



Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem
Közlekedésmérnöki és Járműmérnöki Kar
Gépjárműtechnológia Tanszék

Tudományos Diákköri Konferencia Dolgozat

Femtoszekundumos lézerrel való felületkezelés hatása additívan gyártott Ti6Al4V lemezekre

Készítette:
Bereczki Alexandra

Témavezető:
Dr. Hlinka József

Budapest, 2024.

Tartalomjegyzék

1.	Bevezetés.....	3
2.	Irodalomkutatás.....	4
2.1.	LIPSS keletkezés.....	4
2.2.	LIPSS típusok.....	5
2.2.1.	LSFL	6
2.2.2.	HSFL	6
2.2.3.	Pásztázás hatása	7
2.3.	LIPSS megjelenése különféle anyagokon	9
2.4.	LIPSS alkalmazási területei	13
2.5.	Nedvesítési állapotok	15
3.	Célkitűzés	17
4.	Felhasznált anyagok és eszközök.....	17
4.1.	Ti6Al4V ÉS EGYÉB ÖTVÖZETEI.....	17
4.2.	SLM berendezés.....	19
4.3.	Ti6Al4V additívan gyártott lemez	20
4.4.	Lézer berendezés	21
4.5.	Optikai mikroszkóp.....	22
4.6.	Téremissziós pásztázó elektronmikroszkóp	22
4.7.	Nedvesítésmérő berendezés	23
5.	Saját eredmények	25
5.1.	Foltok létrehozása	25
5.2.	Pásztázás	28
5.3.	Felület kialakítása.....	34
5.4.	Nedvesítés mérés.....	39
6.	Összefoglalás.....	41
7.	Irodalomjegyzék.....	44
8.	Ábrajegyzék	48
9.	Táblázatok jegyzéke.....	49

1. BEVEZETÉS

Napjainkban egyre szélesebb körben terjed el a titán ötvözetek alkalmazása. Alkalmazzák a járműiparban, de kiválóan megfelel orvosi célokra is implantátumokként.

Az egyre szélesebb körben való alkalmazhatósága a kiváló mechanikai tulajdonságainak köszönhető, ugyanakkor azt is figyelembe kell vennünk, hogy milyen célra szeretnénk felhasználni az említett ötvözeteket.

Napjainkban számos módon előállíthatjuk az ezen anyagokból készülő alkatrészeket, tömbi anyagból forgácsolással, kovácsolással, továbbá porkohászat révén vagy additív gyártással, ezen belül is számos lehetőség kínálkozik egy járműipari alkatrész vagy implantátum előállítására.

Az alkatrész előállításának módjától függ a felületi érdessége, ezért a felhasználástól függően felületi módosításra lehet szükség. A felületi módosításra számos lehetőség elérhető, a megfelelő módszer a felhasználástól függ. A felület módosítás egyik lehetséges módszere a lézerindukált periodikus felületi struktúrák létrehozása (Laser Induced Periodic Surface Structure- LIPSS). A LIPSS számos alkalmazási területe ismert, alkalmazzák az elektronikában, optikában, illetve ismertek a biológiai alkalmazásai is, valamint számos új felhasználását kutatják jelenleg is. Különböző esetekben eltérő felületi érdesség szükséges; például orvosi felhasználás esetén külön szabvány határozza meg a követelményeket.

További szempont az alkatrészek közötti kötések létrehozásának szempontjából a felület nedvesíthetősége. Ez a tulajdonság szorosan függ a felület módosítástól, mivel a felület módosításával akár hidrofil, akár hidrofób felület is létrehozható, a felhasználástól függően.

Tehát a felület pl. orvosi alkalmazás esetén általában hidrofób tulajdonságú, amely antibakteriális felület létrehozásához alkalmas. Azonban járműipari alkalmazás esetén fontos a súlycsökkentés, amelyet additívan gyártott titán ötvözetekkel biztosíthatunk, illetve, ha a felületet hidrofil irányba módosítjuk, akkor a szereléshez szükséges csavarozást és szegecselést egyes esetekben kiválthatja a forrasztás, illetve a ragasztás.

A LIPSS kutatás jelenleg is egy aktívan folyó kutatási terület, így jelen dolgozatban a megkezdett kutatásomat kiterjesztem az additívan gyártott titán ötvözetekre (jelen esetben Ti6Al4V). Azért esett a választásom erre az anyagra, mivel mind járműgyártás, mind pedig az orvostudomány területén nagy jelentőséggel bír. Mivel a LIPSS-ek kialakulása

és alkalmazhatósága egyaránt érdekes kutatási téma, így a jövőben biztosan folytatódnak az erre irányuló kísérletek és az eredmények publikálása is.

2. IRODALOMKUTATÁS

2.1. LIPSS KELETKEZÉS

A LIPSS egy angol mozaikszó, a Laser Induced Periodic Surface Structure rövidítéséből keletkezett, magyarul lézerindukált periodikus felületi struktúrák, azonban tudományos körökben a LIPSS rövidítést használják.

A LIPSS keletkezését számos tényező befolyásolja, többek között a lézerindukált felületi plazmonok, abláció és lézerindukált felületi instabilitás termikus átrendeződése. Ezek eredményeként kialakul egy olyan felületi mikrostruktúra, amelyet Birnbaum figyelt meg elsőként 1965-ben és hullámzó felületként azonosította. A struktúra megjelenését „hegyek” és „völgyek” geometriákként jellemezte. A LIPSS megjelenését tekintve számos formában megjelenhet, amely megjelenést befolyásolja mind az anyag, amelyen létre kívánjuk hozni, mind pedig a kialakításához alkalmazott lézer tulajdonságai [1]. Napjainkban is számos kutatás zajlik a témakörben, így jelenleg is aktív kutatási terület, mind a keletkezését, mind az alkalmazási területét tekintve.

Míg Birnbaum azt feltételezte a mikrogeometria felfedezésekor, hogy a kialakulásban szerepet játszik az anyageltávolítás, addig 1973-ban Emmony és kutatócsoportja azt feltételezte, hogy a felületre beeső lézernyaláb interferenciája is befolyásolja a struktúra kialakulását. Ez a felületi érdességen való szóródás eredményez, tehát a LIPSS kialakulásához szükség van nyaláb hullámhosszának (λ), a lézer fluxus csúcsértékének (ϕ) ismeretére. A mikrogeometria kialakításában szerepet játszik az impulzus száma is, mivel ezen keresztül az energia változtatható. A fenti gondolatmenetből kiindulva Keilmann és Bai tovább gondolta Emmony elméletét és kiegészítették, eszerint az interferencia a felülethez kötött és a felület mentén terjedő polaritonokon segítségével alakul ki [1, 2, 3].

A LIPSS keletkezés elméleteit két nagy csoportba lehet osztani, ezek az elektromágneses és optikai elméletek, a keletkezést magyarázó elméletek csoportosítása az 1. táblázatban látható.

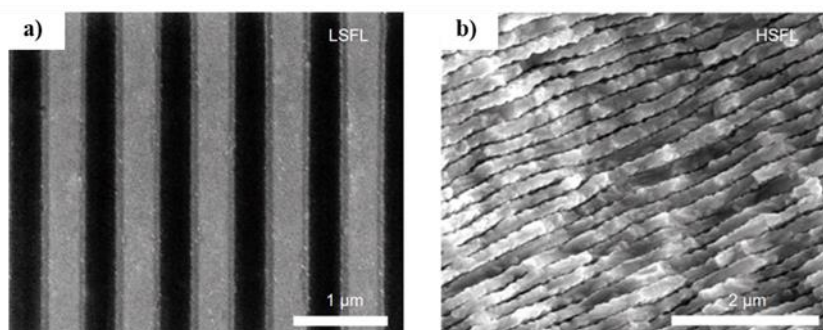
1. táblázat: LIPSS keletkezésével foglalkozó elméletek [4,5]

Elektromágneses alapú elméletek	Optikai alapú elméletek
felületi elektromágneses hullámok (SEW) és felületi plazmon-polariton modell (SPP)	anyagi reorganizációs elmélet
Sipe elmélete	hidrodinamikai elmélete
Drude- elmélete	önszerveződés
	szórt fény modell

2.2. LIPSS TÍPUSOK

A LIPSS geometriákat két fő csoportra, illetve további 2-2 alcsoportra lehet osztani a térbeli periodicitásuk alapján.

A két fő csoport a nagyfrekvenciás (High Spatial Frequency LIPSS- HSFL), illetve az alacsonyfrekvenciás (Low Spatial Frequency LIPSS- LSFL) elnevezést kapta, melyek az 1. ábrán láthatók.

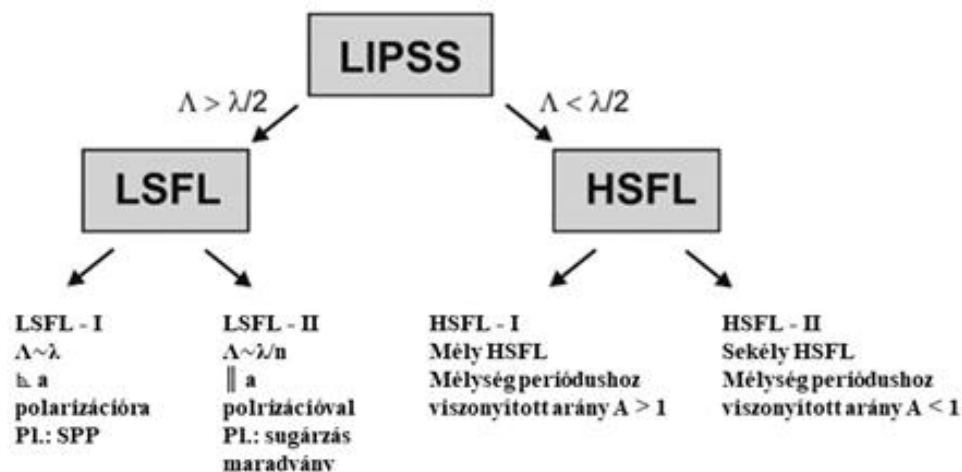


1. ábra: a) az LSFL b) a HSFL [6]

Az LSFL esetén a periodicitás a lézer hullámhosszához közeli, hozzávetőlegesen $\Lambda_{LSFL} > \lambda/2$, HSFL esetén pedig $\Lambda_{HSFL} < \lambda/2$.

LSFL képződésének legvalószínűbb módja a nyaláb és a felület interferenciája az elektromágneses hullámokkal (SEW) valamint a felületi plazmon- polaritonok (SPP) előfordulása. HSFL esetén valószínűsítik az önszerveződés jelenségét és a nanoplazmonikus gerjesztést [5, 7].

AZ LSFL és a HSFL is tovább csoportosítható aszerint, hogy a nyaláb polarizációja merőleges vagy párhuzamos a keletkezett struktúrával. Ez a felosztás látható a 2. ábrán.



2.ábra: LIPSS csoportosítás [5]

2.2.1. LSFL

Az LSFL-I fémek és félvezetők felületén alakul ki, a struktúra a nyaláb polarizációra merőlegesen alakul ki, a periódus a hullámhossz közelébe esik ($\Lambda_{\text{LSFL}} \sim \lambda$). A kialakulás során az ultrarövid lézer impulzusok hatására a nem fémes anyagok átmenetileg fémes tulajdonságúvá válik, így felületi plazmon- polaritonok (SPP) gerjesztődhetnek, ezzel az elektronok a vezetési sávba kerülnek. Kis impulzusszámok mellett a periódus azonos lehet a felületi plazmon- polariton periódusával (Λ_{SPP}), ezért a felület hullámossága kicsi ($d \ll \lambda$).

LSFL-II típus kialakulása a dielektrikumokra jellemző. Abban az esetben alakul ki, ha a nyalábot alkotó foton energia az anyag sávközénél kisebb. A mikrostruktúra a nyaláb polarizációjával párhuzamosan alakul ki, periódusa $\Lambda_{\text{LSFL}} = \lambda / n$, ahol n a dielektrikus anyag törésmutatója. Az LSFL-I kialakulását széleskörben a lokális olvadással és az azt követő gyors megszilárdulással magyarázzák. A gyors megszilárdulás miatt anyag szerkezete a felszínhez közel eső régiókban megváltozik, így kialakulnak amorf és kristályos régiók. Ezek a régiók periodikus mintázatot alkotnak. A lokálisan megolvadt anyag termokapilláris és kemokapilláris erők is fellépnek, ezek a hatások pedig az anyag térbeli újraosztásához vezethetnek az olvadás alatt [5].

2.2.2. HSFL

A HSFL képződéséhez hozzájárul a nanoplazmák önszerveződése, amely a fémes tulajdonságok miatt alakulhatnak ki. Ezen tulajdonság miatt a nanoplazmák hatással vannak az anyagban az elektromos és mágneses mezők terjedésére. A nanoplazmonikai elmélet alapján a perifériákon nanoplazma zónák alakulhatnak ki, amennyiben az

impulzus fluxusa eléri az ablációs küszöböt. Több foton abszorpciójának következtében elektromosan instabil felület alakul ki, ez pedig felületi plazma és plazmonos megjelenését eredményezi. A felületi plazmonok gerjesztődnek és a lézer által keltett elektromágneses mezővel interferencia alakul ki. Ezen jelenségek összessége hatással van a HSFL kialakulására a mező és az abláció lokális erősítésén keresztül. A periódus kisebb, mint a nyaláb hullámhosszának fele ($\Lambda_{\text{HSFL}} < \lambda/2$), a mikrostruktúra orientációját az anyag határozza meg, így kialakulhat mindkét, az LSFL-nél megismert típus.

A HSFL-I dielektrikumok és félvezetők esetén alakulnak ki. A geometria kialakulása során először karcok alakulnak ki, melyek szélessége igen kicsi, majd a barázdák mélysége növekszik. Ezért ezen adatok ismeretében meghatározható a mélység- periódus arány $A = d / \Lambda_{\text{HSFL}} > 1$. Mivel $A > 1$, ezért alacsonyhullámhosszúságú mélyhullámos struktúráként (deep-subwavelength ripples) utal rá a szakirodalom. A mikrogeometria eltérő megjelenésű fémek, átlátszó anyagok, pl.: polimerek, illetve félig átlátszó anyagok esetében.

A HSFL-ek másik nagy csoportja a HSFL-II. Az imént tárgyalt I típushoz képest a mélység periódus aránya 1-nél kisebb érték ($A < 1$), mivel a barázdák mélysége sokkal kisebb, mint az I típusnál. A struktúrát sekély hullámos struktúrának (shallow-subwavelength ripples) nevezik.

A HSFL kialakulásának vizsgálata során néhány törvényszerűséget megállapítottak az eddigi eredmények ismeretében:

- a kialakuláshoz ultrarövid impulzus szükséges (fs, ps)
- lineárisan polarizált lézernyaláb szükséges
- a minimális periódus 50- 100 nanométer

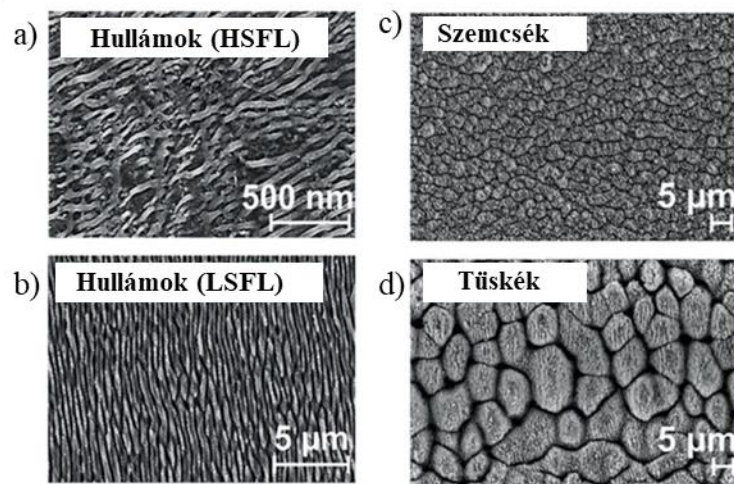
Alacsonyabb periódus kialakulását akadályozza a termális diffúzió jelensége.

LIPSS kialakításához az energiát a felületbe lehet juttatni egy, illetve több impulzussal is. Az anyag abszorpciójától függően a mikrostruktúra kialakulhat már egy impulzus hatására, illetve több impulzussal is. Amennyiben több impulzus hozza létre a geometriát, az első impulzus a érdesíti a felületet, így a következő impulzusok energiájának elnyelődését elősegíti [5].

2.2.3. PÁSZTÁZÁS HATÁSA

Femtoszekundumos lézeres abláció során a lézer- anyag kölcsönhatás rövid ideje miatt, az abláció közben az anyag nem melegszik fel. Fémeknél az elektronok relaxációs ideje 1-10 ps közötti. A hosszú impulzusú lézerekkel, melyek impulzushossza 10^{-12} vagy

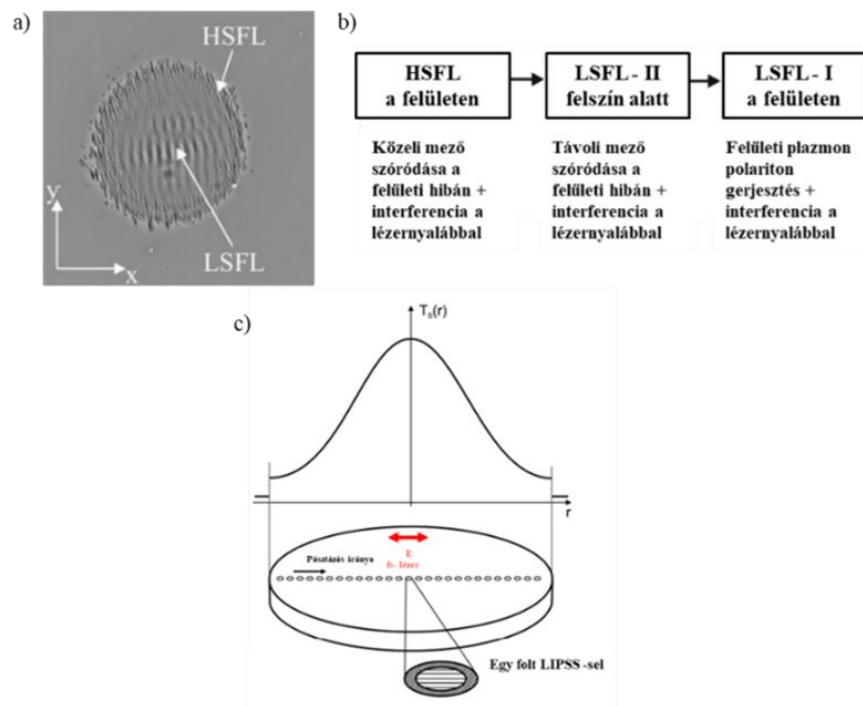
10^{-9} s a lézer a besugárzott területet megolvasztja, mivel a kölcsönhatás elég hosszú ideig fennáll. Emiatt ezek a lézerek nem alkalmasak szabályozott mikrostruktúra kialakításra, mivel az anyag olvadék állapotba kerül, amely nem kedvez az irányított geometria kialakulásának. Femtoszekundumos lézerek alkalmazásával már ezen struktúrák kialakíthatók. esetén a felület megmunkálás különböző zónák és mintázatok létrejöttéhez vezet. A geometriákat mikroszkóppal vizsgálva különféle megjelenési formák azonosíthatók, pl.: hullámok, kúpok, barázdák, melyek mérete, alakja, egymáshoz és a nyaláb polarizációjához képesti helyzete, a struktúrák sűrűsége és mélysége is eltérő. A leggyakoribb megjelenési formákat szemlélteti a 3. ábra.



3. ábra: A LIPSS megjelenési formái [8]

A nanostruktúrák pásztázással is létrehozhatók, ez nagyobb felületek esetén alkalmazható, így ipari felhasználásra is alkalmas lehet. A két típus között létrejöhet LSFL-HSFL átmenet, ez létrejöhet a folton belül, egy külső és egy belső zónára osztva a folt területét, illetve leggyakrabban pásztázás során a sebesség növelésével alakul ki. Az átmenetben először LSFL alakul ki, majd megjelenik a HSFL mintázat is, amely egyre dominánsabbá válik.

Öktem és társai a pásztázási sebességet növelve kimutatta, hogy a belső zóna túlhevül, a zónán belül oxidáció lép fel a mikrostruktúra a külső régiókon alakul ki, mivel ott a nyaláb Gauss eloszlása miatt kevesebb energia nyelődik el, így a felület károsítása nélkül ki tud alakulni a struktúra [9].



4.ábra: a) LSFL-HSFL átalakulás folton belül [10]; b) LSFL-HSFL átmenet folyamata [7]; c) pásztázás sematikus ábrája [11]

2.3. LIPSS MEGJELENÉSE KÜLÖNFÉLE ANYAGOKON

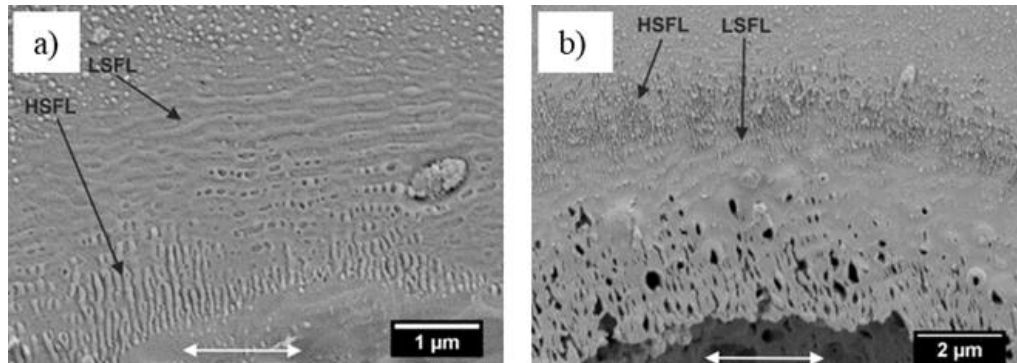
Napjainkban egyre több kutatócsoport foglalkozik a LIPSS gyakorlati alkalmazhatóságával, ennek megfelelően számos anyag esetében sikerrel hozták létre a geometriát. A LIPSS kialakulásához ultrarövid lézerimpulzusokra van szükség, így a legelterjedtebb a femtoszekundumos lézerek alkalmazása, de fellelhető szakirodalmakban olyan kísérlet sorozat is, melyet Ti: Sapphire vagy Nd:YAG pikoszekundumos lézerrel végeztek.

Az alkalmazásokat tekintve a mikrostruktúrát leggyakrabban acélokon, polimereken, illetve napjainkban egyre elterjedtebben a titán ötvözetek is létrehozzák.

A következő kísérletet Mezera és társai végezték el két különböző polimeren, a polikarbonáton (PC) és a polisztirolon (PS). A kísérlethez pikoszekundumos Yb:YAG lézert alkalmaztak. A kísérletet két hullámhosszon végezték el, először 343 nm, majd 515 nm esetében. A PC felületén 343 nm hullámhossz esetén a nyaláb által létrehozott abláció körül koncentrikus gyűrűk alakultak ki, amelyek a felületi érdesség és a nyaláb interferenciája révén jöhettek létre.

A felületen a HSFL típus alakult ki, a mikrostruktúra irányultsága a lézer polarizációjára merőleges. Az impulzusszám növelésével a HSFL átlakul LSFL típussá és

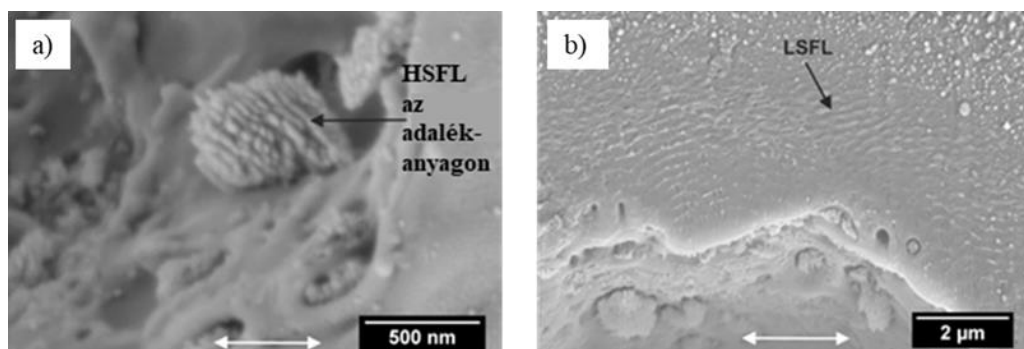
az irányultság is változik, a polarizációval párhuzamos geometria alakul ki. A keletkezett struktúrák az 5. ábrán láthatók.



5.ábra: LIPSS polikarbonát (PC) felületen 5000 impulzus hatása [12]

250 impulzus esetén a hullámhossz 515 nm, a koncentrikus gyűrűk körül kialakul az LSFL. Az impulzusszám növelésével megfigyelhető mind a HSFL, mind pedig az LSFL struktúra kialakulása, azonban a HSFL geometria kezd dominánssá válni, a lézeres besugárzás hatására pedig a besugárzott terület széle porózussá válik. Mezera és társai ezt a jelenséget azzal magyarázták, hogy a magasabb hullámhossz esetében a PC abszorpciója alacsonyabb.

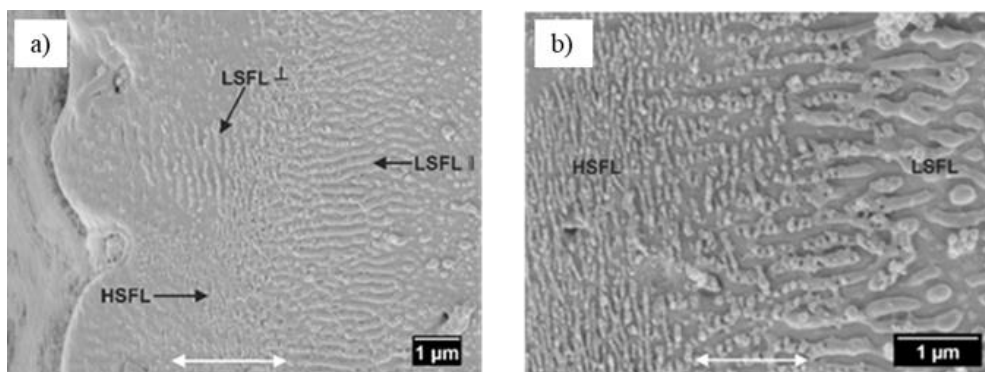
Polisztirol esetén viszonylag magas ismétlési számok mellett kezd el kialakulni a felület struktúráldása, a kísérlet során azt találták, hogy 1000 impulzus alatt nem következett be felületi struktúra kialakulás. 1000 impulzusszám alatt az anyag felületén olvadás következik be, a felület simává válik. Ez kedvez a LIPSS kialakulásának, mivel az olvadt felületen kialakul a HSFL. A polimerek számos adalékanyagot is tartalmaznak, melyek abszorpciója eltér az alapanyagétól. Azonban a 6. ábrán látható, hogy a kiválásokon is kialakulhat a HSFL, mivel az alapanyaghoz képest az adalékanyag jobb abszorpcióval rendelkezik.



6.ábra: LIPSS polisztirol (PS) felületén: a) HSFL adalékanyag felületén 1000 impulzus hatása, b) LSFL a felületen 5000 impulzus hatása [12]

PC mintákat 500 impulzussal kezeltek és ebben az esetben LSFL alakult ki. Azonban az energiaszint egy küszöbértéket elérve az anyag olvadásához vezet. Alacsony energia érték esetén először a felület érdesítése, majd a LIPSS kialakulása kezdődik meg, végül a küszöbérték felett bekövetkezik az olvadás, amely a geometria tönkremeneteléhez vezet. A HSFL megfelelő körülmények között átalakul LSFL típussá, mint már korábban látható volt, valamint a magasabb energia értékek mellett a esetén 500 impulzus esetén vizsgálták a HSFL típus lesz a domináns a felületen.

PS esetén a minta felületén HSFL alakult ki az ablációtól távolabbi régiókban, illetve alacsony energia értékek mellett létrejött LSFL is a nyaláb polarizációjával párhuzamos irányultsággal. A PS LIPSS képződését a 7. ábra szemlélteti.



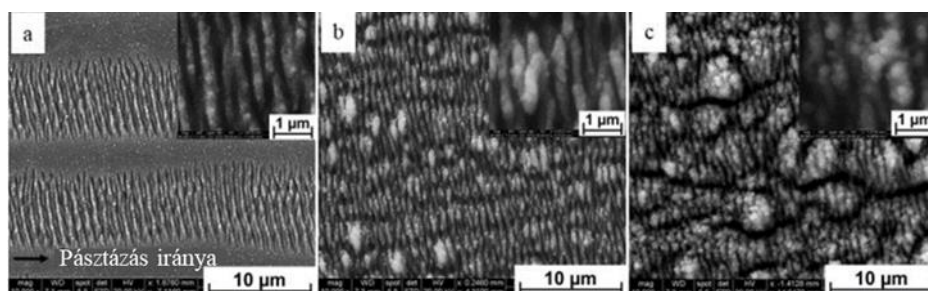
7.ábra: LIPSS PS felületen: a) 500 impulzus, b) 1000 impulzus esetén [12]

Az eredmények ismeretében a kutatócsoport feltételezte, hogy a PC minták esetén 248 nm hullámhossz alatt nem történik felület módosítás, a keresett LIPSS geometria nem alakul ki, mivel az anyag abszorpciója nem megfelelő, azonban 795 nm hullámhossz esetén már létrejön a felület struktúráldása. Rebollar és társai arra a következtetésre jutottak, hogy a LIPSS kialakulásához elegendően magas abszorpcióval kell rendelkeznie az anyagnak, mivel csak így képes a mikrogeometria kialakulásához elegendő energia elnyelődni az anyagban [12].

Chang és társai 99,97% tisztaságú réz felületen hozták létre a LIPSS struktúrát femtoszekundumos lézerrel 515 nm hullámhossz mellett. Az impulzus számot 125 és 500 között változtatták, a fluencia értéke $0,81 \text{ J/cm}^2$ volt a kísérlet során. A kialakult periodikus struktúra orientációja a nyaláb polarizációra merőleges, a geometria pedig az impulzusszám növelésével egyre határozottabb jelleget mutatott [16]

A Ti6Al4V ötvözetet napjainkban az orvostudomány, illetve a járműipar alkalmazza jelentős mértékben. Az orvostudomány a különböző implantátumok anyagaként tartja számon, míg a járműiparban az acélhoz képest kisebb tömege miatt egyre elterjedtebb. A

járművek tömegcsökkentését az ötvözött és ragasztókötés alkalmazásával lehet jelentős mértékben csökkenteni. A LIPSS a felület nedvesítő képességére hatással van, így kiemelt jelentőségű napjainkban. A kísérletet Zhidkov és társai végezték el femtoszekundumos Yb szál lézerrel 100 impulzus mellett. Az impulzus minden esetben azonos volt, azonban az energiát változtatták, így a kísérlet során $0,08 \text{ J/cm}^2$, $0,4 \text{ J/cm}^2$, illetve $1,2 \text{ J/cm}^2$ energia került beállításra. A kísérlet eredményét a 8. ábra mutatja be. $0,08 \text{ J/cm}^2$ energia esetén nem alakul ki a teljes besugárzott felületen a LIPSS struktúra, mivel a kialakuláshoz nem elegendő a felület által elnyelt energia. $0,4 \text{ J/cm}^2$ fluencia érték mellett kialakul a LIPSS, mivel a kialakuláshoz elegendő energia jutott a felületbe, az energiát tovább növelve $1,2 \text{ J/cm}^2$ -ig a geometria a besugárzott terület egészén kialakul, beleértve a felületen jelenlévő részecskék felültét is, amelyeken szintén kialakul a mikrostruktúra [13].



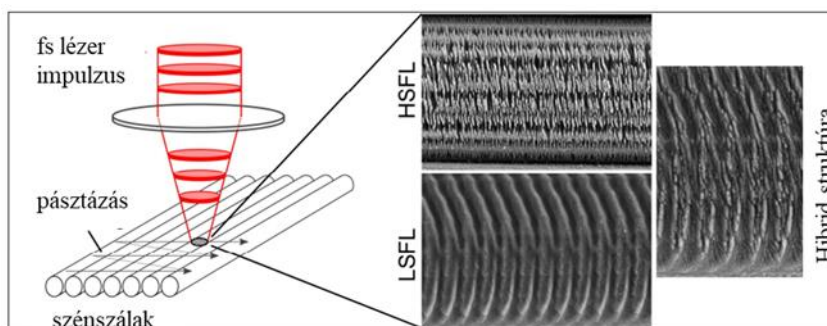
8. ábra: *Ti6Al4V* ötvözet felületén kialakult LIPSS [13]

Egyre jelentősebbek a vékonyrétegek alkalmazási területei is, így a LIPSS kialakítását megkísérelték ZnO vékonyrétegeken is. Zamfirescu és társai 775 nm hullámhossz mellett femtoszekundumos lézerrel alakították ki a strukturált felületet a fluencia változtatásával. A kísérlet során a fluencia értéke $0,25 \text{ J/cm}^2$, valamint $0,7 \text{ J/cm}^2$ között változott, a felületet pedig szkenneléssel hozták létre, melynek sebessége $0,005 \text{ mm/s}$ és 1 mm/s között változott. $0,28 \text{ J/cm}^2$ fluencia esetén nem jutott a felületbe elegendő energia a struktúra kialakulásához, a LIPSS a fluencia növelésével kezd el kialakulni [14].

LIPSS kialakul boroszilikát üvegeken is, ezt Rajendran és társai Ti: Sapphire femtoszekundumos lézerrel hozták létre 800 nm hullámhosszon. A kísérlet során az impulzus számot, illetve a fluencia értékét változtatták. Az impulzusszám 10 és 50 között változott, illetve a fluencia $2,27 \text{ J/cm}^2$, $3,40 \text{ J/cm}^2$, $4,3 \text{ J/cm}^2$ és $6,80 \text{ J/cm}^2$ értékre volt beállítva. A legjobb eredményeket $2,27 \text{ J/cm}^2$ fluencia esetén kapták az impulzusszám változtatása mellett [15].

A titán ötvözetek mellett egy másik jelentős, egyre gyakrabban alkalmazott anyag a szénszál. Emiatt ezen anyag felületét is módosítani próbálták a még kedvezőbb felületi

tulajdonságok kialakítása érdekében. Kunz és kutatócsoportja femtoszekundumos Yb:KYW koronglézerrel alakította ki szkenneléssel a LIPSS felületet a szénszál felületén. A 9. ábra szemlélteti a kísérlet során kapott eredményt. Az ábrán jól látszik, hogy a LIPSS mindkét típusa képes kialakulni a felületen. A fluencia a kísérlet során $0,5 \text{ J/cm}^2$ és $0,9 \text{ J/cm}^2$ között $0,2 \text{ J/cm}^2$ lépésközzel változott, a szkennelés sebessége állandó $0,23 \text{ m/s}$ volt a vizsgálat során. A szkennelés iránya a szénszál tengelyére merőleges, illetve a nyaláb polarizációja párhuzamos a szál tengelyével. $0,4 \text{ J/cm}^2$ fluencia esetén kialakul a felületen a HSFL, amely a nyaláb polarizációjára merőleges irányú. A fluencia növelésével a mikrostruktúra egyre dominánsabbá válik, a mélység-periódus arányt tekintve HSFL-I típusba sorolható, mivel az arány nagyobb, mint 1. A fluencia értéket az impulzusszámmal együtt növelve, először a geometria periódusa növekszik, majd a küszöbértéket elérve a felületen bekövetkezik az abláció. Az abláció az anyag károsodását okozza, ezáltal a mechanikai tulajdonságok jelentős mértékben romlanak. A vizsgálat során meghatározott küszöbérték $1,6 \text{ J/cm}^2$ volt, felette már kialakult az LSFL. Mint a legtöbb dolgozatban ismertetett anyag esetén, itt is kialakulhat egyszerre mindkét típus, illetve az egymásba való átmenet is létrejöhet [8].



9.ábra: LIPSS típusok karbonszálakon [8]

2.4. LIPSS ALKALMAZÁSI TERÜLETEI

A LIPSS alkalmazási lehetőségeit napjainkban is élénk érdeklődés övezi, mivel számos területen felhasználható a struktúra előnye. Az alábbiakban néhány alkalmazása kerül ismertetésre.

Az egyik felhasználási területe az optika, ezen belül is a színezés. Ez a geometria diffrakciósrésként való viselkedése okozza, így a felületen megjelenő szín függ a mikrostruktúrában található hullámok méretétől, egymáshoz képesti elhelyezkedésétől, valamint a fény felületre beesési szögétől és magától a megfigyelési szögtől is. Ezen tényezők miatt egy "színváltó" felület jön létre. A fémek optikai tulajdonságait először

Vorobey és Guo módosították. A kísérlethez femtoszekundumos lézert használtak. A technológiát a lézeres jelölés, az optikai adattárolás, illetve a titkosítás és hamisítás elleni védelemben alkalmazzák leggyakrabban [5].

A LIPSS orvosbiológiai alkalmazásai is egyre nagyobb szerepet kapnak, mind a sejtnövekedés terén, mind pedig a különféle antibakteriális felületek létrehozása révén. Az implantátumok anyagai idővel károsodnak a szervezetben, tehát csökken a sejtadhézió. Azonban megfigyelhető, hogy a mikrogeometria mentén megindul a sejtek növekedése, mintegy irányítva azok növekedési irányát, ezáltal szabályozható az implantátumok beépülése a szervezetbe. Számos felületen kialakítható a megfelelő struktúra kialakításával mind hidrofil, mind pedig hidrofób felület. A baktériumok és szennyeződések megtapadását nehezíti, illetve lehetetlenné teszi a hidrofób felület. Ezeket tulajdonságokat és lehetséges kialakítását vizsgálta Cunha és társai, illetve Epperlein és csoportja is [5].

Járműipari alkalmazásokat tekintve az egyik legjelentősebb az üzemanyag befecskendezés hatékonyságának növelése. Ezt úgy valósítják meg, a befecskendező fűvókák belső felületén LIPSS felületet alakítanak ki. A mikrogeometria a felületet barázdák révén megnöveli, így az üzemanyag porlasztás javítható, az átlagos cseppmérethez képest hozzávetőlegesen 10%-kal csökken a csepp mérete, illetve a permetezési kúpszög 20%-os növekedést mutatott a hagyományos furatok esetében látotthoz képest [5].

Az élet számos területén szükség van a felületek kopásának csökkentésére, ezzel foglalkozik a tribológia.

Yu és Lu titánötvözetten a reciprokáló csúszó tribológiai vizsgálatot végeztek 1999-ben. A vizsgálatot motorolajban és paraffinolajban is elvégezték. A kísérlethez mozgó 10 mm átmérőjű edzett 100Cr6 acélból készült polírozott golyót és egy Ti6Al4V bevonatú felületet használtak, az egyik felület nem tartalmazott LIPSS felületet, egy másik viszont igen. A vizsgálat során a golyót 1 N normálerővel a felülethez nyomva a különböző közegekben 1 Hz frekvenciával, 1000 ciklus időtartamban vizsgálták a kopási jellemzőket. A vizsgálat során azt tapasztalták, hogy paraffinolajban végezve a vizsgálatot sem a struktúrált, sem pedig a kezeletlen felületen nem csökkent a kopás, a mikroszkópos vizsgálatok jelentős kopási nyomokat mutattak. Azonban motorolaj kenőanyaggal a LIPSS felületen csökkent a kopás, ezzel kimutatták, hogy a LIPSS felület csökkentheti a súrlódási együtthatót [5].

2.5. NEDVESÍTÉSI ÁLLAPOTOK

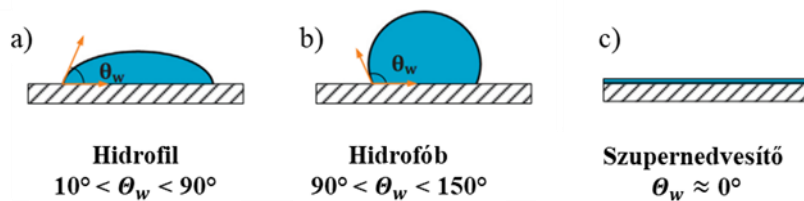
A nedvesítés jelensége egy folyékony közeg és egy szilárd felület esetén értelmezhető. Nedvesítés során kapcsolat alakul ki a szilárd felület és a folyékony közeg között, ennek többféle módja ismeretes.

A nedvesíthetőség számos esetben fontos, pl.: hidrofób vagy éppen hidrofíl felületek létrehozásakor. Ragasztókötések kialakításakor a hidrofíl felület jelenlétének nagy szerepe van a megfelelő kötés létrejöttéhez. A nedvesíthetőség megmutatja, hogy a folyadék milyen mértékben képes a felületet nedvesíteni, vagyis mennyire terül a felületen. Ez a nedvesítési tulajdonság a kontaktszög (CA) mérésével meghatározható. A kontaktszög mérésére többféle lehetőség van, azonban e legelterjedtebb mérési módszer a nyugvócsepp módszer. A módszer alapja, hogy a szilárd felületen jelenlévő csepp nyugvó állapotban van, a csepp és a szilárd felület közötti kontaktszög (Θ) mérésével pedig meghatározható a felület nedvesítőképessége.

3 kategóriába sorolható a nedvesítőképesség desztillált vízzel való mérés alapján:

- a) Θ 0° - 180° : teljes nem-nedvesítés állapot
- b) $90^\circ < \Theta$: hidrofób
- c) $\Theta < 90^\circ$: hidrofíl

Alkalmos körülmények esetén kialakítható egy ún. szupernedvesítő felület, amely közel 0° kontaktszöget eredményez [17]. Ilyenkor a folyadék nagy sebességgel terül el a felületen, a kontaktszög nem mérhető. A nedvesítési állapotok a 10. ábrán láthatók.



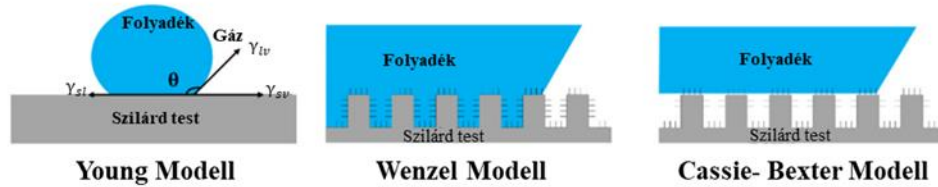
10.ábra: a) hidrofíl, b) hidrofób, c) szupernedvesítő állapot [18]

A szilárd anyagok nedvesítési folyamatát a Young- egyenlettel jellemezhető, amely a felületen egyensúlyban lévő folyadékcsepp egyensúlyi állapotát adja meg, melyet az (1) egyenlet ír le:

$$\cos \Theta = \frac{\gamma_{sv} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lv}} \quad (1)$$

Az egyenletben γ a felületi feszültség különböző közegek (szilárd-gáz, folyékony-gáz, szilárd- folyadék) határán. A felületi feszültség az egységnyi felületre jutó energiát határozza meg, mértékegysége: J/cm².

A nedvesítési állapotokat különböző modellekkel lehet közelíteni, ezek szemléltetése látható a 11. ábrán.



11.ábra: a) Young modell, b) Wenzel modell, c) Cassie- Baxter modell [18]

Mivel a Young- egyenlet egy közelítés, ezért csak ideális esetben alkalmazható, azonban a valóságban nem ideális felületek és folyadékok között lép fel a nedvesítés jelensége, így szükség volt a Young- egyenlet módosítására. A módosítás már figyelembe veszi a felületi érdességet és annak hatását, ez alapján alakult ki a Wenzel és a Cassie-Baxter modell. Valós felületek leírása ezen modellekkel történik, melyek figyelembe veszik a folyadék és a felületi érdesség kapcsolatát, amely a (2) egyenlettel adható meg:

$$\cos \theta^* = r_f \frac{\gamma_{sv} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lv}} = r_f \cos \theta \quad (2)$$

ahol, r_f a felületi érdességi faktor, értéke 1-nél nagyobb, θ^* az érdes felületre vonatkozó peremszög, θ pedig a sima felületre vonatkozó peremszög [18].

Valós felületen két fő nedvesítési állapot alakulhat ki:

- a)Wenzel modell
- b)Cassie- Baxter modell

Wenzel modell szerint a folyadék behatol a felületi érdesség közötti térrészbe és a rendelkezésre álló teret kitölti a folyadék. A rendszer energiája ebben az állapotban a síkfelülethez, vagyis a Young- modellhez képest nagyobb, ezáltal a folyadék jól terül a felületen, jó nedvesítési állapot alakul ki a felületi struktúrán.

A Cassie- Baxter modell szerint a folyadék nem tud behatolni a felületi érdesség közötti térrészbe, mivel azt a térrészben jelenlévő gáz, jellemzően levegő gátolja. Ez az állapot stabilabb a Wenzel állapotnál, létrejön egy szilárd- folyadék- levegő határfelület, amely a (3) egyenlettel leírható:

$$\cos \theta^* = r_f \cos \theta \Phi_s + \Phi_g \cos \theta_{ig} \quad (3)$$

Φ_s és Φ_g a részleges folyadék- szilárd és folyadék- levegő határfelületet jelentenek, a határfelületek terület értéke 1, melyet a (4) egyenlet ír le:

$$\Phi_s + \Phi_g = 1 \quad (4)$$

Levegő és víz esetében $\theta_{lg} = 180^\circ$, a peremszög értéke pedig a beszorult levegő miatt növekszik.

A (3) – (4) összefüggésekkel az (5) egyenlet adódik [19]:

$$\cos \theta^* = r_f \cos \theta \Phi_s - (1 - \Phi_s) \quad (5)$$

A nedvesítésméréshez a legtöbb esetben néhány μl térfogatú desztillált vízcseppet alkalmaznak, ez jellemzően 5-10 μl [18, 20, 21, 22], de egyes tanulmányokban a kísérletet 2-3 μl térfogatú cseppel végezték el. Ezt a mérést makronedvesítésnek nevezik [19, 23, 24].

3. CÉLKITŰZÉS

A dolgozat célja az additív gyártással készült titán ötvözet felületén kialakítani a LIPSS mikrostruktúrákat. A dolgozatomban áttekintem a LIPSS keletkezésének elméleti hátterét, a eddigi tudományos eredményeket, amelyeket a különféle anyagok esetében publikáltak, illetve röviden összefoglalom néhány felhasználási, illetve jelenleg is kutatás alatt álló felhasználási területét.

A mikrostruktúrákat több lépésben hozom létre a felületen, először foltokat alakítok ki, melyeken meghatározom a vonalakhoz szükséges ideális paramétereket. Ezt követően a vonalakat alakítom ki a már meghatározott beállításokkal, illetve az ideális sebesség meghatározásával.

Majd a nedvesítésméréshez szükséges felületeket hozom létre levegő és argon közegben is. Ezután elvégzem a nedvesítésmérést mindkét közegben létrehozott minták felületén meghatározott időközönként. Végül a nedvesítésmérés során kapott eredményeket értékelem és összevetem egy korábbi eredményemmel, melyet növelt szilárdságú acél felületén értem el.

4. FELHASZNÁLT ANYAGOK ÉS ESZKÖZÖK

4.1. TI6AL4V ÉS EGYÉB ÖTVÖZETEI

Az additív gyártás területén leggyakrabban alkalmazott ötvözet kiváló kémiai és mechanikai tulajdonságai miatt. A gyártott alkatrészek esetében fontos kritérium a korrózióval szembeni ellenállás, amely leginkább az orvosi eszközök, illetve protézisek gyártásánál kiemelt fontosságú. Emellett fontos szempont a tömege is, a szilárdságához képest alacsony tömeggel rendelkező ötvözet, ezért leginkább a járműipar, ezen belül is a légi járművekben terjedt el. Kereskedelmi forgalomban többféle összetételű fémpor

kapható. Napjainkban többféle titánötvözetet alkalmaznak az additív gyártásban, így ezek az ötvözetek széles körben elterjedtek. Mikroszerkezetét tekintve a titán kétféle fázisban fordulhat elő α - és β - fázisban.

- α - fázis:

Az α - fázisban lévő titán a kiemelkedő korrózió védelmi tulajdonságot, a hegeszthetőséget és a szívósságot biztosítja. Katonai alkalmazáshoz gyakori ötvözet a Ti- 8Al- 1Mo- 1V.

- β - fázis:

Ezen típusú ötvözetek tartalmazhatnak vanádiumot, amelynek szerepe a titán β - fázisban való stabilizálása. Bár kis tömegű ötvözet, azonban magas hőmérsékleten való alkalmazásra nem alkalmas, ez a tényező befolyásolja az alkalmazhatóságát.

- α - és β - fázis:

Előfordulhat olyan ötvözet, amelyben egyszerre van jelen a titán α - és β - fázisa. Ezek az ötvözetek rendelkeznek mindkét fázis előnyös tulajdonságaival, így széleskörűen alkalmazhatók. Legelterjedtebb ötvözete a Ti- 6Al- 4V. Tulajdonságai közül kiemelkedőek a mechanikai tulajdonságai, kiváló a korrózióállósága és alkalmas magas hőmérsékletek melletti alkalmazásra is. Mechanikai módszerekkel jó a megmunkálhatósága.

Az említett ötvözet mellett orvosi felhasználásra alkalmasak a kobalt ötvözetek, illetve a rozsdamentes acélok. Orvosi felhasználásra szigorú szabályok vonatkoznak, így fontos szempont a biokompatibilis, a korrózió- és kopásállóság, a keménység, illetve az alakíthatóság. Mivel az emberi szervezettel érintkezik, így fontos követelmény, hogy nem szabadulhatnak fel az ötvözetből toxikus anyagok.

A titán különböző összetételű ötvözei a járműiparban is kiemelt szerepet kapnak, mivel a különböző ötvözők a mikroszerkezetet módosítják, így különböző mértékben módosítják a mechanikai tulajdonságokat.

A leggyakrabban alkalmazott ötvözetek:

- Ti- Nb:

Alakemlékező ötvözet, amely alkalmas a titán helyettesítésére ortopédiai implantátumok esetén. Young modulusa elérheti az 55- 68 GPa- t magas hőmérsékletről való hűtéssel. Ti- 42Nb biokompatibilitása a csontnövekedés esetén kedvezőbb a Ti- 6Al- 4V ötvözeténél.

- Ti- Nb- Zr:

Biokompatibilis, kiváló korrózióállóságú, toxicitásmentes, megfelelő mechanikai tulajdonságú ötvözet. A Nb a titánt β - fázisban stabilizálja, így javítja az ötvözet mechanikai tulajdonságait és kopásállóságát. A Ti- Nb- Zr ötvözetimplantátumok esetében alkalmas, mivel a többi ötvözethez képest kisebb a merevsége, ezáltal jobban követi a mozgást, jelentős a plasztikus deformáció, a szakadási nyúlása 9,9- 14,8% között van. Ezen tulajdonságai miatt csontszöveti implantátumokhoz ideális. Young modulusa hasonló a Ti- Nb esetben ismertetett eredményhez.

•Ti- Nb- Ta:

Szintén biokompatibilis ötvözet, kiváló mechanikai tulajdonságokkal, amely a magas feszültség értékek elleni védelmet biztosítja, ezáltal növelve az implantátum élettartamát.

•Ti- Cu:

Az ötvözetben megjelenő Cu toxicitása alacsony, azonban kiváló ötvözet, mivel a réz olcsóbb a fent említett ötvözetekhez képest. Korrózióálló, mechanikai tulajdonságai megfelelőek, illetve a 2-4 tömeg% réztartalom esetén antibakteriális hatása. A réztartalom növelésével növekedett az ötvözet keménysége, rugalmassági határa, antibakteriális hatása, illetve a korrózióelleni ellenállása [25].

4.2. SLM BEREDEZÉS

A gyártáshoz alkalmazott berendezés egy EOS M100 típusú SLM/DSLM nyomtatóberendezés. A munkatér egy 100 mm átmérőjű henger, a maximális építési magasság pedig 95 mm. A berendezés sugárforrása Yb szállézer, amely szkennel, optikával rendelkezik, a hullámhossza pedig 1070 nm. A névleges teljesítmény 200 W, a lézernyaláb átmérője 40 μm , a rétegvastagság a programból kiválasztható, az alapbeállítás alapján 20 μm . A nyomtatáshoz a munkatérre argongázzal töltik fel [26].

A gyártási terület különböző pontjaiban legyártásra kerültek összetétel mérésre szánt mintadarabok, erre azért volt szükség, hogy a különböző mintadarabok különböző helyeken eltérő összetétellel rendelkezhetnek a por alapanyag miatt. A mintákon elvégzett összetétel átlagaként kapott összetétel átlagát az 2. táblázat mutatja be.

Az összetételvizsgálat egy GDOES (Glow Discharge Optical Emission Spectrometer) berendezéssel történt.

2. táblázat: Ti6Al4V ötvözet összetétele

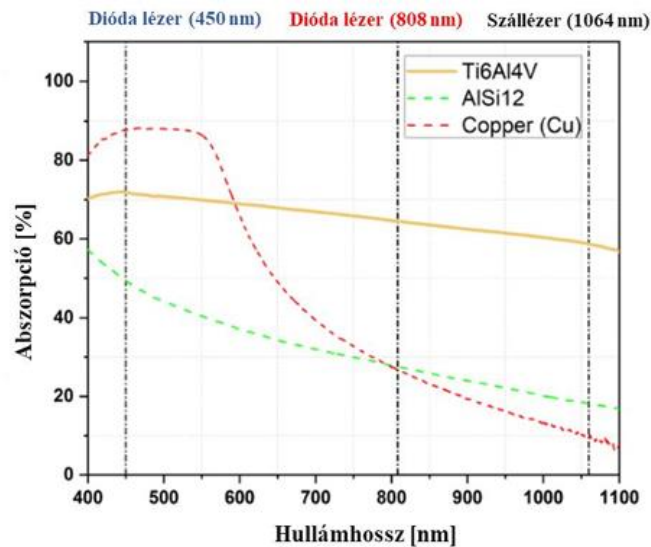
Elemek	Al	V	O	N	C	H	Fe	Y	Ti
min (wt%)	5,5	3,5							
max (wt%)	6,75	4,5	0,2	0,05	0,08	0,015	0,3	0,005	Maradék

4.3. Ti6Al4V ADDITÍVAN GYÁRTOTT LEMEZ

A Ti6Al4V esetében az említett tulajdonságokban további jelentős eltérés mutatkozik. Az anyag abszorpciós tényezője magas, így alacsony energiájú impulzus esetén is jelentős mértékű energia abszorbeálódhat. A 12. ábrán látható néhány anyag abszorpciója a hullámhossz függvényében ábrázolva. Az abszorpciós tényező a (6) összefüggéssel egyszerűen kiszámítható az alkalmazott hullámhossz ismeretében [27]:

$$\alpha = \frac{4\pi\kappa}{\lambda} \quad (6)$$

Az egyenletben α az abszorpciós együttható [1/m], κ az extinkciós együttható [-] és λ a lézer hullámhossza [nm].



12. ábra: Az abszorpció mértéke a hullámhossz függvényében [28]

A kísérlet elvégzéséhez a lemezek fémporágyas additív gyártóberendezéssel, az EOS M100 berendezéssel készültek, munkakamráját a 13. ábra szemlélteti.



13. ábra: EOS M100 berendezés munkatere [26]

A berendezés építési platformja és az elkészítendő a minta anyaga azonos, a kísérlet során Ti6Al4V. A kísérlethez alkalmazott minta egy lemezalkatrész, melynek méretei: 70 mm x 50 mm x 1,5 mm, a nyomtatás iránya 90°, tehát vízszintes irányban történt.

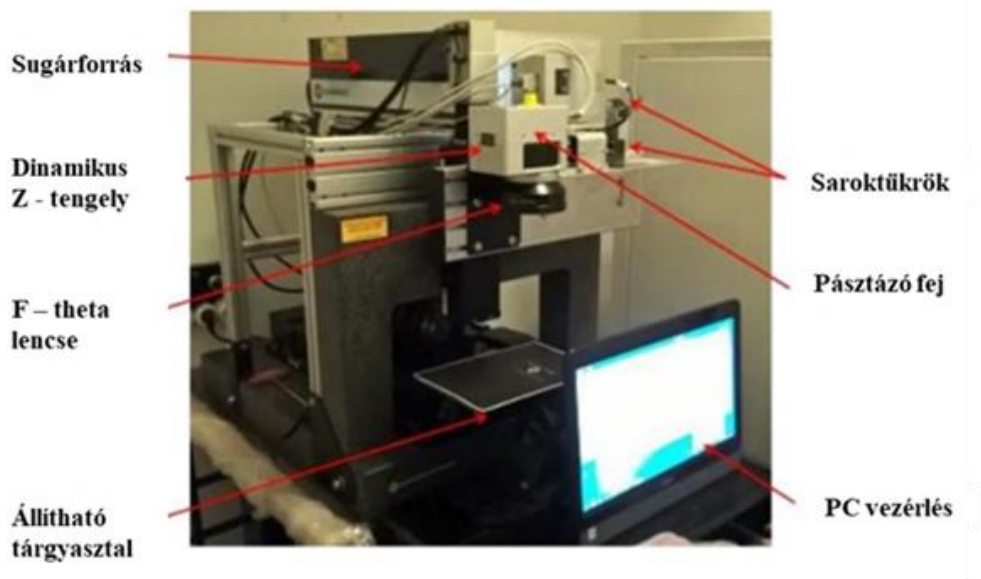
A nyomtatott lemez szórás előtti felületi érdessége korábban a tanszék munkatársai által meghatározásra került. A felületi érdesség értékei eltérőek a downskin és upskin oldalon, a 90°-os gyártás miatt az upskin érték a lényeges.

3. táblázat: A Ti6Al4V felületi érdessége szemcseszórás előtt és után [26]

Felületi érdesség, Ra [μm]	Upskin oldal	Downskin oldal
Szemcseszórás előtt	8	22
Szemcseszórás után	3	8

4.4. LÉZER BERENDEZÉS

A 14. ábra egy Coherent Monaco típusú femtoszekundumos lézerberendezést szemléltet, melynek sugárforrása dióda gerjesztésű szállélér, impulzushossza 277 fs és 10 ps között változtatható, az impulzus ismétlési frekvenciája pedig 188 kHz és 50 MHz között tetszőlegesen beállítható. Az alapbeállítás 750 kHz, a nyaláb hullámhossza pedig $1035 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$. A sugárforrás átlagos teljesítményének maximális értéke 60 W, módusa TEM₀₀, M² értéke 1,05, valamint nyaláb divergenciája kisebb, mint 1,0 mrad, fókuszálatlan nyalábátmérője $2,7 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$. A fókuszált nyaláb átmérője 80 μm . A sugárforrásból kilépő nyaláb egy saroktükrön reflektálódik, majd a nyaláb a pásztázó fejhez jut. A pásztázó fejben két galvanomotoros szkennelér révén a tükrök a nyalábot egy F- theta lencsén keresztül fókuszálják. A pásztázó fejben a fej előtt található optikai elem feladata a fókusz távolság beállítása, amely dinamikusan változtatható -30 mm és +30 mm között. A LaserDesk programmal a szkennelés sebessége változtatható 0,0001 m/s és 30 m/s között. A lézer számos paramétere változtatható, így lehetőség van a „burst mode” alkalmazására, amellyel az impulzusszám vezérelhető, a az említett mód beállításával a berendezést egyetlen impulzus hagyja el [29].



14.ábra: Coherent Monaco típusú femtoszekundumos lézerberendezést [30]

4.5. OPTIKAI MIKROSKÓP

Az előzetes vizsgálatokat egy Zeiss Axio Imager M.2M fénymikroszkóppal végeztem el, ez látható a 15. ábrán. Az elkészült felületi struktúrákat a további paraméter beállításokhoz és a későbbi SEM felvételek elkészítéséhez először ezen a berendezésen vizsgáltam 500x nagyításban, ami a berendezés maximális nagyítása.



15.ábra: Zeiss Axio Imager M.2M fénymikroszkóp [31]

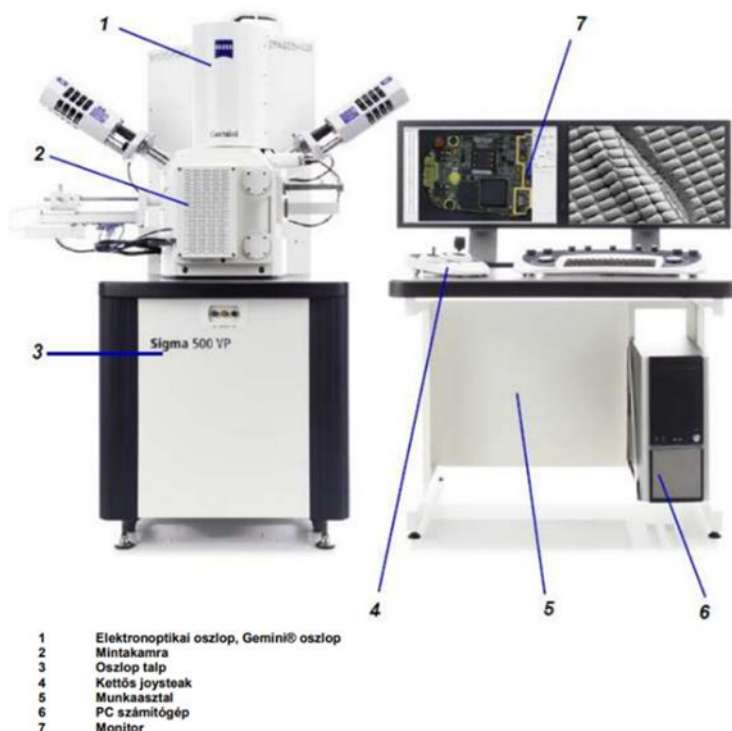
4.6. TÉREMISSZIÓS PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSKÓP

Az FESEM mikroszkóp fókuszált elektronsugárral tapogatja le a tárgy képét, majd az eredményt képernyőn jeleníti meg.

Működésének alapja az elektronágyú fej, mely az oszlop és a mintakamra vákuum alatt helyezkedik el, működéséhez nélkülözhetetlen a vákuum, mivel az elektronok a gáz molekulákkal ütköznek, ez pedig akadályozza a működést. Az elektronágyú működéshez

legalább 10^{-8} mbar vákuum szükséges. Az elektron forrás Schottky termikus téremisszióval valósul meg, a kép létrehozása 0,02 és 30 kV közötti gyorsító feszültség esetén lehetséges. A berendezés nagyítása 10 és 1.000.000 között tetszőlegesen változtatható. A vizsgálatok során Zeiss Sigma 500 VP, amely 16. ábrán látható, illetve Zeiss Sigma 300 FE-SEM típusú elektronmikroszkópokkal készültek a fevételek. A vizsgálatok során a képek In-Lens detektorral készültek. A detektor működésnek alapja a primer elektronok és a minta kölcsönhatásából származó szekunder elektronok keletkezése. A szekunder elektronok detektálásához a detektort a sugárnyalámban helyezik el, kiegészítve egy elektromágneses lencsével, melynek feladata az elektronok detektorba fókuszálása.

Ezt a típusú detektort főként felületek vizsgálatához alkalmazzák, mivel a kis gyorsító feszültség hatására az elektronok néhány nm mélységig hatolnak a felületbe, így a felület és felület közeli régiók vizsgálatára alkalmas a detektor [32].

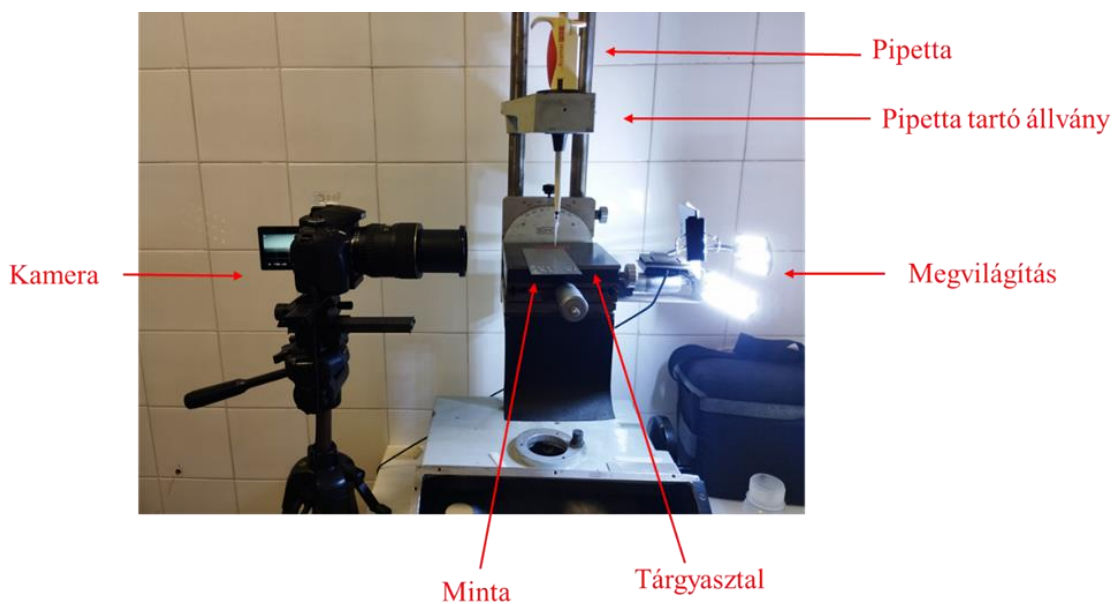


16.ábra: A téremissziós pásztázó elektronmikroszkóp elrendezése [32]

4.7. NEDVESÍTÉSMÉRŐ BERENDEZÉS

A berendezés a nyugvócsepp módszeren alapul. A csepp a felületre dinamikus mozgással kerül, így a folyadékcsepp lassan mozgatva kerül a felülethez közel, majd kerül magára a felületre. A kísérleti elrendezés a 17. ábrán látható. A berendezés alapja fényképezőgép, a pipetta és a megfelelő megvilágítás. Kialakítást tekintve a

fényképezőgép, a fényforrás és folyadékcsepp egy vonalban helyezkednek el, ezáltal a vizsgálat során a csepp megfelelően van megvilágítva így a vizsgálat pontosan elvégezhető. A mintadarabot egy mozgatható tárgyasztalra helyezve és megfelelően beállítva a makró objektív középtengelye egybeesik a vizsgálandó felülettel. A vizsgálatához szükséges térfogatú cseppet automata pipetta adagolja, amely a tárgyasztal felett helyezkedik el. A pipetta hegye merőleges a felületre, a fényforrás a pipetta és a minta mögött helyezkedik el, így a felvételen a felületen nyugvó csepp kontúrja jól kivehető, erről készül további elemzés céljából felvétel.



17.ábra: A nedvesítésmérő berendezés [29]

A felvételeket egy Nikon D5300 típusú tükörreflexes digitális fényképezőgép rögzítette, amelyhez csatlakozik egy Tokina AT-X AF 100 mm f/2.8 típusú makró objektív. Az 1:1-es leképezéshez a makró lencse fókusz távolságát a legkisebbre értékre kell beállítani, a maximális nagyítás eléréséhez. Az ISO érzékenységtartomány beállítása 100, így az optimális beállítások a felvétel elkészítéséhez 1/100 záridő, valamint f10 rekesz nyitottság [33].

5. SAJÁT EREDMÉNYEK

A fejezetben a saját, önálló kísérleti eredményeimet mutatom be a Ti6Al4V additívan gyártott lemez esetén. A kísérlet elvégzéséhez a 4. Felhasznált anyagok és eszközök fejezetben ismertetett eszközöket, valamint a titán ötvözetből additív gyártással készült lemezeket használtam fel.

5.1. FOLTOK LÉTREHOZÁSA

A vizsgálatok megkezdése előtt szükség volt a felület előkészítésére. Az elkészült lemezek felületéről a vizsgálat első lépéseként szórással eltávolítottam a nem, vagy csak részben megolvadt szemcséket, így egy „simább”, kisebb felületi érdességgel rendelkező felületet kaptam. A szórás elvégzése szemcsefúvó berendezéssel történt 6 bar nyomáson, a kézi szórópisztoly fúvókájának átmérője 13 mm. A szórási távolság a folyamat során állandó 40-50 mm között, a szóráshoz felhasznált anyag 70-110 μm szemcseméretű üveggyöngy. A kisebb felületi érdességre a lézernyaláb nagymértékű diffúz szóródásának és a visszaverődés elkerülésére van szükség. Bár a LIPSS kialakulása függ a felületi érdességtől, amely segíti az energia abszorpciót és amely nagyban befolyásolja a mikrostruktúra kialakulását és megjelenését, azonban a nagyméretű szemcsék az abszorpcióra kedvezőtlenül hatnak.

Ezt követően a mintát az egyéb szennyeződésektől 96% metanollal tisztítottam meg és szárítottam, ezzel a mintát előkészítettem a vizsgálatához.

Következő lépés a kísérlet során a LIPSS kialakítása egy impulzus hatására, vagyis egyetlen folt létrehozása, amelyben kialakul a keresett geometria.

A vizsgálat során a lézer maximális energiáját (80 μJ) osztottam fel. Az energia értékét a LaserDesk programban %-ban kell megadni, így a dolgozatomban a továbbiakban százalékosan hivatkozok az energia értékekre.

Az egy foltra eső intenzitás értékét mJ/cm^2 mértékegységben kaptam a számítás során. A várható intenzitás értékekből már tudtam következtetéseket levonni a LIPSS megjelenési küszöbére vonatkozóan. Az előzetes számítások során meghatároztam az energia értékeket, így ezek ismeretében és az előzetes optikai mikroszkópos képek alapján csak 20% teljesítményig vizsgáltam a geometria kialakulását. 20% felett is készült SEM felvétel két esetben, 23% és 31% teljesítmény esetén, mivel nem volt

egyértelmű, hogy mikor kezdődik meg a teljes felület olvadása, így ebben a két esetben is történt elektron mikroszkópos vizsgálat.

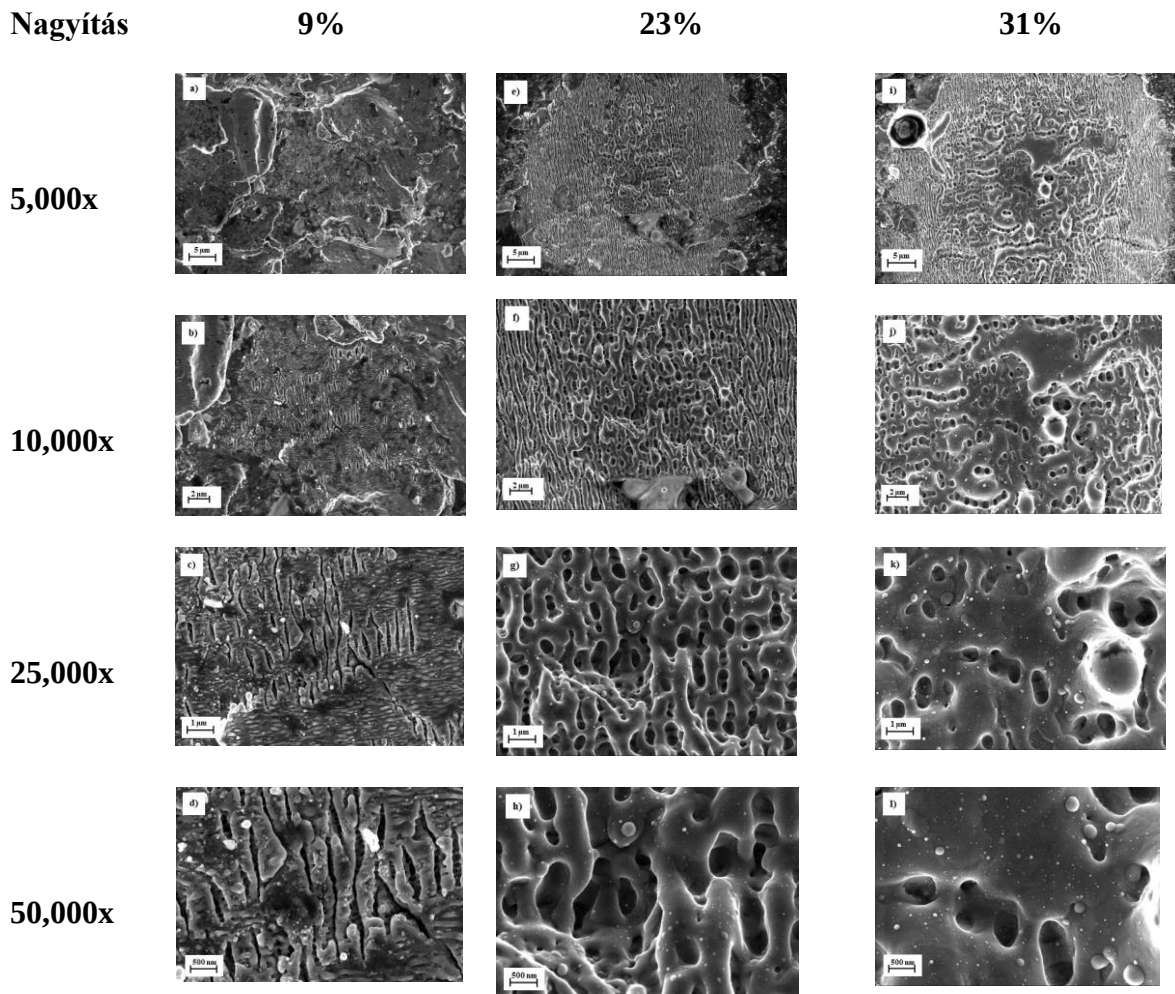
Az optikai mikroszkópos vizsgálattal és számításokkal sikerült szűkíteni a vizsgálati tartományt, míg a számításokat 0 és 100% között 2,5% lépésközzel végeztem el, addig a mikroszkópos vizsgálat már csak 20% teljesítményig tartott, mivel efelett a LIPSS struktúra roncsolódik a túl magas abszorbeált energia miatt. A SEM-mel végzett vizsgálatok azt mutatták, hogy a kialakuláshoz elegendő energia 9%, azaz 1432 mJ/cm^2 intenzitás mellett egy impulzus hatására kialakul, alatta nincs LIPSS képződés. Ezzel sikerült meghatározni, hogy a LIPSS Ti6Al4V ötvözet esetén 1432 mJ/cm^2 és 3183 mJ/cm^2 intenzitás, vagy 9 és 20% teljesítmény tartományban alakul ki. SEM felvételek csak azon esetekben készültek, ahol jelentős változás volt megfigyelhető.

A SEM felvételek négy nagyításban készültek, így a kisebb léptékű változások is jól láthatók, az alábbi nagyításokat választottam: 5,000x, 10,000x, 25,000x, 50,000x.

A 9%, 23% és 31% teljesítmény esetén készült felvételeket a 4. táblázat mutatja be. A foltok vizsgálatakor azt találtam, hogy 9% teljesítmény alatt nem alakul ki felületi struktúra. A b) ábrán megfigyelhető barázdálódás, illetve a c) és d) ábrákon, már a korábban megismert barázdák kialakulása jól látható, így a felvételek és számítások alapján arra a következtetésre jutottam, hogy itt már kialakul felületi struktúra.

A másik véglet, amikor az energiát 20% közelébe állítottam be, jelen esetben 23% teljesítményhez tartozó eredményeket mutatom be. 20% és 23% között a folt közepén a struktúrában „bolyhosodás” figyelhető meg, ez a geometria torzulását jelzi, megkezdődik az olvadás. A nyaláb Gauss eloszlása miatt az energia a folt közepére koncentrálódik a torzulás itt a legjelentősebb. Már kisebb nagyítások esetén is látszik az e) ábrán, hogy bár a folt közepe roncsolódott a széleken még megfigyelhető a LIPSS. A nagyobb nagyítások (g) és h) ábra) az olvadt zónáról készült felvételek. 25% felett már jelentős mértékű olvadás lép fel az anyag felületén, így a LIPSS geometriája eltűnik a felületről. 31% teljesítmény esetén a nyaláb Gauss eloszlása miatt folt közepén jelentős mértékű az olvadás, ebben a belső zónában már nem figyelhető meg LIPSS, azonban az i) ábrán a folt szélein még jól kivehető a LIPSS struktúra. Már kisebb nagyításokban is látható, hogy túl sok energia nyelődik el a felületben, így a struktúra kialakítására nem alkalmas.

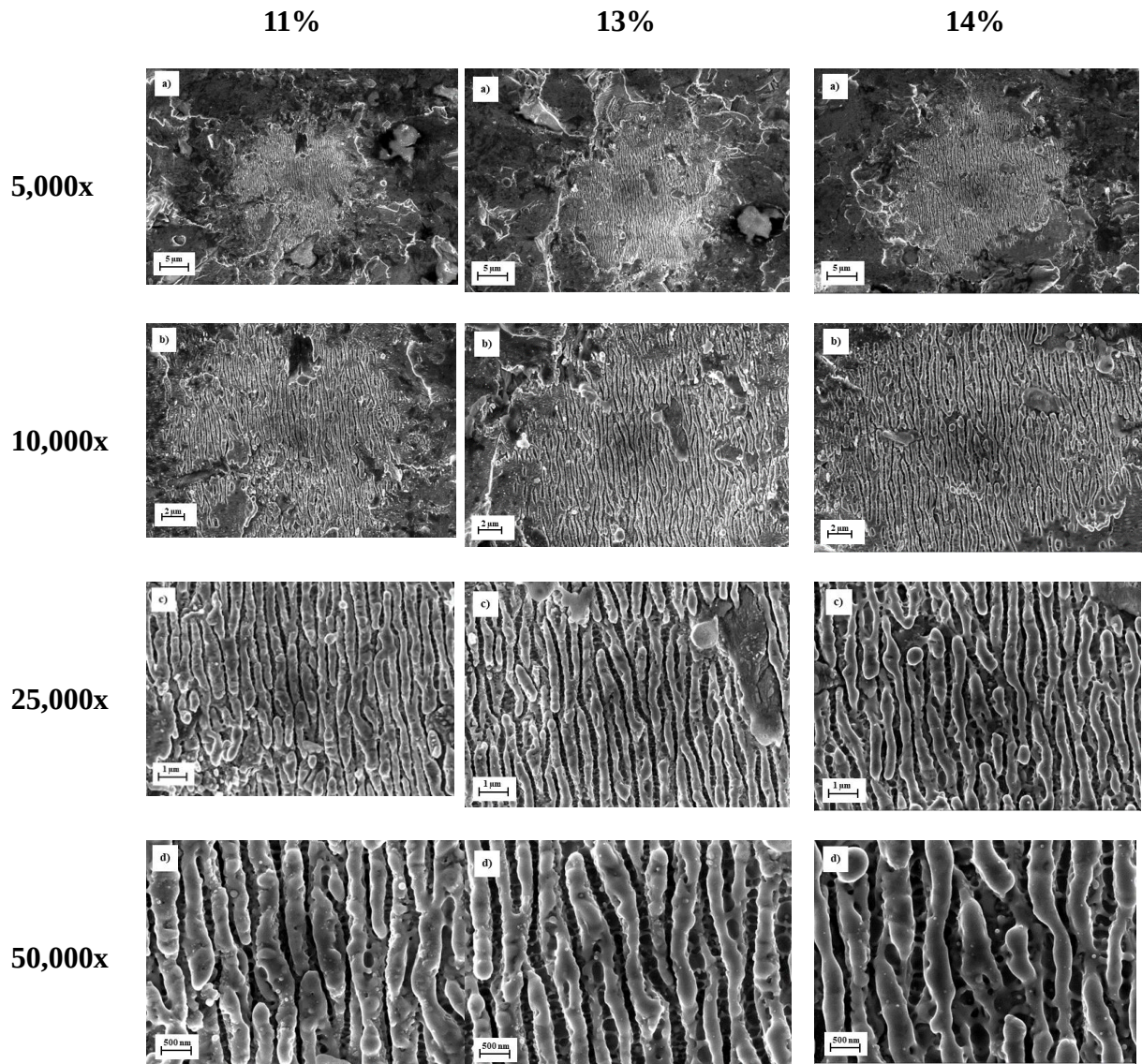
4. táblázat: 9%, 23%, 31% teljesítmények mellett készült foltok különböző nagyításokban



A SEM felvételek elemzése során sikerült meghatároznom az ideális teljesítmény tartományt, ez 11 és 14% közé tehető. Ezen teljesítmény alatt már megkezdődik a struktúrállódás, de még nem alakul ki az általam keresett geometria. A teljesítményszint felett pedig látható, hogy már bizonyos mértékű olvadás megindul, amely nem kedvez a struktúra szerkezeti egységének. Az olvadás miatt a geometria homogenitása csökken, egyre nagyobb térrészt tölt ki a folton belül az olvadék, míg maga a felületi struktúra eltűnik.

A 5. táblázat a 3 megfelelő teljesítményszint mellett kialakult mikrostruktúrát mutatja be. Mindhárom esetben azonos a struktúra szerkezete az a) és b) ábrákon. Homogén, törés és olvadás nélküli egyenes, egymással párhuzamos lefutású barázdák láthatók. Némi eltérést a c) és d) ábrákon láthatunk, amelyek nagyobb nagyításban mutatják be a felületet. Ezen ábrákon minimális eltérés látható a barázdák szélességében. 11%-nál a c) ábrán kisebb barázda szélesség látható, mint 14% esetén, más számottevő eltérés nem látszik.

5. táblázat: 11%, 13%, 14% teljesítmények mellett készült foltok különböző nagyításokban



Mivel a nedvesítésméréshez LIPSS felület szükséges, így meg kellett határoznom azt a teljesítmény értéket, amellyel a továbbiakban fogok dolgozni. Bár mindhárom teljesítmény megfelelő, azonban a b) ábra vizsgálata alapján mégis a 14% mellett döntöttem, mivel ezen struktúra dominánsabb jelleget mutat a másik két teljesítménnyel szemben, illetve korábbi tanulmányaim alapján a nagyobb barázdamélység kenőanyag, illetve folyadékok tárolására alkalmasabb.

5.2. PÁSZTÁZÁS

Nagyobb felület létrehozásához a pásztázás alkalmas, Ez azt jelenti, hogy a felületet a nyaláb a szkennervej segítségével „letapogatja”. A pásztázáshoz szükséges paraméterek a teljesítmény, a pásztázás sebessége, valamint az ebből adódó átfedés mértéke.

A vonal paramétereit meghatároztam 11-13 és 14% teljesítmény esetére is, erre azért volt szükség, mivel a foltok esetében a felület befolyással van a LIPSS kialakulására és magára struktúra megjelenésére is. Ebből kifolyólag, előfordulhat olyan eset amikor egy felületi hibán keletkezik egy torzult LIPSS, azonban a számítások során arra a következtetésre jutok, hogy megfelelő lehet a további mérésekhez, illetve a SEM felvétel szerint megfelel a várakozásoknak a felület.

Ezen okok miatt a 3 teljesítményszint esetére 14 sebesség értéket vizsgáltam, tehát összesen 42 esetre végeztem számításokat. A számítások során meghatározásra került számos paraméter, ezek közül a legfontosabb az 1 cm²-re jutó energia, az egy foltra eső intenzitás, az átfedés mértéke, illetve a teljes energia bevitel a teljes vonalra.

Az előző fejezetben kiválasztásra került az ideális folt paraméter, tehát 1 impulzus, 14% teljesítmény, így ehhez az esethez kellett kiválasztani a megfelelő sebesség értéket, hogy a lehető legjobb LIPSS felületet kapjam a nedvesítés méréshez.

A vizsgálat menete ugyanaz volt, mint a foltok esetében, először optikai mikroszkóppal ellenőriztem majd SEM felvétel alapján elemeztem és választottam ki a felülethez szükséges végső paramétereit. A választott 14 sebességet és értékeit az 6. táblázat foglalja össze.

6. táblázat: Pásztázás sebességek

Jelölés	Sebesség [m/s]
v1	0,5
v2	1
v3	5
v4	10
v5	0,2
v6	0,25
v7	0,3
v8	0,4
v9	2
v10	3
v11	4
v12	6
v13	7
v14	8

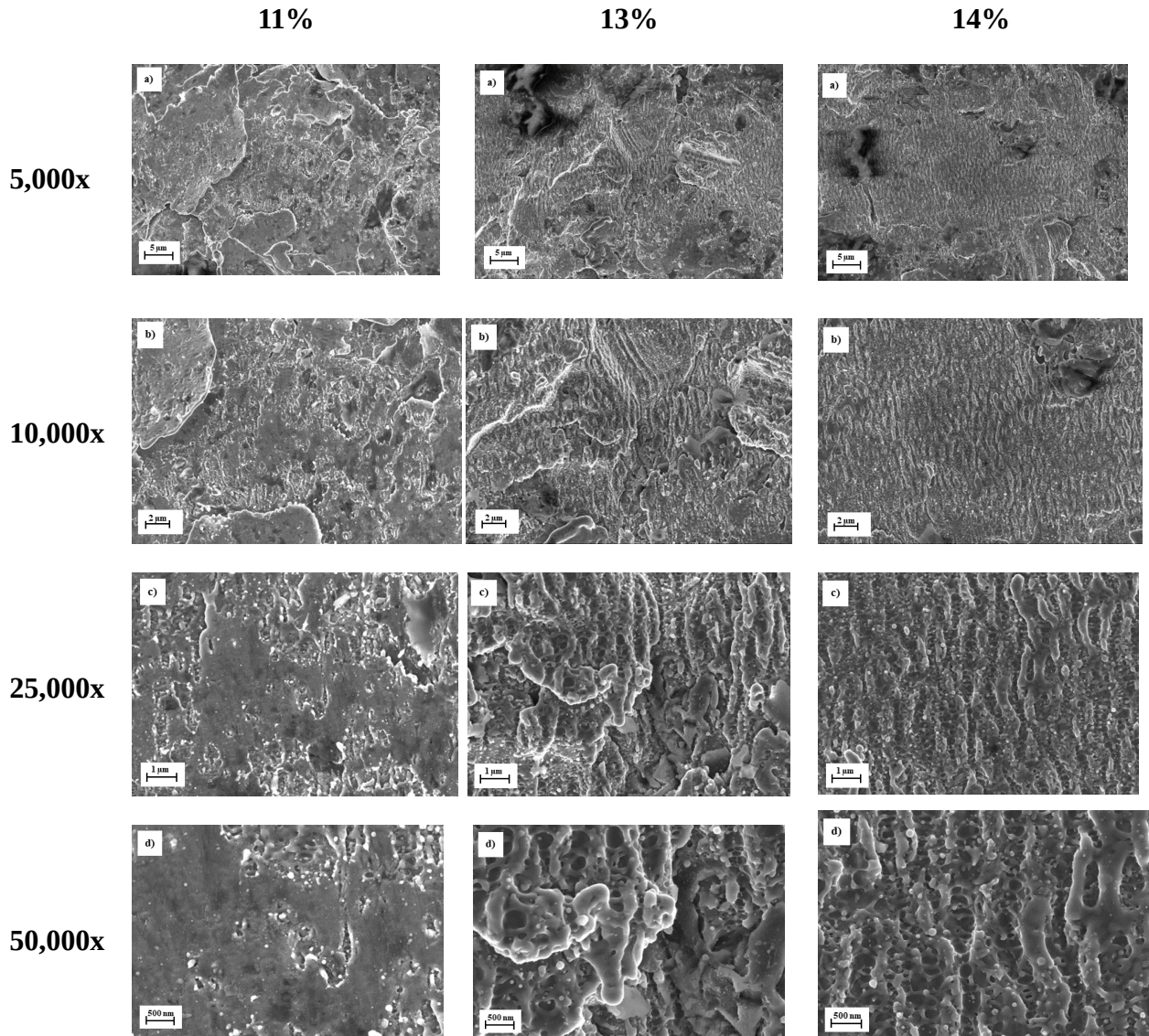
Látható, hogy v1-v4 esetében nagyobb léptékű a sebesség változás, erre azért volt szükség, hogy meg tudjam határozni milyen tartományban kell keresni a struktúrát.

Már 1 m/s sebesség felett (v2) látható volt a felvételeken, hogy a struktúra károsodik a hő hatására, így az efeletti sebességek (v2-v4, valamint v9-v14) nem alkalmasak a

LIPSS geometriát tartalmazó vonal kialakításához. Ezzel szűkült a lehetséges sebességek köre, mégpedig a további vizsgálatot v1 és v5-v8 sebességek esetén kellett elvégezni.

A 7. táblázat a 3 teljesítmény esetén 3 m/s sebességű pásztázás eredményeit mutatja be.

7. táblázat: 119%, 13%, 14% teljesítmények mellett készült vonalak 3 m/s sebességű pásztázással különböző nagyításokban



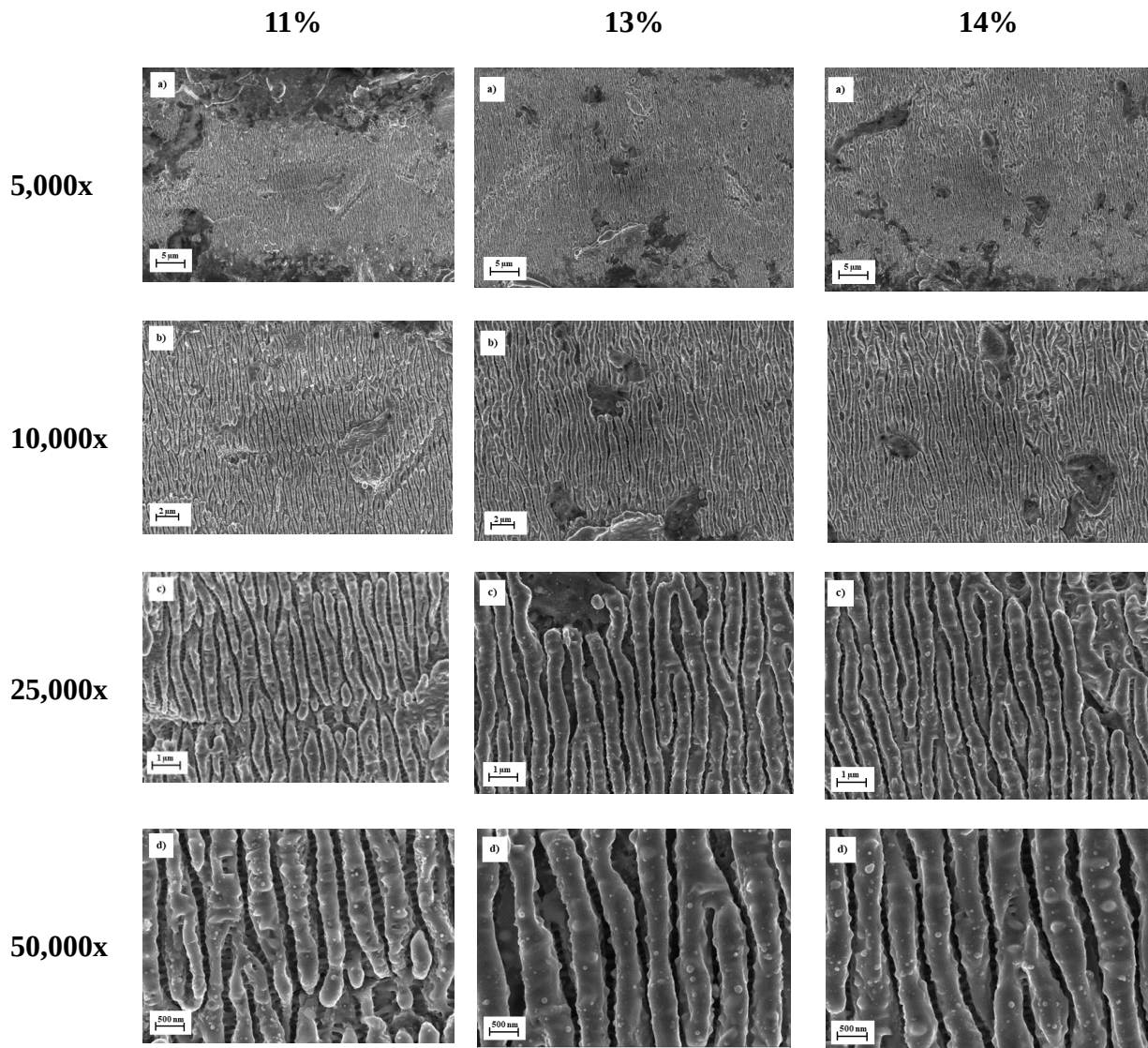
A nagyobb nagyítások esetén (c) és d) ábrákon egyértelműen látszik a struktúra roncsolódása, emiatt ez a sebesség nem alkalmas a felület létrehozására.

0,5 m/s (v1) sebességű pásztázás esetén nem kaptam meggyőző eredményeket, így ezt a sebesség értéket is kizártam. A pásztázás során nem egyenletes struktúra alakult ki, lokálisan olvadás jelentkezett, amely a nagyobb felület esetén nem megengedhető. Ezen megfontolások alapján maradt v5-v8 sebesség.

Bár v_8 sebesség $0,4 \text{ m/s}$ értékkel nem tűnik nagy sebességnek, azonban az ennél alacsonyabb sebességű $0,2\text{-}0,3 \text{ m/s}$ ($v_5\text{-}v_7$) pásztázással jobb eredményeket értem el, így ezen sebességeket hasonlítottam össze mindhárom teljesítmény érték mellett, hogy teljesebb képet kapjak a tartományon belüli változásokról.

A $0,2 \text{ m/s}$ (v_5) sebesség eredményeit a 8. táblázat tartalmazza.

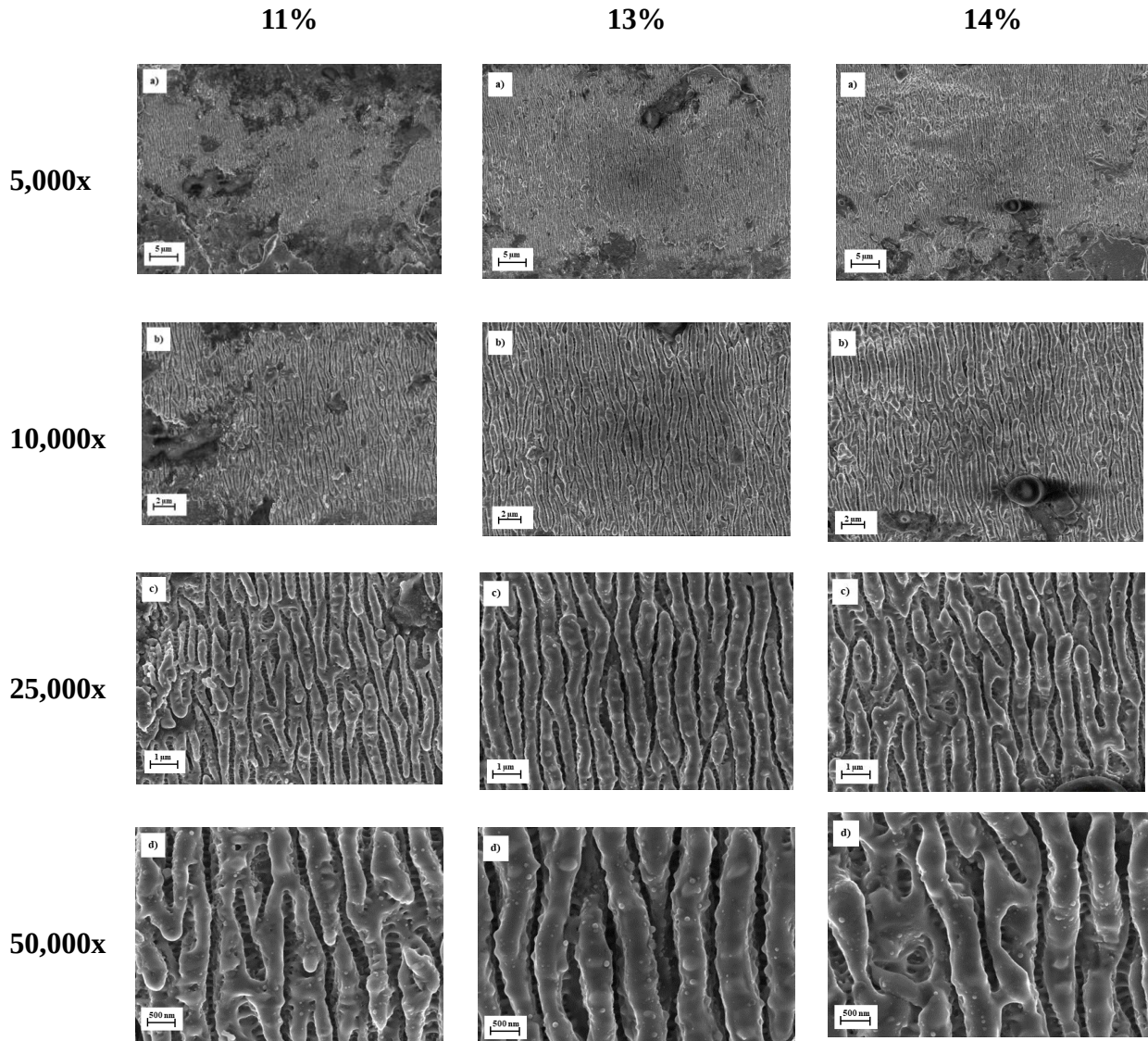
8. táblázat: 11%, 13%, 14% teljesítmények mellett készült vonalak $0,2 \text{ m/s}$ sebességű pásztázással különböző nagyításokban



Már kisebb nagyítások esetén (a) és b) ábra) is látható, hogy homogén, hibáktól, olvadástól mentes felületet sikerült kialakítani a megfelelő teljesítménytartományon belül a sebesség csökkentésével. 25,000x és 50,000x nagyítás esetén pedig az is jól látszik a képeken, hogy egymáshoz szorosan elhelyezkedő, keskeny barázdaszélességgel rendelkező struktúra alakult ki. A különböző nagyításokban azonban továbbra is a 14% teljesítmény tűnik a legideálisabbnak.

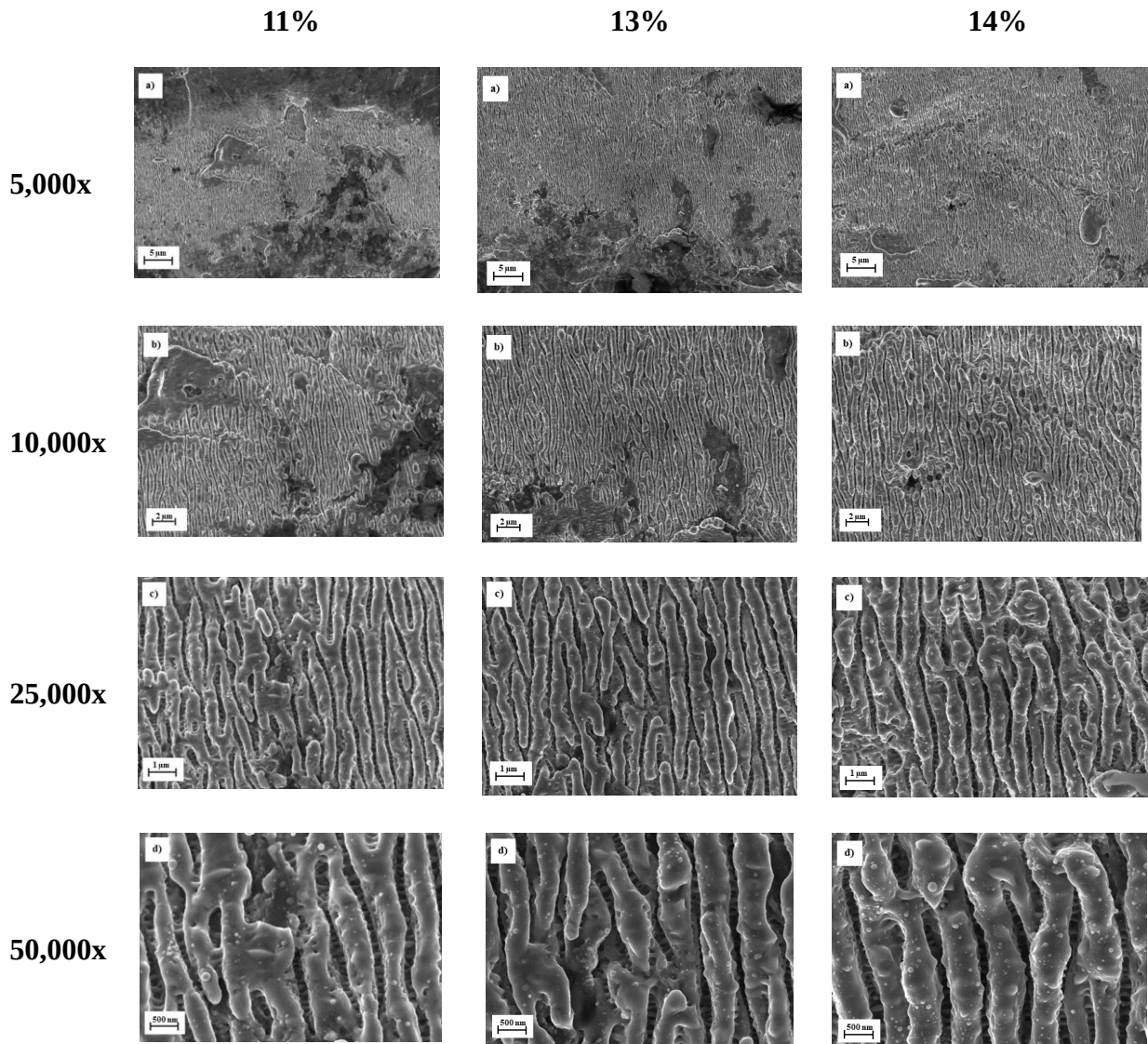
Ezt követően emeltem a sebességet 0,3 m/s-re (v7), amelynek eredményét a 9. táblázat tartalmazza.

9. táblázat: 11%, 13%, 14% teljesítmények mellett készült vonalak 0,3 m/s sebességű pásztázással különböző nagyításokban



Némi felületi hiba már észrevehető az összes nagyítás esetén, de nem számottevő. Azonban a v5 sebességhez viszonyítva már romlott a LIPSS „minősége”. Ezért csökkentve a sebességet megvizsgáltam a 0,25 m/s (v6) sebesség hatását is a felületre, az eredmények a 10. táblázatban láthatók.

10. táblázat: 11%, 13%, 14% teljesítmények mellett készült vonalak 0,25 m/s sebességű pásztázással különböző nagyításokban



A 0,3 m/s (v7) sebességhez képest nem látszik egyik nagyításban, illetve teljesítmény mellett sem jelentős felületi elváltozás, de észrevehető, hogy a 0,2 m/s (v5) értékhez képest jelentkeznek felületi hibák a LIPSS területén, így a az ideális sebesség értéket 0,2 m/s (v5) értékben határoztam meg.

Megemlítendő az átfedés mértéke, amely minden vizsgált esetben 99% felett alakult, így nem ez volt a döntő befolyásoló tényező a választásnál. Az átfedés mértéke a sebesség növelésével csökkenthető ugyan, azonban jelen esetben erre nem volt lehetőség. Amennyiben növelem a sebességet, úgy a lézer anyag kölcsönhatás csak rövid ideig alakul ki, így a struktúrának nincs ideje kialakulni, valamint a szkennervej maximális sebessége is korlátozza az elérhető pásztázási értéket. Továbbá SEM felvételek

bizonyították, hogy a gyorsabb pásztázás a LIPSS romlását okozza, így kisebb pásztázási sebességet kellett alkalmaznom nagyobb átfedés mellett.

A végleges beállításokat és energia értékeket a 11. táblázat tartalmazza, valamint ilyen paraméterrel

11. táblázat: Az ideális vonal paraméterek összegzése

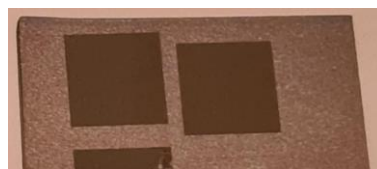
Teljesítmény [%]	14
Pásztázási sebesség [m/s]	0,2
1 cm ² -re eső energia [mJ]	52290000
1 foltra eső energia [mJ/cm ²]	2228
Teljes energia bevitel [mJ]	7456702
Átfedés [%]	99,99

5.3.FELÜLET KIALAKÍTÁSA

A LIPSS foltok és vonalak kialakítása után utolsó lépésként az eddig meghatározott ideális vonal paraméterekkel 12 mm x 12 mm összefüggő felületet hoztam létre. Mivel nem tudtam a LIPSS miként befolyásolja a nedvesítés mértékét, így a már tárgyalt pásztázással nagyobb felületet hoztam létre a vonalnál, a 11. táblázatban szereplő paraméterekkel argonban és levegőben. A felületkezelt mintákat a mutatja a 18. ábra.



a)



b)

18.ábra: Kiterjedt LIPSS felületkezelés a) argon és b) levegő közegben

A foltok és vonalak SEM felvétele Zeiss Sigma 500 VP ÉS Zeiss Sigma 300 FE-SEM pásztázó elektronmikroszkópokkal készültek.

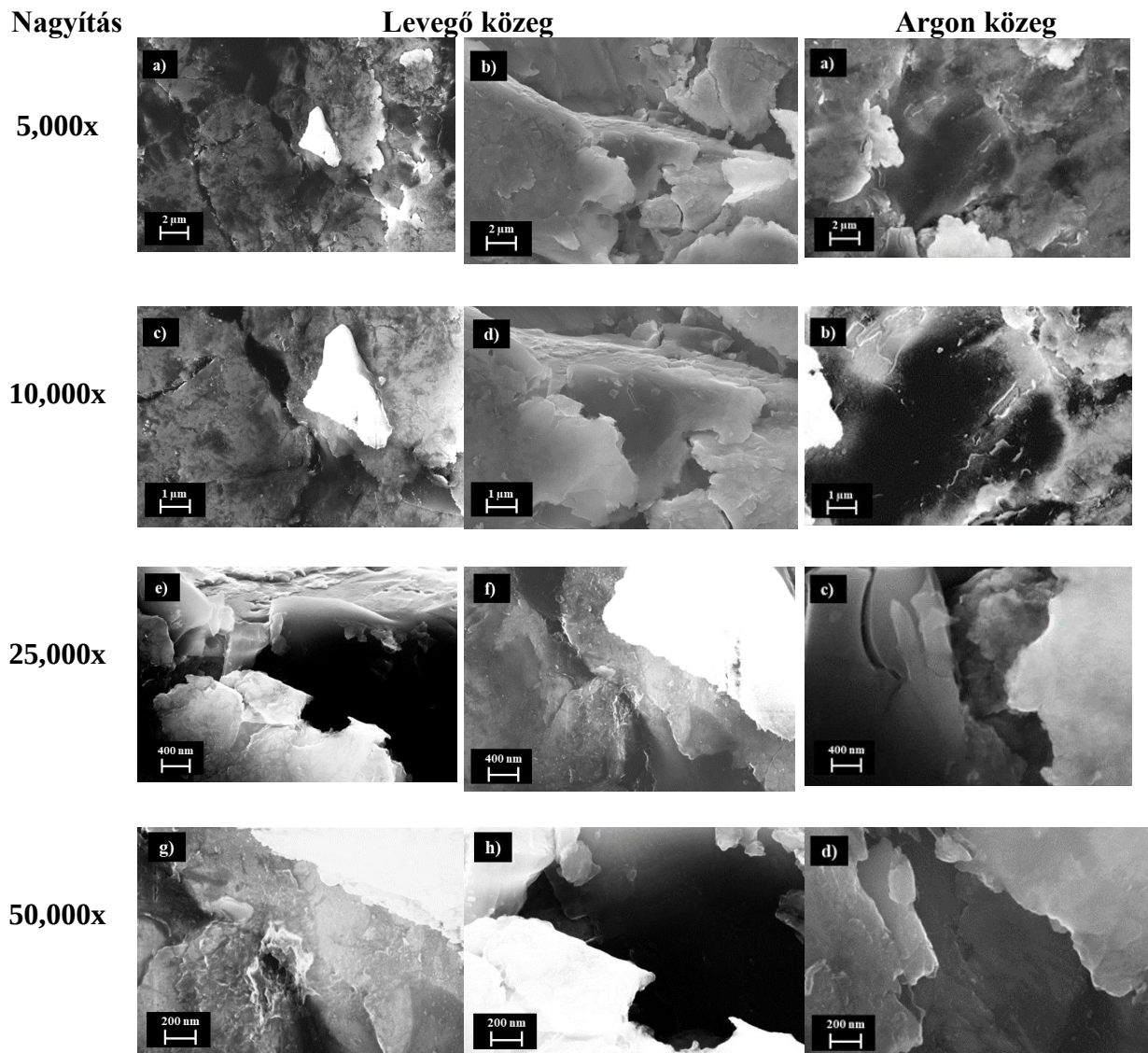
A felületek esetében 2 különböző helyen készültek el a felvételek, ezzel biztosítva, hogy nem csak egy lokális pontról kapunk adatokat, hanem a teljes felületről.

A felületet két különböző közegben hoztam létre, először levegő közegben, majd az oxidáció elkerülésére argon védőgázt alkalmaztam.

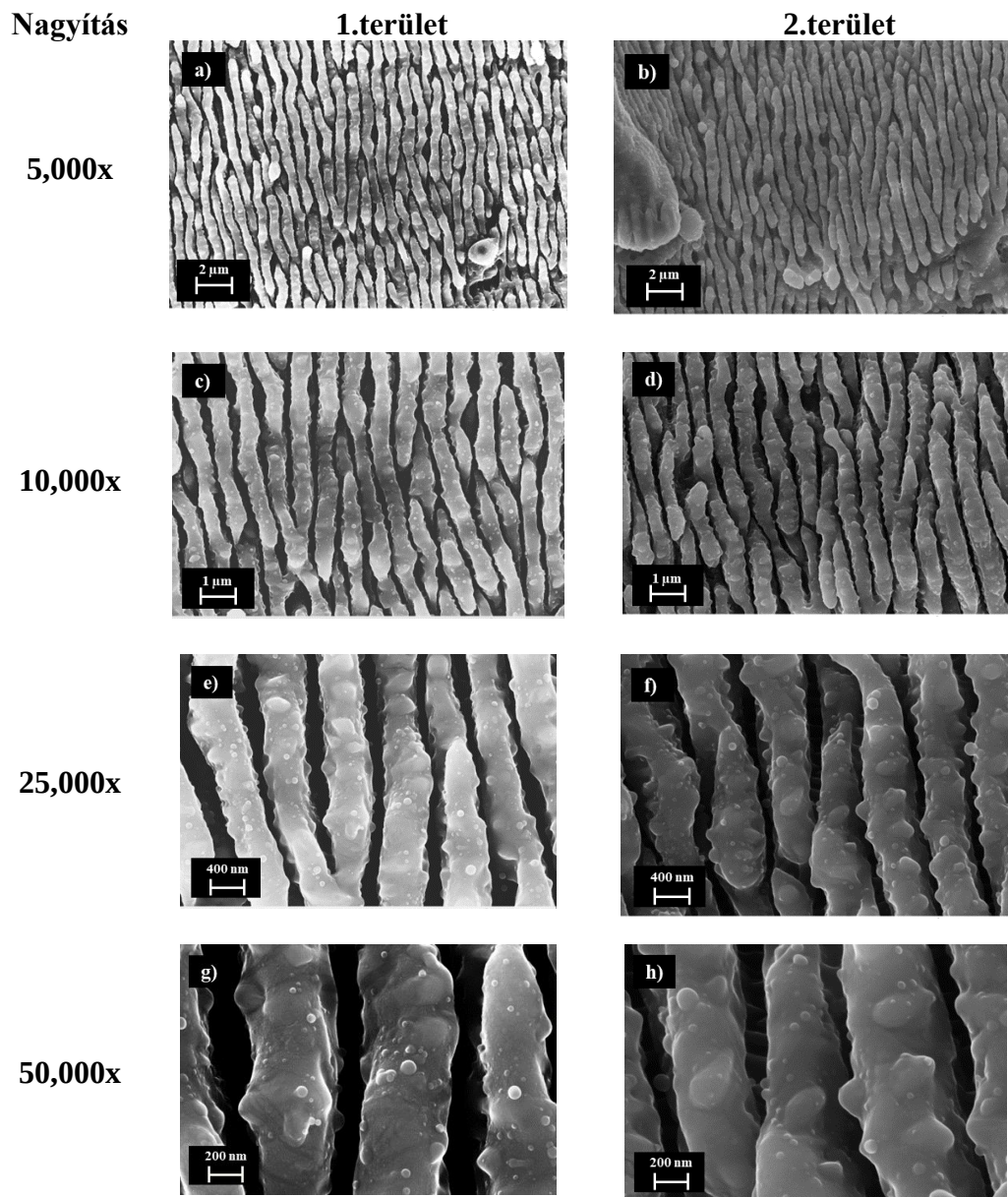
A vizsgálatok megkezdése előtt viszonyításképp a kezeletlen lemezekről készült SEM felvétel levegő közegben hagyott mintáról és előzetesen argon közegbe helyezett felületről is, melyek eredményeit a 12. táblázat tartalmazza. Látható, hogy a két közegben a lézeres kezelés nélküli felületen nincs eltérés, a felület a szemcseszórt additív gyártással

készült lemez felületének felel meg, nagyobb felületi hibák nem láthatóak. Ezt követően létrehoztam a strukturált felületet, először levegő közegben, melynek eredményét mutatja be a 13. táblázat.

12. táblázat: Lézeres strukturálás nélküli felületek levegő és argon közegben különböző nagyításokban



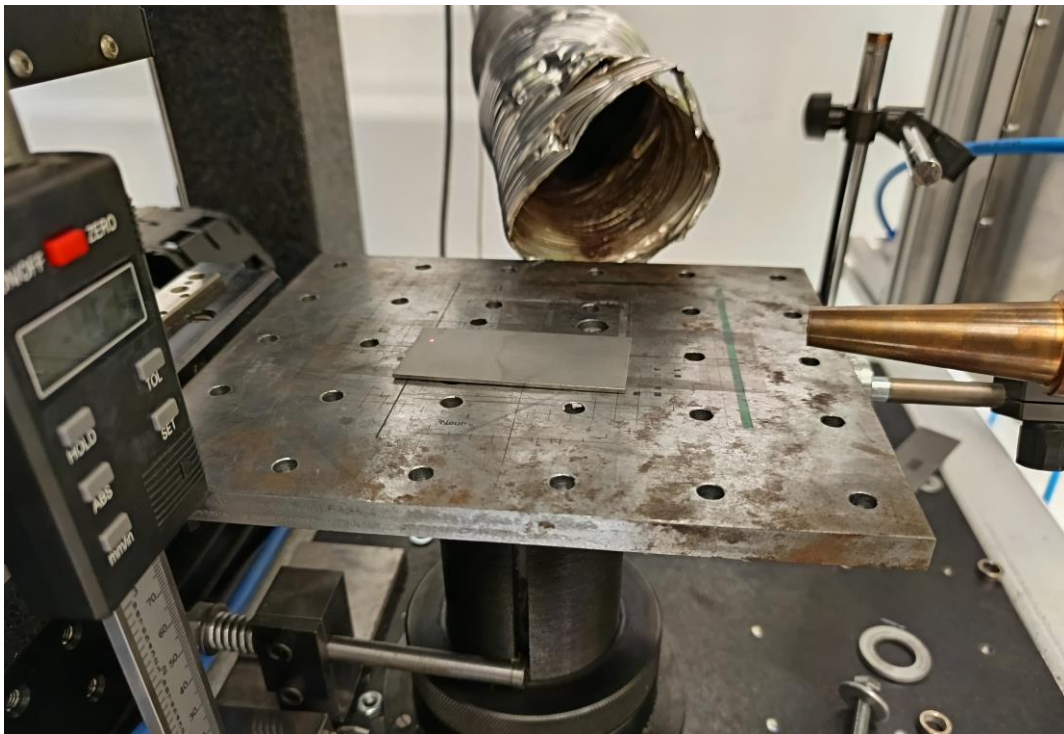
13. táblázat: LIPSS felület levegő közegben különböző nagyításokban



A felületkezelés eredményét szintén két egymástól különböző területen vizsgáltam. Összefüggő LIPSS felület alakult ki a femtoszekundumos pásztázás hatására, ez a 10.000x nagyításban (c) és d) ábra) jól megfigyelhető. A struktúrában nem látható szakadás, törés, a vonalak egymással párhuzamosan egyenes vonalakként futnak le, így „szabályos” LIPSS mikrostruktúra alakult ki. Nagyobb nagyítások esetén már a vonalak felületén kis gömbök is megfigyelhetők, ezek a méretük alapján nem lehetnek a gyártás során a felületen maradt porrészecskék, illetve a lézeres felületmódosítás előtt a felületet megtisztítottam, így nem szennyeződés. Az is jól látszik, hogy a vonalakon mindenhol jelen vannak ezek a gömb alakú képződmények, az alakjukból és a méretükből adódóan oxid kiválások, melyek jelenlétét a LIPSS felületeken a spektroszkópai mérés is

alátámasztotta. Ezek az oxidok a felülethez kötötten jelennek meg és mind a két vizsgált területen jelen vannak, tehát a lézer-anyag kölcsönhatás során a teljes LIPSS felületen kialakulnak. Az összetételmérésnél feltűnt azonban, hogy az oxigén tömegszázalékos megjelenése a „hegyeknél” magasabb, vagyis a kialakult mikrogeometria felszínén. Ezt támasztja alá az e) – h) ábra is, ahol a felülethez kötődő gömb alakú oxid kiválások jelennek meg.

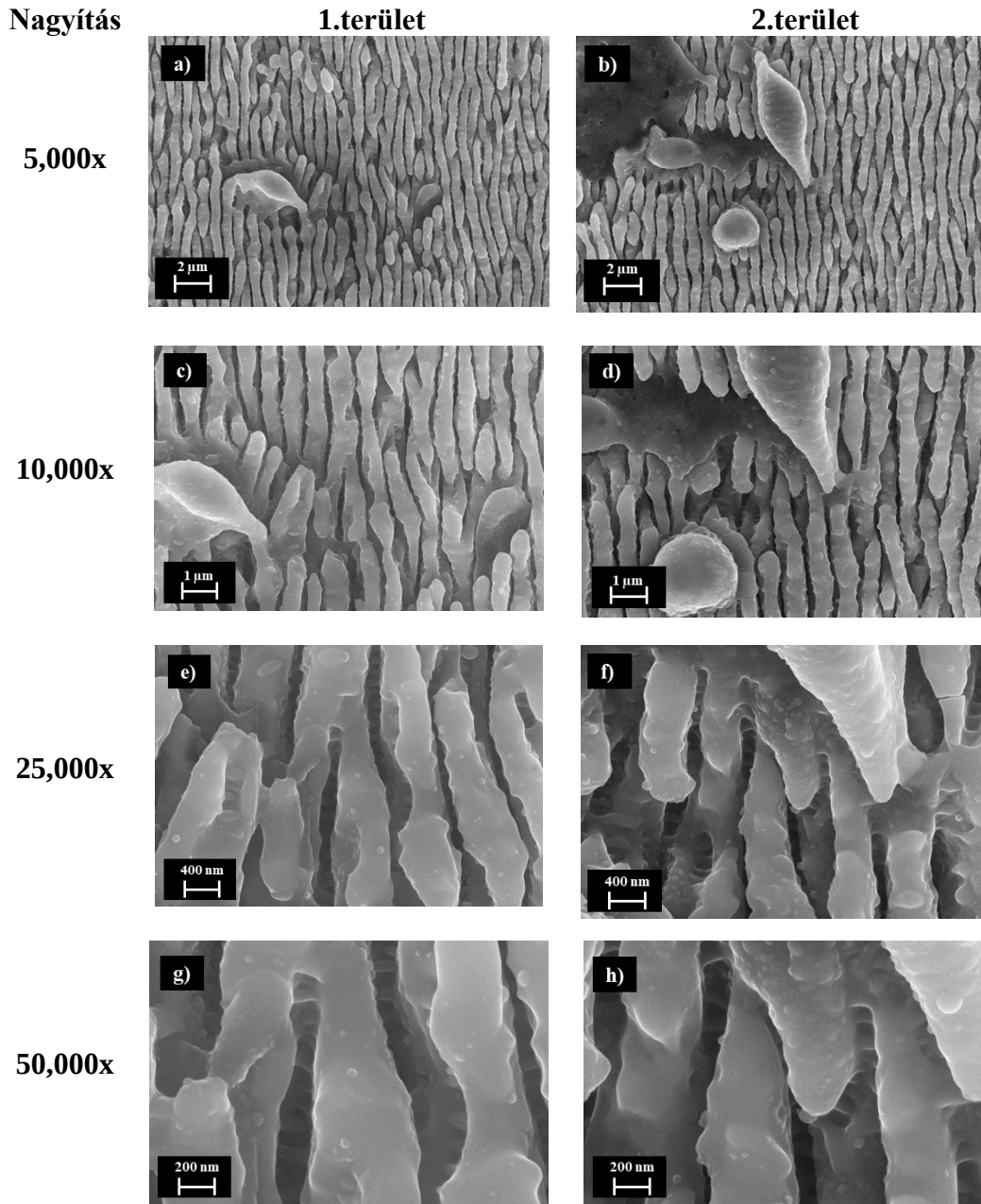
A levegő közeg után változatlan beállítások mellett argon közegben is létrehoztam a felületet, amelyet az alábbi kísérleti elrendezéssel valósítottam meg, amely a 18. ábrán látható.



19.ábra: Lézerberendezés az argon közegben végzett kísérlethez

Ahhoz, hogy a felületre a pásztázás helyére valóban megfelelő mennyiségű argon védőgáz jusson az eredeti elrendezést egy fűvókával egészítettem ki. A fűvóka helyzetét úgy állítottam be, hogy a megfelelő helyre juttassa a gázt, illetve a gáz áramlási sebességét úgy kellett meghatározni, hogy az a felületen is lamináris maradjon. A térfogatáramot változtatva végül 25 l/perc térfogatáram mellett végeztem el a kísérletet. Az így kapott felület SEM felvételei a 14. táblázat összegzi.

14. táblázat: LIPSS felület levegő közegben különböző nagyításokban



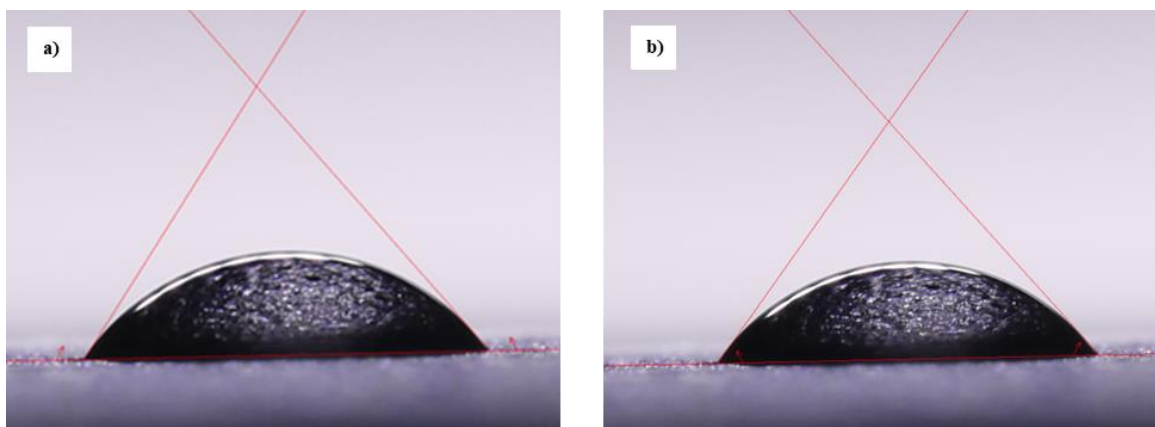
A levegő közegben létrehozott LIPSS struktúrához képest a sávok közötti szélességben látszik eltérés. A struktúrában a vonalak közel azonos szélességűek, mint a levegő közegben, a hosszuk is közel megegyező. A két közeg közötti eltérést a közeg adja, míg a levegő esetén a vonalak között szélesebb rés figyelhető meg, addig ugyanez a szélesség argon közegben csökken. Valószínűsíthető, hogy a közeg hatására bekövetkezett a HSFL-LSFL átalakulás, ám ez mérés nélkül nem jelenthető ki egyértelműen, ez további mérésekkel a későbbiekben igazolható. Az összetétel mérés eredménye szerint itt is a mikrostruktúra felületén helyezkednek el az oxid gömbök, míg a „völgy” struktúrában elenyésző a számuk.

5.4. NEDVESÍTÉS MÉRÉS

A dolgozat egyik célkitűzése a Ti6Al4V ötvözetben létrehozott LIPSS struktúra nedvesítő képesség időfüggésének vizsgálata. A nedvesítés mérést a már korábban optimálisnak választott felületen 14% teljesítmény 0,2 m/s pásztázási sebesség mellett végeztem el mindkét közeg esetén.

A vizsgálathoz előzetesen előkészítettem a felületet, metanollal megtisztítottam a felületet, majd létrehoztam a struktúrát. A kísérlet elvégzésekor a laboratóriumban $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ volt, illetve a páratartalom 40-60% között változott. A kísérletet desztillált vízzel és $\geq 99\%$ tisztaságú etilénlikollal is elvégeztem. A méréshez 5 μl térfogatú cseppet használtam, mivel a szakirodalmak jelentős részében is ekkora térfogatú folyadékcseppel végezték el a kísérleteket.

A vizsgálandó időtartamot 8 órában határoztam, a vizsgálati időket a kezelés óta eltelt percben adtam meg: 0; 15; 30; 45; 60; 75; 90; 105; 120; 180; 240; 300; 360; 420; 480. A vizsgálandó lemezt egy karral mozgatható tárgyasztalra helyeztem, ezt követően automata pipettába először 5 μl desztillált vizet szívtam fel, majd a pipettát visszahelyeztem az állványra. Ezt követően a tárgyasztalt a folyadékcsepp irányába mozgattam és felületet a csepp aljához érintettem, majd visszaállítottam az asztal pozícióját a kiindulási helyzetbe és elkészítettem a csepről készült képet. Ezt elvégeztem mindkét folyadék esetében. Mivel az elkészült képek mentésre kerültek, így azokat a peremszögmérő szoftverrel egy későbbi időpontban tudtam elemezni. A peremszöget a felület és a folyadékcsepp érintkezésénél mértem, ahogyan azt bemutatja a 20. ábra, amely az argon közegbe helyezett kezeletlen lemez nedvesítési képességét mutatja.



20.ábra: Peremszögmérés argon közegbe helyezett kezeletlen Ti6Al6V felületen. a) desztillált víz, b) etilénlikol

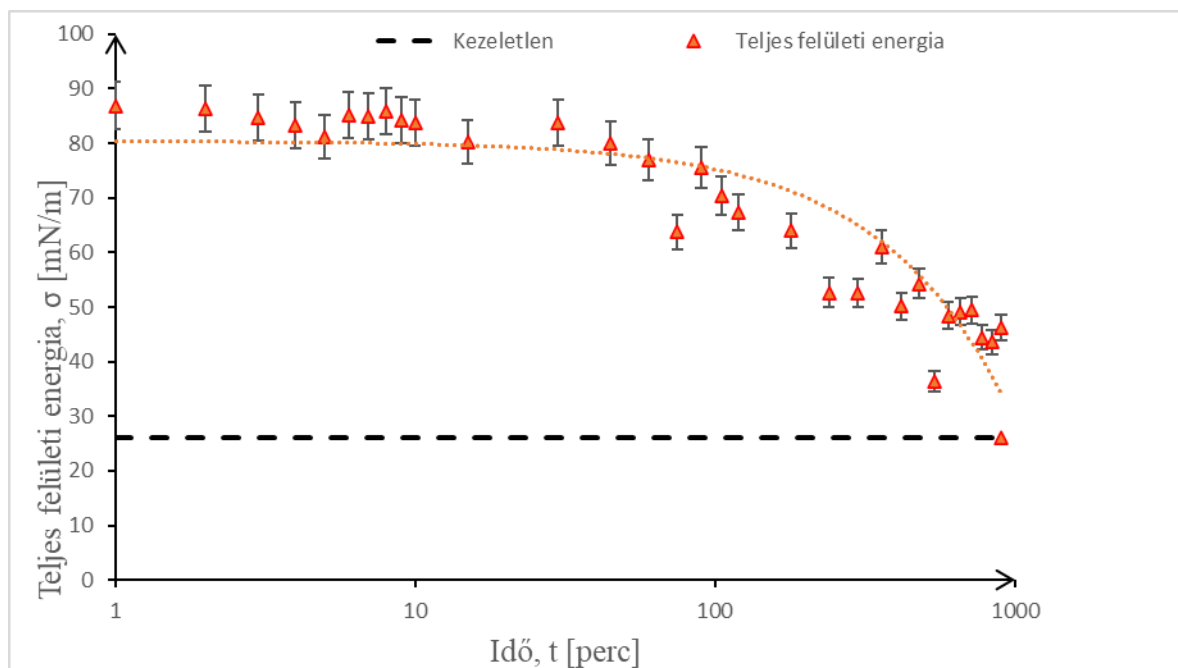
A peremszögeket a csepp mindkét oldalán megmértem, majd az átlagával számoltam a felületi energia értékét.

Ehhez a (7) Fowkes- egyenletet használtam:

$$\sqrt{\sigma^D_L \sigma^D_S + \sigma^P_L \sigma^P_S} = \frac{\sigma_L(\cos \theta + 1)}{2} \quad (7)$$

Kiszámítottam mindkét folyadék esetén a polár és diszperz értékét, majd a két érték együttesét is, amely a teljes felületi energiát, vagyis a felület nedvesítőképességét határozza meg. A teljes felületi energia növekedésével javul a felület nedvesítőképessége. Mind a desztilláltvíz, mind pedig az etilénlglikol diszperz és polár értékei állandónak tekinthetők 20°C-on, így a teljes kísérlet során állandó volt az értékük. tehát értéke minél nagyobb, annál jobb a felület nedvesíthetősége.

Egy korábbi eredményemhez viszonyítva merőben más eredményt kaptam. A DP600 növelt szilárdságú acél esetén is 8 órás intervallumban történt a vizsgálat. A kezelt felület kezdetben jó nedvesítőképességgel rendelkezett, majd az idő előrehaladtával ez szemmel láthatóan romlott a nedvesítőképesség, amely mérésekkel is igazolható volt. Addig a titán ötvözet felületén közel 0° peremszöggel terült szét mindkét vizsgálati folyadék. Míg a növelt szilárdságú acél esetén kimutatható volt az időfüggés és a nedvesítőképesség lineáris csökkenése, amely a 20. ábrán látható, addig a titán esetében még 480 perc elteltével sem következett be változás a folyadékok peremszögének változásában.



21. ábra: DP600 növelt szilárdságú acél teljes felületi energiájának időfüggése [29]

Az acél esetében a diagramon a kék szaggatott vonallal a kezeletlen felület teljes felületi energiáját jelöltem, míg a piros szaggatott vonal az eredményekre illesztett

trendvonal, amely alapján könnyen belátható, hogy a nedvesítőképesség lineárisan csökken.

Az első mérés a felület létrehozását követő 1 percen belül valósult meg, ennek eredménye egy közel 0° peremszöggel terülő, ún. szupernedvesítő állapot jött létre. A következő mérés 240 percnél történt a minták kezelése és a mérési idők miatt, mivel ezen időtartam esetén 10° alatt volt a peremszög ezt nem tudtam mérni a szoftverben, mivel 10° alatt nem tud megbízhatóan peremszöget mérni, így ezen szög alatt nem mérjük. Emiatt a tervezett méréseknél lényegesen kevesebb mérést valósítottam meg, mivel a 240 perc előtti méréseket elhagytam. Így csak a 240 perccel követő peremszögméréseket végeztem el. A 240 perc utáni mérések esetében a növelt szilárdságú acélnál megismert peremszög változásra számítottam, azonban a folyadékok terülésében a 30, majd 60 időközönkénti mérés során sem történt változás. Ez alapján arra a következtetésre jutottam, hogy titán ötvözetben a LIPSS struktúra jó nedvesítő felületet eredményez, amely nedvesítési állapot még 8 óra elteltével is fennmarad.

A felület nedvesítőképességének vizsgálata a későbbi ragasztási kísérletek elvégzéséhez fontos és amelyet az iménti eredmények már előkészítettek.

6. ÖSSZEFOGLALÁS

Sikerrel hoztam létre a Ti6Al4V additív gyártással készült lemezen LIPSS felületeket. Az irodalomkutatás során a LIPSS tudományos hátterét, kialakulását, típusainak jellemzőit, valamint lehetséges alkalmazásait megismertem. A mikrostruktúrát több lépésben számítások és SEM felvételek alapján alakítottam ki a felületen. Minden folyamat után meghatároztam a következő kísérlethez szükséges paramétereket, ezáltal eljutottam a célkitűzésem megvalósításához.

A nedvesítésméréshez levegő és argon közegben is kialakítottam a LIPSS struktúrát, majd desztillált víz és etilénlikol felhasználásával elvégeztem a nyugócsepp módszeren alapuló kísérletet. Ennek eredménye a korábban növelt szilárdságú acél esetében elvégzett kísérlethez képest kedvezőbb, mivel a geometria hatására a folyadék nagymértékben terült el a felületen, vagyis 10° alatti peremszöget eredményezett. A mérés időtartama 8 órát vett igénybe, mely idő alatt a nedvesítési állapot nem változott meg. Így a kísérletem összegzéseként kijelenthetem, hogy a mikrostruktúra a vizsgált ötvözet nedvesítési tulajdonságait jelentős mértékben javítja, tehát egy hidrofób felületet sikerült kialakítanom. Ez a hidrofób tulajdonság a későbbi tervezett ragasztási kísérleteknél fontos tulajdonság.

A jövőben szeretném tovább vizsgálni a LIPSS hatását a titánötvözet esetében környezeti tényezők, pl.: hőmérséklet megváltoztatásával, illetve egyéb gáz közegekben is vizsgálni szeretném ezen hatásokat, valamint ragasztási kísérleteket is elvégezve a geometria ragasztókötésekre gyakorolt hatását.

Köszönetnyilvánítás

Elsősorban köszönettel tartozom Dr. Hlinka Józsefnek a Gépjárműtechnológia Tanszék docensének, hogy elvállalta a témavezetői szerepet. Szakmai segítsége, észrevételei, tanácsai nélkül nem jött volna létre a dolgozatom. Hálás vagyok végtelen türelméért, amit a dolgozat elkészítése során tanúsított, valamint köszönöm, hogy időt szakított a munka során felmerült kérdéseim megválaszolására.

Köszönöm Juhász Gergelynek a Neumann János Egyetemen működő Diódalézer Központ laborvezetőjének, hogy lehetőséget biztosított a kísérleteim elvégzéséhez.

Ezúton is köszönöm a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Közlekedésmérnöki és Járműmérnöki Kar Gépjárműtechnológia Tanszék munkatársainak, akik segítettek munkámat a minták elkészítésével, illetve felület előkészítésével.

Köszönöm a Neumann János Egyetem GAMF Műszaki és Informatikai Kar Innovatív Járművek és Anyagok Tanszék Lézersugaras és Mechanikai Technológiák Kutatócsoport munkatársainak a vizsgálati eszközök biztosításáért, illetve a SEM felvételek elkészítéséért.

Köszönöm a H-ION Kutató, Fejlesztő és Innovációs Kft. SEM laboratórium munkatársainak a SEM felvételek és EDS mérések elkészítésében nyújtott segítséget.

Végül, de nem utolsó sorban szeretném megköszönni családomnak és külön édesanyámnak a támogatást és segítséget, melyet a dolgozatom készítése során biztosítottak.

7. IRODALOMJEGYZÉK

- [1] Schwarz, S., Rung, S., Esen, C., Hellmann, R.: Homogeneous Low Spatial Frequency LIPSS on Dielectric Materials Generated by Beam-Shaped Femtosecond Pulsed Laser Irradiation. *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* 13(2) 2018, pp.90-94 DOI:10.2961/jlmn.2018.02.0007
- [2] Lübecke, A., Schnürer, M., Ehrentraut, L., McGlynn, E., Byrne, D., Lowry, S., Wehner, R., Grunwald, R., Wandelt, K. (szerk.): Interaction of Ultrafast Laser Pulses With Nanostructure Surfaces. *Encyclopedia of Interfacial Chemistry: Surface Science and Electrochemistry*. Encyclopedia of Interfacial Chemistry. Elsevier, Amsterdam, Netherlands, 2018, pp. 420-432. ISBN 9780128097397
- [3] Dufft, D., Rosenfeld, A., Das, S. K., Grunwald, R., Bonse, J.: Femtosecond laser-induced periodic surface structures revisited: A comparative study on ZnO. *Journal of Applied Physics* 105(3) 2009 :034908 - 034908-9 DOI:10.1063/1.3074106
- [4] Gurevich, E. L., Gurevich, S. V.: Laser Induced Periodic Surface Structures Induced by Surface Plasmons Coupled via Roughness. *Applied Surface Science*, 302, 2014, pp. 118-123 <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.10.141>
- [5] Bonse, J., Höhm, S., Kirner, S. V., Rosenfeld, A., Krüger, J.: Laser-Induced Periodic Surface Structures— A Scientific Evergreen. *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics* 23(3): :9000615, 2017 <https://doi.org/10.1109/JSTQE.2016.2614183>
- [6] Zhang, Y., Jiang, Q., Long, M., Han, R., Cao, K., Zhang, S., Feng, D., Jia, T., Sun, Z., Qiu, J., Xu, H.: Femtosecond laser-induced periodic structures: mechanisms, techniques, and applications. *Opto-Electronic Science* 1(6) 2022, pp. 220005-220005 DOI:10.29026/oes.2022.220005
- [7] Bonse, J., Gräf, S.: Maxwell Meets Marangoni—A Review of Theories on Laser-Induced Periodic Surface Structures. *Laser & Photonics Review* 14(10) 2020, 2000215 DOI:10.1002/lpor.202000215
- [8] Kunz, C., Büttner, T. N., Naumann, B., Boehm, A. V., Gnecco, E., Bonse, J., Neumann, C., Turchanin, A., Müller, F. A., Gräf, S.: Large-area fabrication of low- and high-spatial-frequency laser-induced periodic surface structures on carbon fibers. *Carbon* 133 2018, pp. 176-185 <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2018.03.035>

- [9] Schwarz, S., Rung, S., Esen, C., Hellmann, R.: Surface Plasmon Polariton Triggered Generation of 1D-Low Spatial Frequency LIPSS on Fused Silica. Appl. Sci. 2018, 8(9), 1624 <https://doi.org/10.3390/app8091624>
- [10] Bonse, J., Rosenfeld, A., Krüger, J.: Femtosecond laser-induced periodic surface structures: recent approaches to explain their sub-wavelength periodicities. LAT 2010: International Conference on Lasers, Applications, and Technologies, Proc. of SPIE Vol. 7994 <http://dx.doi.org/10.1117/12.879813>
- [11] Hu, M., Nivas, J. JJ., Salvatore, M., Oscurato, S. L., Guarino, A., Fittipaldi, R., Amoroso, S., Vecchione, A.: Femtosecond Laser-Induced Periodic Surface Structuring of the Topological Insulator Bismuth Telluride. Advanced Physics Research 2(9), 2023 DOI:10.1002/apxr.202300049
- [12] Raillard, B., Mücklich, F.: Ablation effects of femtosecond laser functionalization on surfaces. Laser Surface Engineering: Processes and Applications, Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials (24) 2015. pp. 565-581 <https://doi.org/10.1016/B978-1-78242-074-3.00024-6>
- [13] Dostovalov, A. V., Derrien, T. J.-Y., Lizunov, S. A., Přeučil, F., Okotrub, K. A., Mocek, T., Korolkov, V. P., Babin, S. A., Bulgakova, N. M.: LIPSS on thin metallic films: New insights from multiplicity of laser-excited electromagnetic modes and efficiency of metal oxidation. Applied Surface Science, 491, 2019, pp. 650-658 <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.05.171>
- [14] Schwarz, S., Rung, S., Hellmann, R.: High quality one- dimensional low spatial frequency LIPSS on sapphire generated by top- hat beam shaped ultrashort- pulsed laser. MultiScience - XXXI. microCAD International Multidisciplinary Scientific Conference 2017, ISBN 978-963-358-132-2 DOI: 10.26649/musci.2017.019
- [15] Mezera, M., van Drongelen, M., Römer, G.R.B.E.: Laser-Induced Periodic Surface Structures (LIPSS) on Polymers Processed with Picosecond Laser Pulses. Journal of laser micro/nanoengineering, 13(2), 2018, pp. 105-116. <https://doi.org/10.2961/jlmn.2018.02.0010>
- [16] Chang C.-L., Cheng C.-W., Chen J.-K.: Femtosecond Laser-Induced Periodic Surface Structures of Copper: Experimental and Modeling Comparison. Applied Surface Science 469, 2019, pp. 904-910 doi: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.11.059>
- [17] Avramovic-Cingara G., Ososkov Y., Jain M. K., Wilkinson D. S.: Effect of martensite distribution on damage behaviour in DP600 dual phase steels. Materials

- Science and Engineering: A 516 (1–2) 2009, pp. 7-16
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.03.055>
- [18] Terpilowski K., Goncharuk O., Gun'ko V. M.: Macro and micro wettability of hydrophobic siloxane films with hierarchical surface roughness. Smart Materials and Structures, 27(7) 2018, <http://dx.doi.org/10.1088/1361-665X/aac243>
- [19] Juhász Gergely: Impulzus üzemű lézersugárzás hatására megjelenő LIPSS vizsgálata ausztenites acélon. Neumann János Egyetem, GAMF Műszaki és Informatikai Kar, Szakdolgozat 2018
- [20] Vivek Anand A., Arumugam V., Kannan R.: Static wetting characteristics of micro-textured stainless steel surfaces under uniaxial loading condition. Int. J. Surface Science- and Engineering, 11(2) 2017, pp. 174-190
<http://dx.doi.org/10.1504/IJSURFSE.2017.084668>
- [21] Qi B., Yi W., Liu C. Zhao X., Li X.: Preparing a wettability-controllable stainless-steel mesh and its oil–water separation performance. ChemPhysMater 1(2) 2022, pp. 126-132 <https://doi.org/10.1016/j.chphma.2021.11.004>
- [22] Wan Y., Lian Z., Xu J., Weng Z., Yin X., Yu H.: Fabrication of the stainless steel surface with super durable one-direction superhydrophobicity and two-direction anisotropic wettability. Micro & Nano Letters 9(10) 2014, pp. 712-716
<https://doi.org/10.1049/mnl.201>
- [23] Zemaitis A., Mimidis A., Papadopoulos A., Gecys P., Raciukaitis G., Stratakis E., Gedvilas M.: Controlling the wettability of stainless steel from highly-hydrophilic to super-hydrophobic by femtosecond laser-induced ripples and nanospikes. RSC Advances 10(62): 37956, 2020 <http://dx.doi.org/10.1039/d0ra05665k4.0275>
- [24] Arkan E., Holtmannspötter J., Zimmer F., Hofman T., Gudladt H.- J.: The role of chemical surface modification for structural adhesive bonding on polymers - Washability of chemical functionalization without reducing adhesion. International Journal of Adhesion and Adhesives 95 2019, 102409
<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2019.102409>
- [25] J. A. Tamayo, M. Riascos, C. A. Vargas, L. M. Baena: Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy via electron beam melting for the development of implants for the biomedical industry. Heliyon Vol. 7, Issue 5, E06892, MAY 2021
- [26] Varga Ferenc László: Lézeres, fém porágyas additív gyártás paramétereinek hatása a modell-szupport kapcsolatra és a felületi érdességére Doktori értekezés. Budapesti

Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Közlekedésmérnöki és Járműmérnöki Kar,
2024

[27] K. Kiran Kumar, G.L. Samuel, M.S. Shunmugam: Theoretical and experimental Investigations of Ultra-short Pulse Laser Interaction on Ti6Al4V alloy. Journal of Materials Processing Technology Vol. 263, January 2019, pp. 266-275, <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.08.028>

[28] M. Alsaddah, A. Khan, K. Groom, K. Mumtaz: Use of 450-808 nm diode lasers for efficient energy absorption during powder bed fusion of Ti6Al4V. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology (2021) 113:2461–2480, <https://doi.org/10.1007/s00170-021-06774-4>

[29] Bereczki Alexandra: DP600 növelt szilárdságú acél felületén létrehozott mikrostruktúrák vizsgálata.: TDK dolgozat. Neumann János Egyetem, GAMF Műszaki és Informatikai Kar, 2023

[30] Juhász Gergely: Impulzus üzemű lézersugárzás hatására megjelenő LIPSS vizsgálata ausztenites acélon. Neumann János Egyetem, GAMF Műszaki és Informatikai Kar, Szakdolgozat 2018

[31] Bereczki Alexandra.: Femtoszekundumos lézersugár által indukált periodikus felületi struktúra kialakítása alumínium felületén.: TDK dolgozat. Neumann János Egyetem, GAMF Műszaki és Informatikai Kar, 2022

[32] Sigma Series téremissziós szkennig elektronmikroszkóp használati utasítás

[33] Berczeli M.: Járműipari kötések fejlesztése felületkezelési eljárásokkal. Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Közlekedésmérnöki és Járműmérnöki Kar, 2022 Doktori értekezés

8. ÁBRAJEGYZÉK

1. ábra: a) az LSFL b) a HSFL [6]	5
2. ábra: LIPSS csoportosítás [5]	6
3. ábra: A LIPSS megjelenési formái [8]	8
4. ábra: a) LSFL-HSFL átalakulás folton belül [10]; b) LSFL-HSFL átmenet folyamata [7]; c) pásztázás sematikus ábrája [11]	9
5. ábra: LIPSS polikarbonát (PC) felületen 5000 impulzus hatása [12]	10
6. ábra: LIPSS polisztirol (PS) felületén: a) HSFL adalékanyag felületén 1000 impulzus hatása, b) LSFL a felületen 5000 impulzus hatása [12]	10
7. ábra: LIPSS PS felületen: a) 500 impulzus, b) 1000 impulzus esetén [12]	11
8. ábra: Ti6Al4V ötvözet felületén kialakult LIPSS [13]	12
9. ábra: LIPSS típusok karbonszálokon [8]	13
10. ábra: a) hidrofíll, b) hidrofób, c) szupernedvesítő állapot [18]	15
11. ábra: a) Young modell, b) Wenzel modell, c) Cassie- Baxter modell [18]	16
12. ábra: Az abszorpció mértéke a hullámhossz függvényében [28]	20
13. ábra: EOS M100 berendezés munkatere [26]	20
14. ábra: Coherent Monaco típusú femtoszekundumos lézerberendezést [30]	22
15. ábra: Zeiss Axio Imager M.2M fénymikroszkóp [31]	22
16. ábra: A téremissziós pásztázó elektronmikroszkóp elrendezése [32]	23
17. ábra: A nedvesítésmérő berendezés [29]	24
18. ábra: Kiterjedt LIPSS felületkezelés a) argon és b) levegő közegben	34
19. ábra: Lézerberendezés az argon közegben végzett kísérlethez	37
20. ábra: Peremszögmérés argon közegbe helyezett kezelés nélküli Ti6Al6V felületen. a) desztillált víz, b) etilénlikol	39
21. ábra: DP600 növelt szilárdságú acél teljes felületi energiájának időfüggése [29]	40

9. TÁBLÁZATOK JEGYZÉKE

1. táblázat: LIPSS keletkezésével foglalkozó elméletek [4,5]	5
2. táblázat: Ti6Al4V ötvözet összetétele	19
3. táblázat: A Ti6Al4V felületi érdessége szecseszórás előtt és után [26]	21
4. táblázat: 9%, 23%, 31% teljesítmények mellett készült foltok különböző nagyításokban	27
5. táblázat: 11%, 13%, 14% teljesítmények mellett készült foltok különböző nagyításokban	28
6. táblázat: Pásztázás sebességek	29
7. táblázat: 119%, 13%, 14% teljesítmények mellett készült vonalak 3 m/s sebességű pásztázással különböző nagyításokban	30
8. táblázat: 11%, 13%, 14% teljesítmények mellett készült vonalak 0,2 m/s sebességű pásztázással különböző nagyításokban	31
9. táblázat: 11%, 13%, 14% teljesítmények mellett készült vonalak 0,3 m/s sebességű pásztázással különböző nagyításokban	32
10. táblázat: 11%, 13%, 14% teljesítmények mellett készült vonalak 0,25 m/s sebességű pásztázással különböző nagyításokban	33
10. táblázat: Az ideális vonal paraméterek összegzése	34
12. táblázat: Lézeres struktúrálás nélküli felületek levegő és argon közegben különböző nagyításokban	35
13. táblázat: LIPSS felület levegő közegben különböző nagyításokban	36
14. táblázat: LIPSS felület levegő közegben különböző nagyításokban	38