°-Grenze blieben und somit nur einen hydrophoben Kontaktwinkel zeigten.

Insgesamt konnte die Typ 1 Probe mit den flachsten Strukturen eindeutig die höchsten Kontaktwinkel der 4 h Benzinbehandlung erreichen (\varnothing 158,7°). Allerdings ergaben die Messungen, dass die mitteltiefen Strukturen der Typ 3 Proben (\varnothing 149°) keinen höheren durchschnittlichen Kontaktwinkel zeigten, als die tiefen Typ 2 Strukturen (\varnothing 152,1°).

Die Typ 2 Proben konnten nach 65 h Benzin bei allen Oberflächen, mit Ausnahme der LIPSS Strukturen, Kontaktwinkel über 160° erzielen, wodurch der Durchschnitts-SCA sogar über dem der Typ 1 Strukturen nach 4 h liegt. Das zeigt, dass die tieferen Typ 2 Strukturen ebenfalls die hohen Kontaktwinkel der flacheren Typ 1 Proben erreichen können, jedoch hierfür eine längere Behandlungs-/Umwandlungszeit benötigen.

Struktur	Behandlungsmethode	SCA Typ 1 [°]	SCA Typ 3 [°]	SCA Typ 2 (tiefste Strukturen) [°]	Behandlungsmethode	SCA Typ 2 (tiefste Strukturen) [°]
LIPSS	4 h Benzin	151	133,2	138	65 h Benzin	145,1
Grid		157,6	147,4	156,9		160,2
Dimple		164,4	159,8	163,3		166,3
Triangle		161,9	155,7	150,2		165,1
\varnothing		158,7	149	152,1		159,2

Tabelle 12 – SCA der Proben (Typ 1,2,3) mit je vier Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) nach 4 h Benzinbehandlung und Typ 2 Proben nach 65 h Benzinbehandlung.

5.4.2 Eisadhäsion

Die anschließenden Eisadhäsionsmessungen (Tabelle 13) zeigten eindeutig die niedrigsten, durchschnittlichen Adhäsionswerte der 4 h Benzinbehandlung bei den flachen Typ 1 Strukturen (\varnothing 389 kPa), die sich auch deutlich unterhalb der Adhäsionsmessung der unstrukturierten und unbehandelten Referenz-Edelstahlprobe von 820 kPa befinden. Mitteltiefe Strukturen der Typ 3 Proben (\varnothing 664 kPa) blieben ebenfalls unter dem Referenzwert und die tiefsten Strukturen der 4 h Messung erreichten klar die höchsten Adhäsionswerte (\varnothing 902) kPa.

Die tiefen Typ 2 Proben nach 65 h Benzin lieferten gute Adhäsionswerte für die Grid (342 kPa) und Triangle (306 kPa) Strukturen. Diese Werte liegen deutlich unter den Werten der 4 h Benzinbehandlung der Typ 2 Proben und zeigen erneut, dass die Typ 2 Grid und Triangle Strukturen ähnlich niedrige Adhäsionswerte wie die der Typ 1 Proben erreichen können, jedoch dafür längere Umwandlungszeiten im Benzin benötigen.

Nach Vercillo et al. [82] ist die Oberflächenrauheit sowie die Strukturtiefe ein wesentlicher Faktor für das Verhalten zwischen Eis und Oberfläche. Die hohen Adhäsionswerte der tiefen Typ 2 Strukturen

nach 4 h, die über dem Referenzwert der unbearbeiteten Edelstahlprobe liegen, sprechen dafür, dass sich der Cassie-Baxter Benetzungszustand nicht vollständig einstellen konnte und dass somit teilweise ein Wenzel-Zustand auftritt. Aufgrund des dadurch entstehenden mechanischen Interlockings kann es somit zu Verzahnungseffekten zwischen Eis und Oberflächenstrukturen kommen, die hohe Adhäsions-Scherspannungen zur Folge haben. Die Dimple-Strukturen der Typ-2-Proben erreichten nach 65 Stunden etwa denselben hohen Adhäsionswert wie die Typ-2-Dimple-Strukturen nach 4 Stunden. Dies deutet erneut darauf hin, dass bei den tiefen Dimple-Strukturen vorwiegend ein Wenzel-Zustand auftritt, der zu verstärkten Verzahnungseffekten führt. Die gemessenen Ergebnisse legen nahe, dass diese Effekte auch nach längeren Einlegezeiten nicht abnehmen.

Struktur	Behandlungs- methode	Eisadhäsion	Eisadhäsion	Eisadhäsion	Behandlungs- methode	Eisadhäsion
		Typ 1 [kPa]	Typ 3 [kPa]	Typ 2 (tiefste Strukturen) [kPa]		Typ 2 (tiefste Strukturen) [kPa]
LIPSS	4 h Benzin	566	622	824	65 h Benzin	564,5
Grid		278	429	742		342
Dimple		478	837	1179		1141
Triangle		234	769	863		306
∅		389	664	902		588,4

Tabelle 13 – Eisadhäsion der Proben (Typ 1,2,3) mit je vier Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) nach 4 h Benzinbehandlung und Typ 2 Proben nach 63 h Benzinbehandlung.

Im Allgemeinen könnten Unterschiede der Eisadhäsionswerte nach 4 h Benzinbehandlung somit über unterschiedlich starke Verzahnungseffekte aufgrund des unvollständigen Cassie-Baxter Zustandes erklärt werden. In Kombination mit den 65 h Messungen zeigte sich jedoch, dass tiefere Strukturen teilweise dennoch niedrige Scherspannungswerte generieren können, allerdings hierfür längere Umwandlungszeiten benötigen.

5.5 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Die Untersuchungen zur Acetonbeständigkeit ergaben, dass die flacheren Typ-1-Proben trotz eines signifikanten Rückgangs des statischen Kontaktwinkels (SCA) über die Einwirkzeit in Aceton im Allgemeinen einen besseren Korrosionswiderstand aufwiesen als die tieferen Typ-2-Proben. Bei den Eisadhäsionsmessungen zeigte sich ein ähnliches Bild, da hier die Typ 1 Proben nach 1 h im Aceton einen weniger starken Scherspannungsanstieg aufwiesen als die Typ 2 Proben. Nach 4 h übertrafen jedoch beide Probentypen (für Typ 2 bereits nach 1 h) den Eisadhäsionswert der unbehandelten Edelstahlreferenzprobe und zeigten, dass langfristig keine der beiden vakuumbehandelten Proben über eine chemische Korrosionsbeständigkeit verfügt. Somit waren die in diesem Kapitel neu untersuchten, vakuumbehandelten Typ 1 Proben ebenfalls nicht in der Lage, die besseren SCA und Eisadhäsionsergebnisse der benzinbehandelten Proben aus dem Kapitel 4 „Korrosionstests“ zu übertreffen.

Im Kapitel 5.4 „Abhängigkeit der Benzin-Umwandlung von der Strukturtiefe“ zeigten die Ergebnisse, dass die benzinbehandelten Proben des Typs 1 mit den flacheren Strukturen nach 4 h Benzin die besten eisabweisenden Eigenschaften erzielen konnten. Zusätzlich kam es bei den Adhäsions-

Scherspannungen aufgrund der verschiedenen Strukturiefen zu deutlich unterschiedlichen Ergebnissen, die durch auftretende Verzahnungseffekte erklärt werden konnten. Die Adhäsionswerte der Typ 2 Strukturen nach 65 h Benzin zeigten, dass tiefere Strukturen grundsätzlich längere Behandlungszeiten für die Umwandlung von hydrophob zu hydrophil benötigen. Falls die Strukturen jedoch zu tief sind (Dimple Typ 2) und sich ein Wenzel Zustand einstellt, können auch längere Umwandlungszeiten die Adhäsionswerte nicht reduzieren.

In Kombination mit den Ergebnissen aus Kapitel 5.3 stellt sich somit die Frage, ob und in welchem Umfang die Oberflächentopografie die Chemisorption von Kohlenstoffen und damit die chemische Umwandlung von hydrophil zu hydrophob beeinflussen kann. Aus diesem Grund sind weitere Untersuchungen erforderlich, um diese Zusammenhänge und die Abhängigkeit von der Oberflächentopografie vollständig zu verstehen.

Eine erste Schlussfolgerung aus den Untersuchungen in diesem Kapitel ist jedoch, dass weniger tiefe Strukturen das Benetzungsverhalten, die eisabweisenden Eigenschaften sowie die Korrosionsbeständigkeit gegen Aceton bei kürzeren Behandlungszeiten positiv beeinflussen können. Um somit möglichst hohe Kontaktwinkel und niedrige Eisadhäsionswerte bei kurzen Behandlungszeiten zu erreichen, sollte für zukünftige Untersuchungen Proben mit einer geringeren Laserfluenz und/oder einer geringeren Pulsanzahl hergestellt werden.

6 Beschichtungen

In dieser Arbeit wurden die verschiedenen Strukturen mit unterschiedlichen Beschichtungen überzogen und das daraus resultierende Benetzungs- und eisabweisende Verhalten untersucht. Da die Beschichtungsuntersuchungen im Rahmen des Forschungsprojektes in Kooperation mit den externen Unternehmen „INOCON Technologie“ und „AAC - aerospace & advanced composites“ durchgeführt wurden, stehen dem Universitätsinstitut aufgrund rechtlicher Hintergründe leider nur begrenzt Informationen über die genaue chemische Zusammensetzung der Beschichtungen und dem Herstellungsprozess zur Verfügung. Zusätzlich werden aus diesem Grund auch auf die exakten Bearbeitungsparameter nicht vollständig angegeben.

Für die folgenden Untersuchungen wurden die bereits bekannten Typ 1 Proben mit den vier Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle), mit den Bearbeitungsparametern gemäß Tabelle 7 und der Oberflächentopografie gemäß Tabelle 8 hergestellt. Anschließend wurden die Proben jedoch nicht dem Vakuum- oder Benzin-Umwandlungsverfahren ausgesetzt, sondern stattdessen wurden die Proben mit den folgenden Beschichtungen überzogen:

- Beschichtung 1 von „INOCON Technologie“ mit verschiedener Überfahrtsanzahl (1, 2, 4, 6, 8 Überfahrten) auf Basis von HMDSO (Hexamethyldisiloxan) mittels Plasma-Polymerisation
- Beschichtung 2 von „AAC Aerospace & Advanced Composites“
 - Mit SiO₂ Haftverbesserungszusatz
 - Ohne SiO₂ Haftverbesserungszusatz

Anschließend wurde der SCA, die CAH, der RoA und die Eisadhäsion zur Bestimmung der Oberflächeneigenschaften gemessen.

6.1 Beschichtung von INOCON Technologie

Bei der ersten Beschichtung, die untersucht wurde, handelt es sich um die Beschichtung von „INOCON Technologie“ auf Basis des hydrophoben Materials HMDSO (Hexamethyldisiloxan), die im Folgenden als Beschichtung 1 bezeichnet wird. Laut Hersteller wird die Beschichtung durch ein Plasmavorbereitungsverfahren mittels einem Micro Cold Plasma (MCP) System (Abbildung 22) auf die Oberfläche aufgetragen. Bei solchen Plasma-Polymerisationsverfahren werden Plasmaquellen zur Erzeugung von Gasentladungen genutzt, um die entstehende Energie zur Aktivierung oder Fragmentierung von Monomeren zu nutzen und dadurch Polymere auf eine Oberfläche aufzutragen. Weiters ist es beim vorliegenden Herstellungsverfahren möglich und üblich, durch das wiederholte Überfahren mehrere Schichten auf das Werkstück aufzubringen, wodurch die Schichtdicke erhöht werden kann. Ziel der ersten Untersuchung ist es daher unter Anderem herauszufinden, bei welcher Überfahrtsanzahl ein möglichst optimales Benetzungsverhalten der strukturierten Oberflächen zu beobachten ist. Zusätzlich kann über die Vorschubgeschwindigkeit des Plasmakopfes die Schichtdicke reguliert werden, wobei bei den folgenden Untersuchungen eine konstante Geschwindigkeit eingesetzt wurde. Bei jeder einzelnen Überfahrt wurde somit die gleiche konstante Schichtdicke und -menge aufgetragen.

Fouroughi et al. [90] konnte durch Anodisieren einer Aluminiumoberfläche zur Erzeugung von Mikro-/Nanostrukturen und anschließender Plasmapolymerisation von HMDSO superhydrophobe

Oberflächen produzieren. Nachfolgenden Vereisungsuntersuchen zeigten eine reduzierte Eisadhäsion auf den hergestellten superhydrophoben Oberflächen, die auch nach mehreren Vereisungs-/Enteisungszyklen erhalten blieb. Diese Eigenschaften sollen in den folgenden Untersuchungen reproduziert werden, wobei die Mikro-/Nanostrukturen nicht durch Anodisierung sondern durch Femtolaserstrukturierung erzeugt wurden.



Abbildung 22 – Micro Cold Plasma (MCP) System der Firma „INOCON Technologie“ für das Beschichtungsverfahren [91].

Bei Messung des SCA (Tabelle 14) zeigte sich, dass die besten wasserabweisenden Eigenschaften bei jeweils 1 und 2 Überfahrten auftraten. Hierbei lag das Benetzungsverhalten der Grid, Dimple und Triangle Strukturen im superhydrophoben Bereich beziehungsweise knapp unterhalb im Grenzbereich. Die besten Strukturen waren hierbei Grid und Triangle Flächen mit einem SCA von rund 153° . Die rein beschichteten Referenzflächen ohne laserstrukturierte Oberflächen befanden sich dazu im Vergleich zwar im hydrophoben Bereich mit 80° bis 90° je nach Überfahrtsanzahl, kamen jedoch nicht an die Ergebnisse der beschichteten Nano- und Mikrostrukturen heran.

Auffallend ist, dass nach den 2 Überfahrten (also bei 4, 6 und 8) der SCA der beschichteten Strukturen abnahm. Es ist anzunehmen, dass bei vielen Überfahrten eine zu dicke Beschichtungsschicht entsteht, die die Strukturen überdeckt und somit verhindert, dass sich ein Cassie-Baxter Zustand vollständig einstellen kann. Da es sich bei LIPSS um Nanostrukturen und somit um das feinste/flachste Gefüge handelt, traten auch hier die niedrigsten Kontaktwinkel auf (maximal $99,1^\circ$), da die Beschichtung die Wirkung der Nanostrukturen zu stark abschwächt.

Struktur	Behandlungs- methode	SCA	SCA	SCA	SCA	SCA
		1 Überfahrt [°]	2 Überfahrten [°]	4 Überfahrten [°]	6 Überfahrten [°]	8 Überfahrten [°]
LIPSS	Beschichtung INOCON	99,1	94,1	84,7	86,3	87,8
Grid		145,6	153,3	100,5	87,1	96,7
Dimple		150,3	141	110,6	111,8	116,9
Triangle		150,2	153,4	94	85	86,3
∅ Strukturen		136,3	135,4	97,5	92,6	96,9
Referenz Ohne Mikro- /Nanostruktur	Beschichtung INOCON	90,5	86,9	84,8	87,2	84,4

Tabelle 14 – Statischer Kontaktwinkel (SCA) [°] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben von INOCON und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe mit 1, 2, 4, 6, 8 Überfahrten.

Die anschließenden CAH-Messungen zeigten, dass der CAH im Durchschnitt bei Erhöhung der Überfahrten abnahm (Tabelle 15). So lag der Durchschnitts-CAH der Strukturen bei 1 Überfahrt bei 101,4° und bei 8 Überfahrten bei 47,2°. Weiters lag der CAH der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe immer unter dem Durchschnittswert der strukturierten Oberflächen bei den jeweiligen Überfahrten. Die relativ hohen CAH-Werte sprechen im Allgemeinen für eine hohe auftretende Haftreibung auf der Oberfläche, die bei den strukturierten Proben höher ist als bei der unstrukturierten Referenzprobe.

Struktur	Behandlungs- methode	CAH	CAH	CAH	CAH	CAH
		1 Überfahrt [°]	2 Überfahrten [°]	4 Überfahrten [°]	6 Überfahrten [°]	8 Überfahrten [°]
LIPSS	Beschichtung INOCON	101,2	62,7	33,9	24,1	26,2
Grid		108,5	103,2	73,2	46,5	36,1
Dimple		89,7	124,7	99,2	102,7	96,1
Triangle		106,5	114,7	60,9	44,3	30,4
∅ Strukturen		101,4	101,3	66,8	54,4	47,2
Referenz Ohne Mikro- /Nanostruktur	Beschichtung INOCON	60,3	49,9	30,8	43,2	35,8

Tabelle 15 – Kontaktwinkelhysterese – Contact Angle Hysteresis (CAH) [°] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben von INOCON und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe mit 1, 2, 4, 6, 8 Überfahrten.

Dies spiegelte sich auch bei Betrachtung des RoA wider (Tabelle 16). Während bei allen unstrukturierten, beschichteten Referenzproben der Wassertropfen abrollte, kam es nur bei 55% der untersuchten strukturierten, beschichteten Oberflächen zum Abrollen. Weiters kam es bei 1 Überfahrt nur bei einer der strukturierten Oberflächen zum Abrollen, bei 8 Überfahrten kam es hingegen bereits bei 3 Strukturen zum Abrollen. Das beste Ergebnis trat hier bei der Referenzprobe bei 6 Überfahrten mit einem RoA von 35° auf. Bei den beschichteten Strukturen erzielten die Grid Strukturen bei 2 Überfahrten (36°) und die LIPSS Strukturen bei 6 Überfahrten (39,6°) den niedrigsten RoA und somit das beste Ergebnis. Fouroughi et al. [90] konnte auf den hergestellten, anodisierten Aluminiumoberflächen mit anschließender Plasmapolymersation von HMDSO einen RoA von 8° messen. Das beste vorliegende Ergebnis der laserstrukturierten, beschichteten Proben liegt somit mit 36° bei den Grid Strukturen bei 2 Überfahrten in einem höheren Wertebereich.

Struktur	Behandlungsmethode	RoA	RoA	RoA	RoA	RoA
		1 Überfahrt [°]	2 Überfahrten [°]	4 Überfahrten [°]	6 Überfahrten [°]	8 Überfahrten [°]
LIPSS		-	-	50,3	39,6	43,5
Grid	Beschichtung INOCON	-	36	55,6	50,3	44,2
Dimple		-	-	-	-	-
Triangle		73,5	46,8	-	66,9	45,6
Referenz Ohne Mikro- /Nanostruktur	Beschichtung INOCON	71,8	50,4	46,2	35	39,5

Tabelle 16 - Abrollwinkel – Roll Off Angle (RoA) [°] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben von INOCON und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe mit 1, 2, 4, 6, 8 Überfahrten.

Durch diese Ergebnisse zeigt sich, dass im Durchschnitt bei den strukturierten, beschichteten Proben eine höhere Haftreibung auftrat als bei der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe. Zusätzlich kann von einer erhöhten Haftreibung bei einer geringeren Überfahrtszahl ausgegangen werden, wodurch es hier bei geringeren Überfahrten seltener zum Abrollen kam. Mit dem Hintergedanken, dass im Idealfall ein möglichst geringer Abrollwinkel erwünscht ist, damit beispielsweise an einem Flugzeugflügel die Wassertropfen nicht direkt an der Leading Edge gefrieren, sondern weiter rutschen/abrollen können, ist eine erhöhte Überfahrtszahl im Kontext des CAH und des RoA vorteilhaft. Dies steht in Kontrast zu den vorherigen SCA-Ergebnissen, die zeigten, dass niedrigere Überfahrten aufgrund der höheren statischen Kontaktwinkel bessere Ergebnisse erzielten.

Die anschließenden Eisadhäsionsmessungen ergaben, dass die niedrigsten Scherspannungswerte bei der unstrukturierten Referenzprobe bei 6 oder 8 Überfahrten (\varnothing 365.5 kPa) auftraten (Tabelle 17). Die besten Ergebnisse der laserstrukturierten, beschichteten Proben erzielten hingegen die Grid Struktur bei 6 Überfahrten (450 kPa). Aber auch die Grid und Triangle Strukturen bei 1 Überfahrt (\varnothing 480,5) und die LIPSS Struktur bei 8 Überfahrten (451 kPa) kamen in einen ähnlichen Wertebereich. Fouroughi et al. [90] konnte auf den hergestellten, anodisierten Aluminiumoberflächen mit anschließender Plasmapolymersation von HMDSO verbesserte Eisadhäsionswerte mittels eines Zentrifugal-Prüfstandes bei -10°C messen, die bis zu 3,5 mal geringer waren als der Ausgangswert der unbehandelten Aluminiumprobe. Direkte Vergleiche sind aufgrund unterschiedlicher Testbedingungen (Fouroughi: -10°C ; hier: -30°C) und verschiedener Prüfstände schwierig. Dennoch konnten die Grid und Triangle Strukturen bei 1 Überfahrt eine 1,7-fache Verbesserung der Eisadhäsion der unstrukturierten, unbeschichteten Edelstahlprobe erreichen und die LIPSS Strukturen bei 8 Überfahrten eine 1,82-fache Verbesserung.

Im Allgemeinen zeigten die Werte der durchgeführten Eisadhäsionsversuche aber nicht eindeutig, welche Überfahrtszahl oder welche Struktur/Überfahrt Kombination das beste eisphobe Verhalten liefert. Die Adhäsionswerte der beschichteten Strukturen sowie der beschichteten Referenzprobe lagen jedoch alle, mit Ausnahme der Dimple Struktur bei 2 Überfahrten, unter dem Scherspannungswert der unstrukturierten und unbeschichteten Edelstahlprobe (820 kPa). Weiters lagen die Adhäsionswerte der beschichteten Referenzproben in der Regel unter oder nur knapp über den Werten der beschichteten Strukturen bei den jeweiligen Überfahrten. Die beschichteten, strukturierten Oberflächen konnten mit der vorliegenden Beschichtung somit keine eindeutig besseren Ergebnisse erzielen als die rein beschichteten Oberflächen.

Struktur	Behandlungs- methode	IA	IA	IA	IA	IA
		1 Überfahrt [kPa]	2 Überfahrten [kPa]	4 Überfahrten [kPa]	6 Überfahrten [kPa]	8 Überfahrten [kPa]
LIPSS		730	572	802	722	450
Grid	Beschichtung INOCON	495	619	614	451	521
Dimple		824	943	697	771	808
Triangle		466	600	744	595	712
∅ Strukturen		629	684	714	635	623
Referenz Ohne Mikro- /Nanostruktur	Beschichtung INOCON	431	606	628	364	367

Tabelle 17 - Eisadhäsion – Ice Adhesion (IA) [kPa] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben von INOCON und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe mit 1, 2, 4, 6, 8 Überfahrten.

Im Anschluss an die ersten Überfahrtuntersuchungen wurden die Bearbeitungsparameter beim Beschichtungsprozess von INOCON auf Basis der Vorversuche angepasst. Mit dem Hintergrund, dass bei 1 und 2 Überfahrten die höchsten Kontaktwinkel auftraten, wurde die Anzahl bei den folgenden Tests auf eine Überfahrt beschränkt. Weiters wurde in den folgenden Untersuchungen die Vorschubgeschwindigkeit des Werkzeuges erhöht, wodurch die aufgetragene Schichtdicke pro Überfahrt reduziert wurde.

Die neu beschichteten LIPSS Strukturen mit einer höheren Vorschubgeschwindigkeit und dadurch geringeren Schichtdicke zeigen im Folgenden ein deutlich besseres wasserabweisendes Benetzungsverhalten als bei den Vorversuchen (Tabelle 18). Der SCA dieser LIPSS Strukturen erreichte nun mit 164,6° deutlich die superhydrophobe Benetzbarkeit. Bei den Voruntersuchungen der INOCON Beschichtung mit einer höheren Schichtdicke erreichten die Bestwerte der LIPSS Strukturen nur 99,1° bei 1 Überfahrt. Hierbei wurde jedoch aufgrund der geringeren Vorschubgeschwindigkeit eine deutlich dickere Schicht aufgetragen, die die Nanostrukturen zu stark überdeckte.

Auch der niedrige Abrollwinkel von 11,4° zeigte ein vorteilhaftes wasserabweisenden Verhalten im Vergleich zu den Vorversuchen.

Besonders auffallend ist die geringe Eisadhäsion mit 110 kPa. Bei den Voruntersuchungen traten noch deutlich höhere Werte auf (Minimum bisher: LIPSS Struktur bei 8 Überfahrten mit 450 kPa; unstrukturierte Referenzprobe bei 6 Überfahrten mit 364 kPa). Diese gemessenen 110 kPa stellen eine 7,5-fache Reduzierung des Referenzwertes der unstrukturierten Probe dar und zeigen eine deutliche Verbesserung im Vergleich zu den Messwerten (3,5-fache Reduzierung) von Fouroughi et al. [90], die zusätzlich bei weniger kalten Temperaturen gemessen wurden. Besonders diese niedrigen, gemessenen Adhäsionsergebnisse liefern eine optimistische Aussicht auf die mögliche Herstellung superhydrophober, eisabweisender Oberflächen durch die Kombination von laserstrukturierten Oberflächen und einem zusätzlichen Beschichtungsverfahren. Weiters zeigte sich erneut, dass die aufgetragene Schichtdicke möglichst gering sein sollte, um die darunter liegenden Nanostrukturen nicht zu stark zu überdecken.

Struktur	Behandlungs- methode	Anzahl Überfahrten	SCA [°]	CAH [°]	RoA [°]	IA [kPa]
LIPSS	Beschichtung INOCON	1 Überfahrt	164,6	41,2	11,4	110

Tabelle 18 – Messwerte der LIPSS Struktur mit Beschichtung von INOCON bei 1 Überfahrt und einer hohen Vorschubgeschwindigkeit; SCA – statischer Kontaktwinkel, CAH – Kontaktwinkelhysterese; RoA – Abrollwinkel, IA – Eisadhäsion.

6.2 Beschichtung 2 von AAC Aerospace & Advanced Composites

Im folgenden Kapitel wurde eine Beschichtung (Beschichtung 2) in Kooperation mit dem Unternehmen „AAC Aerospace & Advanced Composites“ untersucht. Laut Hersteller wird die Beschichtung 2 auf Basis kommerziell erhältlicher Produkte hergestellt, wobei aus rechtlichen Gründen die genaue chemische Zusammensetzung oder das Herstellungsverfahren dem Institut nicht bekannt ist. Die Beschichtung 2 von AAC wurde jeweils mit und ohne einem SiO₂ Haftverbesserungszusatz aufgetragen, wobei beide Varianten untersucht und miteinander verglichen wurden.

Die gemessenen SCAs der laserstrukturierten, beschichteten Proben von AAC lagen alle im superhydrophoben Benetzungsbereich beziehungsweise knapp darunter im Grenzbereich (Tabelle 19). Hierbei erreichten die strukturierten Proben ohne dem SiO₂ (Ø 153,2°) Zusatz ein leicht besseres Ergebnis als die Proben mit Zusatz (Ø 150°). Die unstrukturierten, beschichteten Referenzproben konnten zwar ein hydrophobes Benetzungsverhalten aufzeigen, lagen aber mit 123,4° und 126,4° deutlich unter den strukturierten Proben und zeigen, dass zum Erreichen der Superhydrophobie erneut die Kombination aus Mikro-/Nanostrukturen und zusätzlicher Beschichtung ausschlaggebend ist.

CAH und RoA waren jeweils bei der strukturierten Probe ohne SiO₂ Zusatz niedriger als mit SiO₂, was für eine geringere auftretende Haftreibung spricht (Tabelle 19). Diese ist ebenfalls niedriger im Vergleich zu den vorherigen Beschichtungen im vorangegangenen Kapitel, da hier bei jeder Fläche der Wassertropfen abrollen konnte. Besonders die strukturierten Proben ohne SiO₂ konnten hier ein gutes RoA Ergebnis liefern (Ø 16,8°).

Struktur	Behandlungsmethode	SCA	SCA	CAH	CAH	RoA	RoA
		Ohne SiO ₂ [°]	Mit SiO ₂ [°]	Ohne SiO ₂ [°]	Mit SiO ₂ [°]	Ohne SiO ₂ [°]	Ohne SiO ₂ [°]
LIPSS	Beschichtung AAC	152,5	147,5	65,5	78,5	19,7	30,1
Grid		150,8	146,8	73,8	103,4	20,8	59,6
Dimple		158,8	159	27,4	78,5	9,1	12,1
Triangle		150,8	146,7	70,6	115,7	17,7	69,1
Ø Strukturen		153,2	150	59,3	94	16,8	42,7
Referenz Ohne Mikro-/Nanostruktur	Beschichtung AAC	123,4	126,4	49,3	51,9	38,4	34

Tabelle 19 – Kontaktwinkel [°] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben durch AAC und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe jeweils mit und ohne SiO₂; SCA – statischer Kontaktwinkel, CAH – Kontaktwinkelhysterese; RoA – Abrollwinkel.

Die Eisadhäsionsmessungen zeigten bei allen Flächen sehr gute Resultate aufgrund der relativ niedrigen Scherspannungswerte, wobei die strukturierten Proben ohne SiO₂ Zusatz ein besseres Ergebnis (Ø 264 kPa) erzielten als mit SiO₂ Zusatz (Ø 445 kPa) (Tabelle 20). Die unstrukturierten, beschichteten Referenzproben erzielten niedrige Messwerte (146 kPa und 143 kPa) als die Durchschnittswerte der strukturierten Proben (Ø 264 kPa und Ø 445 kPa), wobei alle diese Werte deutlich unter dem Referenzwert der unstrukturierten und unbeschichteten Edelstahlprobe (820 kPa) liegen. Die höchsten Werte erzielten die Dimple Strukturen (593 kPa und 913 kPa), da erneut Verzahnungseffekte aufgrund eines unvollständigen Cassie-Baxter Zustand auftraten.

Besonders hervorheben konnten sich die LIPSS Strukturen ohne SiO₂ Zusatz, die mit 51 kPa eine extrem geringe Eisadhäsion erreichten. Dieser Wert ist des Weiteren der niedrigste Scherspannungswert, der im Rahmen dieser Diplomarbeit gemessen wurde.

Struktur	Behandlungsmethode	IA	IA
		Ohne SiO ₂ [kPa]	Mit SiO ₂ [kPa]
LIPSS		51	121
Grid	Beschichtung AAC	168	380
Dimple		593	913
Triangle		244	364
∅ Strukturen		264	445
Referenz Ohne Mikro- /Nanostruktur	Beschichtung AAC	146	143

Tabelle 20 - Eisadhäsion [kPa] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben durch AAC und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe jeweils mit und ohne SiO₂; IA – Eisadhäsion.

Die Beschichtung 2 von AAC kann insgesamt auf allen strukturierten Oberflächen aufgrund der superhydrophoben Benetzbarkeit, der auftretenden RoAs und der niedrigen Eisadhäsionswerte sehr gute Ergebnisse erzielen, wobei die Variante ohne SiO₂ ein günstigeres Verhalten aufweist. Die Messungen zeigen weiters, dass die Beschichtung 2 höhere SCAs und niedrigere Eisadhäsionswerte aufweisen als die Beschichtung 1 von INOCON. Besonders hervorstechen konnten die LIPSS Strukturen ohne SiO₂ Zusatz, die den geringsten Adhäsionswert der gesamten Arbeit erzielen konnten.

Alle erhobenen Daten und Messwerte erzeugen eine sehr optimistische Perspektive auf die Kombination von laserstrukturierten Oberflächen mit einem Beschichtungsverfahren zur Erzeugung von wasser- und eisabweisenden Oberflächen. Besonders der geringe Adhäsionswert der LIPSS Struktur mit der AAC-Beschichtung ist vielversprechend.

Zukünftige Untersuchungen sollten sich vor Allem mechanischen und chemischen Korrosionsbeständigkeitsexperimenten widmen, um die Widerstandfähigkeiten der beschichteten Strukturen einschätzen zu können. Foroughi et al. [92] untersuchte in einer auf der vorherigen Publikation aufbauenden Forschungsarbeit die UV Beständigkeit der zuvor erwähnten anodisierte Aluminiumoberfläche mit anschließender Plasmapolymersation von HMDSO. Nach 537 h UV-Bestrahlung reduzierte sich in diesen Versuchen der Kontaktwinkel der hergestellten Oberflächen von 162° auf 140° und zeigte somit eine deutlich bessere UV-Beständigkeit als die vakuumbehandelten Proben in dieser Arbeit (Kapitel 4.9), die bis auf die LIPSS Strukturen die wasserabweisenden Eigenschaften nicht beibehalten konnten. Aus diesem Grund könnten womöglich die laserstrukturierten und beschichteten Proben aus diesem Kapitel über einen besseren Korrosionswiderstand verfügen als die bisher untersuchten vakuum- und benzinbehandelten Proben.

7 LIPSS auf Aluminium

Die bisherig untersuchten superhydrophoben Oberflächen wurden im Rahmen dieser Diplomarbeit ausschließlich auf Stahl 1.4301 gefertigt. Im Zuge des "LAELO" Projektes der FFG mit der Projektnummer D311022-4003 sollen die verschiedenen Strukturen jedoch ebenfalls auf anderen Materialien gefertigt und analysiert werden. Aus diesem Grund wurden LIPSS Strukturen erfolgreich auf Aluminium AlZn5,5MgCu EN AW 7075 erzeugt und die Bestimmung der Herstellungsparameter in diesem Kapitel beschrieben.

Hochfeste Aluminiumlegierungen wie beispielsweise EN AW 7075-T6 zeichnen sich durch ihr vorteilhaftes Verhältnis von Festigkeit zu Gewicht, ihre Bearbeitungsfreundlichkeit und ihre vergleichsweise niedrigen Kosten aus und werden daher häufig in der Luftfahrt, beispielsweise für Flugzeugstrukturen, eingesetzt [93]. Zukünftige Untersuchungen für laserbearbeitete, luftfahrtspezifische Werkstoffe könnten auch Aluminiumlegierungen der 2000er Serie umfassen. Beispielsweise wird der Werkstoff 2024 aufgrund seiner guten Schadenstoleranz und des hohen Widerstands gegen Ermüdungsrisswachstum ebenfalls für Strukturen des Flugzeugrumpfes und -flügels verwendet [93].

Erste Untersuchungen zur Herstellung von LIPSS Strukturen auf Aluminium sind bereits in der Literatur zu finden [94], [95].

7.1 Vorgehen

Zum erfolgreichen Herstellen der LIPSS Strukturen auf Aluminium wurde eine Parametervariation auf 2 mm x 2 mm Feldern durchgeführt, wobei folgende Bearbeitungsparameter variiert wurden:

- Leistung
- Anzahl der Pulse über die Vorschubgeschwindigkeit der Plattform-Linearachse
- Spotdurchmesser

Als Anhaltspunkt für die Startwerte wurden Erfahrungen aus den bisherigen Stahlbearbeitungen herangezogen, wobei insbesondere die geringere Härte von EN AW 7075 im Vergleich zum Stahl 1.4301 berücksichtigt wurde. Ein weiteres Ziel war eine möglichst kurze Herstellungsdauer, wodurch automatisch hohe Vorschubgeschwindigkeiten und hohe Leistungen in Betracht gezogen wurden. Die laserbearbeiteten Oberflächen wurden im Anschluss mit dem Lichtmikroskop und dem REM auf LIPSS Strukturen untersucht.

Im ersten Durchlauf wurden 25 Felder (je 2 mm x 2mm) mit einer Leistung von 100 mW und einer Kombination aus den folgenden Bearbeitungsparametern erstellt:

- Vorschubgeschwindigkeiten [mm/s]: 1; 2; 5; 10; 20
- Spotdurchmesser [μm]: 200; 210; 220; 230; 240

Da unter dem Lichtmikroskop keine deutlichen LIPSS Strukturen klar erkennbar waren, wurden weitere Experimente gestartet. Der Auswahlprozess der folgenden Bearbeitungsparameter erfolgte iterativ und auf Basis der erkennbaren Strukturen unter dem Lichtmikroskop.

Folgenden Bearbeitungsparameterkombinationen mit je 25 Feldern (2 mm x 2 mm) wurden durchgeführt:

Leistung von 50 mW:

- Vorschubgeschwindigkeiten [mm/s]: 1; 2; 5; 10; 15
- Spotdurchmesser [μm]: 200; 210; 220; 230; 240

Leistung von 50 mW:

- Vorschubgeschwindigkeiten [mm/s]: 5; 10; 14; 18; 22
- Spotdurchmesser [μm]: 200; 210; 220; 230; 240

Leistung von 100 mW:

- Vorschubgeschwindigkeiten [mm/s]: 5; 8; 11; 14; 17
- Spotdurchmesser [μm]: 200; 210; 220; 230; 240

Leistung von 200 mW:

- Vorschubgeschwindigkeiten [mm/s]: 5; 10; 14; 18; 22
- Spotdurchmesser [μm]: 200; 210; 220; 230; 240

Aufgrund der begrenzten Vergrößerungsmöglichkeiten des Lichtmikroskops wurden die insgesamt 125 Felder unter Verwendung des REMs einer detaillierteren Untersuchung unterzogen und anschließend fotografiert. Aus diesen Aufnahmen wurden die fünf vielversprechendsten Kombinationen ausgewählt (die zugehörigen Bearbeitungsparameter sind in Tabelle 21 aufgeführt) und für weitere Analysen selektiert.

Bei den nachfolgenden Untersuchungen stellte sich heraus, dass der Spotdurchmesser (eingestellt über den Off-Set Wert: Abstand von der zu bearbeitende Oberfläche vom Brennpunkt) nur einen begrenzten Einfluss auf die Qualität der erzeugten LIPSS Strukturen hatte, weshalb der Spotdurchmesser nach der rechnerischen Ermittlung (Kapitel 7.3) auf 220 μm festgelegt wurde. Dies entspricht in einem Off-Set von 2,5 mm. Dieser Wert hatte sich bereits bei der Herstellung von LIPSS Strukturen auf Edelstahl bewährt.

In den folgenden beiden Abbildungen (Abbildung 23 und Abbildung 24) werden beispielhaft zwei Bearbeitungsparameterkombination präsentiert, die kein zufriedenstellendes Ergebnis lieferten und es daher nicht in die nähere Auswahl schafften. In der Abbildung 23 sind zwar bereits leichte LIPSS Strukturen erkennbar, da die aufgebrachte Laserfluenz (Energiedichte) zu gering war, sind die vorhandenen Strukturen nicht ausgeprägt genug. Abbildung 24 hingegen veranschaulicht den Fall, in dem das Material mit zu hoher Fluenz bearbeitet wurde. Zwar sind im rechten unteren Bereich der Abbildung erneut LIPSS Strukturen zu sehen, allerdings wird der darüberliegende Bereich zu stark aufgeschmolzen.

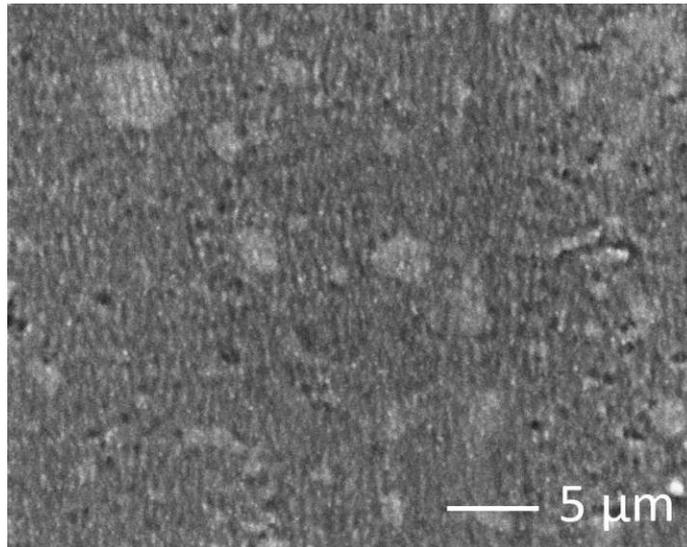


Abbildung 23 - Erzeugte Strukturen auf EN AW 7075 mit 50 mW, 14 mm/s.

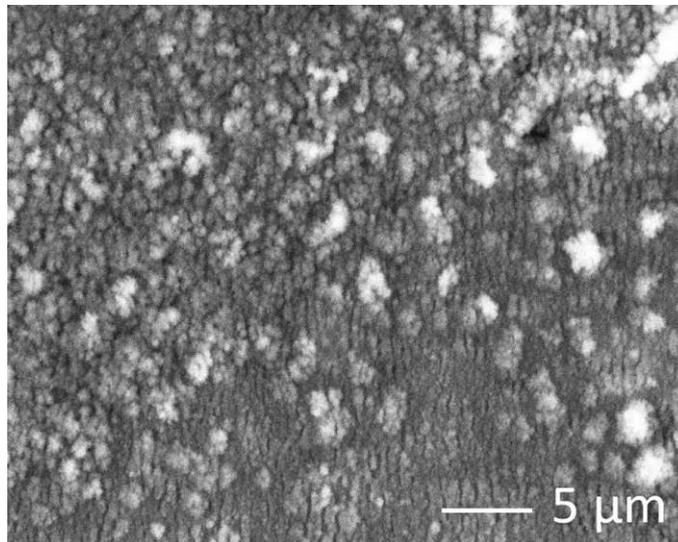


Abbildung 24 - Erzeugte Strukturen auf EN AW 7075 mit 200 mW, 5 mm/s.

Folgende fünf Bearbeitungsparameterkombinationen (Tabelle 21) aus den Voruntersuchungen ergaben ein vielversprechendes erstes Ergebnis unter dem REM:

Leistung [mW]	Geschwindigkeit [mm/s]
50	1
50	2
100	5
200	5
200	14

Tabelle 21 - Nähere Auswahl der LIPSS Bearbeitungsparametern nach der 2 mm x 2 mm Auswahlrunde.

In weiterer Folge wurden nun größere (14 mm x 14 mm) Felder auf Basis dieser fünf Bearbeitungsparameterkombinationen (Tabelle 21) erzeugt, wobei die entsprechenden Bahnabstände für zusammenhängende Felder festgelegt wurden. Zur Bestimmung der Bahnabstände wurde die

Breite der Materialabtragung in den Vorversuchen ebenfalls unter dem REM gemessen. Der einzustellende Bahnabstand wurde anschließend aufgrund dieser Breite so gewählt, dass es zu einer leichten Überschneidung zwischen den Bahnen und somit auch der Materialabtragung kommt. So sollte sichergestellt werden, dass es innerhalb der Felder zu keiner Ausbildung von Lücken kommt.

Die nun hergestellten LIPSS Strukturen (14 mm x 14 mm Felder) sind in der Abbildung 25 zu sehen und die genauen Bearbeitungsparametern sind in der Tabelle 22 zu finden. In den Abbildungen sind bei allen fünf Parameterkombinationen erfolgreich LIPSS Strukturen zu erkennen.

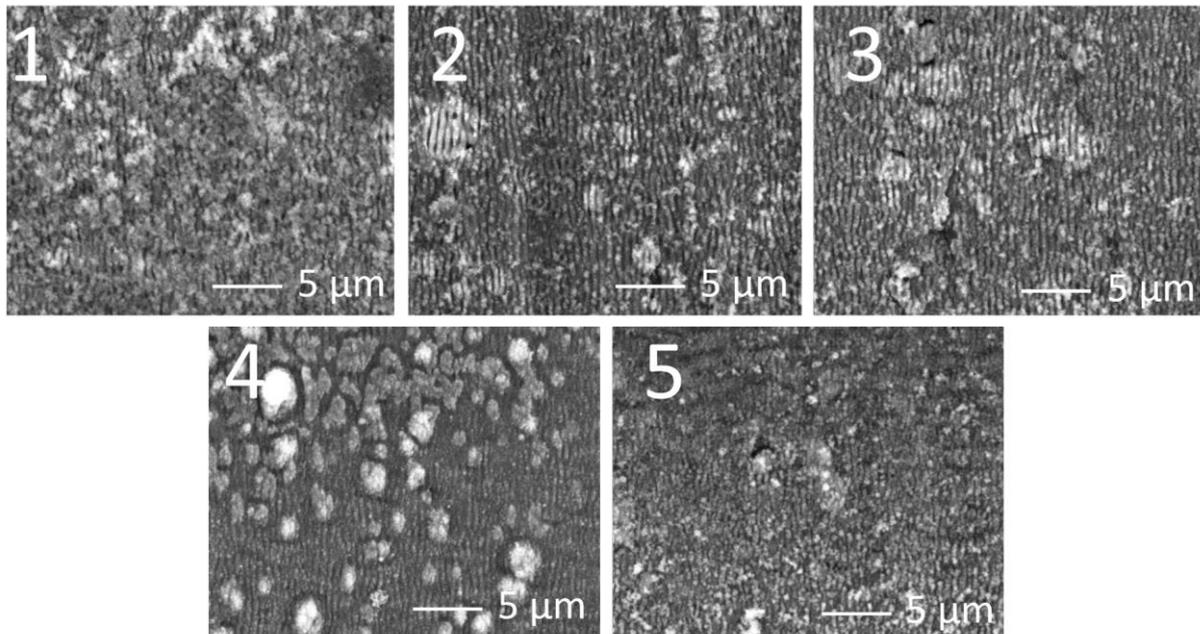


Abbildung 25 – LIPSS Strukturen auf Aluminium 7075 mit den 5 Bearbeitungsparameterkombinationen aus Tabelle 21.

Bild	Leistung [mW]	Geschwindigkeit [mm/s]	Bahnabstand [mm]
1	50	1	0.12
2	50	2	0.12
3	100	5	0.13
4	200	5	0.14
5	200	14	0.14

Tabelle 22 - Bearbeitungsparameter des hergestellten LIPSS-Felder.

Aus diesen fünf Parameterkombinationen wurde schließlich die 3. Kombination (Abbildung 25) mit einer Leistung von 100 mW gewählt, da hier die LIPSS Strukturen sehr deutlich zu erkennen sind. Zusätzlich kam es bei den Überschneidungen der parallelen Bahnen nicht zu einem zu starken Aufschmelzen, wie es beispielsweise bei der Kombination 4 zu sehen ist. Weiters hat eine höhere Leistung von 100 mW im Vergleich zu den 50 mW den Vorteil, dass eine höhere Bearbeitungsgeschwindigkeit möglich ist und sich somit die Herstellungsdauer reduziert.

7.2 Ausgewählte Bearbeitungsparameter für LIPSS auf EN AW 7075

Die ermittelten Bearbeitungsparameter für LIPSS Strukturen auf EN AW 7075 (Abbildung 26) lauten somit:

- Leistung: 100 mW
- Bearbeitungsgeschwindigkeit: 5 mm/s
- Bahnabstand: 0,13 mm
- Off-Set: 2,5 mm

Aus diesen Parametern ergeben sich weiters rechnerisch für die LIPSS Strukturen folgende Kennwerte:

- Fluenz: 0,262 J/cm²
- Anzahl der Pulse: 44
- Spot-Durchmesser: 220 µm

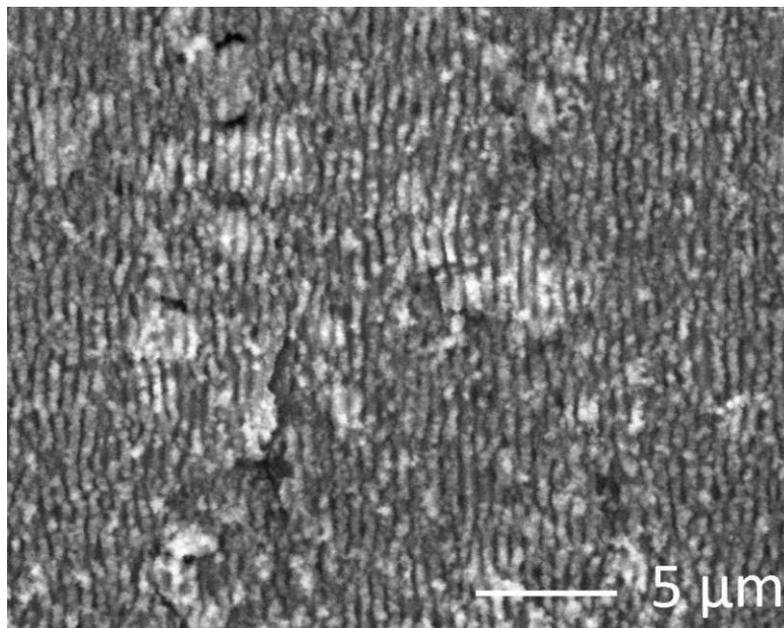


Abbildung 26 - Ausgewählte LIPSS Struktur auf EN AW 7075.

Für die rechnerische Bestimmung der Laserfluenz und der Pulsanzahl musste eine Ermittlung des Spot-Durchmessers erfolgen. Diese Durchmesser-Ermittlung wurde über Fokusvariationen im folgenden Unterkapitel durchgeführt.

7.3 Fokusvariationen Aluminium

Im Rahmen der Untersuchungen wurden Fokusvariationen mittels einem Fokusvariationsprogramms im GCode erstellt. Hierbei wurden 30 Einschüsse erzeugt, die jeweils um 0.1 mm in der z-Achse (Achse, mittels der der Fokus eingestellt wird) verschoben wurden. Die Variationen wurden jeweils mit einer Pulsanzahl von 40 Pulsen und Leistungen von 50, 100 und 200 mW erstellt. Die Durchmesser des 1. (im Fokus), 15. (nicht im Fokus) und 30. (nicht im Fokus) Einschusses wurde im REM vermessen, wodurch durch Interpolation weitere Bearbeitungsdurchmesser bestimmt werden konnten. Der Startwert in z-

Richtung wurde so gewählt, dass der erste Einschuss im Fokus liegt und somit den kleinsten Durchmesser aufweist. Aufgrund der Verschiebung in z-Richtung von 0.1 mm pro Einschuss ist der 15. Einschuss um 1.5 mm in z-Richtung vom Fokus verschoben (also um 1.5 mm näher zur Linse) und der 30. Einschuss um 3 mm vom Fokus verschoben.

Die drei unteren Abbildungen (Abbildungen 27,28,29) zeigen jeweils die 3 Einschüsse (1., 15., und 30.) mit den jeweiligen Leistungen (50, 100, 200 mW).

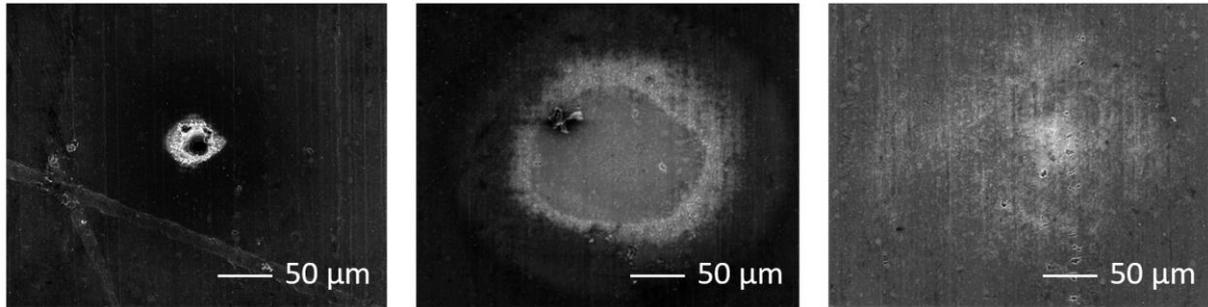


Abbildung 27 - erster & kleinster Einschuss im Fokus (links), 15. Einschuss (mitte) und 30. Einschuss (rechts) mit 50 mW und 40 Pulsen auf EN AW 7075.

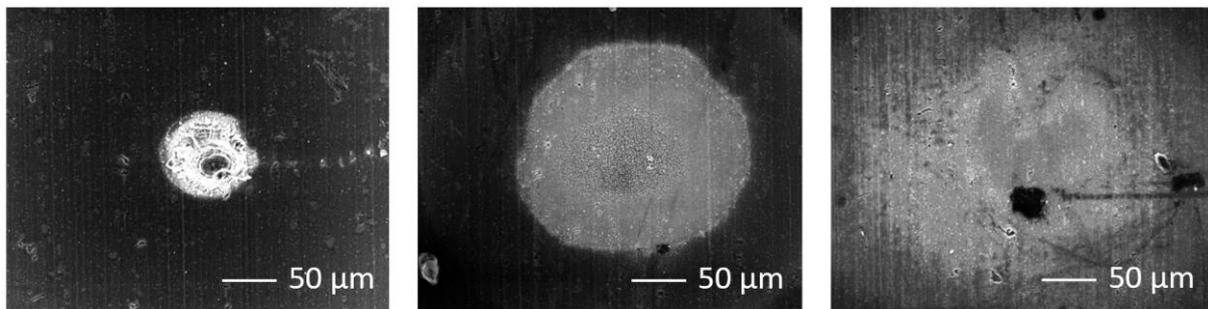


Abbildung 28 - erster & kleinster Einschuss im Fokus (links), 15. Einschuss (mitte) und 30. Einschuss (rechts) mit 100 mW und 40 Pulsen auf EN AW 7075.

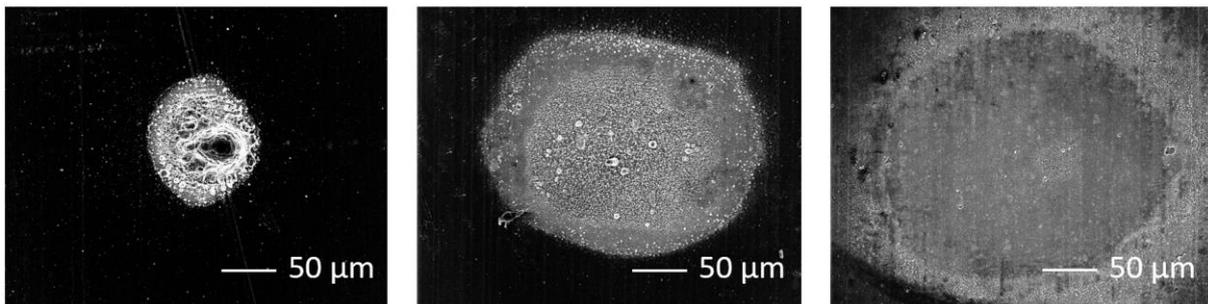


Abbildung 29 - erster & kleinster Einschuss im Fokus (links), 15. Einschuss (mitte) und 30. Einschuss (rechts) mit 200 mW und 40 Pulsen auf EN AW 7075.

Die ermittelten Durchmesser der oben abgebildeten Einschüsse wurden in der Tabelle 23 zusammengetragen. Aufgrund der Notwendigkeit einer subjektiven Entscheidung bei der Vermessung der oben gezeigten Abbildungen, insbesondere bei der Festlegung des äußersten Durchmessererrandes des Laserspots, kann es zu einem gewissen Unsicherheitsgrad kommen.

Leistung [mW]	Durchmesser 1. Einschuss im Fokus [μm]	Durchmesser 15. Einschuss [μm]	Durchmesser 30. Einschuss [μm]	Abbildung
50	15	142,5	212,5	Abbildung 27
100	22,5	197,5	260	Abbildung 28
200	27,5	225	300	Abbildung 29

Tabelle 23 – Durchmesser des 1. (im Fokus), 15. und 30. Einschuss mit 50, 100, und 200 mW und 40 Pulsen auf EN AW 7075.

Durch lineare Interpolation zwischen dem 1. und dem 30. Einschuss erhält man somit bei einer Leistung von 100 mW einen Spotdurchmesser von rund 220 μm für eine Fokusverschiebung von 2,5 mm (Wert für Herstellung der LIPSS Strukturen).

LIPSS-Spot-Durchmesser für 100 mW und 40 Pulsen:

- 220 μm

7.4 Probleme beim Bearbeiten vom Aluminium

Bei der Herstellung der laserstrukturierten Oberflächen kommt es immer wieder zu leichten bis starken Leistungsabfällen der Systemleistung des Lasersystems. Dieses Phänomen trat bei der Bearbeitung aller Strukturen und Materialien (Stahl und Aluminium) auf, jedoch waren die Effekte besonders bei höheren Leistungen und bei den Aluminiumproben bemerkbar. Die Ursache dieser Leistungsabfälle konnte auf Schäden am Titan-Saphir-Verstärkerkristall zurückgeführt werden. Durch regelmäßiges Adjustieren des Laserstrahles im Verstärker und durch Verschieben des Titan-Saphir-Verstärkerkristalles konnten diese Leistungsabfälle für die Arbeiten an den Stahlproben jedoch meist kontrolliert werden.

Es ist anzunehmen, dass es am zu bearbeiteten Werkstück zu Rückreflexionen kommen kann, die zurück in das Femtolasersystem gelangen und dort den Verstärkerkristall beschädigen. Diese Vermutung wird dadurch verstärkt, dass während der Materialbearbeitung Schwankungen der am Oszilloskop angezeigten Systemleistung auftraten. Weiters fielen diese Effekte stärker bei hohen Leistungen und bei Materialien mit einem hohen Reflexionsgrad aus. Zusätzlich traten mehrmals Einschüssen an den Spiegeln zwischen Werkstück und Lasersystem auf. Es ist anzunehmen, dass durch Installation eines Faraday-Isolators zwischen Werkstück und Verstärkerkristall das Problem behoben werden könnte.

Im Rahmen der Arbeit wurden Versuche durchgeführt, inwiefern bei einem schräg bearbeiteten Werkstück Leistungsabfälle zu beobachten sind. Hierfür wurde eine Stahlprobe auf einem abgeschrägten Block auf der Werkzeugplattform angebracht, wodurch der Laserstrahl mit einem Eintrittswinkel von rund 30° auf das Werkstück auftraf. In weiterer Folge wurden auf dieser Stahlprobe Grid Strukturen erzeugt und die Leistungsänderung über den Bearbeitungszeitraum beobachtet. Da auch hier wieder leichte Leistungsabfälle auftraten, kamen die Untersuchungen zu keinem eindeutigen Ergebnis. Publikationen, die Reflexionen bei Femtolasersystemen untersuchen, verdeutlichen, dass die hier auftretende Effekte komplex sind und eine Berücksichtigung diverser Einflüsse unabdingbar ist [96]. Vorobyev et al. [96] untersucht die Reflexion von einem Femtosekundenlaser mit besonderen Fokus auf die Multipuls-Ablation von Metallen. In dieser Publikation wurden Kupferproben bearbeitet und es zeigt sich, dass die Reflexionen bei geringer Pulsanzahl höher sind als bei einer hohen

Pulsanzahl. Auch in dieser Arbeit wurden relativ geringe Pulsanzahlen für die Erzeugung der Nano- und Mikrostrukturen genutzt, wodurch sich die Wahrscheinlichkeit von Reflexionen erhöht.

Bei der Bearbeitung der Aluminiumproben stellte sich heraus, dass aufgrund der zu starken und unkontrollierten Leistungsabfälle keine regelmäßigen Strukturen erzeugt werden konnten. Zur Lösung dieses Problems wurde am Institut ein selbstgebauter Isolator zwischen dem Werkstück und dem Femtolasersystem installiert. Da bereits ein Strahlteiler/Beamsplitter zur Leistungsregulierung am Werkstück eingesetzt wurde, konnte durch die nachträgliche Integration einer Verzögerungsplatte ein optischer Isolator vergleichsweise unkompliziert und kostengünstig realisiert werden (Funktionsweise in Abbildung 30).

Der polarisierende Strahlteiler/Beamsplitter teilt den Laserstrahl in einen reflektierten s-polarisierten (s für senkrecht) und einen transmittierten p-polarisierten (p für parallel) Strahl auf. Nur der p-polarisierte Teil kann passieren und wird durch Brechung an der $\lambda/4$ Platte um 45° phasenverschoben und erfährt somit eine zirkuläre Polarisationsumwandlung. Der Teil des Laserstrahles, der bei der Materialbearbeitung reflektiert wird, erfährt eine Richtungsänderung und wird beim erneuten Durchgang durch die Verzögerungsplatte in einen s-polarisierten Strahl umgewandelt. Dieser wird jedoch beim polarisierenden Strahlteiler nicht mehr durchgelassen und kann nicht mehr in das eigentliche Femtolasersystem zurück gelangen.

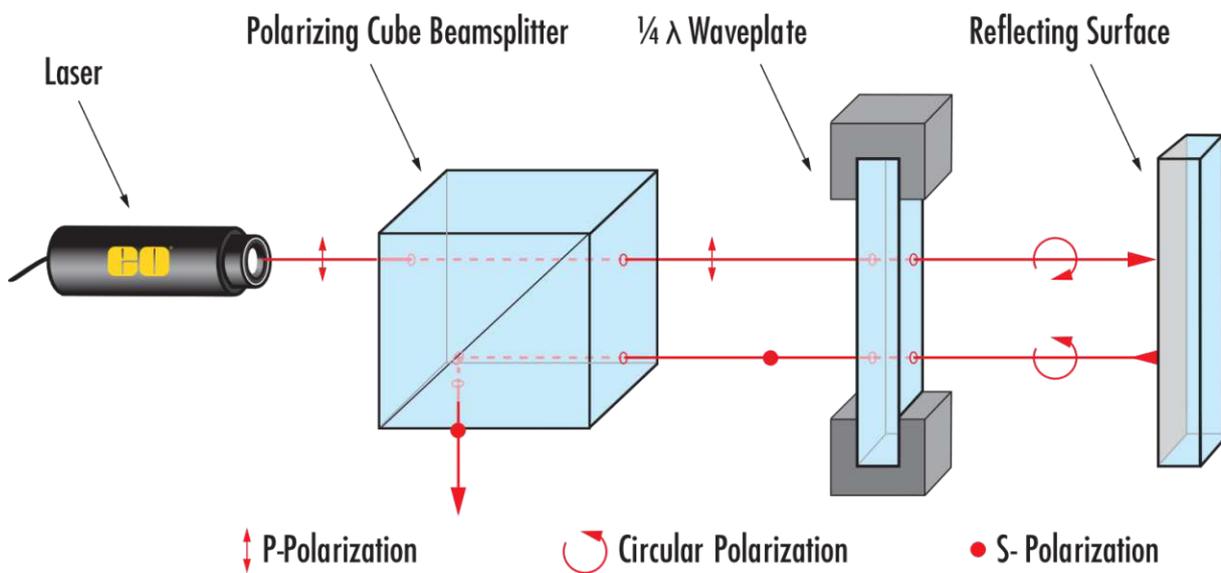


Abbildung 30 - Funktionsweise eines optischen Isolators mittels Beamsplitter und $\lambda/4$ Verzögerungsplatte [97].

Es ist zu beachten, dass der Laserstrahl nach Durchlaufen der $\lambda/4$ -Platte eine zirkuläre Polarisierung aufweist. Da jedoch zur erfolgreichen Erzeugung von LIPSS Strukturen eine lineare Polarisierung benötigt wird, muss die Verzögerungsplatte vor der Bearbeitung von LIPSS Strukturen weggeklappt/entfernt werden. Da die für LIPSS notwendige Leistung am Werkstück vergleichsweise niedrig ist und die Bearbeitung nicht im Fokus des Strahls erfolgt, sind hier nur minimale Leistungsverluste zu erwarten.

8 Fokusvariationen

8.1 Fokusvariationen auf Stahl

Ein weiterer Aufgabenpunkt dieser Diplomarbeit war die Erstellung mehrerer Fokusvariationen auf Stahlproben, zur Ermittlung des Spot-Durchmessers. Dieser wird für die genaue Angabe der Bearbeitungsparameter der verschiedenen Strukturtypen benötigt. Hierfür wurde für jede Variation eine Serie/Reihe mit 30 Einschüsse hergestellt, wobei jeder Einschuss innerhalb einer Serie mit derselben Leistung und Pulsanzahl erzeugt wurde. Zwischen den einzelnen Einschüssen wurde der Abstand zur Linse jeweils um 0,02 mm über die z-Achse der Stage verschoben (in Richtung der Linse). Als Startwert in z-Richtung wurde 37,9 gewählt. Zwischen den verschiedenen Serien wurde jeweils die Leistung und die Anzahl der Pulse variiert.

Anschließend wurden die Variationen unter Verwendung des REMs analysiert und der erste, kleinste (im Fokus) und letzte (30.) Einschuss fotografiert sowie die einzelnen Spot-Durchmesser vermessen. Bei den kleinsten Einschüssen tritt jener Fall auf, dass der Abstand zwischen Linse und Stahlproben-Oberfläche der Brennweite entspricht und sich die Probenoberfläche somit im Brennpunkt bzw. Fokus befindet. Da sich der Spot-Durchmesser zwischen den einzelnen Einschüssen näherungsweise linear vergrößert, können weitere Spot-Durchmesser über ein Interpolationsverfahren rechnerisch bestimmt werden. In weiterer Folge können mit diesen Werten wichtige Bearbeitungsparameter wie die Fluenz ermittelt werden.

Für die verschiedenen Einschuss-Serien wurde die Leistung und die Pulsanzahl wie folgt variiert:

- Leistungen: 50, 275, 500 mW
- Anzahl an Pulsen: 2, 15, 30, 60

Die untere Abbildung 31 dient als Beispiel für eine der gefertigten Serien, in diesem Fall mit 500 mW und 30 Pulsen. Insgesamt wurde im Rahmen des Fokusvariationen 12 Serien gefertigt und vermessen. Die vollständigen Abbildungen aller Fokusvariationen befinden sich im folgenden Kapitel 8.2.

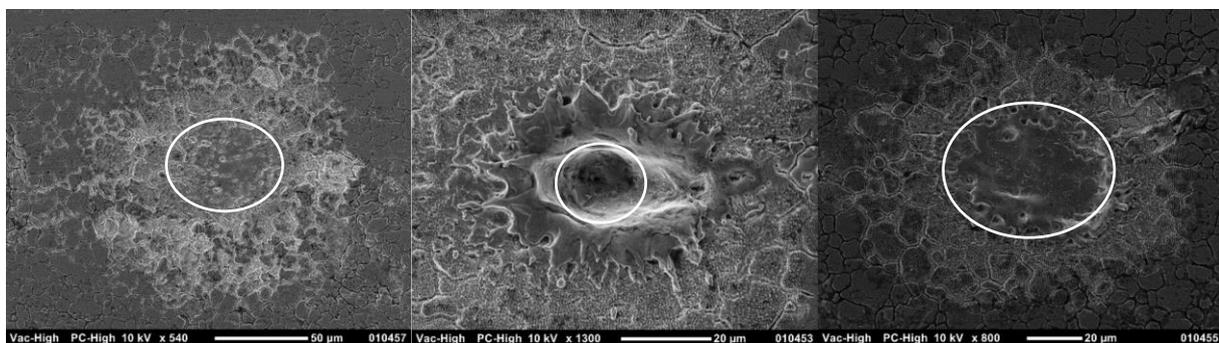


Abbildung 31 -1. (links), kleinster/17. (mitte) und 30. (rechts) Einschuss bei 500 mW mit 30 Pulsen.

Aus den erstellten Abbildungen im REM wurden die Durchmesser der Einschüsse (1., kleinster, 30.) der verschiedenen Leistungs- und Pulsanzahlkombinationen vermessen und in der Tabelle 24 zusammengetragen. Aufgrund der Notwendigkeit einer subjektiven Entscheidung bei der Vermessung

der oben gezeigten Abbildungen, insbesondere bei der Festlegung des äußersten Durchmesserendes des Laserspots (weiße Ellipse in der Abbildung), kann es zu einem gewissen Unsicherheitsgrad kommen.

Leistung [mW]	Pulsanzahl	Durchmesser 1. Einschuss [μm]	Durchmesser kleinster Einschuss [μm] (Einschussnummer)	Durchmesser 30. Einschuss [μm]
50	2	30	23,5 (17.)	33,5
50	15	27	20,0 (16.)	35
50	30	28,5	19,5 (18.)	34
50	60	40	22,5 (18.)	40,8
275	2	24	19 (17.)	43,5
275	15	41,25	21 (17.)	50,5
275	30	48,5	26 (17.)	54,5
275	60	81	26 (17.)	55,5
500	2	42,5	22,5 (17.)	49
500	15	45	18,5 (19.)	52
500	30	48	27,0 (16.)	54
500	60	91,5	32,5 (16.)	72

Tabelle 24 – Durchmesser [μm] des 1. Einschusses, kleinsten Einschusses im Fokus (in Klammer Nummer des Einschusses), 30. Einschusses mit den entsprechenden Leistungs- [mW] und Pulsanzahlkombinationen.

8.2 Fokusvariationen Abbildungen

Es folgen die Abbildungen der erzeugten Fokusvariationen. Die vermessenen Durchmesser aus der Tabelle 24 wurden aus diesen Abbildungen ermittelt.

Bei den folgenden 12 Bilder in der Abbildung 32 handeln es sich um die Fokusvariationen bei 50 mW, wobei jeweils in der linken Spalte der erste Einschuss, in der mittleren Spalte der kleinste Einschuss (im Fokus) und in der rechten Spalte der letzte Einschuss abgebildet wurde. Jede Reihe entspricht einer Pulsanzahl in der folgenden Reihenfolge: 2, 15, 30, 60.

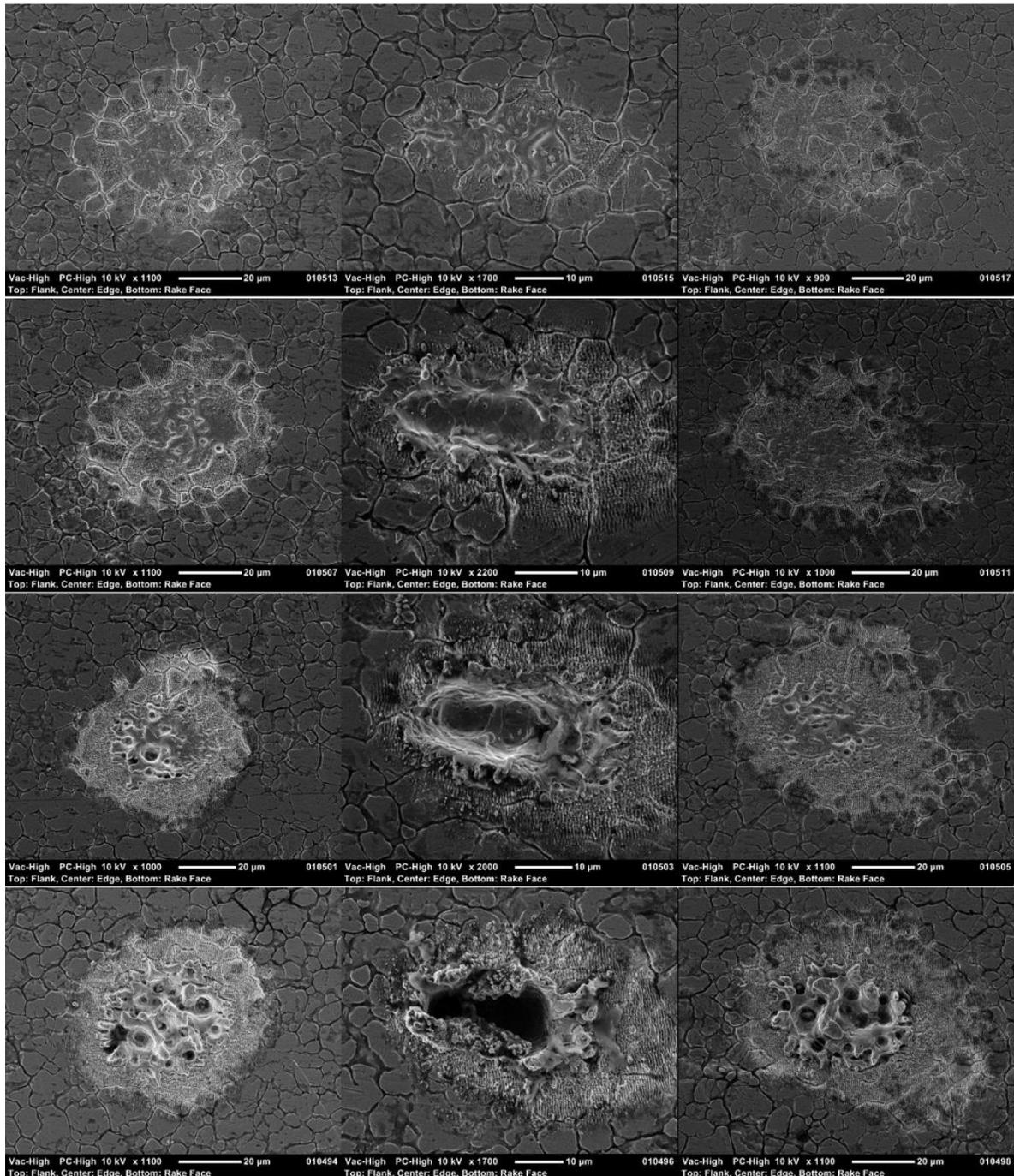


Abbildung 32 – Fokusvariationen bei 50 mW; Jeweils in einer Reihe dieselbe Pulsanzahl in der folgenden Reihenfolge (von oben nach unten: 2, 15, 30, 60); linke Spalte: 1. Einschuss; mittlere Spalte: kleinster Einschuss im Fokus; rechte Spalte letzter Einschuss.

Bei den folgenden 12 Bilder in der Abbildung 33 handeln es sich um die Fokusvariationen bei 275 mW, wobei jeweils in der linken Spalte der erste Einschuss, in der mittleren Spalte der kleinste Einschuss (im Fokus) und in der rechten Spalte der letzte Einschuss abgebildet wurde. Jede Reihe entspricht einer Pulsanzahl in der folgenden Reihenfolge: 2, 15, 30, 60.

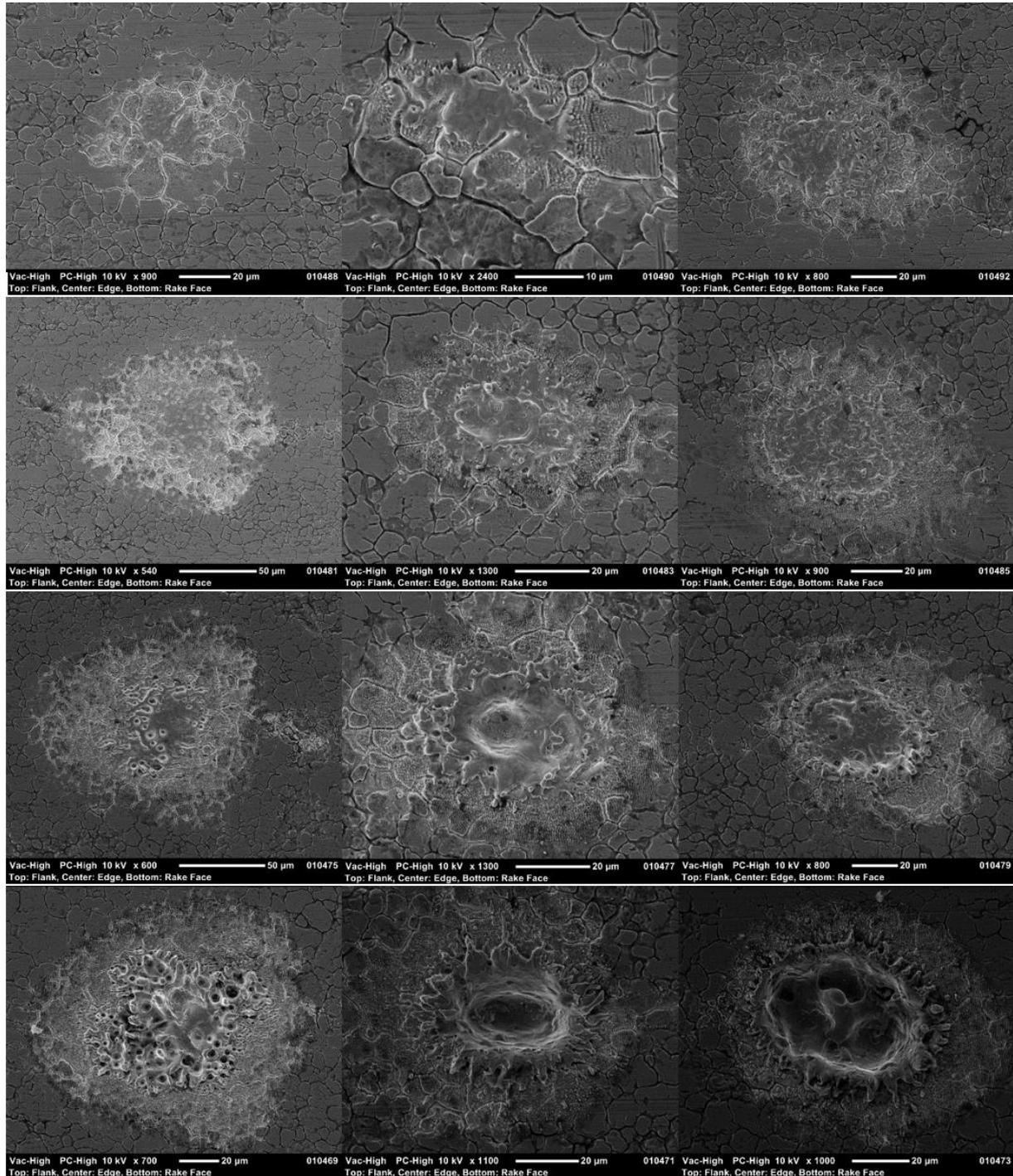


Abbildung 33 – Fokusvariationen bei 275 mW; Jeweils in einer Reihe dieselbe Pulsanzahl in der folgenden Reihenfolge (von oben nach unten: 2, 15, 30, 60); linke Spalte: 1. Einschuss; mittlere Spalte: kleinster Einschuss im Fokus; rechte Spalte letzter Einschuss.

Bei den folgenden 12 Bilder in der Abbildung 34 handeln es sich um die Fokusvariationen bei 500 mW, wobei jeweils in der linken Spalte der erste Einschuss, in der mittleren Spalte der kleinste Einschuss (im Fokus) und in der rechten Spalte der letzte Einschuss abgebildet wurde. Jede Reihe entspricht einer Pulsanzahl in der folgenden Reihenfolge: 2, 15, 30, 60.

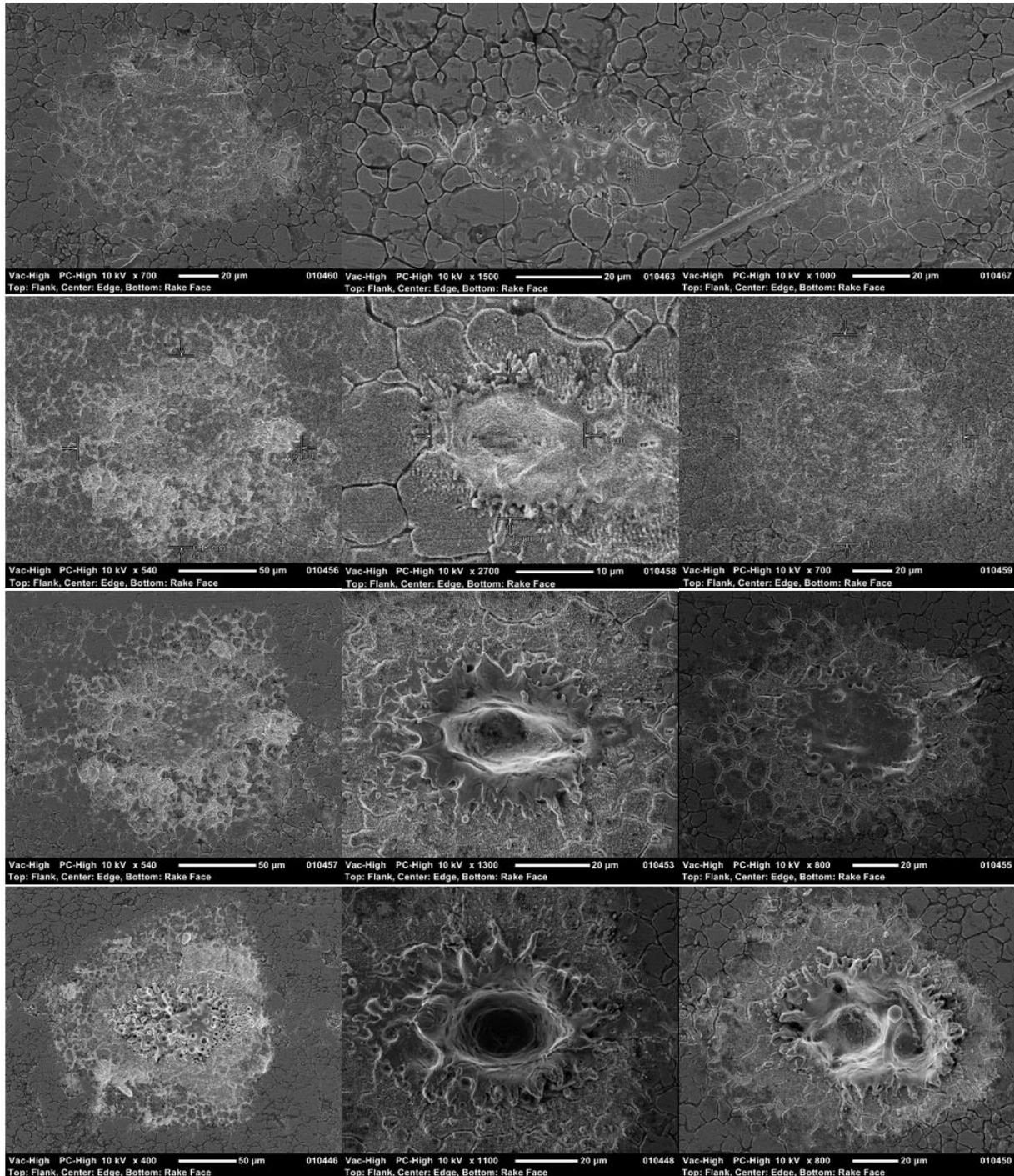


Abbildung 34 – Fokusvariationen bei 500 mW; Jeweils in einer Reihe dieselbe Pulsanzahl in der folgenden Reihenfolge (von oben nach unten: 2, 15, 30, 60); linke Spalte: 1. Einschuss; mittlere Spalte: kleinster Einschuss im Fokus; rechte Spalte letzter Einschuss.

8.3 Fokusvariationen bei nicht fokussiertem Laserstrahl

Im Rahmen der Arbeit wurden die Fokusvariationen zweimal erstellt, wobei die präsentierten Ergebnisse der vorherigen Unterkapiteln aus der zweiten Variationsfolge stammen. Die erste Variationsfolge wurde zu einem früheren Zeitpunkt mit denselben Bearbeitungsparametern und derselben Leistungs- und Pulsanzahlkombinationen erstellt, führte aber aufgrund eines Justage-Fehlers zu einer fehlerhaften Bearbeitung. Bei Betrachtung der REM-Aufnahmen stellte sich nämlich heraus, dass die erzeugten Einschüsse nicht ausreichend stark ausgeprägt waren und etwas „verwaschen“ wirkten. Bei der darauffolgenden Kontrolle des Lasersystems zeigte sich, dass der Laserstrahl aufgrund eines Justage-Fehlers nicht exakt mittig durch die Linse geführt wurde. Aus diesem Grund kam es zu einer unregelmäßigen Materialablation, die nicht der gewünschten Gauß'schen Intensitätsverteilung entspricht.

Die untere Abbildung (Abbildung 35) zeigt im Bild 1 einen Einschuss im Fokus mit 500 mW und 60 Pulsen aus dem vorherigen Kapitel unter Verwendung der korrekten Laserstrahljustierung. Das Bild 2 hingegen zeigt ebenfalls den Einschuss im Fokus mit derselben Leistung und Pulsanzahl, jedoch mit einer verschobenen und daher inkorrekten Strahljustierung. Die erkennbaren Unterschiede in der Materialablation verdeutlichen die Wichtigkeit der präzisen Justage bei Arbeiten an Ultrakurzpulslasersystemen.

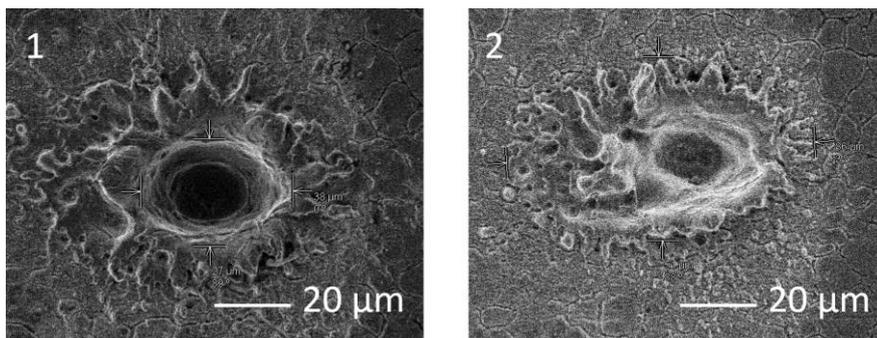


Abbildung 35 – Einschüsse im Fokus mit 500 mW und 60 Pulsen; Bild 1 (links): Laserstrahl mittig durch Linse justiert; Bild 2 (rechts): Laserstrahl nicht mittig durch Linse justiert.

9 Parametervariationen auf Stahl

Die bisherigen Kontaktwinkel- und Eisadhäsionsmessungen zur Bestimmung des Benetzungsverhaltens der superhydrophoben Oberflächen wurden in dieser Arbeit an standardisierten Proben mit den vier vorgestellten Strukturtypen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle), die vorrangig mit den Bearbeitungsparametern gemäß Tabelle 25 gefertigt wurden, durchgeführt (siehe z.B. chemische Korrosionsbeständigkeit). Während dieser Untersuchungen hat sich die Frage gestellt, welche Bearbeitungsparameter zu den besten Benetzungs- und eisabweisenden Eigenschaften führen würden.

Zur Beantwortung dieser Fragestellung wurde eine Parametervariation durchgeführt, indem die wichtigsten Bearbeitungsparameter (Laserfluenz, Bahnabstand, Anzahl der Pulse) der unterschiedlichen Strukturtypen variiert und miteinander kombiniert wurden. Anhand dieser hergestellten Oberflächen auf Stahl kam es über REM-Aufnahmen zu einer Vorauswahl der vielversprechendsten Parameterkombinationen, die als Basis für zukünftige Untersuchungen dienen.

Strukturtyp	Leistung [mW]	Bahnabstand [mm]	Anzahl der Pulse	Vorschubgeschwindigkeit der Werkzeugplattform [mm/s]
LIPSS	100	0,15	15	10
Grid	200	0,1	18	2
Dimple	400	0,05	40	-
Triangle	300	0,1	18	2

Tabelle 25 – Bearbeitungsparameter der standardisierten Proben aus dem Kapitel Korrosionsbeständigkeit gegen Aceton und Glykol.

9.1 Vorgehen

Die Herstellung der verschiedenen Strukturen wird vor allem über Bearbeitungsparameter wie der Laserfluenz (Energiedichte), dem Bahnabstand und der Pulsanzahl gesteuert. Die Laserfluenz ergibt sich hierbei rechnerisch aus der aufgebrachten Leistung, der konstanten Repetitionsrate von 1 kHz und dem konstanten Spotdurchmesser bei gleichbleibendem Abstand von Linse zum Werkstück. Die Anzahl der Pulse wird bei den Strukturtypen LIPSS, Grid und Triangle über die Vorschubgeschwindigkeit eingestellt. Bei den Dimple Strukturen hingegen erfolgt die Steuerung der Pulsanzahl direkt über die Bearbeitungszeit unter Einbeziehung der Repetitionsrate.

Für die Auswahl der Kombinationen wurden 2 mm x 2 mm Felder erstellt, wobei die folgenden Bearbeitungsparameter variiert wurden:

- 4 Leistungen
- 5 Pulsanzahlen bzw. Vorschubgeschwindigkeiten der Plattform-Linearachse
- 5 Bahnabstände

Durch die Kombination dieser Parameter ergeben sich für jeden Strukturtyp 100 Möglichkeiten und somit pro Strukturtyp 100 hergestellte 2 mm x 2 mm Felder, die in den folgenden Unterkapiteln mithilfe des REMs untersucht wurden.

Ursprünglich sollten 5 verschiedene Leistungsstufen untersucht werden. Da während des Herstellungsverfahrens jedoch wiederholt Leistungsabfälle auftraten (insbesondere bei hohen Leistungen) (siehe Kapitel 7.4) und sich herausstellte, dass zu tiefe Strukturen ein nachteiliges Benetzungs- und Vereisungsverhalten verursachen können (Kapitel 5), wurde die 5. und höchste Leistungsstufe nicht untersucht.

Zusätzlich kam es während den Untersuchungen am REM zu technischen Problemen, die schließlich zum kompletten Ausfall des Mikroskops führten. Aus diesem Grund wurde jeweils nur die 2. und 3. Leistungsstufe der 4 ausgewählten Leistungen abfotografiert und in dieser Arbeit abgebildet (138 der 300 Oberflächen).

9.2 Dimple

Folgende Bearbeitungsparameter wurden für Dimple Strukturen kombiniert:

- Leistung: 50 mW; 162,5 mW; 275 mW; 387,5 mW
- Pulsanzahl: 3; 6; 15; 30; 60
- Bahnabstand: 0,03 mm; 0,05 mm; 0,075 mm; 0,1 mm; 0,12 mm

In den nachfolgenden zwei Abbildungen sind jeweils 25 Dimple Strukturen dargestellt, die mit einer Leistung von 162,5 mW (Abbildung 36) und 275 mW (Abbildung 37) unter Verwendung verschiedener Pulsanzahlen und Bahnabstände hergestellt wurden.

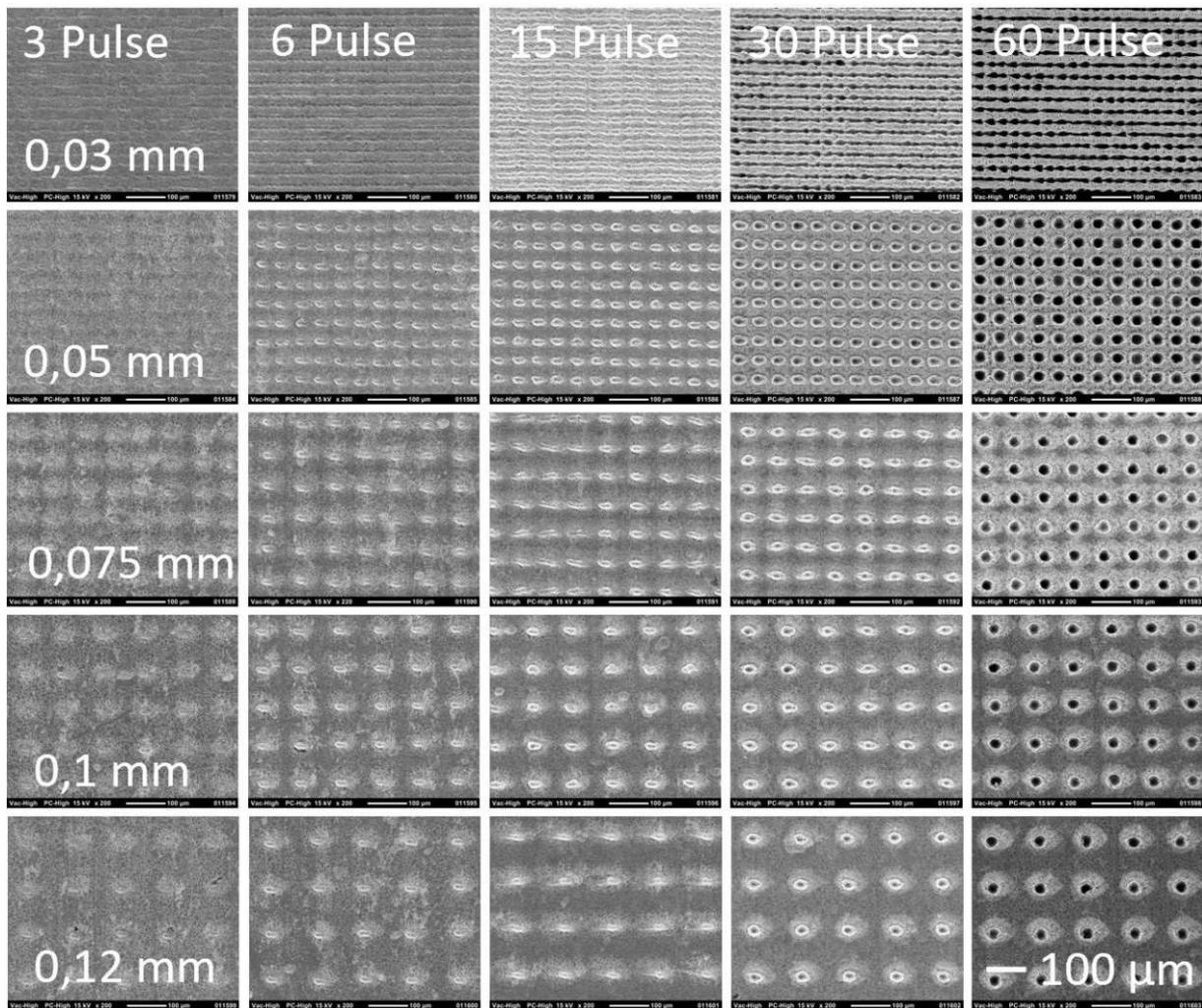


Abbildung 36 – Dimple Strukturen, hergestellt mit 162,5 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 15, 30, 60 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,03 mm, 0,05 mm, 0,075 mm, 0,1 mm, 0,12 mm (von oben nach unten).

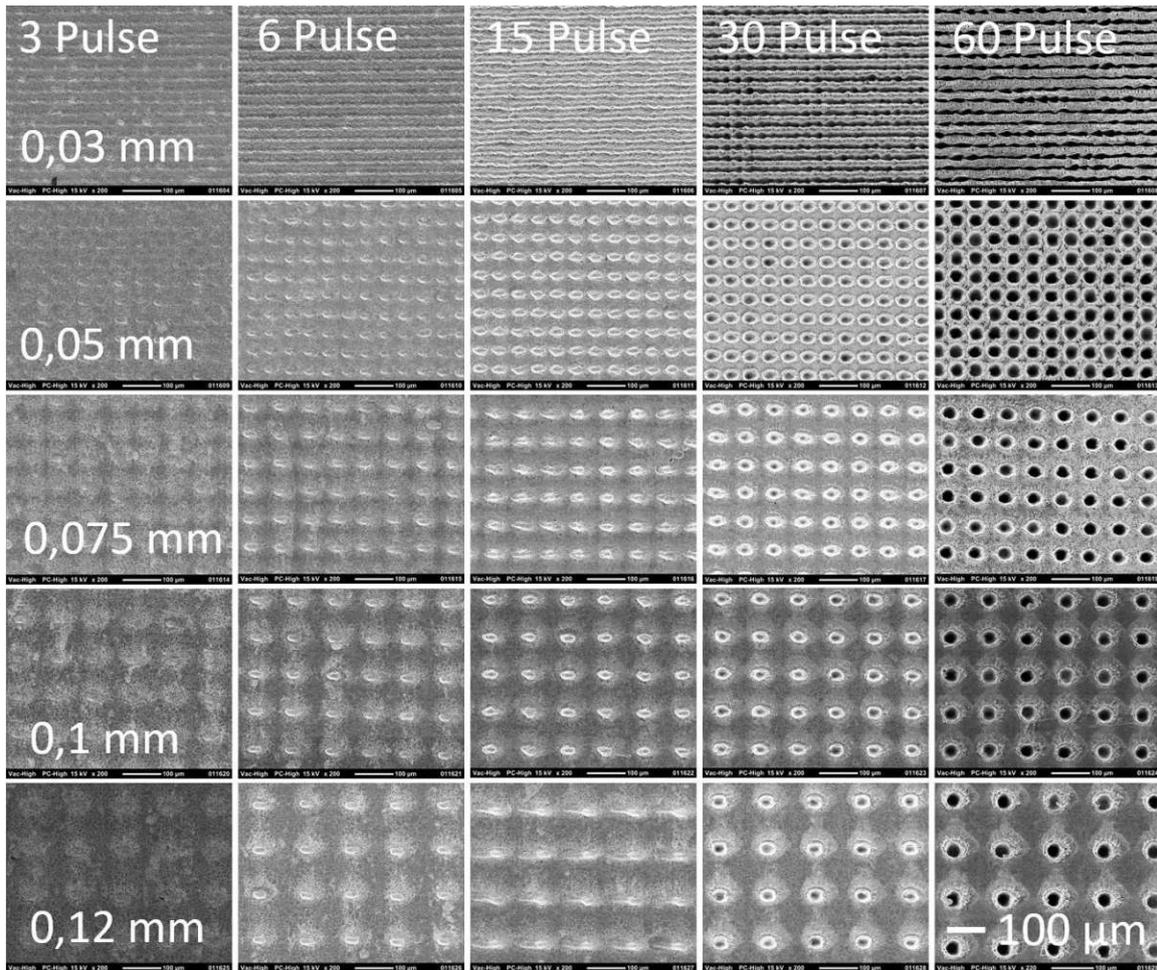


Abbildung 37 - Dimple Strukturen, hergestellt mit 275 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 15, 30, 60 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,03 mm, 0,05 mm, 0,075 mm, 0,1 mm, 0,12 mm (von oben nach unten).

Bei einer niedrigen Pulsanzahl von 3 oder 6 konnte in den durchgeführten Parametervariations-Untersuchungen (z.B. Abbildung 37) nur eine sehr geringe Materialablation beobachtet werden, weshalb 15 Pulse als erster möglicher Bearbeitungswert für zukünftige Experimente ausgewählt wurde. Obwohl bei 60 Pulsen die Einschüsse deutlich erkennbar sind, besteht die Gefahr, dass zu tiefe Strukturen das Benetzungs- und eisabweisende Verhalten beeinträchtigen können (siehe Kapitel 5). Aus diesem Grund wurde als zweiter Pulsanzahlwert 50 vorgeschlagen. Diese Überlegung führte auch zur Auswahl der Leistungswerte von 150 mW und 300 mW, um höhere Leistungsstufen zu vermeiden. Da bei sehr breiten Bahnabständen die Dichte der auftretenden Mikrostrukturen abnimmt und sich vermutlich daher kein vollständiger Cassie-Baxter Zustand einstellen kann, wurden geringere Bahnabstände (0,03 mm und 0,06 mm) vorgeschlagen. Diese Werte liegen dennoch weit genug auseinander und erzeugen unterschiedliche Oberflächenmuster (Abbildung 37), sodass durch zukünftige Experimente auf die Auswirkung des Bahnabstandes zurückgeschlossen werden kann.

Folgende zwei Werte je Bearbeitungsparameter wurden daher anhand der Abbildungen für zukünftige Kombinationen und Untersuchungen der Dimple Strukturen vorausgewählt (Tabelle 26):

Leistung [mW]	Pulsanzahl	Bahnabstand [mm]
150	15	0,03
300	50	0,06

Tabelle 26 – Ausgewählte Bearbeitungsparameter der Dimple Strukturen für zukünftige Untersuchungen.

9.3 Grid und Triangle

Folgenden Bearbeitungsparameter wurden für Grid Strukturen kombiniert:

- Leistung: 50 mW; 162,5 mW; 275 mW; 387,5 mW
- Pulsanzahl: 3; 6; 15; 30; 60
- Bahnabstand: 0,03 mm; 0,05 mm; 0,075 mm; 0,1 mm; 0,12 mm

In den nachfolgenden zwei Abbildungen sind jeweils 25 Grid Strukturen dargestellt, die mit einer Leistung von 162,5 mW (Abbildung 38) und 275 mW (Abbildung 39) unter Verwendung verschiedener Pulsanzahlen und Bahnabstände hergestellt wurden.

Bei den folgenden Abbildungen sind in horizontaler Richtung besonders ab einem Bahnabstand von 0,075 mm wellenförmige, statt geradlinige Linien zu beobachten. Weiters fällt die Amplitude dieser Schwingungen bei einer hohen Plattformgeschwindigkeit (geringe Pulsanzahl) größer aus. Da die erzeugten Flächen sehr klein (2 mm x 2 mm) und die Bearbeitungsgeschwindigkeiten relativ groß sind, kommt es bei Richtungsänderungen aufgrund der hohen Beschleunigung zu einem Überschwingen, das von der Werkzeugplattform in die vertikale Richtung nicht ausgeglichen werden kann. Aus diesem Grund kommt es zum Entstehen dieser wellenförmigen Linien.

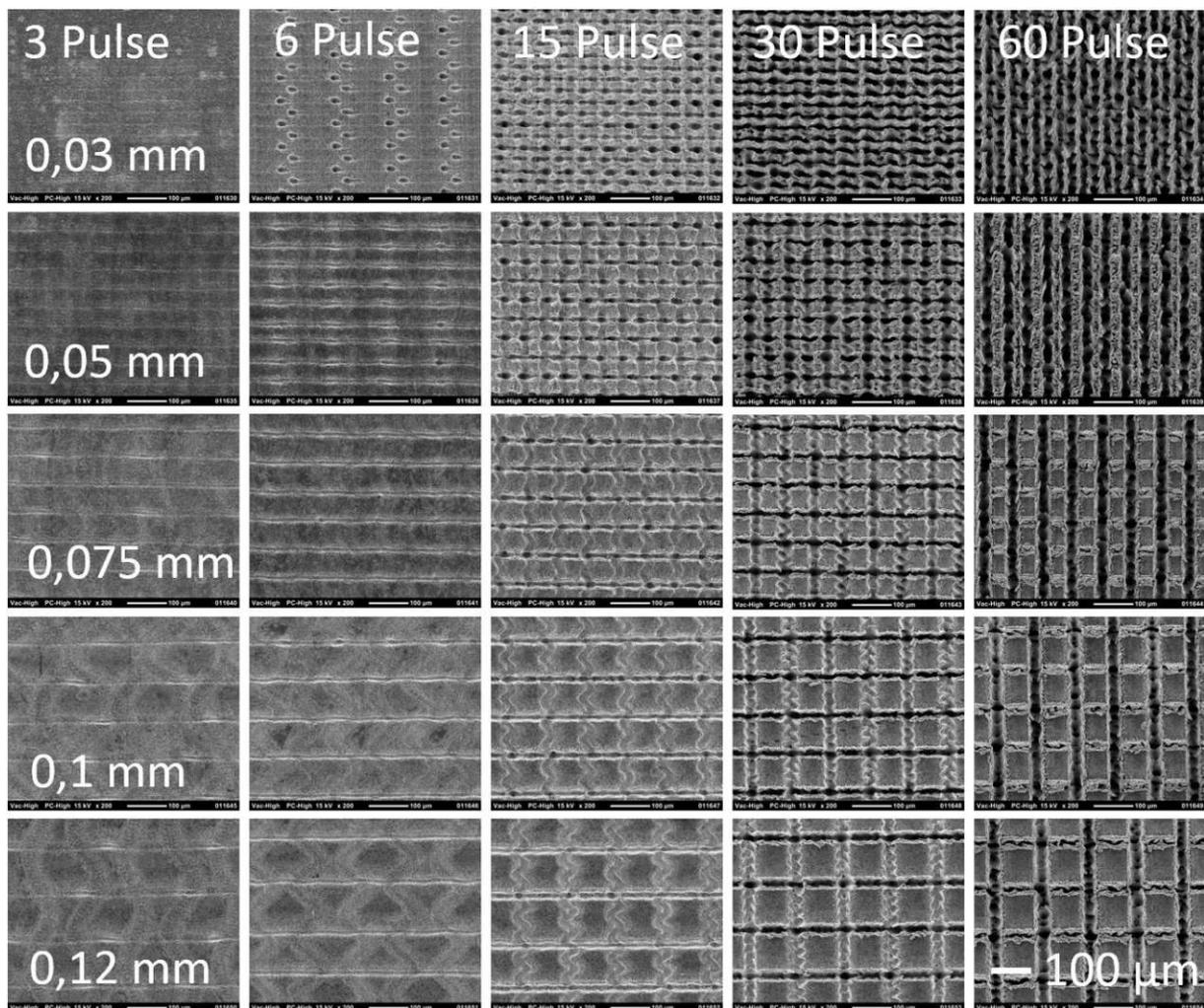


Abbildung 38 - Grid Strukturen, hergestellt mit 162,5 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 15, 30, 60 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,03 mm, 0,05 mm, 0,075 mm, 0,1 mm, 0,12 mm (von oben nach unten).

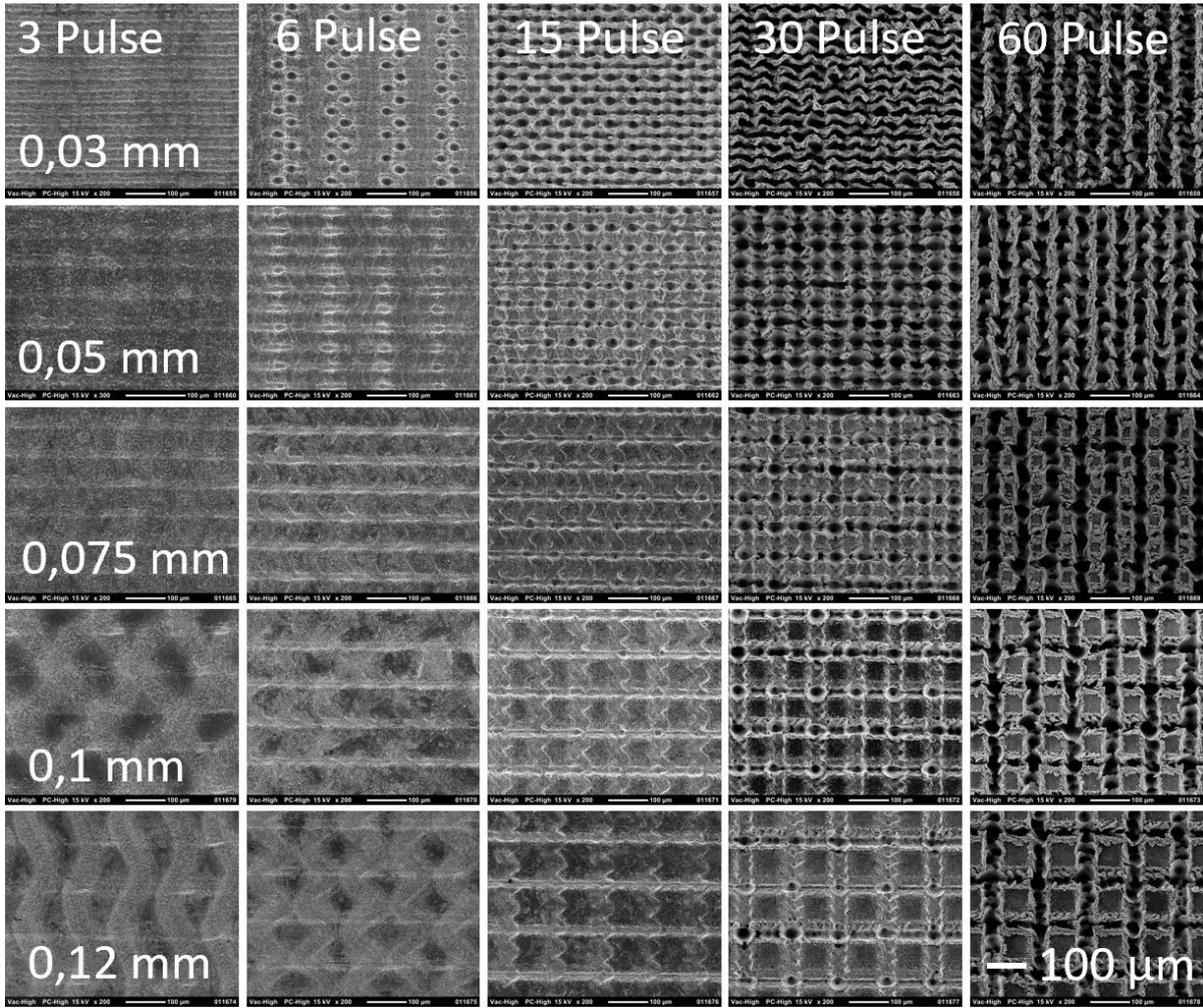


Abbildung 39 - Grid Strukturen, hergestellt mit 275 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 15, 30, 60 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,03 mm, 0,05 mm, 0,075 mm, 0,1 mm, 0,12 mm (von oben nach unten).

Der Auswahlprozess für potenzielle zukünftige Bearbeitungsparameter der Grid Strukturen erfolgte nach demselben Prinzip, das im vorherigen Unterkapitel bei den Dimple Strukturen angewandt wurde.

Folgende zwei Werte je Bearbeitungsparameter wurden daher anhand der Abbildungen für zukünftige Kombinationen und Untersuchungen der Grid Strukturen vorausgewählt (Tabelle 27):

Leistung [mW]	Pulsanzahl	Bahnabstand [μm]
150	15	0,06
300	50	0,14

Tabelle 27 - Ausgewählte Bearbeitungsparameter der Grid Strukturen für zukünftige Untersuchungen.

Basierend auf den Erkenntnissen der Untersuchungen und Parametervariation der Grid Strukturen wurde ebenfalls eine Vorauswahl für die Triangle Strukturen getroffen (Tabelle 28):

Leistung [mW]	Pulsanzahl	Bahnabstand [μm]
150	15	0,06
300	50	0,14

Tabelle 28 - Ausgewählte Bearbeitungsparameter der Triangle Strukturen für zukünftige Untersuchungen.

9.4 LIPSS

Folgenden Bearbeitungsparameter wurden für LIPSS Strukturen kombiniert:

- Leistung: 50 mW; 162,5 mW; 275 mW; 387,5 mW
- Pulsanzahl: 3; 6; 14; 20; 30
- Bahnabstand: 0,08 mm; 0,11 mm; 0,14 mm; 0,17 mm; 0,2 mm

Weiters wurden alle LIPSS Strukturen mit einem Off-Set von 2,5 mm hergestellt (z-Verschiebung vom Brennpunkt in Richtung der Linse), was einem Spot-Durchmesser von 150 μm entspricht.

In den nachfolgenden zwei Abbildungen sind 25 (Abbildung 40) und 13 LIPSS Strukturen (Abbildung 41) dargestellt, die mit einer Leistung von 162,5 mW und 275 mW unter Verwendung verschiedener Pulsanzahlen und Bahnabstände hergestellt wurden. Während der Arbeiten am REM kam es zu technischen Problemen, weshalb in der Abbildung 41 (275 mW) nur 13 der eigentlich 25 Oberflächen dargestellt wurden.

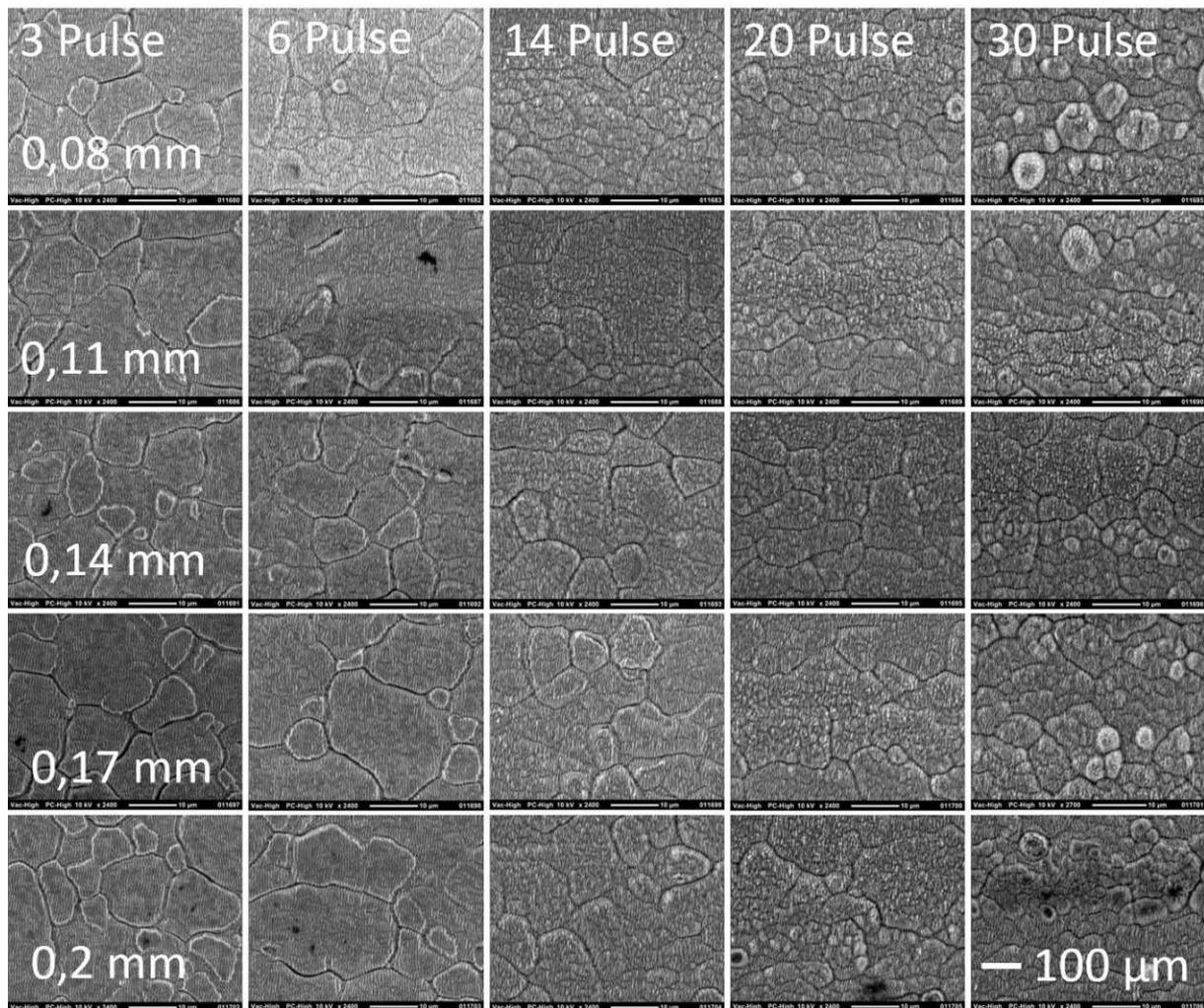


Abbildung 40 - LIPSS Strukturen, hergestellt mit 162,5 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 14, 20, 30 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,08 mm, 0,11 mm, 0,14 mm, 0,17 mm, 0,2 mm (von oben nach unten).

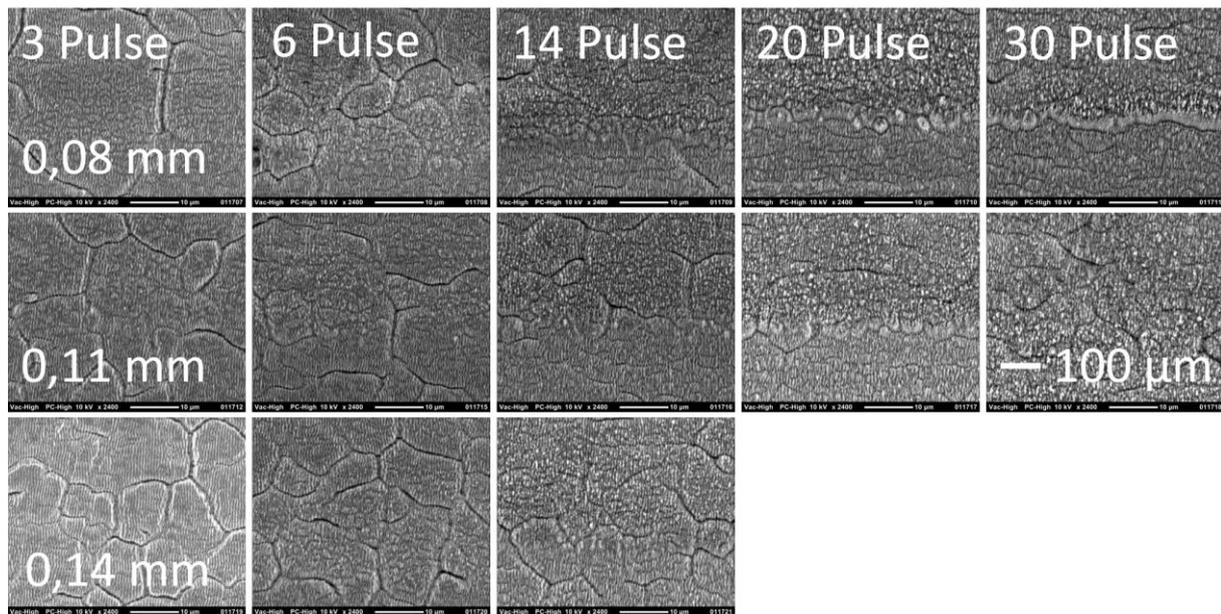


Abbildung 41 - LIPSS Strukturen, hergestellt mit 275 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 14, 20, 30 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,08 mm, 0,011 mm, 0,014 mm, 0,17 mm, 0,2 mm (von oben nach unten).

Hohe Leistungen und Pulsanzahlen führten in der LIPSS Parametervariation (z.B. Abbildung 40) zu einem starken Aufschmelzen der Oberfläche, wodurch sich nicht nur die gewünschten periodischen, nanoskaligen Ripplens ausbildeten. Infolgedessen wurden 100 und 300 mW als potenzielle Leistungen für künftige Untersuchungen ausgewählt (bei den anderen Strukturtypen wurde als geringste Leistungsstufe noch 150 mW vorgeschlagen). Zusätzlich wurden aus diesem Grund auch nur sehr geringe Pulsanzahlen von 3 und 14 Pulsen ausgewählt.

Daher wurden die folgenden zwei Werte je Bearbeitungsparameter anhand der Abbildungen für zukünftige Kombinationen und Untersuchungen der LIPSS Strukturen vorausgewählt (Tabelle 29):

Leistung [mW]	Pulsanzahl	Bahnabstand [mm]
100	3	0,08
300	14	0,14

Tabelle 29 - Ausgewählte Bearbeitungsparameter der LIPSS Strukturen für zukünftige Untersuchungen.

10 Zusammenfassung und Ausblick

Um den aktuellen Industrieforderungen der Luftfahrt an passiv eisabweisende Oberflächen gerecht zu werden, wurden in dieser Arbeit superhydrophobe Oberflächen durch Laserstrukturierung und anschließende chemische Umwandlung hergestellt. Durch eine Reihe von Untersuchungen wurden vor allem mittels Kontaktwinkel- und Eisadhäsionsmessungen die wasser- und eisabweisenden Eigenschaften dieser Oberflächen ermittelt und beschrieben.

Im theoretischen Teil wurden zunächst die grundlegenden Aspekte bezüglich Vereisungsszenarien in der Luftfahrt, deren Auswirkungen und diverse Schutzsysteme von Luftfahrzeugen gegen Vereisungen präsentiert (Kapitel 2). Weiters wurde das Benetzungsverhalten von Oberflächen im Allgemeinen und dem Spezialfall für strukturierte Oberflächen, sowie das Verhalten superhydrophober Oberflächen gegenüber Eis vorgestellt. Anschließend wurde eine grobe Übersicht über verschiedene mögliche Herstellungsverfahren von superhydrophoben Oberflächen präsentiert, sowie die grundlegende Funktionsweise von Lasersystemen und dem genutzten Ultrakurzpulslasersystem zur Herstellung von Nano- und Mikrostrukturen erläutert.

Da superhydrophobe Oberflächen für die Industrieanwendung auf Flugzeugsystemen eine entsprechende Widerstandsfähigkeit aufweisen müssen, umfasst ein wesentlicher Teil der Diplomarbeit chemische Korrosionsversuche, bei denen Proben in Aceton oder Glykol eingelegt wurden (Kapitel 4). Folgenden Erkenntnisse wurden aus diesen Untersuchungen gewonnen:

Die laserstrukturierten, benzinbehandelten Proben konnten ihre hydrophobe Benetzbarkeit nach 48-stündigem Eintauchen in Aceton oder Ethylenglykol Gemisch aufrechterhalten. Die laserstrukturierten, vakuumbehandelten Proben konnten diese Eigenschaften hingegen nur für 1 Stunde beibehalten, danach trat eine erhebliche Verschlechterung ein. Die Messungen der Eishaftung ergaben anfänglich verbesserte Enteisungseigenschaften für strukturierte Oberflächen mit geringer Rauheit im Vergleich zu unstrukturierten und unbehandelten Referenzproben. Allerdings konnte keine der Behandlungsmethoden (Benzin oder Vakuum) diese Eigenschaften während der chemischen Korrosionstests aufrechterhalten. Zusätzlich ergaben die Messungen, dass der CAH-Wert nicht direkt mit der Eishaftung korreliert. Weiters konnte gezeigt werden, dass eine erneute Vakuumbehandlung nach dem Eintauchen in Aceton die hydrophobe Benetzbarkeit dieser Oberflächen und teilweise die eisabweisenden Eigenschaften wiederherstellen kann. Die darauffolgende XPS-Analyse zeigte, dass der SCA stark von der absoluten Menge an unpolaren C-C/C-H-Komponenten auf der Oberfläche abhängt, die während der Korrosionstests reduziert wurden (stärker bei den vakuumbehandelten Proben als bei den mit Benzin behandelten Proben). Optische Bestrahlungstests konnten zusätzlich zeigen, dass die strukturierten benzin- und vakuumbehandelten Stahlproben ebenfalls keine Beständigkeit gegen UV-Strahlung aufwiesen, obwohl die LIPSS-Nanostrukturen ihre hydrophobe Benetzbarkeit nach den 100 h Exposition beibehalten konnte, nicht aber ihre eisabweisenden Eigenschaften. Um somit den tatsächlichen Witterungsbedingungen im Flugbetrieb widerstehen zu können, sollten sich zukünftige Untersuchungen der Verbesserung des Korrosionswiderstandes der behandelten, laserstrukturierten Oberflächen widmen.

Darauffolgende Untersuchungen zeigten, dass durch eine niedrigere Strukturtiefe eine etwas verbesserte Korrosionsbeständigkeit erreicht werden konnte (Kapitel 5). Niedrige vakuumbehandelte Strukturen konnten nach 24 h in Aceton höhere Kontaktwinkel und je nach Strukturtyp sogar eine hydrophobe Benetzbarkeit aufweisen. Die Eisadhäsionsmessungen zeigten ein ähnliches Bild, da die flacheren Strukturen nach 1 h im Aceton zwar einen Anstieg verzeichneten, aber nach wie vor unter dem Scherspannungswert der unstrukturierten und unbehandelten Referenzprobe lagen, im

Gegensatz zu den tieferen, vakuumbehandelten Strukturen. Nach 4 h wurde dieser Referenzwert aber auch von den flacheren Strukturen übertroffen, wodurch erneut keine längerfristige chemische Korrosionsbeständigkeit gegen Aceton erzielt werden konnte. Bei den anschließenden Benzinbehandlungsversuche für 4 h mit unterschiedlich tiefen Strukturen wurden ebenfalls bei tieferen Strukturen niedrigere und dadurch bessere Eisadhäsionswerte gemessen. Dieser Effekt kann unter anderem durch stärkere Verzahnungseffekte bei tieferen Strukturen durch einen unvollständigen Cassie-Baxter Zustand erklärt werden. Jedoch zeigte sich bei längerer Umwandlungsdauer (65 h in Benzin), dass auch tiefe Grid und Triangle Strukturen niedrige Adhäsionswerte erzielen können. Aus diesen Messungen ergab sich die Erkenntnis, dass tiefere Strukturen längere Umwandlungs- und Behandlungszeiten benötigen. Die Untersuchungen in diesem Kapitel werfen somit die Frage auf, ob und in welchem Umfang die Chemisorption von Kohlenstoffen bei der Umwandlung von hydrophil zu hydrophob durch die Oberflächentopografie beeinflusst wird.

Nach den chemischen Korrosionsuntersuchungen wurden die Auswirkungen von zwei verschiedenen Beschichtungen auf das Benetzungsverhalten von laserstrukturierten Proben in Kooperation mit den Unternehmen „INOCON technologie“ und „AAC“ analysiert (Kapitel 6). Die meisten Struktur- und Beschichtungskombinationen konnten hierbei ein superhydrophobes Benetzungsverhalten aufweisen und lieferten Eisadhäsionswerte, die unter dem Referenzwert der unstrukturierten und unbeschichteten Referenzprobe lagen. Besonders die Beschichtung des Unternehmens AAC konnte auf allen strukturierten Oberflächen infolge der superhydrophoben Benetzbarkeit, der auftretenden RoAs und der niedrigen Eisadhäsionswerte sehr gute Ergebnisse erzielen. Weiters hat sich gezeigt, dass eine zu große Schichtdicke die Mikro-/Nanostrukturen überdecken kann und somit die wasserabweisenden Eigenschaften verringert. Dementsprechend ist zum Erreichen der superhydrophoben Benetzbarkeit die Kombination aus Mikro-/Nanostruktur und zusätzlicher Beschichtung ausschlaggebend. Die geringste Eisadhäsion, die in dieser Arbeit gemessen wurde, kam auf LIPSS-Strukturen mit der Beschichtung von AAC ohne SiO₂ Zusatz zustande. Diese Messwerte bieten eine optimistische Perspektive auf die Kombination von laserstrukturierten Oberflächen mit einem Beschichtungsverfahren zur Erzeugung von wasser- und eisabweisenden Oberflächen. Zukünftige Untersuchungen sollten sich vor allem der mechanischen und chemischen Korrosionsbeständigkeit widmen. Besonders der Vergleich mit den Ergebnissen der vakuum- und benzinbehandelten Proben und deren Korrosionsversuche, könnte Rückschlüsse auf die chemischen Vorgänge der verschiedenen Umwandlungsverfahren liefern.

Im Anschluss an diese Untersuchungen wurde durch eine Variation der verschiedenen Bearbeitungsparameter des Lasersystems LIPSS Strukturen auf Aluminiumproben gefertigt und der entsprechenden Bearbeitungsparameterbereich festgelegt (Kapitel 7).

Ein weiterer Aufgabenpunkt der Diplomarbeit war die Herstellung einer Reihe von Fokusvariationen, um die zukünftige Bearbeitungsparameterauswahl für die Laserstrukturierung und Spot-Durchmesserermittlung zu vereinfachen (Kapitel 8). Danach wurde abschließend eine umfangreiche Parametervariation für LIPSS, Grid und Dimple Strukturen erstellt (Kapitel 9). Hierfür wurden 2 mm x 2 mm Flächen hergestellt und Leistung, Pulsanzahl und Bahnabstand variiert. Die interessantesten Flächen wurden anschließend mittels REM-Aufnahmen ausgewählt und die entsprechenden Bearbeitungsparameter für künftige Untersuchungen an LIPSS, Grid, Dimple und Triangle Strukturen zusammengetragen.

All diese durchgeführten Untersuchungen bieten einen tieferen Einblick in die Entwicklung laserstrukturierter, superhydrophober Oberflächen für die Luftfahrtanwendung. Verschiedene Experimente, ausgewertet mittels Kontaktwinkel- und Eisadhäsionsmessungen, konnten Rückschlüsse auf die physikalischen Eigenschaften und ihre Abhängigkeiten liefern und zeigen, dass das

Grundkonzept, laserstrukturierte Oberflächen in Kombination mit einem Umwandlungsverfahren erfolgreich wasser- und eisabweisende Oberflächen produzieren kann. Künftige Untersuchungen auf Basis dieser Arbeit könnten sich besonders der Optimierung dieser Eigenschaften durch die Variation der Herstellungsparameter und die Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit widmen.

Literaturverzeichnis

- [1] F. T. Lynch und A. Khodadoust, „Effects of ice accretions on aircraft aerodynamics“, *Prog. Aerosp. Sci.*, Bd. 37, Nr. 8, S. 669–767, Nov. 2001, doi: 10.1016/S0376-0421(01)00018-5.
- [2] Y. Cao, W. Tan, und Z. Wu, „Aircraft icing: An ongoing threat to aviation safety“, *Aerosp. Sci. Technol.*, Bd. 75, S. 353–385, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.ast.2017.12.028.
- [3] Z. Goraj, „An Overview of the De-Icing and Anti-icing Technologies with Prospects for the Future“.
- [4] J. F. Maissan, „Wind Power Development in Sub-Arctic Conditions With Severe Rime Icing“, *North. Rev.*, Nr. 24, Art. Nr. 24, 2001, Zugegriffen: 14. November 2023. [Online]. Verfügbar unter: <https://thenorthernreview.ca/index.php/nr/article/view/233>
- [5] C. B. Hasager, F. Vejen, W. R. Skrzypiński, und A.-M. Tilg, „Rain Erosion Load and Its Effect on Leading-Edge Lifetime and Potential of Erosion-Safe Mode at Wind Turbines in the North Sea and Baltic Sea“, *Energies*, Bd. 14, Nr. 7, S. 1959, Apr. 2021, doi: 10.3390/en14071959.
- [6] L. Battisti, R. Fedrizzi, A. Brighenti, und T. Laakso, „Sea ice and icing risk for offshore wind turbines“, S. 20–22, Mai 2006.
- [7] R. Jafari, S. Asadollahi, und M. Farzaneh, „Applications of Plasma Technology in Development of Superhydrophobic Surfaces“, *Plasma Chem. Plasma Process.*, Bd. 33, Nr. 1, S. 177–200, Feb. 2013, doi: 10.1007/s11090-012-9413-9.
- [8] R. Fürbacher, G. Liedl, und A. Otto, „Fast transition from hydrophilic to superhydrophobic, icephobic properties of stainless steel samples after femtosecond laser processing and exposure to hydrocarbons“, *Procedia CIRP*, Bd. 111, S. 643–647, 2022, doi: 10.1016/j.procir.2022.08.016.
- [9] R. Fürbacher, G. Grünsteidl, G. Liedl, und A. Otto, „On the performance and durability of hydrophobic/icephobic surface layers caused by femtosecond laser processing and hydrocarbon treatment“, TU Wien, Vienna, 2023.
- [10] C.-C. Rossow, K. Wolf, und P. Horst, Hrsg., *Handbuch der Luftfahrzeugtechnik: mit 34 Tabellen*. München: Hanser, 2014.
- [11] T. Filburn, *Commercial aviation in the jet era and the systems that make it possible*. Cham: Springer, 2020.
- [12] Y. Cao, W. Tan, und Z. Wu, „Aircraft icing: An ongoing threat to aviation safety“, *Aerosp. Sci. Technol.*, Bd. 75, S. 353–385, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.ast.2017.12.028.
- [13] K. Mikkelsen, R. Mcknight, R. Ranaudo, und P. Perkins, Jr., „Icing flight research - Aerodynamic effects of ice and ice shape documentation with stereo photography“, in *23rd Aerospace Sciences Meeting*, Reno,NV,U.S.A.: American Institute of Aeronautics and Astronautics, Jan. 1985. doi: 10.2514/6.1985-468.
- [14] R. J. Kind, M. G. Potapczuk, A. Feo, C. Golia, und A. D. Shah, „Experimental and computational simulation of in-flight icing phenomena“, *Prog. Aerosp. Sci.*, Bd. 34, Nr. 5–6, S. 257–345, Juli 1998, doi: 10.1016/S0376-0421(98)80001-8.
- [15] „<https://flightsafety.org/asw-article/discoveries-on-ice/>; Abbildung unverändert; letzter Zugriff: 18.09.2023“.
- [16] DFS Deutsche Flugsicherung, „Luftverkehrs-Bausordnung LuftBO.“ Sonderdruck der DFS Deutsche Flugsicherung GmbH, Langen (Hessen), 2012.
- [17] EASA, „CS 25.1419“. 2019.
- [18] A. Linke-Diesinger, *Systeme von Turbofan-Triebwerken: Funktionen der Triebwerkssysteme von Verkehrsflugzeugen*. Berlin Heidelberg: Springer Vieweg, 2014.
- [19] G. Bräunling, *Flugzeugtriebwerke: Grundlagen, Aero-Thermodynamik, ideale und reale Kreisprozesse, thermische Turbomaschinen, Komponenten, Emissionen und Systeme*. in VDI-Buch. Berlin: Springer Vieweg, 2015.
- [20] Y. Cao, Z. Wu, Y. Su, und Z. Xu, „Aircraft flight characteristics in icing conditions“, *Prog. Aerosp. Sci.*, Bd. 74, S. 62–80, Apr. 2015, doi: 10.1016/j.paerosci.2014.12.001.
- [21] A. A. Prikhod'ko, S. V. Alekseenko, und V. V. Chmovzh, „Experimental Investigation of the Influence of the Shape of Ice Outgrowths on the Aerodynamic Characteristics of the Wing“, *J.*

- Eng. Phys. Thermophys.*, Bd. 92, Nr. 2, S. 486–492, März 2019, doi: 10.1007/s10891-019-01955-1.
- [22] „<https://aviation-safety.net/database/record.php?id=19941031-1>; letzter Zugriff: 18.09.2023“.
- [23] S. Tarquini, C. Antonini, A. Amirfazli, M. Marengo, und J. Palacios, „Investigation of ice shedding properties of superhydrophobic coatings on helicopter blades“, *Cold Reg. Sci. Technol.*, Bd. 100, S. 50–58, Apr. 2014, doi: 10.1016/j.coldregions.2013.12.009.
- [24] „<https://www.aircraftsystemstech.com/2017/05/inspection-maintenance-and.html>; Abbildung unverändert; letzter Zugriff: 18.09.2023“.
- [25] B. Maclsaac und R. Langton, *Gas turbine propulsion systems*. in Aerospace series. Chichester, West Sussex : Reston, VA: Wiley ; American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2011.
- [26] A. K. Kundu, M. Price, und D. Riordan, *Conceptual aircraft design: an industrial approach*. in Aerospace series. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2019.
- [27] K. L. Schulte, *Grundlagen des Fluges: ein Lehrbuch für Piloten nach europäischen Richtlinien = Principles of flight*, 1. Aufl., Final version 1.04.01.2012. in Lehrbuchreihe nach JAR-FCL : ein Lernskript für Piloten nach europäischen Richtlinien; [auf der Basis des Flight Crew Licensing (FCL) Syllabus], no. 081. Köln: K.L.S. Publ, 2012.
- [28] D. M. Ramakrishna und T. Viraraghavan, „Environmental Impact of Chemical Deicers – A Review“, *Water. Air. Soil Pollut.*, Bd. 166, Nr. 1–4, S. 49–63, Sep. 2005, doi: 10.1007/s11270-005-8265-9.
- [29] S. Subramani und J. Radhakrishnan, „Advances in Superhydrophobic Surfaces: Biology to Biomimetic“, in *Advanced Engineering of Materials Through Lasers*, J. Radhakrishnan und S. Pathak, Hrsg., in Advances in Material Research and Technology. , Cham: Springer International Publishing, 2022, S. 171–195. doi: 10.1007/978-3-031-03830-3_8.
- [30] „https://www.cosmos-indirekt.de/Physik-Schule/Datei:Kontaktwinkel_-_Typen.svg; Abbildungen und Beschriftungen verschoben; letzter Zugriff: 18.09.2023“.
- [31] W. Choi, A. Tuteja, J. M. Mabry, R. E. Cohen, und G. H. McKinley, „A modified Cassie–Baxter relationship to explain contact angle hysteresis and anisotropy on non-wetting textured surfaces“, *J. Colloid Interface Sci.*, Bd. 339, Nr. 1, S. 208–216, Nov. 2009, doi: 10.1016/j.jcis.2009.07.027.
- [32] B. Bhushan und E. K. Her, „Fabrication of Superhydrophobic Surfaces with High and Low Adhesion Inspired from Rose Petal“, *Langmuir*, Bd. 26, Nr. 11, S. 8207–8217, Juni 2010, doi: 10.1021/la904585j.
- [33] M. Khodaei, „Introductory Chapter: Superhydrophobic Surfaces - Introduction and Applications“, in *Superhydrophobic Surfaces - Fabrications to Practical Applications*, M. Khodaei, X. Chen, und H. Li, Hrsg., IntechOpen, 2020. doi: 10.5772/intechopen.85359.
- [34] „https://www.cosmos-indirekt.de/Physik-Schule/Datei:Contact_angle.svg; Abbildung unverändert; letzter Zugriff: 18.09.2023“.
- [35] „https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Contact_angle_microstates.svg; nur Teil der Abbildung verwendet; letzter Zugriff: 18.09.2023“.
- [36] M. Khodaei, „Introductory Chapter: Superhydrophobic Surfaces - Introduction and Applications“, in *Superhydrophobic Surfaces - Fabrications to Practical Applications*, M. Khodaei, X. Chen, und H. Li, Hrsg., IntechOpen, 2020. doi: 10.5772/intechopen.85359.
- [37] S. A. Kulinich und M. Farzaneh, „Ice adhesion on super-hydrophobic surfaces“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 255, Nr. 18, S. 8153–8157, Juni 2009, doi: 10.1016/j.apsusc.2009.05.033.
- [38] Y.-B. Park, H. Im, M. Im, und Y.-K. Choi, „Self-cleaning effect of highly water-repellent microshell structures for solar cell applications“, *J Mater Chem*, Bd. 21, Nr. 3, S. 633–636, 2011, doi: 10.1039/C0JM02463E.
- [39] M. A. Samaha, H. V. Tafreshi, und M. Gad-el-Hak, „Superhydrophobic surfaces: From the lotus leaf to the submarine“, *Comptes Rendus Mécanique*, Bd. 340, Nr. 1–2, S. 18–34, Jan. 2012, doi: 10.1016/j.crme.2011.11.002.
- [40] J. A. Howarter und J. P. Youngblood, „Self-Cleaning and Next Generation Anti-Fog Surfaces and Coatings“, *Macromol. Rapid Commun.*, Bd. 29, Nr. 6, S. 455–466, März 2008, doi: 10.1002/marc.200700733.

- [41] J. Jeevahan, M. Chandrasekaran, G. Britto Joseph, R. B. Durairaj, und G. Mageshwaran, „Superhydrophobic surfaces: a review on fundamentals, applications, and challenges“, *J. Coat. Technol. Res.*, Bd. 15, Nr. 2, S. 231–250, März 2018, doi: 10.1007/s11998-017-0011-x.
- [42] Z. guang Guo und F. chao Yang, *Surfaces and interfaces of biomimetic superhydrophobic materials*. Weinheim: Wiley-VCH, 2018.
- [43] Y. Lu, S. Sathasivam, J. Song, C. R. Crick, C. J. Carmalt, und I. P. Parkin, „Robust self-cleaning surfaces that function when exposed to either air or oil“, *Science*, Bd. 347, Nr. 6226, S. 1132–1135, März 2015, doi: 10.1126/science.aaa0946.
- [44] S. Wang, L. Feng, und L. Jiang, „One-Step Solution-Immersion Process for the Fabrication of Stable Bionic Superhydrophobic Surfaces“, *Adv. Mater.*, Bd. 18, Nr. 6, S. 767–770, März 2006, doi: 10.1002/adma.200501794.
- [45] X. Li, M. Wang, C. Wang, C. Cheng, und X. Wang, „Facile Immobilization of Ag Nanocluster on Nanofibrous Membrane for Oil/Water Separation“, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, Bd. 6, Nr. 17, S. 15272–15282, Sep. 2014, doi: 10.1021/am503721k.
- [46] J. H. Kim, T. S. Shim, und S. Kim, „Lithographic Design of Overhanging Microdisk Arrays Toward Omniphobic Surfaces“, *Adv. Mater.*, Bd. 28, Nr. 2, S. 291–298, Jan. 2016, doi: 10.1002/adma.201503643.
- [47] T. “Leo” Liu und C.-J. “CJ” Kim, „Turning a surface superrepellent even to completely wetting liquids“, *Science*, Bd. 346, Nr. 6213, S. 1096–1100, Nov. 2014, doi: 10.1126/science.1254787.
- [48] M. Birnbaum, „Semiconductor Surface Damage Produced by Ruby Lasers“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 36, Nr. 11, S. 3688–3689, Nov. 1965, doi: 10.1063/1.1703071.
- [49] E. L. Gurevich und S. V. Gurevich, „Laser Induced Periodic Surface Structures Induced by Surface Plasmons Coupled via Roughness“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 302, S. 118–123, Mai 2014, doi: 10.1016/j.apsusc.2013.10.141.
- [50] A. Otto, „Excitation of nonradiative surface plasma waves in silver by the method of frustrated total reflection“, *Z. Für Phys. Hadrons Nucl.*, Bd. 216, Nr. 4, S. 398–410, Aug. 1968, doi: 10.1007/BF01391532.
- [51] K. Zhou u. a., „The influences of surface plasmons and thermal effects on femtosecond laser-induced subwavelength periodic ripples on Au film by pump-probe imaging“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 121, Nr. 10, S. 104301, März 2017, doi: 10.1063/1.4978375.
- [52] K. L. Mittal und W.-S. Lei, Hrsg., *Laser technology: applications in adhesion and related areas*. Hoboken, NJ : Beverly, MA: John Wiley & Sons ; Scrivener Publishing, 2018.
- [53] R. Jagdheesh, M. Diaz, S. Marimuthu, und J. L. Ocana, „Robust fabrication of μ -patterns with tunable and durable wetting properties: hydrophilic to ultrahydrophobic via a vacuum process“, *J. Mater. Chem. A*, Bd. 5, Nr. 15, S. 7125–7136, 2017, doi: 10.1039/C7TA01385J.
- [54] P. Hauschwitz u. a., „Hydrophilic to ultrahydrophobic transition of Al 7075 by affordable ns fiber laser and vacuum processing“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 505, S. 144523, März 2020, doi: 10.1016/j.apsusc.2019.144523.
- [55] J. T. Cardoso u. a., „Influence of ambient conditions on the evolution of wettability properties of an IR-, ns-laser textured aluminium alloy“, *RSC Adv.*, Bd. 7, Nr. 63, S. 39617–39627, 2017, doi: 10.1039/C7RA07421B.
- [56] V. Zorba u. a., „Biomimetic Artificial Surfaces Quantitatively Reproduce the Water Repellency of a Lotus Leaf“, *Adv. Mater.*, Bd. 20, Nr. 21, S. 4049–4054, Nov. 2008, doi: 10.1002/adma.200800651.
- [57] R. Jagdheesh, M. Diaz, und J. L. Ocaña, „Bio inspired self-cleaning ultrahydrophobic aluminium surface by laser processing“, *RSC Adv.*, Bd. 6, Nr. 77, S. 72933–72941, 2016, doi: 10.1039/C6RA12236A.
- [58] J. Bonse, S. Hohm, S. V. Kirner, A. Rosenfeld, und J. Kruger, „Laser-Induced Periodic Surface Structures— A Scientific Evergreen“, *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, Bd. 23, Nr. 3, S. 7581030, Mai 2017, doi: 10.1109/JSTQE.2016.2614183.

- [59] W. Chen, A. Y. Fadeev, M. C. Hsieh, D. Öner, J. Youngblood, und T. J. McCarthy, „Ultrahydrophobic and Ultralyophobic Surfaces: Some Comments and Examples“, *Langmuir*, Bd. 15, Nr. 10, S. 3395–3399, Mai 1999, doi: 10.1021/la990074s.
- [60] A. Dotan, H. Dodiuk, C. Laforte, und S. Kenig, „The Relationship between Water Wetting and Ice Adhesion“, *J. Adhes. Sci. Technol.*, Bd. 23, Nr. 15, S. 1907–1915, Jan. 2009, doi: 10.1163/016942409X12510925843078.
- [61] J. Chen u. a., „Superhydrophobic surfaces cannot reduce ice adhesion“, *Appl. Phys. Lett.*, Bd. 101, Nr. 11, S. 111603, Sep. 2012, doi: 10.1063/1.4752436.
- [62] „<https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Laserschema.svg>; Abbildung unverändert; letzter Zugriff: 18.09.2023“.
- [63] H. Hügel und T. Graf, *Laser in der Fertigung: Strahlquellen, Systeme, Fertigungsverfahren, 2.*, neu Bearb. Aufl. in Studium. Wiesbaden: Vieweg + Teubner, 2009.
- [64] R. Dohlus, *Lasertechnik*. in de Gruyter Studium. Berlin, Boston: De Gruyter, 2015.
- [65] K. Jesse, *Femtosekundenlaser: Einführung in die Technologie der ultrakurzen Lichtimpulse, 2. Aufl.* Berlin Heidelberg: Springer Vieweg, 2016. doi: 10.1007/978-3-662-49357-1.
- [66] „Femtopower Compact Pro User Manual Version 3.3“, Femtolaser Produktion GmbH, User Manual.
- [67] J. D. Pickering, *Ultrafast lasers and optics for experimentalists*. Bristol [England] (Temple Circus, Temple Way, Bristol BS1 6HG, UK): IOP Publishing, 2021.
- [68] M. E. Fermann, A. Galvanauskas, und G. Sucha, Hrsg., *Ultrafast lasers: technology and applications*. in Optical engineering, no. v. 80. New York: Marcel Dekker, 2003.
- [69] „https://de.wikipedia.org/wiki/Datei:Chirped_laser_amplifier_deutsch.png; Abbildung unverändert; letzter Zugriff: 18.09.2023“.
- [70] R. Fuerbacher, G. Liedl, und S. P. Murzin, „Experimental study of spatial frequency transition of laser induced periodic surface structures“, *J. Phys. Conf. Ser.*, Bd. 1745, Nr. 1, S. 012017, Feb. 2021, doi: 10.1088/1742-6596/1745/1/012017.
- [71] A. J. B. Milne und A. Amirfazli, „The Cassie equation: How it is meant to be used“, *Adv. Colloid Interface Sci.*, Bd. 170, Nr. 1–2, S. 48–55, Jan. 2012, doi: 10.1016/j.cis.2011.12.001.
- [72] J. T. Korhonen, T. Huhtamäki, O. Ikkala, und R. H. A. Ras, „Reliable Measurement of the Receding Contact Angle“, *Langmuir*, Bd. 29, Nr. 12, S. 3858–3863, März 2013, doi: 10.1021/la400009m.
- [73] A. J. Meuler, J. D. Smith, K. K. Varanasi, J. M. Mabry, G. H. McKinley, und R. E. Cohen, „Relationships between Water Wettability and Ice Adhesion“, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, Bd. 2, Nr. 11, S. 3100–3110, Nov. 2010, doi: 10.1021/am1006035.
- [74] C. Wang, W. Zhang, A. Siva, D. Tiew, und K. J. Wynne, „Laboratory Test for Ice Adhesion Strength Using Commercial Instrumentation“, *Langmuir*, Bd. 30, Nr. 2, S. 540–547, Jan. 2014, doi: 10.1021/la4044254.
- [75] R. Fürbacher, G. Grünsteidl, G. Liedl, und A. Otto, „Chemical and Optical Durability of Hydrophobic and Icephobic Surface Layers on Femtosecond-Laser Structured Stainless Steel caused by Hydrocarbon or Vacuum Treatment“, TU Wien, Vienna, 2023.
- [76] C. Yang u. a., „Functionalized CFRP surface with water-repellence, self-cleaning and anti-icing properties“, *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp.*, Bd. 586, S. 124278, Feb. 2020, doi: 10.1016/j.colsurfa.2019.124278.
- [77] Z. Goraj, „An overview of the deicing and anti-icing technologies with prospects for the future“, in *24th international congress of the aeronautical sciences*, Citeseer, 2004.
- [78] D. Zeng u. a., „Superhydrophobic coating induced anti-icing and deicing characteristics of an airfoil“, *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp.*, Bd. 660, S. 130824, März 2023, doi: 10.1016/j.colsurfa.2022.130824.
- [79] Z. Zhang u. a., „A novel thermo-mechanical anti-icing/de-icing system using bi-stable laminate composite structures with superhydrophobic surface“, *Compos. Struct.*, Bd. 180, S. 933–943, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.compstruct.2017.08.068.

- [80] H. Zheng, S. Chang, G. Ma, und S. Wang, „Anti-icing performance of superhydrophobic surface fabricated by femtosecond laser composited dual-layers coating“, *Energy Build.*, Bd. 223, S. 110175, Sep. 2020, doi: 10.1016/j.enbuild.2020.110175.
- [81] Fluids, S.A.E. International S. G.-12A.D.F. Aircraft Deicing, „Fluid, Aircraft Deicing/Anti-Icing, SAE Type I“, *SAE Int.*, 2023.
- [82] V. Vercillo u. a., „Design Rules for Laser-Treated Icephobic Metallic Surfaces for Aeronautic Applications“, *Adv. Funct. Mater.*, Bd. 30, Nr. 16, S. 1910268, Apr. 2020, doi: 10.1002/adfm.201910268.
- [83] S. A. Kulinich und M. Farzaneh, „How Wetting Hysteresis Influences Ice Adhesion Strength on Superhydrophobic Surfaces“, *Langmuir*, Bd. 25, Nr. 16, S. 8854–8856, Aug. 2009, doi: 10.1021/la901439c.
- [84] Z. A. Janjua u. a., „Performance and durability tests of smart icephobic coatings to reduce ice adhesion“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 407, S. 555–564, Juni 2017, doi: 10.1016/j.apsusc.2017.02.206.
- [85] G. Momen, R. Jafari, und M. Farzaneh, „Ice repellency behaviour of superhydrophobic surfaces: Effects of atmospheric icing conditions and surface roughness“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 349, S. 211–218, Sep. 2015, doi: 10.1016/j.apsusc.2015.04.180.
- [86] W. Choi, A. Tuteja, J. M. Mabry, R. E. Cohen, und G. H. McKinley, „A modified Cassie–Baxter relationship to explain contact angle hysteresis and anisotropy on non-wetting textured surfaces“, *J. Colloid Interface Sci.*, Bd. 339, Nr. 1, S. 208–216, Nov. 2009, doi: 10.1016/j.jcis.2009.07.027.
- [87] P. Hauschwitz u. a., „Hydrophilic to ultrahydrophobic transition of Al 7075 by affordable ns fiber laser and vacuum processing“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 505, S. 144523, März 2020, doi: 10.1016/j.apsusc.2019.144523.
- [88] Z. Yang, Y. Tian, Y. Zhao, und C. Yang, „Study on the Fabrication of Super-Hydrophobic Surface on Inconel Alloy via Nanosecond Laser Ablation“, *Materials*, Bd. 12, Nr. 2, S. 278, Jan. 2019, doi: 10.3390/ma12020278.
- [89] Z. Yang, X. Liu, und Y. Tian, „Insights into the wettability transition of nanosecond laser ablated surface under ambient air exposure“, *J. Colloid Interface Sci.*, Bd. 533, S. 268–277, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.jcis.2018.08.082.
- [90] L. Foroughi Mobarakeh, R. Jafari, und M. Farzaneh, „The ice repellency of plasma polymerized hexamethyldisiloxane coating“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 284, S. 459–463, Nov. 2013, doi: 10.1016/j.apsusc.2013.07.119.
- [91] „<https://www.inocon.at/oberflachentechnologie/aktivieren-mcp/>; Abbildung unverändert; letzter Zugriff: 13.11.2023“.
- [92] L. Foroughi Mobarakeh, R. Jafari, und M. Farzaneh, „Robust icephobic, and anticorrosive plasma polymer coating“, *Cold Reg. Sci. Technol.*, Bd. 151, S. 89–93, Juli 2018, doi: 10.1016/j.coldregions.2018.03.009.
- [93] T. Dursun und C. Soutis, „Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys“, *Mater. Des. 1980-2015*, Bd. 56, S. 862–871, Apr. 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.12.002.
- [94] R. Pospichal, „Nanostrukturierung von Metalloberflächen mittels Ultrakurzpuls laser“, S. 135 pages, 2018, doi: 10.34726/HSS.2018.50484.
- [95] R. Baumann, Y. Bouraoui, U. Teicher, E. Selbmann, S. Ihlenfeld, und A. F. Lasagni, „Improvement of cutting tools using laser-induced periodic surface structures for machining aluminium alloy Al 6061 T6“, in *Laser-based Micro- and Nanoprocessing XVII*, R. Kling, W. Pfleging, und A. Watanabe, Hrsg., San Francisco, United States: SPIE, März 2023, S. 33. doi: 10.1117/12.2648755.
- [96] A. Y. Vorobyev und C. Guo, „Reflection of femtosecond laser light in multipulse ablation of metals“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 110, Nr. 4, S. 043102, Aug. 2011, doi: 10.1063/1.3620898.
- [97] „<https://www.edmundoptics.de/knowledge-center/application-notes/lasers/building-a-custom-optical-isolator-with-stock-components/>; Abbildung unverändert; letzter Zugriff: 27.10.2023“.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1 – Ausbildung einer Horn-Eisformation auf der Leading Edge der Tragfläche einer „de Havilland Canada DHC-6 Twin Otter“ während des Fluges im Rahmen eines NASA Forschungsprojektes [15].	4
Abbildung 2 - Pneumatische Matten auf der Leading Edge, deaktiviert (links), aktiviert (rechts) [24].	7
Abbildung 3 - Benetzungsverhalten, hydrophil (links), hydrophob (mitte), superhydrophob (rechts) [30].	12
Abbildung 4 – Idealer Kontaktwinkel nach Young [34].	13
Abbildung 5 - Benetzung strukturierter Oberflächen; Wenzel-Modell (links); Cassie-Baxter-Modell (rechts) [35].	14
Abbildung 6 - Elektrogenesponnene Polyacrylnitril (APAN)-Nanofasern (APAN-Ag-SR-30) [45].	17
Abbildung 7 - Überhängende Mikroscheibenmuster erzeugt durch ein zweistufiges Lithographieverfahren [46].	17
Abbildung 8 - LIPSS auf Edelstahl, hergestellt im Rahmen dieser Arbeit.	18
Abbildung 9 - Grundlegender Aufbau eines Lasersystems mit aktivem Medium, Pumpquelle und Resonator [62].	23
Abbildung 10 - Grundlegender Aufbau eines chirped-pulse Verstärkers [69].	26
Abbildung 11 – REM-Bilder der laserstrukturierten Oberflächen 1-4; Aufnahmen der Abbildung 2 und 4 bei 45° Neigung; restliche Aufnahmen bei 0° Neigung.	29
Abbildung 12 – Schematische Darstellung des Eisadhäsionsprüfstandes (links) – tatsächlicher Aufbau (rechts) [75].	31
Abbildung 13 - Diagramm des statischen Kontaktwinkels (SCA) über die Einlegezeit in Aceton für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.	35
Abbildung 14 - Diagramm der Eishaftung über die Einlegezeit in Aceton für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.	36
Abbildung 15 - Diagramm der Kontaktwinkelhysterese (CAH) über die Einlegezeit in Aceton für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.	37
Abbildung 16 - Diagramm des statischen Kontaktwinkels (SCA) über die Einlegezeit in Glykol für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.	38
Abbildung 17 - Diagramm der Eishaftung über die Einlegezeit in Glykol für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.	38
Abbildung 18 - Diagramm der Kontaktwinkelhysterese (CAH) über die Einlegezeit in Glykol für: a) vakuumbehandelte Proben; b) benzinbehandelte Proben.	39
Abbildung 19 - Dimple Strukturen, hergestellt mit 400 mW und 40 Pulsen mit den folgenden Prismenkompressorwerten: 7,2 (Bild 1); 8 (Bild 2); 20 (Bild 3); 25 (Bild 4).	47
Abbildung 20 - Diagramm des statischen Kontaktwinkels (SCA) über die Einlegezeit in Aceton für: a) Typ 1 Proben; b) Typ 2 Proben mit tieferen Strukturen.	49
Abbildung 21 - Diagramm der Eishaftung über die Einlegezeit in Aceton für: a) Typ 1 Proben; b) Typ 2 Proben mit tieferen Strukturen.	50
Abbildung 22 – Micro Cold Plasma (MCP) System der Firma „INOCON Technologie“ für das Beschichtungsverfahren [91].	56
Abbildung 23 - Erzeugte Strukturen auf EN AW 7075 mit 50 mW, 14 mm/s.	64
Abbildung 24 - Erzeugte Strukturen auf EN AW 7075 mit 200 mW, 5 mm/s.	64
Abbildung 25 – LIPSS Strukturen auf Aluminium 7075 mit den 5 Bearbeitungsparameterkombinationen aus Tabelle 21.	65
Abbildung 26 - Ausgewählte LIPSS Struktur auf EN AW 7075.	66

Abbildung 27 - erster & kleinster Einschuss im Fokus (links), 15. Einschuss (mitte) und 30. Einschuss (rechts) mit 50 mW und 40 Pulsen auf EN AW 7075.	67
Abbildung 28 - erster & kleinster Einschuss im Fokus (links), 15. Einschuss (mitte) und 30. Einschuss (rechts) mit 100 mW und 40 Pulsen auf EN AW 7075.	67
Abbildung 29 - erster & kleinster Einschuss im Fokus (links), 15. Einschuss (mitte) und 30. Einschuss (rechts) mit 200 mW und 40 Pulsen auf EN AW 7075.	67
Abbildung 30 - Funktionsweise eines optischen Isolators mittels Beamsplitter und $\lambda/4$ Verzögerungsplatte [97].....	69
Abbildung 31 -1. (links), kleinster/17. (mitte) und 30. (rechts) Einschuss bei 500 mW mit 30 Pulsen. .	70
Abbildung 32 – Fokusvariationen bei 50 mW; Jeweils in einer Reihe dieselbe Pulsanzahl in der folgenden Reihenfolge (von oben nach unten: 2, 15, 30, 60); linke Spalte: 1. Einschuss; mittlere Spalte: kleinster Einschuss im Fokus; rechte Spalte letzter Einschuss.....	72
Abbildung 33 – Fokusvariationen bei 275 mW; Jeweils in einer Reihe dieselbe Pulsanzahl in der folgenden Reihenfolge (von oben nach unten: 2, 15, 30, 60); linke Spalte: 1. Einschuss; mittlere Spalte: kleinster Einschuss im Fokus; rechte Spalte letzter Einschuss.....	73
Abbildung 34 – Fokusvariationen bei 500 mW; Jeweils in einer Reihe dieselbe Pulsanzahl in der folgenden Reihenfolge (von oben nach unten: 2, 15, 30, 60); linke Spalte: 1. Einschuss; mittlere Spalte: kleinster Einschuss im Fokus; rechte Spalte letzter Einschuss.....	74
Abbildung 35 – Einschüsse im Fokus mit 500 mW und 60 Pulsen; Bild 1 (links): Laserstrahl mittig durch Linse justiert; Bild 2 (rechts): Laserstrahl nicht mittig durch Linse justiert.....	75
Abbildung 36 – Dimple Strukturen, hergestellt mit 162,5 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 15, 30 ,60 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,03 mm, 0,05 mm, 0,075 mm, 0,1 mm, 0,12 mm (von oben nach unten).	78
Abbildung 37 - Dimple Strukturen, hergestellt mit 275 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 15, 30 ,60 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,03 mm, 0,05 mm, 0,075 mm, 0,1 mm, 0,12 mm (von oben nach unten).	79
Abbildung 38 - Grid Strukturen, hergestellt mit 162,5 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 15, 30 ,60 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,03 mm, 0,05 mm, 0,075 mm, 0,1 mm, 0,12 mm (von oben nach unten).	80
Abbildung 39 - Grid Strukturen, hergestellt mit 275 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 15, 30 ,60 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,03 mm, 0,05 mm, 0,075 mm, 0,1 mm, 0,12 mm (von oben nach unten).	81
Abbildung 40 - LIPSS Strukturen, hergestellt mit 162,5 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 14, 20, 30 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,08 mm, 0,011 mm, 0,014 mm, 0,17 mm, 0,2 mm (von oben nach unten).	82
Abbildung 41 - LIPSS Strukturen, hergestellt mit 275 mW, Pulsanzahl von 3, 6, 14, 20, 30 (von links nach rechts) und Bahnabstand von 0,08 mm, 0,011 mm, 0,014 mm, 0,17 mm, 0,2 mm (von oben nach unten).	83

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1 - Laserbearbeitungsparameter der Proben für Korrosionsbeständigkeit.	33
<i>Tabelle 2 - Typische Oberflächentopografie nach der Laserbearbeitung, vor der Korrosionsüberprüfung; Sa - arithmetische Mittelwertabweichung, Sq - quadratischer Mittelwert der Höhe, Sz - maximale Höhe, Sdr - entwickeltes Grenzflächenverhältnis [75].</i>	<i>34</i>
Tabelle 3 - Regenerationsfähigkeit der vakuum- (ID 37) - und benzinbehandelten Proben (ID 28) nach 48 Stunden in Aceton, IA – Eisadhäsion (Ice Adhesion).....	40
Tabelle 4 - Abrollwinkel (RoA) [°], jeweils einer der vakuum- und benzinbehandelten Proben nach 0, 1, 4, 24, 48 h im Aceton; [-] – kein Abrollen.....	41
Tabelle 5 - Abrollwinkel (RoA) [°], jeweils einer der vakuum- und benzinbehandelten Proben nach 0, 1, 4, 24, 48 h im Ethylenglykolgemisch; [-] – kein Abrollen.	42
<i>Tabelle 6 - Ergebnisse der optischen Beständigkeitstests vor und nach der Exposition, IA – Eisadhäsion (Ice Adhesion).</i>	<i>44</i>
Tabelle 7 - Laserbearbeitungsparameter der Proben für Korrosionsbeständigkeit und Strukturen von Typ 1 und Typ 2.	48
Tabelle 8 – Typische Oberflächentopografie für Strukturen Typ 1 nach der Laserbearbeitung mit einem Prismenkompressorwert von 7,25, vor der Korrosionsüberprüfung; Sa - arithmetische Mittelwertabweichung, Sq - quadratischer Mittelwert der Höhe, Sz - maximale Höhe, Sdr - entwickeltes Grenzflächenverhältnis.	48
Tabelle 9 - Typische Oberflächentopografie für Strukturen Typ 2 nach der Laserbearbeitung mit einem Prismenkompressorwert von 25, vor der Korrosionsüberprüfung; Sa - arithmetische Mittelwertabweichung, Sq - quadratischer Mittelwert der Höhe, Sz - maximale Höhe, Sdr - entwickeltes Grenzflächenverhältnis [75].....	48
Tabelle 10 - Laserbearbeitungsparameter der Typ 3 Proben.....	51
Tabelle 11 - Typische Oberflächentopografie für Strukturen Typ 3 nach der Laserbearbeitung mit einem Prismenkompressorwert von 25, vor der Korrosionsüberprüfung; Sa - arithmetische Mittelwertabweichung, Sq - quadratischer Mittelwert der Höhe, Sz - maximale Höhe, Sdr - entwickeltes Grenzflächenverhältnis.	51
Tabelle 12 – SCA der Proben (Typ 1,2,3) mit je vier Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) nach 4 h Benzinbehandlung und Typ 2 Proben nach 65 h Benzinbehandlung.....	52
Tabelle 13 – Eisadhäsion der Proben (Typ 1,2,3) mit je vier Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) nach 4 h Benzinbehandlung und Typ 2 Proben nach 63 h Benzinbehandlung.	53
Tabelle 14 – Statischer Kontaktwinkel (SCA) [°] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben von INOCON und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe mit 1, 2, 4, 6, 8 Überfahrten.	57
Tabelle 15 – Kontaktwinkelhysterese – Contact Angle Hysteresis (CAH) [°] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben von INOCON und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe mit 1, 2, 4, 6, 8 Überfahrten.	57
Tabelle 16 - Abrollwinkel – Roll Off Angle (RoA) [°] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben von INOCON und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe mit 1, 2, 4, 6, 8 Überfahrten.	58
Tabelle 17 - Eisadhäsion – Ice Adhesion (IA) [kPa] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben von INOCON und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe mit 1, 2, 4, 6, 8 Überfahrten.	59

Tabelle 18 – Messwerte der LIPSS Struktur mit Beschichtung von INOCON bei 1 Überfahrt und einer hohen Vorschubgeschwindigkeit; SCA – statischer Kontaktwinkel, CAH – Kontaktwinkelhysterese; RoA – Abrollwinkel, IA – Eisadhäsion.	59
Tabelle 19 – Kontaktwinkel [°] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben durch AAC und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe jeweils mit und ohne SiO ₂ ; SCA – statischer Kontaktwinkel, CAH – Kontaktwinkelhysterese; RoA – Abrollwinkel.	60
Tabelle 20 - Eisadhäsion [kPa] der Strukturen (LIPSS, Grid, Dimple, Triangle) der beschichteten Proben durch AAC und der unstrukturierten, beschichteten Referenzprobe jeweils mit und ohne SiO ₂ ; IA – Eisadhäsion.	61
<i>Tabelle 21 - Nähere Auswahl der LIPSS Bearbeitungsparametern nach der 2 mm x 2 mm Auswahlrunde.</i>	<i>64</i>
Tabelle 22 - Bearbeitungsparameter des hergestellten LIPSS-Felder.	65
Tabelle 23 – Durchmesser des 1. (im Fokus), 15. und 30. Einschuss mit 50, 100, und 200 mW und 40 Pulsen auf EN AW 7075.	68
Tabelle 24 – Durchmesser [µm] des 1. Einschusses, kleinsten Einschusses im Fokus (in Klammer Nummer des Einschusses), 30. Einschusses mit den entsprechenden Leistungs- [mW] und Pulsanzahlkombinationen.	71
Tabelle 25 – Bearbeitungsparameter der standardisierten Proben aus dem Kapitel Korrosionsbeständigkeit gegen Aceton und Glykol.	76
Tabelle 26 – Ausgewählte Bearbeitungsparameter der Dimple Strukturen für zukünftige Untersuchungen.	79
Tabelle 27 - Ausgewählte Bearbeitungsparameter der Grid Strukturen für zukünftige Untersuchungen.	81
Tabelle 28 - Ausgewählte Bearbeitungsparameter der Triangle Strukturen für zukünftige Untersuchungen.	81
Tabelle 29 - Ausgewählte Bearbeitungsparameter der LIPSS Strukturen für zukünftige Untersuchungen.	83