



Neumann János Egyetem
Műszaki és Informatikai
Kar

DP600 növelt szilárdságú acél felületén létrehozott mikrostruktúrák vizsgálata

TDK dolgozat

Bereczki Alexandra

Témavezető: Dr. Berczeli Miklós
adjunktus

2023

Tartalomjegyzék

BEVEZETÉS	4
1. IRODALMI ÁTTEKINTÉS	5
1.1. LIPSS KELETKEZÉSE	5
1.1.1. Elektromágneses elmélet.....	6
1.1.2. Felületi elektromágneses hullámok (SEW) és felületi plazmon- polariton (SPP) modell	6
1.1.3. Sipe és Drude elmélet	8
1.1.4. Optikai elmélet.....	9
1.1.5. Kerr effektus	10
1.1.6. Szórt fény modell.....	11
1.1.7. Anyagi reorganizációs elmélet.....	11
1.1.8. Hidrodinamikai elmélet	12
1.1.9. Önszerveződés	12
1.2. LIPSS TÍPUSAI.....	13
1.2.1. LSFL képződés	13
1.2.2. HSFL képződés.....	15
1.2.3. Dupla impulzusos sorozatok	16
1.2.4. A LIPSS topográfiája	17
1.2.5. Páztázás	18
1.3. LIPSS KELETKEZÉSE A KÜLÖNBÖZŐ ANYAGOKON	21
1.3.1. A LIPSS alkalmazásának lehetőségei	26
1.4. NEDVESÍTÉS ELMÉLETE	27
2. CÉLKITŰZÉS.....	30
3. FELHASZNÁLT ANYAGOK ÉS ESZKÖZÖK.....	31
3.1. DP600 ACÉL	31
3.2. FEMTOSZEKUNDUMOS LÉZERBERENDEZÉS	32
3.3. ZEISS SIGMA 500 VP TÉREMISSZIÓS SZKENNING ELEKTRONMIKROSKÓP (FESEM).....	33
3.4. NEDVESÍTÉSMÉRŐ BERENDEZÉS	34
4. KUTATÁSI EREDMÉNYEK ÖSSZEFOGLALÁSA.....	36
4.1. FOLTOK LÉTREHOZÁSA	36
4.2. VONALAK LÉTREHOZÁSA	42
4.3. FELÜLETEK LÉTREHOZÁSA LEVEGŐ KÖZEGBEN	47
4.4. LIPSS FELÜLET LÉTREHOZÁSA ARGON VÉDŐGÁZBAN	49
4.5. NEDVESÍTÉS MÉRÉS	50
ÖSSZEFOGLALÁS	53
KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS	54
ÁBRAJEGYZÉK	55
IRODALOMJEGYZÉK	57

Bevezetés

Napjainkban a legdinamikusabban fejlődő iparág a járműgyártás. Legyen szó akár autóról, akár repülőgépgyártásról, a különböző iparágaknak egy közös vonása van: újabb anyagok és technológiák alkalmazása.

Az utóbbi néhány évtizedben megjelentek a lézeres technológiák, melyek kiválóan alkalmazhatók méretpontos darabok létrehozásához. Mindezt tömeggyártásban és költséghatékonyan előállítva. A lézerberendezések alkalmazása a gyártásban már mindennapos, elég a lézeres vágásra vagy hegesztésre gondolni.

Van azonban egy más jellegű alkalmazhatósága is a lézernyaláboknak, ez pedig a felületmódosítás. A felületmódosítás főleg a ragasztókötések szilárdságának növeléséhez szükséges, napjainkban egyre több kutatócsoport foglalkozik új típusú ragasztóanyagok létrehozásával vagy a ragasztókötések szilárdságának növelésével. De más alkalmazási területi ismertek, pl.: öntisztuló felületek, amelynek nagy jelentősége van az egészségügyi és orvosbiológiai felhasználásban, mint antibakteriális felületek. De ismert a jelentősége a lézeres jelölés és színezés, melyeknek számítástechnikai alkalmazásai ismertek.

A szilárdság növelésének egyik módja a felület mikrostrukturálása vagyis lézerindukált periodikus felületi struktúrák (Laser Induced Periodic Surface Structure- LIPSS) létrehozásával lehetséges. Nemzetközi szinten is egyre nagyobb jelentőséggel bír a LIPSS-ek kutatási területe mind a kialakulásukat, mind pedig az alkalmazási területüket illetően.

A LIPSS kutatás jelenleg is egy aktívan folyó kutatási terület, így jelen dolgozatban a megkezdett kutatásomat kiterjesztem az autógyártásban is gyakran alkalmazott DP600 növelt szilárdságú acélra. Azért esett a választásom erre az anyagra, mivel a járműgyártás 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.

Jelen dolgozatban a kialakulását és a nedvesítési tulajdonságait vizsgálom.

1. Irodalmi áttekintés

1.1. LIPSS keletkezése

A LIPSS egy angol mozaikszó (Laser Induced Periodic Surface Structure), magyarra fordítva lézerindukált periodikus felületi struktúrák, azonban a szakirodalomban csak a LIPSS kifejezést használjuk.

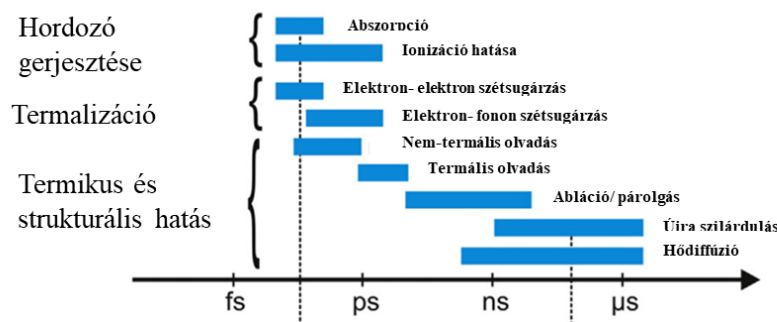
A LIPSS a lézerindukált felületi plazmonok, abláció és lézerindukált felületi instabilitás termikus átrendeződése során létrejövő felületi mikrostruktúra. Megjelenése többféle lehet a típustól függően, azonban minden esetben egy hullámzó felületként azonosítható, melyben „hullámok” és „völgyek” alkotják a struktúrát. A jelenséget először Birnbaum figyelte meg 1965-ben, majd a következő évtizedekben több kutatás követte [1].

A LIPSS-ek két fő típusát különböztetjük meg, a nagyfrekvenciás (high spatial frequency LIPSS- HSFL) és az alacsonyfrekvenciás (low spatial frequency LIPSS- LSFL), ezeket a későbbiekben részletesen is jellemzem.

A mikrostruktúra 1965-ös felfedezése után számos kutatócsoport folytatott kutatásokat mind a kialakulás, mind pedig az alkalmazás terén, így fejlődtek ki a keletkezésre vonatkozó különböző elméletek, melyek többségét már széleskörben elfogadják a kutatók. Birnbaum feltételezte, hogy anyageltávolítás is közrejátszik a kialakulásban, 1973-ban Emmony szerint a beeső lézernyaláb interferenciája fontos szerepet játszik, a nyaláb szóródik a felületi karcokon és a felületi érdességeken. További megállapítás szerint a lézernyaláb hullámhossza (λ), a lézer fluxus csúcserőértéke (φ) és az impulzusok száma is befolyásolja a LIPSS kialakulását. Később Keilmann és Bai tovább gondolta Emmony elméletét és kiegészítették azzal, hogy a LIPSS képződéshez szükség van a beeső nyaláb és a felület közötti interferenciára. Ez az interferencia a felülethez kötött és a felület mentén terjedő polaritonok által jön létre.

A LIPSS kialakuláshoz szükség van a különböző elméletek áttekintéséhez, mivel ezek kombinációjaként jön létre az említett mikrostruktúra [1, 2, 3].

Az 1. ábra bemutatja a lézer-anyag kölcsönhatás időbeli változásait.



1. ábra: Lézer- anyag kölcsönhatás időskálája [44]

Az elméleteket két csoportba oszthatjuk keletkezésük módja szerint az elektromágneses és az optikai.

a) elektromágneses

1. felületi elektromágneses hullámok (SEW) és felületi plazmon-polariton modell (SPP)
2. Sipe elmélete
3. Drude- elmélete

b) optikai

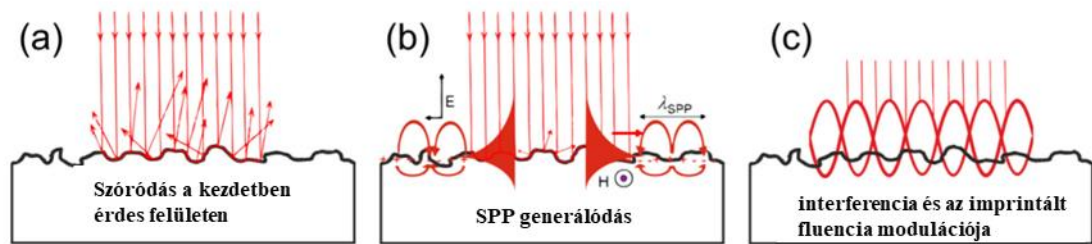
4. anyagi reorganizációs elmélet
5. hidrodinamikai elmélete
6. önszerveződés
7. szórt fény modell [4,5]

1.1.1. Elektromágneses elmélet

Az elmélet alapja az elektromágneses sugárzás interferenciája, amely a lézernyaláb felületi érdességein való szóródáson alapul. A felületi plazmon- polaritonok (SPP) olyan felületi elektromágneses hullámok, melyek fém- dielektrikum vagy fém- levegő határfelületen haladnak. A hullámoknak ez a típusa a fémbe lévő rezgések és a levegőben vagy a dielektrikumban a töltésmentes elektromágneses hullámokat egyesíti. Az SPP periódusa kisebb a lézernyaláb hullámainak periódusánál, ezért képes az elektromágneses mező energiájának erőteljesebb lokalizációjára.

1.1.2. Felületi elektromágneses hullámok (SEW) és felületi plazmon- polariton (SPP) modell

Mint már láthattuk a felületi plazmon- polariton két felület közötti felülethez kötött és ezen a felületen halad. Külső elektromágneses mező hatására a felületek között, a felület közelében lokalizálódik és mindkét oldalon csillapodik [2].



2. ábra: A LIPSS keletkezése az elektromágneses elmélet alapján [7]

Az elektromágneses elmélethez tartozik a felületi elektromágneses hullámok (SEW) és a felületi plazmon-polariton modell (SPP), valamint Sipe elmélete. A LIPSS keletkezés ezen elméletének sematikus ábráját mutatja be a 2. ábra.

Az elektromágneses elmélet alapja, hogy az elektromágneses sugárzás interferenciája szóródik a mikroszkopikus érdes felületeken. A plazmon-polariton modell eredetileg delokalizált koherens elektronsűrűség oszcilláció és ezek két különböző közeg közötti felszínén terjednek, pl.: fém-levegő, fém-dielektrikum, stb.... Az elektromágneses mező indukálja és tartja fenn, illetve lokalizálja a felületek között, majd mindkét oldalon csillapodik. Az SPP-k a felülethez kötötten jönnek létre, ezért is eltérőek a tulajdonságaik a hagyományos szabad elektromágneses hullámokhoz képest [2].

Leggyakrabban fém-dielektrikum kontaktusban lézersugárzás hatására, ha a lézer hullámhossza a látható és az IR tartományban van az SPP aktivitás feltétele $\text{Re}(\epsilon_m) < -1$.

Ultrarövid lézer impulzusok esetén a gerjesztési csatorna fontos, megengedhetők a félvezetők és dielektrikumok. Ezek kezdetben plazmonikusan inaktív anyagok, azonban átmenetileg fémes (SPP aktív) állapotba hozhatók egy kritikus elektron sűrűség túllépéssel a vezetési sávban. Adott lézer frekvenciára a szabad tér felé terjedő fotonok lendülete kisebb, mint az SPP lendülete, ezért a két a különböző diszperziós kapcsolat nem keresztezi egymást. Ez a lendület különbség okozza, hogy a kiszakadó elektronok nem kötődnek az SPP-hez közvetlenül. Emiatt szükséges a felületi érdesség, amely elősegíti a fény és SPP-k összekapcsolódását. Kísérleti megfigyelések alapján a multiimpulzusos jelenségek ablálják a területet. Az első impulzusok kis mennyiségű anyagot ablálnak a felületből, ezzel létrehozva a felületi érdességet, amely megkönnyíti az SPP-k gerjesztését. Létrejön egy visszacsatolási mechanizmus az impulzusok ismétlődésének hatására, ennek eredményeként a sugárzás eloszlás az érdesség speciális térbeli periódusaiban történik, ezzel az impulzus jobb abszorpciója következhet be.

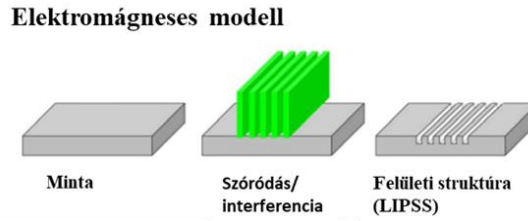
A LIPSS képződés „standard SPP modelljében” a LIPSS periódusa közvetlenül számítható a felületi polariton plazmonok és a lézer hullámhosszának kapcsolatából: $\Lambda_{\text{LSFL}} = \Lambda_{\text{SPP}}$.

Dielektrikum- fém határfelületen normál beeső sugárzás esetében kiszámítható a fém dielektrikus permittivitása (ϵ_m), a dielektrikum (ϵ_d) és a lézer hullámhosszának (λ) ismeretében:

$$\Lambda_{LSFL} = \Lambda_{SPP} = \lambda R_e \left\{ \sqrt{\frac{\epsilon_m + \epsilon_d}{\epsilon_m \epsilon_d}} \right\} \quad (1)$$

A közelítés csak kevés impulzus esetén érvényes, amikor a felület hullámossága kicsi a mélységhez képest.

Femtosekundumos lézer sugárzás alatt a szabad elektronok nagy számban gerjesztődnek, emiatt az anyag felületén plazmaréteg képződik. Az SPP-k gerjesztése a lézer mező és energia periodikus eloszlását okozza a szabad elektronokban. Ez a gerjesztés hatására az elektronok rezgésbe kezdenek, amely mozgásuk a rácsot melegíti, megolvasztja és elegendően nagy energia közlése során az anyagot ablálja a felületből elektron- foton pár által, amely a LIPSS kialakulását okozza [6, 7]. Az elektromágneses modell alapján keletkező LIPSS kialakulást szemlélteti a 3. ábra.



3. ábra: Az elektromágneses modell sematikus ábrája [7]

1.1.3. Sipe és Drude elmélet

A LIPSS kialakulásának magyarázatára a legelfogadottabb elmélet a Sipe elmélet. Sipe és csapata különböző anyagokon nanosekundumos lézerberendezéssel végzett kísérleteket, a kapott eredmények alapján pedig kidolgozott egy elektromágneses elméletet a mikro- és nanostruktúrák kialakulására. Ezzel egy időben a csoport- Fauchet és Siegman- kifejlesztett egy szóródáson és interferencián alapuló megközelítést, a Maxwell-egyenletekből indultak a Green formalizmus szerint, ez alapján pedig a dielektrikum polarizáció sűrűsége mikroszkopikus felületi érdességen integrál egyenletéhez jutottak. Ezzel reprezentálták az általános szóródási modellt. A modell jó megközelítést adott a felületi elektromágneses hullámok keltésére és a sugárzással való interferenciájukra. Sipe bevezetett egy $\mathbf{k}$ hullámszám vektort ($|\mathbf{k}| = \frac{2\pi}{\lambda}$), amellyel lehetséges kiszámítani a keletkező LIPSS térbeli periódusát és az irányát. A hullámszám vektor függ a lézer paramétereitől: a beesési szögtől (Θ), a polarizáció irányától és a beeső nyaláb hullám vektorától ($k_L = \frac{2\pi}{\lambda}$) és a mintától is, leginkább a felületi érdesség és az anyag dielektromos állandója befolyásolja.

A hatékonysági tényező számításához a LIPSS hullám vektor komponenseinek normalizált alakját használjuk fel, tehát:

$$\kappa_x = \kappa_y = |\kappa| \frac{\lambda}{\Lambda} \quad (2)$$

Az elmélet bevezet egy hatékonysági tényezőt (η), amely megadja, hogy a felületi érdeesség mennyi energiát tud abszorbeálni.

Az abszorpciót a (3) egyenlet írja le:

$$A \sim \eta(\mathbf{k}) \times |b(\mathbf{k})| \quad (3)$$

a (3) egyenletben szereplő jelölések magyarázata A jelöli az abszorpciót, η jelenti a hatékonysági tényezőt, b egy skalár érték, amely a felület érdeességét jelöli, valamint $\mathbf{k}$ a hullám vektor, itt a felületi érdeesség. A nem besugárzott, tehát hullám nélküli felület esetében a „b” egy lassan változó függvény, homogén eloszlású térbeli frekvenciájú érdeességgel.

Egy másik eset amikor a hatásossági faktornak éles csúcsai vannak meghatározott $\mathbf{k}$ értékeknél, ez segíthet a Λ térbeli periódus kiértékelésénél. A tapasztalatok szerint ott figyelhető meg LIPSS, ahol a hatásossági faktornak eltérései vannak, tehát maximumok vagy minimumok figyelhetők meg. A LIPSS kialakulásával a „b” -nek is egyre élesebb csúcsai lesznek, ez tovább erősíti a felület hullámzását a beérkező impulzusok energiájából adódik. A kvázi szabadelektronok miatt létrejövő optikai tranziens változás a Drude-modellel írható le, amely biztosítja a lézerrel kezelt anyag dielektromos tulajdonságát egy $\varepsilon^* = n^{2*}$ tag, egy $\Delta\varepsilon_D$ Drude- tag és egy gerjesztetlen anyagra vonatkozó $\varepsilon = \varepsilon_r i \varepsilon_i$ tag hozzáadásával kapjuk az úgynevezett Drude- modellt:

$$\varepsilon^* = \varepsilon + \Delta\varepsilon_D = \varepsilon - \frac{e^2 N_e}{\varepsilon_0 m_{opt} m_e \omega^2} \left(1 + \frac{i}{\omega \tau_D} \right) \quad (4)$$

ahol a következő jelöléseket alkalmazták, „e” jelöli az elektron töltését, N_e a lézerindukált elektron sűrűség a szilárd test vezető sávjában, m_e : az elektron töltését, ε_0 a vákuum dielektromos permittivitás jelöli, $\omega = \frac{2\pi c}{\lambda}$ a lézer körfrekvenciája, m_{opt} az optikai effektív tömeg, értéke pedig az anyagi minőségtől függ, valamint τ_D az időt jelöli, értéke megválasztandó [7, 8, 9, 10, 32].

1.1.4. Optikai elmélet

Az optikai elméletbe több elméletet sorolunk, melyek az elektromágneses elméletet kiegészítve magyarázzák a LIPSS képződést és a különféle típusainak tulajdonságait. Az optikai elmélet csoportjába sorolják az anyagi reorganizációs elméletet, a hidrodinamikai és szórt fény modelleket, valamint az önszerveződés jelenségét.

1.1.5. Kerr effektus

A szórt fény modellt Sipe és munkatársai dolgozták ki, megfigyelésekkel arra a megállapításra jutottak, hogy a periodikus struktúrák megjelenése erősen függ a besugárzott felület felületi érdességétől, ezt azzal magyarázták, hogy az elektromágneses hullám kölcsönhatásba kerül a mikroszkopikus felületi érdességgel, amely gerjesztett felületi polaritonokat is tartalmaz. Az elmélettel előre látható a lehetséges LIPSS $\mathbf{k}$ hullámvektorait és a lézer paramétereinek függvényében. A modell magyarázatot ad az inhomogén energia eloszlásra az anyagban, arányos $\eta(\mathbf{k}, \mathbf{k}_i) \times |b(\mathbf{k})|$ összefüggéssel,

ahol η a hatékonysági együtthatót jelöli, amely megadja, hogy $\mathbf{k}$ felületi érdesség milyen abszorpciót eredményez, „b” pedig egy olyan lassan változó függvény, amely az amplitúdó mértékét adja meg adott $\mathbf{k}$ mellett. A hatásossági tényező adott $\mathbf{k}$ hullámszám mellett meghatározza a hullámzás periódusát. Ha már kialakult a LIPSS, a $b(\mathbf{k})$ felület Fourier-spektruma is éles csúcsokat mutathat. Ezek a csúcsok egybe eshetnek a $\eta(\mathbf{k})$ következő csúcsaival, amely a kezdeti felületi károsodást okozza.

A következőben bemutatott jelenség alapja is a Sipe elmélet, a hatékonysági tényező értékét a normalizált LIPSS felületi hullám vektor komponensek

$$\kappa_x = \kappa_y = |\kappa| = |\mathbf{k}| \times \frac{\lambda}{2\pi} = \frac{\lambda}{\Lambda} \quad (5)$$

és a besugárzási paraméterek (a lézernyaláb beesési szöge (Θ), a nyaláb hullámhossza (λ), a polarizáció iránya), az optikai tulajdonságokat befolyásoló paraméterek (komplex dielektromos függvény:

$$\tilde{\epsilon} = \tilde{n}^2 = (n + ik)^2 \quad (6)$$

és a felületi érdesség.

A femtoszekundumos lézer által indukált felületi struktúrát egy másik megközelítéssel is elemezték. A femtoszekundumos gerjesztési folyamatok vizsgálatához bevezették a lézerrel besugárzott anyag komplex törésmutató indexét ($\tilde{n}^*$), amely a kváziszabad elektron (N_e) sűrűség vezetési sávban való keletkezés függvénye a törésmutató nemlineáris Kerr-effektus miatti intrapulzusos változás figyelembevételével.

Tehát a komplex törésmutató index gerjesztett anyag esetére:

$$\tilde{n}^* = \sqrt{\tilde{\epsilon} + \Delta\epsilon_{Drude} + \Delta\epsilon_{Kerr}} \quad (7)$$

A dielektromos függvény változásának figyelembevételével a töltéshordozók keletkezése a vezetési sávban Drude és Kerr effektus miatt, azonban a nagyintenzitású lézer impulzusok alatt a Kerr effektus lép fel.

A Kerr effektus a törésmutató valós részét változtatja a lézer intenzitásának hatására:

$$n = n_0 + n_2 I = n_0 + \Delta n_{Kerr} \quad (8)$$

Ezáltal változik a dielektromos egyenlet valós része:

$$\varepsilon + \Delta\varepsilon_{Kerr} = (n_0 + \Delta n_{Kerr})^2 \quad (9)$$

A (8) és (9) egyenletekkel megbecsülhető dielektromos állandó Kerr effektusban [3]:

$$\Delta\varepsilon_{Kerr} = 2n_0n_2I + (n_2I)^2 \quad (10)$$

1.1.6. Szórt fény modell

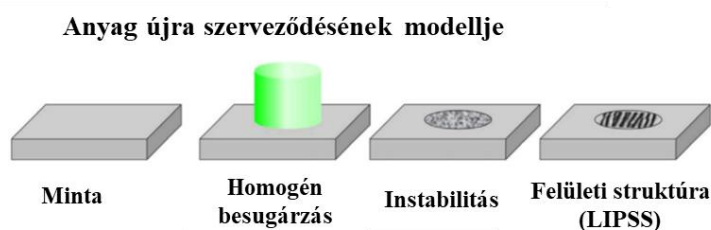
Folyamatos és hosszú impulzus lézeres besugárzás esetén az LSFL a polarizáció irányára merőlegesen vagy párhuzamosan alakul ki a félvezetők felületén, a periódusa pedig közel azonos a lézer hullámhosszával. A jelenséget azzal magyarázták, hogy a beeső nyaláb és a felületen szóródott nyaláb között interferencia jön létre, ez abban az esetben volt megfigyelhető, amikor a nyaláb a merőleges volt a minta felületére. Ebben az esetben a periódus Λ azonos volt a lézer hullámhosszával (λ), ha azonban az impulzus bizonyos Θ szög alatt érte a felületet, akkor a felületi érdességen szóródás lép fel, a periódust az alábbi összefüggés adja meg:

$$\Lambda = \frac{\lambda}{1 \pm \sin \theta} \quad (11)$$

az összefüggésben „+” jelöli az előre szóródást, „-” pedig a hátra szórt fényt [6].

1.1.7. Anyagi reorganizációs elmélet

Az anyagi reorganizációs elmélet magába foglalja az önszerveződést és a hidrodinamikai elméletet, melyet a 4. ábra mutat be.



4. ábra: A reorganizációs elmélet sematikus ábrája [7]

LIPSS felületeket leggyakrabban femtoszekundumos lézerekkel hozhatunk létre. Ilyenkor a fém felszínét éri az impulzus, ez az elektronok révén abszorbeálódik, a z elektronok pedig a hőközlés és a hatására bekövetkező hőmérséklet emelkedés miatt rezgésbe kezdenek, azonban a rács hőmérséklete változatlan. Ebben az állapotban két különböző hőmérsékletű alrendszer van jelen. A termikus egyensúly pikoszekundum alatt áll be. Amennyiben elegendően nagy energiát közöl a fémfelülettel az impulzus, akkor a fém felülete megolvad és nanoszekundumos időtartamban olvadt állapotban is maradhat. Az olvadt felület mélysége 1-100 nanoszekundum közé eshet. Ez a különbség a femtoszekundumos és a nanoszekundumos lézerek között. A femtoszekundumos lézerek impulzusonként nagy energia átadására képesek nagyon rövid (fs) időtartam alatt, amely időtartam nem elegendő a teljes felület megolvasztására. A nanoszekundumos lézerek az energiájukat hosszabb

időtartam (ns) alatt adják át a felületnek, mivel a lézer-anyag kölcsönhatás időtartama több, mint a femtoszekundumos esetben, ezért a felületet nagyobb területen és mélyebben képes megolvasztani [7].

1.1.8. Hidrodinamikai elmélet

Az alap feltevés az volt, hogy a felület, amelyet az impulzus ért, a felülettel közölt energia hatására az elektronok rezgésbe kezdenek, majd a felület megszilárdulásakor a pillanatnyi állapotba „befagynak”. Az impulzus hatására a szilárd anyag abszorpciója nagyon kis mélységben történik. Fázisátmenetek esetén az olvadás gyakran egyéb jelenségekkel is együtt jár, pl.: tömegsűrűség változás léphet fel. A térbeli alakzat kialakulásának dinamikáját befolyásolja az olvadás és újra szilárdulás.

Az elmélet szerint az anyag az impulzusok hatására, akár már egy impulzus hatására is lokálisan olvadt állapotba kerülhet, ez az alapja a Navier- Stokes- egyenletnek, amely egy nemlineáris parciális differenciálegyenlet az olvadék „u” sebességének megadására.

$$\frac{\partial(\rho \vec{u})}{\partial t} + (\vec{u} \cdot \nabla)(\rho \vec{u}) + (\rho \cdot \vec{u}) \nabla \cdot \vec{u} = -\nabla P + \mu \nabla^2 \vec{u} + \frac{1}{3} \mu \nabla (\nabla \cdot \vec{u}) \quad (12)$$

Az egyenletben ρ jelöli a folyadék tömegsűrűségét, μ a folyadék dinamikai viszkozitását, a P pedig a nyomást.

Mindent egybevetve az alábbi összefüggést kapjuk [7]:

$$\frac{\partial(\rho V)}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho V \vec{u}) = 0 \quad (13)$$

1.1.9. Önszerveződés

A '90-es években felmerült egy más típusú elmélet is, amellyel magyarázni próbálták a LIPSS különböző típusainak kialakulását.

A nanostruktúrák kialakulásának okaként azt feltételezték, hogy a felületi instabilitások befolyásolják a struktúra kialakulását és a típusát egyaránt, mivel a felületi hibákon a lézernyaláb szóródik. A modell szerint femtoszekundumos lézer alkalmazásakor az anyagban lévő elektronok kezdetben rövid idő (az impulzus időtartama) alatt kerülnek gerjesztett állapotba. Az energia újra osztása miatt az atomok közötti kötések felszakadnak, emiatt pedig a kristályrács destabilizálódik a vékony felszíni rétegben. Ez egy igen instabil állapotot eredményez, az instabilitás mértékét különböző hatások tovább növelik, pl.: elektronok, ionok, atomok kibocsátása kedvezőtlen irányba befolyásolja az instabilitás kialakulását. A növekvő felületi profil időbeli kialakulása matematikailag is leírható az alábbi egyenlettel:

$$\frac{\partial y}{\partial x} = -v(h) \sqrt{1 + (\nabla h)^2} - D \Delta^2 h \quad (14)$$

A kifejezésben szereplő első tag a felületi eróziós folyamatokra vonatkozik, $v(h)$ pedig a felület görbületétől függő eróziós sebesség.

A második tag a termikus öndiffúzióra vonatkozó tag, ahol D együtttható a felületi diffúzió és a folyamat aktivációs energiájától függ.

Az önszerveződési modellt tovább fejlesztették és feltételezték, hogy a LIPSS kialakulásában fontos szerepet játszik a polarizáció is. Kialakulhat egy aszimmetria, ami az elektronok kinetikus energiájának kezdeti eloszlásából adódik, majd a lézer elektromos tere kialakítja az aszimmetrikus energiaátvitelt, ezáltal kialakul a polarizáció függés [7].

1.2. LIPSS típusai

A LIPSS a térbeli periodicitás alapján két típusba osztható:

- a) az alacsony térfrekvenciás LIPSS (LSFL) és
- b) a nagy térfrekvenciás LIPSS (HSFL).

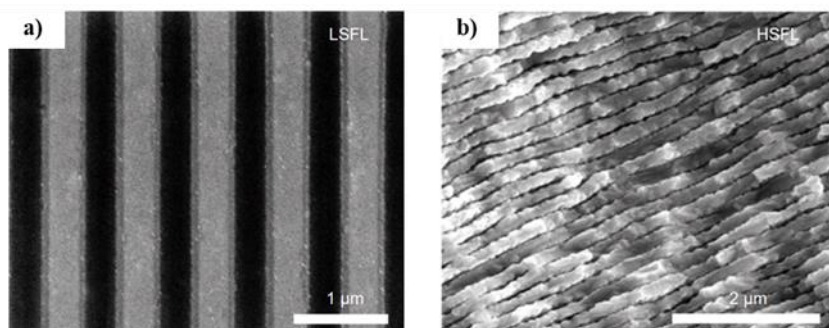
A két fő típust az 5. ábra mutatja be.

A csoportosítás az impulzus hullámhosszától függ, az LSFL periodicitása a hullámhosszhoz közeli tartományban van, megközelítőleg $\Lambda_{\text{LSFL}} > \lambda/2$, míg a HSFL esetében $\Lambda_{\text{HSFL}} < \lambda/2$.

A két fő csoporton belül lehetőség van finomabb csoportosításra is.

Az LSFL képződésének alapja a nyaláb és a felület interferenciája az elektromágneses hullámokkal (SEW) és a felületi plazmon- polaritonok (SPP) együttes fellépése.

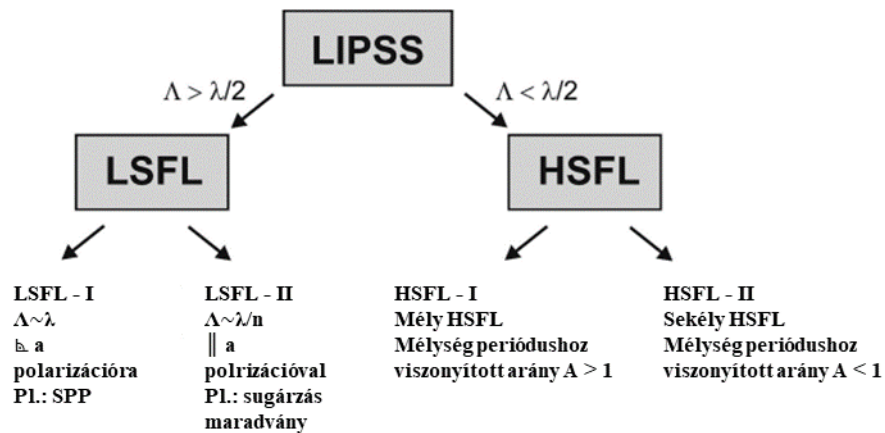
A HSFL képződésére feltételezik, hogy az önszerveződés és a nanoplazmonikus gerjesztések játsszák a legfőbb szerepet [5, 7].



5. ábra: A LIPSS fő típusainak szemléltetése: a) az LSFL b) a HSFL [6]

1.2.1. LSFL képződés

Mind az LSFL, mind pedig a HSFL további két típusra osztható, az I. és II. típusokra, amely felosztás a 6. ábrán látható.



6. ábra: A LIPSS típusainak osztályozása [5]

Az LSFL-I általában félvezetőkön és fémeken jön létre úgy, hogy az LSFL a lézer polarizációjára merőleges irányban jön létre, a keletkezett mikrostruktúra periódusa pedig a hullámhosszhoz közel esik, tehát az eltérés néhány 10 százalék lehet ($\Lambda_{\text{LSFL}} \sim \lambda$). A struktúrák létrejöttében a felületi érdességen szórt elektromágneses hullám és a felületi plazmon- polaritonok játszanak szerepet. Ultrarövid lézer impulzusok esetén a legfontosabb a gerjesztési csatorna, mivel a kezdetben plazmonikusan nem aktív anyagok átmenetileg fémessé válnak, ez lehetővé teszi a felületi plazmon- polaritonok (SPP) közvetlen gerjesztését a kritikus elektron sűrűség elérésével a vezetési sávban.

Amennyiben az impulzusok száma kicsi az LSFL periódusa egybeeshet Λ_{SPP} -vel, a felület hullámossága kicsi ($d \ll \lambda$).

Az LSFL-II típus dielektrikumok esetén akkor jön létre, ha egy foton energiája kisebb az anyag a sávközénél. A struktúra a lézer impulzus polarizációjával párhuzamosan keletkezik és a térbeli periódusa $\Lambda_{\text{LSFL}} = \lambda/n$, ahol $n = \sqrt{\epsilon}$ a dielektromos anyag törésmutatója.

Meghatározott sugárzás mellett adott energiasűrűség mellett a felületen kialakult LSFL felhasadását okozhatja. Így alakul ki a LIPSS egy olyan típusa, amelynek térbeli periódusa a fele. Nivas és munkatársai lokálisan változó polarizációjú optikai örvénynyalábokat generáltak térbeli fénymodulátorokkal. Ezzel megmutatták, hogy a radiális, az azimutális és a spirálszerűen polarizált femtoszekundumos lézernyalábok felhasználásával az LSFL polarizációja lineáris (merőleges a polarizáció irányára). Az említett feltételeken kívül az LSFL-I kialakulhat a lokális olvadás és gyors megszilárdulás miatt is. Az alapja SEW gerjesztés, azonban az ablációhoz nem elegendő a raktározott optikai energia. A gyors megszilárdulás következtében a felszínhez közel az anyag szerkezete változik, emiatt amorf és kristályos régiók jöhetnek létre periodikus mintázatban. Ugyanakkor a lokálisan

megolvadt anyag esetén fellépnek termokapilláris és kemokapilláris erők is, melyek az anyag térbeli újra osztását eredményezik az olvadás ideje alatt [5].

1.2.2. HSFL képződés

A nanoplazmák önszerveződése a fémek tulajdonságai miatt jönnek létre, ezért befolyással vannak a mezők terjedésére az anyagban. Ezáltal a síkok növekedésére kedvező hatással van, ha a téreloszlásukat erősíti a saját növekedésük.

A nanoplazmonika elmélete szerint perifériás nanoplasma zónák jönnek létre amikor az impulzus fluxusa elér egy ablációs küszöböt. A struktúra keletkezésében nagy szerepe van az interferenciának. A több foton abszorpció elektromosan instabil felületet hoz létre, ennek eredménye pedig egy intenzív elektron- pozitív töltésű ion kibocsátás, amelyek a felületen plazmát és plazmonokat hoznak létre. A felszíni plazmonok gerjesztődnek és interferálnak az abszorbeált lézer elektromágneses mezejével. Ezek a jelenségek hozzájárulnak a periodikus struktúra létrejöttéhez, melyek a mezőt és az ablációt lokálisan erősítik, ezzel kialakítva periodikus nanostruktúrákat. A hullámok növekedésével a HSFL keletkezése esetén a periódus a hullámhossz felénél kisebb ($\Lambda_{\text{HSFL}} < \lambda/2$), ez a károsodási küszöbhez közeli fluxus esetén jön létre a femtoszekundumos és pikoszekundumos tartományban. Orientáltságuk az anyagtól függ, így keletkezhet a nyaláb polarizációjával párhuzamosan, de kialakulhat arra merőlegesen is.

A HSFL-I típusa főleg dielektrikumok és félvezetők esetén figyelhetők meg, ezen esetekben igen vékony periodikus barázdák jelennek meg a nyaláb hatására, a barázdák szélessége pedig mindössze néhány 10 nanométer. A HSFL-I kialakulása közben azt találták, hogy kezdetben nanokarcok képződnek, a keletkező barázdák mélysége pedig elérheti a több 100 nanométeres mélységet is. Ezen adatok alapján azt találták, hogy a mélység- periódus arány $A = d / \Lambda_{\text{HSFL}} > 1$, ezért kapták ezek a struktúrák a (deep-subwavelength ripples) alacsony hullámhosszúságú mélyhullámos struktúra nevet. A szerkezet kialakulása másként jelentkezik fémek és átlátszó, illetve félig átlátszó anyagok esetében.

A HSFL-ek másik nagy csoportja a HSFL-II ezen esetben a barázdáltság jellemzői eltérőek a HSFL-I típushoz képest. Ebben az esetben a barázdák mélysége néhány 10 nanométer, a 100 nanométeres tartomány alatti periódusok mellett. Ez esetben a már fent említett mélység periódus $A \ll 1$. A HSFL-II típust ezért nevezik sekély hullámos struktúrának is, ez a formáció kiválóan megfigyelhető a fémek anyagok esetében, a kutatók arra következtettek ez alapján, hogy a kialakulást befolyásolja a felületi oxidáció az újra kristályosodás során.

A HSFL kialakulására az alábbi kijelentéseket tették:

- ultrarövid impulzusok hatására keletkeznek
- csak lineárisan polarizált lézernyaláb esetén alakulnak ki
- a periódusuknak van alsó periódus határa, ez 50- 100 nanométer körül van

Az alacsonyabb periódushatár létrejöttét a termális diffúziós határok okozzák, amelyek a túl kicsi térbeli modulációkat kimossák az energia átadás közben az optikailag gerjesztett elektromos rendszerből a szilárdtest rácsszerkezetének.

Általánosságban elmondható, hogy a LIPSS-ek kialakulásához szükséges energiát több impulzussal lehet a felületbe juttatni, azonban már egy impulzus esetén is kialakulhat a kívánt struktúra. Az első impulzus a felületet érdesíti, ezáltal a következő impulzusok energiájának elnyelődését elősegíti. A specifikus térbeli frekvenciák érdekességei jobb abszorpciót eredményez. Az ismétlődő behatás pozitív visszacsatolást eredményez, amely bizonyos térbeli periódusokat részesít előnyben, tehát kialakulhat a LIPSS struktúra.

A LIPSS képződés során fontos jelenség a SEW gerjesztés, a szóródás iránya és a térerősítése.

Ruiz de la Cruz és munkatársai bemutatták, hogy az LFSL-I króm felületén javítható, ha a pártázás iránya merőleges a nyaláb lineáris polarizációjára.

Az interimpulzus hatások a felület morfológiáját az abláció vagy az olvadék hidrodinamikai áramlása révén befolyásolja. Tehát hatással van az anyag felületének kristályos vagy amorf fázisaira, valamint ezen hatások befolyásolják az anyag optikai állandóját is, továbbá a már ismert hatások is befolyásolják, mint a felület oxidációja, az önszerveződés.

Huang és társai szerint az LSFL periódusa csökken a lézer impulzusok számának növelésével, mivel a felület lézer- plazmon páron keresztül valósul meg, tehát rácsszerű LSFL felület az első néhány impulzus hatására a kialakuló struktúra mélyülni kezd, így az SPP rezonancia hullámhossza eltolódik. Ez az eltolódás csökkenti az LSFL periódusát [5].

1.2.3. Dupla impulzusos sorozatok

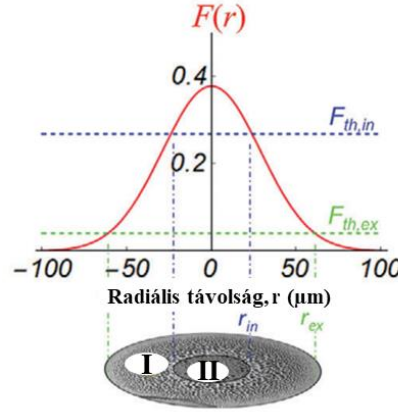
A LIPSS megjelenését, mint már korábban láttuk az azt létrehozó impulzus hullámhossza, a beesési szög, a polarizáció, a nyaláb csúcsteljesítménye és az impulzusok száma és a környezet törésmutatója határozza meg. Mint ismeretes a folyamatos impulzusú lézer esetén az abszorpció a nanoszekundumos tartományba esik, az anyageltávolítás pedig átfedésben van. Az ultrarövid impulzusú lézerek esetén a kölcsönhatás mindössze a femto- és nanoszekundumos tartományba esik, ezáltal a LIPSS kialakulása vizsgálható aszerint, hogy melyik szakaszban alakul ki.

A magyarázatra 2 elméletet állítottak fel:

- energia eloszlás korai szakaszában jön létre
- az anyag önszerveződése közben [5]

A LIPSS periódusának változása függ az energiától és az impulzus számától. Eszerint a nanostruktúrák kialakulásához szükség van a fluxus egy minimális küszöbértékére.

Egy fluxus tartományon belül alakulnak ki a struktúrák, amikor az impulzusok fluxusa eléri és túllépi a lokális maximum értéket egy más típusú struktúra kezd el kialakulni.



7. ábra: A folton belüli LIPSS képződés a Gauss eloszlás hatására [11]

A 7. ábrán látható a Gauss eloszláson belül kialakuló struktúra eloszlása az impulzus energiájának és számának függvényében. r_{th} a pozíciót jelöli, ahol a küszöbérték energiáját (E_{th}) eléri a Gauss nyaláb térbeli alakját, r_{th} az alábbi képlettel kiszámítható:

$$r_{th} = \frac{w_0}{\sqrt{2}} \sqrt{\ln\left(\frac{E}{E_{th}}\right)} \quad (15)$$

ahol a nyaláb átmérője w_0 , a fluxus csúcs küszöbértéke pedig

$$F_{th} = \frac{2E_{th}}{\pi w_0^2} \quad (16)$$

Az impulzusok számának növekedésével E_{th} küszöbenergia értéke csökken a többimpulzusos visszacsatolás miatt.

A jelenség matematikailag leírható, ezt inkubációs viselkedésként írják le:

$$E_{th}(N) = E_{th}(1)N^{\xi-1} \quad (17)$$

ahol ξ az inkubációs faktor és $E_{th}(1)$ a küszöbérték energiája egy impulzus esetében.

A fenti összefüggések felhasználásával megadható a folt sugara [11]:

$$r_{th}(N) = \frac{w_0}{\sqrt{2}} \sqrt{\ln\left(\frac{E}{E_{th}(1)}\right) - (\xi - 1) \ln(N)} \quad (18)$$

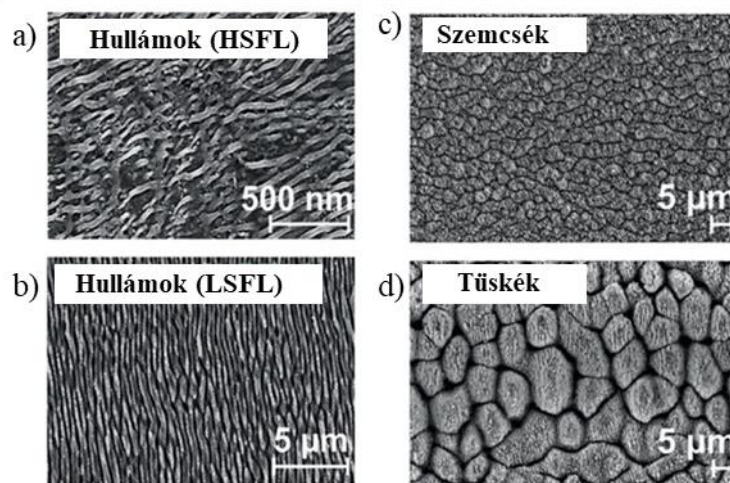
1.2.4. A LIPSS topográfiája

Mint azt már a korábbiakban megismertük, femtoszekundumos lézeres abláció során a lézer- anyag kölcsönhatás olyan rövid időn belül játszódik le, hogy az abláció az anyag felmelegítése nélkül jön létre. A fémek esetében az elektronok relaxációs ideje 1-10 ps közé esik. Hosszú impulzusú lézerek esetén (10^{-12} vagy 10^{-9} s) a lézer a besugárzott területet megolvasztja, mivel elegendő idő áll rendelkezésre a kölcsönhatás kialakulásához. Ez a típusú lézer a szabályozott struktúrák kialakításához nem megfelelő, mivel az anyag viselkedése olvadási állapotban nem kontrollálható, a kialakuló minták véletlenszerűek, periodicitásuk nincs. Amennyiben a lézerindukált periodikus felületi struktúrákat szeretnénk

kialakítani olyan lézert érdemes választani, amelynek impulzusa a relaxációs időnél kisebb, ekkor a felületen nem történik olvadás, az anyagot a felületből ablálja.

Femtoszekundumos lézer esetén a felület megmunkálás különböző zónák és mintázatok létrejöttéhez vezet.

A mikroszkópos vizsgálatok során azonosíthatók hullámok, kúpok, barázdák, melyek méretük, alakjuk, helyzetük, sűrűségük és mélységük változó. Néhány jellegzetes geometriát mutat be a 8. ábra.



8. ábra: A LIPSS különböző megjelenési formái [43]

Az általam vizsgált mintázat a barázdás mintázat, amely bizonyos periódusú hullámzást mutat. A kialakuló hullámok periodicitása a beeső nyaláb hullámhosszától, a felületi plazmon hullámhosszától, a közeg törésmutatójától és az impulzus beesési szögétől függ.

Homola, Wood és Fano a felületi plazmonokat a következőképpen definiálták: „keskeny sötét sávok a szórt fény spektrumában [...] anomáliáknak nevezett [...] kapcsolódó elektromágneses hullámok gerjesztése a diffrakciós rács felületén.”

Ugyanezt a jelenséget Kooymani a következőképpen definiálta: „terjesztő elektron a fém és a dielektrikum határfelületén fellépő sűrűségi hullámok.” [12]

1.2.5. Pásztázás

A nanostruktúrák pásztázással is létrehozhatók, ez különösen hasznos a nagyobb felületek létrehozásához főként ipari alkalmazások esetében. LSFL létrehozható alacsony pásztázási sebességek esetén, a képződést a Sipe modell jó leírja.

HSFL képződését nagy pásztázási sebesség mellett pedig a SEW modell írja le.

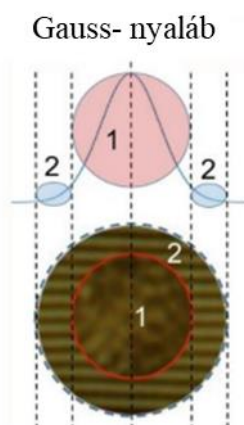
Mint már az előzőekben láthattuk a LIPSS-ek két fő típusát különböztetjük meg.

Ezek között vonalon belül, illetve már folton belül is megfigyelhető egy átmenet, tehát mindkét típus megjelenik, ezt hibrid LIPSS-nek nevezik. Pásztázás esetében a sebesség növelésével az LSFL-HSFL átmenet figyelhető meg.

Az átmenet során először az LSFL jelenik meg, melynek mintázata a beeső nyaláb polarizációjával párhuzamosak, az LSFL mintázat tetején HSFL jelenik meg, majd a szkennelés teljes tartományában HSFL alakul ki.

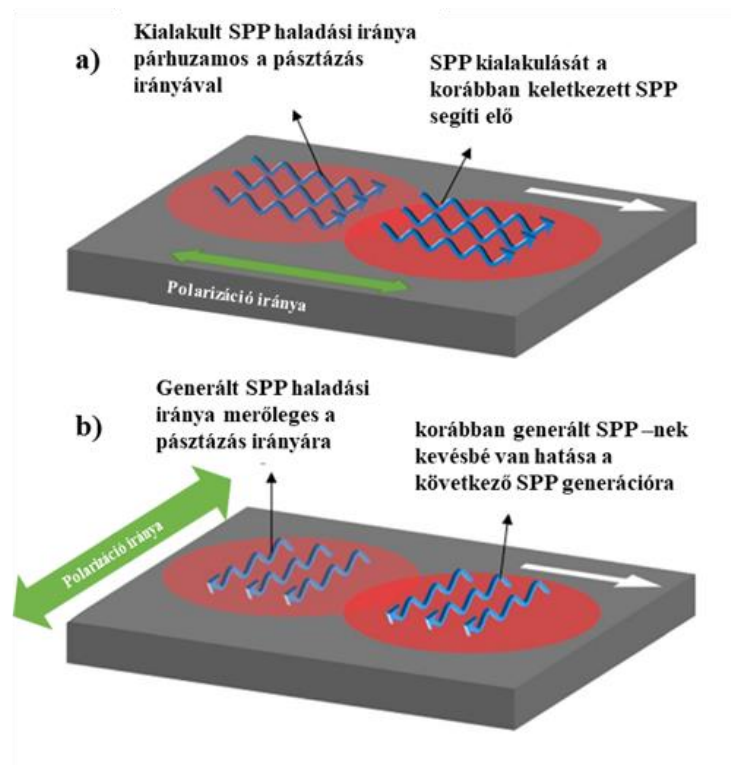
A jelenséget a szkennelési sebesség alatt elnyelt energia alapján lehet megmagyarázni.

Mivel a szkennер optika az általam használt berendezés esetén is galvanomotorral működtetett, így a pásztázás során fellép egy gyorsulási, egy stabil sebességű és egy lassulási szakasz is. Kis pásztázási sebességeknél az optika hosszabb idő alatt mozdul el a kiindulási helyzetéből és mivel a nyaláb a Gauss- eloszlást követi, így a folt közepén az intenzitás nagyobb, mint a folt szélein, emiatt a folt közepén több energia nyelődik el. A 9. ábrán az 1 zónaként jelölt területen a nagyobb elnyelt energia hatására erőteljesebb oxidáció lép fel, mint a szélek felé haladva. A szélek felé haladva kezd kialakulni az LSFL struktúra a képen a 2 zóna.



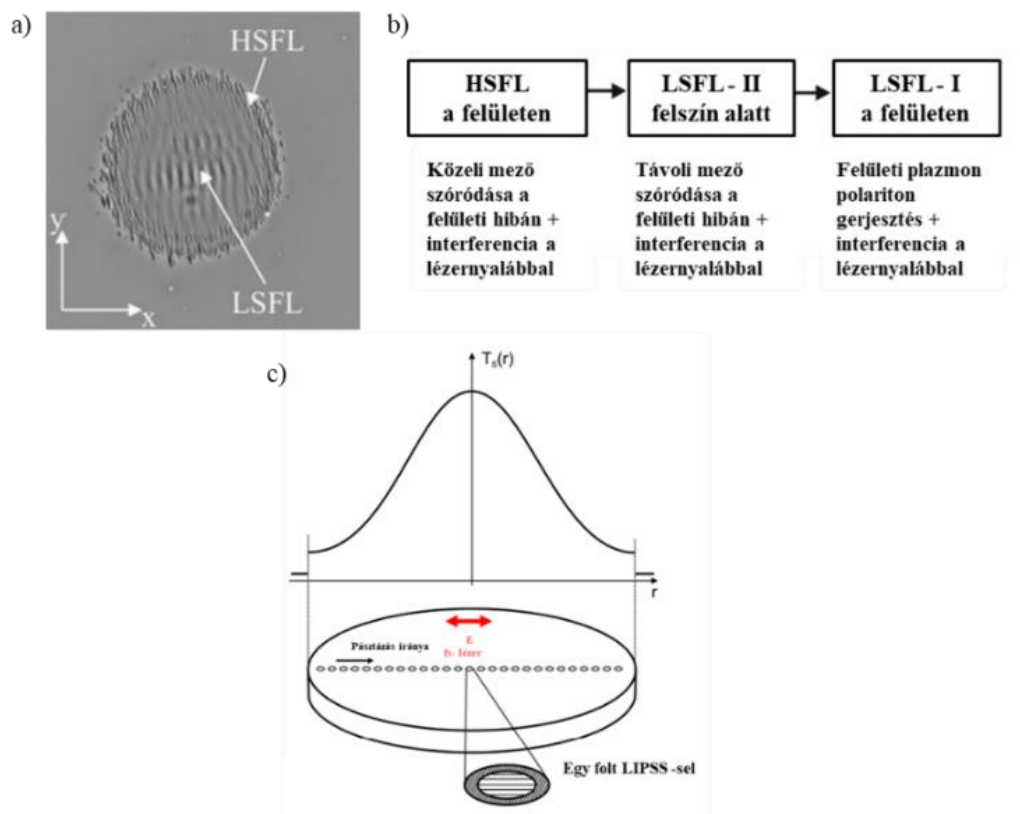
9. ábra: A folton belül keletkezett LIPSS típusai pásztázás esetén [14]

Öktem és társai kísérletéből jól látható, hogy a pásztázási sebesség növelésével az 1 zóna túlhevül és jelentős mértékben oxidálódik, addig a periodikusan létrejövő nanostruktúra a nagyobb mértékű energia abszorpció miatt a 2 zóna széle felé mozdul el, tehát a struktúra területe kisebb lesz, a zóna mérete csökken. A 2 zóna struktúrája a szabályos hosszú vonalából egy töredezett rövidebb vonalából álló mintázattá alakul, majd a pásztázási sebesség további növelésével a 2 zóna elhanyagolhatóvá válik, helyette az 1 zóna oxidált és túlhevült felülete jelenik meg [13].



10. ábra: SPP hatása a LIPSS kialakulására [45]

Egy tanulmányban egy másik kutatócsoport a foltok vizsgálata közben azt a megállapítást tett, hogy alacsony teljesítmény mellett az impulzus polarizációjára merőlegesen alakul ki HSFL, majd az impulzus energiáját növelve a folt közepén kezd kialakulni LSFL struktúra is, azonban a folt szélein még mindig megfigyelhető a HSFL, ezen megállapítások szemléltetése látható a 10. és 11. ábrán [14, 31].



11. ábra: a) Folton belüli LIPSS keletkezés [14]; b) LIPSS típusok közötti átalakulás [7]; c) LIPSS típusok keletkezése a pásztázás hatására [31]

1.3. LIPSS keletkezése a különböző anyagokon

A vizsgált nanostruktúrákat már többféle anyagon sikerrel létrehozták kutatócsoportok. A legtöbb esetben a kísérleteket femtoszekundumos lézerrel végezték, de találtam Ti: Sapphire és Nd: YAG és pikoszekundumos lézerrel végzett kísérleti tanulmányokat is.

Irodalmi áttekintéseim során a leggyakrabban a polimereken, üvegen, félvezetőkön, különböző vékonyrétegeken és különféle összetételű acélötvözeteken és szén-szálokon alakították ki a LIPSS struktúrákat.

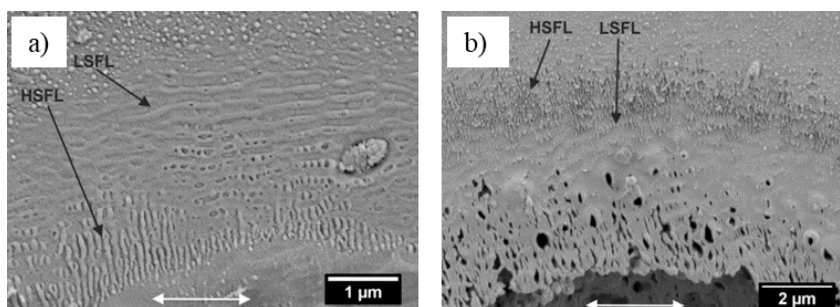
A különböző polimerek felületén pikoszekundumos lézerrel hozták létre a nanostruktúrákat. A kísérlet alapjául polikarbonátot (PC) és polisztirolt (PS) választottak.

A kísérletek során a Yb: YAG lézert használták, melynek ismétlési frekvenciája 1000 Hz volt a kísérlet során, a hullámhossz pedig 1030 nm, a polikarbonát esetében a hullámhosszt először 343, majd 515 nm volt.

A polikarbonát esetén először 343 nm mellett folytatott kísérlet esetén az ablált kráter körül koncentrikus gyűrűk jelennek meg, amelyből arra következtettek, hogy a lézer interferenciájából származnak. A kísérlet eredményeit a 12. ábra mutatja be.

A keletkezett struktúra HSFL, melynek periodicitása körülbelül 90 nm, irányultsága pedig a lézer polarizációjára merőleges. Az impulzusok számának növekedésével a koncentrikus

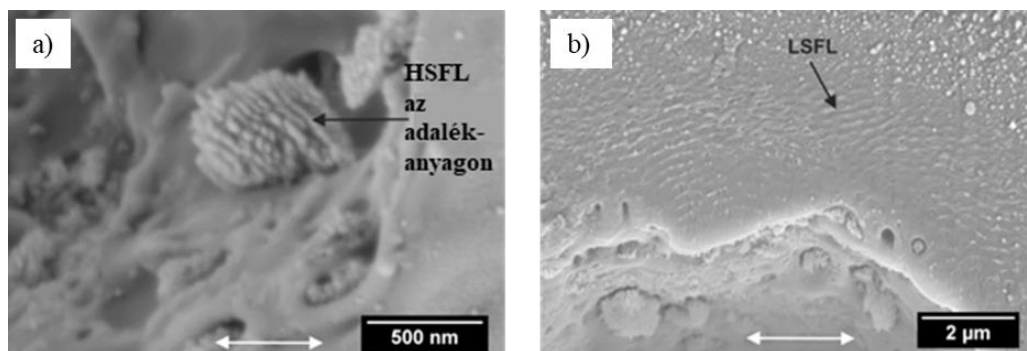
gyűrűk átalakulnak és LSFL válik belőlük, melyek periodicitása 190 nm körüli és párhuzamos a lézer polarizációjával.



12. ábra: LIPSS képződés polikarbonát (PC) felszínén 5000 impulzus esetén [15]

515 nm hullámhossz esetén LSFL jelenik meg a gyűrűk körül, melyek periodicitása megközelítőleg 370 nm. Ez az eredmény 250 impulzus után jön létre. A létrejött HSFL és LSFL is koncentrikusan helyezkedik el az abláció körül, majd az impulzusok számának növelésével a HSFL kezd erőteljesebbé válni, míg az ablált terület széle porózussá válik. Ezt azzal magyarázták, hogy 515 nm hullámhosszon a PC abszorpciója alacsonyabb, mint 343 nm esetén.

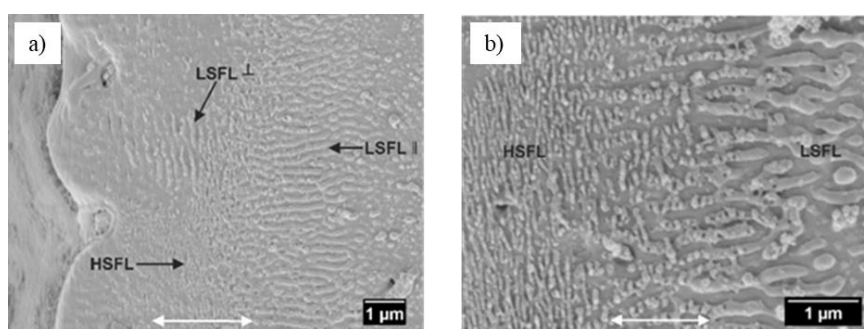
Polisztirol esetén felületi változás nem következett be 1000 impulzus ismétlési szám alatt, ezen ismétlés alatt az anyag megolvad az abláció körül, a felület kisimul. LIPSS ott keletkezhet, ahol olvadás történt, itt pedig HSFL alakulhat ki, körülbelül 50 nm periodicitással. Az ablációs kráterben megjelenhetnek apró csomószerű képződmények, melyek felületén HSFL képes kialakulni 70 nm periodicitással. A polimerben található adalékanyagok abszorpciója eltérő az alapanyaghoz képest, jobb abszorpcióval rendelkeznek, ezért képes a HSFL az adalékanyag tetején is kialakulni. LIPSS kialakulását ahogy már megismertük a nyaláb hullámhossza befolyásolja, ezért figyelhető meg, hogy a 215 nm impulzus esetén LSFL alakul ki az impulzus polarizációjával párhuzamosan, azonban 515 nm hullámhossz esetén LIPSS képződés nem figyelhető meg. Ezen eredmények láthatók a 13. ábrán.



13. ábra: LIPSS képződés polisztirol (PS) felületén: a) HSFL képződés a kivált adalékanyag felületén 1000 impulzus hatására, b) LSFL képződés 5000 impulzus hatására [15]

PC minták esetén 500 impulzus esetén vizsgálták a LIPSS képződést, ezt a 14. ábra szemlélteti. A kísérlet alapján 34 mJ/cm^2 energiaszint esetén a felület érdességének kialakulás megkezdődött, majd 62 mJ/cm^2 energiánál az anyag megolvad és lyukak is keletkeznek. Az olvadás mellett azonban kialakul LSFL körülbelül 290 nm periodicitással a nyaláb polarizációjával párhuzamosan, valamint HSFL is megjelenik kb. 100 nm periodicitással az impulzus polarizációjára merőlegesen. A magasabb energia bevitelek esetén az utóbbi típus jelenik meg dominánsan.

PS esetében a minta felületén nem jöttek létre nanostruktúrák, vagy csak módosításokkal voltak létrehozhatók az abláció melletti területen. HSFL jelent meg 100 nm periodicitással, míg alacsonyabb energia esetén az abláció helyétől távolabb kialakult LSFL is a nyaláb polarizációjával párhuzamosan. LSFL véletlenszerűen alakul ki azon energiaszintek mellett, mint HSFL. Az LSFL 500 és 5000 közötti átfedés esetén megfigyelhető, ennél nagyobb értékek esetén nem.



14. ábra: polisztirol felületén képződött LIPSS: a) 500 impulzus, b) 1000 impulzus esetén [15]

A fenti kísérletek alapján a kutatók arra a következtetésre jutottak, hogy PC esetén nanoszekundumos lézeres felület módosítás nem történik 248 nm hullámhosszon, mivel ezen hullámhosszon a PC abszorpciója nem megfelelő. Femtoszekundumos kezelés esetén 795 nm hullámhosszon már kialakul LIPSS. Rebollar és társai arra a következtetésre

jutottak, hogy az abszorpciós együtthatónak magasnak kell lennie, hogy a LIPSS képződéshez elegendő energia elnyelésére képes legyen az anyag.

Rézre vonatkozóan több tanulmány fellelhető, ezek közül egyet emelnék ki, amely az általunk is használt femtoszekundumos lézert alkalmazza a struktúra létrehozásához.

Több, mint 99,97% tisztaságú réz felhasználásával végezték a kísérletet, ezzel minimálisra csökkentették annak az esélyét, hogy egyéb ötvöző és szennyező anyagok befolyásolják a nanostruktúra kialakulását. A kísérlet során a lézer hullámhossza 515 nm, az ismétlési frekvencia 100 kHz, az impulzus időtartama ~ 300 fs és a maximális átlagos teljesítmény 1 W. Fontos megjegyezni, hogy a kísérletet levegő közegben végezték. A közeg szerepének a későbbiekben még fontos szerepe lesz. Az impulzusok száma 125, 167, 250 és 500 impulzus volt, a nyaláb fluxusa $0,81 \text{ J/cm}^2$.

Ennek hatására periodikus jellegű nanostruktúrák keletkeztek, orientációjuk pedig a nyaláb polarizációjára közel merőleges. Az impulzusszám növelésével a struktúra egyre határozottabbá vált.

A Ti6Al4V ötvözetnek fontos orvosi biológiai szerepe van napjainkban, többnyire protézisek anyagaként ismert. Így a LIPSS kutatások erre az ötvözetre is kiterjednek.

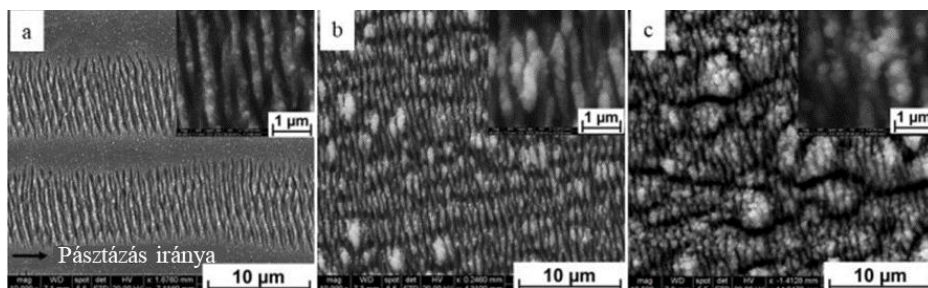
A kísérlet során egy femtoszekundumos lézerral hoztak létre a nanostruktúrát levegő közegben, a lézer paraméterei a következők:

a hullámhossz 1030 nm, az impulzus hossz 320 fs, a lézer típusa Yb szál lézer, melynek maximális energiája $10 \mu\text{J}$ és az impulzus frekvenciája 400 kHz. A kísérletet 3 különböző energia közlésével végezték el, azonban az impulzus szám minden esetben változatlan volt, 100 impulzus, ennek eredményei a 15. ábrán láthatók.

A 3 energia a következő: 0,08; 0,4; $1,2 \text{ J/cm}^2$ volt.

$0,08 \text{ J/cm}^2$ esetén a kialakult LIPSS periódusa $440 \pm 30 \text{ nm}$ és nem a teljes besugárzott felületen alakul ki, mivel a titán esetén a kialakuláshoz szükséges energia küszöbértéke $0,02 \text{ J/cm}^2$, ez pedig magasabb, mint az anyaggal közölt energia.

$0,4 \text{ J/cm}^2$ energiánál $710 \pm 40 \text{ nm}$ a struktúra periodicitása, azonban $1,2 \text{ J/cm}^2$ esetén az energia már meghaladja a küszöbértéket, így a LIPSS képes kialakulni a besugárzott folt egészen és a keletkezett olvadékcseppeken, törmeléken is, a nanostruktúra periodicitása $790 \pm 100 \text{ nm}$ volt.

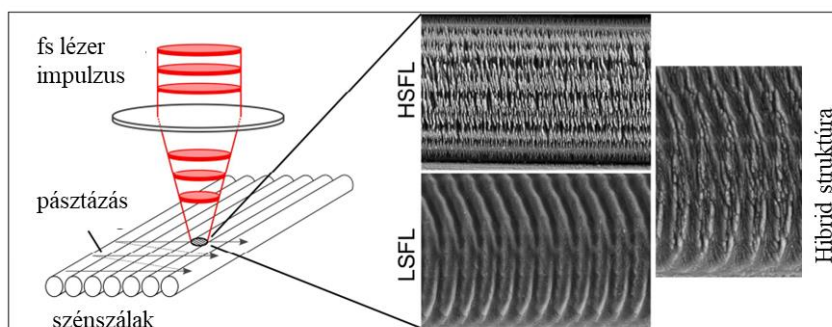


15. ábra: Ti6Al4V ötvözet felületén kialakult LIPSS különböző energiák esetén [17]

A LIPSS kialakulását ZnO vékonyrétegeken is vizsgálták femtoszekundumos lézerrel hozták létre a struktúrát, a lézerimpulzus időtartama 200 fs, hullámhossza 775 nm és az ismétlési frekvencia 2 kHz. A kísérlet során az impulzus energiája 18 és 50 nJ között változott, a fluencia $0,25 \text{ J/cm}^2$ és $0,7 \text{ J/cm}^2$ között, illetve a szkennelés sebessége 0,005 mm/s és 1 mm/s. $0,28 \text{ J/cm}^2$ fluencia mellett nem figyelhető meg a LIPSS struktúra, azonban véletlenszerűen a szkennelési irány mentén megfigyelhetők szemcsék. Majd magasabb fluencia esetén kezd el kialakulni az általunk ismert LIPSS szerkezet.

Üvegeken is létrehozható LIPSS, mégpedig boroszilikát üvegen Ti: Sapphire femtoszekundumos lézerrel, melynek impulzus energiája 7mJ, az impulzus időtartama 35 fs, hullámhossza 800 nm és az ismétlési frekvenciája 1 kHz. Az impulzus számot 10 és 50 között változtatták, a fluencia 2,27; 3,40; 4,3; $6,80 \text{ J/cm}^2$ értékre volt beállítva. Látható, hogy ezen értékek mellett a $2,27 \text{ J/cm}^2$ mellett az impulzus számokat változtatva kapták a legjobb eredményeket.

A következő tanulmány a szénszálokon létrehozott nanostruktúrákat mutatja be a 16. ábrán. A kísérlet során használt lézer Yb: KYW korong femtoszekundumos lézer, melynek hullámhossza 1025 nm, impulzus időtartama 300 fs, ismétlési frekvenciája 100 kHz, maximális energiája pedig 40 µJ. A karbonszálokon kialakulhat mind HSFL, mind pedig LSFL. A lézer fluenciáját a kísérlet során $0,5$ és $0,9 \text{ J/cm}^2$ között $0,2 \text{ J/cm}^2$ lépésközzel változtatták, a szkennelés sebességét 0,23 m/s értékben határozták meg. A szkennelés iránya az alábbi kísérlet sematikus ábráján is látható, hogy merőleges a szál tengelyére és a nyaláb polarizációja párhuzamos a szál tengelyével. $0,4 \text{ J/cm}^2$ fluencia besugárzás esetén HSFL képződik a nyaláb polarizációjára merőlegesen. A fluencia növelésével egyre határozottabbá válik a HSFL struktúra. Mivel a struktúra mélység-periódus aránya 1-nél nagyobb, így HSFL-I típus (mély hullámhosszú) alakul ki. A fluencia értéket tovább növelve a struktúra periódusa növekszik, azonban a fluencia értékét és az impulzusszámot együttesen növelve erőteljes abláció lép fel. Ez a szál keresztmetszetének, ezáltal a mechanikai tulajdonságainak romlásához vezethet.



16. ábra: Karbonszálakon létrehozott HSFL és LSFL [8]

A fluencia minimum értéke, ahol már megjelenik LSFL $1,6 \text{ J/cm}^2$, azonban itt még nem túl határozottan jelenik meg. Ennél a típusnál is merőlegesen jelenik meg a nyaláb polarizációjának irányára. Természetesen a karbonszálak esetében is megjelenhet egyszerre a LIPSS két típusa [8, 15, 16, 17, 18, 19].

1.3.1. A LIPSS alkalmazásának lehetőségei

A LIPSS-nek számos alkalmazási lehetősége ismert, többek között a színezés, a tribológia, a villanykörték emissziójának növelése, napelemek hatékonyságának javítása, sejtnövekedés, katalitikus aktiválás, üzemanyag befecskendezés és a nedvesítés, amelyet a későbbiekben ismertetek.

A színezés esetén a LIPSS diffrakciós rácsként viselkedik. A kialakult szín a hullámok méretétől, helyzetétől, a beesési szögtől és a megfigyelési szögtől függ. Elsőként Vorobey és Guo módosították a fémek optikai tulajdonságait femtoszekundumos lézerrel.

Az optikai tulajdonságok megváltoztatása a lézeres jelölés, az optikai adattárolás, a titkosítás és hamisítás elleni védelemben vált jelentőssé.

A sejtnövekedés az orvosi alkalmazásokban fontos, például a titán alapú anyagok, melyeket implantátumokhoz alkalmaznak csökkent a sejtadhézió, ezáltal nőtt az implantátum élettartama. A sejtek a LIPSS mentén helyezkednek el, a sejtek növekedése és a LIPSS mérete között összefüggés figyelhető meg.

Villanykörte emissziójának növelése úgy lehetséges, hogy a LIPSS jelenléte növeli az abszorpciót, így a kibocsátott hősugárzás növekszik. Ezt az elméletet először Guo és Vorobey bizonyította. A kísérletüket wolfram izzószálak villanykörte izzószálán végezték el, eredményként azt találták, hogy a kibocsátás hatékonysága növekedett.

Fémeken létrehozható antibakteriális felület, amely széleskörben alkalmazható, mind az egészségügyben, mind egyéb ipari és mindennapi életben. A baktériumok és mikrobák könnyedén képesek a felületeken megtapadni, azonban Cunha és társai felismerték az adhézió csökkenését és a LIPSS hatására fellépő biofilm képződést titán ötvözet esetében,

míg Epperlein és társai különböző fémek felületén létrehozott LIPSS hatását vizsgálták a baktériumok felületen való megtapadásának függvényében.

Katalitikus aktivitás során olyan folyamat játszódik le, ahol az elektróda anyagának aktív felülete fontos a reakció hatékonyságához. Lange és társai azt találták, hogy a lézeres felületkezelés hatására az aktív felület a polírozotthoz képest kb. 1500-szorosára nőtt.

A LIPSS alkalmas lehet az üzemanyag befecskendezés során is, amennyiben a gépjárművek befecskendező fűvókáiban olyan felületeket alkalmaznak, amelyek érdessége a LIPSS felület miatt megnövekedett. Az üzemanyag porlasztása javítható az átlagos cseppmérethez képest 10%-os csökkenés jelentkezik, a permetezési kúp szöge pedig mintegy 20%-kal nőtt a hagyományos fűvófuratokhoz képest.

Titánötvözetten egy reciprokáló csúszó tribológiai vizsgálatot végeztek, amely vizsgálat egy kereskedelmi forgalomban kapható motorolajban mozgó 10 mm átmérőjű edzett 100Cr6 acélból készült golyóval és egy Ti6Al4V bevonatú felület között végezhető el a meghatározott paraméterek mellett. A csiszolt felület csúszási együtthatója 1000 csúszási ciklus alatt 0,3- 0,5, míg LIPSS bevonatú felületen 0,12- 0,14. Tehát a LIPSS kedvezően befolyásolja az anyag súrlódási együtthatóját, ezáltal csökkenti a kopást [5, 8].

1.4. Nedvesítés elmélete

A nedvesítés egy folyékony közeg olyan képességét jelenti, hogy kapcsolat jöjjön létre a szilárd felülettel.

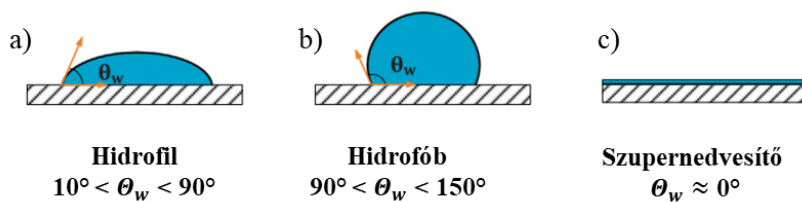
A nedvesíthetőség, amely nagyon fontos a ragasztókötések kialakításánál a szilárd test felületére vonatkozik, mértéke megadja, hogy a folyadék milyen mértékben nedvesítheti a felületet. Ez a tulajdonság mérhető, amennyiben a statikus érintkezési szöget (CA) mérik. Ennek mérésére a leggyakoribb módszer a nyugvócsepp módszer, ilyenkor a szilárd felületen nyugvó folyadék egyensúlyban van, a szöget (Θ) pedig a szilárdtest és gáz között mérik folyadékon keresztül.

Leggyakrabban desztillált vízzel vagy etilénlikollal végzik a méréseket.

Ha a felület nedvesítését vízzel vizsgáljuk, az alábbi megállapítások tehetők:

- a) Θ 0° - 180° - ig növekszik a teljes nem-nedvesítés állapota jön létre.
- b) $90^\circ < \Theta$: hidrofób
- c) $\Theta < 90^\circ$: hidrofil

Létezik egy ún. szupernedvesítő felület, amely közel 0° érintkezési szöget eredményez [41]. Ebben az esetben a folyadék a felülettel való találkozásakor nagy sebességgel terül el a felületen. A nedvesítési állapotok a 17. ábrán láthatók.

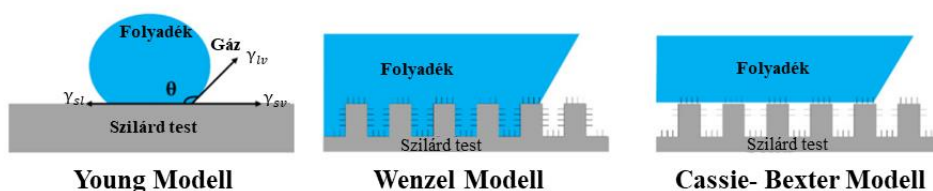


17. ábra: A különböző nedvesítési állapotok: a) hidrofil, b) hidrofób, c) szupernedvesítő [33]

A szilárd anyagok nedvesítési folyamatának leírására a Young- egyenlet alkalmas, amely a felületen nyugvó folyadékcsepp egyensúlyi állapotát írja le:

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{sv} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lv}} \quad (19)$$

Az egyenletben szereplő γ a felületi feszültséget jelenti a különböző közegek (szilárd-gáz, folyékony-gáz, szilárd- folyadék) határán. A felületi feszültség jelentése nem más, mint az egységnyi felületre jutó energia, mértékegysége: J/cm².



18. ábra: Különböző nedvesítési állapotok: a) Young modell, b) Wenzel modell, c) Cassie- Baxter modell [33]

A 18. ábrán az egyes nedvesítési állapotok jellemzői figyelhető meg, melyeket alább kifejték.

A Young- egyenlet egy közelítés, mivel csak ideális esetben írja le pontosan a folyamatot, azonban a valóságban a felületek rendelkeznek bizonyos mértékű felületi érdességgel.

Erre az esetre a Wenzel és a Cassie- Baxter egyenlet alkalmas, mivel a felületi érdesség növeli a felületet és a folyadékcseppek a felületi érdességbe hatolnak.

$$\cos \theta^* = r_f \frac{\gamma_{sv} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lv}} = r_f \cos \theta \quad (20)$$

ahol, r_f a felületi érdességi faktor, értéke nagyobb, mint 1, θ^* az érdes felületre vonatkozó peremszög, θ pedig a sima felületre vonatkozó peremszög [33].

Valós felületen két fő nedvesítési állapot alakulhat ki:

- a) Wenzel rezsím (homogén rendszer)
- b) Cassie- Baxter rezsím (összetett rendszer)

Wenzel állapotban a folyadék behatol a felületi érdességek közé, így kitölti a rendelkezésre álló területet. Ebben az esetben a rendszer energiája nagyobb a síkfelülethez képest, a folyadék teljesen nedvesíti a struktúrát. Cassie- Baxter állapotban amennyiben a felületi

érdeesség és a folyadékcsepp között gáz van, akkor egy a Wenzel állapotnál stabilabb állapot, a Cassie- Baxter állapot jön létre.

Ebben az esetben egy szilárd- folyadék- levegő határfelület jön létre:

$$\cos \theta^* = r_f \cos \theta \Phi_s + \Phi_g \cos \theta_{lg} \quad (21)$$

Az egyenletben Φ_s és Φ_g a részleges folyadék- szilárd és folyadék- levegő határfelületet jelöli. A határfelületek területe:

$$\Phi_s + \Phi_g = 1 \quad (22)$$

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

A (21) – (22) összefüggésekkel a következő egyenlethez jutunk [21]:

$$\cos \theta^* = r_f \cos \theta \Phi_s - (1 - \Phi_s) \quad (23)$$

A nedvesítésméréshez a legtöbb esetben néhány μl térfogatú desztillált vízcseppet alkalmaznak, ez jellemzően 5-10 μl [33, 35, 38, 39], de egyes tanulmányokban a kísérletet 2-3 μl térfogatú cseppel végezték el. Ezt a mérést makronedvesítésnek nevezik [21, 22, 37]. Amennyiben a felület lokális nedvesítési viszonyait szeretnénk vizsgálni azt a mikroskálán kell megtenni, tehát mikronedvesítési mérést kell alkalmazni. Ebben az esetben a csepp átmérője és magassága néhány nm, így a térfogata is igen kicsi, jellemzően nl vagy pl nagyságrendű [34, 26].

A lokális nedvesítési tulajdonságok vizsgálatának szempontjából a minél kisebb a csepptérfogat a kedvező. Ezt a mérési módszert jellemzően környezeti mezőemissziós pásztázó elektron mikroszkóp (E- FESEM) segítségével végzik [23, 24, 25].

A makro- és mikronedvesítésmérés közötti különbséget a 19. ábra mutatja be.



19. ábra: A mikro- és makronedvesítés sematikus ábrája: a) makronedvesítés; b) mikronedvesítés [35]

2. Célkitűzés

A dolgozatom célja a LIPSS keletkezésének áttekintése nemzetközi szakirodalmak alapján, majd a DP600 növelt szilárdságú acél felületén LIPSS felületek létrehozása és a keletkezett mikrostruktúra felismerése.

Továbbá áttekintem a más anyagokon keletkezett LIPSS struktúrákat, valamint a keletkezéshez szükséges energiákat. Foltok létrehozása során számítással megadom a LIPSS képződés energiáját. A SEM felvételek és a számított energiák alapján a LIPSS képződés folyamatait szakaszokba sorolom.

Az imént említett metódust alkalmazom a vonalak létrehozása során is. Eközben vizsgálom a pásztázási sebesség és az átfedés LIPSS keletkezésre gyakorolt hatását.

Ezt követően összefüggő LIPSS felületeket hozok létre mind levegő, mind pedig argon védőgáz közegben, majd ezek struktúráit vizsgálom SEM felvételek alapján.

A levegő közegben létrehozott felületen a LIPSS hatását vizsgálom a felület nedvesítési tulajdonságainak változását az idő függvényében.

3. Felhasznált anyagok és eszközök

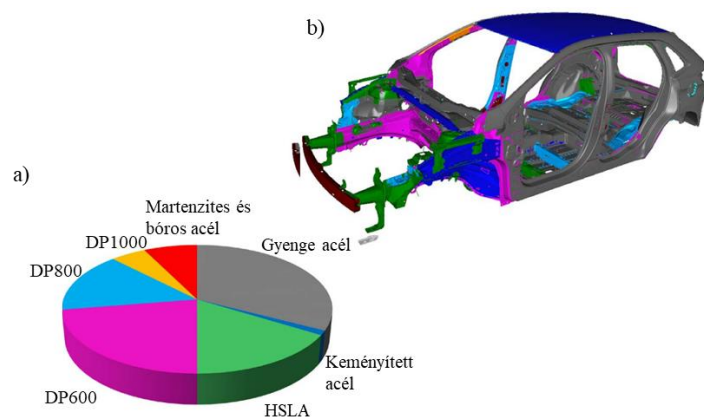
3.1. DP600 acél

Nevét az angol Dual Phase steel rövidítése után kapta, mint arra a neve is utal ez egy növelt szilárdságú kétfázisú acél. A 600 jelölés a garantált minimum szakítószilárdság értékét adja meg, melyet MPa-ban adnak meg. Szövetszerkezetét tekintve egy lágy, jól alakítható acél, melyben a martenzit diszperz eloszlással van jelen a ferritben. A kétfázisú acélok mikroszerkezetét a martenzit- ferrit arány határozza meg, ötvözőket alkalmazva és a martenzit- ferrit arányát változtatva a mechanikai tulajdonságok változtathatók.

DP600 acél esetében a ferrit- martenzit arány: 80% -20% [27, 28, 42].

Jelen van a piacon a kétfázisú növelt szilárdságú acéloknak több fajtája, pl.: DP800 vagy DP1000. A kétfázisú növeltszilárdságú acélok összetételében nincs számottevő eltérés.

Leggyakoribb felhasználási területe az autóipar, a 20. ábrán láthatók a különböző acélok a 2015 Ford Edge karosszériájában.



20. ábra: A 2015 Ford Edge karosszériákban megtalálható acélok: a) az acél típusok mennyiségének eloszlása [46], b) a karosszériában elfoglalt helyük [46]

Az általam felhasznált lemez egy hidegen hengerelt 1 mm vastagságú lemez volt, melynek kémiai összetétele egy FOUNDRY MASTER PRO típusú spektrométerrel korábban meghatározásra került, amelynek eredményét az alábbi táblázat foglalja össze:

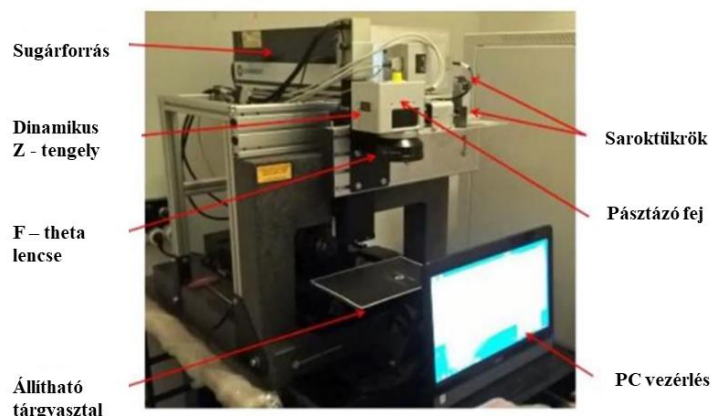
1. táblázat: DP600 összetétele spektroszkóppal meghatározott eredménye

Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
98,5	0,0928	0,202	0,911	0,0159	0,0058	0,0159	0,0020
Al	Co	Cu	Nb	Ti	V	W	Pb
0,0369	0,0174	0,0058	0,0312	0,0017	0,0183	0,0202	0,0084
B	Ca	Zr	Bi	As	N	Sb	
<0,0003	0,0003	0,0084	<0,0050	0,0025	0,0260	<0,0030	

Az összetétel eredménye százalékban értendő.

A kísérlethez felhasznált lemezek vastagsága 1 mm, a lemezek mérete pedig 50 mm x 25 mm volt. A továbbiakban bemutatott kísérletet ezen méretű darabokon végeztem el.

3.2. Femtoszekundumos lézerberendezés



21. ábra: A femtoszekundumos lézerberendezés kísérleti elrendezése [29]

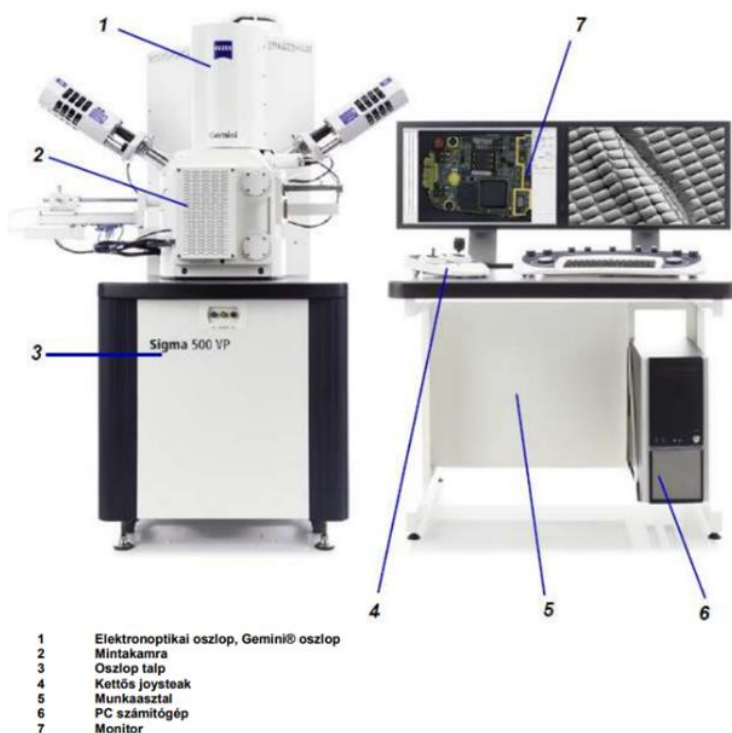
A 21. ábrán egy Coherent Monaco típusú femtoszekundumos lézerberendezés kísérleti elrendezése látható. A berendezés sugárforrása dióda gerjesztésű szállézer, melynek impulzushossza 277 fs és 10 ps között változtatható. Az impulzus ismétlési frekvencia 188 kHz és 50 MHz között meghatározott értékekre állítható be, 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, M^2 értéke 1,05. A nyaláb divergenciája $<1,0 \text{ mrad}$, fókuszálatlan nyalábátmérője $2,7 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$. A sugárforrásból kilépő nyaláb egy saroktükrön reflektálódik, majd a nyaláb a pásztázó fejhez jut. A pásztázó fejben két galvanomotoros szkennerek helyezkedik el, tükrei 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 vezérlő programon belül lehetőség van a szkennelési sebesség beállítására is, a sebesség 0,0001 m/s és 30 m/s között

tetszőlegesen változtatható. Lehetőség van egy ún. burst mód beállítására is, ez a beállítás az impulzusok számának beállítására szolgál [29].

3.3. Zeiss Sigma 500 VP téremissziós szkenning elektronmikroszkóp (FESEM)

Az elektronmikroszkóp elrendezését a 22. ábra mutatja be.



22. ábra: A téremissziós pásztázó elektronmikroszkóp elrendezése [30]

Az FESEM fókuszált elektronsugárral tapogatja le a tárgy képét vagy végez rajta analízist, majd az eredmény a képernyőn jelenik meg.

Működés közben az elektronágyú fej az oszlop és a mintakamra vákuum alatt helyezkedik el. Az elektronágyú működéséhez elengedhetetlen a vákuum, mivel az elektronok a gáz molekulákkal ütköznek, ez pedig akadályozza a működést. Az elektronágyú működésének feltétele, az elektronágyú vákuum értéke kisebb legyen, mint 10⁻⁸ mbar. Az elektron forrás Schottky termikus téremisszióval valósul meg, a kép létrehozásához szükséges gyorsító feszültség értéke 0,02- 30 kV. A SEM-mel elérhető nagyítás 10 és 1.000.000 között tetszőlegesen változtatható, a mintakamra mérete 358 mm x 270,5 mm, így ennél nagyobb mintadarabok nem vizsgálhatók.

A vizsgálat során használt detektor az In-Lens detektor.

Működési elve a primer elektronok és a minta kölcsönhatásakor keletkező szekunder elektronokon alapul. Ahhoz, hogy ezek az elektronok detektálhatók legyenek magát a

detektort a sugárnyalábbbba kell elhelyezni, a detektor pedig kiegészül egy elektromágneses lencsével, amely a detektorba fókuszálja a szekunder elektronokat.

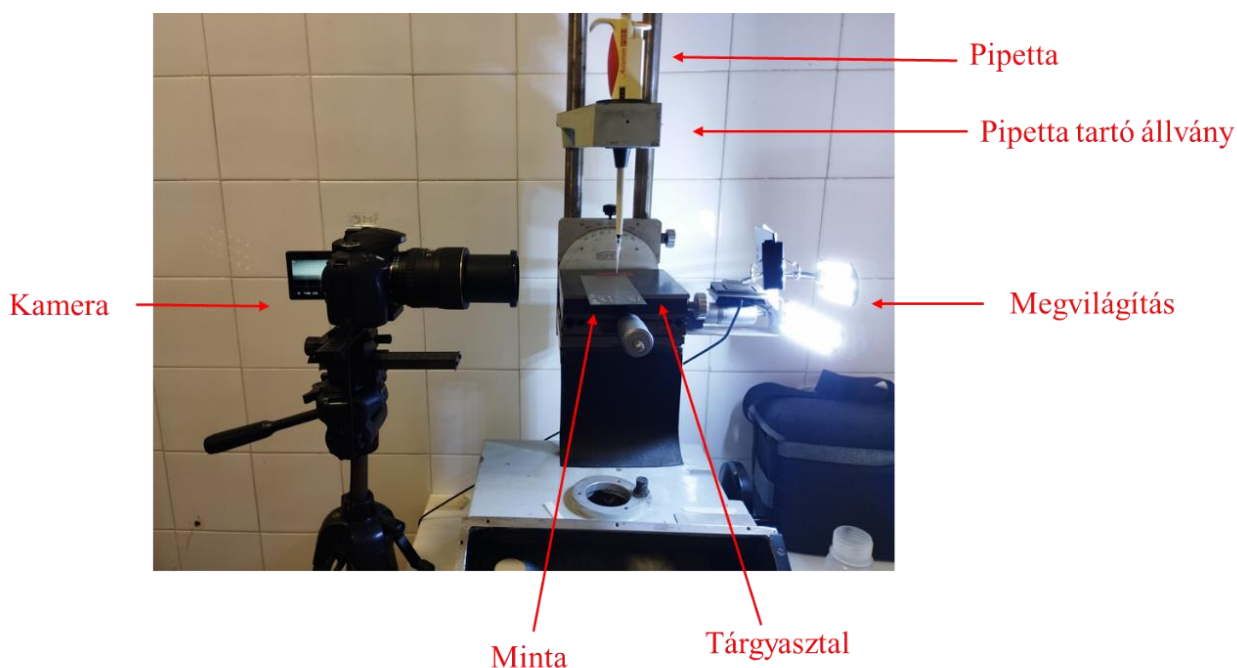
Az általam vizsgált mintákat is ezen detektorral vizsgáltam, mivel magas a detektálás hatásfoka, ezáltal igen részletgazdag felvételek készíthetők, illetve nem szükséges nagy gyorsítófeszültség alkalmazása, ennek szintén a kép részletességében van szerepe.

A detektor főként felületek vizsgálatakor használatos, mivel a kis gyorsító feszültség eredménye, hogy az elektronok csak kisebb mélységbe hatolnak a felületbe, emiatt az In-lens detektor felületek vagy ahhoz közel eső mélységek vizsgálatára alkalmas [30].

3.4. Nedvesítésmérő berendezés

A berendezés a nyugvócsepp módszeren alapul. A csepp a felületre dinamikus mozgással van a felületre nyomva, vagyis a folyadék lassú mozgással ér a felülethez. A módszer a felület nedvesítőképeségéről információval szolgál. A módszerhez szükséges egy fényképezőgép egy fényforrás és egy pipetta. A fényképezőgép és a fényforrás a cseppel egy vonalban helyezkedik el. A mintadarabot egy tárgyasztalra kell elhelyezni, így a fényképezőgép makró objektívjének középtengelye a vizsgálandó felülettel egybeesik. A vizsgálathoz szükséges térfogatú cseppet egy a felület felett stabilan elhelyezett automata pipettával lehet adagolni. A pipetta úgy van beállítva, hogy a hegye merőleges legyen a vizsgálandó felületre. A fényforrás a pipetta és a minta mögött van elhelyezve, így a képeken a folyadékcsepp kontúrja fog megjelenni, amelyen a peremszöget lehet mérni.

A kísérleti elrendezés a 23. ábrán látható.



23. ábra: A nedvesítés mérés kísérleti elrendezése

A képeket egy Nikon D5300 típusú tükörreflexes digitális fényképezőgéppel készítettem, amely egy Tokina AT-X AF 100 mm f/2.8 típusú makró objektívvel rendelkezik. Az 1:1-es leképezéshez a makró lencse fókusztávolságát a legkisebbre kell állítani, ekkor a legnagyobb a nagyítása. Az ISO érzékenységtartomány 100-as értékre lett állítva, az optimális fényképezési beállítások pedig 1/100-as záridő és f10-es rekesz nyitottság volt [32].

4. KUTATÁSI EREDMÉNYEK ÖSSZEFOGLALÁSA

Dolgozatom egyik célja a LIPSS képződésének és létrehozásának tanulmányozása volt. A LIPSS jellemzőinek megismerése után a csoportosításukkal és a LIPSS típusainak megismerése volt a célkitűzés.

Ezen eredményeket az 1. és 2. fejezetek tartalmazzák. Az elméleti ismeretek birtokában elkezdtem a LIPSS létrehozására irányuló kísérleteimet a DP600 növelt szilárdságú acél felületén.

A kísérletet 3 fő részre osztottam, mindhárom folyamat más célokra irányult.

A LIPSS felületek létrehozása és azokon nedvesítésmérés folyamata az alábbi részfeladatok alapján történt:

- a) Foltok létrehozása és a benne keletkezett mikrogeometriai struktúra vizsgálata
- b) Felületek létrehozása, keletkezett struktúra azonosítása, jellemzőinek meghatározása
- c) Nedvesítésmérés a létrehozott felületen

4.1. Foltok létrehozása

A LIPSS létrehozását foltok esetében jelen fejezetben ismertetem.

Először is 50 mm x 25 mm méretű lemezeket vágtam a kísérlethez. Majd az acél felületét előkészítettem a kísérlethez, ehhez 96% -os metanollal tisztítottam meg a felületet, majd szárítottam meg. A megfelelő minta előkészítésre azért volt szükség, hogy a szennyeződést kizárjam a kísérlet során, mint zavaró tényezőt. A nem megfelelő minta előkészítés hibás eredményhez vezethet, mivel a lézernyaláb a felületi érdességeken szóródik, így az esetleges szennyeződések is szóródhat, továbbá a felületen lévő olaj a nyalábot reflektálhatja, így a felület a kívánnál kevesebb energiát abszorbeálhat.

A lézer ismétlési frekvenciáját 750 kHz-re állítottam be, mivel ekkor 1 impulzus hagyja el a berendezést 277 fs időközönként. A kísérletet a burst üzemmód bekapcsolásával végeztem és 1 impulzust állítottam be, így a felületet mindössze 1 impulzus érte. Majd meghatároztam a vizsgálandó teljesítményeket W-ban és százalékos arányban is. A kísérlet során a teljesítmény 1,5-onként változott, ez százalékosan 2,5 százalékot jelent.

A keletkezett foltokat pásztázó elektronmikroszkóppal vizsgáltam, a létrejött struktúrákról többféle nagyításban készültek felvételek, jelen dolgozatban az 50.000-szeres, a 10.000-szeres és a 2.500-szoros nagyítású felvételeket használtam fel.

A foltok esetén a célom az volt, hogy a LIPSS keletkezésének egyes fázisaihoz tartozó energia értékeket meghatározzam.

Ennek első lépéseként meghatároztam a keletkezett foltok átmérőjét. Ez a felületi hibák miatt nem minden esetben volt egyszerű és pontos mérés.

A további elemzéshez az adatokat táblázatba foglaltam, melyet a 2. táblázat mutat be.

A vizsgálathoz szükségem volt a lézer teljesítményének értékére százalékosan megadva, a berendezés ismétlési frekvenciájára, az egy impulzus energiájára, valamint a foltátmérőjének értékére.

2. táblázat: A LIPSS kialakulásához szükséges energia számítások egy impulzus esetén

%-os beállított teljesítmény	foltátmérő [μm]	frekvencia [Hz]	impulzus energia [μJ]	teljesítmény [μJ]	1 foltra eső intenzitás [mJ/cm ²]
0,0%	-	747 000	80	-	0,00
10,0%	50	747 000	80	8,0	4 074
13,3%	54	747 000	80	10,6	4 646
12,5%	52	747 000	80	10,0	4 709
11,7%	50	747 000	80	9,3	4 755
14,2%	55	747 000	80	11,3	4 768
10,8%	45	747 000	80	8,7	5 448
17,5%	55	747 000	80	14,0	5 893
20,0%	57	747 000	80	16,0	6 270
22,5%	58	747 000	80	18,0	6 813
25,0%	60	747 000	80	20,0	7 074
27,5%	62	747 000	80	22,0	7 287
30,0%	62	747 000	80	24,0	7 949
32,5%	64	747 000	80	26,0	8 082
40,0%	71	747 000	80	32,0	8 082
42,5%	73	747 000	80	34,0	8 124
45,0%	74	747 000	80	36,0	8 370
35,0%	65	747 000	80	28,0	8 438
37,5%	67	747 000	80	30,0	8 509
47,5%	74	747 000	80	38,0	8 835
52,5%	77	747 000	80	42,0	9 019
50,0%	75	747 000	80	40,0	9 054

55,0%	78	747 000	80	44,0	9 208
57,5%	78	747 000	80	46,0	9 627
60,0%	79	747 000	80	48,0	9 793
65,0%	82	747 000	80	52,0	9 847
62,5%	80	747 000	80	50,0	9 947
67,5%	78	747 000	80	54,0	11 301
72,5%	78	747 000	80	58,0	12 138
70,0%	76	747 000	80	56,0	12 344
75,0%	78	747 000	80	60,0	12 557
77,5%	79	747 000	80	62,0	1 2649
80,0%	80	747 000	80	64,0	12 732
85,0%	81	747 000	80	68,0	13 196
82,5%	78	747 000	80	66,0	13 812
87,5%	79	747 000	80	70,0	14 281
90,0%	80	747 000	80	72,0	14 324
100,0%	82	747 000	80	80,0	15 149
95,0%	78	747 000	80	76,0	15 905
92,5%	74	747 000	80	74,0	17 206
97,5%	75	747 000	80	78,0	1 7656

A 2. táblázatból is jól látható, hogy a frekvencia és az impulzus energia a kísérlet során nem változott, értékük 747.000 Hz és 80 μJ volt.

A teljesítmény 0 és 60 W között változott, a foltátmérőt pedig SEM felvételeken mértem, értékét μm -ben adtam meg. A foltátmérők értékét több folton elvégzett mérés alapján adtam meg, az átlagértéket vettem alapul a további számításokhoz. Az értékek szórást mutatnak, ami a technológiából, az anyag szerkezetéből és a felület állapotából adódik.

A képen az egyes színek a LIPSS kialakulásának egyes szakaszait jelölik.

Az egy foltra eső intenzitás számításához szükséges a teljesítmény értéke, ezt a beállított százalékos teljesítmény és az impulzus energiájának szorzatából μJ értékben kaptam meg. Végül az eddig kapott eredmények felhasználásával kiszámítottam az 1 foltra eső intenzitás értékét, melynek mértékegysége mJ/cm^2 .

A kiszámításához a már meghatározott teljesítmény értékét osztottam a folt területével, ügyelve a mértékegységek helyes átváltására, így a kapott eredmény mJ/cm^2

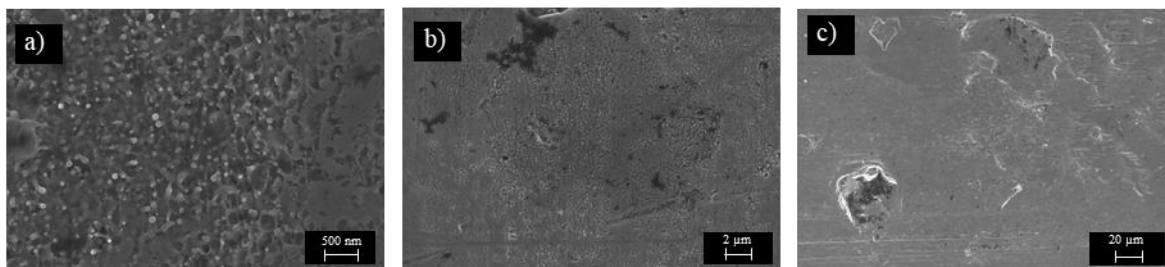
mértékegységben lesz megadva. A százalékos eredmények helyenként nem növekvő sorrendben követik egymást, hanem ugrás figyelhető meg, ez a felületi hibákra és a hengerlésből adódóan kialakult kissé inhomogén abszorpcióra vezethető vissza.

A táblázatban szereplő színjelölések az egyes fázisok közötti átmeneteket jelöli.

A kezeletlen felületen az anyag sajátosságaiból és a hengerlésből adódó repedések vannak jelen, itt lézeres besugárzás nem történt.

4.606 mJ/cm² intenzitás esetén a 24. ábra c) képen lokálisan felületi érdesség látható, ám ebben a nagyításban egyéb a LIPSS-re jellemző struktúra nem észlelhető. A b) képen megfigyelhető, amit a LIPSS képződésről tudunk, tehát a struktúrához vezető felületi elváltozások az anyaghibák és repedések szélén kezdenek el kialakulni, mivel a felületi érdesség segíti a nyaláb energiájának abszorpcióját. Azonban az is látható, hogy a struktúra inhomogén. Az a) képen szintén látható az inhomogenitás, ami abból ered, hogy ez a bevitt energia még nem elegendő a homogén mikrostruktúra kialakulásához. Bizonyos mértékű struktúra már kialakulóban van, vékony nyúlványok, a végükön oxid gömbökkal, de ez a struktúra a folton belül csak lokálisan jelentkezik.

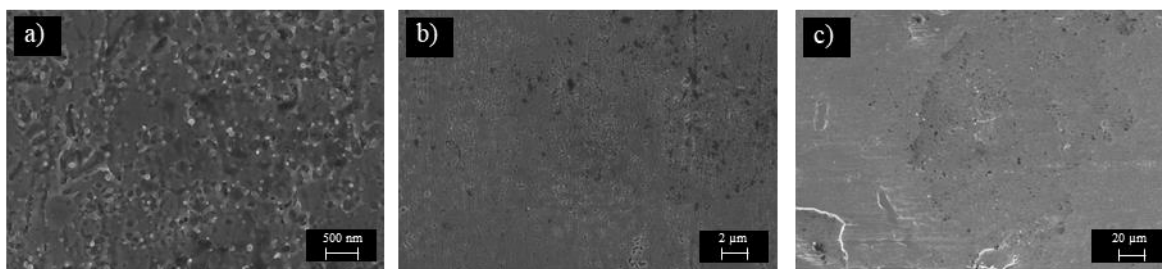
Történtek vizsgálatok ezen energiabevitel alatt is, azonban felületi elváltozás nem volt kivehető még a SEM felvételek alapján sem, így arra a következtetésre jutottam, hogy ez egy határ energia (a 2. táblázatban pirossal jelölt) és ez alatt nem indul meg a LIPSS képződés.



24. ábra: 4.606 mJ/cm² intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

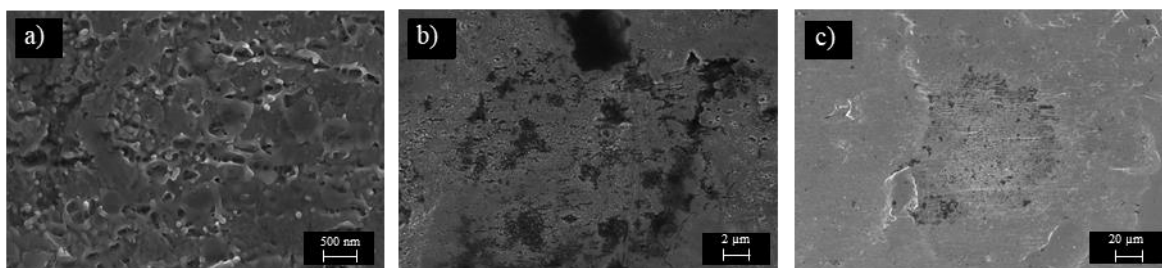
Az energiát növelve 5.448 mJ/cm² energia értékig nincs számottevő változás, azonban ezen az értéken már jobban kivehető, hogy a hengerlésből és az anyaghibákból eredő repedések mentén egyre erőteljesebb az energia elnyelődésből adódó felületi struktúra kialakulása, ezt szemlélteti a 25. ábra c) képen 2.500-szoros nagyításban szintén csak lokálisan figyelhető meg gyenge felületi érdesség, számottevő felületi struktúra nem jelentkezik. A b) képen, azonban erős inhomogenitás figyelhető meg a felületen, felületi érdesség már a folt egészén megfigyelhető. Az a) képen már egy kevésbé inhomogén folt látható, a struktúra kialakulása ott jelentősebb, ahol az eredetileg kezdett kialakulni, viszont megfigyelhető az is, hogy a

felületi inhomogenitásoktól távolabb eső területeken is megkezdődik egy bizonyos struktúra kialakulása. Azonban ez az energia még nem elegendő a homogén LIPSS kialakulásához.



25. ábra: 5.448 mJ/cm^2 intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

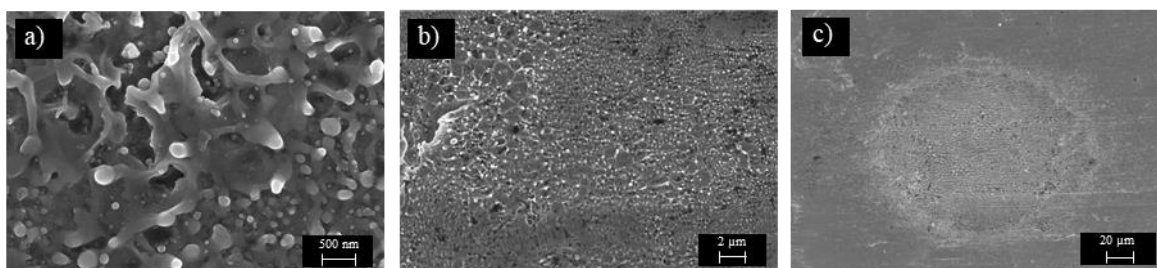
Az energia bevitt még tovább növelve a bevitt energia 5.893 mJ/cm^2 -re nőtt. ezt az energiaszintet a keletkezés szempontjából egy határvonalnak tekintetem (22. ábrán kékkel jelölt), mivel ezen energiabevitel felett már látható, hogy a kialakuló struktúra már vízszintes orientáltságot is mutat és kialakul a szakirodalomból megismert LIPSS. A 26. ábra c) képen már jól látszik a folt területe, a folt közepén már felületi struktúra kialakulása látható, azonban még erősen inhomogén a terület. A b) képen még mindig erősen inhomogén felület látszik, azonban már egyre több helyen kezd el kialakulni a keresett struktúra. Az a) képen 50.000-szeres nagyításban jól kivehető, hogy a LIPSS-re jellemző sávozottság már kezd kialakulni a felületen, azonban a nyúlványok még nem mutatnak orientáltságot.



26. ábra: 5.893 mJ/cm^2 intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

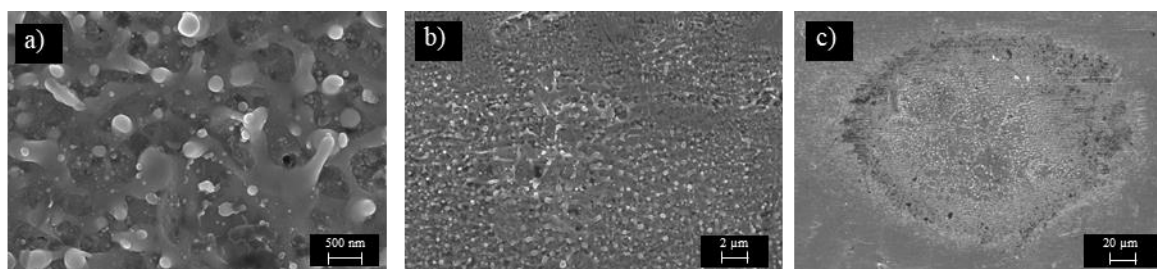
Az egy impulzussal a felületbe besugárzott energiát még tovább növelve elkezd kialakulni a LIPSS, továbbá az energia növelésével a különböző típusai jól azonosíthatók az egyes képeken. 8.082 mJ/cm^2 (2. táblázatban zölddel jelölt) esetén már a 27. ábra c) képen már 2.500-szoros nagyításban is megfigyelhető a LIPSS, a folt egészen jelentkezik a LIPSS-re jellemző vízszintes orientáltság, a holt teljes területén homogén struktúra látható. A b) képen 10.000-szeres nagyításban is jól látszik, hogy a vízszintes orientáció elkezd kialakulni, azonban a kép bal felső sarkában még megtalálható az eddig megfigyelt rendezetlenség. Továbbá az is jól látszik a képen, hogy a struktúra már homogén, mivel a folt egészében létrejön, azonban az is jól látszik, hogy a Gauss- eloszlásnak megfelelően a folt szélén csak

gyengén jelentkezik a LIPSS, ellentétben a folt közepével. Valamint az is jól látható, már ekkora nagyítás esetén is, hogy a folton belül létrejöttek szemcsésebb területek, illetve olyanok is, ahol a nyúlványok jelenléte a meghatározó. A 2. táblázat zöld és narancs közé eső tartományban már létrejön a LIPSS, azonban ezt a szakaszt tovább bontottam a mikrostruktúrák alapján. Ez alapján azonosítható egy finomabb szerkezetű LIPSS. A 27. ábra a) kép alapján már az is látható, hogy a nyúlványok hossza nagyobb az átmérőjükhöz képest, nőtt a nyúlványok mennyisége, valamint az oxid gömbök mennyisége is változik, már nemcsak a nyúlványok végén van jelen, hanem megjelenik a nyúlványok között a kezelt felületen is.



27. ábra: 8.082 mJ/cm^2 intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

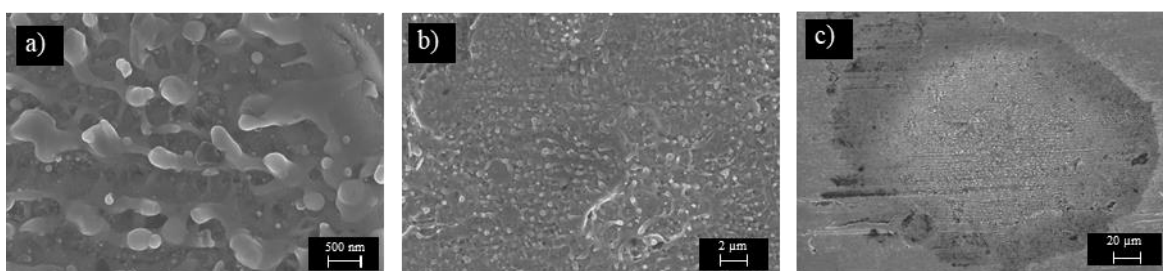
9.847 mJ/cm^2 intenzitás mellett a 28. ábrán már jól látszik, hogy egy durvább, szemcsésebb, de még LIPSS jelleget mutató struktúra jön létre. A c) képen a teljes folt területén LIPSS képződött, a folt szélén vízszintes orientáltóságú struktúra képződött, míg a folt közepén már egy durvább szerkezetű, orientáltságot kevésbé mutató geometria jött létre. b) képen már látszik, hogy a nyúlványok átmérője vastagabb a hosszukhoz képest, az oxid gömbök még jelen vannak a nyúlványok végén. Vízszintes elrendeződés látható, illetve a folt egészében megfigyelhető a mikrogeometria. Az a) képen már az is látható, hogy a felületen lévő oxid gömbök mennyisége nő, itt már nem egyértelmű az orientáció.



28. ábra: 9.847 mJ/cm^2 intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

14.324 mJ/cm^2 energia esetén a 29. ábrán már egyértelműen látható a felület olvadása, így az ezen energia feletti tartomány határenergiajának ezt az értéket választottam, melyet a 2. táblázatban jelöltem (narancssal jelölt). Érdekes megjegyezni, hogy még ezen energia érték esetén is megfigyelhető a LIPSS jellegzetes sávozottsága. A 29. ábra c) képen szintén a 28.

ábra esetén leírt struktúra figyelhető meg, jelentős változás ezen nagyításban nem látható. A b) képen, azonban ez az elrendeződés már csak lokálisan jelentkezik. Elmondható, hogy a geometria egészében az olvadás a jellemző, amely eltorzítja a struktúra geometriáját. Ez az olvadás miatti változás a geometriában az a) képen még részletesebben megfigyelhető. Az a) kép jobb felső sarkában látható egy olyan részlet, amelyen már az olvadt nyúlvány látható, illetve a felületen lévő oxid gömbök száma is számottevő. Továbbá az is megfigyelhető a képen, hogy a nyúlványok között kapcsolat alakul ki. Ennek az a magyarázata, hogy ilyen jelentős energia bevitel esetén az anyag megolvad, az impulzus hatására tovaterjed majd a látható geometria szerint dermed meg.



29. ábra: 14.324 mJ/ cm² intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

Körülbelül 8.000 mJ/cm² és 9.700 mJ/cm² intenzitás között a vékonyabb vonalak, finomabb szerkezet, ún. LSFL keletkezik. Ezen tartomány felett, ahogy az 1. számú melléklet bemutatja kb. 14.000 mJ/cm² intenzitás határig egy durvább, lokálisan szemcsésebb, vastagabb vonalakat tartalmazó LIPSS alakul ki, ezt a szakirodalom HSFL-ként írja le.

4.2. Vonalak létrehozása

A programot a SCANLAB LASERdesk programban készítettem el minden esetben. A vonalak létrehozását két módszerrel kíséreltem meg. Az első esetben a vonalat egymástól foltátmérőnyi távolságban fekvő pontok halmazára bontottam, mivel így volt biztosítható, hogy a foltok között átfedés ne jöjjön létre. Azonban a program a nagyszámú ponthalmazt nem tudta létrehozni, így egy másik módszerrel, a pásztázással hoztam létre a vonalakat. A pásztázás esetén először is meg kellett határoznom a pásztázás sebességét. A számításokat egy nagyobb sebességtartományban végeztem el, majd a kapott energia értékeket összevettem az egy foltra jutó intenzitással. A számításokat a foltoknál megismert minden százalékbán megadott teljesítmény esetén elvégeztem, vagyis 39 különböző teljesítmény érték mellett 16 sebesség esetén, ezzel összesen 624 esetet vizsgáltam meg, ezt követően összevettem a két táblázat adatait (2. és 3. táblázat) és olyan teljesítményt választottam a további vizsgálatok elvégzésére, ahol az

egy foltra eső intenzitás értéke közel azonos az egy foltok és a felületek vizsgálatakor. A számításokat összevetettem a SEM felvételekkel is, ez alapján a legideálisabb paraméterként 50% teljesítményt választottam. Ezt követően a számításokat több sebesség esetén is elvégeztem. Az eredményeket a 3. táblázat foglalja össze.

A különböző pásztázási sebességekkel létrehozott foltok vizsgálatához a vonalak hossza azonos, 3 mm volt, ezzel biztosítottam a számítások összehasonlíthatóságát. A számításaimhoz több paramétert vettem figyelembe, melyeket a 3. táblázat foglal össze azon paramétereket és eredményeket, melyek értéke változik a kísérlet során. A vonalak létrehozásához a lézerberendezés frekvenciájának szintén a 75 kHz értéket választottam, azonban a frekvencia valós értéke 747 kHz, így itt is, mint a vonalak esetén, ezzel az értékkel számoltam. Az impulzus energiája a foltokhoz képest szintén változatlan, mivel 747 kHz esetén az impulzus energia 80 μJ . Mivel a teljesítmény értékét 50% -ra változtattam, így az egy impulzus energiája is változott, 40 μJ -ra, ez az érték a kísérletem alatt változatlan maradt. A vonalak hosszát 3 mm hosszúságúnak határoztam meg, ez elegendő hossz ahhoz, hogy a szkennel optika gyorsulását és lassulását a kísérlet során elhanyagoljam. A SEM felvételeket ezen okból a vonalak közepéről készítettem, ahol ez a mozgásból adódó hatás nem jelentkezik, az optika sebessége egyenletesnek tekinthető.

A foltátmérőt végig 80 μm -nek vettem, a korábbi foltok esetén és a vonalak esetén mért értékekből. A foltátmérők értékét több folton elvégzett mérés alapján adtam meg, az átlagértéket vettem alapul a további számításokhoz. Az értékek szórást mutatnak, ami a technológiából, az anyag szerkezetéből és a felület állapotából adódik.

Két impulzus között eltelt időt a frekvencia reciprokaként adtam meg, majd kiszámítottam, hogy a 3 mm hosszúságú vonal hány másodperc alatt készül el, ehhez ismert a vonal hossza és a beállított pásztázási sebesség, illetve a felületre jutó energiák számításához először kiszámítottam a vonal területét.

Ezután rátértem a különböző pásztázási sebességek esetén az energiák kiszámítására. A sebességet mm/s értékben adtam meg 0,2 és 20000 között változtatva a 3. táblázatban. Ezt a módszert a 4.1 fejezetben ismertetett 2. táblázatban feltüntetett értékekre végeztem el vonalak esetében is. Ezután összevetettem az egy foltra eső intenzitás értékét a foltok esetében kapott értékkel. A finomszerkezetű (LSFL) struktúrák körülbelül 8000 mJ/cm^2 és 9600 mJ/cm^2 intenzitás között jön létre. Az egy foltra eső energia intenzitása teljesíti ezt a megfigyelést, mivel ezek közelítő értékek és már említett tényezők befolyása miatt inhomogenitás, valamint mérési és így számítási pontatlanságok előfordulhatnak.

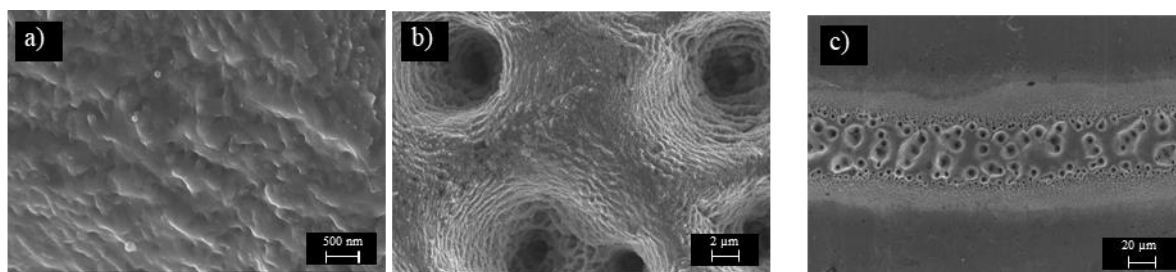
3. táblázat: A számított vonalenergiák és az átfedések mértéke 50% teljesítmény esetén

Sebesség [mm/s]	Impulzusok száma a vonalban [db]	Energia a vonalban [mJ]	1 cm ² -re jutó energia [mJ/cm ²]	1 foltra eső intenzitás [mJ/cm ²]	Átfedés értéke [%]	Teljes energia bevitel [mJ]
0,2	11 205 000	448 200,0	186 750 000	7 957,7	100,00%	95 110 994,0
0,5	4 482 000	179 280,0	74 700 000	7 957,7	100,00%	38 044 397,6
1	2 241 000	89 640,0	37 350 000	7 957,7	100,00%	19 022 198,8
5	448 200	17 928,0	7 470 000	7 957,7	99,99%	3 804 439,8
10	224 100	8 964,0	3 735 000	7 957,7	99,98%	1 902 219,9
25	89 640	3 585,6	1 494 000	7 957,7	99,96%	760 888,0
50	44 820	1 792,8	747 000	7 957,7	99,92%	380 444,0
100	22 410	896,4	373 500	7 957,7	99,83%	190 222,0
200	11 205	448,2	186 750	7 957,7	99,67%	95 111,0
500	4 482	179,3	74 700	7 957,7	99,16%	38 044,4
1000	2 241	89,6	37 350	7 957,7	98,33%	19 022,2
3000	747	29,9	12 450	7 957,7	94,98%	6 340,7
4000	560,25	22,4	9 338	7 957,7	93,31%	4 755,5
5000	448,2	17,9	7 470	7 957,7	91,63%	3 804,4
10000	224,1	9,0	3 735	7 957,7	83,27%	1 902,2
20000	112,05	4,5	1 868	7 957,7	66,53%	951,1

Pásztázással létrehozott vonalak esetén két paraméter fontos: a pásztázás sebessége és az ebből adódó átfedés.

A 3. táblázatban zölddel jelöltem azt a sebességtartományt, illetve az átfedéseket, ahol 1- nél különböző az értéke. Az átfedés értéke számítható a frekvencia, a pásztázás sebességének és a foltátmérő értékének ismeretében. A 3. táblázat alapján belátható, hogy a sebesség értékének csökkentése az átfedés értékét növeli. Nem érdemes nagyon kis sebességeket választani, mivel az az anyag olvadását okozhatja. A zölddel kiemelt sebességek esetén pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat történt. A 3 táblázatban, pirossal jelöltem azt a tartományt, ahol az anyag megolvad, mikrostruktúra nem alakul ki. Zöld színnel azt a tartományt emeltem ki, ahol LIPSS képződés van jelen, illetve a narancssal jelölt tartományban már nem, vagy csak nem számottevő mértékben képződik a struktúra.

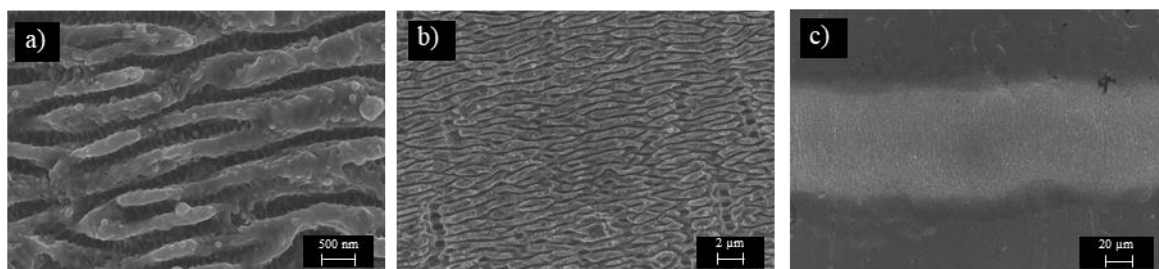
A vizsgálataimat 0,2 mm/s értéken kezdtem és a számítások alapján beláttam, hogy 25 mm/s esetében is egymáson helyezkednek el a foltok. Ezen esetekben nem átfedés jön létre, hanem a foltok egymáson keletkeznek majd a nyaláb az elmozdulás miatt a vonal mentén egy nyalábátmérőnyit ugrik és itt hozza létre a foltokat, továbbra is többet egymáson. Az első megfelelő érték 50 mm/s volt. Az energiákat áttekintve az látható, hogy az egy foltra eső energia 50% teljesítmény mellett végig azonos, a foltoknál megismert LIPSS keletkezési tartományba esik, azonban az 1 cm²-re jutó energiát és az átfedést megvizsgálva már látszik, hogy túl nagy az energia, ezt a SEM felvételek is igazolták, az anyag megolvadt és égés figyelhető meg a vonal széleken, nem látható rajta a keresett mikrostruktúra. SEM felvételek több nagyításban készültek, de a magyarázathoz nem használtam fel az összeset. A magyarázathoz nem használtam fel az összes SEM képet. Lényeges változás nem figyelhető meg 100 mm/s sebességnél sem, mivel az átfedés értéke még itt is túl magas. A 30. ábrán 200 mm/s volt a pásztázás sebessége, így az 1 cm²-re jutó energia intenzitása 186.750 mJ/cm², az átfedés mértéke pedig 99,67%. Az a) képen egy nem túl mély, olvadt felület látható, egyértelmű struktúra nem ismerhető fel. A b) képen mély lyukak és a körülöttük lévő olvadásból származó hullámváz, majd dermedésből adódó struktúra figyelhető meg, majd a nagyobb nagyításban már jól megfigyelhető a pásztázás mentén a Gauss eloszlásnak megfelelő erőteljes olvadás, amely az anyag hevítése közben létrejött lyukakat is tartalmaz (c) kép).



30. ábra: 186.750 mJ/cm² intenzitás, 99,67% átfedéssel készült vonal SEM felvétele: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

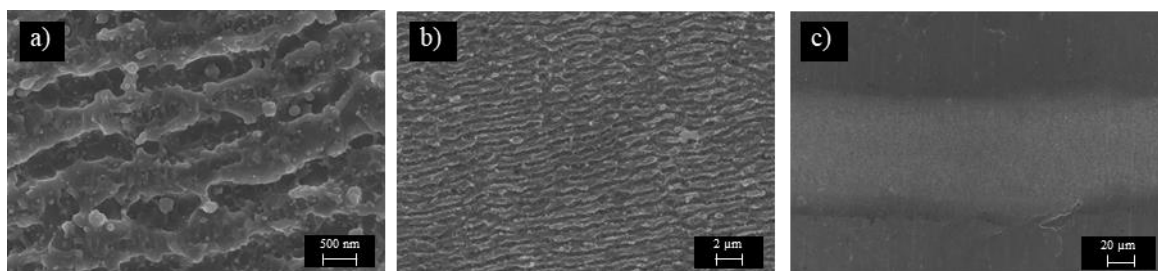
A sebesség növelésével csökken az 1 cm²-re jutó energia értéke és az átlapolódás mértéke is. 500 mm/s sebesség estén az 1 cm²-re jutó energia értéke már csak 747.000 mJ/cm², az átlapolódás mértéke pedig 99,16%. A 31. ábra c) képen már kivehető egy függőleges irányú struktúrálódás, olvadás nem kivehető a képen. A b) képen már nagyobb nagyításban az is megfigyelhető, hogy létrejött a LIPSS-re jellemző struktúra. Az is jól látható, hogy létrejött, mind LSFL-I, mind pedig LSFL-II, tehát a nyaláb polarizációjára merőleges és azzal párhuzamos elrendeződés is. A polarizációra merőleges (LSFL-I) elrendeződés kisebb szigetcsoportokra tagolódáshoz vezetett. Ezek a „szigetek” egy durvább struktúrát eredményeznek, így ez a mikrostruktúra nedvesítésmérésnél a LIPSS-ektől eltérően

viselkedik. 50.000-szeres nagyításban (a) kép) már a vonalak egymáshoz képesti elhelyezkedése és a közöttük lévő távolság is jól kivehető. Továbbá a felületen apró oxidgömbök jelennek meg a besugárzás hatására.



31. ábra: 747.000 mJ/cm² intenzitás, 99,16% átfedéssel készült vonal SEM felvétele: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

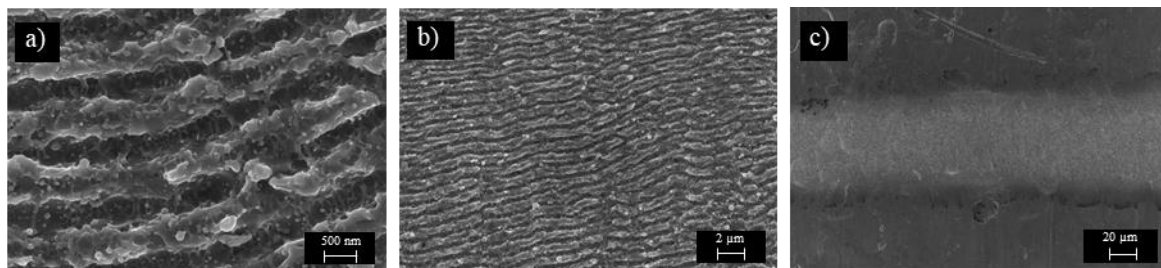
A továbbiakban egyre homogénebb struktúra alakul ki, így a következő érdekes paraméter, ahol változás történik 3.000 mm/s pásztázási sebességnél történik, vagyis az 1 cm²-re jutó energia 12.450 mJ/cm², az átfedés értéke pedig 94,98%. Ezen energia értéknél figyelhető meg először vonalak esetében egy rendezett mikrostruktúra. Már a 32. ábra c) képén is egy homogén vonal látszik, majd a b) képen már nagyobb nagyításban szintén látszik a vonal homogenitása, hosszú, egybefüggő vonalak figyelhetők meg közöttük kis hézag található. Ezen a nagyításon az oxidgömbök jelenléte csekély, azonban az a) képen már jól látszik, hogy a képződött nyúlványok végén nagyobb méretű gömbök, míg a felületen kisebb méretű gömbök keletkeztek, az is jól látszik a képen.



32. ábra: 12.450 mJ/cm² intenzitás, 94,98% átfedéssel készült vonal SEM felvétele: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

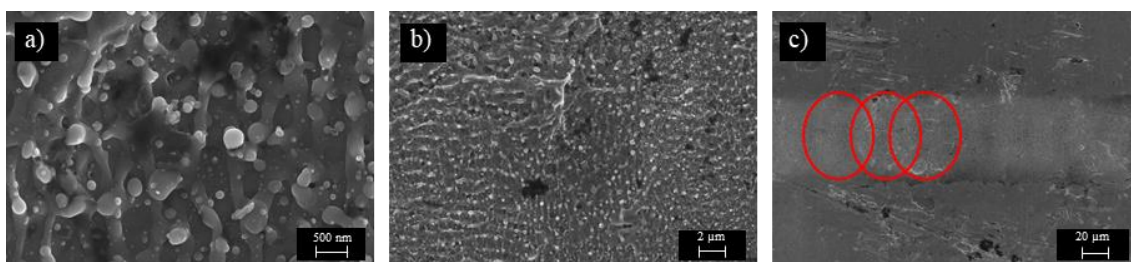
A következő energia érték 9.338 mJ/cm², ehhez az értékhez 4.000 mm/s sebesség és 93,31% átfedés tartozik. Mint az előző esetekben, a 33. ábra c) képén is 2.500-szoros nagyításban csak annyi látható, hogy a vonal homogén. Majd a nagyítást növelve már a struktúra szerkezete is látható (b) kép), illetve megállapítható, hogy homogén a keletkezett felületi struktúra, a vonalak szabályos lefutásúak, tehát bennük törés, illetve irányváltogatás nem figyelhető meg. Az optikából adódó hullámszerűség látható ugyan, de ez kiküszöbölhető, mint arra rátértek az 4.3. fejezetben. Az a) képen már olyan részletek is látszanak, mint a felületen lévő oxid-gömbök mennyiségének ugrásszerű növekedése, a nyúlványok ellaposodás és

eltűnése, így a végükön eddig megfigyelhető nagyméretű oxid-gömbök is eltűntek. Illetve az is látszik, hogy a LIPSS-en belül vékony csatornák keletkeznek a sávok között, az eddig látott SEM felvételeken erre nem volt példa.



33. ábra: 9.338 mJ/cm² intenzitás, 93,31% átfedéssel készült vonal SEM felvétele: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

A sebességet még tovább növelve az átfedés értéke drasztikusan lecsökken, már jól elkülöníthetők, illetve mind a mikro, mind a makro felvételeken egy rendezetlen struktúra látszik. A sebességet 20.000 mm/s-ra növelve, az energia értéke drasztikusan lecsökken, már csak 1.868 mJ/cm², illetve az átfedés értéke is csökken, a 34. ábrán látható, hogy jelentősen lecsökken, 66,53%-ra. Ezen értékek mellett már jól kivehetők az egyes impulzusok, ezeket a 34. ábra c) képen piros körökkel jelöltem, ezzel is szemléltetve az egyes impulzusok átfedését. A b) képen még lokálisan megjelenik a LIPSS vízszintes irányban, azonban ez egy sokkal durvább struktúra, a sávok között jóval nagyobb tér van. A struktúra egésze rendezetlenséget mutat, ezt pedig az a) kép szemlélteti, ahol is az látszik, hogy a keletkezett struktúrák semmiféle orientációt nem mutatnak. Az alacsony abszorbeált energia miatt nyúlványok ugyan jöttek létre, azonban ezek hossz az átmérőjükhöz képest kicsik. A nyúlványok végén a nagyméretű oxidgömbök ismét megjelennek, a felületen keletkezett kisméretű oxid- gömbök száma pedig csökken.

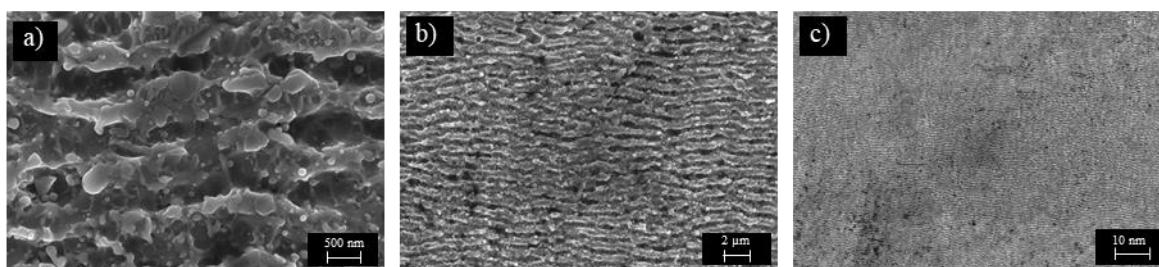


34. ábra: 1.868 mJ/cm² intenzitás, 66,5% átfedéssel készült vonal SEM felvétele: a) 50000-szeres, b) 10000-szeres, c) 2500-szoros nagyításban

4.3. Felületek létrehozása levegő közegben

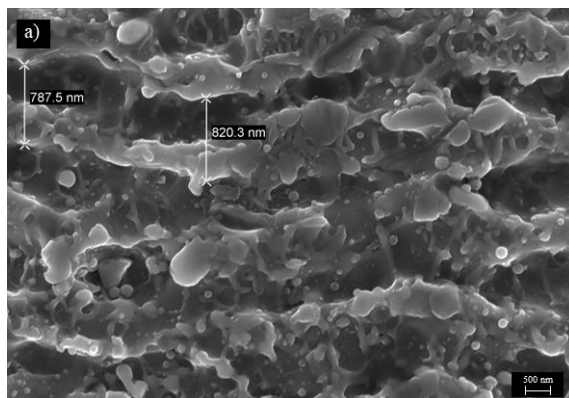
A felületek létrehozásához először a vonalakra volt szükség. A vonalak SEM felvétele alapján kiválasztottam a legoptimálisabb vonal paramétert, amelyből a felületet képeztem.

A vonalak alapján azt vettem észre, hogy a vonal irányához képest a LIPSS keletkezés néhány fokos szöggel eltér. Ez az optika következménye, a nyaláb polarizációja a vízszinteshez képest körülbelül 12° -kal az óramutató járásával ellentétes irányban tér el. Mikroszkópos vizsgálatokkal határoztam meg a szöget, amikor a LIPSS párhuzamos lesz a vonallal. Mivel nem volt túl jelentős az eltérés, így feltételeztem, hogy 10° és 20° közötti értékkel kell elforgatni a programban a felületet. Fokként változtattam, majd fénymikroszkóppal vizsgáltam a LIPSS irányát. Ez alapján a 12° -kal történő elforgatás volt a legjobb eredmény. A felületek létrehozásához legoptimálisabb paraméternek a 9.338 mJ/cm^2 intenzitású és 93,31% átfedéssel készült vonalat választottam, ami összhangban van a foltoknál megállapított LIPSS képződés energiájának tartományával. A felületeket először szabad levegőn, majd argon védőgáz közegben hoztam létre, a felületek mérete $3 \times 3 \text{ mm}^2$.



35. ábra: 9.338 mJ/cm^2 intenzitású vonalból készített felület SEM felvétele levegő közegben: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

A 35. ábrán a szabad levegőn létrehozott LIPSS felület látható a különböző nagyítások mellett. A felület mérete miatt a teljes felületről nem készült SEM felvétel, azonban a c) képen látható, hogy a felület egésze homogén, a felületen helyenként felületi hibákból adódó foltok vannak jelen, azonban ez a további vizsgálatoknál számottevő eltérést nem okoz. A b) ábrán nagyobb nagyításban látható, hogy szabályos lefutású vonalak vannak jelen a felületen, a vonalak nem töredezettek, a vonalak között olvadás nem figyelhető meg. Az a) képen már az oxid gömbök mennyisége is jól látszik a felületen, illetve az is, hogy a vonalakat vékony csatornák kötik össze egymással. Valamint az is megfigyelhető, hogy a vonalak felszíne nem egyenletes, hanem kitüremkedések figyelhetők meg a felületükön.

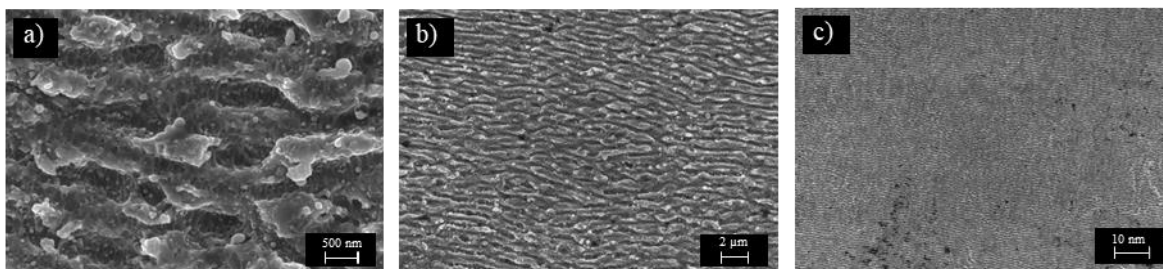


36. ábra: 9.338 mJ/cm^2 intenzitású vonalból készített felület SEM felvétele levegő közegben 50000-szeres nagyításban

A 36. ábrán láthatók a sávok közötti távolságok, ez a LIPSS típusának megállapítására szolgál. A LIPSS típusainak áttekintésekor megismertük a HSFL és az LSFL típusokat, illetve azt is megismertük, hogy LSFL képződése akkor lehetséges, ha $\Lambda > \lambda/2$, illetve HSFL esetén ez $\Lambda < \lambda/2$. Az általam a kísérlet során alkalmazott lézer hullámhossza $\lambda = 1035 \text{ nm}$, így belátható, hogy a felületen keletkezett LIPSS az LSFL típusba sorolható. További elemzésre, vagyis a mélységperiódus vizsgálatára nem volt lehetőségem, így annak megállapítása, hogy a vizsgált felület HSFL-I vagy HSFL-II típus jelen dolgozatnak nem része.

4.4. LIPSS felület létrehozása argon védőgázban

Az imént ismertetett paraméterekkel (9.338 mJ/cm^2 intenzitás, 93,31% átfedés) felületet készítettem argon védőgázban is. Ennek mérete szintén $3 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ volt.

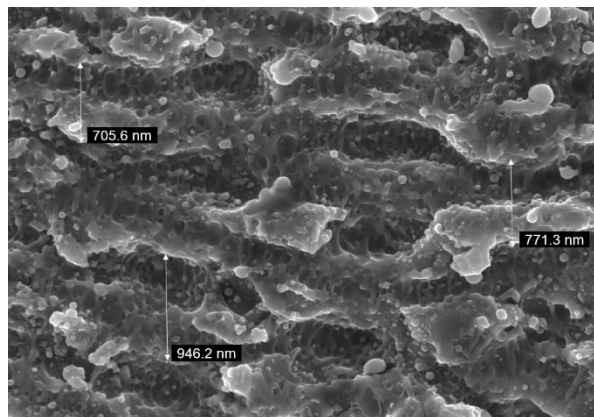


37. ábra: 9.338 mJ/cm^2 intenzitású vonalból készített felület SEM felvétele argon közegben: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban

A 37. ábrán az argonban történt felület kezelés eredménye látható. A c) ábrán szintén egy összefüggő, néhány felületi hibát tartalmazó felületet láthatunk, csakúgy, mint a levegő közegben kezelés esetén. A b) képen már jól látható, hogy a vonalak egymás mellett töredezés mentesen haladnak, azonban a levegőn kezelt mintával szemben lényegesen rövidebbek és helyenként függőleges vonalak jelennek meg. Majd az a) képen sokkal több részlet látható, mint például, hogy a vonalak hossza nem azonos, vannak hosszabb vonalak,

amelyek közé rövidebbek ékelődtek. Illetve a levegős kezeléshez képest eltérés az is, hogy a vonalak felületén kevesebb a kitüremkedés, azok felülete egyenletesebb, valamint az oxid gömbök száma is csökkent. Azonban egy lényeges eltérés a két közegben létrehozott LIPSS felületeknél, hogy az argon közegben létrehozott felület esetén a vonalak közötti csatornák száma jóval magasabb, mint a levegő közegben létrehozott esetben.

A 38. ábrán argon védőgáz közegben létrehozott LIPSS felület SEM felvétele látható 50.000-szeres nagyításban, amelyen a sávok közötti távolságot is mértem. A mérés alapján megállapítható, hogy $\Lambda > \lambda/2$, tehát a képződött LIPSS a LSFL típusba sorolható.



38. ábra: 9338 mJ/cm² intenzitású vonalból készített felület SEM felvétele argon közegben 50.000-szeres nagyításban

4.5. Nedvesítés mérés

A nedvesítés mérést a már korábban optimálisnak választott felületen (9.338 mJ/cm² intenzitás, 93,31% átfedés) végeztem el. Az 4.3. és 4.4. fejezetben két különböző közegben létrehozott felületet ismertettem, én a levegő közegben kezelt felületet választottam a nedvesítés méréshez.

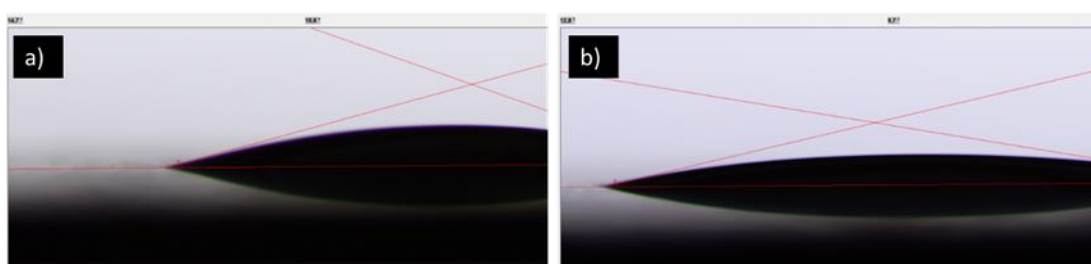
A vizsgálathoz előzetesen előkészítettem a felületet, metanollal megtisztítottam a felületet, majd létrehoztam a struktúrát. A kísérlet elvégzésekor a laboratóriumban 20°C ± 1°C volt, illetve a páratartalom 40-60% között változott. A cseppentést desztillált vízzel és ≥99% tisztaságú etilénlikollal végeztem.

A méréshez 5 µl térfogatú cseppet használtam, mivel a szakirodalmak többnyire ekkora térfogatot említene, természetesen előfordul ettől eltérő térfogatú cseppel való vizsgálat is. Meghatároztam a vizsgálandó időtartamokat is, tehát a mintákat laborkörülmények között hagytam a lézeres strukturálást követően.

A vizsgálandó időpontokat percekben adtam meg, melyek a következők: 0; 15; 30; 45; 60; 75; 90; 105; 120; 180; 240; 300; 360; 420; 480 perc, tehát a vizsgálat 8 órát tett ki.

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. Ezután a tárgyasztalt elkezdtem a csepp irányába mozgatni, majd óvatosan a csepp aljához mozgattam a vizsgálandó felületet, ezt követően leengedtem a tárgyasztalt és bepózicionáltam a kép készítéséhez, majd lefényképeztem. Ugyanezen műveletet végeztem el Mind a desztillált vízzel történt, mind pedig az etilénlglikollal történt cseppentés esetén készültek képek. Ezek peremszögét egy peremszögmérő program segítségével mértem meg, mindkét folyadék esetében. A peremszöget a felület és a folyadékcsepp érintkezésénél mértem. A peremszögeket a jobb és bal oldalon is megmértem, mivel eltérés előfordul a két oldal szögének mérésekor, így a kapott értékek átlagával számoltam tovább. A peremszögekből a felületi energia értékek számíthatók. A peremszög mérés a 39. ábrán látható.



39. ábra: Mért peremszögértékek a) desztilláltvíz esetén b) etilénlglikol esetén

Ehhez a Fowkes- egyenletet használtam:

$$\sqrt{\sigma^D_L \sigma^D_S + \sigma^P_L \sigma^P_S} = \frac{\sigma_L(\cos \theta + 1)}{2} \quad (24)$$

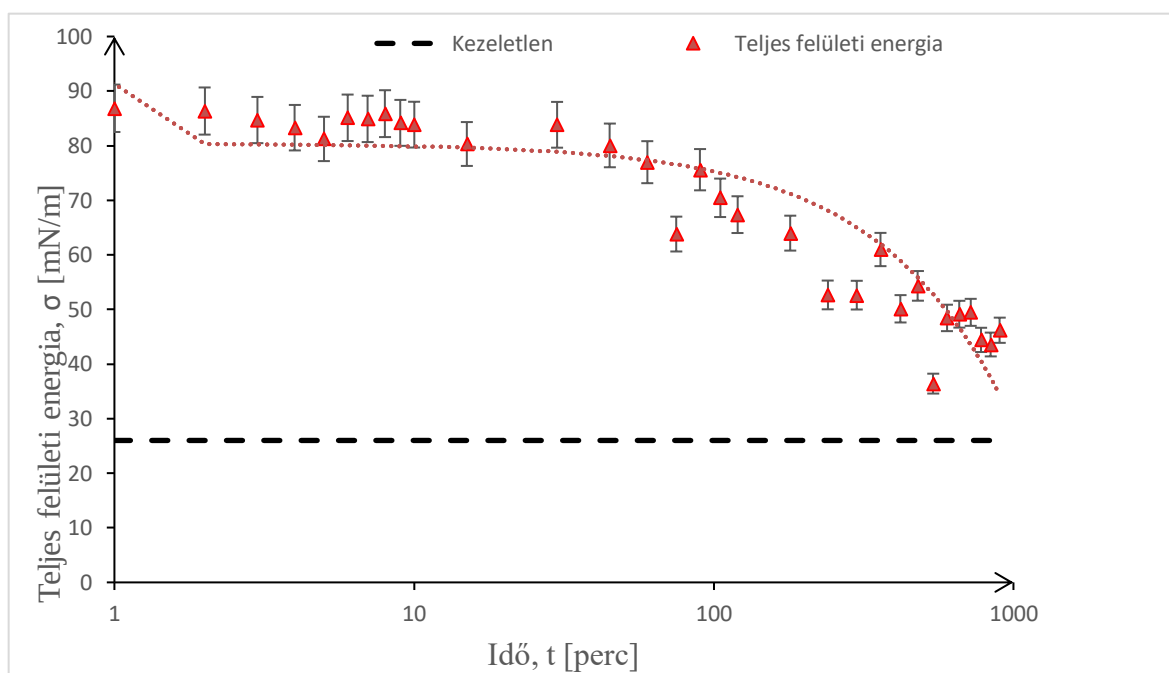
A polár és diszperz értékeket mind az etilénlglikol, mind pedig a desztillált víz esetén a 23. egyenlet 0-ra rendezésével kaptam meg. A teljes felületi energia két komponensből tevődik össze, egy diszperz és egy polár részből áll. Az egyenlet kiszámításához felhasználtam a desztillált víz és az etilénlglikol diszperz és polár értékét 20°C-on, ezek a számítás során végig állandók maradnak, így a változó komponensek a mért peremszögek átlagai.

A desztillált víz diszperz értéke 21,80 mN/m, polár értéke pedig 51 mN/m. Etilénlglikol esetén a diszperz rész 29 mN/m; a polár rész értéke pedig 19 mN/m.

A számításokat elvégeztem a diszperz és a polár részre is, majd a végeredményt az összegük adja meg. A teljes felületi energia a felület nedvesítési képességét mutatja meg, tehát értéke minél nagyobb, annál jobb a felület nedvesíthetősége. A 40. ábra alapján belátható, hogy az eltelt idő függvényében a nedvesítési képesség csökken, vagyis, míg kezdetben a felület jó jól nedvesíthetőnek számított, idővel ez a felület ezen képessége megszűnik. 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.

A kezelés óta eltelt időt percekben adtam meg, a vizsgálat összesen 900 percig, vagyis 15 órát tartott. Kezdetben a mérések 15 percenként történtek, tehát a mintákat úgy készítettem

elő, hogy először a későbbi mérésekhez tartozó minták készültek el, hogy a meghatározott idő elteltével vizsgálhatóak legyenek. Végül a legkorábbi vizsgálatokhoz szükséges mintákat készítettem el, legutoljára a 0 perces, vagyis az azonnali vizsgálati minta készült el. A 0 perces minta esetén nem volt biztosítható az azonnali mérés, a minta elkészülte 1 percet vett igénybe a lézerberendezésben, majd a vizsgáló labor távolsága miatt szintén egy perc telt el a vizsgálatig. A többi minta esetén ez már nem fordult elő, mivel a minták a vizsgálólaborban kaptak helyet a vizsgálatig, illetve a nedvesítésméréshez a szükséges előkészületek előre megtörténtek. Az első 120 percet 15 perces vizsgálati intervallumokra osztottam, így pontosabb képet kaptam a nedvesítési képesség változásáról. 120 perc elteltével már 60 percenként történtek a mérések, mivel már egy nagyobb léptékű változást szerettem volna vizsgálni. A 40. ábra alapján látható, hogy bár lineáris csökkenés jelentkezik a teljes felületi energia értékében, azonban 15 óra elteltével még nem érte el az értéke a kezeletlen állapot felületi energiáját. A teljes felületi energia csökkenésével arányosan nő a peremszög értéke mind a desztillált víz, mind az etilglikol esetében.



40. ábra: A teljes felületi energia változása az idő függvényében

Összefoglalás

Jelen fejezetben ismertetem az elért fő eredményeimet.

Szakirodalmak alapján áttekintettem a LIPSS képződésre vonatkozó elméleteket és a LIPSS típusait és a különböző típusok kialakulását.

Ezt követően kísérleteket végeztem a LIPSS képződés vizsgálatára DP600 növelt szilárdságú acél felületén.

Foltok létrehozásával vizsgáltam a LIPSS kialakulás folyamatát a DP600 acél felületén. A létrehozott foltok esetén meghatároztam a képződés során az egyes fázisokhoz tartozó energiákat, majd a foltokat a nemzetközi szakirodalmakkal összevetve a LIPSS típusokat felismertem a foltok esetén. Az energia értékek és a SEM felvételek alapján sikerült meghatározni a foltok esetén a kialakulás egyes szakaszait és a legjobb struktúrát.

Majd a korábban már ismertetett (3. táblázat) sebességek esetén vonalakat hoztam létre. A vonalak létrehozásához és a LIPSS kialakuláshoz szükséges a megfelelő pásztázási sebesség, illetve fontos szempont az átfedés értéke is, vagyis a pásztázás során a foltok egymáshoz viszonyított távolsága. A vonalak és foltok esetén kapott fluencia értékek között összefüggést találtam, ez alapján kezdtem el a vonalak vizsgálatát.

A vonalak esetén is meghatároztam a LIPSS kialakuláshoz szükséges energiát, majd az energiát, a pásztázás sebességét és az átfedés mértékét figyelembe véve meghatároztam a legjobb LIPSS vonalat. Illetve azt is megfigyeltem, hogy a nyaláb polarizáció eltér a vízszintestől, így kísérletileg meghatároztam a szögeltérés értékét.

A vonal paramétereiket felhasználva 12 mm x 12 mm területű felületet hoztam létre először levegő közegben, majd argon közegben is. A két közegben létrehozott felület különbségeit SEM felvételek alapján vizsgáltam. A SEM felvételek képein méréseket is végeztem, ez alapján megállapítottam, hogy a térbeli periódus mindkét esetben a lézernyaláb hullámhossz felénél nagyobb, így az LSFL típusú mikrostruktúra képződött.

A LIPSS felület nedvesítési képességét vizsgáltam a levegő közegben létrehozott LIPSS felületen. A nedvesítésmérést desztillált víz és etilénlikol esetén is elvégeztem, majd a kapott peremérték szögekből a Fowkes egyenletrendszer megoldásával meghatároztam az egyes időpillanatokhoz tartozó teljes felületi energia értékét, így beláttam a nedvesítési képesség a kezelt felületen jelentősen javult.

Köszönetnyilvánítás

Jelen dolgozatot ajánlom nagymamámnak, aki már sajnos nincs köztünk, de mindig végtelen érdeklődéssel és kíváncsisággal hallgatta kutatásaimat és mindig a folytatásra biztatott.

Elsősorban köszönettel tartozom témavezetőmnek Dr. Berczeli Miklós adjunktusnak, aki az egyetemi tanulmányaim második évében lehetőséget biztosított bekapcsolódni a kutatásba TDK dolgozat révén. Ő volt az, aki az egyetemi tanulmányaim alatt végig lehetőséget biztosított a kutatásra, segítségével megismertem mennyi munka és kitartás szükséges egy kutatáshoz, de azt is megtanultam, hogy a kitartásnak mindig van eredménye. Köszönöm a szakmai tanácsokat, iránymutatásokat és végtelen türelmét a dolgozatom elkészültéhez.

Köszönetet mondok Tajti Ferenc tanszéki mérnöknek a SEM felvételek elkészítéséért és a szakmai tanácsokért és a dolgozat elkészültéhez nyújtott segítségéért.

Köszönöm a Neumann János Egyetem GAMF Műszaki és Informatikai Kar Mechanikai és Lézersugaras Technológiák Kutatócsoport minden dolgozójának, aki segítségével hozzájárult a dolgozatom elkészültéhez.

Végül, de nem utolsó sorban szeretném megköszönni családomnak, legfőképpen édesanyámnak, a rengeteg segítséget és áldozatot, amelyet meghozott a tanulmányaim és a dolgozatom zavartalan elkészültéhez. Ő volt az, aki végig biztatott a legnehezebb időszakokban is és kitartásra nevelt. Köszönöm nekik a végtelen türelmet és segítséget, amellyel segítették a dolgozatírást.

Valamint köszönöm a sok lelki támogatást barátnőmnek Bíróné Mózsik Mariann-nak, aki egész egyetemi tanulmányaim alatt mellett állt és biztatott.

Ábrajegyzék

1. ábra: Lézer- anyag kölcsönhatás időskálája [44]	6
2. ábra: A LIPSS keletkezése az elektromágneses elmélet alapján [7]	7
3. ábra: Az elektromágneses modell sematikus ábrája [7]	8
4. ábra: A reorganizációs elmélet sematikus ábrája [7]	11
5. ábra: A LIPSS fő típusainak szemléltetése: a) az LSFL b) a HSFL [6]	14
6. ábra: A LIPSS típusainak osztályozása [5]	14
7. ábra: A folton belüli LIPSS képződés a Gauss eloszlás hatására [11].....	17
8. ábra: A LIPSS különböző megjelenési formái [43]	19
9. ábra: A folton belül keletkezett LIPSS típusai pásztázás esetén [14]	20
10. ábra: SPP hatása a LIPSS kialakulására [45].....	21
11. ábra: a) Folton belüli LIPSS keletkezés [14]; b) LIPSS típusok közötti átalakulás [7]; c) LIPSS típusok keletkezése a pásztázás hatására [31]	22
12. ábra: LIPSS képződés polikarbonát (PC) felületén 5000 impulzus esetén [15]	23
13. ábra: LIPSS képződés polisztirol (PS) felületén: a) HSFL képződés a kivált adalekanyag felületén 1000 impulzus hatására, b) LSFL képződés 5000 impulzus hatására [15]	24
14. ábra: polisztirol felületén képződött LIPSS: a) 500 impulzus, b) 1000 impulzus esetén [15]	24
15. ábra: Ti6Al4V ötvözet felületén kialakult LIPSS különböző energiák esetén [17]	26
16. ábra: Karbonszállakon létrehozott HSFL és LSFL [8]	27
17. ábra: A különböző nedvesítési állapotok: a) hidrofí, b) hidrofób, c) szupernedvesítő [33]	29
18. ábra: Különböző nedvesítési állapotok: a) Young modell, b) Wenzel modell, c) Cassie- Baxter modell [33]	29
19. ábra: A mikro- és makronedvesítés sematikus ábrája: a) makronedvesítés; b) mikronedvesítés [35]	30
20. ábra: A 2015 Ford Edge karosszériákban megtalálható acélok: a) az acél típusok mennyiségének eloszlása [46], b) a karosszériában elfoglalt helyük [46]	32
21. ábra: A femtoszekundumos lézerberendezés kísérleti elrendezése [29]	33
22. ábra: A téremissziós pásztázó elektronmikroszkóp elrendezése [30]	34
23. ábra: A nedvesítés mérés kísérleti elrendezése	36
24. ábra: 4.606 mJ/cm ² intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban	40
25. ábra: 5.448 mJ/ cm ² intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban	41
26. ábra: 5.893 mJ/ cm ² intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban	41
27. ábra: 8.082 mJ/ cm ² intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban	42
28. ábra: 9.847 mJ/ cm ² intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban	42
29. ábra: 14.324 mJ/ cm ² intenzitású folt SEM felvétele a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban	43
30. ábra: 18.6750 mJ/cm ² intenzitás, 99,67% átfedéssel készült vonal SEM felvétele: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban	46
31. ábra: 747.000 mJ/cm ² intenzitás, 99,16% átfedéssel készült vonal SEM felvétele: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban.....	47
32. ábra: 12.450 mJ/cm ² intenzitás, 94,98% átfedéssel készült vonal SEM felvétele: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban.....	47

33. ábra: 9.338 mJ/cm ² intenzitás, 93,31% átfedéssel készült vonal SEM felvétele: a) 50000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban	48
34. ábra: 1.868 mJ/cm ² intenzitás, 66,5% átfedéssel készült vonal SEM felvétele: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban	49
35. ábra: 9.338 mJ/cm ² intenzitású vonalból készített felület SEM felvétele levegő közegben: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban	49
36. ábra: 9.338 mJ/cm ² intenzitású vonalból készített felület SEM felvétele levegő közegben 50.000-szeres nagyításban	50
37. ábra: 9.338 mJ/cm ² intenzitású vonalból készített felület SEM felvétele argon közegben: a) 50.000-szeres, b) 10.000-szeres, c) 2.500-szoros nagyításban.....	51
38. ábra: 9.338 mJ/cm ² intenzitású vonalból készített felület SEM felvétele argon közegben 50.000-szeres nagyításban.....	51
39. ábra: Mért peremszögértékek a) desztilláltvíz esetén b) etilénlikol esetén	52
40. ábra: A teljes felületi energia változása az idő függvényében.....	54
1. táblázat: DP600 összetétele spektroszkóppal meghatározott eredménye	33
2. táblázat: A LIPSS kialakulásához szükséges energia számítások egy impulzus esetén	38
3. táblázat: A számított vonalenergiák és az átfedések mértéke 50% teljesítmény esetén	46

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] Lübcke, 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]Zhidkov, M. V., Smirnov, N. A., Chen, J., Kurdyashov, S. I., Goncharov, I. Y.: Residual stresses in Ti6Al4V alloy after surface texturing by femtosecond laser pulses. *IOP Conference Series Materials Science and Engineering* 862(2) 2020: 02 2060DOI:10.1088/1757-899X/862/2/022060
- [18]Zamfirescu, M., Ulmeanu, M., Jipa, F., Cretu, O., Moldovan, A., Epurescu, G., Dinescu, M., Dabu, R.: Femtosecond Laser Induced Periodic Surface Structures On ZnO Thin Film. *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* 4(1) 2009, pp. 7-10 DOI:10.2961/jlmn.2009.01.0002
- [19]Rajendran, R., Krishnadev, E. R., Anoop, K. K.: Direct Femtosecond Laser Processing for Generating High Spatial Frequency LIPSS (HSFL) on Borosilicate Glasses with Large-Area Coverage. *Photonics* 2023, 10(7), 793 <https://doi.org/10.3390/photonics10070793>
- [20]Bonse, J., Kirnera, S. V., Höhm, S., Epperlein, N., Spaltmann, D., Rosenfeld, A., Krüger J.: Applications of laser-induced periodic surface structures (LIPSS). *SPIE Photonics West Conference 2017, Laser-based Micro- and Nanoprocessing XI*, Volume: Proceedings of SPIE 10092 <http://dx.doi.org/10.1117/12.2250919>
- [21]Juhász Gergely: Impulzus üzemű lézersugárzás hatására megjelenő LIPSS vizsgálata ausztenites acélon. Neumann János Egyetem, GAMF Műszaki és Informatikai Kar, Szakdolgozat 2018
- [22]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 nanopikes. *RSC Advances* 10(62): 37956, 2020 <http://dx.doi.org/10.1039/d0ra05665k>

- [23]Florian C., Skoulas E., Puerto D., Mimidis A., Stratakis E., Solis J., Siegel J.: Controlling the Wettability of Steel Surfaces Processed with Femtosecond Laser Pulses. *ACS Appl. Mater. Interfaces* 10(42) 2018, pp. 36564–36571 <https://doi.org/10.1021/acsami.8b13908>
- [24]Wang R., Cong L., Kido M.: Evaluation of the wettability of metal surfaces by micro-pure water by means of atomic force microscopy. *Applied Surface Science* 191(1–4) 2002, pp. 74-84 [https://doi.org/10.1016/S0169-4332\(02\)00147-2](https://doi.org/10.1016/S0169-4332(02)00147-2)
- [25]Pan B., Clarkson C. R., Debuhr C., Younis A., Song C., Ghanizadeh A., Birss V. I.: Low-permeability reservoir sample wettability characterization at multiple scales: Pore-, micro- and macro-contact angles. *Journal of Natural Gas Science and Engineering* 95, 2021, 104229 <http://dx.doi.org/10.1016/j.jngse.2021.104229>
- [26]Deglint H. J., Ghanizadeh A., DeBuhr C., Clarkson C. R.: Comparison of Micro- and Macro-Wettability Measurements for Unconventional Reservoirs: The Devil is in the Detail. *Unconventional Resources Technology Conference 2017*, ISSN (online):2159-6832, pp. 2544-2552 <https://doi.org/10.15530/urtec-2017-2690338>
- [27]Fonstein N., Rana R. (szerk.), Singh S. B. (szerk.): *Dual-phase steels. Automotive Steels: Designs, Metallurgy, Processing and Applications*, Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering, 2017, pp. 169-216 ISBN: 978-0-100638-2
- [28]Tsipouridis P., Werner E., Krempaszky C., Tragi E.: Formability of High Strength Dual-phase Steels. *Steel Research International* 77(9) 2006, pp. 654-667 <http://dx.doi.org/10.1002/srin.200606444>
- [29]Bereczki A.: Femtoszekundumos lézersugár által indukált periodikus felületi struktúra kialakítása alumínium felületén. *Neumann János Egyetem, GAMF Műszaki és Informatikai Kar 2022, TDK dolgozat*
- [30]Sigma Series téremissziós szkennning elektronmikroszkóp használati utasítás
- [31]Gräf, S., Kunz, C , Engel, S., Derrien, Thibault J. -Y. F., Müller, F. A.: Femtosecond Laser-Induced Periodic Surface Structures on Fused Silica: The Impact of the Initial Substrate Temperature. *Materials* 2018, 11(8), 1340 <https://doi.org/10.3390/ma11081340>
- [32]Berczeli M.: *Járműipari kötések fejlesztése felületkezelési eljárásokkal.* Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Közlekedésmérnöki és Járműmérnöki Kar, 2022 Doktori értekezés
- [33]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>
- [34]Daniel D., Laya C. L., Snga A., Leea C. J. J, Neoa D. C. J., Lingb X. Y., Tomczak N.: Mapping micrometer-scale wetting properties of superhydrophobic surfaces. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 116(50): 2019, pp. 25008-25012 <https://doi.org/10.1073/pnas.1916772116>
- [35]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>

- [36] Bao Z., Wang C., Zhang Y., Zhao Q.-Z.: Modification of wettability of stainless steel by picosecond laser surface microstructurin. *Photonics Research* 3(4) 2015, pp.180-183 <http://dx.doi.org/10.1364/PRJ.3.000180>
- [37] 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>
- [38] 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>
- [39] 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.2014.0275>
- [40] Rudaskawa A.: Assessment of surface preparation for the bonding/adhesive technology. *Surface Treatment in Bonding Technology*, Academic Press 2019, ISBN: 978-0-12-817010-6, pp. 227-275 <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817010-6.00009-6>
- [41] 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>
- [42] Buchberger G., Muck M., Plamadeala C., Heitz J., Stoian R. (szerk), Bonse J. (szerk): *Ultrafast Laser Nanostructuring*, Springer Series in Optical Sciences 239, 2023, pp. 1105-1165 https://doi.org/10.1007/978-3-031-14752-4_31
- [43] Rosenfeld A., Höhm S., Krüger J., Bonse J., Wandelt K. (szerk): Dynamics of Ultrashort Double-Pulse Laser Ablation of Solid Surfaces. *Encyclopedia of Interfacial Chemistry: Surface Science and Electrochemistry*, Vol. 2, Elsevier 2018, pp. 338-348 <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-409547-2.14127-7>
- [44] Meshram T., Yan J.: Formation of Laser-Induced Periodic Surface Structures on Reaction-Bonded Silicon Carbide by Femtosecond Pulsed Laser. *Nanomanufacturing and Metrology*, 6(1), 4. 2023 <https://doi.org/10.1007/s41871-023-00184-8>
- [45] Reed J.: Advanced High-Strength Steel Technologies in the 2015 Ford Edge, elektronikus forrás: <https://www.repairerdrivennews.com/wp-content/uploads/2015/05/Advanced-High-Strength-Steel-Technologies-in-the-2015-Ford-Edge.pdf>, megtekintés dátuma: 2023.11.10.