

UNIVERZITET U BEOGRADU

FAKULTET ZA FIZIČKU HEMIJU

Boris M. Rajčić

Površinska modifikacija i karakterizacija legura
Ti6Al4V i Nimonik 263 laserskim zračenjem u
kontrolisanim atmosferama

Doktorska disertacija

Beograd, 2022

UNIVERSITY OF BELGRADE

FACULTY OF PHYSICAL CHEMISTRY

Boris M. Rajčić

Surface modification and characterization of
Ti6Al4V and Nimonic 263 by laser irradiation in
controlled atmospheres

Doctoral Dissertation

Belgrade, 2022

Mentori:

Dr Dubravka Milovanović, viši naučni saradnik
Instituta za opštu i fizičku hemiju, Beograd

Dr Miroslav Kuzmanović, redovni profesor
Fakulteta za fizičku hemiju, Univerzitet u Beogradu

Članovi komisije:

Dr Nikola Cvjetičanin, redovni profesor
Fakulteta za fizičku hemiju, Univerzitet u Beogradu

Dr Bojana Nedić Vasiljević, docent
Fakulteta za fizičku hemiju, Univerzitet u Beogradu

Dr Jelena Savović, naučni savetnik
Instituta za nuklearne nauke „Vinča“, Beograd

Datum odbrane doktorske disertacije: _____

Zahvalnica

Na početku želim da izrazim najveću zahvalnost mentorki dr Dubravki Milovanović, višem naučnom saradniku Instituta za opštu i fizičku hemiju, na ogromnoj pomoći, usmeravanju i podršci, osmišljavanju teme kao i vremenu izdvojenom za izradu ove doktorske disertacije.

Izuzetnu zahvalnost dugujem mentoru dr Miroslavu Kuzmanoviću, redovnom profesoru Fakulteta za fizičku hemiju, na osmišljavanju dela eksperimentalnog rada, veoma korisnim primedbama i značajnim savetima tokom izrade doktorske disertacije.

Izrada eksperimentalnih istraživanja ove doktorske disertacije je najvećim delom realizovana u Laboratoriji za fizičku hemiju Instituta za nuklearne nauke „Vinča“ pa se ovom prilikom srdačno zahvaljujem kolegama na stručnoj pomoći i ustupljenoj opremi korišćenoj u ovoj disertaciji.

Dr Nikoli Cyjetićaninu, redovnom profesoru i dr Bojani Nedić Vasiljević, docentu, Fakulteta za fizičku hemiju, se posebno zahvaljujem na prihvatanju za učešće u Komisiji za ocenu i odbranu doktorske disertacije.

Specijalnu zahvalnost dugujem članu Komisije dr Jeleni Savović, naučnom savetniku Instituta za nuklearne nauke „Vinča“, na pokazanom interesovanju i korisnim savetima koji su doprineli izradi doktorske disertacije.

Posebno se zahvaljujem dr Sanji Petronić, višem naučnom saradniku Akademije tehničkih strukovnih studija Beogradske Politehnike, dr Bojanu Radaku, naučnom savetniku Instituta za opštu i fizičku hemiju, dr Draganu Rankoviću, asistentu Fakulteta za fizičku hemiju, dr Milivoju Ivkoviću, naučnom savetniku u penziji i dr Biljani Stankov, naučnom saradniku Instituta za fiziku, na pomoći u osmišljavanju i realizaciji eksperimenata, kao i savetima tokom pisanja doktorske disertacije.

Zahvaljujem se saradnicima sledećih ustanova gde je urađen deo eksperimentalnih istraživanja: Nacionalni Institut za lasersku plazmu i radijacionu fiziku u Bukureštu, Mašinski fakultet u Beogradu i Institut Jožef Stefan u Ljubljani, na uloženom trudu i vremenu, kao i velikoj stručnosti tokom izrade eksperimentalnog dela ove doktorske disertacije.

Srdačno se zahvaljujem svojim kolegama sa Instituta za opštu i fizičku hemiju na razumevanju i podršci tokom pisanja doktorske disertacije.

Beskrajno se zahvaljujem svojim prijateljima Marku, Jeleni, Milanu, Tijani i Milošu, koji su mi pružili veliku podršku tokom doktorskih studija i dali podsticaj da istrajem.

Posebnu i neizmernu zahvalnost za beskrajnu ljubav, безусловnu podršku, razumevanje i ustupljeno vreme tokom celog školovanja i same izrade doktorske disertacije dugujem mojim roditeljima Miloradu i Slađani, bratu Dejanu i bratanići Dunji.

Autor

POVRŠINSKA MODIFIKACIJA I KARAKTERIZACIJA LEGURA Ti6Al4V I NIMONIK 263 LASERSKIM ZRAČENJEM U KONTROLISANIM ATMOSFERAMA

Sažetak

Predmet proučavanja ove doktorske disertacije je interakcija laserskog zračenja sa legurom Ti6Al4V i superlegurom Nimonic 263. Odabrane legure imaju veliku primenu u savremenim tehnologijama. U doktorskoj disertaciji su ispitivani efekti delovanja impulsnog nano-, piko- i femtosekundnog laserskog zračenja, kao i uticaj različitih energija impulsa i broja primenjenih impulsa na osobine površinskih promena ispitivanih legura. Dodatno, ispitivana je i interakcija laserskog zračenja sa legurama u atmosferama azota i argona i uticaj ovih gasova na modifikaciju i potencijalnu promenu hemijskog sastava površine legura pre i nakon laserskog ozračivanja, a u cilju potencijalnog poboljšanja fizičko-hemijskih i mehaničkih osobina. Takođe, s obzirom na formiranje plazme u toku ozračivanja legura laserima, proučavana je i emisija plazme primenom tehnike spektroskopije laserski indukovano zračenja.

Za ispitivane legure, određivane su vrednosti parametara površinske hrapavosti gde je utvrđeno da se vrednost parametra menja u odnosu na hrapavost nemodifikovanih površina legura, a u zavisnosti od primenjene kontrolisane atmosfere. Određivani su i parametri kao što su prag oštećenja legura, zone toplotnog dejstva, brzina ablacije i inkubacioni faktori za različite eksperimentalne uslove. Dodatnim ispitivanjem formiranih struktura (laserski indukovane periodične površinske strukture) nakon laserskog ozračivanja je pokazano da su one najuniformnije i najviše izražene prilikom femtosekundnog laserskog ozračivanja.

Ispitivanja interakcije legure Ti6Al4V i superlegure Nimonic 263 sa laserskim zračenjem je dovela do boljeg razumevanja procesa koji se dešavaju tokom interakcije kao i do potencijalne mogućnosti poboljšanja određenih karakteristika ovih legura pod odgovarajućim eksperimentalnim uslovima.

Ključne reči: Ti6Al4V, Nimonic 263, TEA CO₂ laser, Nd:YAG laser, Ti:Safirni laser, laserski indukovane periodične površinske strukture, modifikacija i karakterizacija površina, kontrolisana atmosfera, spektroskopija laserski indukovane plazme.

Naučna oblast: Fizička hemija

Uža naučna oblast: Fizička hemija – materijali, fizička hemija - spektrohemijska

UDK broj:

SURFACE MODIFICATION AND CHARACTERIZATION OF Ti6Al4V AND NIMONIC 263 BY LASER IRRADIATION IN CONTROLLED ATMOSPHERES

Abstract

The subject of research of this doctoral dissertation is the interaction of laser irradiation with the alloy Ti6Al4V and superalloy Nimonic 263. The selected alloys have great utilization in modern technologies. This dissertation examines the effects of pulsed nano-, pico-, and femtosecond laser irradiation, as well as impact of different pulse number and energies on the properties of surface changes of the tested alloys. Additionally, the interaction of laser irradiation with alloys in nitrogen and argon atmospheres, and the impact of these gases on modification and potential change in the chemical composition of the surface of alloys before and after laser irradiation was investigated, in order to potentially improve physicochemical and mechanical features. Also, given the formation of plasma during the laser irradiation of alloys, plasma emission was also studied using laser-induced breakdown spectroscopy technique.

The values of surface roughness parameters, for the alloys tested, were determined and found out that this value changes in relation to the roughness of the alloy's unmodified surfaces, depending on the controlled atmosphere applied. Parameters such as the threshold fluence, heat affected zone and the incubation factor have been also determined for different experimental conditions. Additional examination of the formed structures (laser induced periodic surface structures) after the laser irradiation showed that these structures were most uniform and pronounced after the femtosecond laser irradiation.

The study of the interaction between alloys and laser irradiation have led to a better understanding of the processes that occur during the interaction as well as the potential improvement of certain features of these alloys under given conditions.

Key words: Ti6Al4V, Nimonic 263, TEA CO₂ laser, Nd:YAG laser, Ti:Sapphire laser, laser induced periodic surface structures, surface modification and characterization, controlled atmospheres, laser-induced breakdown spectroscopy.

Scientific field: Physical chemistry

Scientific subfield: Physical chemistry – material science; Physical chemistry – spectrochemistry

UDC number:

SADRŽAJ

1. UVOD.....	1
1.1. Ciljevi istraživanja	2
2. TEORIJSKI DEO	3
2.1. Legura Ti6Al4V	3
2.1.1. Hemijske i fizičke osobine legure Ti6Al4V	3
2.2. Superlegura Nimonik 263	4
2.2.1. Hemijske i fizičke osobine superlegure Nimonik 263	4
2.3. Laseri.....	6
2.3.1. Princip rada lasera.....	6
2.4. Interakcija laserskog zračenja sa metalima i metalnim površinama	7
2.4.1. Efekti dejstva laserskog zračenja na metalnu površinu.....	8
2.4.2. Uticaj trajanja impulsa na interakciju laserskog zračenja sa metalima. Zona toplotnog dejstva (HAZ).....	9
2.4.2.1. Nanosekundni režim delovanja laserskog zračenja – dugi impulsi, reda veličine 10^{-9} s.....	10
2.4.2.2. Pikosekundni i femtosekundni režim delovanja laserskog zračenja – kratki i ultrakratki impulsi, reda veličine 10^{-12} s i 10^{-15} s, redom.....	11
2.4.3. Apsorpcija laserskog zračenja kod metalnih površina	12
2.4.4. Topljenje materijala	13
2.4.5. Ablacija materijala	13
2.4.6. Krateri	14
2.5. Strukture koje se formiraju na površini materijala	15
2.5.1. Laserski indukovane periodične površinske strukture (LIPSS)	16
2.5.2. Hidrodinamičko raspršivanje	17
2.5.3. Kapilarni talasi.....	18
2.6. Prag oštećenja. Površinska temperatura.....	18
2.7. Generisanje plazme i njen uticaj na interakciju laserskog zračenja sa materijalom	19
2.8. Uticaj sredine na interakciju laserskog zračenja sa materijalom	20
2.9. Uticaj laserskog ozračivanja materijala na mehaničke osobine	21
3. EKSPERIMENTALNI DEO	22
3.1. Laserski sistemi.....	22
3.1.1. TEA CO ₂ laser	22
3.1.2. Nd:YAG laser.....	22
3.1.3. Ti:Safirni laser.....	23
3.2. Metode karakterizacije površine.....	24
3.2.1. Optička mikroskopija (OM).....	24
3.2.2. Skenirajuća elektronska mikroskopija (SEM)	24
3.2.3. Energetski disperzivna spektrometrija X-zračenja (EDS)	25
3.2.4. Profilometrija	25

3.2.5.	<i>Rendgenska fluorescentna spektrometrija (XRF)</i>	25
3.3.	<i>Tehnike ispitivanja mehaničkih osobina</i>	26
3.3.1.	<i>Mikrotvrdoća po Vickersu (HV)</i>	26
3.3.2.	<i>Deformacija</i>	26
3.4.	<i>Tehnika analize plazme - spektroskopija laserski indukovane plazme (LIBS)</i>	26
3.4.1.	<i>Eksperimentalna postavka za LIBS analizu</i>	27
3.4.2.	<i>Određivanje spektralne osetljivosti</i>	28
3.4.3.	<i>Kalibracija talasnih dužina</i>	30
3.4.4.	<i>Optimizacija uslova snimanja spektara</i>	32
4.	REZULTATI I DISKUSIJA	34
4.1.	<i>Površinski efekti interakcije nanosekundnog laserskog zračenja sa površinom superlegure Nimonik 263</i>	34
4.1.1.	<i>Nanosekundno lasersko zračenje talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa 100 ns</i>	34
4.1.2.	<i>Nanosekundno lasersko zračenje talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns</i>	44
4.2.	<i>Površinski efekti interakcije pikosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa od 150 ps sa površinom superlegure Nimonik 263</i>	52
4.3.	<i>Površinski efekti interakcije femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm i dužine trajanja impulsa od 200 fs sa površinom superlegure Nimonik 263</i>	61
4.4.	<i>Ispitivanje mehaničkih osobina i površinska analiza mesta podložnih naprezanju nakon modifikacije površine superlegure Nimonik 263</i>	74
4.5.	<i>Površinski efekti interakcije nanosekundnog laserskog zračenja sa površinom legure Ti6Al4V</i> ..	85
4.5.1.	<i>Nanosekundno lasersko zračenje talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa od 100 ns</i> ...	85
4.5.2.	<i>Nanosekundno lasersko zračenje talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa od 5 ns</i>	91
4.6.	<i>Površinski efekti interakcije pikosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa od 150 ps sa površinom legure Ti6Al4V</i>	98
4.7.	<i>Površinski efekti interakcije femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm i dužine trajanja impulsa od 200 fs sa površinom legure Ti6Al4V</i>	107
4.8.	<i>Analiza generisane plazme LIBS tehnikom nakon nanosekundnog i pikosekundnog laserskog zračenja superlegure Nimonik 263 i legure Ti6Al4V</i>	128
5.	ZAKLJUČAK	132
5.1.	<i>Superlegura Nimonik 263</i>	132
5.2.	<i>Legura Ti6Al4V</i>	134
6.	LITERATURA	136
7.	PRILOZI	145

1. UVOD

Ozračivanje materijala laserom je široko korišćena tehnika kojom se mogu dobiti unikatni efekti na površini materijala, kao i poboljšanje hemijskih, fizičkih i mehaničkih osobina materijala. Ovo daje laserima mogućnost za brojne primene, od medicine i biohemije, preko elektronike, automobilske, avio i pomorske industrije, tehnologije, pa sve do vojne i nuklearne industrije. Impulsni laserski sistemi se intenzivno unapređuju u pogledu skraćivanja vremena trajanja laserskog impulsa (što rezultuje povećanjem impulsne gustine snage) pa tako, pored mikro-, nano-, piko- i femtosekundnih lasera, sada već uveliko imamo i atosekundne lasere. Tehnike ozračivanja materijala laserskim zračenjem su odlične za obradu materijala uz minimalne gubitke energije, visoku preciznost i reproduktivnost.

Ova doktorska disertacija je posvećena analizi i proučavanju interakcije laserskog zračenja sa dva odabrana materijala, legura Ti6Al4V i superlegura Nimonic 263, koje imaju veliku potencijalnu praktičnu primenu. Prva je titanska legura Ti6Al4V koja poseduje jedinstvenu kombinaciju mehaničkih, hemijskih i fizičkih osobina kao što su dobra otpornost prema koroziji, velika čvrstoća, odlična fleksibilnost i biokompatibilnost. Druga ispitivana legura je niklova superlegura Nimonic 263 koja poseduje izvrsnu površinsku stabilnost, visoku otpornost na koroziju i oksidaciju, dobru mehaničku čvrstoću, dobru obradivost i otpornost na oštećenje pri plastičnoj deformaciji, kao i odlična svojstva savitljivosti. Što se tiče laserskih sistema korišćenih u eksperimentu ove doktorske disertacije, oni su sledeći: nanosekundni TEA CO₂, nanosekundni i pikosekundni Nd:YAG i femtosekundni Ti:Safirni laser.

Ozračivanje uzoraka je urađeno u Nacionalnom Institutu za lasersku plazmu i radijacionu fiziku, Bukurešt, Rumunija, u Institutu za nuklearne nauke „Vinča“ Univerziteta u Beogradu, Institut od nacionalnog značaja za Republiku Srbiju, Beograd, Srbija i u Institutu za fiziku Univerziteta u Beogradu, Institut od nacionalnog značaja za Republiku Srbiju, Beograd, Srbija. Karakterizacija i analiza uzoraka različitim metodama je odrađena u Institutu za nuklearne nauke „Vinča“ Univerziteta u Beogradu, Institut od nacionalnog značaja za Republiku Srbiju, Beograd, Srbija, na Rudarsko-Geološkom fakultetu Univerziteta u Beogradu, Beograd, Srbija, u Institutu Jožef Stefan, Ljubljana, Slovenija i na Mašinskom fakultetu Univerziteta u Beogradu, Beograd, Srbija.

Ova doktorska disertacija je podeljena u nekoliko celina. U *Teorijskom delu* su opisani procesi koji prate interakciju laserskog zračenja sa metalima, strukture koje se formiraju na površini materijala nakon dejstva laserskog zračenja, kao i osnovni pojmovi vezani za interakciju laserskog zračenja sa materijalima. *Eksperimentalni deo* doktorske disertacije sadrži opis laserskih sistema korišćenih u eksperimentima disertacije kao i tehnika koje su korišćene za karakterizaciju površine legura, analizu plazme i ispitivanje mehaničkih osobina.

U delu *Rezultati i diskusija*, prikazani su efekti dejstva nano-, piko- i femtosekundnog laserskog zračenja na površinu legura Ti6Al4V i Nimonic, tj. diskutovani su dobijeni rezultati kroz nastale morfološke promene. Takođe su diskutovani rezultati dobijeni nakon ozračivanja u različitim uslovima sredine (azot i argon) kao i hemijska analiza površine legura pre i nakon ozračivanja različitim laserskim sistemima. Diskutovani su i dobijeni rezultati uticaja generisane plazme kao i rezultati ispitivanja mehaničkih osobina superlegure Nimonic 263. Na kraju, u *Zaključku* su sumirani najvažniji dobijeni rezultati prikazanih istraživanja, potencijalna primena dobijenih rezultata i pravci daljih istraživanja.

1.1. Ciljevi istraživanja

Ciljevi istraživanja ove doktorske disertacije su:

- Analiza interakcije nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 10,6 μm sa površinom superlegure Nimonik 263 i legure Ti6Al4V i poređenje dobijenih rezultata sa efektima koje pod sličnim eksperimentalnim uslovima izaziva lasersko zračenje talasne dužine 1064 nm.
- Proučavanje interakcije i rezultujućih površinskih efekata će biti dopunjeno i ispitivanjem formirane plazme tehnikom spektroskopije laserski indukovane plazme (LIBS).
- Novina u ovoj disertaciji je proučavanje interakcije laserskog zračenja u atmosferama azota i argona i uticaj ovih gasova na rezultujuću modifikaciju i prateću promenu hemijskog sastava na površini legura, u smislu formiranja nitridnih jedinjenja koja bi dodatno doprinela poboljšanju mehaničkih osobina i otpornosti, i formiranju oksida koji mogu da doprinesu povećanju krtosti legura ili poboljšanju osobine površine, u zavisnosti od namene.
- Ispitivanje modifikacija površina legure Ti6Al4V i superlegure Nimonik 263 pikosekundnim i femtosekundnim laserskim zračenjem talasnih dužina 1064 nm i 775 nm, redom, u vazduhu i atmosferama argona i azota, uz prateću analizu plazme LIBS tehnikom u pikosekundnom režimu. Takođe, ispitivane su morfološke promene i izvedeni trendovi promene karakterističnih parametara površine sa variranjem parametara upadnog laserskog zračenja, kao i određivanje najnižih gustina energija laserskog zračenja koje dovode do promena površine, odnosno pragovi oštećenja, zona toplotnog dejstva i razmatranje temperature koje se dostižu na površini legura prilikom delovanja laserskog zračenja.
- Analiza hemijskog sastava površina legura pre i nakon laserske obrade materijala pomoću energetski disperzivne spektrometrije X-zračenja (SEM-EDS) i rendgenske fluorescentne spektrometrije (XRF).
- Ispitivanje mehaničkih osobina, mikrotvrdoća i deformacija materijala, pre i nakon laserske modifikacije superlegure Nimonik 263, posebno na mestima koja su podložna većoj dodatnoj koncentraciji naprezanja prilikom upotrebe materijala.

2. TEORIJSKI DEO

2.1. Legura Ti6Al4V

Titan je hemijski element koji pripada grupi metala, srebrno sive je boje, jako reaktivan i nalazi se u zemljinoj kori kao jedan od četiri najzastupljenija elementa kore (pored aluminijuma, gvožđa i magnezijuma). Titan ima 5 izotopa od kojih je Ti^{48} najzastupljeniji sa 73,8 %. Zbog visoke specifične snage i odlične otpornosti prema koroziji, titan i njegove legure su bitna klasa materijala za aeronautičku, petrohemijsku i biomedicinsku industriju, kao i za prehrambenu, vojnu i automobilsku primenu [1, 2].

Zbog jedinstvene kombinacije mehaničkih, hemijskih i fizičkih osobina kao što su odlična otpornost prema koroziji, velika čvrstoća, fleksibilnost i odlična biokompatibilnost, legura Ti6Al4V ima široku primenu od automobilske, pomorske i avio industrije, preko nuklearne industrije, do biomedicinskog inženjerstva [3 - 10].

2.1.1. Hemijske i fizičke osobine legure Ti6Al4V

Legura Ti6Al4V spada u titansku grupu $\alpha + \beta$ legura. Ovu leguru čine 6 masenih procenata aluminijuma i 4 masenih procenata vanadijuma koji vrše stabilizaciju α i β faze legure na sobnoj temperaturi, redom [7]. U zavisnosti od primene, kiseonik može biti prisutan u leguri 0,08 do 0,4 masenih procenata gde veći procenat kiseonika (0,4 %) ima ulogu pojačivača osobina ove legure dok veća koncentracija ($> 0,4$ %) može dovesti do krtosti materijala [11]. Nizak procenat kiseonika, azota i aluminijuma može poboljšati osobine kao što su duktilnost (osobina plastične deformacije pod uticajem spoljašnje sile pre loma materijala), otpornost prema koroziji, čvrstoća pukotina i otpornost na rast pukotina. Hemijski sastav legure Ti6Al4V je dat u tabeli 2.1.

Tabela 2.1 Hemijski sastav legure Ti6Al4V (vrednosti izražene u masenim procentima) [12]

Element	Maseni %
C	0,08
Al	5,50 - 6,75
N	0,05
O	0,20
V	3,50 - 4,50
Fe	0,30
H	0,0125
Y	0,005
Ti	ostatak do 100%

Fizičke osobine legure Ti6Al4V su date u tabeli 2.2. Kao što se vidi iz tabele, toplotna provodljivost legure je niska (u odnosu na čist titan) dok je električna otpornost visoka.

Tabela 2.2 Odabrana fizička svojstva legure Ti6Al4V [13]

Osobina legure Ti6Al4V	Vrednost
Gustina (g cm^{-3})	4,43
Specifični toplotni kapacitet, C ($\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$)	560
Tačka topljenja, T_M (K)	1877 - 1941
Temperatura isparavanja, T_v (K)	3560
Termalna difuzivnost, D ($\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$)	0,022
Toplotna provodljivost, κ ($\text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$)	7,2

2.2. Superlegura Nimonik 263

Nikl je peti najzastupljeniji hemijski element na zemlji. Ima 5 stabilnih izotopa od kojih je najzastupljeniji Ni^{58} sa 67,7 %. Nikl poseduje površinski centriranu kubičnu kristalnu rešetku, kako u ambijentalnim uslovima, tako i u uslovima tačke topljenja od 1455 °C što je i apsolutni limit temperature legura nikla. Ima veću gustinu od titana i aluminijuma što je posledica malih interatomskih rastojanja koji proizilaze iz jake kohezije spoljašnjih d-elektrona (karakterističnih za prelazne metale) [14].

Nimonik 263 spada u grupu *superlegura* tj. legura koje ispoljavaju izuzetnu snagu i površinsku stabilnost na visokim temperaturama. Sa preko 50 % nikla i oko 10 dodatnih legirajućih elemenata, ove superlegure su izabrane kao materijal za rad na visokim temperaturama, gde je neophodna otpornost na permanentnu deformaciju (eng. „creep“, tendencija čvrstog materijala da se permanentno deformiše pod uticajem konstantnog mehaničkog naprezanja), degradaciju materijala (eng. „fatigue“, progresivna degradacija materijala usled cikličnih fluktuacija naprezanja, pritiska ili drugih fizičkih sila na površini materijala) i degradaciju životne sredine [14].

Superlegure na bazi nikla se generalno koriste u radu na temperaturama iznad 540 °C, s obzirom da na ovim temperaturama legure čelika i titana gube njihovu snagu, i dodatno, korozija je česta kod čelika na ovim visokim temperaturama. Ove superlegure na visokim temperaturama održavaju mehaničku snagu, otpornost na termalnu deformaciju, površinsku stabilnost i otpornost na koroziju ili oksidaciju. Neke superlegure, u zavisnosti od hemijskog sastava, mogu da izdrže temperaturu i iznad 1200 °C. Zbog ovih svojstava, superlegure na bazi nikla se, trenutno, najviše koriste u komponentama avionskih turbina, ali i u elektranama na parnu turbinu, nuklearnim elektranama, svemirskim vozilima i raketnim motorima, i u medicini [15, 16].

2.2.1. Hemijske i fizičke osobine superlegure Nimonik 263

Nimonik 263 je nikl-hrom-kobalt superlegura sa dodatkom molibdena. Nimonik ima centriranu kubičnu kristalnu strukturu i koristi se uglavnom na temperaturama od 650-1050 °C i u agresivnim atmosferama [17, 18]. Poseduje izvrsnu površinsku stabilnost, visoku otpornost na koroziju i oksidaciju zahvaljujući aluminijumu i hromu prisutnim u leguri kao i visoku mehaničku čvrstoću. Takođe, ova legura poseduje odlična svojstva savitljivosti koja je čine pogodnom i za tople i za hladne procese obrade, dobru obradivost i otpornost na oštećenje pri plastičnoj deformaciji, u poređenju sa drugim legurama na bazi nikla [14, 19 - 22]. Sve ove osobine čine Nimonik 263 pogodnim za široku upotrebu u brodskim i gasnim motornim turbinama, komorama za sagorevanje

za aeronautičku upotrebu itd. [23, 24]. Hemijski sastav superlegure Nimonik 263 je prikazan u tabeli 2.3.

Tabela 2.3 Hemijski sastav superlegure Nimonik 263 (vrednosti izražene u masenim procentima) [18]

Element	Maseni %
C	0,06
Si	0,30
Mn	0,50
Al	0,50
Co	20,0
Cr	20,0
Cu	0,10
Fe	0,50
Mo	5,90
Ti	2,20
Ni	ostatak do 100 %

Fizičke osobine superlegure Nimonik 263 su date u tabeli 2.4.

Tabela 2.4 Odabrane fizičke osobine superlegure Nimonik 263 [25, 26]

Osobina legure Nimonik 263	Vrednost
Gustina (g cm^{-3})	8,36
Specifični toplotni kapacitet, C ($\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$)	461
Tačka topljenja, T_M (K)	1573-1628
Temperatura isparavanja, T_v (K)	3100
Termalna difuzivnost, D ($\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$)	0,033
Toplotna provodljivost, κ ($\text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$)	11,7

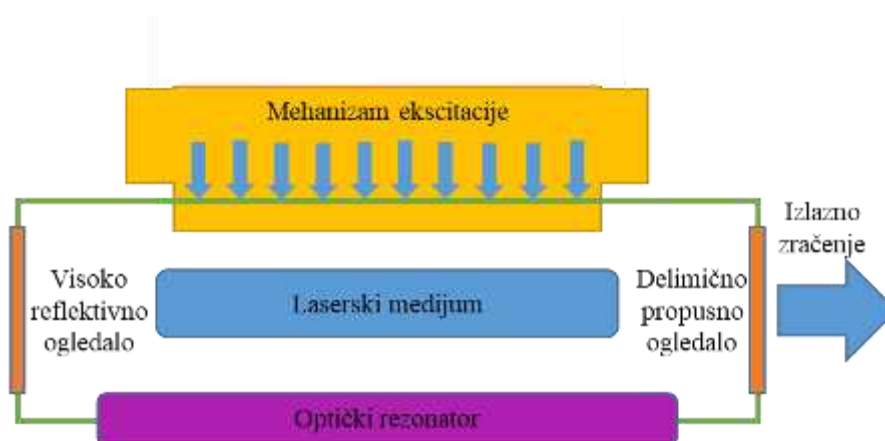
2.3. Laseri

Laseri predstavljaju izvore elektromagnetnog zračenja u kojima se dešava pojačanje elektromagnetnog zračenja stimulisanom emisijom. Prve teorijske osnove za laser je postavio Ajnštajn 1918. godine kroz postulat fenomena stimulisane emisije. Prvi uređaj koji je zasnovan na ovom postulatu, 1954. godine, bio je MASER (pojačanje mikrotalasa stimulisanom emisijom zračenja, eng. Microwave Amplification of Stimulated Emission of Radiation) i radio je u mikrotalasnoj oblasti sa $\lambda = 1,26$ cm [27, 28]. Nastavak istraživanja za primenu u optičkom delu spektra dovelo je 1960. godine do konstruisanja prvog LASER-a (pojačanje svetlosti stimulisanom emisijom zračenja, eng. Light Amplification of Stimulated Emission of Radiation) koji je koristio veštački kristal rubina i talasnu dužinu od 694 nm. Već godinu dana nakon toga, konstruisan je gasni helijum-neon laser, a nakon toga kreće ekspanzivan razvoj laserskih sistema pa danas postoji nekoliko stotina različitih lasera (u odnosu na talasnu dužinu). Godine 1964. konstruisani su prvi TEA CO₂ i Nd:YAG laser [28, 29].

2.3.1. Princip rada lasera

Da bi laser uopšte mogao da radi, neophodno je da na gornjem energetskom nivou laserskog prelaza bude više elektrona nego na donjem nivou, što se naziva *inverzna naseljenost*. Ta naseljenost se postiže samo u određenom materijalu koji se naziva optički aktivna sredina tj. laserski aktivni medijum.

Laserski sistem se sastoji iz: rezonatora, mehanizma za pobuđivanje i medijuma za „laserovanje“ (slika 2.5). Elektron koji je u pobuđenom stanju teži da pređe na energetski nivo niže energije otpuštajući foton određene energije. Foton će se kretati nasumično i ovaj proces se zove *spontana emisija*. Međutim, ukoliko se elektron nalazi na višem energetskom nivou i postoji mogućnost da spontano pređe na niži energetski nivo, ako naiđe foton koji ima energiju jednaku prelazu ova dva nivoa, foton će izazvati taj prelaz dok će emitovani foton biti iste talasne dužine i pravca kao spoljašnji foton. Ovo se naziva *stimulisana emisija* [30].



Slika 2.5 Shematski prikaz osnovnih delova laserskog sistema

Lasersko zračenje odlikuju sledeće jedinstvene osobine: *monohromatičnost*, odnosno osobina da izvor zračenja emituje samo jednu frekvenciju; *koherentnost*, odnosno osobina laserskog sistema da svi emitovani fotoni snopa lasera budu potpuno identični tj. imaju isti pravac i fazu; *prostorna usmerenost* tj. osobina da samo fotoni čiji je pravac kretanja paralelan osi rezonatora učestvuju u generisanju i pojačanju svetlosti (ostali fotoni napuštaju sistem); *intenzivnost* tj. radijancija zračenja

je visoka jer je prostorni ugao na koji se zračenje raspedljuje mali i ova osobina je posledica usmerenosti zračenja; *polarizovanost*, odnosno osobina gde kod svetlosti koja nastaje stimulisanim emisijom, za razliku od nepolarizovane prirodne svetlosti i vektora električnog polja koji zauzimaju sve moguće pravce, vektori električnog polja su usmereni u određenim pravcima tj. laserski zrak je polarizovan [31].

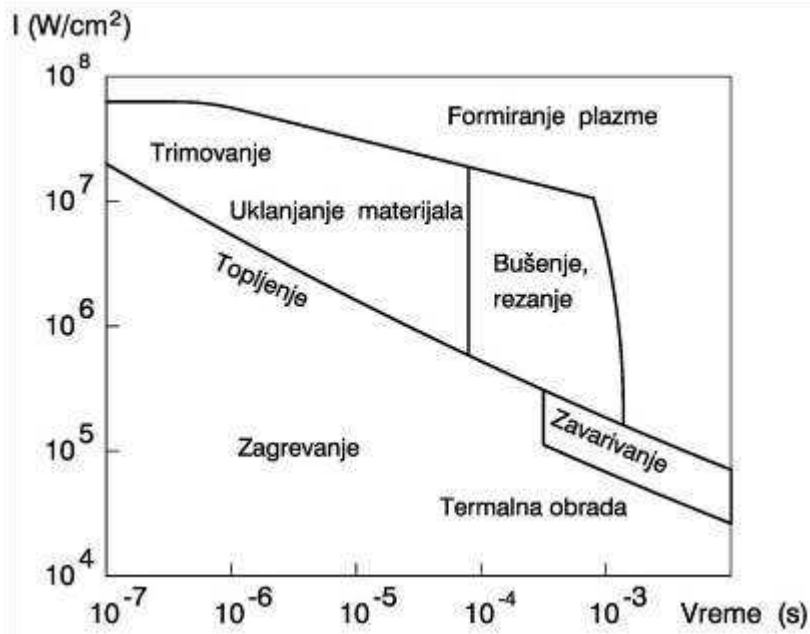
Laserski sistemi se mogu podeliti prema različitim grupama: prema aktivnoj sredini na tečne, gasne, čvrstotelne i poluprovodničke, prema vremenskoj evoluciji emitovanog zračenja na kontinualne i impulsne, prema trajanju impulsa lasera na nanosekundne, pikosekundne i femtosekundne. Laserski sistemi korišćeni u ovoj doktorskoj disertaciji su detaljno opisani u eksperimentalnom delu ove disertacije.

2.4. Interakcija laserskog zračenja sa metalima i metalnim površinama

Interakcija impulsnog laserskog zračenja sa metalnim površinama je složen proces sa optičkim, fizičko-hemijskim i mehaničkim promenama koja zavisi od parametara laserskog zračenja kao što su: dužina trajanja impulsa, energija laserskog zračenja, talasna dužina i frekvencija lasera [32]. Osobine i parametri površine, među kojima su temperatura topljenja, hrapavost materijala i koeficijent apsorpcije laserskog zračenja, su takođe bitni za proučavanje jer jako utiču na interakciju između lasera i metala [33]. Takođe, od značaja je i uticaj sredine na interakciju (npr. odvijanje ozračivanja u različitim gasnim sredinama) jer su mnogi metali skloni formiranju oksidnih slojeva na površini koji mogu uticati na optičke osobine metala kao i na povećanje apsorpcije laserskog zračenja [34]. Kada je energija zračenja lasera dovoljno velika, može doći do formiranja plazme na površini materijala. Analizom emisije iz plazme dobijaju se kvalitativni i kvantitativni podaci o prisutnim elementima pa je spektroskopija laserski indukovane plazme bitna za proučavanje interakcije lasera sa metalom [35].

Proučavanje procesa i rezultujućih efekata koji se javljaju tokom interakcije laserskog zračenja sa površinom je potrebno zbog visokih temperatura (nekoliko desetina hiljada kelvina) i kratkih vremena impulsa lasera (čak do 10^{-15} s). Delovanje laserskog zračenja na površinu metalnih materijala prati promenu morfologije materijala čija analiza podrazumeva razmatranje stanja površine pre i posle delovanja lasera. Na slici 2.6 je dat shematski prikaz efekata koji se javljaju na površini u zavisnosti od karakteristike laserskog snopa [36].

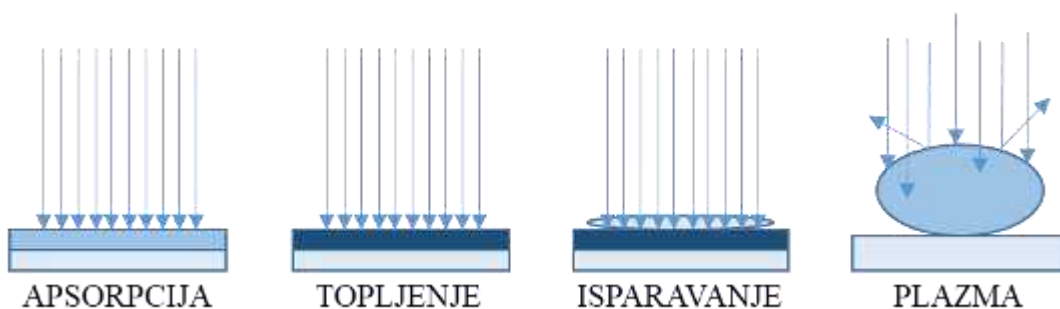
Uz promenu morfologije površine dolazi i do formiranja specifičnih površinskih struktura. Postoji nekoliko mehanizama formiranja struktura u tečnoj i njihovog prelaska u čvrstu fazu očvršćavanjem. Jedan od njih se dešava prilikom ozračivanja metala laserskim zračenjem čija je gustina energije bliska pragu oštećenja. Tada se na površini mete formiraju strukture u obliku paralelnih talasa koji se ponavljaju u periodama koji odgovaraju talasnoj dužini upadnog zračenja. Ove strukture se nazivaju laserski izazvane površinske periodične strukture (LIPSS – Laser Induced Periodic Surface Structures) [37] koje će biti detaljnije objašnjene u posebnom poglavlju doktorske disertacije. Ove periodične strukture su pokazale uticaj na optičke karakteristike metalne površine, povećanje aktivne površine i biokompatibilnosti [38].



Slika 2.6 Shematski prikaz procesa koji se odigravaju na površini čvrstog materijala u zavisnosti od trajanja impulsa i intenziteta laserskog zračenja [36]

2.4.1. Efekti dejstva laserskog zračenja na metalnu površinu

Kao što je već rečeno, na interakciju laserskog zračenja sa površinom metala utiču razni parametri, kako sa strane laserskog sistema, tako i sa strane same površine materijala, među kojima su najbitniji: vreme ozračivanja površine, energija upadnog snopa laserskog zračenja, energija veze atoma u kristalnoj rešetki, upadni ugao između snopa lasera i normale na meti, temperatura površine, masa i vrsta površine materijala, talasna dužina laserskog zračenja itd. Fizičke promene tj. fenomeni koji se javljaju kod interakcije laserskog zračenja sa čvrstom metalnom metom se mogu podeliti na: apsorpciju zračenja, desorpciju sa površine, zagrevanje, topljenje, isparavanje i formiranje plazme (slika 2.7) [39, 40].



Slika 2.7 Shema interakcije laserskog zračenja sa čvrstom metalnom metom [40]

Kada lasersko zračenje padne na metalnu površinu, ono se jednim delom apsorbuje, a jednim delom reflektuje. Temperatura koju izaziva lasersko zračenje na površini zavisi od intenziteta laserskog zračenja, trajanja delovanja zračenja, prečnika snopa lasera na površini, toplotne provodljivosti materijala (toplotni front se pomera ka unutrašnjosti materijala), i drugo [40]. Kao što je prikazano na slici 2.6, apsorbovano zračenje dovodi do zagrevanja, topljenja i isparavanja materijala. Takođe, kretanje istopljenog materijala je posledica interakcije laserskog zračenja sa

metalnom površinom gde tokom bušenja materijala laserom, nastaje krater i istopljeni materijal teče oko tog kratera gde na kraju hlađenjem i očvršćava. Plazma koja se stvara može da apsorbuje veliki deo upadnog laserskog zračenja. Naime, slobodni elektroni apsorbuju energiju zračenja i predaju jedan deo energije atomima i jonima čija se kinetička energija povećava jonizacijom i ekscitacijom. Zbog toga, dolazi do povećavanja broja slobodnih elektrona što povećava apsorpciju zračenja.

2.4.2. Uticaj trajanja impulsa na interakciju laserskog zračenja sa metalima. Zona toplotnog dejstva (HAZ)

Kao što je već rečeno, a s obzirom na to da interakcija laserskog zračenja sa površinom metala mnogo zavisi od trajanja impulsa lasera, ovde će se govoriti o tri režima delovanja lasera: nanosekundni (ns, dugi impulsi, reda veličine 10^{-9} s), pikosekundni (ps, kratki impulsi, reda veličine 10^{-12} s) i femtosekundni režim (fs, ultrakratki impulsi, reda veličine 10^{-15} s).

Vremenska skala na kojoj se dešavaju procesi tokom laserske interakcije sa metalnom površinom se može posmatrati kroz toplotni prenos. Ako se pretpostavi da su toplotni kapacitet i toplotna provodljivost konstantni, nakon apsorpcije upadnog laserskog zračenja, nastali toplotni talas se prostire do rastojanja od oko:

$$l_{th} \approx \sqrt{D \cdot \tau} \quad (1)$$

gde l_{th} (μm) predstavlja dužinu toplotne difuzije, odnosno zonu toplotnog dejstva (HAZ, eng. Heat Affected Zone), a D ($\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$) predstavlja termalnu difuzivnost [41]. HAZ se može predstaviti i kao zbir optičke i termalne komponente, redom:

$$L_{HAZ} = L_{OPT} + L_{TER} = \frac{1}{\alpha} + (\chi\tau)^{1/2} \quad (2)$$

gde je α koeficijent optičke apsorpcije, χ je toplotna difuzivnost, a τ dužina trajanja impulsa lasera [42]. Toplotna difuzivnost je data izrazom:

$$\chi = \frac{k}{\rho \cdot C} \quad (3)$$

gde je k toplotna provodljivost (W/m K), ρ je gustina materijala (g/cm^3), a C toplotni kapacitet (J/kg K) [42, 43].

Interakcija metala i laserskog zračenja počinje sa apsorpcijom na slobodnim elektronima metala što traje oko nekoliko desetina femtosekundi [44]. U tom vremenskom periodu, elektroni se pobuđuju i termalizuju unutar pod-sistema. To traje od nekoliko desetina femtosekundi do jedne pikosekunde. Pobuđeni i zagrejani elektroni se hlade elektron-fonon interakcijama i procesima difuzije. Dolazi do formiranja termalne ravnoteže među sistemima rešetke što traje do nekoliko pikosekundi. Ovaj proces termalne ravnoteže se može opisati dvotemperaturnim modelom [45]. Nakon nekoliko pikosekundi, interakcija lasera sa metalom se, na dalje, smatra termalnim procesom. Ako je intenzitet zračenja dovoljno dobar, dolazi do ablacije materijala što traje do oko 100 ps. Dalje se materijal hladi brzo i mogu se formirati različite površinske strukture [46].

Ako dođe do formiranja plazme u toku interakcije laserskog zračenja sa metalom, plazma se obično formira ispred mete uzorka, nakon nekoliko stotina pikosekundi do nekoliko nanosekundi od kada je delovano laserskim zračenjem na metal [47]. Može se reći da plazma zapravo postoji sve vreme dok traje nanosekundni laserski režim, dok kod piko- i femtosekundnog režima laserskog zračenja, plazma se stvara tek nakon što se delovanje impulsa lasera završilo [48]. Zaključak je da

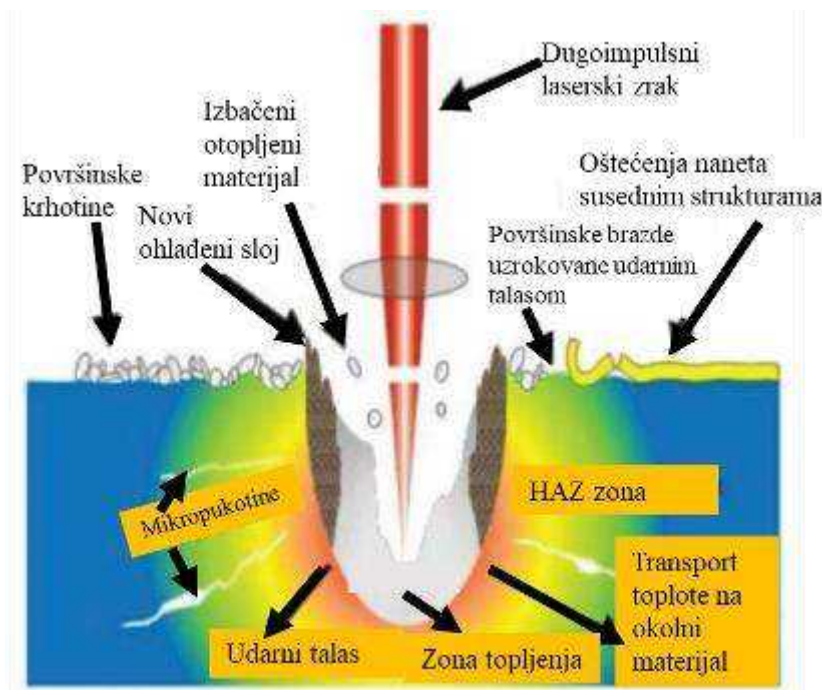
kod nanosekundnog režima, plazma apsorbuje deo laserskog zračenja dok kod piko- i femtosekundnog režima, efekat stvaranja plazme je redukovano ili ga nema [49].

Ako sa τ_e obeležimo vreme hlađenja elektrona, τ_i vreme zagrevanja rešetke, a τ vreme trajanja impulsa lasera i ako znamo da je uvek $\tau_e \ll \tau_i$ (zbog razlike u toplotnim kapacitetima), mogu se definisati tri različita režima u kome lasersko zračenje vrši interakciju sa metalima. Ako je $\tau < \tau_e$, govori se o *nanosekundnom režimu*, ako je $\tau_e < \tau < \tau_i$, govori se o *pikosekundnom režimu*, a ako je $\tau > \tau_i$, onda se govori o *femtosekundnom režimu* interakcije lasera i metala [50].

2.4.2.1. Nanosekundni režim delovanja laserskog zračenja – dugi impulsi, reda veličine 10^{-9} s

Impulsi laserskog zračenja se smatraju dugim ukoliko je njihovo trajanje mnogo duže od bilo kog procesa relaksacije u sistemu. S obzirom na brzinu odvijanja tih procesa relaksacije, može se smatrati da je ceo sistem interakcije u ravnotežnom stanju. Dugim impulsima se smatraju impulsi u *nanosekundnom* (i *mili-* i *mikrosekundnom*) vremenskom intervalu.

Na slici 2.8 je dat shematski prikaz interakcije površine materijala sa dugoimpulsnim (mili-, mikro- ili nanosekundnim) laserskim dejstvom. Određena energija laserskog impulsa se apsorbuje i pretvara u toplotu koja „okupira“ zonu veću od ozračene nakon čega se mogu javiti već pomenuti procesi: topljenje, isparavanje, stvaranje i ekscitacija plazme, izbacivanje čestica, stvaranje udarnih talasa i drugi. Što se tiče plazme, ukoliko se formira iznad površine mete uzorka, doći će do tzv. procesa *zaklanjanja plazmom* tj. usled interakcije plazme i upadnog impulsa lasera, dolazi do smanjenja količine energije koja dolazi na površinu mete uzorka.



Slika 2.8 Shematski prikaz interakcije laserskog zračenja sa čvrstom metom pri dugim impulsima [51]

Pošto impuls traje duže od vremena zagrevanja rešetke, elektrone i rešetku karakteriše ista temperatura jer se termalizacija podsistema elektrona i rešetke odvija za vreme trajanja impulsa. Apsorbovana energija prvo zagreva površinu mete uzorka do tačke topljenja, a nakon toga i do tačke

ispravanja gde je potrebno više energije nego za topljenje [52]. Efekti koji će se dobiti na površini mete uzorka su usko povezani sa količinom upadnog zračenja apsorbovanog od strane materijala. Zbog toplotne provodljivosti, tokom interakcije laserskog zračenja i površine dolazi do zagrevanja unutrašnjosti mete uzorka, a dalje prenošenje energije u metu se opisuje gore pomenutim HAZ-om tj. dubinom toplotnog prodiranja preko jednačine (1). Iz ove jednačine, vrednost koeficijenta termalne difuzije se dobija iz izraza:

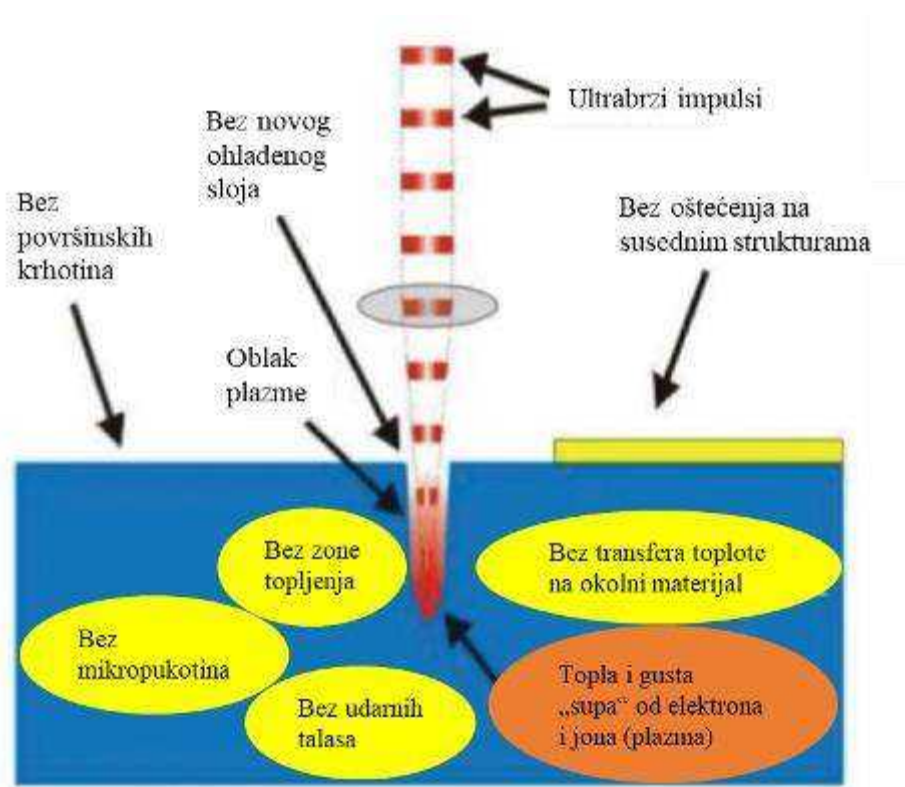
$$D = k \cdot C_i^{-1} \quad (4)$$

gde je C_i toplotni kapacitet, a k predstavlja Bolcmanovu konstantu ($1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K) [47]. Ako se zna da koeficijent termalne difuzije ima vrednosti od $0,1 - 1 \text{ cm}^2/\text{s}$ (za većinu metala), može se zaključiti da pri dužini trajanja impulsa od 10 ns, toplotni talas putuje $0,1 - 1 \text{ }\mu\text{m}$. Dužina termalne difuzije je manja od dimenzija laserskog snopa pa sledi da se difuzija svodi na jednodimenzionalni protok toplote [51].

2.4.2.2. *Pikosekundni i femtosekundni režim delovanja laserskog zračenja – kratki i ultrakratki impulsi, reda veličine 10^{-12} s i 10^{-15} s, redom*

Za razliku od dugih impulsa, kratkim, odnosno ultrakratkim impulsima se smatraju impulsi u *pikosekundnom* i *femtosekundnom* vremenskom intervalu.

Kod pikosekundnog režima je dužina impulsa veća od dužine trajanja hlađenja elektrona i gubitak energije zbog prenosa toplote i razmene energije sa rešetkom se nadoknađuje laserski deponovanom energijom [53]. Kod ovog režima, temperatura rešetke ostaje mnogo niža od temperature elektrona tokom trajanja impulsa. Materijal koji se ozračuje se u slučaju pikosekundnog režima zagreva na kraju impulsa pa nema interakcije fotona sa istopljenim materijalom, a to dovodi do preciznije ablacije (slika 2.9) [51]. Najveća prednost ovog režima je intenzitet impulsa pri kome skoro svi materijali pre ispare nego što se istope ($I > 10^{10} \text{ W/cm}^2$). Mana ovog režima je ta što ipak dolazi do formiranja istopljene zone unutar mete uzorka što smanjuje preciznost procesiranja metala laserom [51].



Slika 2.9 Shematski prikaz interakcije laserskog zračenja sa čvrstom metom pri ultrakratkim impulsima [51]

Kod femtosekundnog režima, energiju najvećim delom apsorbuju slobodni elektroni putem inverznog zračenja što dovodi do neravnotežnog stanja sistema koji se opisuje različitim temperaturama elektrona i rešetke. Elektroni se hlade putem razmene energije sa rešetkom i minimalnim elektronskim prevođenjem toplote [51, 54]. Najveća prednost ovog režima je odsustvo tečne faze.

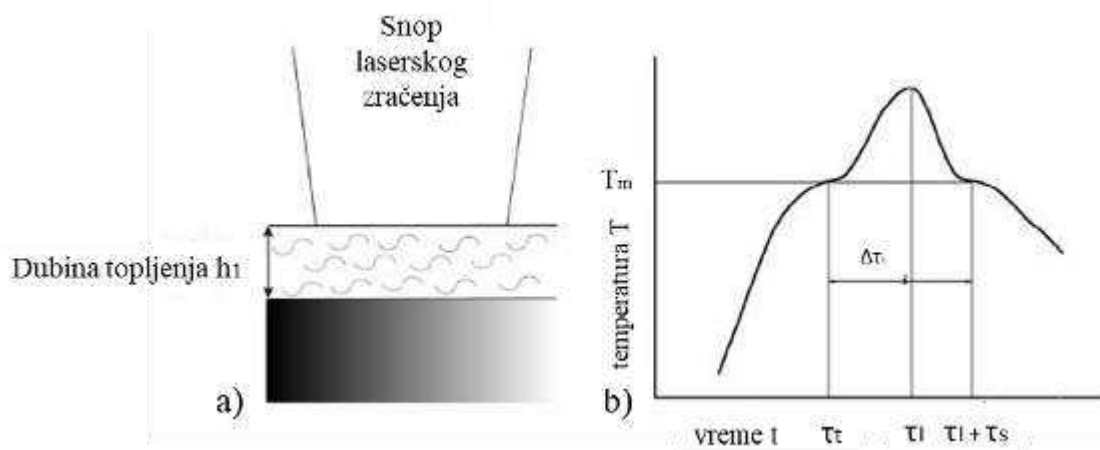
U femtosekundnom režimu, tokom ablacije prvo dolazi do apsorpcije laserskog zračenja od strane slobodnih elektrona nakon čega dolazi do termalizacije pod sistema elektrona kao funkcije laserskog fluensa (gustine energije) i intenziteta (trajanje procesa je reda veličine nekoliko pikosekundi). Nakon toga, elektroni energiju prenose na kristalnu rešetku u vremenu dužem od trajanja samog impulsa. Formira se pregrejani sloj dimenzija jednakim dimenzijama ozračene površine (usled ograničenosti toplotne provodljivosti) i finalno, dolazi do ablacije sa minimalizovanim mehaničkim i termalnim oštećenjima okoline površine uzorka [48, 50, 51].

2.4.3. Apsorpcija laserskog zračenja kod metalnih površina

Kada lasersko zračenje padne na metalnu metu, može doći do apsorpcije ili refleksije tog zračenja. Apsorpcija laserskog zračenja zavisi od fizičkih osobina površine metalnog materijala s obzirom da površine metala nisu idealno glatke već imaju određenu hrapavost [40]. Ta hrapavost utiče na optičke osobine materijala u smislu „sakrivanja“ svetlosti u udubljenjima i samim tim, pojačavanje apsorpcije. Pojačavanje apsorpcije može doći i usled čestog formiranja oksida na površini metala [34].

2.4.4. Topljenje materijala

Topljenje materijala na površini je proces koji zahteva specifičan izbor parametara laserskog zračenja u cilju što manjeg oštećenja površine tj. kontrolisanog topljenja materijala [32]. Izvijanje površine i pojava pukotina su fenomeni koji se dešavaju zbog velike brzine hlađenja nakon topljenja materijala. Objašnjenje topljenja materijala je prikazano na slici 2.10 [39]. Isparavanje materijala je zanemareno. Temperatura na površini, T_s , raste i u jednom vremenskom trenutku, $\tau_m(0)$, dostiže vrednost tačke topljenja, T_m [39]. Nakon te tačke, povećanje T_s ide sporije ili potpuno prestaje jer je apsorbirana energija laserskog zračenja preraspodeljeno i na topljenje i na zagrevanje. Površina materijala je istopljena na dubinu h_1 nakon vremenskog intervala $\tau_m(h_1)$ [39]. Temperatura površine se dalje povećava kada zona topljenja dostigne zonu zagrevanja. Najveća temperatura na površini materijala se postiže na kraju impulsa, τ_i . Nakon tog vremenskog intervala, površina se hladi i ponovo očvršćava nakon vremenskog intervala τ_s [39].



Slika 2.10 a) Jednostavan model topljenja na površini izazvano pravougaonim snopom laserskog zračenja; b) vremenska promena temperature na površini izazvana laserskim zračenjem impulsa τ_i sa vremenom dostizanja tačke topljenja, τ_m , i vremenom potrebnim za očvršćavanje, τ_s [39]

2.4.5. Ablacija materijala

Kada govorimo o ablaciji materijala, obično se misli na uklanjanje materijala u vakuumu ili nekoj inertnoj sredini. Apsorbirana energija u materijalu se menja u toplotnu i taj porast temperature na površini materijala dovodi do njegovog uklanjanja [53]. Kada je upadna energija laserskog zračenja dovoljno visoka, dolazi do brzog isparavanja jer površinska temperatura prevazilazi tačku ključanja. Ovakav vid ablacije, gde se odstranjivanje materijala dešava usled toplotnog stresa i isparavanja sa površine materijala, zove se *termalna ablacija*. Za razliku od termalne, drugi vid ablacije je *fotoablacija*, gde energija upadnog fotona direktno raskida vezu u molekulima, bez nekih bitnih termalnih efekata [53].

Da bi došlo do efikasne ablacije materijala, potrebno je imati visoku vrednost apsorpcionog koeficijenta, α , i nisku vrednost termalne difuzivnosti, D , kao i upotreba kratkih impulsa (kraći od nekoliko ns). Sam proces ablacije se karakteriše sa dve veličine: *prag ablacije*, F_{th}^α (J/cm^2), i *brzina ablacije*, L ($\mu m/impuls$) [31, 53]. Prag ablacije predstavlja minimalnu energiju po jedinici površine koja je potrebna za efikasno uklanjanje materijala. Naravno da različite vrste materijala imaju različite vrednosti praga ablacije zbog razlike u optičkim i termalnim osobinama. Brzina ablacije predstavlja dubinu ablacije (h) po broju akumuliranih impulsa (N_p). Na brzinu ablacije utiču talasna dužina lasera,

gustina laserskog zračenja, kao i broj i dužina trajanja impulsa. Brzina ablacije raste sa porastom gustine energije i sa povećanjem broja impulsa (do zasićenja) [31, 53].

Ukoliko imamo dva režima ablacije, režim *niske vrednosti gustine energije* i režim *visoke vrednosti gustine energije*, brzina ablacije, za niske gustine, je data izrazom:

$$L = \alpha^{-1} \ln \frac{F}{F_{th}^\alpha}, \quad (5)$$

gde je L brzina ablacije, α^{-1} je optička dubina prodiranja, a F_{th}^α prag oštećenja. Za visoke vrednosti gustine energije imamo izraz:

$$L = l_T \ln \frac{F}{F_{th}^l}, \quad (6)$$

gde je L brzina ablacije, l_T zona toplotnog desjstva, odnosno dužina toplotne difuzije, a F_{th}^l prag oštećenja. Kod režima niske gustine energije, prenos energije tokom delovanja laserskog zračenja na materijal se dešava samo u oblasti koja je određena dubinom apsorpcije dok kod režima visoke gustine energije, brzina ablacije je određena dužinom termalne difuzije [53, 55].

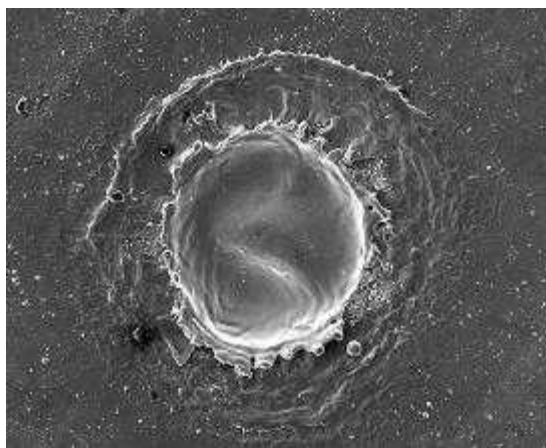
S obzirom na to da je primećeno da sa smanjenjem dužine trajanja impulsa lasera smanjuje se i prag ablacije (kod metala), došlo se do zaključka da su za mikroobradu materijala pogodniji kratki impulsi lasera sa niskim energijama zračenja. Što se tiče dubine ablacije, zavisnost od efekata je malo složenija. Povećanje dubine ablacije sa povećanjem broja akumuliranih impulsa lasera je linearna zavisnost gde nagib prave zavisi od broja impulsa i gustine energije. Međutim, u nekoliko eksperimenata je pokazano da ova linearnost dobija odstupanje kod velikog broja impulsa. Naime, kod broja akumuliranih impulsa većeg od 1000, zavisnost dubine ablacije u odnosu na broj akumuliranih impulsa postaje logaritamska; brzina ablacije opada i smanjuje se efektivna gustina energije na površini materijala [56].

Različiti materijali i različiti tipovi laserskih sistema daju različite efekte i fenomene kada dođe do interakcije laserskog zračenja sa površinom materijala. Ablacijom najčešće dolazi do formiranja kratera na mestu interakcije gde se na ivicama kratera formiraju „granice“ sa očvrnutim prethodno istopljenim materijalom. Takođe, ablacija može dovesti i do formiranja različitih površinskih periodičnih struktura u obliku stubova, repova, kolona, grebenova i drugih oblika. Međutim, najčešći efekti koji se dobijaju nakon ablacije materijala su promene u hemijskom sastavu materijala, promene u morfologiji, kao i mehanički efekti kao što su pucanje i deformisanje materijala [56].

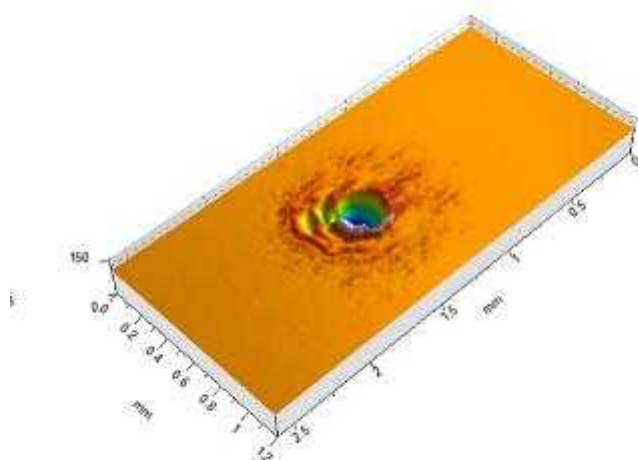
2.4.6. Krateri

Kao što je već rečeno, u interakciji laserskog zračenja sa površinom materijala, dolazi do određenih morfoloških promena na toj površini. U zavisnosti od trajanja laserskog impulsa i gustine energije, te promene će biti manje ili više izražene. Ako se govori o niskim gustinama energije i malom broju impulsa, prilikom interakcije zračenja sa materijalom, na površini će se obično formirati trag koji odgovara poprečnom preseku primenjenog snopa laserskog zračenja. Ako se govori o visokim gustinama energije i velikom broju impulsa, u interakciji će doći do formiranja plazme i udubljenja, odnosno kratera koji mogu biti različitog oblika i veličina (slika 2.11). Analiza kratera određenih metala je pokazala da dubina i površina kratera rastu proporcionalno kvadratnom korenu energije impulsa [57, 58]. Dubina i oblik takođe zavise i od polarizovanosti laserskog zračenja što ima ogroman značaj za mikroobradu materijala [54]. Ispitivanjem oblika kratera i širenja plazme sa promenom trajanja impulsa mogu se analizirati režimi laserske ablacije materijala, formiranje udarnog talasa (koji može da se formira od materijala izbačenog povratnim pritiskom na meti koji se

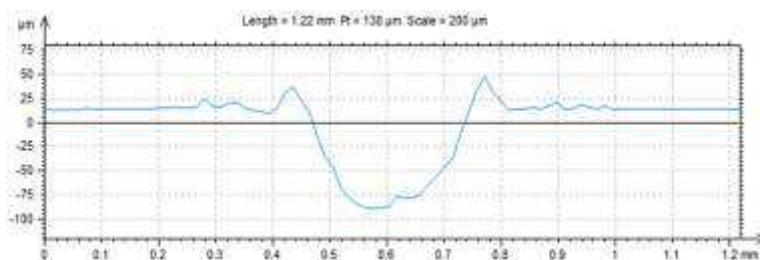
stvara kada komponente napuštaju površinu mete uzorka tokom interakcije laserskog zračenja i materijala) i apsorpcioni mehanizmi laserske energije [47].



a)



b)



c)

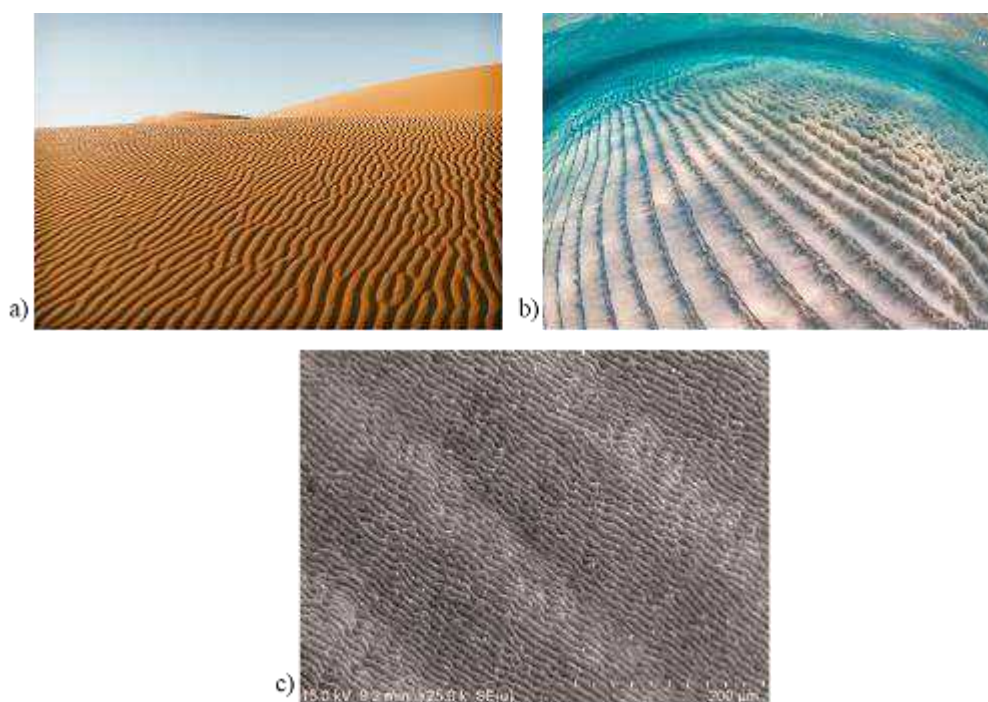
Slika 2.11 a) SEM mikrofotografija kratera dobijenog nakon ozračivanja površine materijala laserskim zračenjem; b) 3D profil kratera; c) 2D profil kratera

2.5. *Strukture koje se formiraju na površini materijala*

Postoji nekoliko mehanizama stvaranja čvrstih struktura koje vode do pojave struktura u tečnosti i njihovog prelaska u čvrstu fazu hlađenjem i očvršćavanjem. Te strukture mogu biti: laserski indukovane periodične površinske strukture (LIPSS) koje su za potrebe ove doktorske disertacije najzanimljivije za analizu, hidrodinamičko raspršivanje i kapilarni talasi.

2.5.1. Laserski indukovane periodične površinske strukture (LIPSS)

Laserski indukovane periodične površinske strukture (LIPSS, eng. Laser-Induced Periodic Surface Structures) su paralelne ili talasaste površinske strukture (slika 2.12c) [62] koje se mogu formirati kontinualnim ili impulsnim laserskim zračenjem gde su gustine energije bliske pragu oštećenja. Ove strukture se ponavljaju u periodama (Λ) koje mogu odgovarati talasnoj dužini upadnog laserskog zračenja ili su ispod nje [59]. LIPSS strukture podsećaju na one talasaste strukture koje se mogu naći u prirodi, kao što su peščane dine, npr. u pustinji Sahara koje nastaju pod uticajem vetra (slika 2.12a) [60] ili talasaste strukture na dnu mora, npr. u Karipskom moru, uzrokovane morskom strujom (slika 2.12b) [61].



Slika 2.12 a) Peščane dine u pustinji Sahara [60]; b) Morske dine Karipskog mora [61]; c) Laserski indukovane periodične površinske strukture generisane ozračivanjem legure Ti6Al4V sa femtosekundnim Ti:Safirnim laserom [62]

LIPSS strukture mogu biti orijentisane normalno ili paralelno na pravac linearne polarizacije upadnog laserskog snopa. Periode ovih struktura i njihova orijentacija zavise od određenih laserskih parametara i uslova ozračivanja, kao što su: gustina energije, broj primenjenih impulsa lasera, talasna dužina, atmosfera ozračivanja, upadni ugao laserskog snopa i drugi. U odnosu na veličinu periode, Λ , mogu se klasifikovati dva tipa LIPSS struktura. Prve su *niskofrekventne* LIPSS strukture (LF-LIPSS, eng. Low Frequency LIPSS) koje su uglavnom orijentisane normalno na pravac linearne polarizacije upadnog laserskog snopa. Njihove periode imaju vrednost sličnim ili malo ispod talasne dužine laserskog zračenja ($\Lambda \approx \lambda$ ili $\Lambda < \lambda$) [63]. Drugi tip su *visokofrekventne* LIPSS strukture (HF-LIPSS, eng. High Frequency LIPSS) koje mogu biti orijentisane i paralelno i normalno na pravac linearne polarizacije upadnog laserskog snopa, dok su vrednosti perioda dosta manje od talasne dužine laserskog zračenja ($\Lambda \ll \lambda$, otprilike $\lambda/10 - \lambda/4$) [63]. HF-LIPSS obično generišu piko- i femtosekundni laserski sistemi dok LF-LIPSS potencijalno mogu generisati svi laserski sistemi. U odnosu na gustinu energije i broj primenjenih impulsa lasera, LF-LIPSS se uglavnom formiraju kada je vrednost gustine energije blago iznad praga oštećenja (za metale $F_{th} \approx 0,1 \text{ J/cm}^2$), a broj impulsa

između 1 i 100. Što se tiče HF-LIPSS, ove strukture se formiraju jedino pri gustini energiji dosta nižoj od praga oštećenja dok je broj impulsa od 100 do 1000 [38, 64, 65].

Mehanizam nastajanja ovih struktura je predmet istraživanja nekoliko decenija, međutim, ni za jednu teoriju se ne može reći da potpuno objašnjava mehanizam formiranja LIPSS. Što se tiče LF-LIPSS struktura, Birnbaum je bio prvi koji je razmatrao ove strukture sa periodima $\Lambda \approx 2,0 \mu\text{m}$ na poluprovodničkom materijalu ozračenim fokusiranim snopom rubinovog lasera [66]. On je za formiranje LIPSS struktura dao objašnjenje zasnovano na efektima difrakcije koji se javljaju na fokusirajućim tačkama sočiva lasera gde teorijska perioda bi trebalo biti oko $1,4 \mu\text{m}$. Nekoliko godina kasnije, Emmony i saradnici su posmatrali paralelne strukture sa periodama od oko $10,6 \mu\text{m}$ (što je blisko talasnoj dužini lasera) dobijene TEA CO₂ laserskim sistemom sa ogledalom germanijuma [67]. Poreklo ovih struktura je objašnjeno rasejavanjem svetlosti od strane čestica ili defekata na površini ogledala. Jedan od mehanizama nastajanja struktura je i uticaj *površinskih plazmon polaritona* (SPP, eng. Surface Plasmon Polaritons, „kvazičestice“ koje se kreću duž površine zbog oscilatornog električnog polja površinskih elektrona koji osciluju u fazi, normalno na površinu) na poreklo LIPSS struktura [68, 69]. Ove čestice nastaju u kombinaciji površinskih plazmona (variranja u gustini elektrona na granici dve faze) i fotona. Nakon neke kratke razdaljine, SPP se raspadaju dok se energija konvertuje u fonone pa se dobija kombinovana energija upadnog laserskog zračenja. Najbolje objašnjeno shvatanje formiranja LF-LIPSS struktura su predložili Reif i saradnici. Prema njihovom modelu, poreklo struktura je pripisano površinskoj samoorganizaciji koja prati nestabilnost laserski ozračenih površina. Ova nestabilnost je zasnovana na asimetriji distribucije kinetičkih energija početnih elektrona zbog električnog polja lasera i odgovarajuće varijacije u verovatnoći transfera ekscitacije [70, 71].

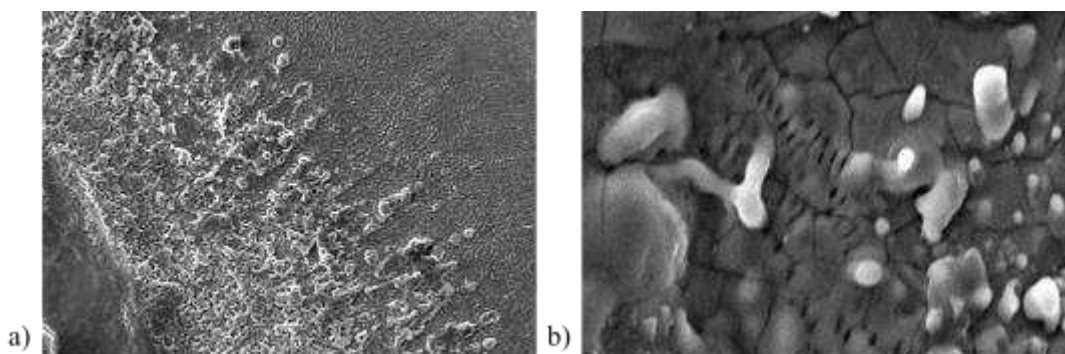
S obzirom da su HF-LIPSS strukture novijeg tipa, njihovo poreklo je i dalje predmet ispitivanja. Trenutno postoji nekoliko mehanizama koji su predloženi za objašnjenje formiranja ovih struktura, među kojima su: generacija drugih harmonika [72], samoorganizacija [73], nestabilnost kavitacije (formiranje mehurića vazduha unutar tečnosti u oblasti niskih pritisaka) u otopljenom površinskom sloju [74] i drugi.

Kako se LIPSS strukture ponašaju kao difrakcione rešetke, generišući strukturne boje, one imaju primenu u kontrolisanim bojenjima površine materijala. U zavisnosti od veličine i orijentacije struktura, kao i od upadnog ugla laserskog snopa, moguće je napraviti različite nijanse boja u vidljivom delu spektra [75 - 77]. LIPSS strukture na površini materijala su od velike važnosti za medicinsku primenu. Na primer, kod materijala sa titanom koji se koriste kao zamena zglobova, formiranjem LIPSS struktura adhezija ćelija je smanjena dok je osteointegracija (spoj „žive“ kosti i površine implanta) poboljšana pa samim tim, životni vek implanta je produžen [63, 78]. Takođe, kod polistirena prekrivenog LIPSS strukturama, adhezija i proliferacija ćelija je poboljšana zbog promene u hemijskom sastavu površine [79]. Još jedna bitna primena LIPSS struktura je u tribologiji (nauka koja se bavi proučavanjem trenja, habanja, podmazivanja i nosivosti tj. nauka o interakciji površina u relativnom kretanju). Ispitivanje poboljšanja triboloških osobina primenom LIPSS struktura je urađeno na ugljeničnim materijalima [80], nitridima [81], silikonu [82], titanskim materijalima [59] i drugim. Ostale primene su: laserska obrada površina tankih filmova silicijuma [83], poboljšanje efikasnosti emisije termalne radijacije [84] i druge.

2.5.2. Hidrodinamičko raspršivanje

Usled kratke interakcije laserskog zračenja sa površinom uzorka, dolazi do intenzivnog topljenja površine i formiranja kapi koji se izbacuju na površinu uzorka. Kretanje kapi zavisi od hlađenja i ponovnog očvršćavanja osnovnog materijala uzorka. Bržim hlađenjem i očvršćavanjem u odnosu na udaljavanje kapi dobijamo „zarobljenu“ kap sa „čvrstim“ vratom (slika 2.13). Ovakve vrste

struktura se obično dobijaju dejstvom nanosekundnog laserskog zračenja na metalne i polimerne površine [85].



Slika 2.13 a) Kretanje struktura u obliku kapi nakon laserskog ozračivanja; b) „zarobljene“/očvrsnule kapi

2.5.3. Kapilarni talasi

Ranije se formiranje kapilarnih talasa objašnjavalo formiranjem čvrstih struktura sa velikim opsegom dimenzija, međutim, danas se shvatanje njihovog formiranja drugačije objašnjava. Naime, na granici između tečne i gasovite faze u ravnoteži, pritisak će biti ujednačen sve dok je oblast interakcije ravna. Ako dođe do zakrivljenosti oblasti interakcije, doći će do razlike u pritiscima. Te razlike na zakrivljenoj granici faza podržavaju formiranje deformacija na površini tečnosti (pod uticajem površinskog napona). Te deformacije su poznate kao *kapilarni talasi* [86].

2.6. Prag oštećenja. Površinska temperatura

Nastala površinska struktura dejstvom laserskog zračenja na površinu uzorka se može opisati određenim parametrima koji služe za kvantitativnu analizu radijalnog profila zraka lasera i analizu procesa koji dovode do modifikacije materijala [87]. Prostorni profil gustine energije kada zrak lasera karakteriše gausovski profil, dat je jednačinom:

$$F(r) = F_0 \cdot \exp\left[-2\left(\frac{r}{w_0}\right)^2\right] \quad (7)$$

gde je r rastojanje od centra zraka, w_0 je $1/e^2$ -radijusa i F_0 je maksimalna gustina energije u centru spota. Energija impulsa, E_p , i F_0 su povezane jednačinom:

$$F_0 = \frac{2E_p}{\pi \cdot w_0^2} \quad (8)$$

Formiranjem dijagrama zavisnosti kvadrata prečnika traga od logaritma energije impulsa:

$$D^2 = f(\ln E) \quad (9)$$

i crtanjem najbolje prave, moguće je odrediti poluprečnik snopa, w_0 , minimalnu energiju potrebnu za oštećenje površine, E_{th} , i prag oštećenja, odnosno prag gustine energije, F_{th} . Prava odgovara jednačini:

$$D^2 = 2w_0^2 \ln E_p - 2w_0^2 \ln E_{th} \quad (10)$$

gde je E_p maksimalna energija laserskog zračenja. Poznavajući osnovnu jednačinu prave:

$$y = ax + b \quad (11)$$

gde su a i b nagib i odsečak, redom, iz ovih vrednosti se mogu izračunati vrednosti w_0 i E_{th} , a iz izraza:

$$F_{th} = \frac{2E_{th}}{\pi w_0^2} \quad (12)$$

se može izračunati vrednost gustine praga oštećenja, F_{th} (J/cm²).

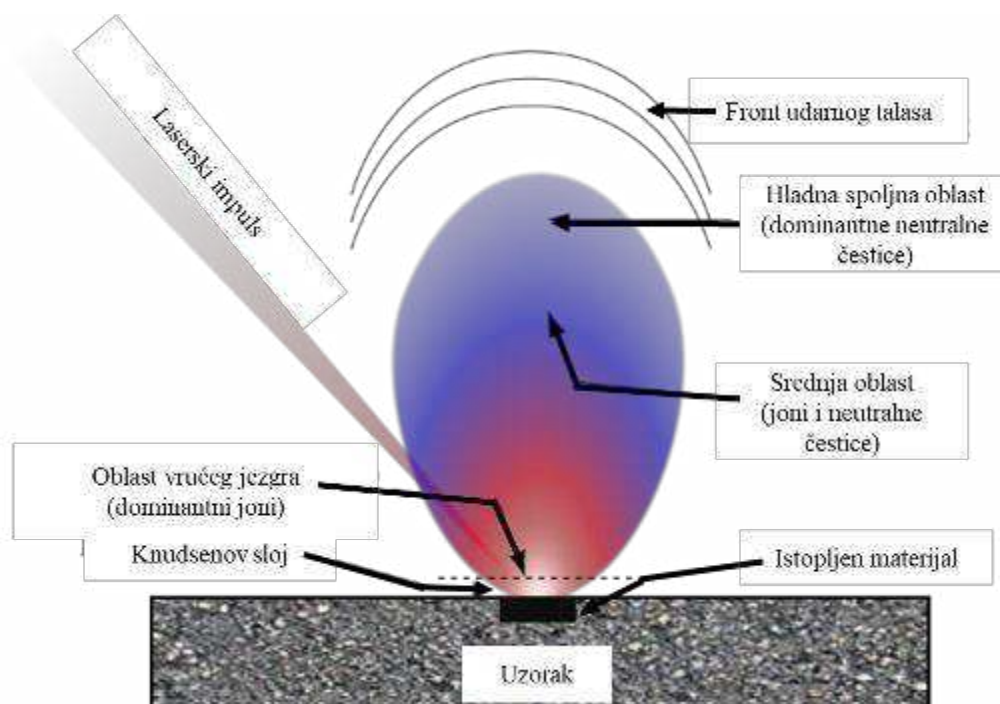
Da bi se izvršila kvantitativna analiza i optimizacija datog procesa, raspodela temperatura nastala dejstvom lasera mora biti poznata. Obično se temperature izazvane dejstvom lasera mogu samo izračunati pri čemu na osnovu temperature se mogu analizirati kvalitativne i kvantitativne karakteristike aktiviranih procesa. Promena temperature na površini mete uzorka se može proceniti korišćenjem jednodimenzione jednačine toplotne provodljivosti:

$$\Delta T \approx \frac{(1-R)I_0\tau}{\rho C\sqrt{2D\tau}} \quad (13)$$

gde R predstavlja reflektivnost, I_0 predstavlja intenzitet laserskog zračenja, C je specifična toplota, ρ je gustina materijala, τ je dužina impulsa lasera, a D predstavlja termalnu difuzivnost [55]. Mora se napomenuti da ova jednodimenziona jednačina izračunavanja površinske temperature se može primeniti samo na nanosekundni režim laserskog ozračivanja, dok kod piko- i femtosekundnog režima, procena temperature koja se postiže pri dejstvu laserskog zračenja je složenija i zahteva korišćenje dvotemperaturskog modela iz razloga što rešetka i elektroni nisu u ravoteži nego se odlikuju različitim vrednostima temperature do kraja trajanja impulsa [45].

2.7. Generisanje plazme i njen uticaj na interakciju laserskog zračenja sa materijalom

Ukoliko se impulsnim laserskim zračenjem sa visokom energijom deluje na neku malu površinu čvrste mete uzorka, doći će do lokalnog zagrevanja i ispravanja materijala. Takođe dolazi do izbacivanja elektrona iz materijala (u interakciji površine sa velikim brojem fotona). Usled povećanja temperature, dolazi do topljenja površine i atomi i molekuli se izbacuju iz mete uzorka, a elektroni apsorbuju preostale fotone ubrzavajući se dodatno i time atomiziraju i jonizuju čestice isparenog materijala [88]. Posledica toga je formiranje guste i vrele plazme (*laserski indukovana plazma*) iznad mete uzorka koja se brzo širi i hladi (slika 2.14).



Slika 2.14 Shematski prikaz formiranja laserski indukovane plazme [88]

Karakteristike i formiranje plazme zavisi od dužine trajanja impulsa pa je tako zapremina plazme mnogo veća kod nanosekundnog režima nego kod kratkih impulsa. Takođe, kod dugih impulsa, dolazi do dodatnog zagrevanja plazme usled apsorpcije zračenja lasera, za razliku od kratkih impulsa [48]. Količina izbačenog materijala i stepen jonizacije pare zavise od količine energije lasera apsorbovane od strane mete uzorka. Kod nanosekundnih impulsa, para interaguje sa nadolazećim delom impulsa lasera i delimično jonizovana para se apsorpcijom fotona zagreva dodatno [89].

Para efikasno apsorbuje deo preostale energije impulsa lasera što dovodi do dodatne jonizacije gasa, a to dovodi do stvaranja plazme iznad površine mete uzorka. Dolazi do širenja plazme i interakcije sa gasom. Širenje plazme u okolni gas će se nastaviti jedno vreme i nakon završetka impulsa lasera [90]. Analiza procesa relaksacije koji se dešavaju u tom vremenu, kao i analiza spektralne emisije iz plazme zapravo čine osnovu tehnike *spektroskopija laserski indukovane plazme (LIBS)* koja će biti detaljnije objašnjena u eksperimentalnom delu ove doktorske disertacije. Formiranje plazme zavisi od izlaznih parametara lasera i osobina mete uzorka, kao i od uslova ozračivanja. Plazma indukovana laserom daje informacije o meti i procesima u njenoj blizini [33, 35].

2.8. Uticaj sredine na interakciju laserskog zračenja sa materijalom

Kao što je već napomenuto, osim osobina primenjenog laserskog zračenja i osobina samog materijala, na interakciju laserskog zračenja može uticati i sredina, odnosno ambijentalni uslovi u kojima se odvija ozračivanje. Već neko vreme se istražuje interakcija laserskog zračenja sa čvrstom metom u vakuumu, vazduhu, vodi, drugim tečnim sredinama i sredinama koje su obogaćene različitim gasovima [44, 91, 92].

Mnogi metali imaju tendenciju formiranja slojeva oksida na površini materijala koji mogu uticati na povećanje apsorpcije zračenja lasera, na optičke osobine metala, ali i na povećanju krтости određenih legura. Formiranje oksida, posebno titan-dioksida, na površini materijala, utiče na poboljšanje biokompatibilnosti [34]. Takođe, u sredini vazduha obogaćenoj azotom, može doći do

formiranja nitridnih jedinjenja koji mogu dodatno da doprinesu poboljšanju mehaničkih osobina i otpornosti metala [93].

Ambijentalni gas u kome se odvija lasersko ozračivanje materijala može uticati i na generisanje plazme. Uticaj se najviše ogleda u promeni intenziteta signala, količine abliranog materijala i kvalitetu spektara. Ambijentalni gas utiče na efikasnost interakcije laserskog zračenja sa uzorkom tako što može prouzrokovati efekat zaklanjanja plazmom ako dođe do proboja u gasu pre isparavanja uzorka [29]. Okolni gas ima uticaj i na parametre indukovane plazme, kao i na dinamiku njenog širenja; na primer, gas veće specifične gustine i niže termalne provoljivosti ograničava zapreminu plazme [29, 94].

2.9. Uticaj laserskog ozračivanja materijala na mehaničke osobine

Prednost laserske obrade u odnosu na konvencionalne načine obrade materijala se ogleda u: specifičnoj prirodi svetlosti lasera, visokom intenzitetu i mogućnosti kontrolisane, precizne i ograničene površinske modifikacije [95-97]. Od pronalaska lasera, površinske modifikacije različitih metala i njihovih legura, izvršena od strane različitih tipova laserskog ozračivanja, su stekle značajnu pažnju naučnika i industrije. Tokom interakcije između materijala i visokoenergetskog kratkoimpulsnog lasera, stvara se visokotemperaturna plazma i ona stvara udarne talase na površini materijala, što dalje uzrokuje plastičnu deformaciju materijala. Takođe, kratko trajanje impulsa lasera može da uzrokuje površinsko topljenje što vodi ka napetosti i dodatnom naprezanju materijala. Pored laserskog zavarivanja, sečenja, bušenja i drugih tehnika laserske obrade materijala, lasersko ozračivanje se može koristiti za modifikaciju površine u cilju poboljšanja površinskih karakteristika i mehaničkih osobina materijala. Različite metode laserske obrade površine su od velikog značaja, kao što su: lasersko poliranje [98, 99], površinsko očvršćavanje [100], površinsko „tapaciranje“ [101] i termalno raspršivanje [102-104].

Mehanička i termomehnička obrada laserskim ozračivanjem je u fokusu istraživanja kao obećavajući alat za poboljšanje osobina materijala [105]. Osnova laserske mehaničke obrade je uvođenje kompresivnih rezidualnih naprezanja u dubinu materijala generisanjem udarnih talasa, a u cilju poboljšanja mikrostrukturnih i površinskih karakteristika [18, 106].

Peyre i saradnici su razmatrali obradu materijala laserskim impulsnim zrakom (LSP, eng. Laser Shock Processing) koji može biti i termomehnički i mehanički tretman [107]. Laserski mehanički tretman se koristi za poboljšanje osobina materijala, posebno za poboljšanje fenomena degradacije strukture materijala usled cikličnog opterećenja (eng. fatigue), za sprečavanje rasta pukotina usled korozivne sredine (SCC, eng. Stress Corrosion Cracking), intergranularna korozija, itd. [108]. Munter i saradnici [109] u svom radu diskutuju o nedavnom napretku u laserskom mehaničkom tretmanu aditivno proizvedenih delova (AM delovi, eng. Additively Manufactured). Sikamov i saradnici [110] su ispitivali uticaj laserskog mehaničkog tretmana na određene osobine legure AA2024-T3. Iako u poslednjih nekoliko decenija, mnoga istraživanja su bila posvećena obradi materijala laserskim impulsnim zrakom, većina je rađena u režimu nanosekundnog laserskog zraka kroz transparentni sloj (radi generisanje plazme) i kroz apsorpcioni sloj (radi termalne zaštite površine). Cilj eksperimenta ispitivanja mehaničkih osobina ove doktorske disertacije je doprinos ispitivanju osobina mikrostrukture sa termomehničkim tretmanom pikosekundnim laserom i poređenje sa tretmanom nanosekundnim laserom. Analiziraće se stanje površine i mehaničke osobine nakon termomehničkog tretmana pikosekundnim i nanosekundnim laserom na površinu koja okružuje otvore na pločici superlegure Nimonik 263. Takođe, razmatraće se mikrostrukturne promene dobijene laserskim tretmanom kroz profilometrijsku analizu, test mikrotvrdoće i test napetosti.

3. EKSPERIMENTALNI DEO

3.1. Laserski sistemi

3.1.1. TEA CO₂ laser

Ugljendioksidni laseri su vrsta gasnih lasera čiji je medijum gas CO₂. Ovi laseri imaju veliku izlaznu snagu, visok stepen iskorišćenja, jednostavnu konstrukciju i rad u kontinualnom ili impulsnom režimu [111]. Postoji nekoliko tipova ugljendioksidnih lasera (protočni, TEA, gasno-dinamički i dr.). Za eksperimente ove doktorske disertacije je korišćen nanosekundni TEA CO₂ laser (poprečno električno pobuđivanje CO₂ gasa na atmosferskom pritisku, TEA eng. Transversely Excited Atmospheric) koji zrači u srednjoj infracrvenoj oblasti, $\lambda = 10,6 \mu\text{m}$. Ovaj laser radi na principu postojanja inverzne naseljenosti između vibraciono-rotacionih nivoa osnovnog elektronskog stanja molekula CO₂ i fenomena postojanja pojačanja zračenja u sistemu [111, 112]. Ovi laseri uglavnom rade sa smešom gasova CO₂/N₂/He koja ima uticaj na vremenski oblik impulsa lasera [113]. Karakteristike i izlazni parametri ovog lasera su dati u tabeli 3.1. Spektroskopska merenja emisije laserski indukovane plazme su izvršena pomoću monohromatora (Carl Zeiss PGS-2) spregnutog sa CCD kamerom (ALTA F1007) i dva spektrografa za UV (StellarNet LSR-UV2-14) i VIS (StellarNet LSR-VIS4-14) oblast. Ozračivanje legure Ti6Al4V i superlegure Nimonic 263 je izvršeno u vazduhu i vazduhu obogaćenim azotom i argonom, i to strujanjem pomenutih gasova iznad mete uzorka.

Tabela 3.1 Odabrane karakteristike i izlazni parametri TEA CO₂ lasera

Laserski parametar	TEA CO ₂
Gasna smeša	CO ₂ : N ₂ : He
Sadržaj smeše	1 : 1 : 4,6
Talasna dužina	10,6 μm
Učestanost impulsa	$\leq 2 \text{ Hz}$
Dužina trajanja impulsa	100 ns
Struktura moda	Multimodni izlaz
Divergencija laserskog snopa	$\sim 10 \text{ mrad}$
Laserski rezonator	Nedisperzivni

3.1.2. Nd:YAG laser

Nd:YAG laseri su čvrstotelni laseri čiji je aktivni medijum spoj pasivnog kristala YAG (itrijum-aluminijum-granat, eng. Yttrium-Aluminium-Garnet, Y₃Al₅G₁₂) i aktivnog jona neodijuma (Nd³⁺ u obliku Nd₂O₃). Inverzna naseljenost se ovde postiže u jonu neodijuma koji stvara foton laserskog zračenja. Ovi laseri mogu raditi u kontinualnom ili impulsnom režimu sa osnovnom talasnom dužinom od 1064 nm. Pored osnovne, mogu se generisati i druge talasne dužine: 532, 355 i 266 nm [114]. U ovoj doktorskoj disertaciji, korišćena su dva Nd:YAG lasera: pikosekundni (Ekspla

SL212P, Litvanija) i nanosekundni (Quantel Q-smart 850, Velika Britanija). Ovi laseri sadrže sistem za pojačavanje optičkog impulsa i nelinearni KDP (kalijum-dihidrogen-fosfat) kristal za generisanje harmonika. Karakteristike i izlazni parametri ovih lasera su dati u tabelama 3.2 i 3.3. Ozračivanje legure Ti6Al4V i superlegure Nimonik 263 je izvršeno u vazduhu i u komori sa kontrolisanim atmosferama azota i argona sa pritiskom od 1000 mbar za oba gasa.

Tabela 3.2 Odabrane karakteristike i izlazni parametri nanosekundnog Nd:YAG lasera

Laser	Nanosekundni Nd:YAG
Izlazna energija impulsa	≤ 500 mJ
Talasna dužina	1064nm
Učestanost impulsa	10 Hz
Struktura moda	gausovski
Dužina trajanja impulsa	5 ns

Tabela 3.3 Odabrane karakteristike i izlazni parametri pikosekundnog Nd:YAG lasera

Laser	Pikosekundni Nd:YAG
Talasna dužina	1064 nm
Učestanost impulsa	10 Hz
Divergencija laserskog snopa	$< 0,5$ rad
Prečnik snopa	~ 10 mm
Struktura moda	TEM ₀₀
Dužina trajanja impulsa	150 ps

3.1.3. Ti:Safirni laser

Titan-safirni laser je čvrstotelni laser kod koga mogu da se podešavaju talasne dužine laserskog zračenja kao i mogućnost da se generišu ultrakratki impulsi u femtosekundnom vremenskom opsegu. Ovaj laser predstavlja kombinaciju kristala safira (Al₂O₃) i jona titana. Najefikasniji je na talasnim dužinama od oko 800 nm. U poslednjih 20 godina, laserske tehnike su poboljšane upotrebom ovih lasera čija upotreba omogućuje bolje razumevanje fundamentalnih procesa u fizici i hemiji. Laser koji je korišćen u ovoj doktorskoj disertaciji bio je femtosekundni Ti:Safirni laser (Pulsar TW, Amplitude Technologies, Francuska). Ovaj laser radi na principu pojačavanja proširenog impulsa koji generiše ultrakratke impulse trajanja od 20 do 200 fs. Karakteristike i izlazni parametri femtosekundnog lasera dati su u tabeli 3.4. Ultrakratki femtosekundni impulsi lasera umanjuju toplotne efekte u interakciji sa materijalima (u odnosu na duže impulse) što doprinosi preciznijoj modifikaciji površine materijala [115]. Ozračivanje legure

Ti6Al4V i superlegure Nimonik 263 je izvršeno u vazduhu i u komori sa kontrolisanom atmosferom azota sa pritiskom od 1000 mbar.

Tabela 3.4 Odabrane karakteristike i izlazni parametri Ti:Safirnog lasera

Laser	Ti:Safirni
Polarizacija	Linearna, horizontalna
Struktura moda	TEM ₀₀
Izlazna energija impulsa	≤ 250 μJ
Učestanost impulsa	2 kHz
Dužina trajanja impulsa	200 fs
Talasna dužina	775 nm

3.2. Metode karakterizacije površine

3.2.1. Optička mikroskopija (OM)

Optička mikroskopija se koristi uglavnom za početne mikroskopske površinske analize tj. za početno stanje površine uzorka i za neke makromehaničke osobine materijala nakon laserskog delovanja. Za potrebe ove doktorske disertacije je korišćen optički refleksioni mikroskop EPITZP 2 firme Carl Zeiss, Nemačka.

3.2.2. Skenirajuća elektronska mikroskopija (SEM)

Za detaljniju površinsku analizu se koristi SEM mikroskopija (eng. Scanning Electron Microscopy). Pomeranjem elektronskog snopa pomoću računara, ova tehnika služi za analizu određene površine materijala pre i posle delovanja laserskog zračenja. Razlika u odnosu na optički mikroskop je ta što je uvećanje SEM mikroskopa reda veličine 10^6 puta, a za optički 10^3 puta. Princip rada SEM-a je sledeći: kada fokusirani snop elektrona interaguje sa materijalom uzorka, dolazi do ekscitacije i emisije čestica i zračenja. To zračenje i izbačeni elektroni se sakupljaju i daju određene informacije o uzorku (u zavisnosti od vrste detektora). Slika uzorka se formira od reflektovanih upadnih elektrona ili od sekundarnih elektrona. Energije reflektovanih elektrona su bliske energijama upadnih elektrona i mogu da budu sa dubine 1 – 2 μm pa slika koja se formira od reflektovanih elektrona daje donekle dubinu uzorka dok slika koja se formira od sekundarnih elektrona zapravo daje pravu sliku površine uzorka i informacije o topografiji površine [116, 117]. SEM korišćen za potrebe ove disertacije bio je JEOL JSM-6610LV SEM mikroskop (Japan). Ispitivanja su odrađena u uslovima visokog vakuuma, a snimci uzoraka su dobjeni pomoću dektektora za sekundarne elektrone (SEI) i povratno-rasute elektrone (BSE). Kao izvor elektrona je korišćeno volframsko vlakno, a snimanja su vršena radnim naponom od 20 kV.

3.2.3. Energetski disperzivna spektrometrija X-zračenja (EDS)

Za elementnu analizu sastava površine uzorka se koristi EDS (ili EDX) spektrometrija rendgenskog zračenja (eng. Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy). Koristi se obično uz SEM mikroskopiju. Metoda se zasniva na pobuđivanju atoma u uzorku usled interakcije sa nekim izvorom visokoenergetskih naelektrisanih čestica. S obzirom da atom svakog elementa ima unikatnu strukturu i spektar rendgenskog zračenja (kao otisak prsta), moguća je karakterizacija površine uzorka. Kada dođe do pobuđivanja i izbacivanja elektrona iz nekog unutrašnjeg energetskog nivoa, ostaje upražnjeno mesto na koje dolazi elektron sa nekog višeg energetskog nivoa. Tokom prelaska, emituje se diskretna količina energije jednaka razlici u energijama višeg i nižeg energetskog nivoa, odnosno X-fotona [118, 119]. EDS spektar površine uzorka je urađeno na X-Max Large Area Analytical Silicon Drift EDS uređaju (Oxford, Velika Britanija), uz upotrebu unutrašnjih standarda. Granica detekcije sadržaja analiziranih elemenata je oko 0,1 težinskih procenata.

3.2.4. Profilometrija

Varijacije u visini površinskih nepravilnosti kakve su izbočine, udubljenja ili mikropukotine, koje predstavljaju hrapavost materijala, određuju se tehnikom koja je poznata kao profilometrijska analiza. Da bi se izvršila karakterizacija površine uzorka, moraju se definisati parametri hrapavosti materijala koji su zapravo merilo površinskog odstupanja. Najidealniji parametar koji se koristi je parametar srednje hrapavosti, R_a , koji predstavlja prosečnu apsolutnu vrednost odstupanja od srednje linije:

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx \quad (14)$$

gde je L dužina oblasti odabranog za procenu parametara hrapavosti [114]. Analize u ovoj doktorskoj disertaciji su odrađene beskontaktnim profilometrom Zygo NewView 7100 (Češka) i kontaktnim profilometrom Bruker DektakXT (Massachusetts, SAD). Princip rada ovog profilometra se zasniva na interferenciji snopa svetlosti koji se odbija od referentne površine i snopa koji se dobija od ispitivane površine. Oba snopa se usmeravaju na kameru i interferencija između dva snopa daje sliku sastavljenu od tamnih i svetlih oblasti što je zapravo struktura ispitivane površine. Uvećavanje površine se vrši pomeranjem objektiva po z-osi. Tokom skeniranja površine, određeni sistem u kameri hvata intezitete svakog piksela koji se pomoću programa pretvaraju u mape po visini, a slika se vidi na ekranu [114]. Prednost beskontaktna profilometrije je taj što je metoda nedestruktivna i uzorak se, nakon ove analize, može analizirati i drugim metodama jer površinske osobine ostaju očuvane. Za potrebe ove disertacije, profilometrijskom analizom su odrađeni parametar površinske hrapavosti R_a i dubine kratera.

3.2.5. Rendgenska fluorescentna spektrometrija (XRF)

Jedna od čestih metoda za određivanje hemijskog sastava uzorka je tehnika fluorescencije X-zračenja, odnosno rendgenske fluorescentne analize (XRF, eng. X-Ray Fluorescence). Ovo je nedestruktivna metoda koja se zasniva na spektrometriji rendgenskog zračenja iz mete izazvanog delovanjem visokoenergetskih fotona (rendgenska fluorescencija). Kada se uzorak ozrači sa visokoenergetskim X-zračenjem, elektron iz jedne od unutrašnjih energetskih nivoa se izmešta. Atom vraća stabilnost popunjavajući energetski nivo sa elektronom iz višeg energetskog nivoa pri tome otpuštajući fluorescentno X-zračenje. Energija ovog X-zračenja je jednaka razlici između dva energetska nivoa. Merenje ove energije predstavlja osnovu XRF analize. Svaki element prisutan u uzorku emituje svoj jedinstveni fluorescentni spektar X – zračenja gde je intenzitet energije zračenja

proporcionalan koncentraciji elementa, a vrednost se određuje poređenjem sa standardom poznatog sastava [120, 121]. XRF spektrometar omogućava kvalitativnu i semikvantitativnu analizu uzoraka. U ovoj doktorskoj disertaciji korišćen je Niton XL3t GOLDD+ XRF spektrometar (Massachusetts, SAD).

3.3. Tehnike ispitivanja mehaničkih osobina

3.3.1. Mikrotvrdoća po Vickersu (HV)

Tvrdoća je odlika materijala koja se definiše kao otpornost na lokalizovanu plastičnu deformaciju, a određuje se merenjem trajne dubine deformacije. Vickersova metoda HV (eng. Hardness according to Vickers) merenja tvrdoće materijala kao utiskivač koristi dijamantsku četvorostranu piramidu koja ostavlja u materijalu otisak šuplje piramide, čija je baza kvadrat sa dijagonalama d_1 i d_2 . Tvrdoća po Vickersu se definiše kao količnik sile, kojom se deluje na dijamantski utiskivač u obliku pravilne četvorostrane piramide sa uglom pri vrhu od 136° , i površine otiska utiskivača na površini predmeta koji se meri. Ova metoda se koristi za ispitivanje metala, keramike, kompozita, kao i vrlo tankih površinskih slojeva ili pojedinačnih delova mikrostrukture, ali se primenjuju manje sile utiskivanja (mikrotvrdoća) i uređaji sa mikroskopom i mikrometerskim zavrtnjem za pomeranje postolja [122, 123]. HV metoda je urađena pomoću poluautomatskog modela Hauser 249A (Muller Machines SA, Bruegg, Švajcarska).

3.3.2. Deformacija

Još jedan od testova koji urađen, a tiče se mehaničkih osobina materijala, je bio test deformacije. Testiranjem deformacije procenjuje se efekat koji opterećenje ima na oblik uzorka tj. materijala koji se testira. Obuhvata merenje uzorka materijala da izdrži trajnu deformaciju i/ili mogućnost uzorka da se vrati u prvobitni oblik nakon deformisanja. Deformacija se meri kao promena procenta u visini uzorka, pod određenim opterećenjem, tokom određenog vremenskog perioda [124].

Test deformacije je urađen pomoću ARAMIS sistema (verzija 6.1, GOM GmbH, Braunschweig, Nemačka) koji služi za beskontaktna merenja izmeštanja i deformacije. Zasnovan je na metodi digitalne korelacije slike (DIC, eng. Digital Image Correlation method). Glavna prednost ARAMIS sistema u poređenju sa metodama naprezanja je ta da u zonama značajnih promena u gradijentu naprezanja, položaj merača naprezanja ima veliki uticaj na dobijene rezultate [125, 126]. Koristeći ovaj sistem, može se dobiti celo polje naprezanja. Da bi se pratila deformacija na određenom mestu, neophodno je odrediti okružujući kvadratni set piksela oko tog mesta, koji se onda koristi kao obrazac u procesu prepoznavanja šablona. Rezolucija izmeštanja je u opsegu od 0,01 do 0,02 piksela, a maksimalna tačnost deformacije je reda veličine 0,02 %. Merni sistem je korigovan tokom procesa kalibracije da bi se osigurala konzistentnost dimenzija [127, 128].

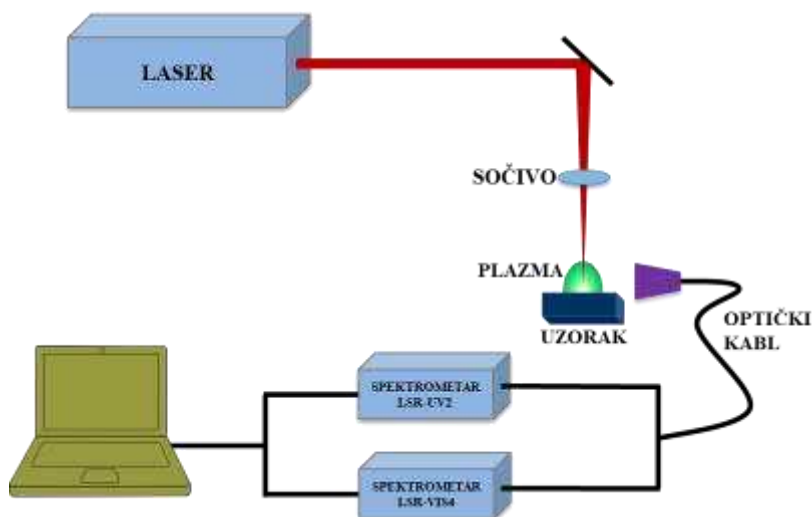
3.4. Tehnika analize plazme - spektroskopija laserski indukovane plazme (LIBS)

Kada se zračenje visokoenergetskog impulsnog lasera fokusira na malu površinu čvrste mete uzorka dolazi do lokalnog zagrevanja i kratkotrajnog isparavanja materijala. Velika koncentracija fotona unutar male površine na meti u kratkom vremenu, u interakciji sa metom, izbacuje elektrone iz materijala. Usled naglog povišenja temperature dolazi do topljenja površine uzorka u tankom površinskom sloju i atomi i molekuli izleću iz mete uzorka. Elektroni apsorbuju preostale fotone iz

laserskog snopa i dodatno se ubrzavaju. Takvi brzi elektroni atomizuju, a zatim i jonizuju čestice isparenog materijala. Iznad uzorka nastaje gusta i vruća plazma koja se brzo širi u prostor i hladi. Prag formiranja plazme kod čvrstih uzoraka je obično mnogo manji nego kod pražnjenja u gasu. Mehanizmi formiranja i osobine plazme veoma zavise od dužine trajanja laserskog impulsa. Generisanje plazme ispred mete uzorka zavisi od izlaznih parametara lasera kao i karakteristika površine uzorka, ali i uslova ozračivanja (radnog okruženja, vrste okolnog gasa i pritiska). Laserski indukovana plazma pruža informacije o meti, ali i o procesima u blizini mete uzorka [129].

3.4.1. Eksperimentalna postavka za LIBS analizu

Glavne komponente eksperimentalne postavke za LIBS uključuju impulsni laserski izvor, optiku za fokusiranje laserskog zraka na metu i sakupljanje svetlosti iz plazme, spektrograf sa detektorom (CCD) i računar sa odgovarajućim softverom za analizu emisionog signala. U ovom radu korišćen je tip spektrografa pogodan za eventualnu integraciju u prenosivi LIBS sistem (kompaktni StellarNet spektrografi). Shematski prikaz postavke LIBS eksperimenta sa kompaktnim spektrografima prikazan je na slici 3.1. Kao izvor ekscitacije korišćena su dva tipa lasera, pikosekundni Nd:YAG laser i nanosekundni TEA CO₂ laser.



Slika 3.1 Shematski prikaz postavke LIBS eksperimenta sa kompaktnim spektrografima

Spektrografi firme StellarNet korišćeni u ovoj doktorskoj disertaciji su malih dimenzija, prenosivi i nemaju pokretne delove kao ni odvojen detektor (slika 3.2). Ovi spektrografi se koriste za merenja u UV i VIS oblasti. Odnos signal : šum za ove spektrografe je 1000:1. Poseduju ulaz za USB pa se ostvaruje brz prenos podataka na računar. Za razliku od standardnih većih spektrometra, kod malih jedan optički kabl ili skup sondi omogućavaju ulaz svetlosti preko optičkog konektora gde postoji izbor dužine kablova koji su odgovorni za veću svetlosnu moć uređaja i manji gubitak svetlosti u odnosu na standardne spektrometre. Korišćeni modeli spektrometra su LSR-UV2 za UV oblast i LSR-VIS4 za VIS oblast, a njihove karakteristike su prikazani u tabeli 3.5.

Tabela 3.5 Karakteristike korišćenih kompaktnih spektrografa

Model	Opseg talasnih dužina (nm)	Rešetka (g/mm)	Opseg rešetke (nm)	Rezolucija (nm)
LSR-UV2-14	200 - 400	2400	200	0,20
LSR-VIS4-14	400 - 600	2400	200	0,20



Slika 3.2 Prikaz StellarNet spektrografa sa odgovarajućim optičkim kablovima

3.4.2 Određivanje spektralne osetljivosti

Spektralna osetljivost LSR-UV2-14 spektrografa je određena korišćenjem deuterijumske lampe SL3 kao standarda (slika 3.3a) dok je za spektrograf LSR-VIS4-14 korišćena volframova lampa SL1-CAL (slika 3.3b). Određene osobine lampi su prikazane u tabeli 3.6. Obe lampe poseduju specijalni dizajn protoka vazduha, maksimalnu stabilnost, preciznu kontrolu snage i male dimenzije.

Tabela 3.6 Osobine lampi korišćenih za spektralnu osetljivost

Vrsta	Model	Opseg (nm)	Životni vek (h)
Deuterijumska lampa	SL3	190-450	4000
Volframova lampa	SL1-CAL	350 - 2500	10000



a)



b)

Slika 3.3 Izgled: a) deuterijumske lampe i b) volframove lampe korišćenih za određivanje spektralne osetljivosti

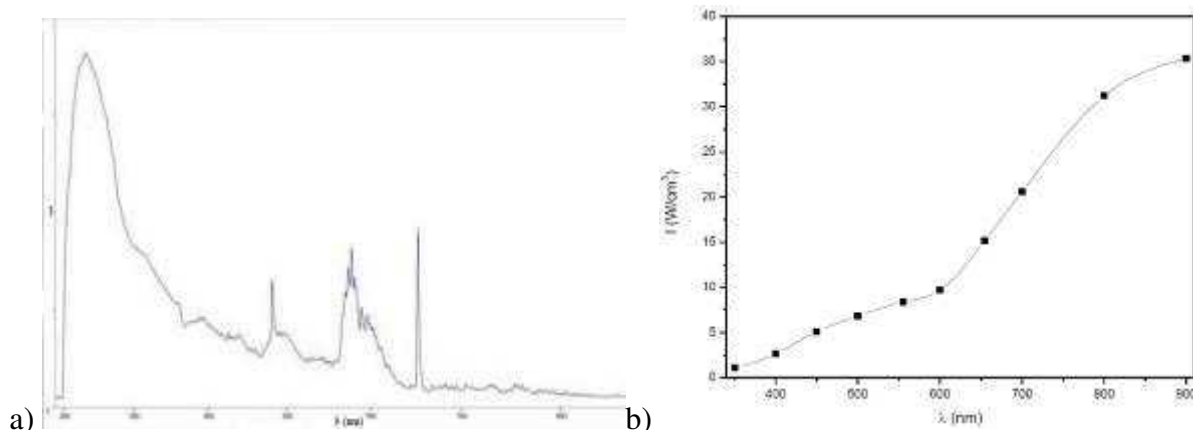
Određivanje spektralne osetljivosti i formiranje krive se vrši na sledeći način: prvo se snimi spektar standardnog izvora zračenja (sa poznatom spektralnom raspodelom relativnih intenziteta), a zatim se tako dobijeni spektar normalizuje sa tabličnom spektralnom raspodelom za dati izvor. Na taj način se dobija raspodela korekcionog faktora po talasnim dužinama, kojim se kasnije korriguju eksperimentalno određeni spektri na različitu hromatsku osetljivost. Korekcionni faktori se za svaku talasnu dužinu izračunavaju preko formule:

$$S = \frac{I_{exp}}{I_{teor}} \quad (15)$$

gde je I_{exp} izračunata vrednost intenziteta za određenu talasnu dužinu, a I_{teor} predstavlja teorijsku (dobijena od strane proizvođača) vrednost intenziteta za određenu talasnu dužinu. Tablične vrednosti su dobijene iz teorijskih spektara dobijene od strane proizvođača za svaku lampu (slika 3.4). Spektralna osetljivost S se prikazuje u obliku relativne spektralne osetljivosti, $S(\lambda)$, na skali od 0 – 1 gde se vrednosti osetljivosti dobijaju pomoću formule:

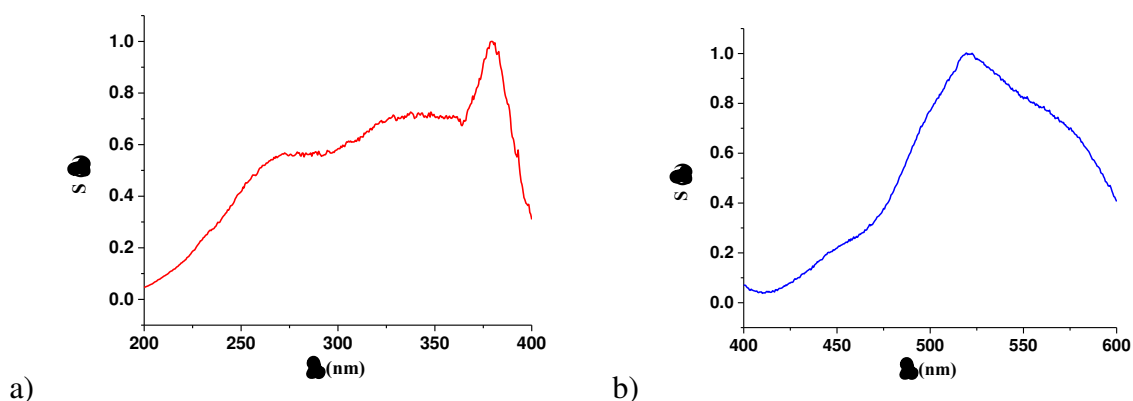
$$S(\lambda) = \frac{S}{S_{max}} \quad (16)$$

gde je S_{max} najveća spektralna osetljivost koja odgovara nekoj talasnoj dužini.



Slika 3.4 Krive zavisnosti intenziteta zračenja izvora u odnosu na talasnu dužinu dobijene od strane proizvođača za: a) deuterijumsku lampu u oblasti od 200 – 800 nm i b) volframovu lampu u oblasti od 350 – 900 nm

Na slici 3.5 prikazane su krive spektralne osetljivosti odgovarajućih spektrometara i odgovarajućih lampi. Iz ovih kalibracionih kriva se može zaključiti da se maksimum osetljivosti spektrometra LSR-UV2-14 nalazi na oko 380 nm dok je slaba osetljivost u oblasti od 200 – 250 nm (slika 3.5a), a sa druge strane, za spektrometar LSR-VIS4-14, maksimum osetljivosti je na oko 520 nm dok je slaba osetljivost u oblasti od 400 – 470 nm (slika 3.5b). Maksimumi osetljivosti su uslovljeni kombinacijom detektora i difrakcione rešetke dok je slaba osetljivost posledica spektralne osetljivosti samog detektora.



Slika 3.5 Kalibraciona kriva spektralne osjetljivosti za: a) spektrofotograf LSR-UV2-14 pomoću deuterijumske lampe i b) spektrofotograf LSR-VIS4-14 pomoću volframove lampe

3.4.3 Kalibracija talasnih dužina

Kalibracija talasnih dužina je urađena pomoću HgAr lampe jer je za ovu kalibraciju potrebno karakteristično linijsko zračenje poznatih talasnih dužina. Ova živina lampa predstavlja pražnjenje u električnom luku između elektroda na određenom pritisku gdje se kao noseći gas koristi argon koji održava električni luk niskog pritiska. U ovoj doktorskoj disertaciji korišćena je lampa SL2-HgA-light firme StellarNet koja se koristi za kalibraciju talasnih dužina u opsegu od 253,65 nm do 1013,98 nm. Jednostavna i brza identifikacija je omogućena pomoću karata sa označenim emisionim linijama žive i argona.

Radi preciznog očitavanja svih emisionih linija lampe, snima se više spektara koji se razlikuju po ekspoziciji, kako bi se registrovale i linije slabih intenziteta. Kod najjače ekspozicije, najpreciznije se očitavaju najslabiji pikovi koji se ne bi primetili u uslovima slabog intenziteta upadne svetlosti. Sa druge strane, kod najslabije ekspozicije, precizno se očitavaju najuži tj. najintenzivniji pikovi. Dobijene vrednosti kalibracije talasnih dužina su date u tabelama 3.7 i 3.8.

Tabela 3.7 Teorijske i eksperimentalne vrednosti talasnih dužina i njihova odstupanja kao i vrednosti teorijskog intenziteta linija i njihova identifikacija za UV oblast

λ_{exp} (nm)	λ_{teor} (nm) [130]	$\Delta\lambda = \lambda_{\text{teor}} - \lambda_{\text{exp}} $ (nm)	I_{teor}	Identifikacija linija
248,05	248,12	0,07	4000	HgII
253,75	253,65	0,10	900000	Hg I
265,19	265,20	0,01	1600	Hg I
275,29	275,27	0,02	400	Hg I
280,39	280,35	0,04	180	Hg I
282,63	282,69	0,06	120	Hg II
289,47	289,36	0,11	800	Hg I
296,81	296,73	0,08	3000	Hg I
302,30	302,15	0,15	1200	Hg I
313,25	313,18	0,07	4000	Hg I
334,34	334,15	0,19	700	Hg I
365,25	365,02	0,23	9000	Hg I

Tabela 3.8 Teorijske i eksperimentalne vrednosti talasnih dužina i njihova odstupanja kao i vrednosti teorijskog intenziteta linija i njihova identifikacija za UV oblast

λ_{exp} (nm)	λ_{teor} (nm) [130]	$\Delta\lambda = \lambda_{\text{teor}} - \lambda_{\text{exp}} $ (nm)	I_{teor}	Identifikacija linija
404,69	404,66	0,03	12000	Hg I
435,90	435,83	0,07	12000	Hg I
546,46	546,53	0,07	250	Hg II
577,10	576,96	0,14	1000	Hg I
579,16	579,07	0,09	900	Hg I

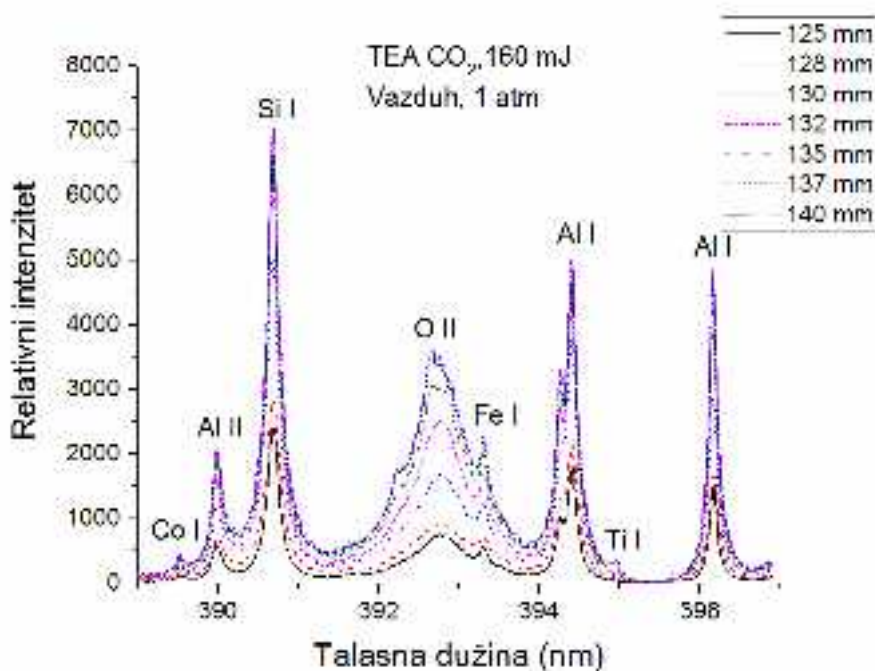
Razlike u teorijskim i eksperimentalnim vrednostima talasnih dužina ukazuje na pravilno ili nepravilno kalibrisanje uređaja. Ukoliko odstupanje postoji, neophodno je kalibrirati uređaj u odnosu na standard radi pravilnog očitavanja položaja maksimuma. Takođe je neophodno poznavati rezoluciju spektrometra jer ona ograničava uočavanje linija kao odvojenih. S obzirom da je za oba spektrometra, rezolucija 0,2 nm, a iz tabela se vidi da su odstupanja manja od rezolucije, može se zaključiti da ove razlike neće uticati na precizno očitavanje linija u spektru kao ni na preklapanje linija. Ovim zaključkom se može konstatovati da su uređaji dobro kalibrirani.

3.4.4 Optimizacija uslova snimanja spektara

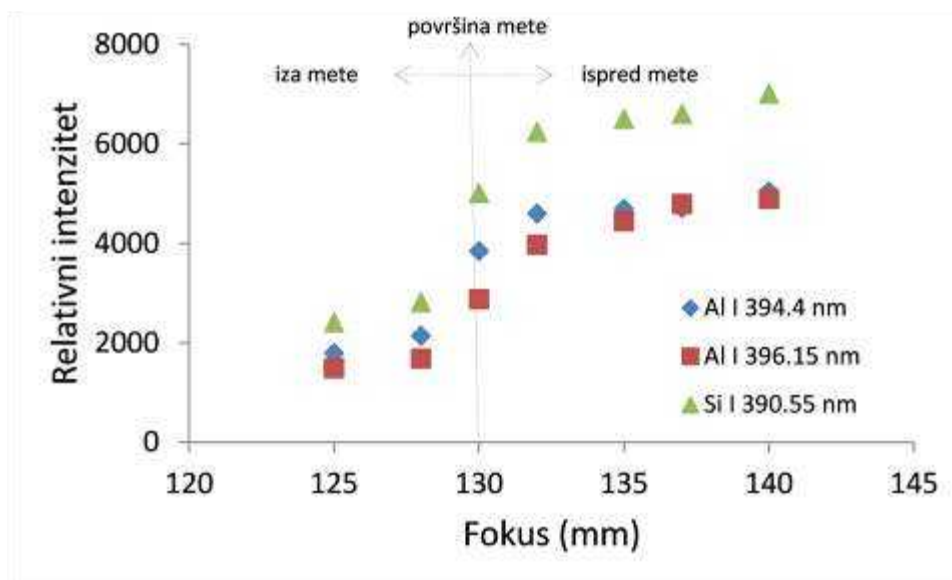
Spektri koji se dobijaju LIBS analizom zavise od eksperimentalnih uslova i osetljivi su posebno na položaj fokusa laserskog snopa u odnosu na površinu ispitivanog uzorka. Fokusiranjem laserskog snopa unutar mete uzorka, smanjuje se gustina energije i gustina snage što utiče na smanjenje intenziteta i smanjenje zapremine indukovane plazme. Međutim, takvi uslovi nisu povoljni za pobudjivanje molekula gasa u kome se indukuje plazma (npr. azot i kiseonik), plazma je manje gusta i manje vrela. To uslovljava izostanak pojave intenzivnih i jako proširenih linija nemetala koje mogu da prekriju spektralne intervale koji su bitni. Iz istih razloga je i kontinulano zračenje znatno manjeg intenziteta.

Fokusiranje laserskog snopa na metu ili ispred nje često olakšava formiranje plazme, zavisno od materijala mete, ali tako indukovana plazma ima osobine slične plazmi električnog proboja. Ipak, ako je ispitivani materijal nepogodan za dobijanje plazme sa datim laserom, tj. teško je dobiti upotrebljivu plazmu, onda se pribegava fokusiranju lasera ispred mete uzorka.

Na slici 3.6 dat je, uporedno, isti spektralni interval dobijen za različite pozicije fokusa laserskog snopa. Pošto je žižna daljina ZnSe sočiva (kojim je fokusirano zračenje TEA CO₂ lasera) bila 130 mm, vrednosti na slici veće od 130 mm odgovaraju poziciji fokusa ispred mete uzorka. Kako se može videti sa slike 3.7, iako i linije metala daju veći intenzitet spektralne emisije pri fokusu laserskog snopa ispred mete uzorka, odnos signala prema pozadini je ipak bolji pri položaju fokusa laserskog snopa unutar mete uzorka. Zbog toga je položaj fokusa od 5 mm unutar mete uzorka izabran kao optimalan parametar za dobijanje spektara pogodnih za ispitivanje linija metala.



Slika 3.6 Raspodela relativnih intenziteta u odnosu na talasnu dužinu za različite pozicije fokusa laserskog snopa



Slika 3.7 Raspodela relativnih intenziteta u odnosu na fokus laserskog snopa radi pronalaženja najoptimalnijeg položaja fokusa

4. REZULTATI I DISKUSIJA

4.1. Površinski efekti interakcije nanosekundnog laserskog zračenja sa površinom superlegure Nimonik 263

4.1.1. Nanosekundno lasersko zračenje talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa 100 ns

Uzorak pločice superlegure Nimonik 263, dimenzija 100 x 30 x 2 mm, je ozračen nanosekundnim TEA CO₂ laserom u vazduhu i vazduhu obogaćenim azotom i argonom tj. strujanjem pomenutih gasova iznad mete uzorka ozračivanja. Rastojanje sočiva od mete uzorka se održavalo konstantnim sa daljinom od 135 mm. Uslovi i parametri laserskog ozračivanja su dati u tabeli 4.1.1.

Tabela 4.1.1 Uslovi i parametri nanosekundnog laserskog ozračivanja, TEA CO₂ laserom, superlegure Nimonik 263

Laser	Nanosekundni TEA CO ₂
Superlegura	Nimonik 263
Talasna dužina (μm)	10,6
Dužina trajanja impulsa (ns)	~ 100
Broj akumuliranih impulsa	1, 10, 100, 400, 800, 2000
Energije impulsa (mJ)	155 \pm 5 mJ, 175 \pm 5 mJ
Uslovi ozračivanja	Standardni atmosferski uslovi; Kontrolisana atmosfera azota, P = 1000 mbar; Kontrolisana atmosfera argona, P = 1000 mbar
Gustine energija (fluensi) (J/cm ²)	vazduh: 22,3 i 33,5; azot: 9,10 i 12,6; argon: 18,3 i 19,7

Prag oštećenja superlegure Nimonik 263

Pragovi oštećenja, F_{th} , koji predstavljaju minimalnu gustinu energije lasera koja izaziva vidljive promene na površini uzorka su urađeni za superleguru Nimonik 263 ozračenu nanosekundnim laserskim zračenjem. S obzirom na nanosekundni režim laserskog zračenja multimodne strukture snopa, određivanje vrednosti gustine energije praga su urađene direktnim posmatranjem površine uzorka nakon svakog akumuliranog impulsa uz povećanje vrednosti energije impulsa dok se ne dobije prvo vidljivo oštećenje površine superlegure.

Za interakciju nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa 100 ns sa površinom superlegure Nimonik 263, može se primetiti da s obzirom na to da pri vrednostima energija impulsa ispod 155 mJ, delovanje jednog impulsa laserskog zraka nije ostavio

vidljiv trag na površini superlegure, u svim uslovima ozračivanja, ova vrednost energije je uzeta za direktno određivanje prečnika traga koji je ostavio jedan impuls na površini. Iz količnika energije laserskog impulsa i površine traga laserskog zračenja, za nanosekundni TEA CO₂ laser talasne dužine 10,6 μm, dobijene su vrednosti gustine energije praga, F_{th} , od 22,3 J/cm² u vazduhu, 9,10 J/cm² u atmosferi azota i 18,3 J/cm² u atmosferi argona.

Zona toplotnog dejstva (HAZ)

Efekat koji nanosekundno zračenje lasera izaziva na površini superlegure Nimonik 263 je određen količinom upadnog laserskog zračenja apsorbovanog od strane materijala i parametrima površine. Dalje prenošenje energije se opisuje parametrom HAZ koji predstavlja zonu toplotnog dejstva. HAZ zavisi od dužine trajanja impulsa lasera (tabela 4.1.1) i termalne difuzivnosti materijala (tabele 2.2 i 2.4). Pri datim eksperimentalnim uslovima, za nanosekundni TEA CO₂ laser talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa 100 ns, vrednost za zonu toplotnog dejstva iznosi ~ 574 nm.

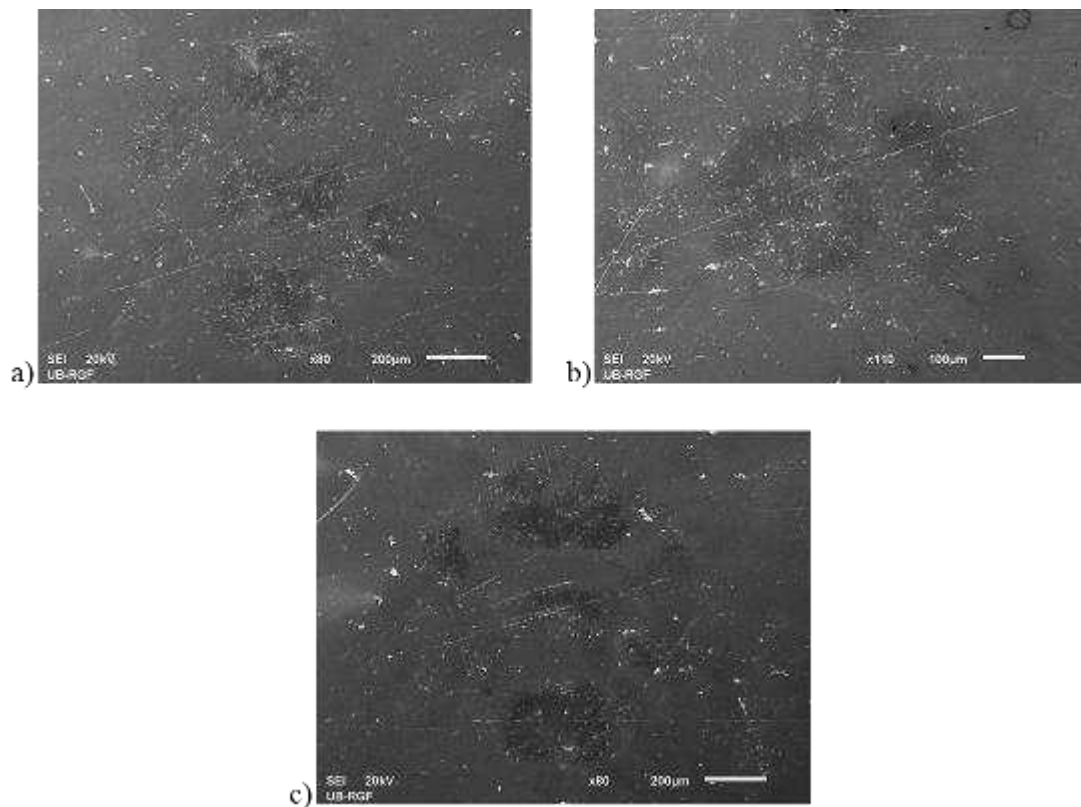
Površinska temperatura

Različite morfološke strukture koje se formiraju na površini uzorka, u interakciji sa laserskim zračenjem, zavise od postignute temperature na površini materijala. Za nanosekundno lasersko zračenje, procena vrednosti površinske temperature je urađena pomoću jednodimenzione jednačine toplotne provodljivosti (13). Za interakciju nanosekundnog laserskog ozračivanja, TEA CO₂ laserom, talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa 100 ns, sa površinom superlegure Nimonik 263, procenjene su sledeće vrednosti za temperature koje se postižu na površini superlegure: 17751 K u vazduhu, 7211 K u atmosferi azota i 15667 K u atmosferi argona. Ove temperature, u poređenju sa temperaturom topljenja superlegure Nimonik 263 (1573-1628 K, tabela 2.4) su i više nego dovoljne za topljenje njene površine i aktivaciju gasa iznad površine, uzorkujući reakciju između uzorka superlegure i okolnog gasa.

Ablacija. Površinski parametri

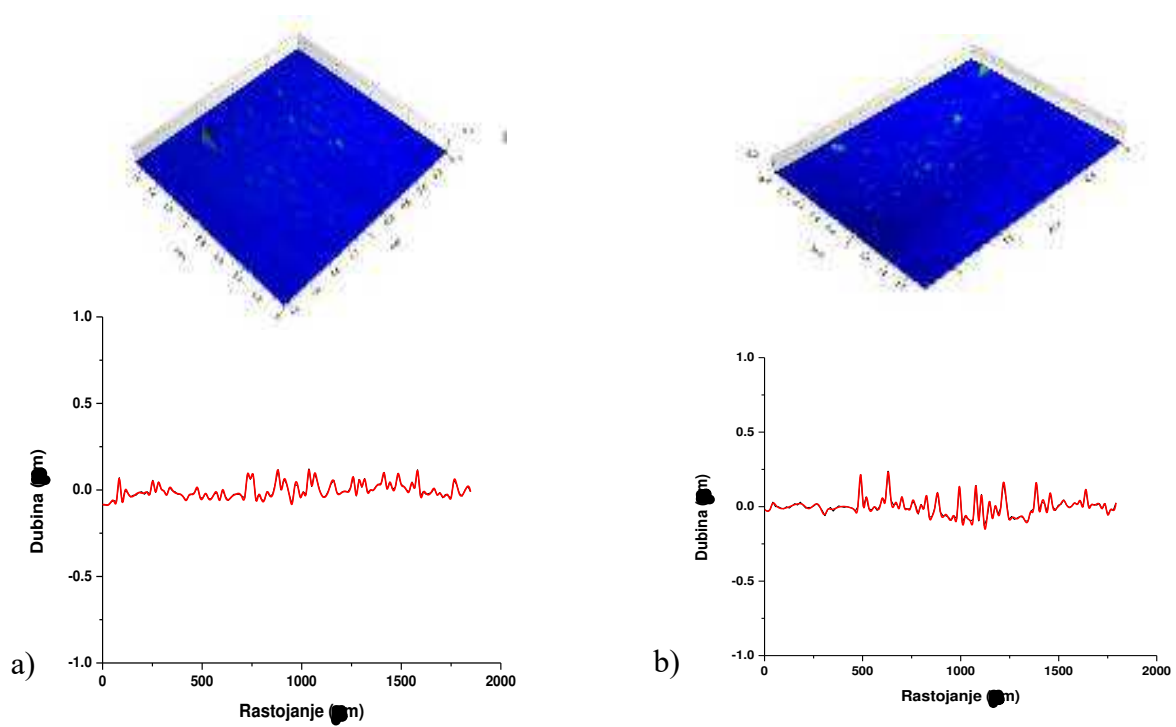
Monoimpulsni režim. SEM i profilometrijska analiza

Sa SEM mikrofotografija se može odmah zaključiti da sa povećanjem broja impulsa, za obe vrednosti energija impulsa, dolazi do progresije oštećenja površine superlegure Nimonik 263. U svim uslovima ozračivanja, delovanje jednog impulsa TEA CO₂ lasera talasne dužine 10,6 μm dovodi do slabo izraženih morfoloških promena na površini legure; neuniformno minimalno oštećenje površine legure bez hidrodinamičkih i drugih efekata (slika 4.1.1). Prelazi iz modifikovane u nemodifikovanu oblast nisu izraženi u monoimpulsnom režimu iz razloga što multimodni režim rada ovog lasera ne daje homogenu raspodelu intenziteta. Stoga, jedan impuls ne dovodi do homogene modifikacije površine legure.



Slika 4.1.1 SEM mikrografije površine superlegure Nimonik 263 nakon jednoimpulsnog delovanja nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine $10,6 \mu\text{m}$ i dužine trajanja impulsa od 100 ns: a) $F = 33,5 \text{ J/cm}^2$, vazduh; b) $F = 9,10 \text{ J/cm}^2$, atmosfera azota; c) $F = 19,7 \text{ J/cm}^2$, atmosfera argona

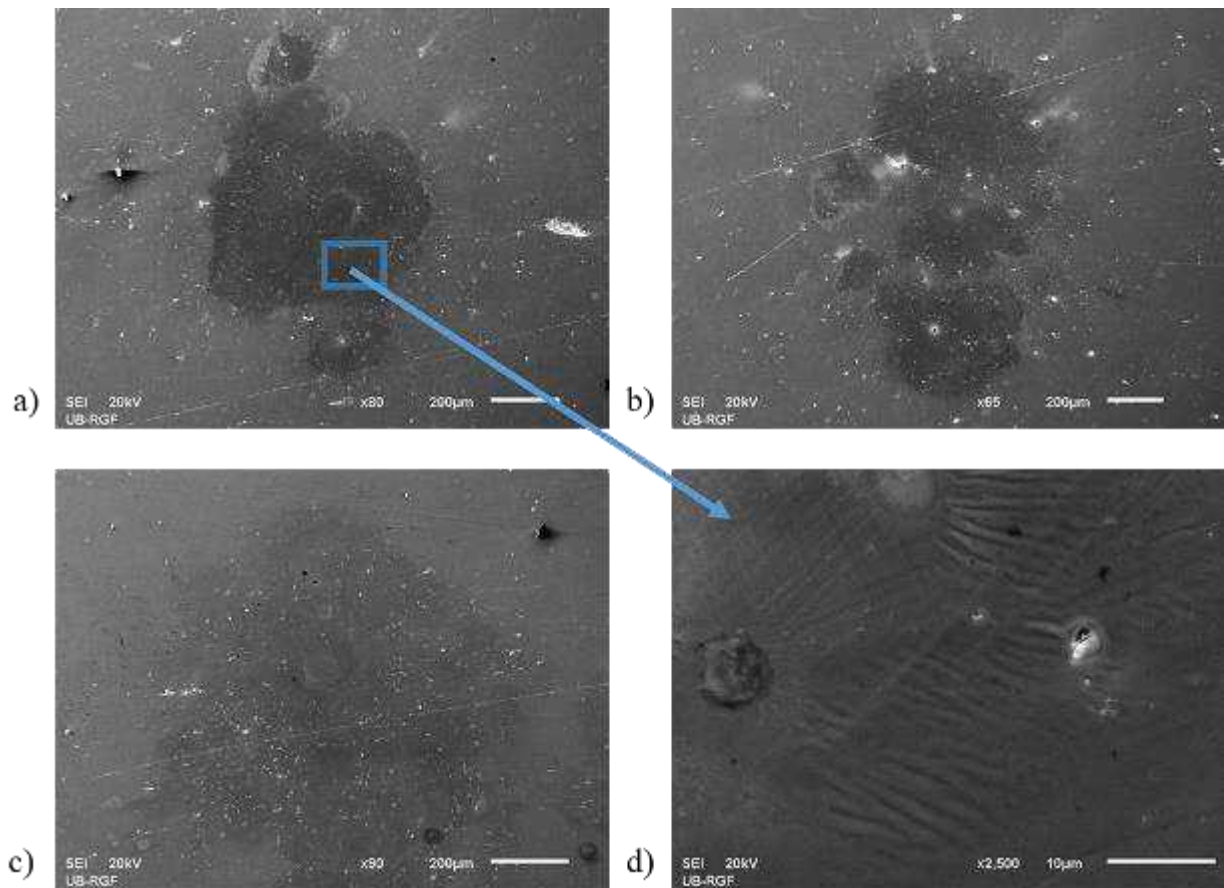
Radi daljeg sagledavanja potencijalnih efekata i promena usled jednoimpulsnog režima na površini superlegure Nimonik 263, urađena je i profilometrijska analiza koja se ogleda u 2D i 3D profilima tragova na površini (slika 4.1.2). Ova analiza je potvrdila rezultate SEM mikroskopije; delovanje jednog impulsa izaziva minimalne promene po dubini uzorka superlegure. Promena uslova ozračivanja tj. obogaćivanje atmosfere vazduha azotom i argonom, kao i promena energije, takođe nije dovelo do značajne modifikacije površine superlegure.



Slika 4.1.2 Profilometrijska analiza površine (2D i 3D profili) superlegure Nimonik 263 nakon dejstva jednog impulsa gustine energije: a) $F = 18,3 \text{ J/cm}^2$, atmosfera argona; b) $F = 33,5 \text{ J/cm}^2$, vazduh

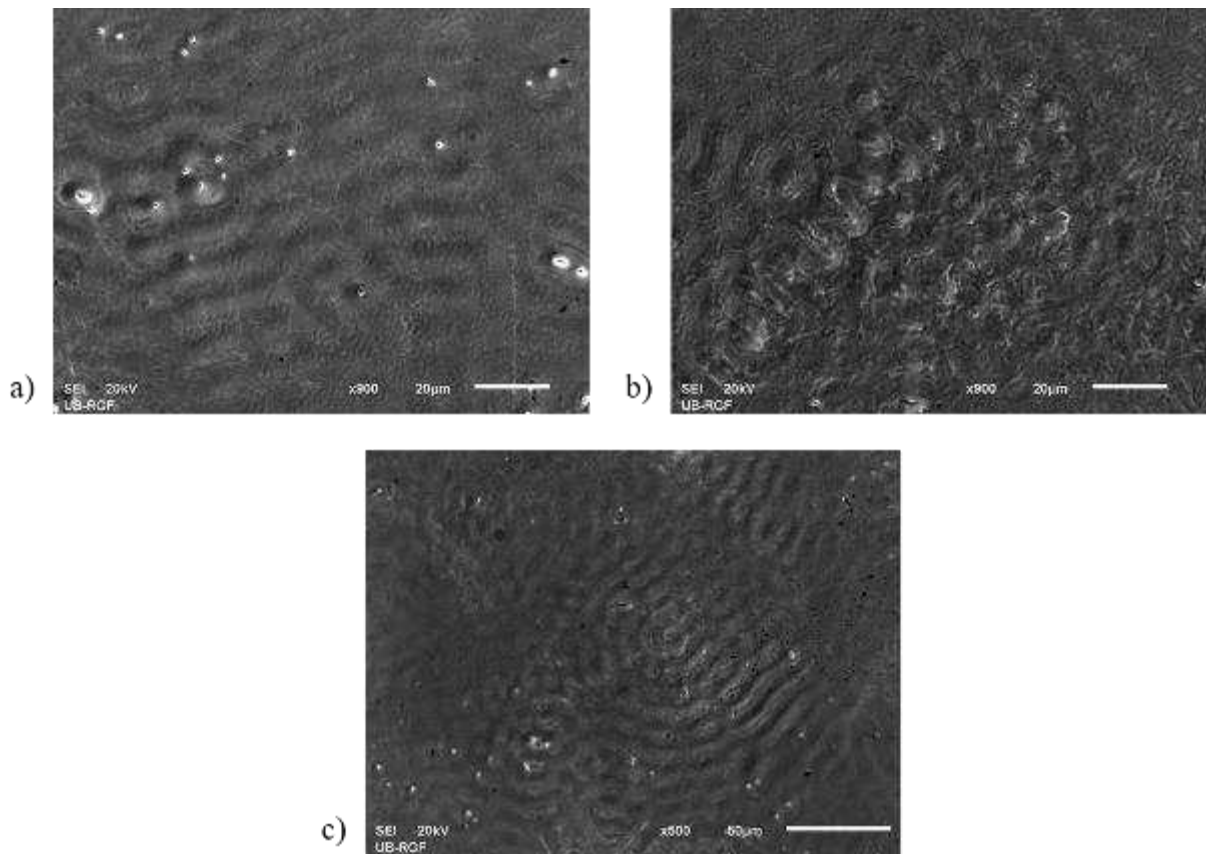
Multiimpulsni režim. SEM i profilometrijska analiza

Jasnije i vidljivije promene na površini superlegure se javljaju u režimu primene većeg broja laserskih impulsa. Delovanjem laserskog zračenja sa 10 akumuliranih impulsa, analizirajući SEM mikrofotografije laserski modifikovanih površina, vide se promene koje su slične onima koje se javljaju u jednoimpulsnom režimu. Modifikacija površine je homogenija i dominantno je topljenje materijala, izraženije nego nakon delovanja jednog impulsa, ali bez formiranja kratera i drugih efekata (slika 4.1.3a-c). U vazduhu, pri energiji impulsa od 155 mJ ($F = 22,3 \text{ J/cm}^2$), u samom centru modifikovane mete, može se videti nabiranje materijala površine superlegure (slika 4.1.3d).



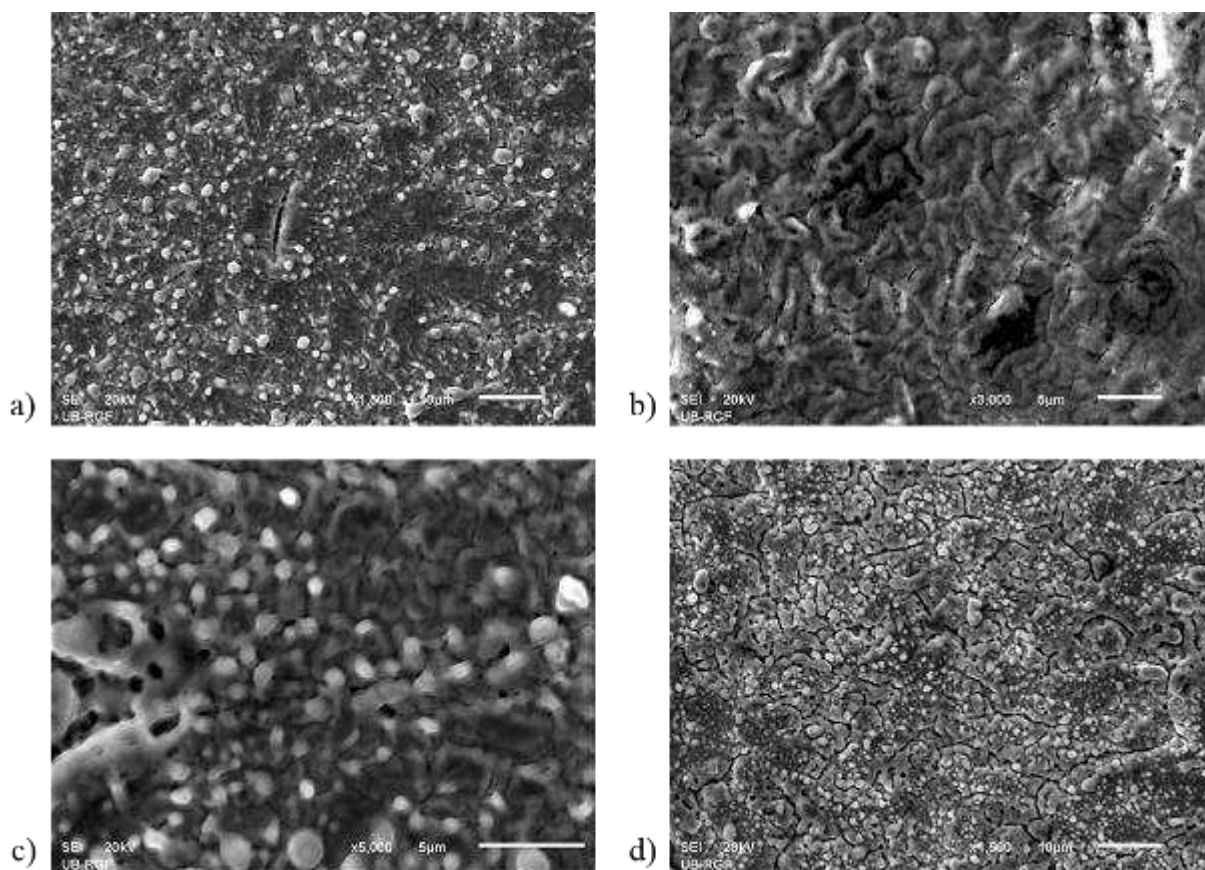
Slika 4.1.3 SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonik 263 nakon delovanja nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine $10,6 \mu\text{m}$ i sa 10 akumuliranih impulsa dužine trajanja 100 ns : a) $F = 22,3 \text{ J/cm}^2$, vazduh; b) $F = 33,5 \text{ J/cm}^2$, vazduh; c) $F = 12,6 \text{ J/cm}^2$, atmosfera azota; d) $F = 22,3 \text{ J/cm}^2$, vazduh

Dalje povećanje broja impulsa uzrokuje intenzivnije promene na površini legure. Sa 100 akumuliranih impulsa, pri vrednosti energije impulsa od 175 mJ , u centru modifikovane oblasti dolazi do pojave koncentričnih kružnica i linija. Vrednosti perioda ovih linija su mikrometarskih dimenzija i iznose $\sim 9 \mu\text{m}$, u vazduhu ($F = 33,5 \text{ J/cm}^2$) i atmosferi argona ($F = 19,7 \text{ J/cm}^2$) dok su u atmosferi azota ($F = 12,6 \text{ J/cm}^2$) oko $10 \mu\text{m}$ (slika 4.1.4).



Slika 4.1.4 SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonik 263 nakon delovanja nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine $10,6 \mu\text{m}$ i sa 100 akumuliranih impulsa dužine trajanja 100 ns: a) $F = 19,7 \text{ J/cm}^2$, atmosfera argona; b) $F = 33,5 \text{ J/cm}^2$, vazduh; c) $F = 12,6 \text{ J/cm}^2$, atmosfera azota

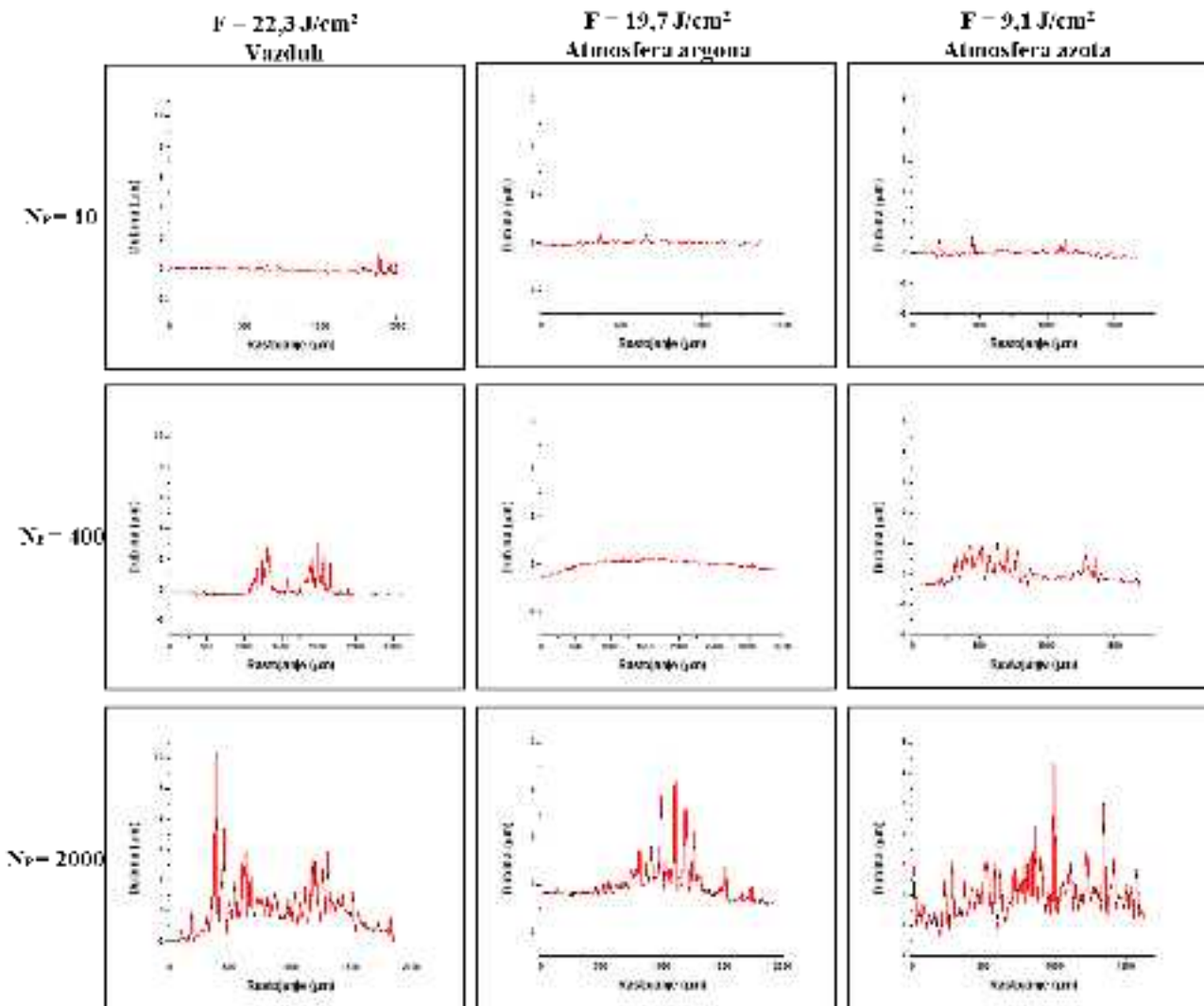
Sa daljim povećanjem broja impulsa, od 400 do 2000, dolazi do topljenja materijala bez ili uz formiranja relativno plitkih neravnomyh udubljenja na površini. Takođe se formiraju zrnaste strukture različitih dimenzija, vrednosti dijametra $\sim 0,9 - 3,0 \mu\text{m}$, kao i nabiranje materijala u centru laserskog oštećenja. Prisutne su i hidrodinamičke strukture u vidu talasa i kapljica koje su očvrstnule usled hlađenja istopljenog materijala (slika 4.1.5a-c). U atmosferi argona ($F = 18,3 \text{ J/cm}^2$) sa akumuliranjem velikog broja impulsa, dolazi i do pojave mikropukotina na površini uzorka (slika 4.1.5d) koje nastaju usled brzog očvršćavanja istopljenog materijala. Bitno je napomenuti da se tokom ozračivanja uzorka javlja plazma koja je detaljnije razmatrana u poglavlju 4.8. Iako postoji jasna razlika između modifikovane i nedomifikovane oblasti uzorka superlegure Nimonik 263, moguće je da zbog pojave plazme ispred mete uzorka, koja vodi do efekta zaklanjanja, nema izraženijih hidrodinamičkih efekata. Sumarno, za efekat dejstva velikog broja impulsa, u svim uslovima ozračivanja, može se reći da dolazi do sličnih međusobnih promena površine superlegure, osim što je pojava zrnastih struktura izraženija u atmosferi argona nego u vazduhu i atmosferi azota. Generalno, na osnovu SEM mikrofotografija, kod delovanja nanosekundnog TEA CO_2 laserskog zračenja na površinu superlegure Nimonik 263, može se zaključiti da promena vrednosti energije impulsa nije imala veliki uticaj. Treba istaći da LIPSS strukture nisu uočene kod superlegure Nimonik 263 ozračene nanosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine $10,6 \mu\text{m}$ i dužine trajanja impulsa 100 ns.



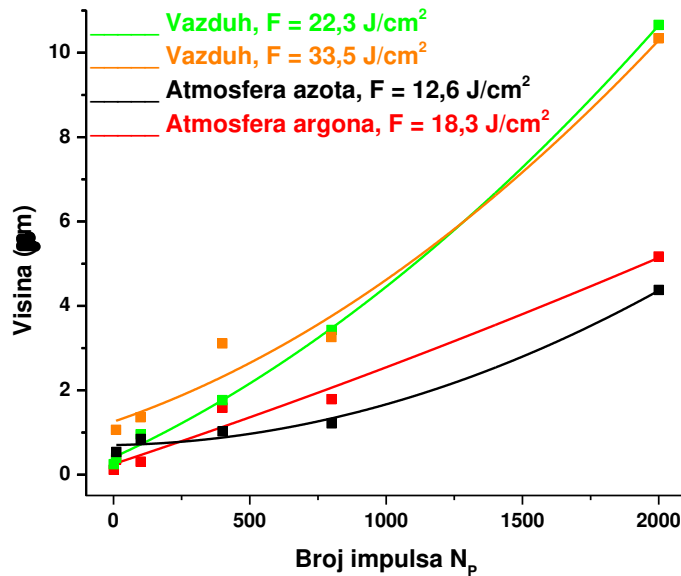
Slika 4.1.5 SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonik 263 nakon delovanja nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine $10,6 \mu\text{m}$ i sa brojem akumuliranih impulsa većim od 100, dužine trajanja 100 ns: a) $N_P = 400$, $F = 33,5 \text{ J/cm}^2$, vazduh b) $N_P = 400$, $F = 9,10 \text{ J/cm}^2$, atmosfera azota c) $N_P = 800$, $F = 19,7 \text{ J/cm}^2$, atmosfera argona d) $N_P = 2000$, $F = 18,3 \text{ J/cm}^2$, atmosfera argona

Dvodimenzioni profili modifikovanih oblasti površine superlegure Nimonik 263 nastalih u multiimpulsnom režimu su prikazani na slici 4.1.6 i u Prilogu I. Sa povećanjem broja impulsa, od 10 do 400, dolazi do izraženog povećanja talasastosti, odnosno hrapavosti površine i topljenja materijala legure, dok izraženi pikovi iznad osnovne linije površine uzorka navode na zaključak da je tokom delovanja laserskog zračenja došlo do preraspodele materijala i njegovog izbacivanja na površinu i posledičnog očvršćavanja. Kako je kod nanosekundnog dejstva lasera, dužina trajanja tečne faze približna trajanju impulsa, ne bi trebalo doći do formiranja dubokih kratera, štaviše, uopšte ne dolazi do formiranja kratera u centru modifikovane mete. Zato, na slikama 2D profila ozračenih tragova superlegure Nimonik 263, vide se „ispupčenja“ umesto „udubljenja“ pa je zato na y-osi zapravo prikazana visina izbačenog materijala. Kako se povećava broj akumuliranih impulsa, povećava se i visina izbačenog materijala modifikovane površine uzorka gde je najniža vrednost visine, $0,12 \mu\text{m}$, dobijena kod jednoimpulsnog režima, u atmosferi argona ($F = 18,3 \text{ J/cm}^2$), dok je vrednost najveće visine, $10,65 \mu\text{m}$, dobijena sa dejstvom od 2000 akumuliranih impulsa u vazduhu ($F = 22,3 \text{ J/cm}^2$). Poređenjem različitih uslova ozračivanja, kao i vrednosti energija impulsa (kod $N_P = 2000$), može se zaključiti da su najintenzivnije promene kod ozračivanja superlegure Nimonik 263 nanosekundnim laserom dobijene u vazduhu, a manje izražene promene su u atmosferama azota i argona. Takođe, sa grafika zavisnosti maksimalne visine izbačenog materijala u odnosu na broj akumuliranih impulsa (slika 4.1.7), zaključuje se da vrednost visina izbačenog materijala „strmije“, odnosno brže raste sa povećanjem broja akumuliranih impulsa u vazduhu, od $0,14$ do $10,65 \mu\text{m}$, za broj impulsa od 1 do 2000, nego u atmosferama azota i argona, gde se vrednost visine kreće od oko $0,12$ do $5,2 \mu\text{m}$, za

broj impulsa od 1 do 2000. Ovo se možda može pripisati doprinosu dodatnog argona i azota u vazduhu iznad mete uzorka koji povećavaju inertnost vazduha.

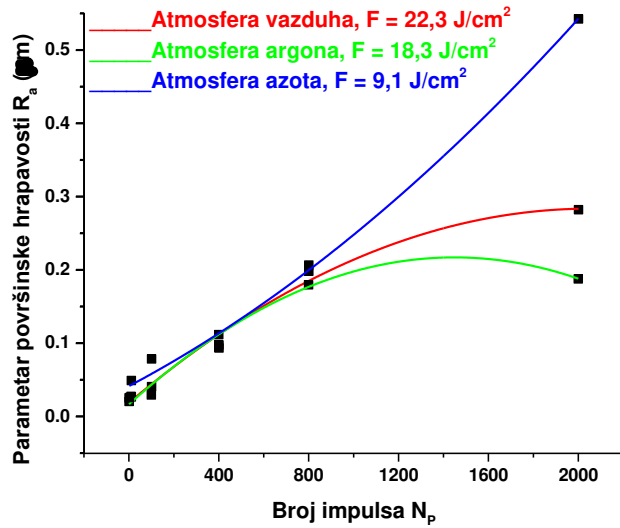


Slika 4.1.6 Profilometrijska analiza 2D profila tragova (zavisnost visine izbačenog materijala od rastojanja) na površini superlegure Nimonik 263 nakon dejstva nanosekundnog laserskog zračenja u različitim eksperimentalnim uslovima ozračivanja

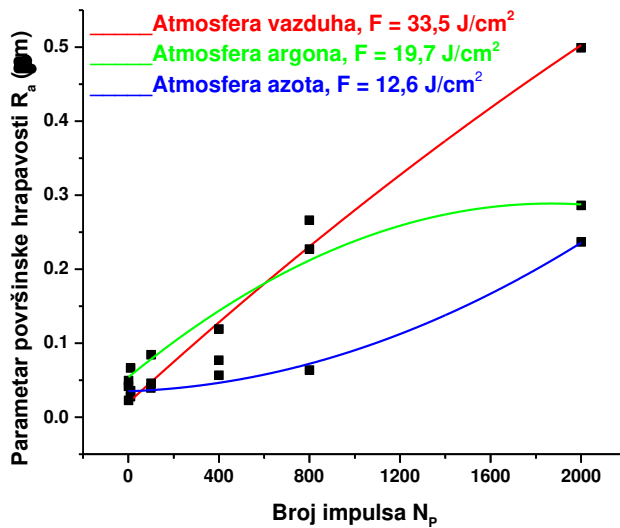


Slika 4.1.7 Grafik zavisnosti maksimalne visine izbačenog materijala nakon laserskog ozračivanja superlegure Nimonik 263 nanosekundnim laserom u odnosu na broj akumuliranih impulsa pri različitim eksperimentalnim uslovima ozračivanja

Sledeće je analiziran parametar površine R_a koji predstavlja srednju površinsku hrapavost materijala (odstupanje u svim tačkama od ravne površine do površine testirane oblasti) [135]. Sa grafika zavisnosti srednje površinske hrapavosti u odnosu na broj akumuliranih impulsa pri različitim eksperimentalnim uslovima ozračivanja (slika 4.1.8) može se zaključiti da vrednost hrapavosti površine superlegure Nimonik 263 raste sa porastom broja akumuliranih impulsa nakon dejstva nanosekundnog lasera. Pri vrednosti energije impulsa od 155 mJ, srednja površinska hrapavost površine legure, od jednoimpulsnog ozračivanja laserom pa sve do ozračivanja sa 800 akumuliranih impulsa, ima prosečnu vrednost parametra R_a koja ne prelazi $0,20 \mu\text{m}$. Tek kod ozračivanja sa 2000 akumuliranih impulsa se vidi porast srednje površinske hrapavosti materijala u atmosferi azota ($F = 9,10 \text{ J/cm}^2$) na vrednost od $\sim 0,54 \mu\text{m}$. U vazduhu i atmosferi argona ($F = 22,3 \text{ J/cm}^2$ i $F = 18,3 \text{ J/cm}^2$, redom) vrednost visine opada ili dostiže saturaciju (slika 4.1.8a). Kod vrednosti energije impulsa od 175 mJ, srednja površinska hrapavost površine superlegure, do 800 akumuliranih impulsa, raste do $\sim 0,27 \mu\text{m}$, u vazduhu ($F = 33,5 \text{ J/cm}^2$) i atmosferi argona ($F = 19,7 \text{ J/cm}^2$). Nakon 2000 akumuliranih impulsa, u vazduhu ($F = 33,5 \text{ J/cm}^2$) dolazi do porasta vrednosti parametra R_a na $\sim 0,5 \mu\text{m}$, dok u atmosferama azota i argona ($F = 12,6 \text{ J/cm}^2$ i $F = 19,7 \text{ J/cm}^2$, redom) vrednost površinske hrapavosti ne prelazi $0,28 \mu\text{m}$ (slika 4.1.8b). Pri nižoj vrednosti energije impulsa, površinska hrapavost dostiže najveću vrednost u atmosferi azota dok pri većoj vrednosti energiji impulsa, hrapavost je najveća u vazduhu. Tabela vrednosti parametra R_a sa različitim brojem i vrednostima gustina energija impulsa u različitim uslovima ozračivanja je data u Prilogu II.



a)



b)

Slika 4.1.8 Grafici zavisnosti parametra površinske hrapavosti, R_a , superlegure Nimonik 263 u odnosu na broj akumuliranih impulsa nakon ozračivanja nanosekundnim laserom u različitim uslovima ozračivanja i pri vrednostima energija impulsa od: a) 155 mJ, b) 175 mJ

4.1.2. Nanosekundno lasersko zračenje talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns

Uzorak pločice superlegure Nimonik 263, dimenzija 100 x 30 x 2 mm, je ozračen nanosekundnim Nd:YAG laserom u vazduhu i komori sa kontrolisanim atmosferama azota i argona. Pritisak u komori se održavao na 1000 mbar. Rastojanje sočiva od mete uzorka se održavalo konstantnim sa daljinom od 100 mm. Uslovi i parametri laserskog ozračivanja su dati u tabeli 5.1.2.

Tabela 4.1.2 Uslovi i parametri nanosekundnog laserskog ozračivanja, Nd:YAG laserom, superlegure Nimonik 263

Laser	Nanosekundni Nd:YAG
Superlegura	Nimonik 263
Talasna dužina (nm)	1064 nm
Dužina trajanja impulsa (ns)	~ 5
Broj akumuliranih impulsa	1, 2, 10, 100, 1000
Energije impulsa (mJ)	50 ± 3, 170 ± 5, 250 ± 10
Uslovi ozračivanja	Standardni atmosferski uslovi; Kontrolisana atmosfera azota, P = 1000 mbar; Kontrolisana atmosfera argona, P = 1000 mbar
Gustine energija (fluensi) (J/cm ²)	vazduh: 22,8; 77,4; 114; azot: 33,9; 115; 169; argon: 27,4; 93,1; 137

Prag oštećenja superlegure Nimonik 263

Pragovi oštećenja, F_{th} , koji predstavljaju minimalnu gustinu energije lasera koja izaziva vidljive promene na površini mete uzorka su urađeni za superleguru Nimonik 263 ozračenu nanosekundnim laserskim zračenjem. Određivanje vrednosti gustine energije praga su urađeni na osnovu zavisnosti prečnika traga laserskog zračenja u odnosu na logaritamsku vrednost energije impulsa i crtanjem najbolje prave iz koje se dobija vrednost za dijаметar laserskog zraka, ω_0 , a na osnovu koje se izračunava vrednost gustine energije praga, jednačine (9), (10), i (12). Dobijena vrednost za teorijski dijаметar laserskog zraka iznosi 374,1 μm u vazduhu, 306,5 μm u atmosferi azota i 341,1 μm u atmosferi argona. Evidentno je da uslovi sredine utiču na vrednost ovog parametra što posledično dovodi do razlika u vrednostima gustina energija na površini mete uzorka, za iste vrednosti energije impulsa.

Za interakciju nanosekundnog Nd:YAG laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns sa površinom superlegure Nimonik 263 određene su sledeće vrednosti praga oštećenja, F_{th} : 20,6 J/cm² u vazduhu, 28,4 J/cm² u atmosferi azota i 2,9 J/cm² u atmosferi argona.

Zona toplotnog dejstva (HAZ)

Efekat koji nanosekundno zračenje lasera izaziva na površini superlegure Nimonik 263 je određen količinom upadnog laserskog zračenja apsorbovanog od strane materijala i parametrima površine. Dalje prenošenje energije se opisuje parametrom HAZ koji predstavlja zonu toplotnog dejstva. HAZ zavisi od dužine trajanja impulsa lasera (tabela 4.1.1) i termalne difuzivnosti materijala (tabele 2.2 i 2.4). Pri datim eksperimentalnim uslovima, za nanosekundni Nd:YAG laser talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns, vrednost za zonu toplotnog dejstva iznosi ~ 128 nm.

Površinska temperatura

Različite morfološke strukture koje se formiraju na površini uzorka, u interakciji sa laserskim zračenjem, zavise od postignute temperature na površini materijala. Za nanosekundno lasersko zračenje, procena vrednosti površinske temperature je urađena pomoću jednodimenzione jednačine toplotne provodljivosti (13). Za interakciju nanosekundnog laserskog ozračivanja, Nd:YAG laserom, talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns, sa površinom superlegure Nimonik 263, procenjene su sledeće vrednosti za temperature koje se postižu na površini superlegure: 8211 K u vazduhu, 4249 K u atmosferi azota i 14853 K u atmosferi argona. Ove temperature, u poređenju sa temperaturom topljenja superlegure Nimonik 263 (1573-1628 K, tabela 2.4) su i više nego dovoljne za topljenje njene površine i aktivaciju gasa iznad površine, uzorkujući reakciju između uzorka superlegure i okolnog gasa.

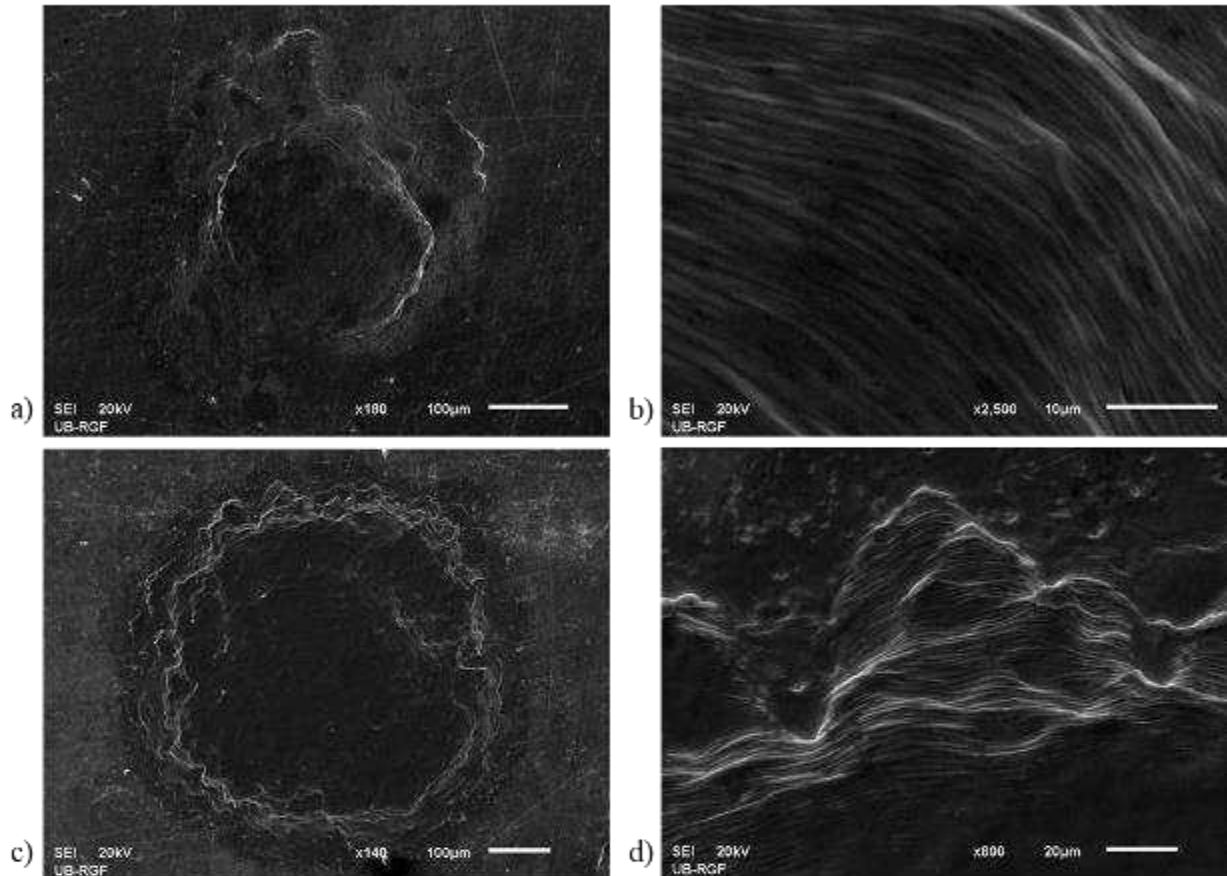
Ablacija. Površinski parametri

SEM analiza

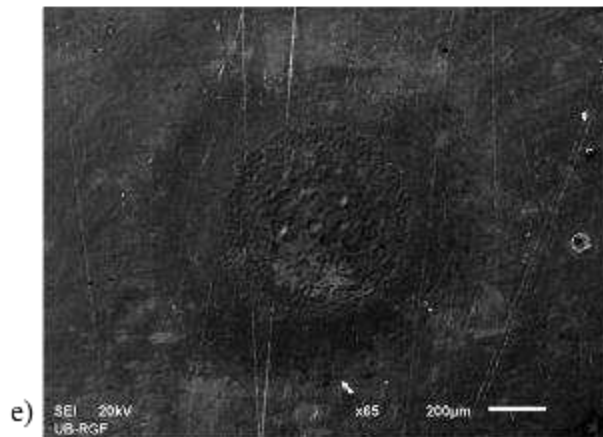
SEM analizom površine superlegure Nimonik 263 nakon ozračivanja nanosekundnim laserskim zračenjem, dužine trajanja impulsa 5 ns, može se odmah zaključiti da sa porastom broja akumuliranih impulsa i sa porastom vrednosti energija impulsa, raste i efekat oštećenja površine superlegure (slike 4.1.9 i 4.1.10 i Prilog III).

Kod monoimpulsnog i režima sa dva akumulirana impulsa, u vazduhu, dolazi do formiranja otiska laserskog zračenja na površini mete uzorka (slika 4.1.9a,c) i sa jasno vidljivim nabiranjem materijala na periferiji modifikovane površine mete (slika 4.1.9b,d). U atmosferama argona i azota ($F = 93,1 \text{ J/cm}^2$ i $F = 115 \text{ J/cm}^2$, redom), slika 4.1.9e-f, dolazi do formiranja jasnijeg prelaza između centralnog dela laserski oštećene mete i periferije. Nabiranje materijala u centralnom delu mete je uočeno u atmosferi argona dok u atmosferi azota uočljiv je početak formiranje kratera sa relativno glatkim centralnim delom.

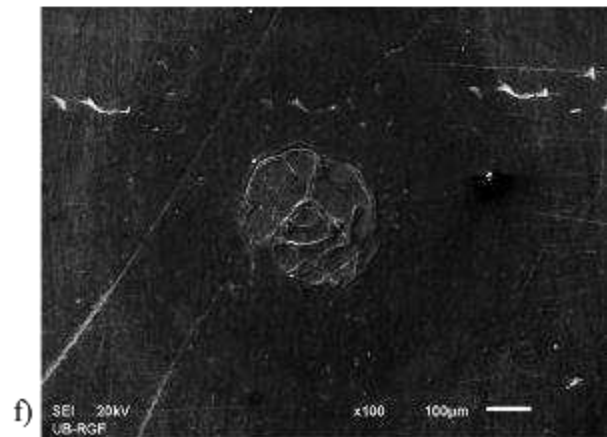
Atmosfera vazduha



Atmosfera argona



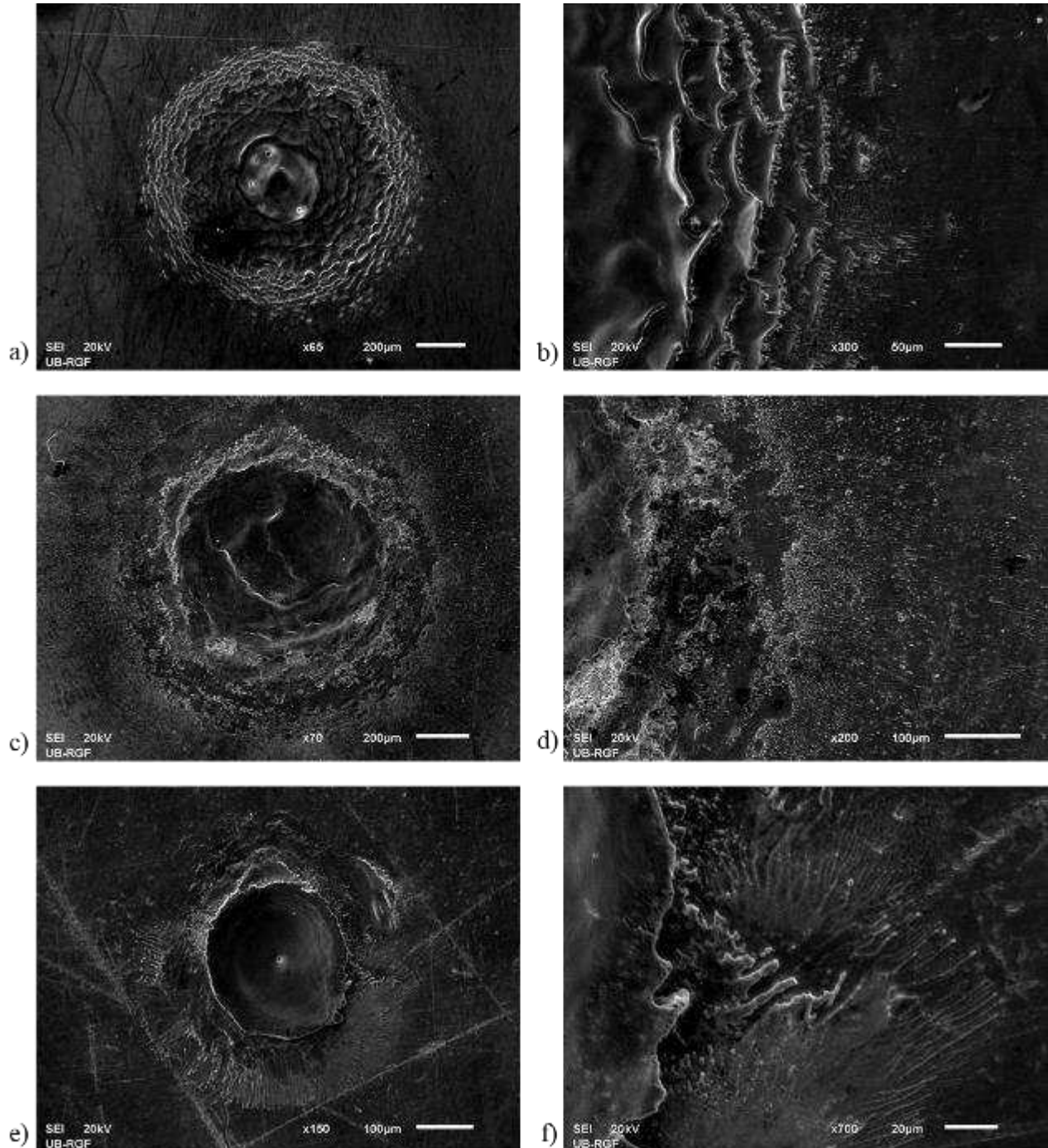
Atmosfera azota



Slika 4.1.9 SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonik 263 nakon delovanja nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm, dužine trajanja impulsa 5 ns, u monoimpulsnom i dvoimpulsnom režimu: a) – b) ceo spot i periferija modificovane mete nakon 2 akumulirana impulsa vrednosti energije 50 mJ; c) – d) ceo spot i periferija modificovane mete nakon 1 akumuliranog impulsa vrednosti energije 170 mJ; e) – f) celi spotovi modificovanih meta uzorka nakon 2 akumulirana impulsa vrednosti energije 170 mJ

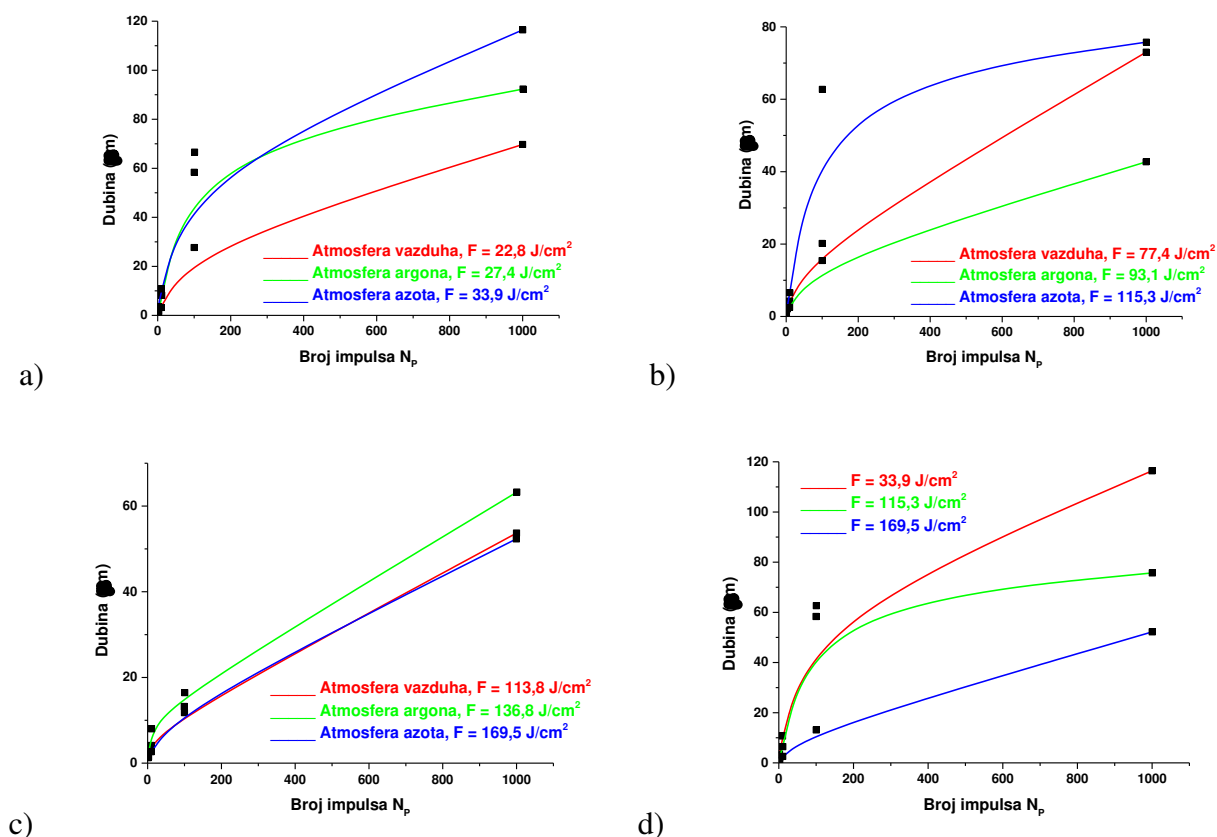
Sa povećanjem broja akumuliranih impulsa, dolazi do većeg topljenja materijala i njegovog hlađenja i očvršćavanja i u centru i na periferiji modificovane mete (slika 4.1.10). Nakon 100 akumuliranih impulsa vrednosti energije 50 mJ, dolazi do formiranja jasno oivičenih kratera (slika 4.1.10a,c,e). U vazduhu su formirani krateri glatkog centralnog dela ($F = 22,8 \text{ J/cm}^2$), za razliku od

atmosfera argona i azota. Dominantni su hidrodinamički efekti tj. topljenje materijala, njegovo izbacivanje iz centra, kretanje ka periferiji modifikovane mete i konačno, njegovo hlađenje i očvršćavanje (slika 4.1.10b,d,f). Nakon 1000 akumuliranih impulsa, formiraju se zrnaste strukture na periferiji mete (slika 4.1.10d,f), prosečne vrednosti dijametra oko $7,5 \mu\text{m}$, najizraženije u atmosferi azota ($F = 169 \text{ J/cm}^2$).



Slika 4.1.10 SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonik 263 nakon delovanja nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm , dužine trajanja impulsa 5 ns : a) – b) ceo spot i periferija, $N_P = 100$, $E_P = 250 \text{ mJ}$, atmosfera argona; c) – d) ceo spot i periferija, $N_P = 1000$, $E_P = 250 \text{ mJ}$, atmosfera azota; e) – f) ceo spot i periferija, $N_P = 100$, $E_P = 50 \text{ mJ}$, vazduh

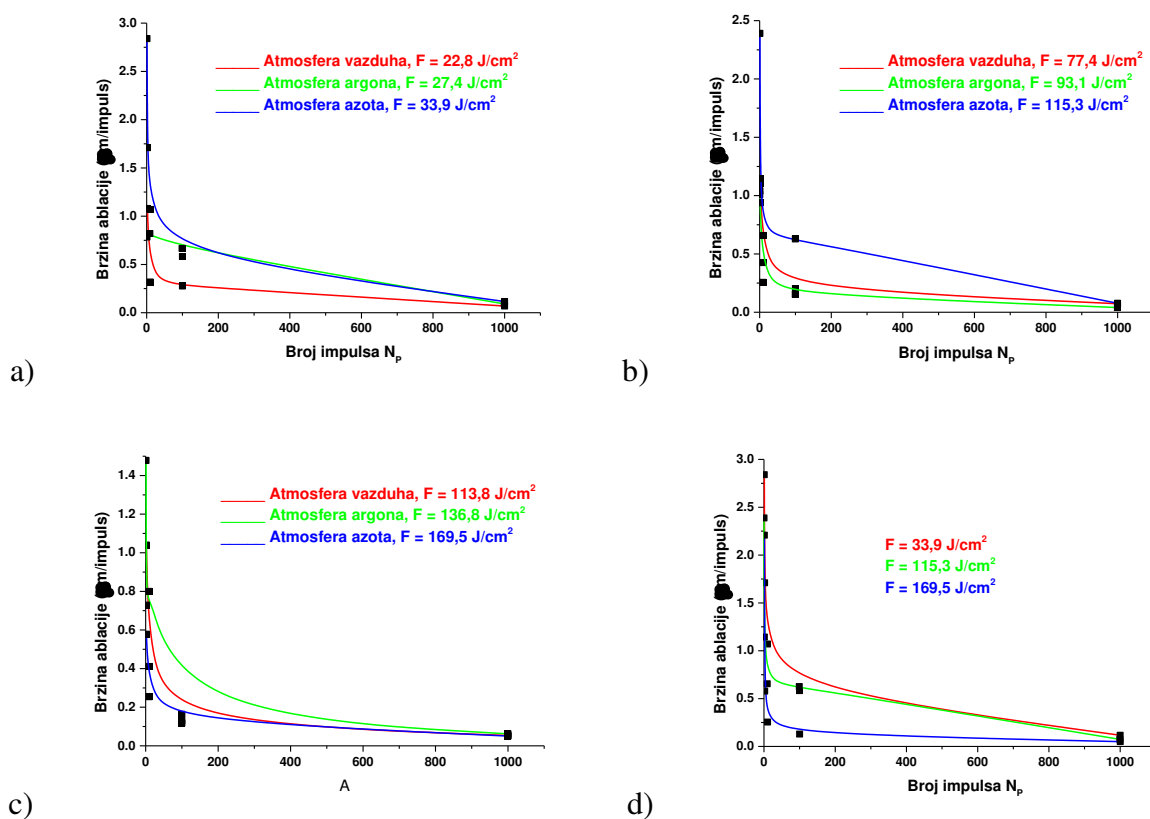
Profilometrijska analiza površine superlegure Nimonik 263 je dala potvrdu SEM analize. Ono što je očekivano je to da sa porastom broja akumuliranih impulsa, raste i vrednost dubina laserski modifikovanih meta. Pri nižim vrednostima energija impulsa, u atmosferi azota ($F = 33,9 \text{ J/cm}^2$ i $F = 115 \text{ J/cm}^2$), dubina ablacije je najveća sa vrednošću od $\sim 116 \mu\text{m}$ za 1000 akumuliranih impulsa (slika 4.1.11a). U vazduhu i atmosferi argona ($F = 22,8 \text{ J/cm}^2$ i $F = 27,4 \text{ J/cm}^2$, redom), vrednosti najvećih dubina su niže i kreću se oko 75 i 93 μm , redom (slika 4.1.11a-b). Pri najvećoj vrednosti energije impulsa i sa 1000 akumuliranih impulsa, dolazi do smanjenja vrednosti dubina ablacije što ukazuje na to da dolazi do nagomilavanja otopljenog materijala unutar kratera kao i urušavanja zidova kratera u sam centar modifikovane mete, što se vidi i sa SEM mikrofotografija. Vrednost najveće dubine u atmosferi azota opada za oko 50 %, dok u vazduhu i atmosferi argona opada za oko 25 % (slika 4.1.11c). Slika 4.1.11d potvrđuje da, u atmosferi azota, najveću dubinu ablacije izaziva lasersko zračenje impulsa vrednosti gustine energije od $33,9 \text{ J/cm}^2$ dok pri većim vrednostima gustina energija imamo manje dubine ablacije zbog urušavanja zidova kratera kao i nagomilavanja materijala unutar kratera.



Slika 4.1.11 Grafici zavisnosti maksimalne dubine ablacije u odnosu na broj akumuliranih impulsa nakon nanosekundnog laserskog ozračivanja superlegure Nimonik 263 pri različitim uslovima ozračivanja i sa vrednošću energije impulsa od: a) 50 mJ; b) 170 mJ; c) 250 mJ; d) atmosfera azota, različite vrednosti gustina energija

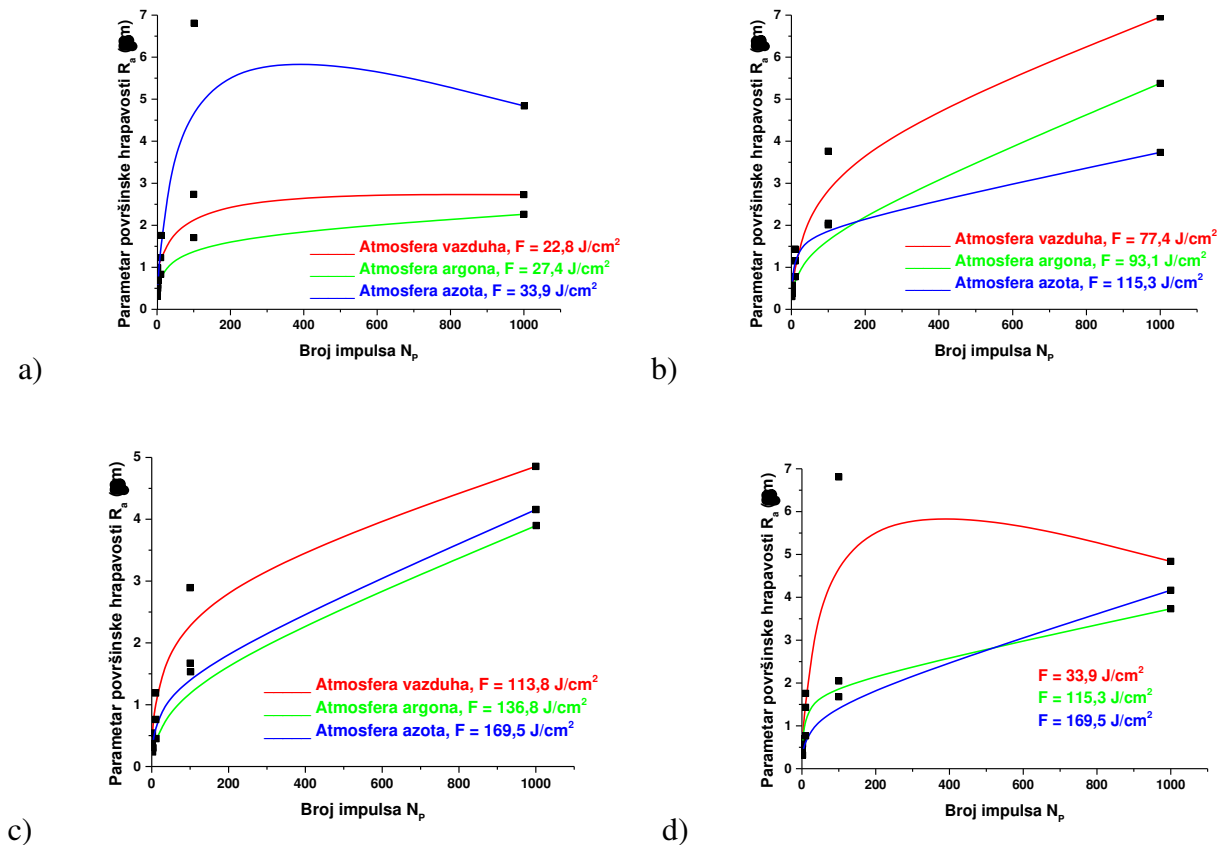
Vrednosti brzina ablacije u zavisnosti od broja akumuliranih impulsa za nanosekundno lasersko ozračivanje superlegure Nimonik 263 je data na slici 4.1.12. Sa porastom broja akumuliranih impulsa opada vrednost brzine ablacije. Nakon monoimpulsnog ozračivanja, brzina ablacije dostiže vrednost od $2,84 \mu\text{m/impuls}$, u atmosferi azota ($F = 33,9 \text{ J/cm}^2$) pri najnižoj primenjenoj vrednosti

energije impulsa (slika 4.1.12a). U vazduhu i atmosferi argona ($F = 22,8 \text{ J/cm}^2$ i $F = 27,4 \text{ J/cm}^2$), ove vrednosti su dosta manje i iznose u proseku $0,30 \text{ }\mu\text{m/impuls}$. Već nakon 2 i 10 akumuliranih impulsa, vrednosti brzine ablacije se značajno smanjuju, u atmosferi azota najviše, za faktor 2,5. Nakon 100 i više akumuliranih impulsa, vrednost brzine ablacije opada na $\sim 0,10 \text{ }\mu\text{m/impuls}$ u svim uslovima ozračivanja. Upoređujući zavisnosti maksimalne dubine i brzine ablacije sa porastom vrednosti energija i broja impulsa, zaključuje se da je efekat ablacije površine superlegure Nimonik 263 najdominantniji u atmosferi azota pri nižim vrednostima energija impulsa. Ovo je i očekivano, s obzirom da veće vrednosti energija impulsa kao i veliki broj primenjenih impulsa dovode do izraženijeg efekta topljenja materijala bez potpunog uklanjanja materijala pod uticajem udarnog talasa ili ispravanjem materijala mete.



Slika 4.1.12 Zavisnost vrednosti brzina ablacije u odnosu na broj akumuliranih impulsa nakon nanosekundnog laserskog ozračivanja superlegure Nimonik 263 u različitim uslovima ozračivanja i sa vrednošću energija impulsa od: a) 50 mJ; b) 170 mJ; c) 250 mJ; d) atmosfera azota, različite vrednosti gustina energija

Što se tiče površinske hrapavosti superlegure Nimonik 263, sa slike 4.1.13 se vidi da parameter površinske hrapavosti R_a raste sa porastom broja impulsa pri većim vrednostima energija impulsa, gde je najveća hrapavost uočena u vazduhu ($F = 77,4 \text{ J/cm}^2$ i $F = 114 \text{ J/cm}^2$) sa vrednošću parametra R_a od $\sim 5 - 7 \text{ }\mu\text{m}$ (slika 4.1.13b,c). Pri nižoj vrednosti energije impulsa, nakon 100 akumuliranih impulsa, u atmosferi azota ($F = 33,9 \text{ J/cm}^2$) dolazi do opadanja vrednosti površinske hrapavosti superlegure, a u vazduhu i atmosferi argona ($F = 20,8 \text{ J/cm}^2$ i $F = 27,4 \text{ J/cm}^2$, redom) dolazi do saturacije parametra R_a (slika 4.1.13a).



Slika 4.1.13 Zavisnost vrednosti brzina ablacije u odnosu na broj akumuliranih impulsa nakon nanosekundnog laserskog ozračivanja superlegure Nimonik 263 pri različitim uslovima ozračivanja i sa vrednošću energija impulsa od: a) 50 mJ; b) 170 mJ; c) 250 mJ; d) atmosfera azota, različite vrednosti gustina energija

EDS analiza

Svi rezultati semikvantitativne elementne EDS analize su predstavljeni u obliku težinskih procenata udela elemenata u superleguri. EDS analiza je izvršena na više lokacija svake modifikovane mete tako da obuhvataju centar i periferiju mete.

EDS analiza ozračivanja superlegure Nimonik 263 nanosekundnim laserskim zračenjem sa vrednošću energije impulsa od 170 mJ, pokazala je sledeće: ozračivanje u vazduhu sa jednim i 1000 akumuliranih impulsa ne dovodi do značajnih promena u hemijskom sastavu površine legure osim na periferiji modifikovane mete gde se, sa stvaranjem oksida na površini legure, smanjila koncentracija tri najobilnija elementa ove superlegure (nikl i kobalt i u manjem procentu hrom). U atmosferi argona, takođe na periferiji modifikovane mete dolazi do formiranja oksida i smanjenja koncentracija najzastupljenijih elemenata (tabela 4.1.3). U atmosferi azota, kao što se i očekuje, verovatno dolazi do formiranja nitrida na površini legure sa azotom u količini od ~ 6 %. Može se pretpostaviti da je došlo do formiranja nekog od sledećih nitridnih jedinjenja: NiN, CrN i/ili CoN, uzimajući u obzir činjenicu da se delovanjem laserskog zračenja na površini superlegure Nimonik 263 razvijaju temperature reda veličine hiljada kelvina za razliku od onih koje su potrebne za formiranje nitrida (723,15 – 923,15 K [131. 132]). Prisustvo nitrida može doprineti povećanoj tvrdoći i otpornosti prema koroziji [133].

Tabela 4.1.3 EDS analiza površine superlegure Nimonik 263 pre i nakon delovanja nanosekundnog laserskog zračenja energije impulsa 170 mJ, u različitim uslovima ozračivanja

		Wt%										
Lokacija		N	O	Al	Si	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Mo	
Nemodifikovana legura				0.54	0.23	1.71	19.9	0.52	20.1	50.1	6.85	
Vazduh	$N_p = 1$	centar		0.45	0.32	2.19	20.0	0.70	19.7	50.2	6.36	
		periferija		0.56	0.29	1.98	19.3	0.68	19.9	50.8	6.56	
	$N_p = 1000$	centar		0.30	0.18	2.01	18.0	0.66	20.5	50.9	7.41	
		periferija	27.7	0.55	0.24	2.33	16.4	0.49	12.5	33.5	6.34	
Atmosfera azota	$N_p = 1000$	centar		0.62	0.17	1.78	20.1	0.71	19.4	50.4	6.76	
		periferija	6.11	0.33	0.19	1.18	16.8	0.84	20.0	48.7	5.87	
Atmosfera argona	$N_p = 1000$	centar		0.28	0.25	1.18	17.4	0.79	20.6	49.9	9.55	
		periferija	22.3	0.33	0.21	0.97	13.5	0.61	16.2	41.8	4.08	

4.2. Površinski efekti interakcije pikosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa od 150 ps sa površinom superlegure Nimonik 263

Uzorak pločice superlegure Nimonik 263, dimenzija 100 x 30 x 2 mm, je ozračen pikosekundnim Nd:YAG laserom u vazduhu i atmosferi obogaćenoj azotom i argonom strujanjem pomenutih gasova neposredno iznad mete uzorka. Rastojanje sočiva od mete uzorka se održavalo konstantnim sa daljinom od 170 mm. S obzirom da je distribucija laserskog zraka kod ovog pikosekundnog lasera gausovskog oblika, energija laserskog zraka je niža na periferiji nego u centru mete uzorka. TEM₀₀ mod u kome je radio laser daje izlaznom laserskom snopu kružni oblik. Uslovi i parametri laserskog ozračivanja su dati u tabeli 4.2.1.

Tabela 4.2.1 Uslovi i parametri pikosekundnog laserskog ozračivanja, Nd:YAG laserom, superlegure Nimonik 263

Laser Superlegura	Nanosekundni Nd:YAG Nimonik 263
Talasna dužina (nm)	1064 nm
Dužina trajanja impulsa (ps)	~ 150
Broj akumuliranih impulsa	10, 100, 1000
Energije impulsa (mJ)	6,0 ± 0,5, 15 ± 2, 30 ± 3
Uslovi ozračivanja	Standardni atmosferski uslovi; Kontrolisana atmosfera azota, P = 1000 mbar; Kontrolisana atmosfera argona, P = 1000 mbar
Gustine energija (fluensi) (J/cm ²)	vazduh: 2,20; 5,50; 11,1; azot: 3,80; 9,50; 19,1; argon: 6,10; 15,1; 30,3

Prag oštećenja superlegure Nimonik 263

Pragovi oštećenja, F_{th} , koji predstavljaju minimalnu gustinu energije lasera koja izaziva vidljive promene na površini mete uzorka su urađeni za superleguru Nimonik 263 ozračenu pikosekundnim laserskim zračenjem. S obzirom na pikosekundni režim laserskog zračenja, određivanje vrednosti gustine energije praga su urađeni na osnovu zavisnosti prečnika traga laserskog zračenja u odnosu na logaritamsku vrednost energije impulsa i crtanjem najbolje prave iz koje se dobija vrednost za dijametar laserskog zraka, ω_0 , a na osnovu koje se izračunava vrednost gustine energije praga, jednačine (9), (10), i (12). Dobijena vrednost za teorijski dijametar laserskog zraka iznosi 415,1 μm u vazduhu, 316,7 μm u atmosferi azota i 251,3 μm u atmosferi argona.

Za interakciju pikosekundnog Nd:YAG laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 150 ps sa površinom superlegure Nimonik 263 određene su sledeće vrednosti praga oštećenja, F_{th} : 2,2 J/cm² u vazduhu, 3,6 J/cm² u atmosferi azota i 2,8 J/cm² u atmosferi argona.

Zona toplotnog dejstva (HAZ)

Efekat koji pikosekundno zračenje lasera izaziva na površini superlegure Nimonik 263 je određen količinom upadnog laserskog zračenja apsorbovanog od strane materijala i parametrima površine. Dalje prenošenje energije se opisuje parametrom HAZ koji predstavlja zonu toplotnog dejstva. HAZ zavisi od dužine trajanja impulsa lasera (tabela 4.1.1) i termalne difuzivnosti materijala (tabele 2.2 i 2.4). Pri datim eksperimentalnim uslovima, za pikosekundni Nd:YAG laser talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 150 ps, vrednost za zonu toplotnog dejstva iznosi ~ 22 nm.

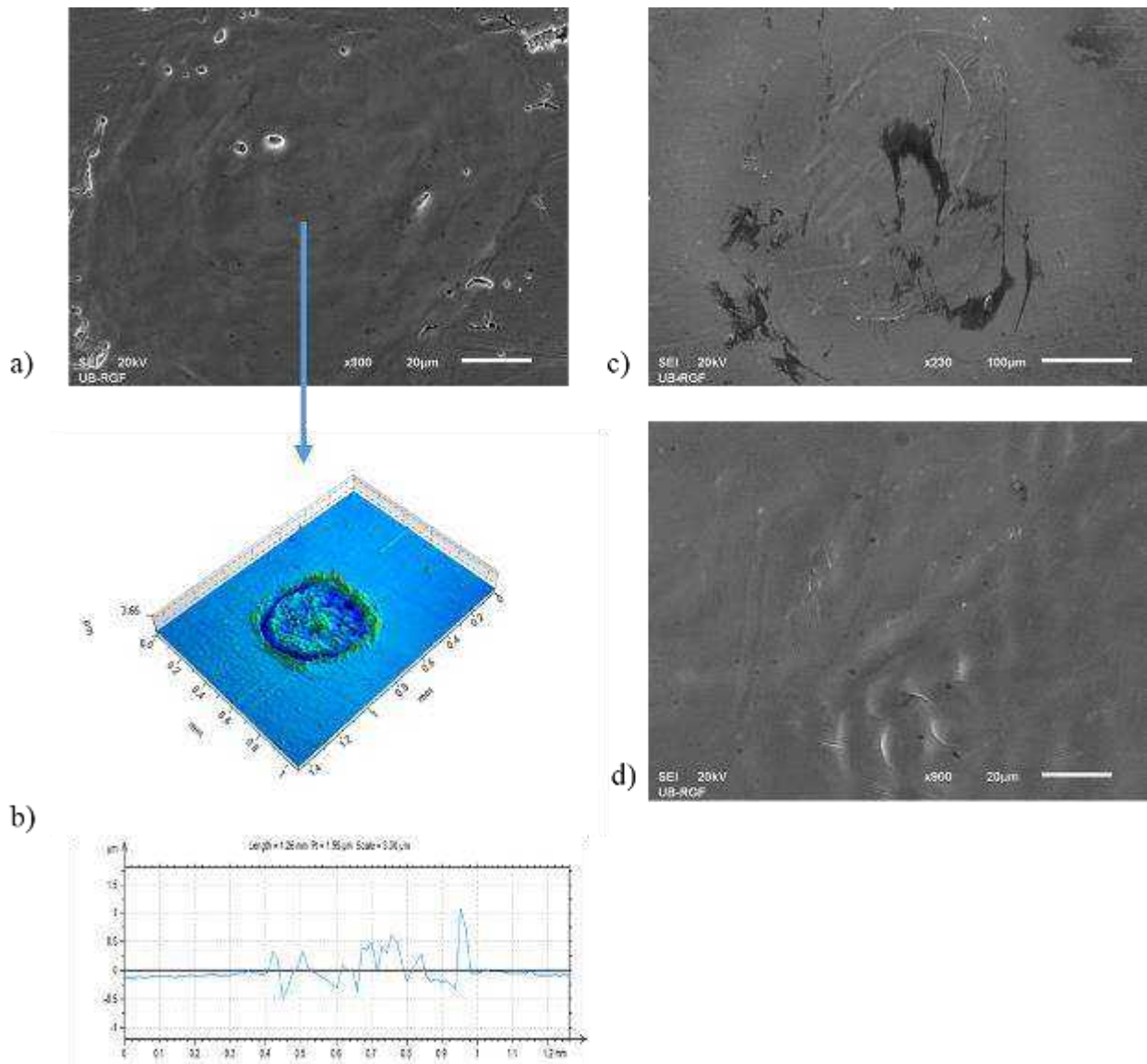
Ablacija. Površinski parametri

SEM analiza

Prvo što se može zaključiti iz SEM mikrofotografija je to da u odnosu na delovanje nanosekundnog laserskog zračenja, kod dejstva pikosekundnog laserskog zračenja dolazi do izraženijeg i jasnijeg prelaza centra mete ka periferiji kao i prelaza iz periferije modifikovane mete ka nemodifikovanom delu superlegure usled gausovskog profila zraka lasera, odnosno jasno se razlikuju centralna i periferna zona mete. Delovanje pikosekundnog lasera je rađeno u TEM₀₀ modu lasera što dovodi do kružnog oblika laserskog snopa što se može i videti iz SEM mikrofotografija rezultujućih spotova na površini uzorka (slika 4.2.2 i Prilog IV).

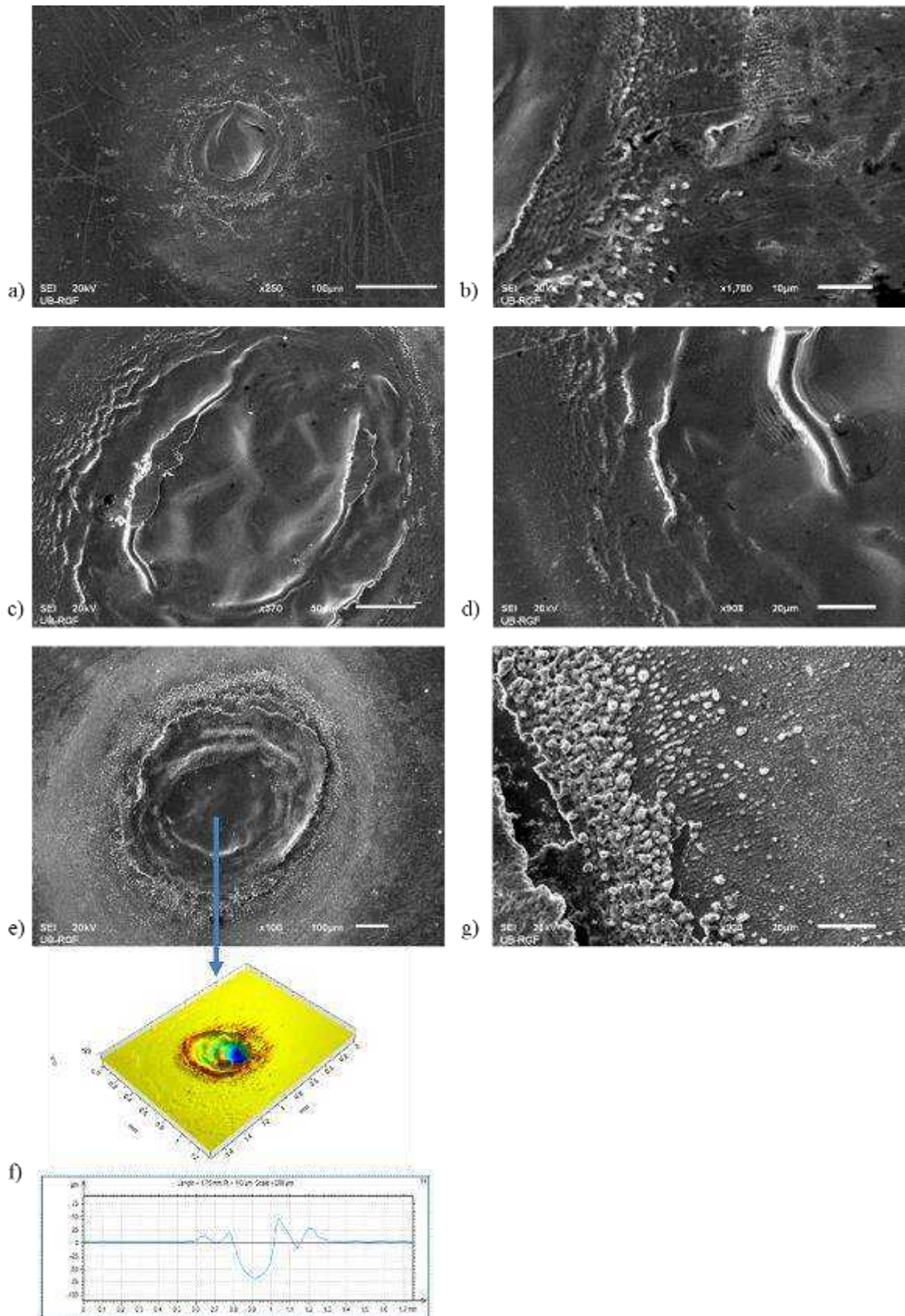
Kod dejstva pikosekundnog Nd:YAG laserskog zračenja nije rađeno ozračivanje superlegure jednim impulsom jer je vrednost frekvencije laserskog impulsa ovog lasera 10 Hz.

Kod dejstva lasera sa 10 akumuliranih impulsa dolazi do topljenja površine materijala usled apsorpcije upadnog zračenja bez nekih većih površinskih promena i sa relativno hrapavim centrom mete ozračivanja usled brzog očvršćavanja istopljenog materijala (slika 4.2.1a-b). Promena uslova ozračivanja kao i vrednosti energije impulsa laserskog zračenja pri ozračivanju sa 10 impulsa dovodi do sličnih međusobnih promena na površini superlegure Nimonik 263 (slika 4.2.1).



Slika 4.2.1 SEM mikrofotografije centralnog dela površine superlegure Nimonik 263 nakon delovanja pikosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i sa delovanjem 10 akumuliranih impulsa, dužine trajanja 150 ps: a) - b) $F = 5,50 \text{ J/cm}^2$, vazduh, 2D i 3D profil traga laserskog zračenja; c) $F = 15,1 \text{ J/cm}^2$, atmosfera argona; d) $F = 19,1 \text{ J/cm}^2$, atmosfera azota

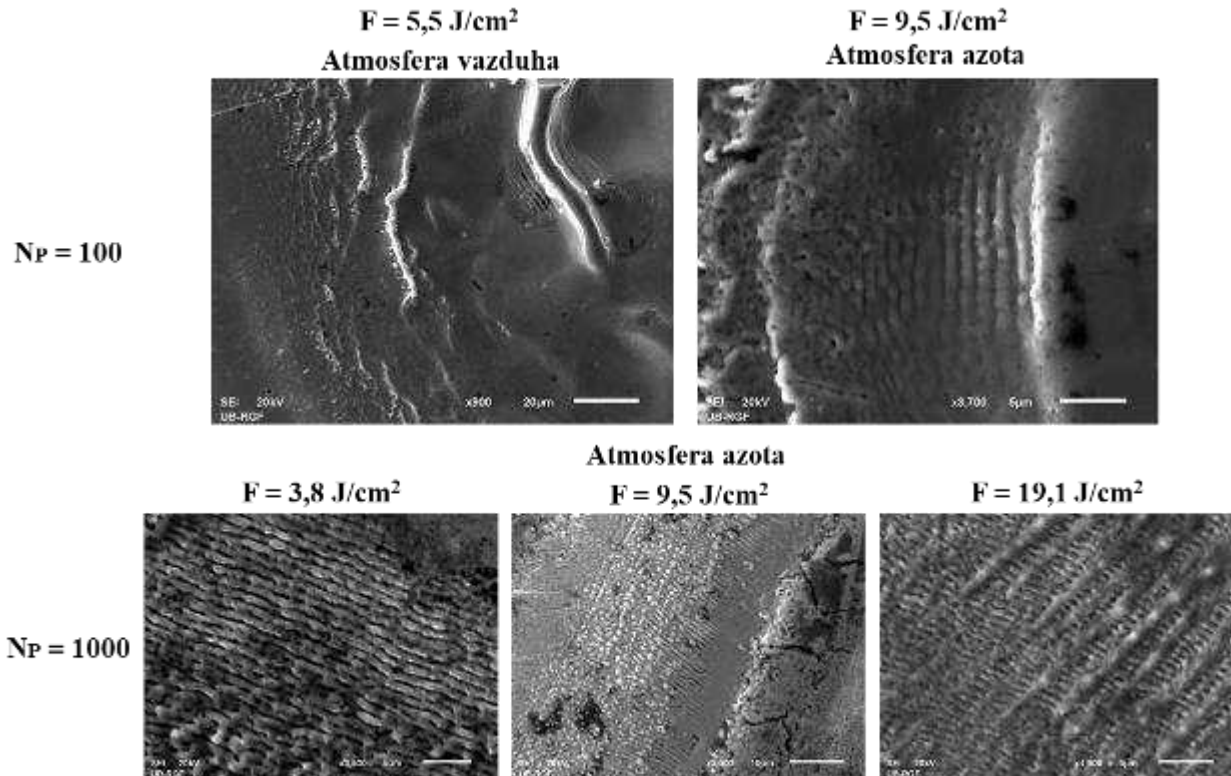
Povećanje broja akumuliranih impulsa na 100 dovodi do izraženijeg topljenja materijala, kao i izbacivanja materijala legure na periferiju mete (slika 4.2.2). Dolazi do formiranja relativno plitkih kratera, prosečne dubine do $\sim 10 \mu\text{m}$, što se može videti i iz profilometrijske analize (slika 4.2.2a,c,e i slika 4.2.4). Takođe dolazi i do nabiranja i gomilanja materijala koji se istopio (a zatim i ohladio) ka periferiji modifikovane mete (slika 4.2.2d), odnosno ablacija materijala nije toliko efikasna već je dominantnija preraspodela materijala. Pojava zrnastih struktura je takođe prisutna, kod 100 i 1000 akumuliranih impulsa (slika 4.2.2g). U vazduhu ($F = 5,50 \text{ J/cm}^2$), vrednosti dijametara zrnastih struktura su oko $0,8 \mu\text{m}$, dok su u atmosferi azota ($F = 19,1 \text{ J/cm}^2$) veće i iznose $\sim 3,1 \mu\text{m}$. U atmosferi argona ($F = 15,1 \text{ J/cm}^2$), dominantno je nabiranje materijala na periferiji modifikovane mete, sa formiranjem paralelnih struktura, vrednosti perioda $\sim 1,2 \mu\text{m}$ (slika 4.2.2d). Kod ozračivanja sa 1000 laserskih impulsa dolazi do formiranja plitkih kratera u centru modifikovane površine legure, ali uz pojavu otopljenog i nagomilanog materijala u centru mete (slika 4.2.2e).



Slika 4.2.2 SEM mikrofotografije modifikovanih meta uzorka superlegure Nimonik 263 nakon dejstva pikosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 150 ps: a) - b) ceo spot i periferija modifikovane mete, $F = 5,50 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 100$, vazduh; c) - d) ceo spot i periferija modifikovane mete, $F = 15,1 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 1000$, atmosfera argona; e) ceo spot, f) 2D i 3D profil traga laserskog zračenja celog spota i g) periferija modifikovane mete, $F = 19,1 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 1000$, atmosfera azota

LIPSS strukture

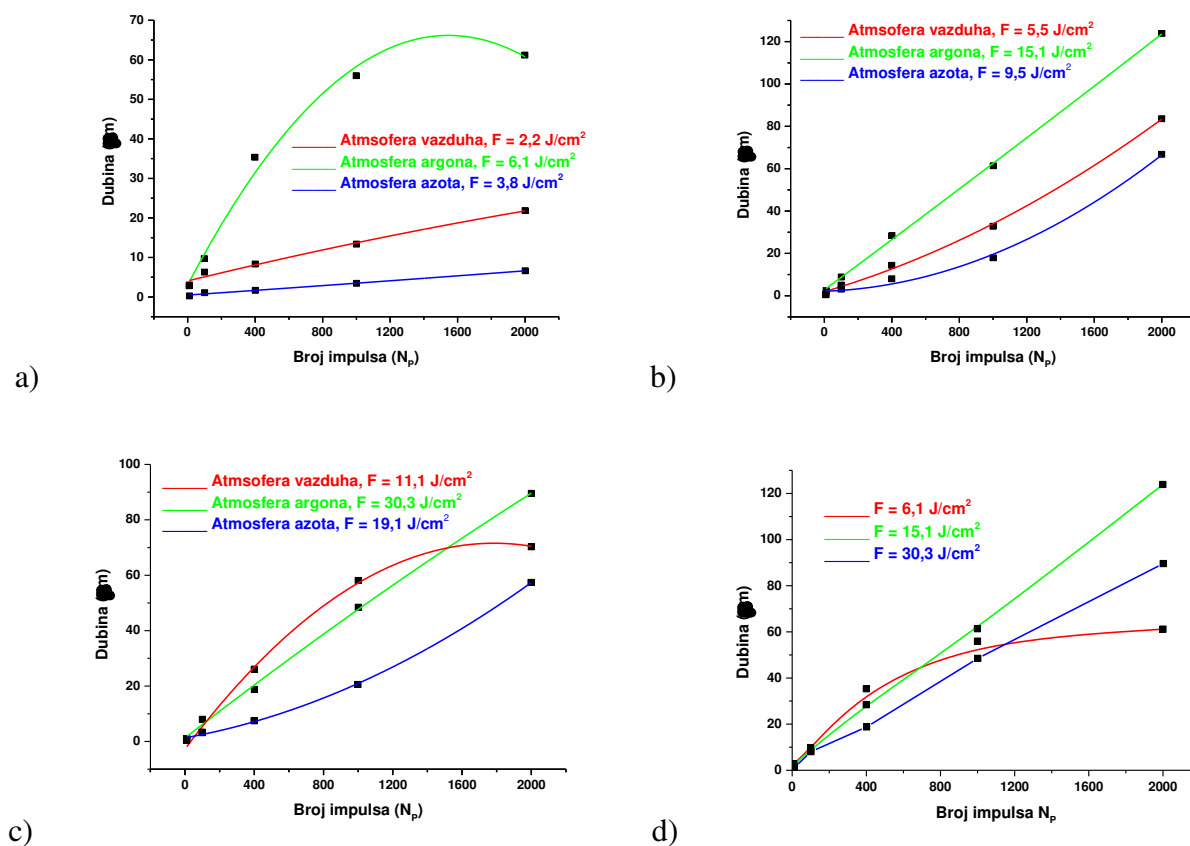
Kod pikosekundnog laserskog zračenja u vazduhu i atmosferi azota, dolazi do formiranja laserski indukovanih periodičnih površinskih struktura (LIPSS) sa primenjenih 100 i 1000 impulsa (slika 4.2.3).



Slika 4.2.3 LIPSS strukture dobijene u atmosferi vazduha i azota nakon ozračivanja superlegure Nimonic 263 pikosekundnim laserskim zračenjem

Pri ozračivanju sa 100 akumuliranih impulsa vrednosti energije 15 mJ, formiraju se LIPSS strukture čije su vrednosti periode bliske talasnoj dužini laserskog ozračivanja (1064 nm), i to 1040 i 1051 nm u vazduhu i atmosferi azota, redom. Sa SEM mikrofotografija se može zaključiti da su nakon 1000 akumuliranih impulsa, a u odnosu na uslove ozračivanja, LIPSS strukture najizraženije u atmosferi azota (slika 4.2.3). Javljaju se na periferiji modifikovane mete pri svim vrednostima gustina energija dok se u vazduhu javljaju pri vrednosti gustine energije od 5,50 J/cm², vrednosti perioda ~ 984 nm. Što se tiče njihovih vrednosti perioda u atmosferi azota, jedne su bliske talasnoj dužini laserskog zračenja, ~ 937 nm ($F = 3,80 \text{ J/cm}^2$), dok su druge vrednosti ispod talasne dužine zračenja i iznose oko 435, 755 i 717 nm ($F = 3,80 \text{ J/cm}^2$, $F = 9,50 \text{ J/cm}^2$ i $F = 19,1 \text{ J/cm}^2$, redom), što govori da su se formirale i LF-LIPSS i HF-LIPSS strukture. Mrežne LIPSS strukture, odnosno strukture orijentisane normalno i paralelno na pravac polarizacije upadnog laserskog snopa, se javljaju pri $F = 3,80 \text{ J/cm}^2$ i $N_p = 1000$ (slika 4.2.3). Ova dvostruka orijentisanost struktura je takođe potvrda formiranja dva tipa LIPSS struktura. U atmosferi argona nisu uočene LIPSS strukture.

Profilometrijskom analizom je ispitivana dubina tragova dobijena ozračivanjem laserom, kao i površinska hrapavost superlegure Nimonik 263 nakon ozračivanja. Pri vrednosti energije impulsa od 6 mJ, dolazi do formiranja manjih udubljenja u meti nakon ozračivanja laserom gde je najniža vrednost dubine $\sim 0,30 \mu\text{m}$, u atmosferi azota ($F = 3,80 \text{ J/cm}^2$) sa 10 akumuliranih impulsa (slika 4.2.4a). Najveća vrednost dubine je izazvana u atmosferi argona ($F = 6,10 \text{ J/cm}^2$) i iznosi $\sim 61,19 \mu\text{m}$ što je prouzorkovano sa najvećim brojem akumuliranih impulsa. Pri većim vrednostima energija impulsa (slika 4.2.4b-c), najveće vrednosti dubina ablacije dobijaju se u atmosferi argona i one iznose $\sim 92,2 \mu\text{m}$ ($F = 30,3 \text{ J/cm}^2$) i $\sim 123,8 \mu\text{m}$ ($F = 15,1 \text{ J/cm}^2$). U vazduhu, nakon 2000 akumuliranih impulsa, vrednost dubine ablacije dostiže saturaciju. Kao što se vidi na slici 4.2.4d, vrednost gustine energije od $15,1 \text{ J/cm}^2$ u atmosferi argona daje najdublju ablaciju.

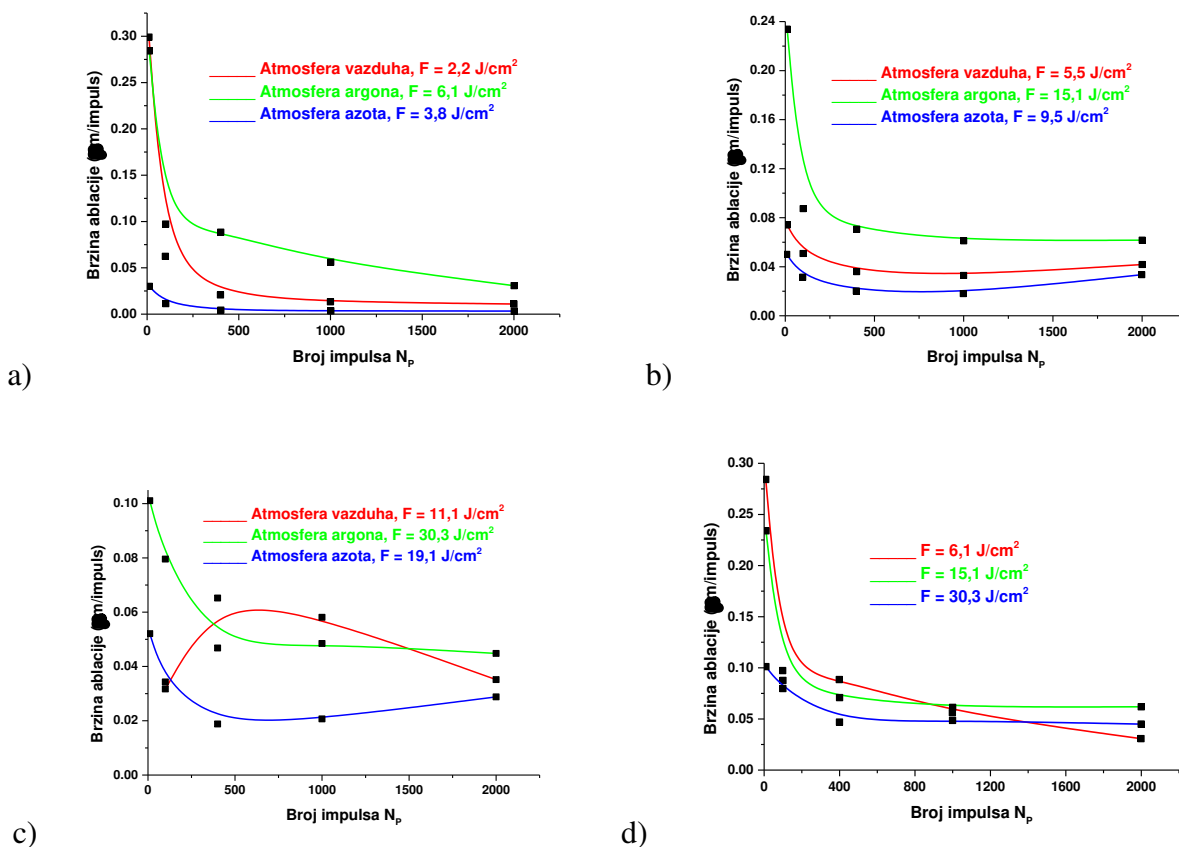


Slika 4.2.4 Grafici zavisnosti maksimalne dubine modifikovane površine u odnosu na broj akumuliranih impulsa nakon ozračivanja površine superlegure Nimonik 263 pikosekundnim laserskim zračenjem u različitim uslovima ozračivanja i pri vrednostima energija impulsa od: a) 6 mJ; b) 15 mJ; c) 30 mJ; d) atmosfera argona, različite vrednosti gustina energija

Dalje opisivanje efekta ablacije je odrađeno pomoću parametra koja predstavlja debljinu izbačenog sloja materijala po impulsu lasera, odnosno brzina ablacije, prikazana na slici 4.2.5. Na početku ozračivanja, u vazduhu sa 10 akumuliranih impulsa, vrednost brzine ablacije pri vrednosti energije impulsa od 6 mJ ima maksimalnu vrednost od $0,30 \mu\text{m/impuls}$ (slika 4.2.5a). U atmosferi argona ($F = 6,10 \text{ J/cm}^2$) je vrednost brzine ablacije slična kao u vazduhu i iznosi $0,28 \mu\text{m/impuls}$, dok u atmosferi azota ($F = 3,80 \text{ J/cm}^2$), ova vrednost je mnogo manja i iznosi $0,03 \mu\text{m/impuls}$. Sa porastom broja primenjenih impulsa na 100, brzina ablacije značajno opada do vrednosti od $0,06 \mu\text{m/impuls}$, u vazduhu ($F = 2,20 \text{ J/cm}^2$). U atmosferi argona, vrednost brzine ablacije manje opada, do vrednosti

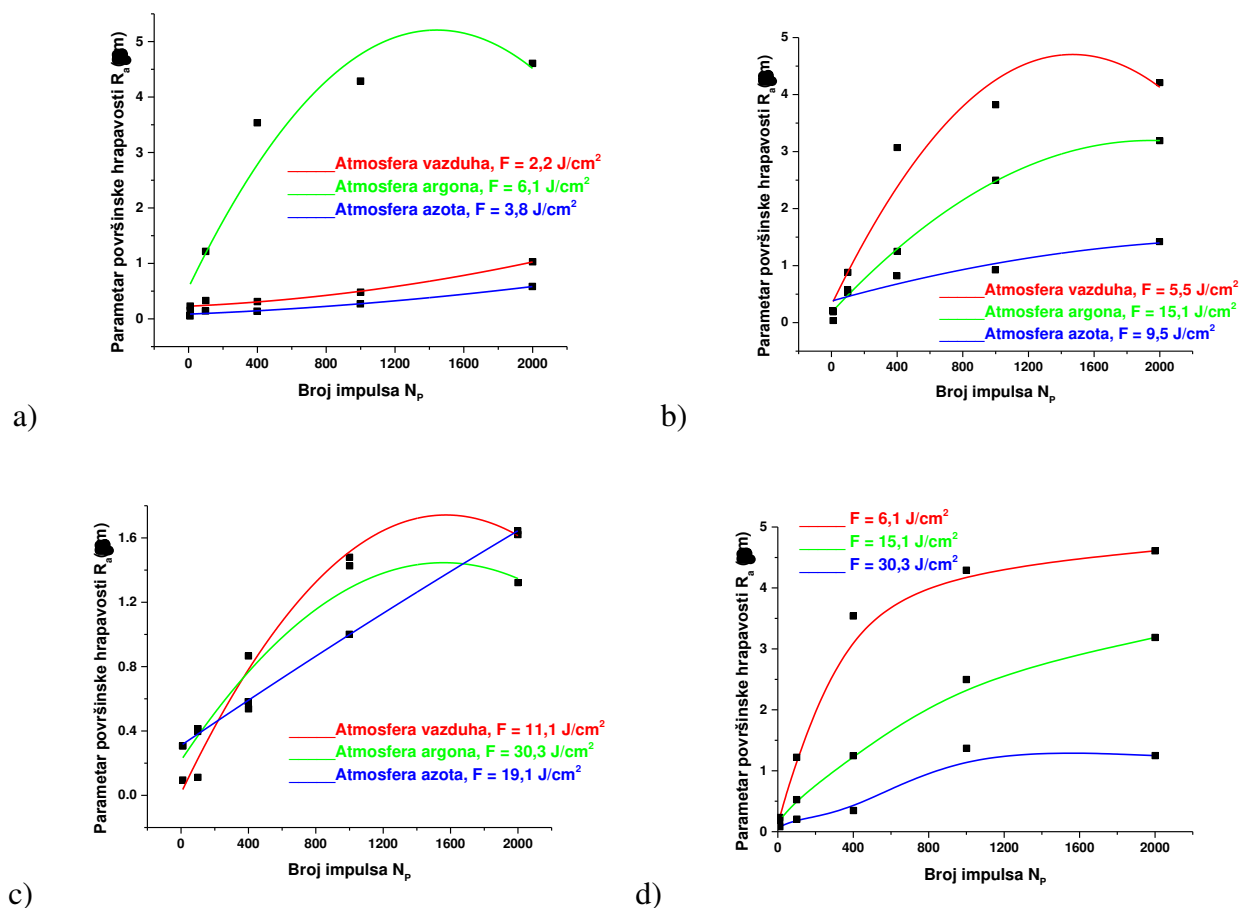
od 0,10 $\mu\text{m}/\text{impuls}$ dok u atmosferi azota dobijamo istu vrednost za brzinu ablacije (0,10 $\mu\text{m}/\text{impuls}$). Kod $N_p > 100$, vrednosti brzina ablacija i dalje opada, ali u manjem obimu, i to u vazduhu i atmosferi argona, vrednosti su 0,01 i 0,03 $\mu\text{m}/\text{impuls}$, nakon 2000 akumuliranih impulsa. U atmosferi azota, vrednost brzine ablacije nakon 2000 akumuliranih impulsa je ispod 0,01 $\mu\text{m}/\text{impuls}$ (slika 4.2.5a). Zaključuje se da je efekat ablacije dominantniji u fazi kada je broj primenjenih impulsa manji (do 100) dok kod većeg broja impulsa dolazi do izraženijih hidrodinamičkih efekata tj. topljenja materijala i nagomilavanja u centru mete.

Za vrednost energije impulsa od 15 mJ, vrednost brzine ablacije ima sličan trend. U atmosferi argona ($F = 15,1 \text{ J}/\text{cm}^2$), najveća vrednost brzine ablacije je dobijena pri manjem broju akumuliranih impulsa i iznosi 0,23 $\mu\text{m}/\text{impuls}$, dok su te vrednosti za faktor 3 – 4 manje i vazduhu i atmosferi azota ($F = 5,50 \text{ J}/\text{cm}^2$ i $F = 9,50 \text{ J}/\text{cm}^2$) i iznose 0,07 i 0,05 $\mu\text{m}/\text{impuls}$, redom (slika 4.2.5b). I ovde, sa povećanjem broja primenjenih impulsa, dolazi do opadanja vrednosti brzine ablacije gde je najmanje opadanje u atmosferi argona, a najveće u atmosferi azota. Za vrednost energije impulsa od 30 mJ, u atmosferi argona i azota ($F = 30,3 \text{ J}/\text{cm}^2$ i $F = 19,1 \text{ J}/\text{cm}^2$, redom), vrednosti brzina ablacije opadaju sa porastom broja akumuliranih impulsa, i to od 0,1 do 0,04 $\mu\text{m}/\text{impuls}$ i od 0,05 do 0,03 $\mu\text{m}/\text{impuls}$, redom (slika 4.2.5c). U vazduhu ($F = 11,1 \text{ J}/\text{cm}^2$) je drugačije, vrednost brzine ablacije opada do 100 akumuliranih impulsa (0,03 $\mu\text{m}/\text{impuls}$), ali sa 400 i 1000 primenjenih impulsa vrednosti energije 30 mJ imamo porast brzine ablacije za faktor 2 da bi se, nakon 2000 impulsa, vrednost smanjila za faktor 2. Može se reći da je ablacija u vazduhu, sa energijom impulsa od 30 mJ, efikasna i pri većem broju akumuliranih impulsa (do 1000).



Slika 4.2.5 Zavisnost brzine ablacije u odnosu na broj akumuliranih impulsa nakon ozračivanja superlegure Nimonik 263 pikosekundnim laserskim zračenjem pri različitim uslovima ozračivanja i sa vrednostima energija impulsa od: a) 6 mJ; b) 15 mJ; c) 30 mJ; d) atmosfera argona, različite vrednosti gustina energija

Na slici 4.2.6 prikazane su zavisnosti parametra površinske hrapavosti R_a od broja akumuliranih impulsa. Tabela vrednosti parametra R_a pri različitim uslovima ozračivanja je data u Prilogu V. Može se rezimirati sledeće: sličnu tendenciju rasta vrednosti parametra površinske hrapavosti imaju uzorci superlegure Nimonik 263 koji su ozračeni u vazduhu i atmosferi azota pri vrednostima gustina energija od 2,20 i 3,80 J/cm², redom (slika 4.2.6a), čak i nakon 2000 akumuliranih impulsa dok u atmosferi argona i pri vrednosti gustine energije od 6,10 J/cm² hrapavost opada nakon 1000 primenjenih impulsa. Međutim, treba napomenuti da su vrednosti parametra srednje površinske hrapavosti najveće u atmosferi argona, a najmanje u atmosferi azota (Prilog V). Pri vrednosti energije impulsa od 15 mJ, dolazi do tendencije opadanja parametra R_a , i to najviše u vazduhu pri vrednosti gustine energije od 5,50 J/cm², na vrednost od ~ 3,8 μm dok su same vrednosti parametra R_a najveće u vazduhu pri vrednosti gustine energije od 5,50 J/cm², 4,2 μm, a najmanje u atmosferi azota pri vrednosti gustine energije od 9,50 J/cm² i iznosi oko 1,4 μm (slika 4.2.6b). Najniže vrednosti parametra srednje površinske hrapavosti su dobijene pri vrednosti energije impulsa od 30 mJ (slika 4.2.6c) sa najvećom vrednošću R_a od 1,62 μm ($N_P = 2000$, u vazduhu i atmosferi azota, $F = 11,1$ i $F = 19,1$ J/cm², redom) što je za faktor 2,8 manja od najveće vrednosti parametra R_a (4,61 μm, $N_P = 2000$, atmosfera argona, $F = 6,10$ J/cm²).



Slika 4.2.6 Grafici zavisnosti parametra površinske hrapavosti (R_a) superlegure Nimonik 263 u odnosu na broj akumuliranih impulsa nakon ozračivanja pikosekundnim laserskim zračenjem u različitim uslovima ozračivanja i pri energiji impulsa lasera od: a) 6 mJ, b) 15 mJ i c) 30 mJ; d) atmosfera argona, različite vrednosti gustina energija

Rezultati semikvantitativne elementne EDS analize su predstavljeni u obliku težinskih procenata udela elemenata u leguri. EDS analiza je izvršena na više lokacija svake modifikovane mete tako da obuhvataju centar i periferiju mete.

Nakon ozračivanja superlegure Nimonik 263 pikosekundnim laserskim zračenjem, analiziramo stanje površine legure pre i posle ozračivanja (tabela 4.2.2). Što se tiče hemijskog sastava netretirane površine, odnosno uzorka legure pre ozračivanja, može se zaključiti da je stanje legure u očuvanom hemijskom odnosu ($Ni : Cr : Co : Mo \approx 50 : 20 : 20 : 6$, sa ostalim elementima u ukupnom procentu od oko 4 wt%). Nakon modifikacije u vazduhu, javlja se kiseonik na periferiji modifikovane mete sa oko 11 wt% udela. U atmosferama azota i argona, kiseonik se takođe javlja samo na periferiji modifikovane mete sa malo većim udelom, ~ 14 i 15 wt%, redom. Evidentno da je oksidacija dominantna kao hemijski proces. Oksidacija površine legure na periferiji modifikovane mete je dovela do smanjenja udela jednih od najzastupljenijih elemenata na površini, nikla i kobalta dok je udeo hroma i molibdena ostao skoro nepromenjen (do 1 wt% smanjenja). Sa povećanjem energije impulsa, nije došlo do značajnih promena u hemijskom sastavu površine superlegure Nimonik 263.

Tabela 4.2.2 EDS analiza površine superlegure Nimonik 263 pre i nakon delovanja pikosekundnog laserskog zračenja pri različitim eksperimentalnim uslovima

		Wt%									
Lokacija		N	O	Al	Si	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Mo
Nemodifikovana legura				0,54	0,23	1,71	19,9	0,52	20,1	50,1	6,85
Atmosfera argona, E = 6 mJ, N_p = 100	centar		0,42	0,20	1,60	18,4	0,64	20,7	50,8	7,24	
	periferija	14,4	0,59	0,35	2,07	18,0	0,66	16,4	42,1	5,34	
Vazduh, E = 15 mJ, N_p = 100	centar		0,48	0,28	1,81	19,6	0,58	20,4	50,7	6,22	
	periferija	11,3	0,51	0,29	1,57	19,1	0,51	17,4	43,7	5,62	
Atmosfera azota, E = 30 mJ, N_p = 100	centar		0,44	0,17	0,81	17,9	0,65	21,4	53,3	5,25	
	periferija	13,7	0,64	0,39	2,25	19,9	0,46	16,8	40,3	5,53	

4.3. *Površinski efekti interakcije femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm i dužine trajanja impulsa od 200 fs sa površinom superlegure Nimonik 263*

Uzorak pločice superlegure Nimonik 263, dimenzija 100 x 30 x 2 mm, je ozračen femtosekundnim Ti:Safirnim laserom u vazduhu i komori sa kontrolisanom atmosferom azota (pritisak u komori ~ 1000 mbar). Rastojanje sočiva od mete uzorka se održavalo konstantnim sa daljinom od 100 mm. Uslovi i parametri laserskog ozračivanja su dati u tabeli 4.3.1. Vrednosti gustina energija impulsa lasera su izračunate iz jednačine (8) zajedno sa vrednošću dijametara laserskog zraka, ω_0 , koji su izračunati iz nagiba linearnog fitovanja zavisnosti jednačine (10). Izračunate vrednosti za dijemetre laserskog zraka u atmosferi vazduha i azota iznose 23,8 i 22,7 μm , redom, a odgovarajuće izračunate vrednosti gustina energija impulsa lasera su date u tabeli 4.3.1.

Tabela 4.3.1 Uslovi i parametri femtosekundnog laserskog ozračivanja, Ti:Safirnim laserom, superlegure Nimonik 263

Laser	Femtosekundni Ti:Safirni
Superlegura	Nimonik 263
Talasna dužina (nm)	775 nm
Dužina trajanja impulsa (fs)	~ 200
Broj akumuliranih impulsa	1, 2, 5, 10, 50, 100, 200, 400
Energije impulsa (μJ)	$2,5 \pm 0,2$; $5,0 \pm 0,2$; $10,0 \pm 0,5$; 100 ± 5 ; 250 ± 10
Uslovi ozračivanja	Standardni atmosferski uslovi; Kontrolisana atmosfera azota, P = 1000 mbar
Gustine energija (fluensi) (J/cm^2)	vazduh: 0,28; 0,56; 1,12; 11,2; 28,0; azot: 0,31; 0,62; 1,23; 12,3; 30,9

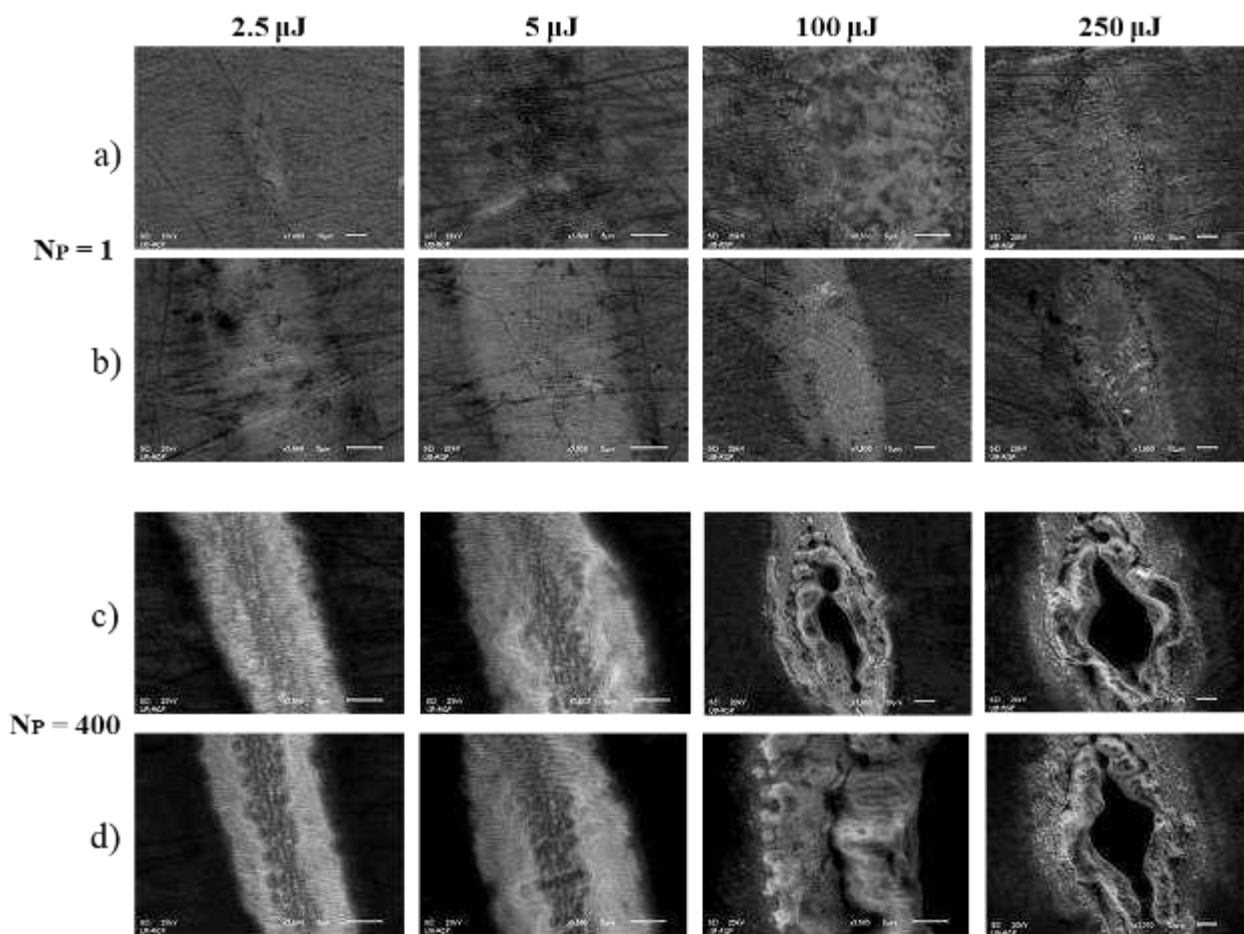
Ablacija. Površinski efekti

SEM analiza

Na slikama 4.3.1, 4.3.2 i 4.3.3 su prikazane SEM mikrofotografije meta uzorka superlegure Nimonik 263 ozračene femtosekundnim laserom u vazduhu i atmosferi azota. Očigledno je da su oštećenja površine superlegure istaknutija sa povećanjem broja i vrednosti energija impulsa. Radi lakšeg i boljeg sagledavanja svih morfoloških promena na površini superlegure Nimonik 263, diskutovaće se dva režima vrednosti gustina energija: *režim niskih vrednosti gustina energija* ($F < 1 \text{ J}/\text{cm}^2$) i *režim visokih vrednosti gustina energija* ($F > 1 \text{ J}/\text{cm}^2$).

Režim niskih i visokih vrednosti gustina energija ($N_p = 1$)

Režimu niskih vrednosti gustina energija pripada monoimpulsno ozračivanje legure sa energijama impulsa od 2,5 i 5 μJ . Ovde su vrednosti gustina energija značajno ispod 1 J/cm^2 (tabela 4.3.1). Kao što se vidi sa slike 5.3.1a-b, u režimu niskih vrednosti gustina energija dolazi do vrlo malih promena na površini uzorka. Hidrodinamički efekti su odsutni, ali je zanimljivo primetiti da se slabo izražene LIPSS strukture, u centru modifikovane mete, formiraju u ovom monoimpulsnom režimu i to čak kod najniže vrednosti energije od 2,5 μJ u atmosferi azota (slika 4.3.1b), a u vazduhu kod vrednosti energije od 5 μJ (slika 4.3.1a). Vrednosti perioda struktura u atmosferi azota kod monoimpulsnog režima i pri vrednosti energije impulsa od 2,5 μJ su oko 548 nm, vrednosti $\sim 7/10 \lambda$, odnosno malo niže od talasne dužine laserskog zračenja $\lambda = 775 \text{ nm}$ što ukazuje na formiranje niskofrekventnih LIPSS struktura (LF-LIPSS). U ovom monoimpulsnom režimu ozračivanja površine legure, došlo je do nekompletne, odnosno blage ablacije.



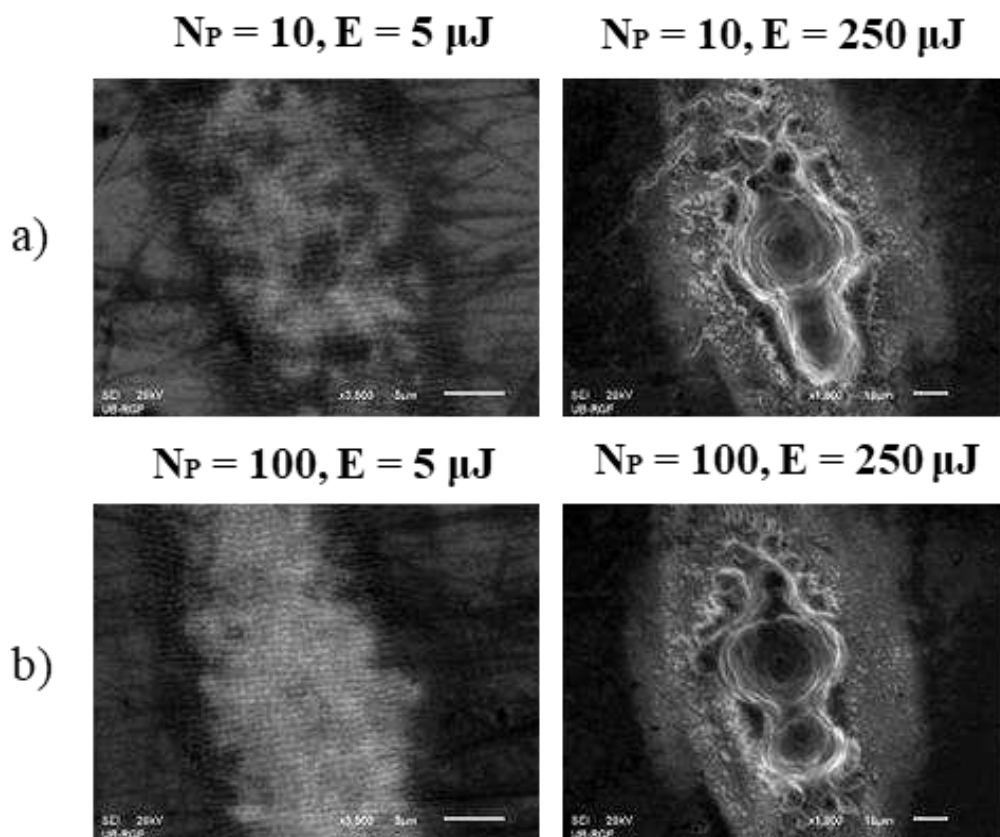
Slika 4.3.1 SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonic 263 nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i sa trajanjem impulsa od 200 fs u monoimpulsnom režimu i režimu sa 400 akumuliranih impulsa u: a) i c) vazduhu; b) i d) atmosferi azota

Kod režima visokih vrednosti gustina energija pri monoimpulsnom ozračivanju, LIPSS strukture su jasnije izražene i uniformno raspoređene, s tim što se nalaze na periferiji modifikovane mete dok se u centru mete, zbog vrednosti gustina energija od 12,3 i 30,9 J/cm^2 , javljaju plitki „bazeni“ otopljenog materijala (slika 4.3.1a-b). Vrednosti perioda LIPSS struktura u vazduhu pri vrednosti energije impulsa od 5 μJ , gde se strukture još uvek javljaju u centru modifikovane mete, iznose \sim

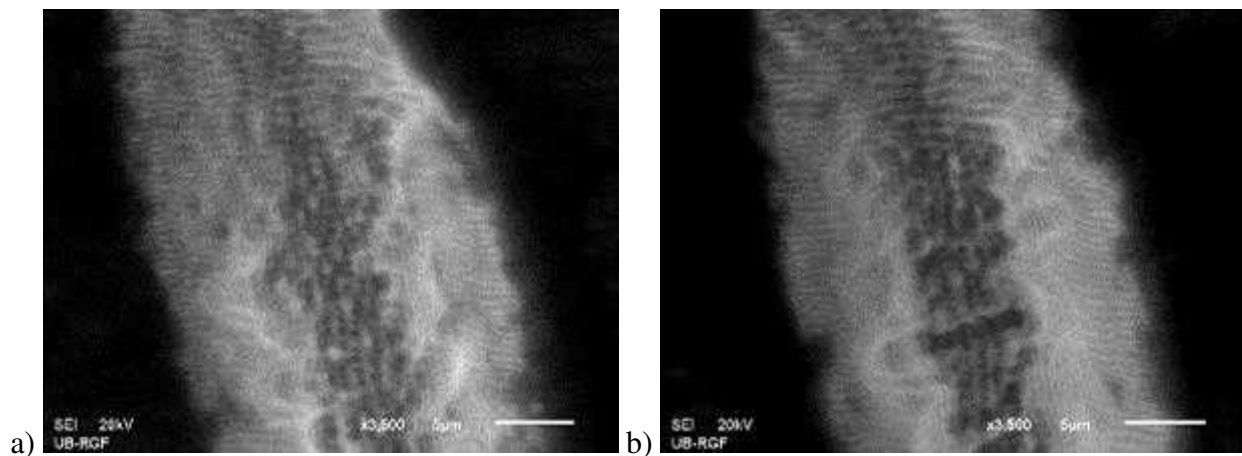
560 nm što predstavlja LF-LIPSS. Sa vrednošću energije impulsa od $100 \mu\text{J}$, LIPSS strukture se prostiru prema periferiji modifikovane mete sa periodama nižih vrednosti, oko 350 nm. Očigledno je da se u ovim eksperimentalnim uslovima formiraju visokofrekventne laserski indukovane paralelne periodične površinske strukture (HF-LIPSS), vrednosti periode $\sim 2/5 \lambda$. Može se zaključiti da atmosfera azota doprinosi izraženijem formiranju LIPSS struktura na površini superlegure Nimonik 263 u odnosu na ozračivanje u vazduhu, verovatno usled donekle prisutnih termalnih efekata.

Režim niske i visoke gustine energije ($N_p = 10, 100, 400$)

Nakon povećanja broja impulsa, $N_p \geq 10$, (slika 4.3.1c-d) u režimu niskih vrednosti gustina energija, u vazduhu i atmosferi azota, LIPSS strukture su jasno uočljive. One su uniformno raspoređene preko cele modifikovane mete sa 10 i 100 akumuliranih impulsa, i vrednostima perioda od ~ 606 i 689 nm, redom, i vrednosti energije impulsa od $5 \mu\text{J}$ (slika 4.3.2) tako da drugi efekti nisu uočeni. Nakon 400 akumuliranih impulsa vrednosti energije $5 \mu\text{J}$ (slika 4.3.3), LIPSS strukture su vidljive, s tim što se zbog velikog broja impulsa jasnije javljaju na periferiji modifikovane mete dok u centru već dolazi i do pojave hidrodinamičkih efekata.

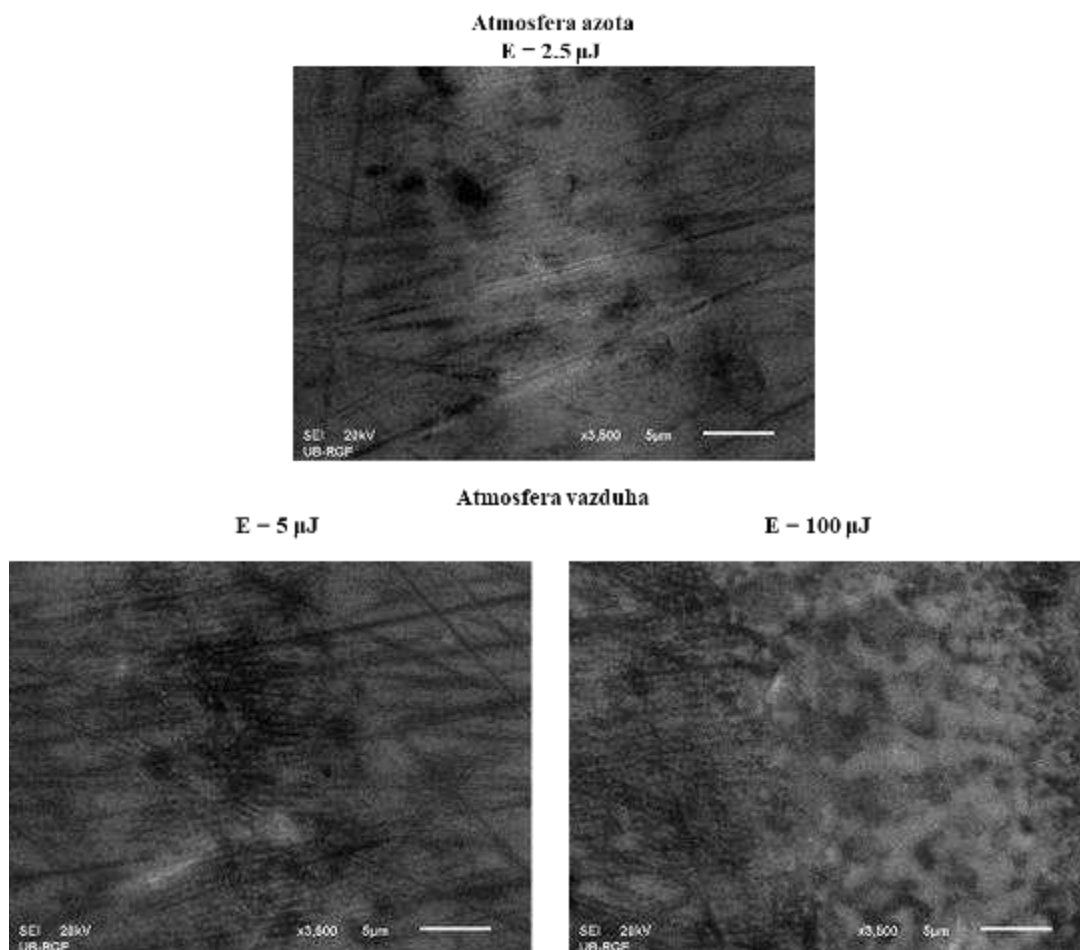


Slika 4.3.2 SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonik 263 nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs sa brojem i vrednostima energija impulsa datim u slici za: a) vazduh i b) atmosferu azota

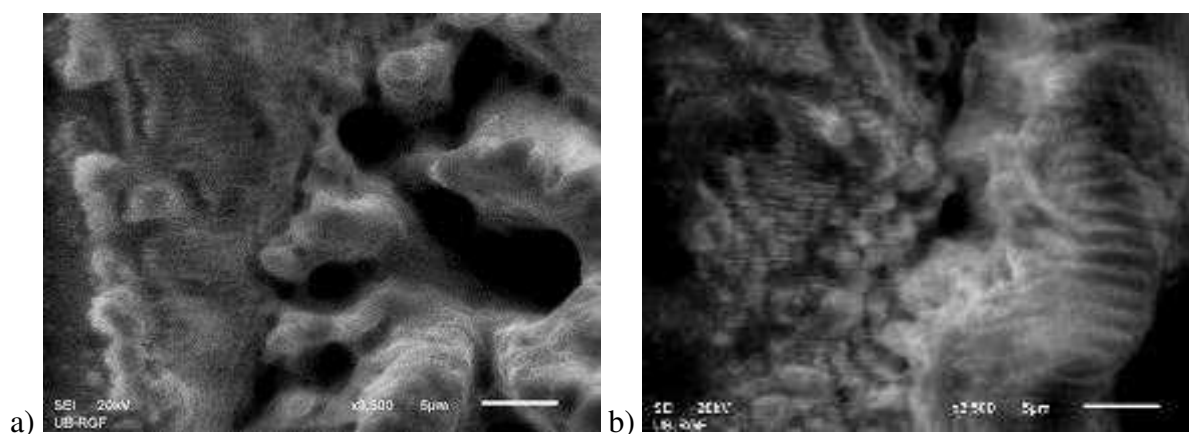


Slika 4.3.3 SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonic 263 nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs i $E = 5 \mu\text{J}$, $N_P = 400$ za: a) vazduh i b) atmosferu azota

Kod vrednosti energija većih od $5 \mu\text{J}$, dolazi do hidrodinamičkih efekata u vidu topljenja centralnog materijala i njegovo hlađenje i očvršćavanje pa su LIPSS strukture uočljive samo na periferiji modifikovane mete (slika 4.3.4 i 4.3.5). Vrednosti perioda ovih struktura pri vrednosti najveće energije i broja impulsa ozračivanja iznose oko 359 nm, u vazduhu. U atmosferi azota, zanimljivo je istaći da se LIPSS strukture formiraju na dve pozicije, na samoj ivici centra modifikovane mete i na periferiji modifikovane mete (slika 4.3.5b). Vrednosti perioda ovih struktura opadaju kako se kreću ka periferiji, i to od $\sim 907 \text{ nm}$ do $\sim 417 \text{ nm}$ što govori o formiranju i LF-LIPSS i HF-LIPSS. „Bazeni“ i „šiljci“ očvrstnulo prethodno istopljenog materijala se javljaju posle 10 akumuliranih impulsa i vrednosti energije impulsa preko $100 \mu\text{J}$ (slika 4.3.2b). Pojava dubokih kratera i izbacivanja materijala sa strane modifikovane mete je vidljivo kod vrednosti energije impulsa od $100 \mu\text{J}$ i od 100 akumuliranih impulsa, a kod vrednosti energije impulsa od $250 \mu\text{J}$, već nakon 10 akumuliranih impulsa (slike 4.3.1 i 4.3.2). Ovde se može zaključiti da je došlo do efikasne ablacije materijala.



Slika 4.3.4 Formirane LIPSS strukture na površini superlegure Nimonik 263 nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem u monoimpulsnom režimu pri različitim vrednostima energija impulsa u vazduhu i atmosferi azota

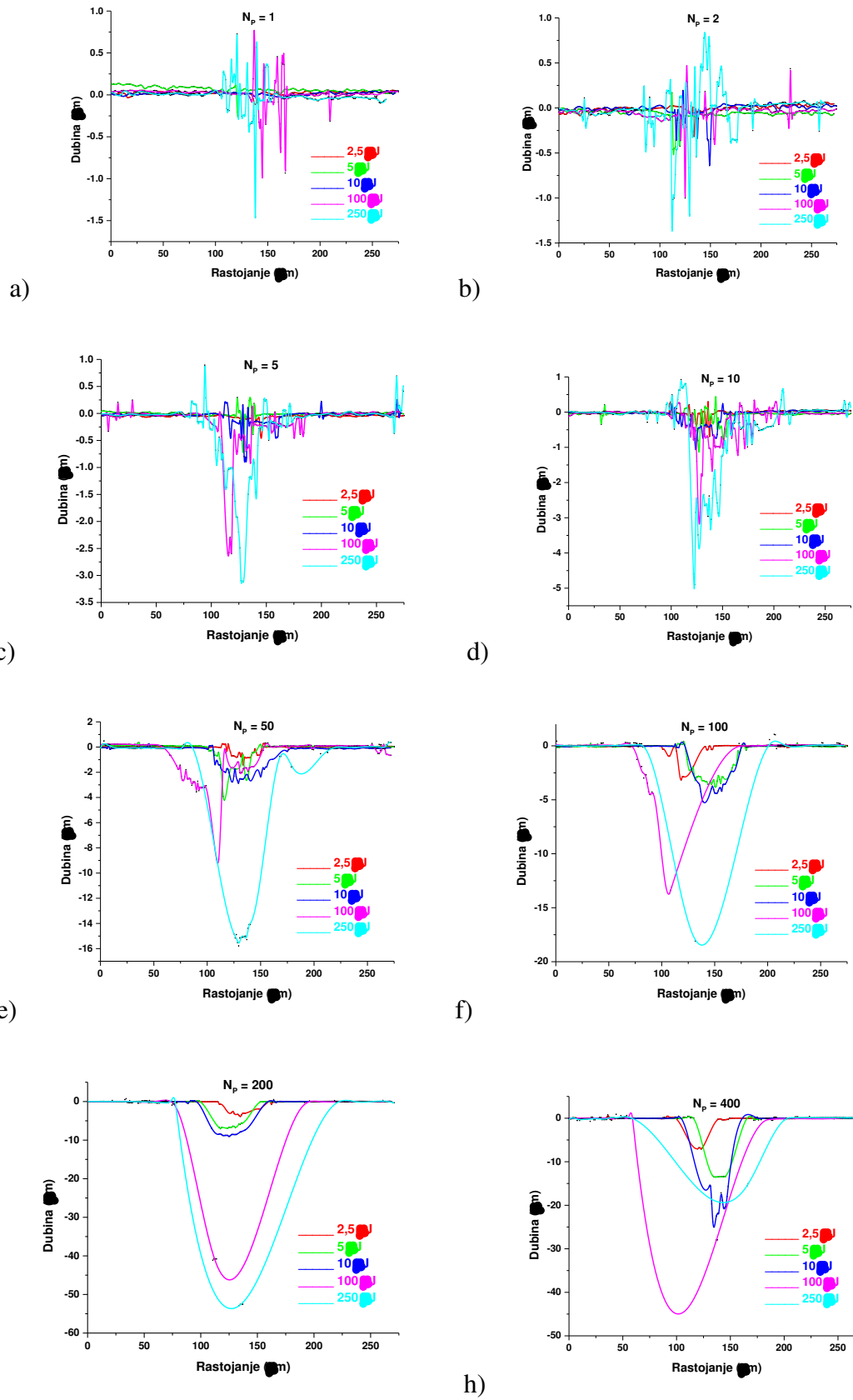


Slika 4.3.5 Formirane LIPSS strukture na površini superlegure Nimonik 263 nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem u režimu sa 400 akumuliranih impulsa i vrednošću energije impulsa od 250 μJ u: a) vazduhu i b) atmosferi azota

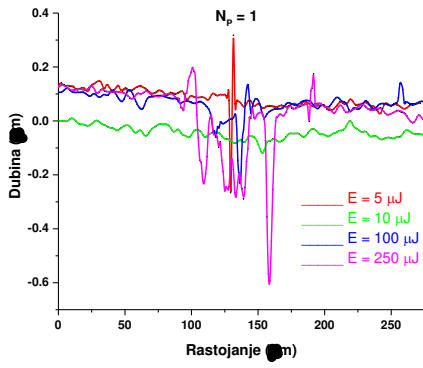
Profilometrijska analiza

Analiza oštećenih meta uzorka sa povećanjem vrednosti energije impulsa pri konstantnom broju akumuliranih impulsa za vazduh i atmosferu azota su date na slikama 4.3.6 i 4.3.7. Zavisnosti

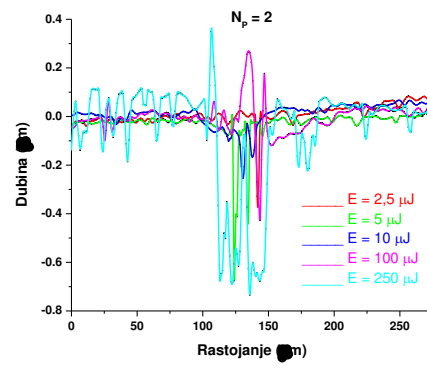
površinskih parametara, kao što su prosečna hrapavost materijala i maksimalna dubina, od povećanja broja i vrednosti energija impulsa su date na slikama 4.3.8 i 4.3.9, za sve uslove ozračivanja.



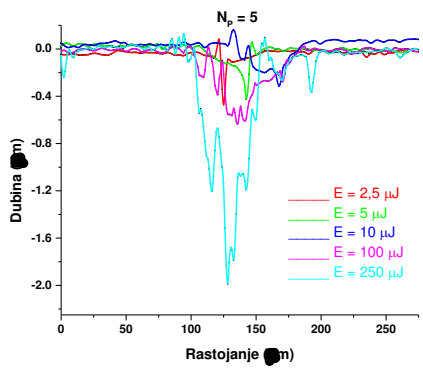
Slika 4.3.6 2D profili površine superlegure Nimonic 263 nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs u vazduhu sa različitim brojem impulsa i vrednostima energija impulsa



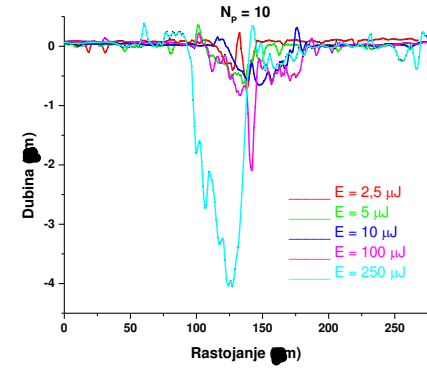
a)



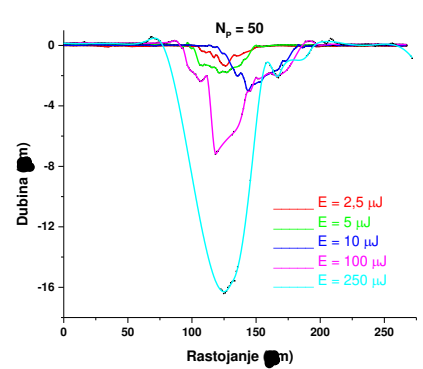
b)



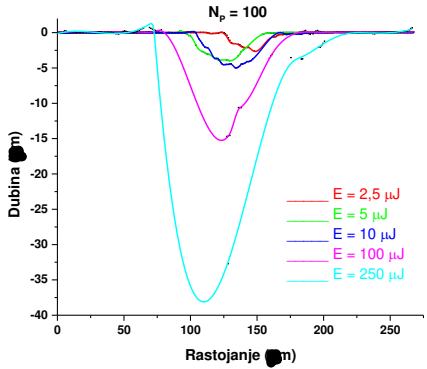
c)



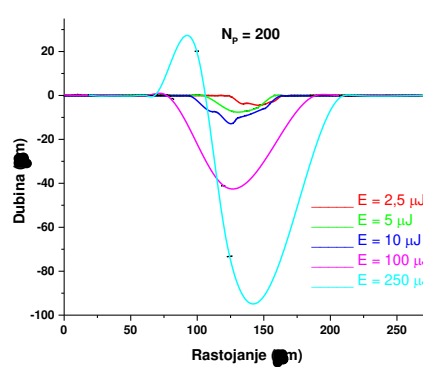
d)



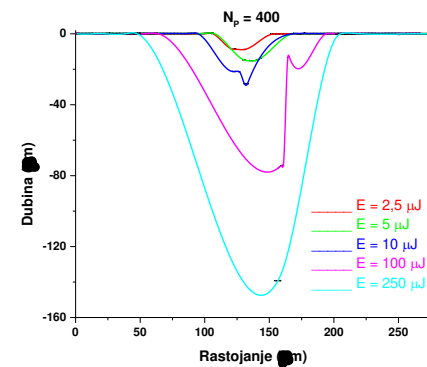
e)



f)



g)



h)

Slika 4.3.7 2D profili površine superlegure Nimonik 263 nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs u atmosferi azota sa različitim brojem impulsa i vrednostima energija impulsa

$N_P = 1, 2, 5$ (atmosfera vazduha i azota)

Nakon monoimpulsnog i dvoimpulsnog režima ozračivanja, sa povećanjem vrednosti energije od 5 do 250 μJ , u vazduhu i atmosferi azota, kroz analizu 2D površinskih profila može se zaključiti da je prisutna površinska talasastost superlegure Nimonik 263 (slike 4.3.6a-b i 4.3.7a-b). Nema pojave kratera, a najveća vrednost površinske hrapavosti u ovim eksperimentalnim uslovima je bila $\sim 0,15$ i $0,18 \mu\text{m}$ za vazduh i atmosferu azota, redom, pri $N_P = 2$ i $E = 250 \mu\text{J}$. Kod 5 akumuliranih impulsa dolazi do formiranja plitkih kratera sa vrednostima energije od 100 μJ pa pri toj vrednosti, prosečna vrednost maksimalne dubine ablacije iznosi 2,6 i 2,0 μm u vazduhu i atmosferi azota, redom (slike 4.3.6c i 4.3.7c). Jasno se može zaključiti da sa brojem impulsa $N_P < 10$ dolazi do blage ablacije površine superlegure Nimonik 263.

$N_P = 10, 50, 100$ (atmosfera vazduha i azota)

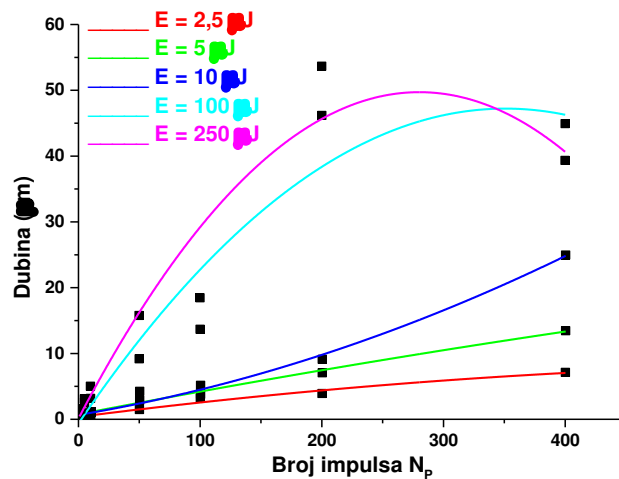
Evolucije 2D površinskih profila nakon 10, 50 i 100 akumuliranih impulsa i sa povećanjem vrednosti energija daju sledeće informacije. Nakon 10 impulsa, dolazi do povećanja vrednosti dubine kratera na $\sim 3,2 \mu\text{m}$ u vazduhu sa vrednošću energije od 100 μJ i $\sim 4,1 \mu\text{m}$ u atmosferi azota sa vrednošću energije od 250 μJ (slike 4.3.6d i 4.3.7d).

Nakon dejstva 50 i 100 impulsa, pojava kratera je vidljiva pri svim vrednostima energija impulsa. Vrednosti dubina kratera se povećavaju sa porastom vrednosti energija: do 15,8 i 16,4 μm u vazduhu i atmosferi azota, redom, nakon 50 akumuliranih impulsa i do 18,5 i 38,1 μm u vazduhu i atmosferi azota, redom, nakon 100 akumuliranih impulsa (slike 4.3.6e-f i 4.3.7e-f). Jasno je da dolazi do efikasne ablacije materijala sa površine superlegure.

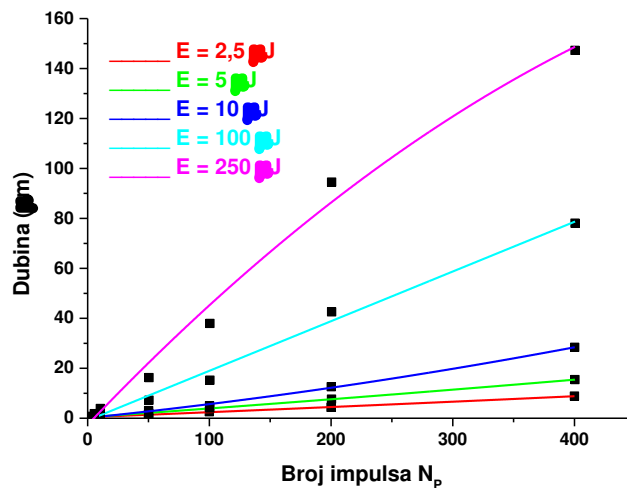
$N_P = 200, 400$ (atmosfera vazduha i azota)

Sa velikim brojem impulsa, rezultat je dalje povećanje vrednosti dubina kratera i dimenzija kratera u oba uslova ozračivanja. Efikasna ablacija se uočava pri svim vrednostima energija impulsa. Sa porastom vrednosti energija, vrednosti maksimalnih dubina kratera sa 200 akumuliranih impulsa idu od 7,1 do 53,6 μm i od 8,8 do 94,7 μm za vazduh i atmosferu azota, redom (slike 4.3.6g i 4.3.7g). Međutim, pri ozračivanju sa 400 impulsa, u vazduhu dolazi do smanjenja vrednosti dubine sa 46,2 na 42,9 μm za $E = 100 \mu\text{J}$ i sa 53,6 na 39,3 μm za $E = 250 \mu\text{J}$ (slika 5.3.6h). Ovo smanjenje dubine kratera se dešava zbog visoke vrednosti energije impulsa tj. urušavanja zidova kratera u sam krater, a usled prevelikog topljenja i nedovoljnog uklanjanja materijala iz centra modifikovane mete. Za atmosferu azota se ovo ne može reći jer vrednost najveće energije impulsa nije dovela do smanjenja vrednosti dubine kratera već je dobijena vrednost maksimalne dubine porasla sa 94,7 na 147,4 μm (slika 4.3.7h). Iako i u atmosferi azota dolazi do urušavanja zidova kratera u centar samog kratera, očigledno je da se to dešava u manjoj količini u prisustvu azota pa će doći do dublje ablacije u ovim eksperimentalnim uslovima.

Vrednosti maksimalnih dubina u funkciji od broja akumuliranih impulsa su date na slikama 4.3.8, za oba uslova ozračivanja.



a)



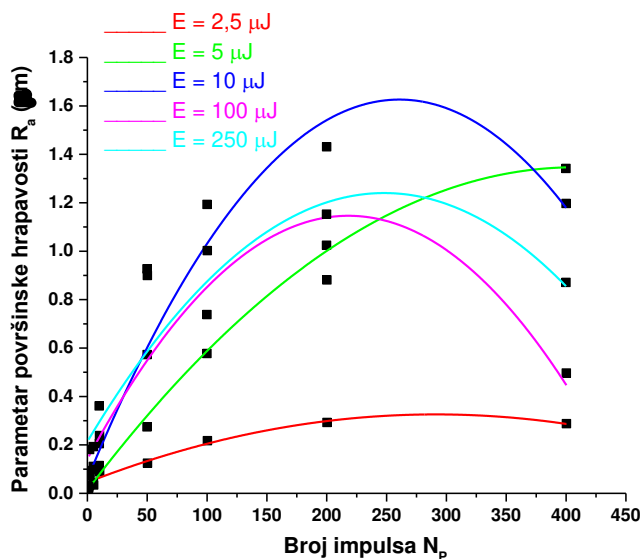
b)

Slika 4.3.8 Grafik zavisnosti maksimalne dubine površine superlegure Nimonik 263 nakon dejstva femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs u funkciji od broja primenjenih impulsa pri različitim vrednostima energija impulsa u: a) vazduhu i b) atmosferi azota

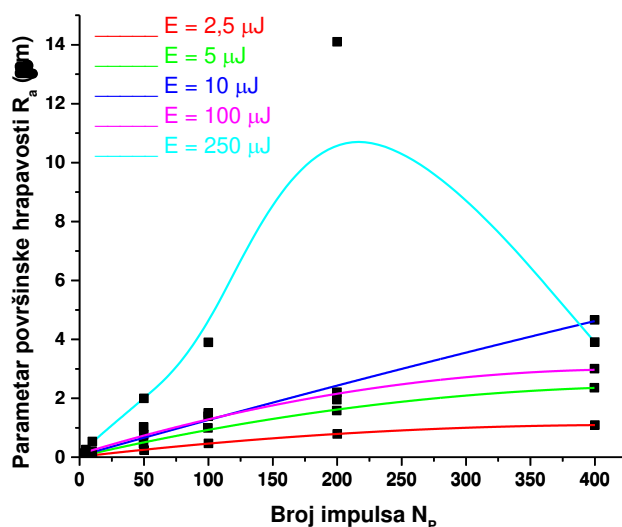
Generalni zaključak za dubinu ablacije superlegure Nimonik 263 nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem u vazduhu i atmosferi azota je sledeći: sa povećanjem broja impulsa do 200, povećava se i vrednost maksimalne dubine pri svim vrednostima energija impulsa u vazduhu i atmosferi azota. Kod vrednosti energija impulsa od 2,5 do 10 μJ , nastavlja se trend povećanja vrednosti dubina i nakon 400 akumuliranih impulsa dok kod vrednosti energija jednakih ili većih od 100 μJ , trend povećanja vrednosti maksimalnih dubina se nastavlja samo u atmosferi azota (slika 4.3.8b) dok u vazduhu vrednost dubina opada zbog redepozicije otopljenog i ohlađenog materijala nazad u krater, odnosno urušavanja materijala sa zidova kratera (slika 4.3.8a).

Što se tiče površinske hrapavosti, u vazduhu pri svim vrednostima energija impulsa, sa povećanjem broja impulsa do 200, dolazi do povećanja vrednosti površinske hrapavosti superlegure. Nakon 200 impulsa, pri svim vrednostima energija impulsa (osim kod $E = 5 \mu\text{J}$), očigledan je pad u vrednosti površinske hrapavosti, u proseku za faktor 1,2 (slika 4.3.9a). U atmosferi azota (slika 4.3.9b), porast vrednosti površinske hrapavosti je isto kao u vazduhu, do 200 akumuliranih impulsa i pri svim vrednostima energija impulsa. U ovim eksperimentalnim uslovima, javlja se saturacija

vrednosti površinske hrapavosti kod vrednosti energija impulsa od 2,5, 5 i 100 μJ dok $E = 10 \mu\text{J}$ imamo porast vrednosti parametra R_a i nakon 400 akumuliranih impulsa. Kod $E = 250 \mu\text{J}$, vrednost površinske hrapavosti opada nakon 200 impulsa. Najveća postignuta vrednost površinske hrapavosti u ovim eksperimentalnim uslovima iznosi 14,1 μm pri vrednosti najveće energije i nakon 200 akumuliranih impulsa (slika 4.3.9b).



a)



b)

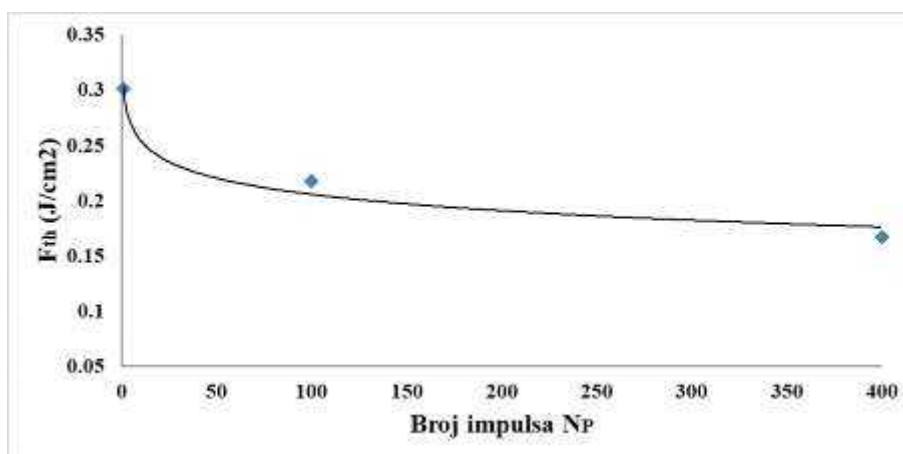
Slika 4.3.9 Zavisnost prosečne površinske hrapavosti postignute na površini superlegure Nimonik 263, nakon dejstva femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs, u odnosu na različit broj i vrednosti energija impulsa u: a) vazduhu i b) atmosferi azota

Gustina energije praga. Inkubacioni faktor

Procedura izračunavanja vrednosti gustina energija praga, F_{th} , i vrednosti inkubacionih faktora, ζ , za superleguru Nimonik 263 je sledeća: formira se grafik dijametara oštećenja na semilogaritamskoj skali pa se iz nagiba i odsečka linearnog fitovanja određuje vrednost za F_{th} , a iz nagiba linearnosti jednog impulsa se određuje vrednost za teorijski dijametar laserskog zraka, ω_0 . Izračunate vrednosti za ω_0 iznose 23,8 i 22,7 μm za vazduh i atmosferu azota, redom.

Tabela 4.3.2 Vrednosti gustina energija praga pri različitom broju primenjenih impulsa u vazduhu za superleguru Nimonik 263

N_P	1	100	400
F_{th} (J/cm ²)	0,281	0,218	0,167

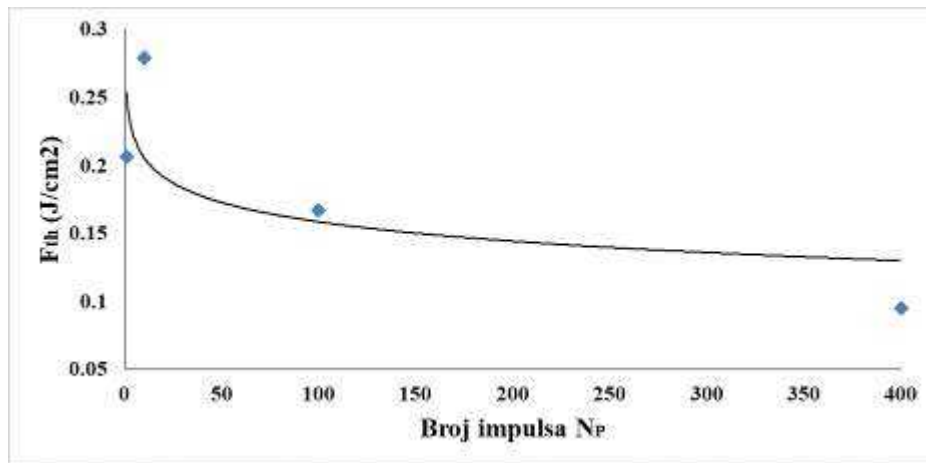


Slika 4.3.10 Zavisnost vrednosti gustina energija praga za superleguru Nimonik 263 u odnosu na povećanje broja primenjenih impulsa u vazduhu

Što se tiče vrednosti gustina energija praga, ona se menja sa promenom broja impulsa što je posledica akumulacionih efekata. Evidentno je da vrednost gustine energije praga osetno opada sa povećanjem broja impulsa do $N_P = 10$. Nakon 10 akumuliranih impulsa, vrednost F_{th} i dalje opada, ali u znatno manjem obimu i može se primetiti da to opadanje nije konačno već nakon 400 akumuliranih impulsa dostiže saturaciju (slike 4.3.10 i 4.3.11). Ukupno opadanje vrednosti gustina energija praga sa porastom broja primenjenih impulsa, za vazduh, je za faktor 1,8, a za atmosferu azota, za faktor 2,9 (tabele 4.3.2 i 4.3.3).

Tabela 4.3.3 Vrednosti gustina energija praga pri različitom broju akumuliranih impulsa u atmosferi azota za superleguru Nimonik 263

N_P	1	10	100	400
F_{th} (J/cm ²)	0,279	0,205	0,167	0,095



Slika 4.3.11 Zavisnost vrednosti gustina energija praga za superleguru Nimonik 263 u odnosu na povećanje broja akumuliranih impulsa u atmosferi azota

Vrednost gustine energije praga za ozračivanje u monoimpulsnom režimu, $F_{th}(1)$, u vazduhu, iznosi $0,281 \text{ J/cm}^2$ što je dosta slično vrednosti od $0,28 \text{ J/cm}^2$ koja predstavlja gustinu energije koja odgovara vrednosti energije impulsa od $2,5 \mu\text{J}$ (tabela 4.3.1). Za atmosferu azota, vrednost od $0,28 \text{ J/cm}^2$ koja predstavlja $F_{th}(1)$ je takođe slična vrednosti od $0,31 \text{ J/cm}^2$ za gustinu energije koja odgovara vrednosti energije impulsa od $2,5 \mu\text{J}$. Ove sličnosti nam govori o tome da se površinsko oštećenje superlegure Nimonik 263 slabo može ili uopšte ne može posmatrati nakon monoimpulsnog režima sa $E = 2,5 \mu\text{J}$. Naravno, sa povećanjem broja impulsa, inkubacioni efekti se povećavaju prouzrokujući opadanje vrednosti gustina praga oštećenja (tabele 4.3.2 i 4.3.3).

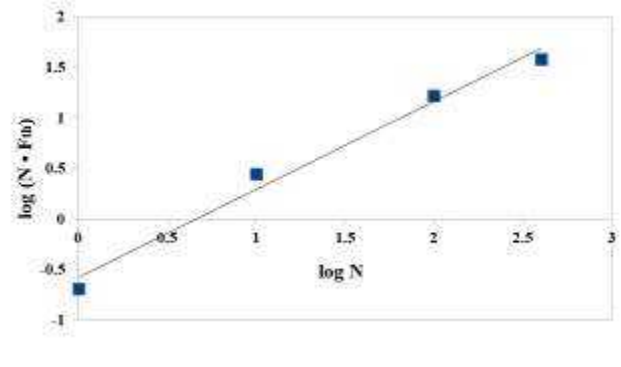
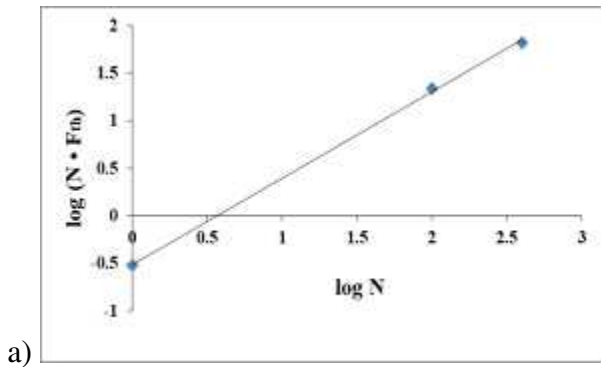
Za interakciju laser-metal u ovom eksperimentu, stepen inkubacije je određen preko inkubacionog modela [153]. Zavisnost gustine energije praga za N broj impulsa, $F_{th}(N)$, i gustine energije praga za 1 impuls, $F_{th}(1)$, je data jednačinom:

$$F_{th}(N) = F_{th}(1) \cdot N^{\zeta-1} \quad (17)$$

gde je N broj impulsa, a ζ inkubacioni faktor koji karakteriše odgovor mete materijala na multiimpulsnu ablaciju tj. stepen inkubacije [153, 154]. Inkubacioni faktor, određen iz nagiba linearnog fitovanja zavisnosti:

$$\log(N * F_{th}(N)) = f(\log N) \quad (18)$$

ima vrednost 0,91 i 0,87 za superleguru Nimonik 263 u vazduhu i atmosferi azota, redom (slika 4.3.12). Vrednosti inkubacionih faktora za ozračivanje površine superlegure Nimonik 263 femtosekundnim laserskim zračenjem do sada nisu određivani u literaturi pa je ovo novina u ovoj doktorskoj disertaciji.



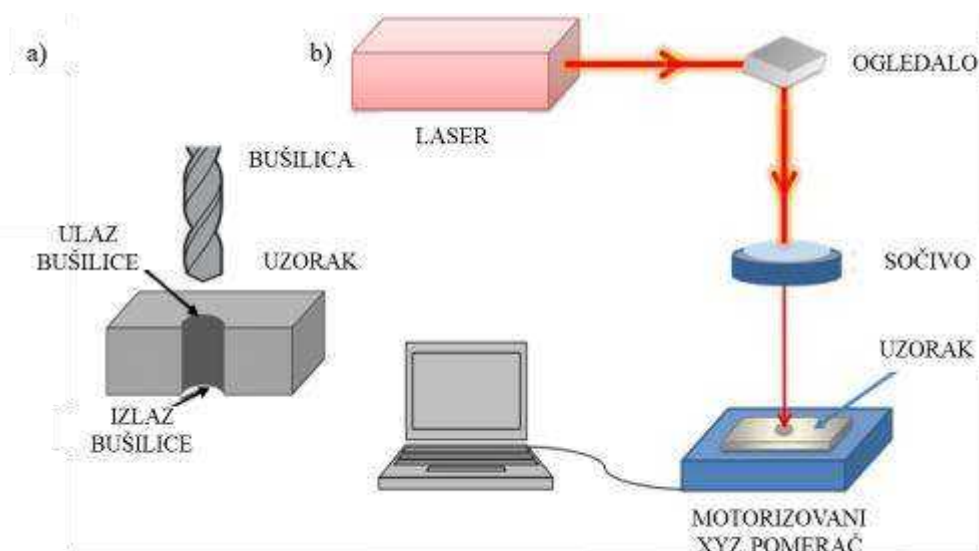
Slika 4.3.12 Logaritamski dijagram i linearno fitovanje zavisnosti $\log(N \cdot F_{th}(N)) = f(\log N)$ karakteristično za multiimpulsnu interakciju laserskog zraka (200 fs) sa površinom superlegure nimonik 263 u: a) atmosferi vazduha i b) atmosferi azota

4.4. Ispitivanje mehaničkih osobina i površinska analiza mesta podložnih naprezanju nakon modifikacije površine superlegure Nimonik 263

Ojačavanje legure Nimonik 263 je tretirano direktnim laserskim zračenjem. Uzorci superlegure Nimonik 263 su isečeni u pravougaoni oblik, dimenzija 10 x 200 x 2 mm. Za statističku obradu, serija otvora (rupa), dijametra oko 4 mm, je napravljena na uzorcima legure mehaničkim bušenjem, kao što je prikazano na slici 4.4.1a, pri istim uslovima. Bušenje je urađeno u skladu sa internom laboratorijskom procedurom. Površinska laserska modifikacija oblasti oko otvora je urađena na obe strane pločice legure pikosekundnim Nd:YAG i nanosekundnim Nd:YAG laserom (EKSPLA, Vilnius, Lithuania; Quanta System SpA, Samarate, Italy, redom), emitujući u bliskoj infracrvenoj oblasti spektra i u skladu sa specifikacijama datim u tabeli 4.4.1. Izlazni laserski zrak je bio usmeren i fokusiran na površinu uzorka reflektivnim ogledalom i sistemom kvarcnih sočiva (Thorlabs, NJ, USA). Fokusno rastojanje za pikosekundni laser je bilo 157 mm, a za nanosekundni 300 mm. Postavka laserske obrade je prikazana na slici 4.4.1b. Sve modifikacije su urađene u triplikatu i odrađene u ambijentalnim uslovima standardne temperature, vlažnosti i pritiska vazduha.

Tabela 4.4.1 Osobine i parametri korišćenih laserskih sistema [134]

Lasер	Pikosekundni Nd:YAG	Nanosekundni Nd:YAG
Model	EKSPLA	Thunder Art-Quanta System
Talasna dužina (nm)	1064	1064
Trajanje impulsa	150 ps	≤ 8 ns
Gustina energije (J/cm ²)	11,0	4,24
Režim rada/profil zraka	TEM ₀₀	Gausovski
Brzina repeticije (Hz)	10	20

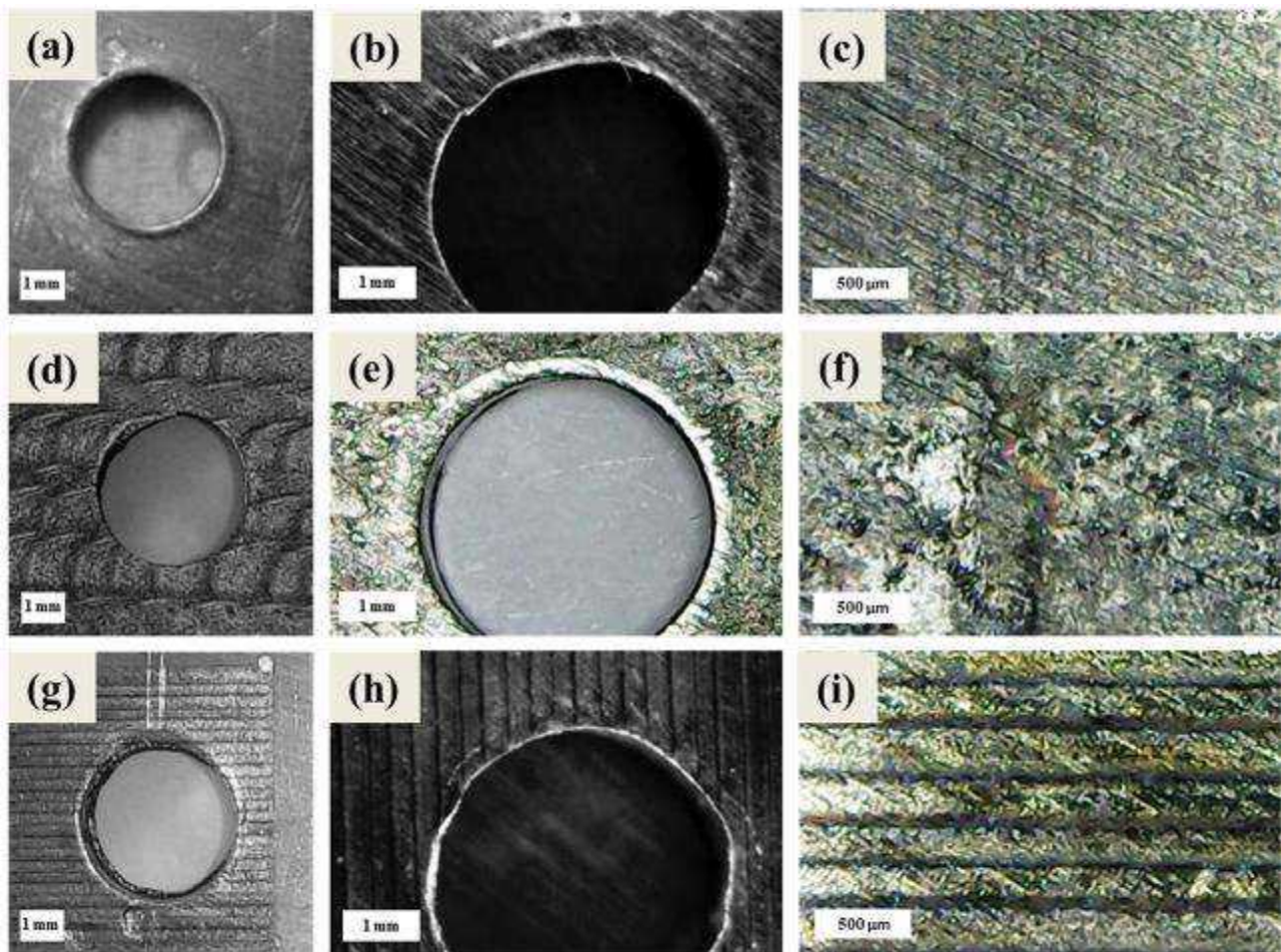


Slika 4.4.1 a) Skica procesa bušenja; b) Postavka laserskog sistema i obrade [134]

Da bi se postigla homogena i uniformna modifikacija ciljane površine i da bi se izbegla prekomerna ablacija i gubitak materijala, fokus laserskog zraka je bio iza površine uzorka. Fotografije pločica legure Nimonik 263 snimljene optičkim mikroskopom, korišćene u ovom eksperimentu, pre i nakon ozračivanja pikosekundnim i nanosekundnim laserskim zračenjem, su prikazane na slici 4.4.2. Ovaj deo doktorske disertacije se bavi ispitivanjem ojačanja pločica superlegure Nimonik 263 oko otvora koji predstavljaju najslabije delove pločica, s obzirom da će upravo ti otvori na pločici podleći najvećem naprezanju (npr. zbog longitudinalne i transverzalne sile na konekciji šrafova u nekoj konstrukciji) i uzimajući u obzir da su ti otvori na elementima mašina najveći koncentratori naprezanja.

Analiza modifikovanih površina primenom optičke mikroskopije

Oblasti oko otvora na pločici superlegure Nimonik 263 su tretirane laserskim zračenjem u cilju jačanja materijala oko izbušenih otvora, a u smislu ojačavanja mesta gde se očekuje velika koncentracija naprezanja. Površine superlegure Nimonik 263, pre i nakon ozračivanja pikosekundnim i nanosekundnim laserskim zračenjem, pri različitim uvećanjima, su date na slici 4.4.2. Izgled otvora bez laserskog delovanja je dat na slici 4.4.2a-c. Optičke slike pokazuju pojavu dve istaknute zone na površini oko otvora. Unutrašnja zona, koja je odmah oko otvora pločice, se prostire do $\sim 200 \mu\text{m}$ u širinu i rezultat je samog bušenja otvora. Spoljna zona okružuje unutrašnju zonu i odgovara netretiranoj površini uzorka. Oblast oko otvora tretirana nanosekundnim laserskim zračenjem je prikazana na 4.4.2d-f. Obrada materijala nanosekundnim laserom rezultuje u uniformnoj modifikaciji sa preklapanjem laserskih meta uzorka u cilju homogenizacije raspodele vrednosti energija laserskog zraka na površini. Prosečna vrednost modifikacije širine oblasti oko otvora je $\sim 1,5 \text{ mm}$. Oblast oko otvora tretirana pikosekundnim laserskim zračenjem je prikazana na slici 4.4.2g-i. Nakon pikosekundnog laserskog zračenja materijala izvan otvora, površinska morfologija ima uniforman izgled kroz celu ozračenu oblast sa vrednošću širine oko otvora od približno $1,5 \text{ mm}$. Detaljnija mikrostruktura površine pločica pre i nakon laserske obrade je prikazano na slici 4.4.2c,f,i. Površina osnovnog materijala se karakteriše „grebenima“ koji su rezultat procesa poliranja površine, kao što se vidi na slici 4.4.2. Nanosekundna laserska interakcija rezultirala je u ravnomernijim strukturama. Paralelne periodične strukture, sa prosečnom vrednošću periode od $260 \mu\text{m}$, dobijene laserskom interakcijom, su više izražene delovanjem pikosekundnim laserskim zračenjem (slika 4.4.2g-i).



Slika 4.4.2 Optičke fotografije mikrostrukture oko otvora i površinski detalji: a), d) i g) veća oblast oko otvora; b), e) i h) oblast blizu otvora i c), f) i i) detalj iz oblasti blizu otvora pre laserske obrade (a-c), nakon obrade nanosekundnim laserskim zračenjem (d-f) i nakon obrade pikosekundnim laserskim zračenjem (g-i) [134]

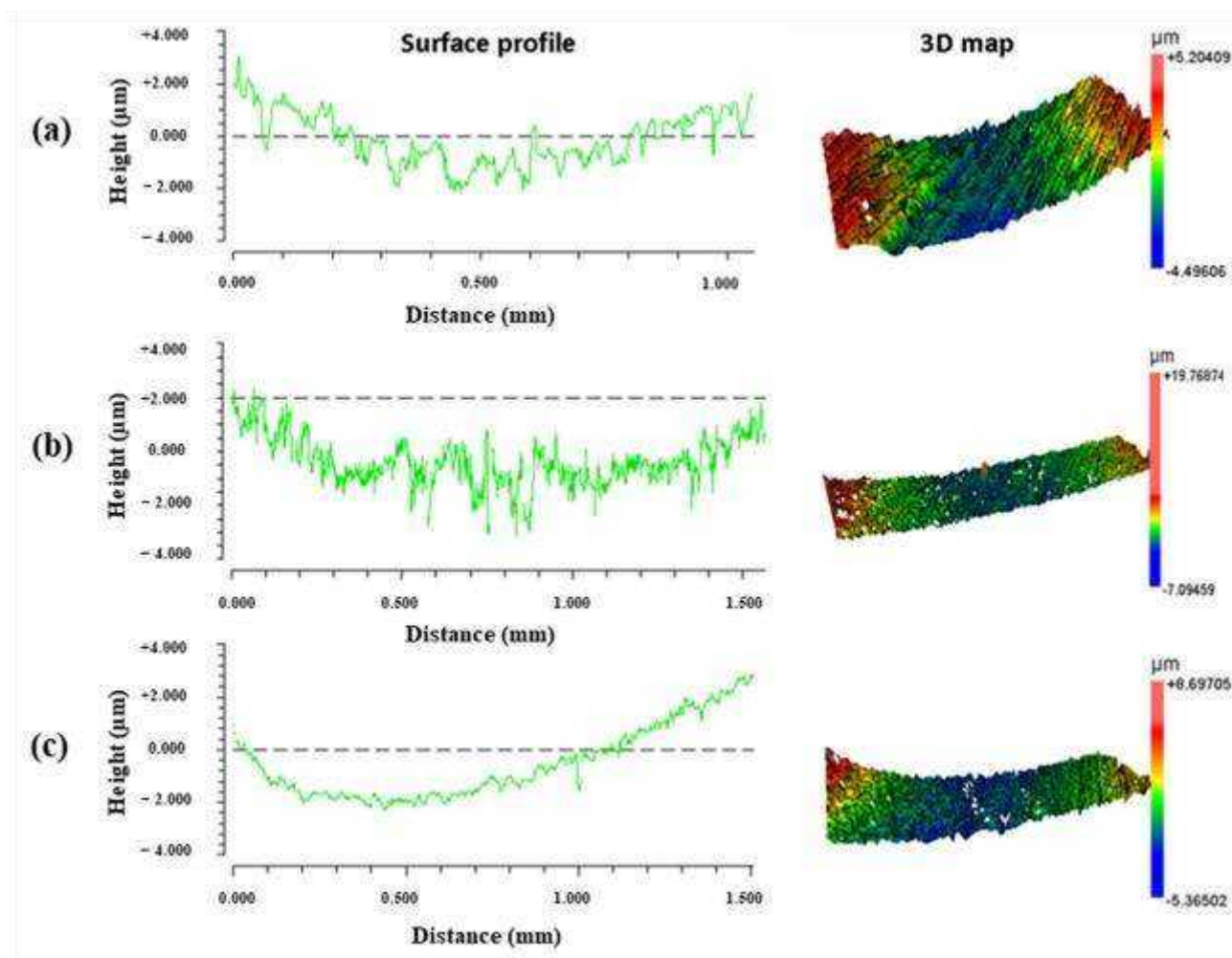
Profilometrijska analiza

Pored hemijskog sastava i fizičkih i mehaničkih osobina, topografija površine delova superlegure Nimonic 263, koji se koriste u strukturama nosivosti opterećenja, igra bitnu ulogu u analizi fenomena degradacije materijala usled cikličnog opterećenja (fatigue) na strukturiranje materijala. Vrednosti površinskih parametara osnovnog materijala i oblasti oko otvora, pre i nakon pikosekundne i nanosekundne laserske obrade, su dati u tabeli 4.4.2. Parametar R_a predstavlja prosečnu srednju površinsku hrapavost, a parametar rms predstavlja određenu grubost materijala (rms , eng. *root-mean-square*) [135]. Analizirajući vrednosti za osnovni materijal, prikazane u tabeli 4.4.2, može se primetiti da proces bušenja rezultuje u blago povećanim površinskim hrapavostima u oblastima oko otvora, a vrednosti parametara R_a i rms su povećani za faktor 1,3, kao što se i očekuje zbog destruktivnog efekta procesa bušenja. Analizirajući tretman nanosekundnim laserskim zračenjem, očigledno je da su vrednosti površinskih parametara blago sniženi, za faktor 0,8 i 0,9 za R_a i rms , redom. Nakon pikosekundnog tretmana, vrednosti parametara R_a i rms su više sniženi, za faktor 0,6, u poređenju sa osnovnim materijalom, verovatno zbog očvršćavanja „bazena“ otopljenog materijala koji je stvoren tokom interakcije laserskog zračenja sa površinom osnovnog materijala. Rezultati pokazuju da je osnovni materijal očuvan, s obzirom da nema formiranja kratera i gubitka materijala tokom laserske ablacije. Ovi rezultati su takođe potvrđeni dvodimenzionalnim i

trodimensionalnim profilima površine uzorka pre i nakon laserske obrade (slika 4.4.3) što takođe pokazuje jedino promene u površinskoj talasastosti i odsustvo kratera.

Tabela 4.4.2 Vrednosti parametara površinskih karakteristika osnovnog materijala i oblasti oko otvora tretirane nanosekundnim i pikosekundnim laserskim zračenjem [134]

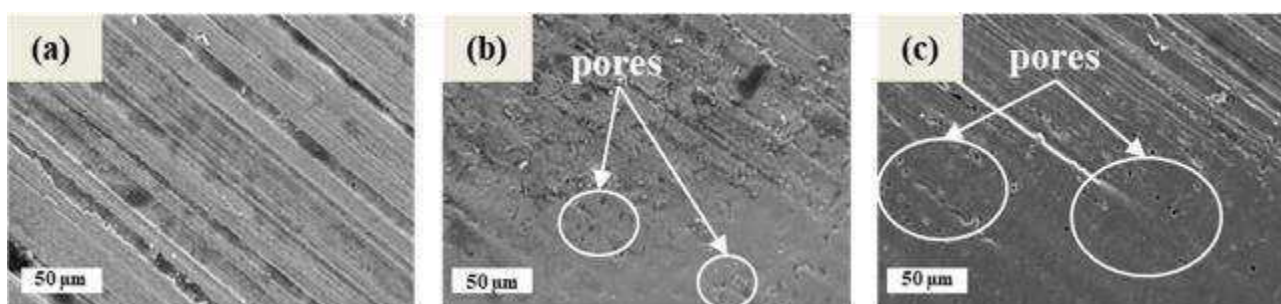
Površinski parametri	Pre bušenja	Zone oko otvora nakon bušenja	Nanosekundno lasersko zračenje	Pikosekundno lasersko zračenje
R_a (μm)	$0,41 \pm 0,01$	$0,56 \pm 0,02$	$0,46 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,01$
rms (μm)	$0,54 \pm 0,02$	$0,71 \pm 0,03$	$0,64 \pm 0,03$	$0,42 \pm 0,01$



Slika 4.4.3 2D i 3D profili oblasti: a) oko netretiranog otvora; b) ojačane nanosekundnim laserskim zračenjem; c) pikosekundnim laserskim zračenjem [134]

SEM analiza

SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonik 263 pre primenjene deformacije su prikazane na slici 4.4.4. Slika 4.4.4.a pokazuje netretiranu površinu superlegure, sa vidljivim tragovima površinskog poliranja. Nakon modifikacije nanosekundnim (slika 4.4.4b) i pikosekundnim (slika 4.4.4.c) laserskim zračenjem, granice tretiranih i netretiranih oblasti su jasno primetne. Na ivicama tretiranih zona, pore su vidljive, a nastale su nakon dejstva laserskog zračenja. S obzirom da je raspodela laserskog zračenja gausovska, vrednost energije lasera je niža na periferiji modifikovane mete što rezultuje u: neuniformnom topljenju na periferiji tretirane oblasti, formaciji pora i paralelnim i radijalnim površinskim strukturama. Iako su ove nastale pore obično koncentratori napreznja, u ovom slučaju nisu bile inicijatori pucanja superlegure. Analizom SEM mikrofotografija, zaključuje se da su ovi tretmani bili termomehantički jer postoji vidljivo topljenje materijala bez ikakvih naznaka o gubitku materijala.



Slika 4.4.4 SEM mikrofotografije uzorka površine superlegure Nimonik 263: a) pre laserskog tretmana, i granica modifikovane oblasti površine i netretirane oblasti površine nakon dejstva b) nanosekundnog i c) pikosekundnog laserskog zračenja [134]

XRF analiza

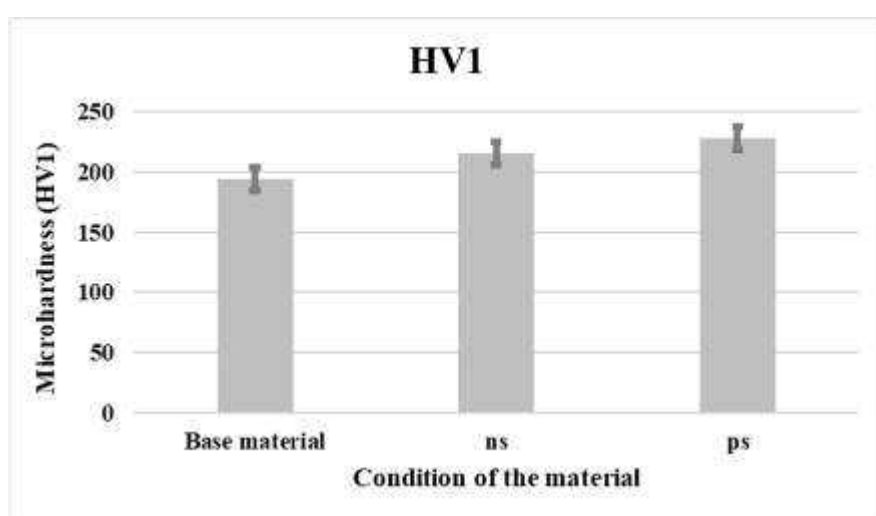
Rezultati kvalitativne i semikvantitativne XRF analize superlegure Nimonik 263 pre i nakon laserske modifikacije su prikazane u tabeli 4.4.3. Poredeći rezultate, može se zaključiti da lasersko zračenje ne pokazuje značajan uticaj na hemijski sastav superlegure Nimonik 263. Vrednosti koncentracija elemenata prisutnih u uzorku se dobro poklapaju za netretiran i laserski tretiran uzorak, unutar granica instrumentalne greške merenja (2σ). Ovi rezultati su u dobrom slaganju sa krajnjim ciljem, a to je nedestruktivna modifikacija površine od interesa i očuvanje hemijskog sastava površine superlegure Nimonik 263.

Tabela 4.4.3 Rezultati XRF kvalitativne i kvantitativne analize uzorka superlegure Nimonik 263 pre i nakon laserske obrade [134]

Elementni sastav	Netretiran uzorak	Nanosekundno lasersko zračenje	Pikosekundno lasersko zračenje
Elementi	Koncentracija $\pm 2\sigma$ (%)	Koncentracija $\pm 2\sigma$ (%)	Koncentracija $\pm 2\sigma$ (%)
Mo	5,92 \pm 0,03	5,97 \pm 0,03	5,91 \pm 0,04
Si	0,30 \pm 0,02	0,31 \pm 0,05	0,36 \pm 0,04
Ni	52,4 \pm 0,1	52,4 \pm 0,2	52,2 \pm 0,2
Co	20,1 \pm 0,1	20,2 \pm 0,1	20,1 \pm 0,1
Fe	0,69 \pm 0,02	0,69 \pm 0,03	0,63 \pm 0,03
Mn	0,35 \pm 0,04	0,35 \pm 0,04	0,47 \pm 0,05
Cr	18,8 \pm 0,1	18,4 \pm 0,1	18,6 \pm 0,1
Ti	1,76 \pm 0,05	1,62 \pm 0,05	1,69 \pm 0,05

Testiranje mehaničkih osobina

Vrednosti mikrotvrdoće merene Vikers testom su prikazane dijagramom na slici 4.4.5. Dobijene vrednosti predstavljaju srednju vrednost mikrotvrdoće merene oko otvora na pločici. Rezultati pokazuju da primenjena laserska modifikacija povećava vrednost mikrotvrdoće osnovnog materijala superlegure Nimonik 263 za ~ 10 i 14,5 %, nakon dejstva nanosekundnog i pikosekundnog laserskog zračenja, redom, i na taj način se ostvarilo predloženo poboljšanje osnovnog materijala superlegure. Ovaj eksperiment ozračivanja superlegure je rađen u vazduhu.



Slika 4.4.5 Dijagram vrednosti mikrotvrdoće superlegure Nimonik 263 u zavisnosti od stanja materijala pre i nakon tretmana nanosekundnim i pikosekundnim laserskim zračenjem [134]

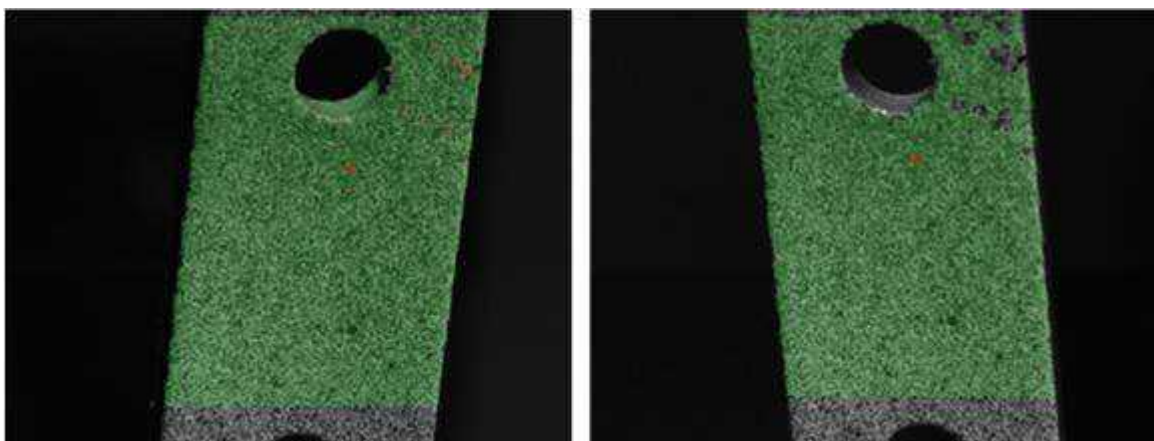
Test mikrotvrdoće je urađen i u kontrolisanim atmosferama azota i argona tokom nanosekundnog laserskog zračenja radi sagledavanja potencijalnog poboljšanja tvrdoće materijala superlegure. Kroz pregled literature, nađeno je da pod uticajem određenih gasova, među kojima su i argon i azot, mikrostrukturne i druge mehaničke osobine određenih legura mogu dovesti do poboljšanja osnovnog materijala legure [136, 137]. Dobijene vrednosti za mikrotvrdoću, Vickers testom, nakon nanosekundnog laserskog zračenja oblasti oko otvora (rupa) na pločici superlegure Nimonik 263 su 279 HV, u atmosferi azota, i 264 HV, u atmosferi argona. Zaključuje se da je vrednost mikrotvrdoće legure nakon nanosekundnog laserskog zračenja, a u odnosu na nanosekundno zračenje u vazduhu, porasla za ~ 26 %, u atmosferi azota i za ~ 20 %, u atmosferi argona što nam ukazuje da je ostvareno još veće poboljšanje osnovnog materijala superlegure.

Različiti procesi koji se dešavaju tokom laserske interakcije sa površinom metala i legura imaju uticaj na termalne, mehaničke, električne i optičke karakteristike tretiranog materijala, kao i na strukturu površine i podpovršine materijala. Lasersko ozračivanje površine je zasnovano na generisanju udarnih talasa visokog pritiska na ciljnoj površini, ako se koristi laserski zrak visokog intenziteta [138]. Vrednost generisanog kompresivnog residualnog naprezanja je maksimalna na površini i smanjuje se ka dubini materijala [108]. Udarni talasi mogu da uzrokuju sledeća dva istaknuta efekta: izmene mikrostrukture na površini i ispod ozračene površine i generisanje i dislokacije visoke gustine [139]. Kombinacija ovih efekata doprinosi poboljšanju mehaničkih osobina ozračene površine materijala.

Kako je već rečeno u poglavlju 3.3.2, deformacije superlegure Nimonik 263 su merene koristeći metodu digitalne korelacije slike, DIC metoda, a GOM optički sistem i ARAMIS softver su korišćeni za 3D eksperimentalnu optičku analizu uzorka [125, 126]. Nakon uspešno izvedene kalibracije sistema i uzorka, kao što je prikazano na slici 4.4.6, procedura eksperimentalnih merenja je urađena tj. projekat merenja je kreiran u softveru i tokom različitih faza učitavanja objekta, slike su snimljene. Tokom testa, sile opterećenja i dislokacije su takođe snimljeni.

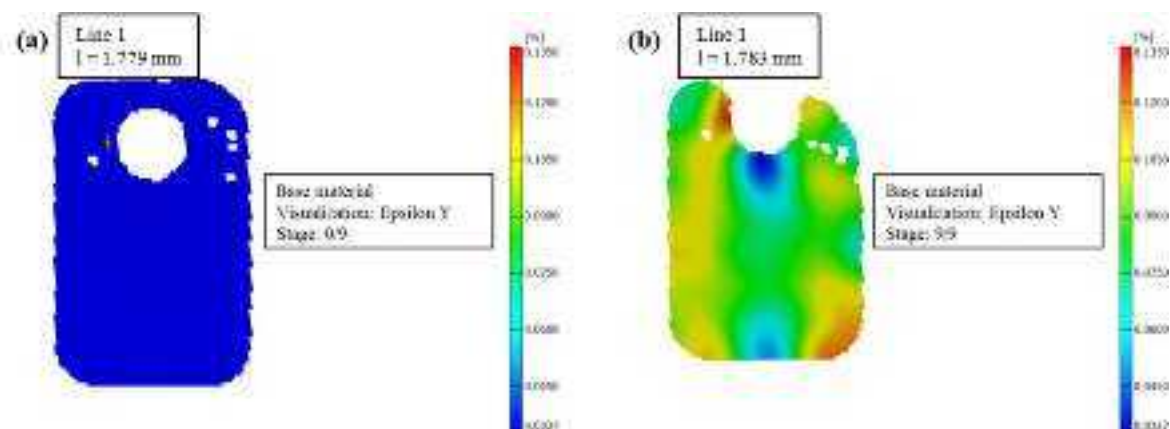
Snimljene su slike za početnu fazu tj. nedeformisano stanje, i za finalnu fazu tj. deformisano stanje usled datog opterećenja netretiranog uzorka superlegure Nimonik 263 (slika 4.4.7), uzorka tretiranog nanosekundnim laserskim zračenjem (slika 4.4.9) i uzorka tretiranog pikosekundnim laserskim zračenjem (slika 4.4.8). Svi uzorci tj. pločice su opterećene aksijalnom silom vrednosti intenziteta 5 kN.

Tokom merenja, primenjena je metoda linearne deformacije, kada se deformacija određuje između centralne tačke merenja, uspostavljanjem odnosa do okolnih tačaka merenja. U skladu sa teorijom aksijalne opterećenosti pločice, polje deformacije je u skladu sa očekivanjima tj. koncentracije naprezanja se javljaju usled postojanja otvora i smanjenja preseka [125]. Rezultati ovog istraživanja pokazuju zategnuto polje sa longitudinalnim opterećenjem koje deluje na uzorak i dati su u obliku slika polja uzorka u neopterećenom i finalnom opterećenom stanju. Sve slike sadrže jednu liniju u zoni koncentracije naprezanja, što zapravo simulira merač naprezanja. Poredeći dužinu linije u nedeformisanom i deformisanom stanju, vrednost deformacije tj. parametar ε (laserski ozračeno stanje uzorka se obeležava u indeksu parametra ε na sledeći način: BM, eng. Base Material, predstavlja osnovni materijal; PLM, eng. Picosecond Laser-reinforced Material, predstavlja materijal modifikovan pikosekundnim laserskim zračenjem; NLM, eng. Nanosecond Laser-reinforced Material, predstavlja materijal modifikovan nanosekundnim laserskim zračenjem) je dobijen, a računanjem, zasnovano na Hukovom zakonu, je dobijena vrednost naprezanja, parametar σ (obeležavanje u indeksu je isto kao kod parametra ε). Linija je smeštena paralelno sa osovinom uzorka, s obzirom da je pločica opterećena u longitudinalnom pravcu. Isto tako, prikazana polja deformacije se odnose na longitudinalni pravac pa se zato prikazuje ε , a ne ekvivalentna von Misesova deformacija [134].



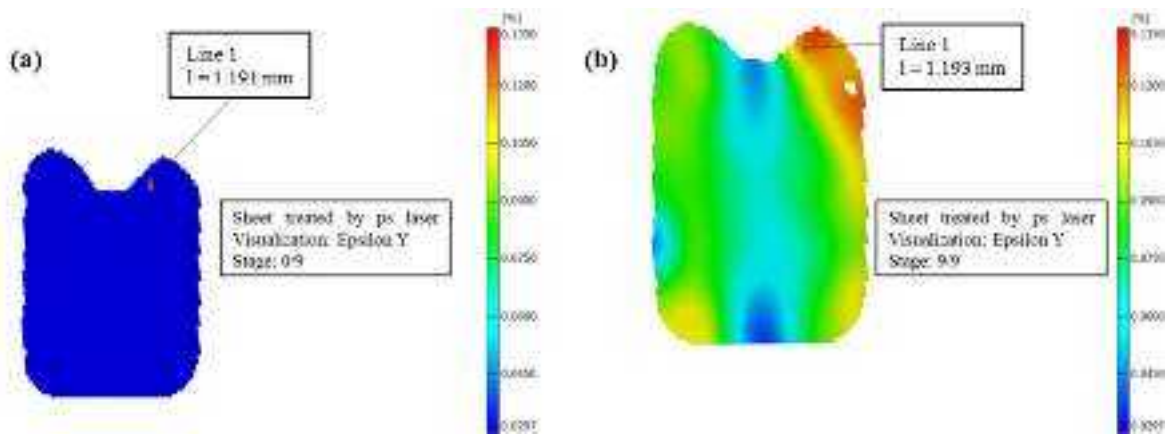
Slika 4.4.6 Snimljena polja uzorka superlegure Nimonic 263, leva i desna kamera [134]

Izgled polja deformacije je u skladu sa očekivanjima, zona koncentracije naprezanja (i zona deformacije) se nalazi lateralno od otvora, gde su preseči oslabljeni. Iz DIC merenja, za osnovni materijal pločice superlegure Nimonic 263, može se pretpostaviti da se javlja plastična deformacija zone usled maksimalnog opterećenja i može se videti iz dijagrama da zona najvećih opterećenja nije lateralna u odnosu na otvor nego pod uglom (slika 4.4.7). Izračunata prosečna maksimalna vrednost za deformaciju, ϵ_{BM} , dobijena koristeći referentnu tačku u opterećenom i neopterećenom stanju, je $0,00225 \pm 0,00001$. Izračunata prosečna maksimalna vrednost naprezanja, σ_{BM} , dobijena iz Hukovog zakona, iznosi $(503,6 \pm 0,1)$ MPa. Iz literature je nađeno da, za superleguru Nimonic 263, vrednost Jungovog modula elastičnosti iznosi $22,4 \cdot 10^4$ MPa, vrednost prinosa naprezanja iznosi 585,0 MPa, a vrednost snage zatezanja iznosi 1004 MPa [140]. Imajući u vidu izračunatu vrednost naprezanja u zoni koncentracije naprezanja (503,6 MPa), može se videti da vrednost prinosa naprezanja nije dostignut.



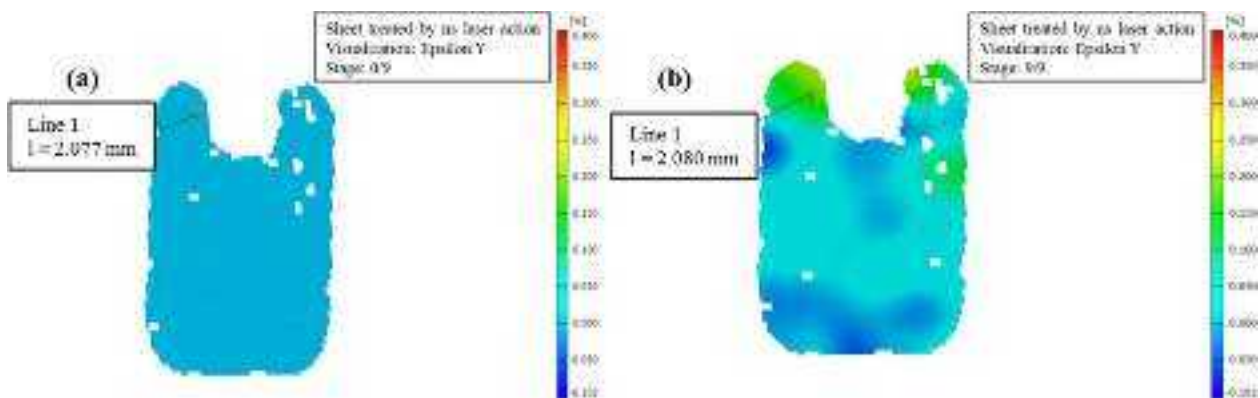
Slika 4.4.7 Slike pločica superlegure Nimonic 263 i DIC merenje osnovnog materijala: a) neopterećeno stanje; b) opterećeno stanje aksijalnom silom vrednosti intenziteta 5 kN [134]

Iz DIC merenja kod pikosekundnog laserskog delovanja pločice superlegure Nimonic 263, može se primetiti da zona koncentracije naprezanja nije lateralna u odnosu na otvor, što se i moglo očekivati uzimajući u obzir da je zona, koja je lateralna u odnosu na otvor, ojačana laserom (slika 4.4.8). Izračunata vrednost za ϵ_{PLM} iznosi $0,00168 \pm 0,00001$, a izračunata vrednost za σ_{PLM} iznosi $(376,2 \pm 0,1)$ MPa.



Slika 4.4.8 Slike pločica superlegure Nimonik 263 i DIC merenje nakon delovanja pikosekundnog laserskog zračenja: a) neopterećeno stanje; b) opterećeno stanje aksijalnom silom vrednosti intenziteta 5 kN [134]

Iz prikazanih dijagrama i DIC merenja za tretman nanosekundnim laserskim zračenjem superlegure Nimonik 263, može se videti da zona koncentracije naprezanja nije lateralna u odnosu na otvor (slika 4.4.9). Izračunata vrednost za ϵ_{NLM} iznosi $0,00144 \pm 0,00001$, a za σ_{NLM} iznosi $(323,1 \pm 0,1)$ MPa.



Slika 4.4.9 Slike pločica superlegure Nimonik 263 i DIC merenje nakon delovanja nanosekundnog laserskog zračenja: a) neopterećeno stanje; b) opterećeno stanje aksijalnom silom vrednosti intenziteta 5 kN [134]

Evidentno je da laserska modifikacija površine koja okružuje otvor uzrokuje poboljšanje u otporu na deformaciju, s obzirom da je vrednost deformacije osnovnog materijala smanjena za ~ 27 i ~ 40 %, za pikosekundno i nanosekundno lasersko zračenje, redom. Vrednost naprezanja je takođe smanjena za ~ 25 i ~ 36 %, za pikosekundno i nanosekundno lasersko zračenje, redom. Ovi rezultati su pokazali da nanosekundno lasersko delovanje daje najniže vrednosti za deformaciju i naprezanje, što ukazuje na to da se najbolje mehaničke karakteristike postižu upravo nanosekundnim jačanjem materijala.

Unutrašnja površina netretiranog materijala je predstavljena na slici 4.4.10a i 4.4.11c,d. Može se primetiti da se nastala oštećenja dobijaju i od bušenja i od testa zatezanja. Iako unutrašnje površine otvora, tretirane pikosekundnim (slike 4.4.10b i 4.4.12c,d) i nanosekundnim (slike 4.4.10c i 4.4.12g,h) laserskim zračenjem, nisu bile direktno izložene laserskom zračenju, ove površine su očigledno pogođene i malo oštećene nakon testa zatezanja u odnosu na površinu netretiranog materijala. Pukotine dobijene nakon testa zatezanja na materijalu tretiranom pikosekundnim laserskim zračenjem su vidljive golim okom (slika 4.4.10b) dok mikropukotine dobijene nakon testa

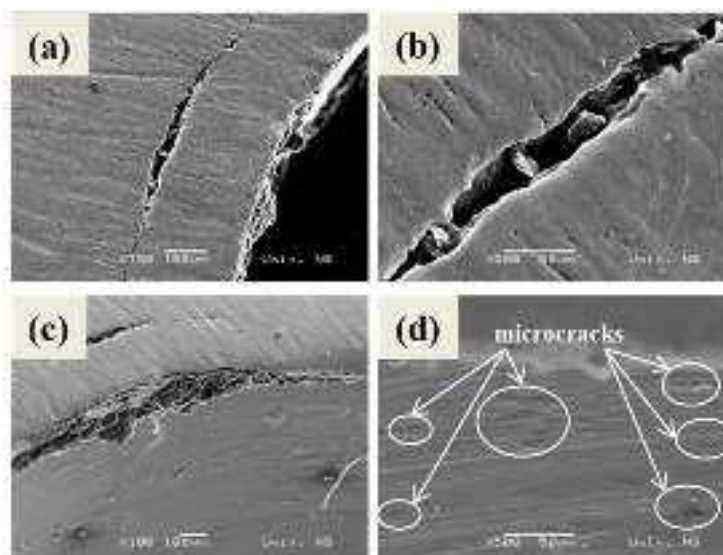
zatezanja materijala tretiranog nanosekundnim laserskim zračenjem nisu vidljive (slika 4.4.10c). Mikropukotine su vidljive SEM-om (slike 4.4.11 i 4.4.12) i može se primetiti da se ovi nepovoljni fenomeni mnogo više javljaju u preseku, u poređenju sa spoljnom površinom, zato što je unutrašnji deo otvora takođe bio izložen laserskom zračenju, ali ugao upadnog laserskog zraka je bio ispod 90 stepeni.



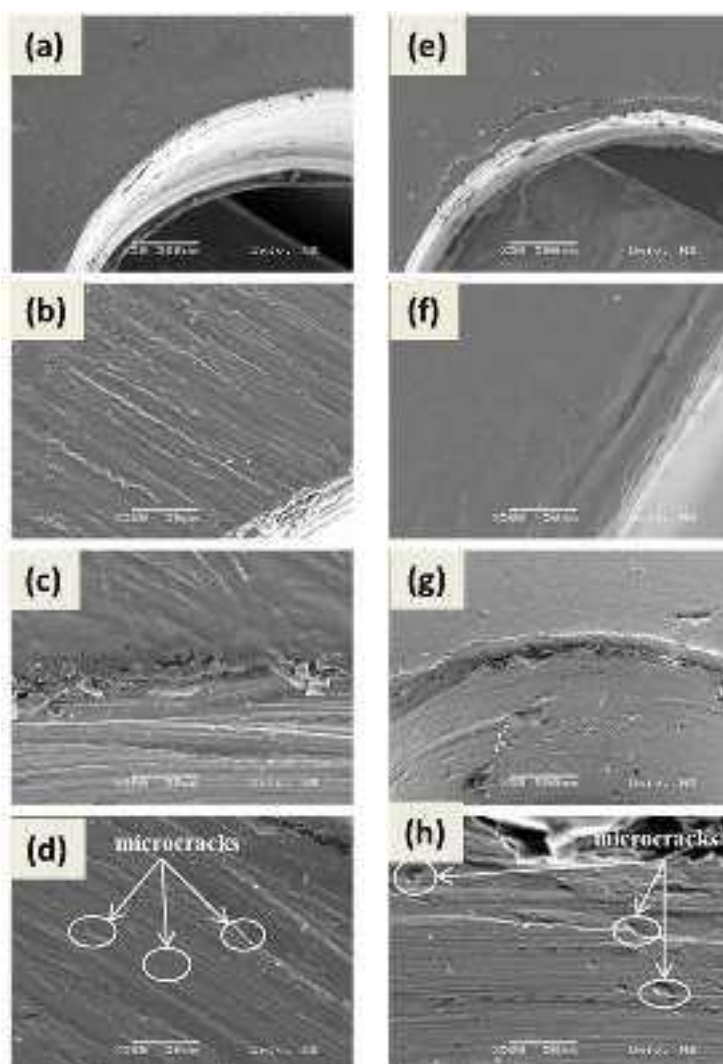
Slika 4.4.10 Slike unutrašnjih površina otvora superlegure Nimonik 263: a) netretiranog uzorka; b) uzorka tretiranog pikosekundnim laserskim zračenjem; c) uzorka tretiranog nanosekundnim laserskim zračenjem [134]

Dopunska SEM analiza

SEM mikrofotografije (slike 4.4.11 i 4.4.12) potvrđuju rezultate dobijene testom zatezanja. SEM mikrofotografije na slici 4.4.11a,b su snimljene na spoljnoj površini netretiranog uzorka nakon testa zatezanja, na obodu otvora i pri različitim uvećanjima. Slika 5.4.11a,b predstavlja mikropukotinu nastala nakon testa zatezanja. Iako test zatezanja uzrokuje stvaranje mikropukotine, postoji velika verovatnoća da neželjene faze, vidljive u mikropukotini, pomažu njihovoj formaciji i propagaciji. SEM mikrofotografije na 4.4.12a,b su snimljene na spoljnoj površini uzorka i tretirane nanosekundnim laserskim zračenjem, na obodu otvora i pri različitim uvećanjima dok slika 4.4.12c,d predstavlja unutrašnji zid otvora pri različitim uvećanjima. SEM mikrofotografije na slici 4.4.12e,f su snimljene na spoljnoj površini uzorka, tretirane pikosekundnim laserskim zračenjem, na ivici otvora, pri različitim uvećanjima dok SEM mikrofotografije na slici 4.4.12g,h su snimljene na unutrašnjem zidu otvora pri različitim uvećanjima. Pukotine na površini oko otvora netretiranog materijala su značajno duže (dužine do 800 μm), slika 4.4.11a,b, u poređenju sa pukotinama koje propagiraju na površini uzorka tretiranog pikosekundnim laserskim zračenjem (dužine do 200 μm), slika 4.4.12e,f, dok nakon tretmana nanosekundnim laserskim zračenjem, mikropukotine nisu duže od 8 μm (slika 4.4.12a,b). Takođe, širine pukotina su do 20 μm nakon testa zatezanja netretiranog materijala, 20 puta šire u odnosu na pukotine nakon testa napetosti materijala tretiranog pikosekundnim ili nanosekundnim laserskim zračenjem. Broj mikropukotina dobijen kod deformisanog netretiranog materijala je znatno veći nego u materijalu tretiran laserom pre deformacije. Unutrašnja oblast netretiranog otvora je vidno grublja i neuniformnija nego unutrašnja oblast otvora tretirana nanosekundnim i pikosekundnim laserskim zračenjem. Obodi tretiranih otvora su glatki i bez neželjenog viška materijala rezultujući u pouzdanijoj konstrukciji. Nakon testova deformacije i zatezanja i iz SEM analize, posmatrane mikropukotine se češće javljaju u presecima otvora superlegure Nimonik 263.



Slika 4.4.11 SEM mikrofotografije uzorka superlegure Nimonik 263 nakon testa zatezanja netretiranog materijala [134]



Slika 4.4.12 SEM mikrofotografije superlegure Nimonik 263 nakon testa zatezanja: a) – d) površina materijala tretirana nanosekundnim laserskim zračenjem; e) – h) površina materijala tretirana pikosekundnim laserskim zračenjem [134]

4.5. Površinski efekti interakcije nanosekundnog laserskog zračenja sa površinom legure Ti6Al4V

4.5.1. Nanosekundno lasersko zračenje talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa od 100 ns

Uzorak pločice legure Ti6Al4V, dimenzija 60 x 60 x 2 mm, je ozračen nanosekundnim TEA CO₂ laserom u vazduhu i vazduhu obogaćenim argonom i azotom, strujanjem gasova iznad mete uzorka. Rastojanje sočiva od mete uzorka se održavalo konstantnim sa daljinom od 135 mm. Uslovi i parametri laserskog zračenja su dati u tabeli 4.5.1.

Tabela 4.5.1 Uslovi i parametri nanosekundnog laserskog ozračivanja, TEA CO₂ laserom, legure Ti6Al4V

Laser	Nanosekundni TEA CO₂
Legura	Ti6Al4V
Talasna dužina (μm)	10,6
Dužina trajanja impulsa (ns)	~ 100
Broj akumuliranih impulsa	50, 100, 400, 800, 2000
Energije impulsa (mJ)	155 \pm 5; 175 \pm 5
Uslovi ozračivanja	Standardni atmosferski uslovi; Kontrolisana atmosfera azota, P = 1000 mbar; Kontrolisana atmosfera argona, P = 1000 mbar
Gustine energija (fluensi) (J/cm^2)	vazduh: 3,9; 5,3; argon: 4,7; 6,0; azot: 5,5; 6,2

Prag oštećenja legure Ti6Al4V

Pragovi oštećenja, F_{th} , koji predstavljaju minimalnu gustinu energije lasera koja izaziva vidljive promene na površini su urađeni za leguru Ti6Al4V ozračenu nanosekundnim laserskim zračenjem. S obzirom na nanosekundni režim laserskog zračenja multimodne strukture snopa, određivanje vrednosti gustine energije praga su urađene direktnim posmatranjem površine nakon svakog akumuliranog impulsa uz povećanje vrednosti energije impulsa dok se ne dobije prvo vidljivo oštećenje površine legure.

Za interakciju nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa 100 ns sa površinom legure Ti6Al4V, može se primetiti da s obzirom na to da pri vrednostima

energija impulsa ispod 155 mJ, delovanje jednog impulsa laserskog zraka nije ostavio vidljiv trag na površini legure, u svim uslovima ozračivanja, ova vrednost energije je uzeta za direktno određivanje prečnika traga koji je ostavio jedan impuls na površini. Iz količnika energije laserskog impulsa i površine traga laserskog zračenja, za nanosekundni TEA CO₂ laser talasne dužine 10,6 μm, dobijene su vrednosti gustine energije praga, F_{th} , od 3,9 J/cm² u vazduhu, 5,5 J/cm² u atmosferi azota i 4,7 J/cm² u atmosferi argona.

Zona toplotnog dejstva (HAZ)

Efekat koji nanosekundno zračenje lasera izaziva na površini legure Ti6Al4V je određen količinom upadnog laserskog zračenja apsorbovanog od strane materijala i parametrima površine. Dalje prenošenje energije se opisuje parametrom HAZ koji predstavlja zonu toplotnog dejstva. HAZ zavisi od dužine trajanja impulsa lasera (tabela 4.1.1) i termalne difuzivnosti materijala (tabele 2.2 i 2.4). Pri datim eksperimentalnim uslovima, za nanosekundni TEA CO₂ laser talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa 100 ns, vrednost za zonu toplotnog dejstva iznosi ~ 469 nm.

Površinska temperatura

Različite morfološke strukture koje se formiraju na površini uzorka, u interakciji sa laserskim zračenjem, zavise od postignute temperature na površini materijala. Za nanosekundno lasersko zračenje, procena vrednosti površinske temperature je urađena pomoću jednodimenzione jednačine toplotne provodljivosti (13). Za interakciju nanosekundnog laserskog ozračivanja, TEA CO₂ laserom, talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa 100 ns, sa površinom legure Ti6Al4V, procenjene su sledeće vrednosti za temperature koje se postižu na površini legure: 10255 K u vazduhu, 16106 K u atmosferi azota i 15711 K u atmosferi argona. Ove temperature, u poređenju sa temperaturom topljenja legure Ti6Al4V (1877-1941 K, tabela 2.2) su i više nego dovoljne za topljenje njene površine i aktivaciju gasa iznad površine, uzorkujući reakciju između uzorka legure i okolnog gasa.

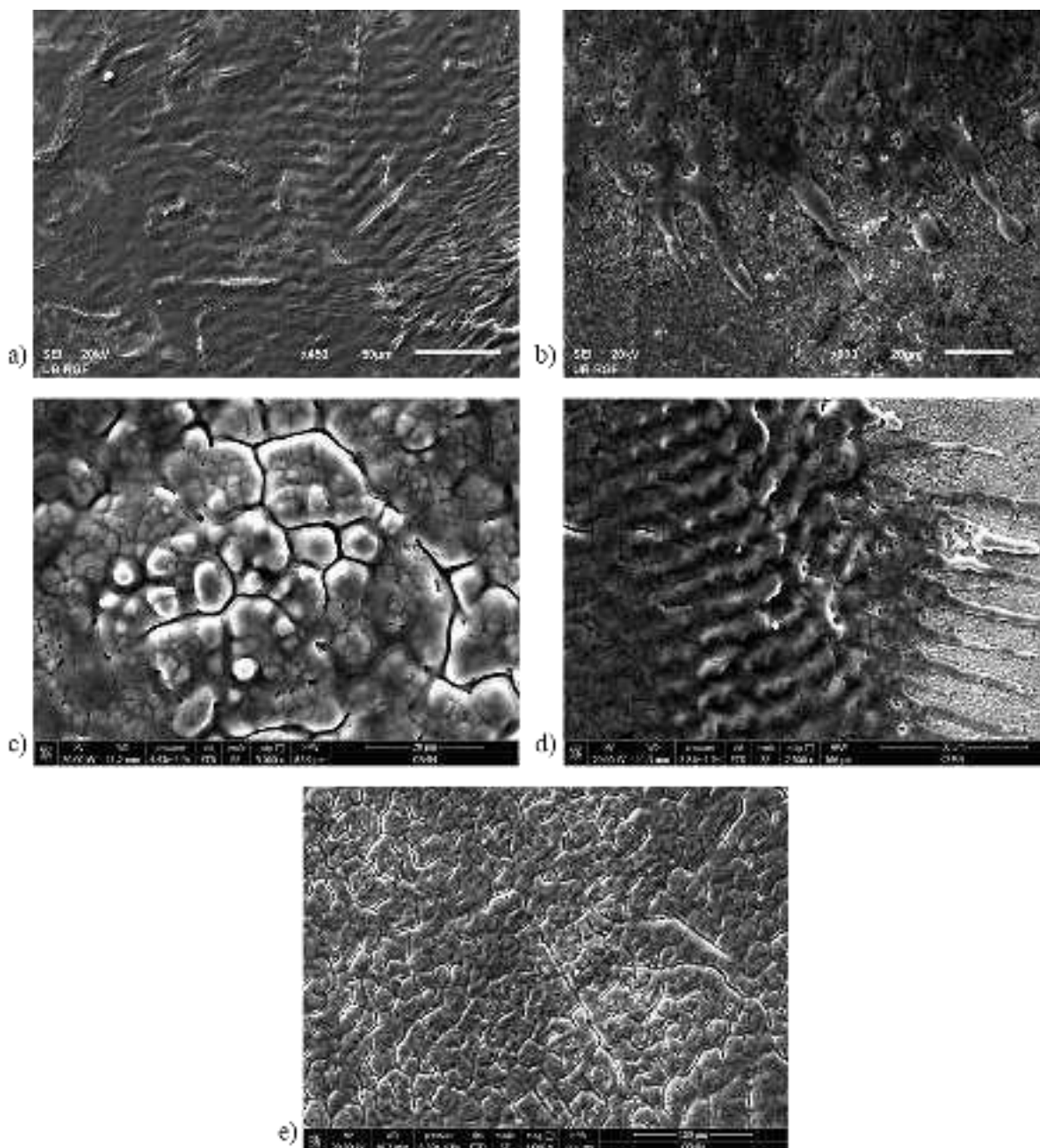
Ablacija. Površinski efekti

SEM analiza

Analiza morfoloških promena na površini legure Ti6Al4V nakon dejstva nanosekundnog laserskog zračenja, sa različitim brojem akumuliranih impulsa i sa dve različite vrednosti energija impulsa, je izvršena SEM mikroskopom. Izvršen je multiimpulsni režim ozračivanja uzorka legure, i to od 50 do 2000 primenjenih impulsa. Iako su vrednosti gustina energija bliske, analizirajući SEM mikrofotografije, može se odmah uočiti da pri nižoj vrednosti energije, 155 mJ, nema značajnih informacija o topografiji uzorka (što se tiče SEM analize) tako da su analizirane i na slici 4.5.1 prikazane SEM mikrofotografije legure Ti6Al4V nakon laserskog zračenja sa vrednošću energije impulsa od 175 mJ.

Ozračivanje legure Ti6Al4V nanosekundnim laserskim zračenjem pri broju akumuliranih impulsa od 50 do 2000, kao što je i očekivano, dovodi do značajnih i izraženih morfoloških promena na površini uzorka legure. Zanimljivo je istaći da nakon 100 akumuliranih impulsa u atmosferi argona ($F = 6,0 \text{ J/cm}^2$) i nakon 2000 akumuliranih impulsa u atmosferi azota ($F = 6,2 \text{ J/cm}^2$), u centru i na ivici centra modifikovane mete dolazi do formiranja periodičnih struktura kao što je prikazano na

slici 4.5.1a,d. Vrednosti perioda periodičnih struktura sa slike 4.5.1a su $\sim 8,6 \mu\text{m}$ ($F = 6,0 \text{ J/cm}^2$), a sa slike 4.5.1d su $\sim 9,7 \mu\text{m}$ ($F = 6,2 \text{ J/cm}^2$). Sa povećanjem broja primenjenih impulsa, dolazi do topljenja materijala površine legure kao i do njegovog hlađenja i očvršćavanja u vidu „šiljaka“ blizu periferije mete (slika 4.5.1b,c) što je posledica propagiranja istopljenog materijala od centra ka periferiji oštećene oblasti, kao i pojava eksplozivnog izbacivanja istopljenog materijala ili očvršćavanja fronta istopljenog materijala iz centra ka periferiji. Javljaju se i mikropukotine na površini materijala (slika 4.5.1d,e), verovatno usled ozračivanja sa velikim brojem akumuliranih impulsa ($N_P = 2000$), u atmosferi azota ($F = 6,2 \text{ J/cm}^2$) i u vazduhu ($F = 5,3 \text{ J/cm}^2$). Bitno je napomenuti da, analizirajući SEM mikrofotografije, formiranje kratera nije primećeno kod ovog nanosekundnog laserskog zračenja legure Ti6Al4V.

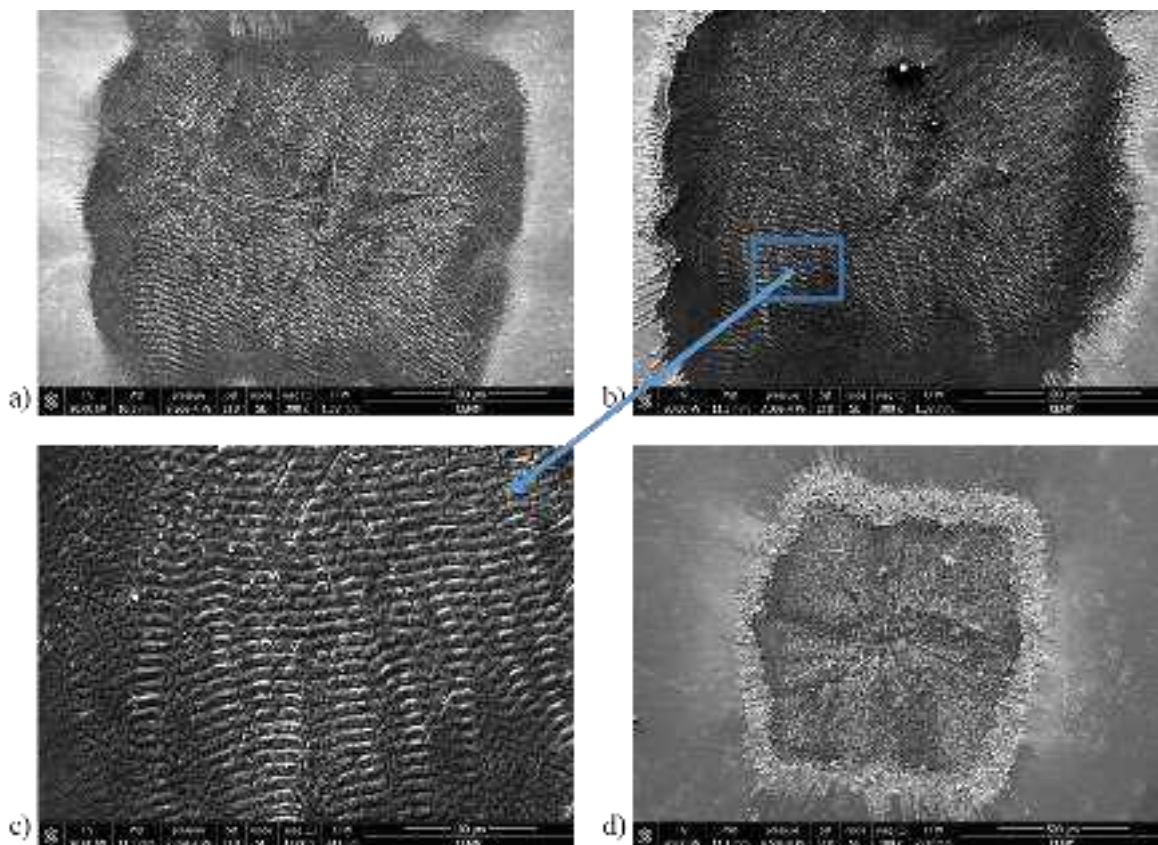


Slika 4.5.1 SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V snimljene nakon multiimpulsnog režima rada nanosekundnog lasera talasne dužine $10,6 \mu\text{m}$ i dužine trajanja impulsa od 100 ns : a) $F = 6,0 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 100$, atmosfera argona; b) $F = 6,0 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 400$, atmosfera argona; c) $F = 6,0 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 2000$, atmosfera argona; d) $F = 6,2 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 2000$, atmosfera azota e) $F = 5,3 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 2000$, vazduh

LIPSS strukture

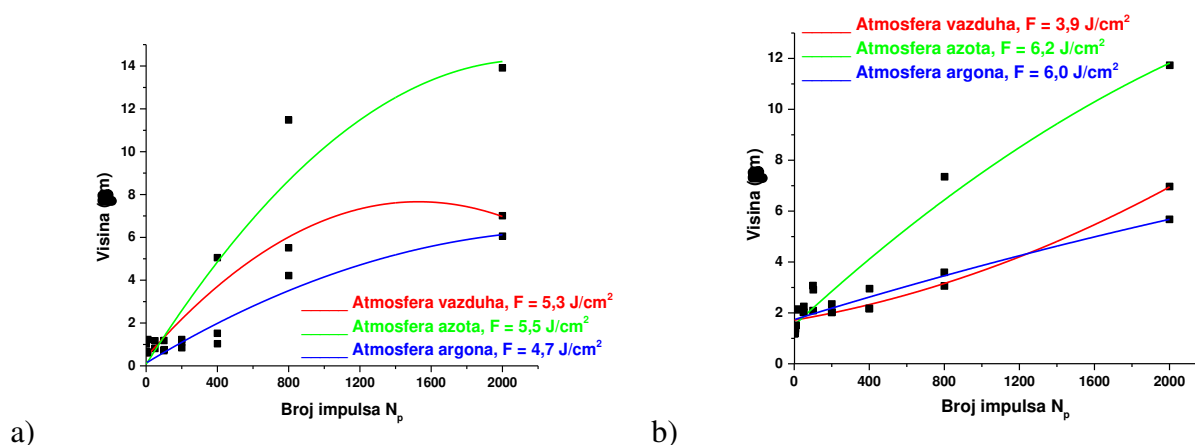
LIPSS strukture su kod ozračivanja legure Ti6Al4V nanosekundnim laserskim zračenjem jasno uočljive tek od 400 akumuliranih impulsa, i to u atmosferi argona i azota pri vrednostima gustina energija od 6,0 i 6,2 J/cm², redom, dok je u vazduhu pri vrednosti gustine energije od 5,3 J/cm² primećeno samo pucanje površine legure u vidu mnogobrojnih mikropukotina (slika 4.5.1e). Zanimljivo je primetiti da su se LIPSS strukture, pri broju akumuliranih impulsa od 800 i 2000, formirale skoro preko celog polja modifikovane mete u atmosferi argona (slika 4.5.2a-c), dok u atmosferi azota, LIPSS strukture su uočene uglavnom na periferiji modifikovane mete, ali zbog preteranog pucanja površine legure, slabog su intenziteta i vrednosti perioda nisu bile moguće za odrediti (slika 4.5.2d). Periode LIPSS struktura u atmosferi argona su bliske talasnoj dužini ozračivanja legure (1064 nm) i iznose ~ 928 i ~ 1111 nm za 800 i 2000 akumuliranih impulsa, redom. Jasno se zaključuje da su se formirale LF-LIPSS strukture.

U vazduhu nisu uočene LIPSS strukture već je izraženo pucanje površine legure koja prati pojavu mikropukotina, kao i delimično formiranje zrnastih struktura koje verovatno prate granice faza u materijalu (Ti6Al4V je $\alpha + \beta$ legura). Za LIPSS strukture u nanosekundnom laserskom režimu nema mnogo istraživanja jer je uglavnom teško dobiti ovakve strukture sa dugim nanosekundnim impulsima. Međutim, u ovim eksperimentalnim uslovima, formiranje LIPSS struktura se može pripisati azotu i argonu, koji kao inertne sredine, doprinose formiranju jasno izraženih LIPSS struktura. Ovo je potvrđeno SEM analizom.



Slika 4.5.2 SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V i LIPSS struktura snimljene nakon multiimpulsnog režima rada nanosekundnog lasera talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa 100 ns: a) $F = 6,0 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 800$, atmosfera argona; b) $F = 6,0 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 2000$, atmosfera argona; c) $F = 6,0 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 2000$, atmosfera argona, uvećano; d) $F = 6,2 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 800$, atmosfera azota

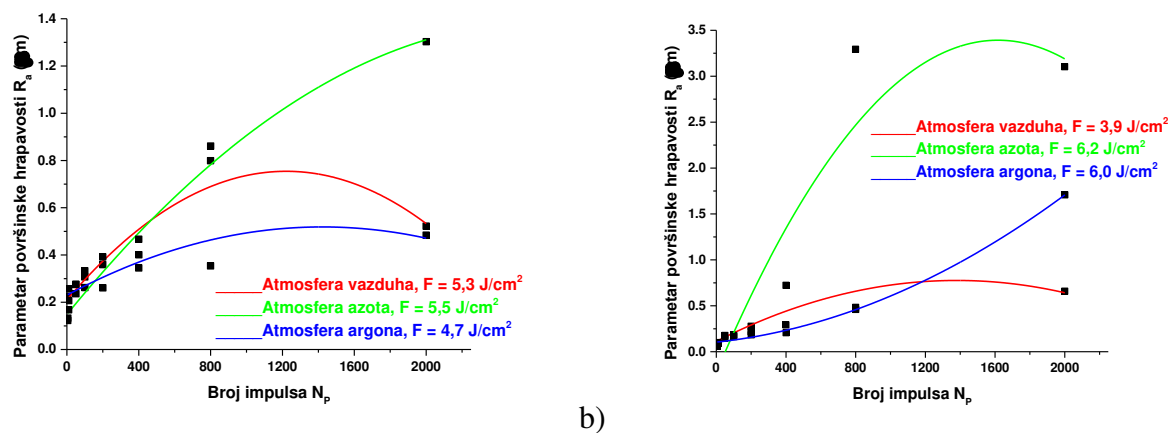
Rezultati ispitivanja 2D i 3D profila površine legure Ti6Al4V nakon nanosekundnog laserskog zračenja je potvrdilo SEM analizu mikrofotografija: tragove ozračivanja koje ostavlja laser na površini legure, ne dovode do formiranja kratera u centru modifikovane mete već imamo samo nagomilavanje i preraspodelu istopljenog i ohlađenog materijala ka periferiji modifikovane mete (što je i prikazano na SEM mikrofotografijama). Stoga, analiziraju se vrednosti visina izbačenog materijala u odnosu na broj akumuliranih impulsa pri različitim eksperimentalnim uslovima. Kao što se vidi sa slike 4.5.3, evidentno je da sa porastom broja akumuliranih impulsa, rastu i vrednosti visina izbačenog materijala. Može se uočiti da u atmosferi azota pri vrednostima gustina energija od 4,7 i 6,0 J/cm², imamo najveći porast vrednosti visine izbačenog materijala. Pri akumuliranju jednog do 200 impulsa, prosečne vrednosti visina izbačenog materijala, iznose ~ 1 μm (F = 4,7 J/cm²) i ~ 2 μm (F = 6,0 J/cm²). Pri većem broju primenjenih impulsa, od 400 do 2000, vrednost visine izbačenog materijala raste do ~ 14 i ~ 12 μm, u atmosferi azota, za vrednosti gustina energija od 5,5 i 6,2 J/cm², redom. U vazduhu, sa velikim brojem akumuliranih impulsa, vrednost visine izbačenog materijala iznosi ~ 7 μm, dok u atmosferi argona iznosi ~ 5,8 μm.



Slika 4.5.3. Grafik zavisnosti visine izbačenog materijala u funkciji od broja akumuliranih impulsa nakon dejstva nanosekundnog laserskog zračenja površine legure Ti6Al4V, pri vrednostima energija impulsa od: a) 155 mJ; b) 175 mJ

Što se tiče površinske hrapavosti legure Ti6Al4V, kod vrednosti energije impulsa od 155 mJ, do 200 akumuliranih impulsa, srednja površinska hrapavost legure se kreće od ~ 0,2 – 0,3 μm. Nakon 400 akumuliranih impulsa, vrednost hrapavosti raste, a najviše u atmosferi azota pri vrednosti gustine energije od 5,5 J/cm². Kod $N_p = 2000$, dobija se vrednost parametra površinske hrapavosti od ~ 1,3 μm (slika 4.5.4a). Kod vrednosti energije impulsa od 175 mJ, do 200 akumuliranih impulsa, vrednost srednje površinske hrapavosti legure se kreće oko 0.25 μm dok nakon 400 impulsa opet je uočljiv porast vrednosti hrapavosti (slika 4.5.4b). U vazduhu, ta vrednost ide do ~ 0,75 μm za $N_p = 2000$, u atmosferi argona, do ~ 1,4 μm za $N_p = 2000$ a u atmosferi azota je najveća vrednost parametra R_a , od ~ 3,25 μm za $N_p = 800$.

Pri datim eksperimentalnim uslovima, može se zaključiti da je efikasnost dubljenja materijala legure Ti6Al4V mala, ali s obzirom na jasno formiranje LIPSS struktura kao i dobrih vrednosti parametra površinske hrapavosti, ovakvo ozračivanje legure je pogodno za struktuiranje i funkcionalizaciju površine materijala.



Slika 4.5.4 Grafik zavisnosti parametra površinske hrapavosti legure Ti6Al4V (R_a) u funkciji od broja impulsa nakon dejstva nanosekundnog laserskog zračenja i pri vrednostima energija impulsa od: a) 155 mJ i b) 175 mJ

EDS analiza

Rezultati EDS analize su predstavljeni u obliku težinskih procenata udela elemenata u leguri. EDS analiza je izvršena na više lokacija svake modifikovane mete tako da obuhvataju centar i periferiju mete. Hemijske promene na površini legure Ti6Al4V, pre i nakon ozračivanja nanosekundnim laserskim zračenjem, ispitivane EDS analizom, su prikazane u tabeli 4.5.2. U vazduhu, $F = 5,3 J/cm^2$, dolazi do standardne detekcije elemenata Ti, Al i V koja predstavlja konstituente legure Ti6Al4, ali i detekcija kiseonika što ukazuje na formiranje oksida na površini legure, najverovatnije TiO_2 . Međutim, u atmosferi azota, $F = 6,2 J/cm^2$, potreban je mnogo veći broj primenjenih impulsa da bi došlo do formiranja nitridnih jedinjenja pa tako, pri 400 akumuliranih impulsa, nema detektovanog azota dok pri 2000 impulsa, javlja se azot i u centru i na periferiji modifikovane mete, i to 12,6 i 9,89 wt%, redom što može ukazivati na formiranje TiN jedinjenja. Interesantno je da se oksidi formiraju i u atmosferi argona, $F = 6,0 J/cm^2$; kiseonik je detektovan u količini od 35,0 i 38,1 wt%, u centru mete i na periferiji, redom (tabela 4.5.2). Pri nižoj vrednosti energije impulsa, nisu detektovani drugi elementi osim standardnih konstituenata legure (Ti, Al i V).

Tabela 4.5.2 EDS analiza površine legure Ti6Al4V pre i nakon delovanja nanosekundnog laserskog zračenja pri različitim eksperimentalnim uslovima

		Lokacija	Wt%					
			N	O	Al	Ti	V	
Nemodifikovana legura					5,64	90,9	3,51	
Vazduh	E = 175 mJ $N_p = 100$	centar		10,4	4,84	82,2	2,60	
		periferija		34,1	3,63	59,5	2,73	
Atmosfera azota	E = 175 mJ $N_p = 400$	centar		38,9	3,79	55,3	2,02	
		periferija		12,6	10,0	3,67	71,0	2,67
	E = 175 mJ $N_p = 2000$	centar		9,89	11,1	3,08	72,8	3,22
		periferija		35,0	3,55	58,6	2,80	
Atmosfera argona	E = 175 mJ $N_p = 400$	centar		38,1	3,43	56,2	2,25	
		periferija						

4.5.2. Nanosekundno lasersko zračenje talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa od 5 ns

Uzorak pločice legure Ti6Al4V, dimenzija 60 x 60 x 2 mm, je ozračen nanosekundnim Nd:YAG laserom u vazduhu i u komori sa kontrolisanim atmosferama argona i azota. Pritisak u komori je održavan na ~ 1000 mbar. Rastojanje sočiva od mete uzorka se održavalo konstantnim sa daljinom od 100 mm. Uslovi i parametri laserskog ozračivanja su dati u tabeli 4.5.3.

Tabela 4.5.3 Uslovi i parametri nanosekundnog laserskog ozračivanja, Nd:YAG laserom, legure Ti6Al4V

Laser	Nanosekundni Nd:YAG
Legura	Ti6Al4V
Talasna dužina (nm)	1064
Dužina trajanja impulsa (ns)	~ 5
Broj akumuliranih impulsa	1, 5, 10, 100, 800, 2000
Energije impulsa (mJ)	50 ± 3; 170 ± 5; 250 ± 10
Uslovi ozračivanja	Standardni atmosferski uslovi; Kontrolisana atmosfera azota, P = 1000 mbar; Kontrolisana atmosfera argona, P = 1000 mbar
Gustine energija (fluensi) (J/cm ²)	vazduh: 19,1; 64,9; 95,5; argon: 17,0; 57,7; 84,9; azot: 16,3; 55,5; 81,7

Prag oštećenja legure Ti6Al4V

Pragovi oštećenja, F_{th} , koji predstavljaju minimalnu gustinu energije lasera koja izaziva vidljive promene na površini su urađeni za leguru Ti6Al4V ozračenu nanosekundnim laserskim zračenjem. Određivanje vrednosti gustine energije praga su urađeni na osnovu zavisnosti prečnika traga laserskog zračenja u odnosu na logaritamsku vrednost energije impulsa i crtanjem najbolje prave iz koje se dobija vrednost za dijametar laserskog zraka, ω_0 , a na osnovu koje se izračunava vrednost gustine energije praga, jednačine (9), (10), i (12). Dobijena vrednost za teorijski dijametar laserskog zraka iznosi 408,3 μm u vazduhu, 441,6 μm u atmosferi azota i 433,2 μm u atmosferi argona. Evidentno je da uslovi sredine utiču na vrednost ovog parametra što posledično dovodi do razlika u vrednostima gustina energija na površini, za iste vrednosti energije impulsa.

Za interakciju nanosekundnog Nd:YAG laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns sa površinom legure Ti6Al4V dobijene su sledeće vrednosti praga oštećenja, F_{th} : 3,1 J/cm² u vazduhu, 9,3 J/cm² u atmosferi azota i 14,5 J/cm² u atmosferi argona.

Zona toplotnog dejstva (HAZ)

Efekat koji nanosekundno zračenje lasera izaziva na površini legure Ti6Al4V je određen količinom upadnog laserskog zračenja apsorbovanog od strane materijala i parametrima površine. Dalje prenošenje energije se opisuje parametrom HAZ koji predstavlja zonu toplotnog dejstva. HAZ zavisi od dužine trajanja impulsa lasera (tabela 4.1.1) i termalne difuzivnosti materijala (tabele 2.2 i 2.4). Pri datim eksperimentalnim uslovima, za nanosekundni Nd:YAG laser talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns, vrednost za zonu toplotnog dejstva iznosi ~ 105 nm.

Površinska temperatura

Različite morfološke strukture koje se formiraju na površini uzorka, u interakciji sa laserskim zračenjem, zavise od postignute temperature na površini materijala. Za nanosekundno lasersko zračenje, procena vrednosti površinske temperature je urađena pomoću jednodimenzione jednačine toplotne provodljivosti (13). Za interakciju nanosekundnog laserskog ozračivanja, Nd:YAG laserom, talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns, sa površinom legure Ti6Al4V, procenjene su sledeće vrednosti za temperature koje se postižu na površini legure: 13490 K u vazduhu, 6981 K u atmosferi azota i 7965 K u atmosferi argona. Ove temperature, u poređenju sa temperaturom topljenja legure Ti6Al4V (1877-1941 K, tabela 2.2) su i više nego dovoljne za topljenje njene površine i aktivaciju gasa iznad površine, uzorkujući reakciju između uzorka legure i okolnog gasa.

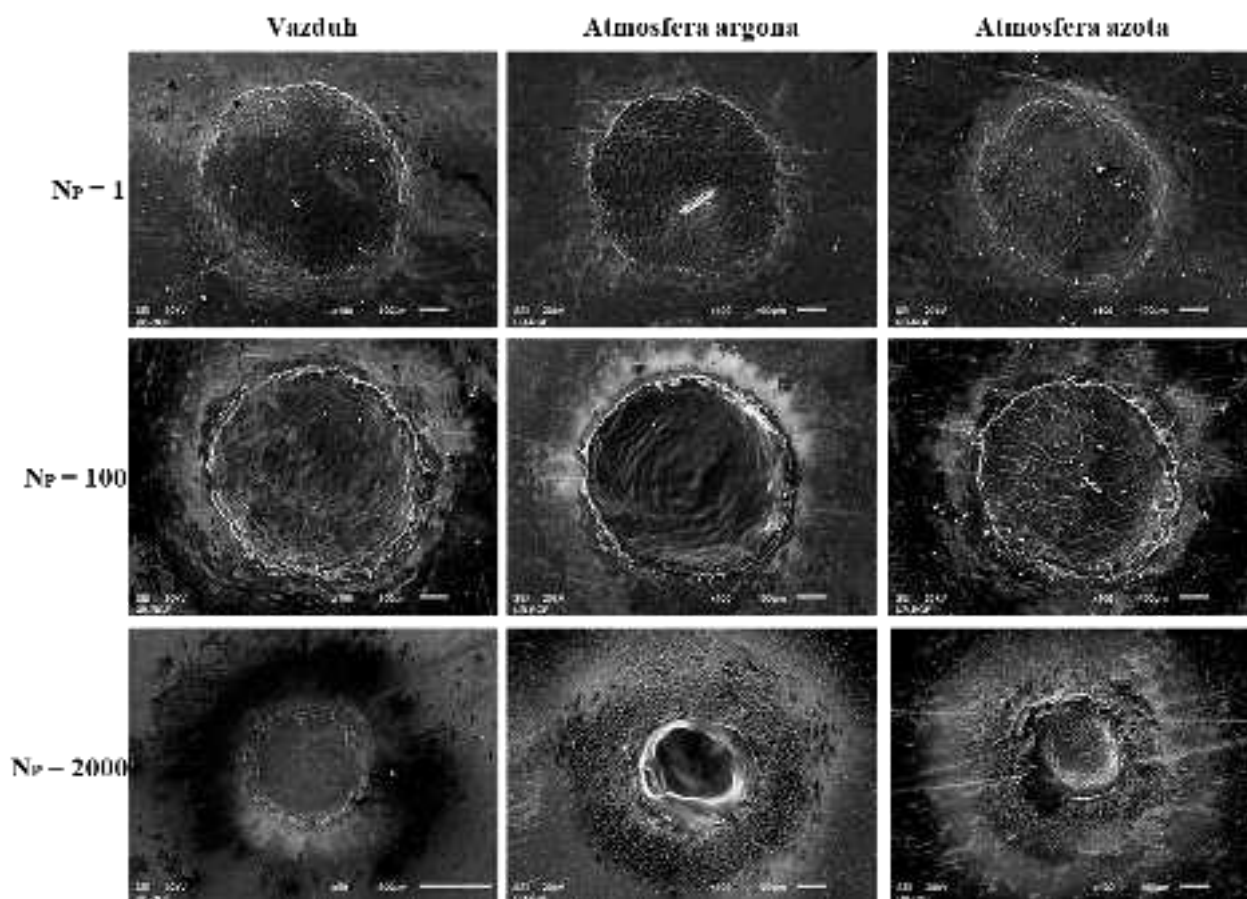
Ablacija. Površinski efekti

SEM analiza

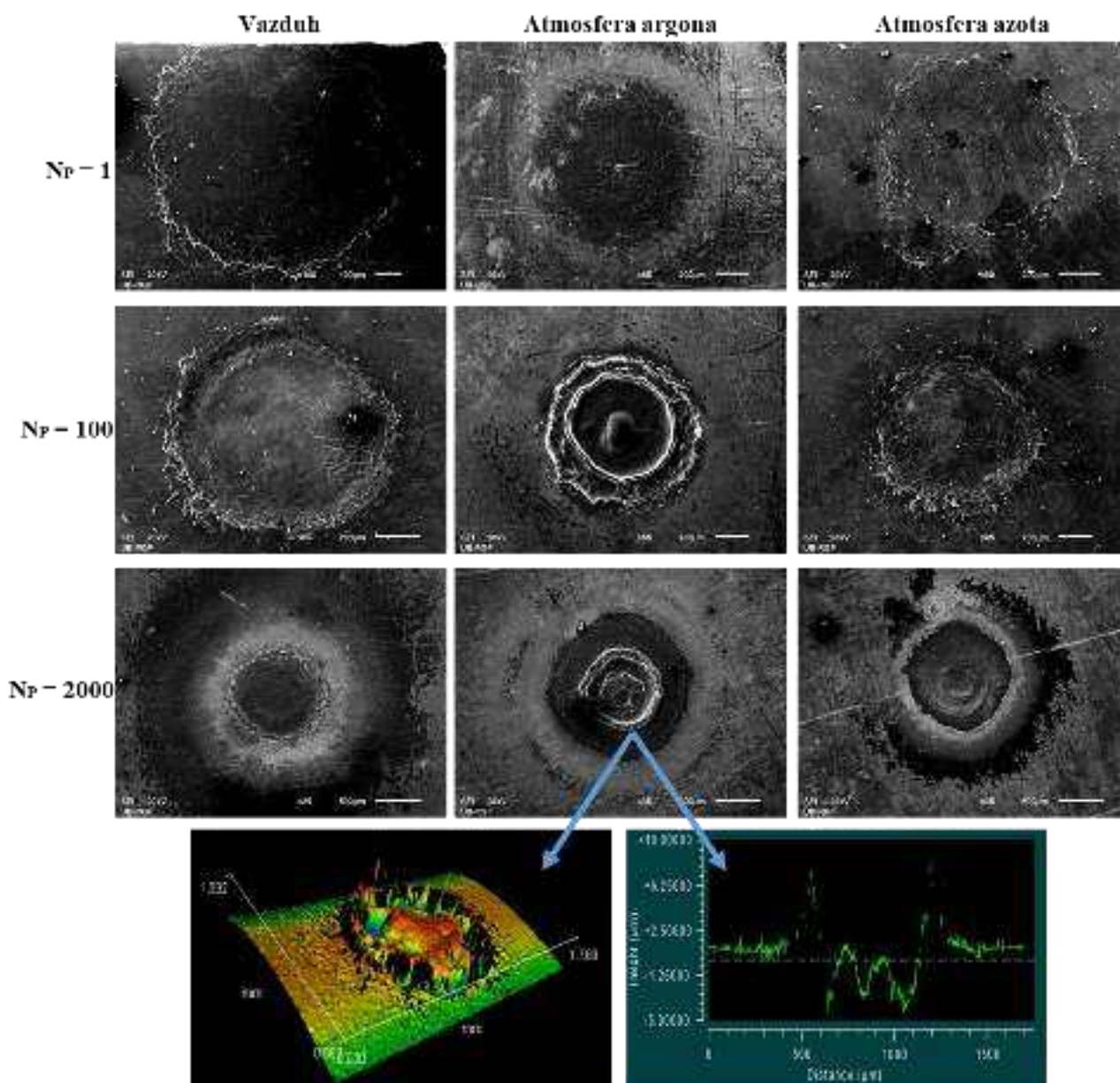
Sa SEM mikrofotografija ozračivanja legure Ti6Al4V nanosekundnim laserskim zračenjem (slike 4.5.5 i 4.5.6 uz dodatak SEM mikrofotografija iz Priloga VI) se na prvi pogled može primetiti da su termalni efekti na površini mete uzorka izraženi što je i očekivano jer nanosekundni impulsi imaju duže trajanje od vremena koje je potrebno za relaksacione procese na meti. Sa druge strane, „finije“ promene na površini mete uzorka, kao što su LIPSS strukture, nisu uočene pri ovom laserskom ozračivanju.

Nakon ozračivanja legure sa jednim akumuliranim impulsom, jasno se mogu videti otisci traga laserskog zračenja (slika 4.5.5). U vazduhu i atmosferi argona ($F = 19,1$ J/cm² i $F = 17,0$ J/cm², redom) dolazi do nabiranja materijala preko cele površine oblasti mete uzorka. Ivice oblasti mete uzorka su jasno uočljive već nakon jednog primenjenog impulsa. U atmosferi azota takođe dolazi do nabiranja materijala, ali kao manje izražen efekat. Nakon 10 akumuliranih impulsa, osim intenzivnijeg nabiranja materijala površine u centru mete, topljenje materijala je uzrokovalo nabiranje materijala i njegovo kretanje ka periferiji mete. Pri ovom broju primenjenih impulsa, u atmosferi argona, kod većih vrednosti energija impulsa (vrednosti gustina energija 57,7 i 84,9 J/cm²) može se uočiti početno formiranje kratera u centru modifikovane mete. Ovaj trend se nastavlja i sa 100 akumuliranih impulsa, sada i u vazduhu i atmosferi azota, ali dominantnije formiranje kratera je opet u atmosferi argona,

posebno sa primenjenom vrednošću energije impulsa od 170 mJ ($F = 57,7 \text{ J/cm}^2$) (slika 4.5.6). Sa daljim povećanjem broja akumuliranih impulsa, dolazi do izraženijih hidrodinamičkih efekata u vidu formiranja jasno definisanih ivica kratera u obliku očvrstnutog i prethodno istopljenog materijala, najizraženijih u atmosferi argona. Formiranje zrnastih struktura na periferiji modifikovane mete je uočljivo u atmosferama argona, vrednosti dijametra oko $6,4 \mu\text{m}$, i azota, vrednosti dijametra oko $4,3 \mu\text{m}$ pri nižim vrednostima energije impulsa (slika 4.5.5). Pojava mikropukotina je uočena sa 100 akumuliranih impulsa u atmosferi azota i pri vrednosti gustine energije od $16,3 \text{ J/cm}^2$ (slike 4.5.5 i 4.5.6). Formiranje kratera je evidentno nakon primene velikog broja impulsa. Takođe, pri velikom broju akumuliranih impulsa, dolazi do autofokusiranja, odnosno vrlo jasno definisane granice između centra i periferiji modifikovane mete. Štaviše, izdvajaju se različite oblasti periferije i to: „bliža“ periferija (periferija koja je bliža centru mete) gde se vidi nagomilan materijal usled topljenja površine i „dalja“ periferija koja predstavlja oblast gde je i dalje primetan trag laserskog zračenja (slika 4.5.6). Kod velikog broja akumuliranih impulsa, vrednost dijametara traga laserskog zračenja je veći u vazduhu nego u atmosferama argona i azota. Procenjene vrednosti dijametara za ozračivanje u vazduhu su ~ 855 i $\sim 1153 \mu\text{m}$, za $F = 19,1 \text{ J/cm}^2$ i $F = 64,9 \text{ J/cm}^2$, redom. U atmosferi argona i azota, vrednosti dijametara su dosta manje i iznose ~ 414 ($F = 17,0 \text{ J/cm}^2$) i $\sim 325 \mu\text{m}$ ($F = 16,3 \text{ J/cm}^2$), i ~ 889 ($F = 57,7 \text{ J/cm}^2$) i $\sim 1105 \mu\text{m}$ ($F = 55,5 \text{ J/cm}^2$), redom.



Slika 4.5.5 SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V nakon ozračivanja nanosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns, $E = 50 \text{ mJ}$

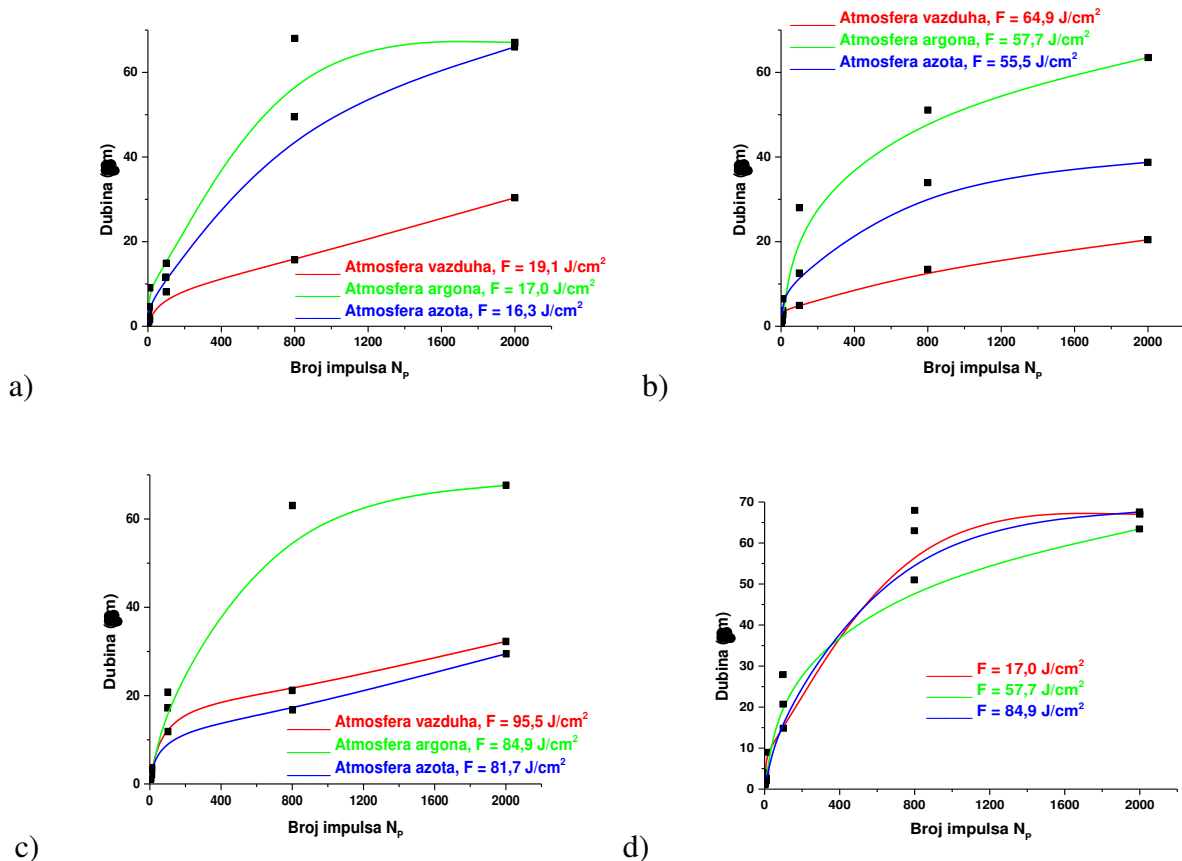


Slika 4.5.6 SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V nakon ozračivanja nanosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa od 5 ns, $E = 170$ mJ. Na slici ispod SEM mikrofotografija, odvojeno strelicama, se nalaze 2D i 3D profili traga odgovarajućeg traga laserskog zračenja

Profilometrijska analiza

S obzirom na raznovrsnost morfoloških promena na površini legure Ti6Al4V nakon ozračivanja nanosekundnim laserskim zračenjem, profilometrijska analiza nam je dala bliže informacije o dubini ablacije, brzini ablacije i površinskoj hrapavosti legure. Što se tiče dubine, na slici 4.5.7 je predstavljena zavisnost vrednosti dubina ablacije u odnosu na broj akumuliranih impulsa i pri različitim vrednostima gustina energija laserskog impulsa. Kod malog broja impulsa, $N_P \leq 10$, dubina prodiranja je mala i u proseku iznosi $\sim 2 - 4$ μm u vazduhu i atmosferu azota. U atmosferi argona pri vrednosti gustine energije od $17,0$ J/cm^2 i sa 10 akumuliranih impulsa imamo veću vrednost dubine ablacije koja iznosi ~ 9 μm (slika 4.5.7a). Nakon 10 akumuliranih impulsa, vrednost dubine ablacije se naglo povećava i to najviše u atmosferi argona, sa najvećom vrednošću dubine

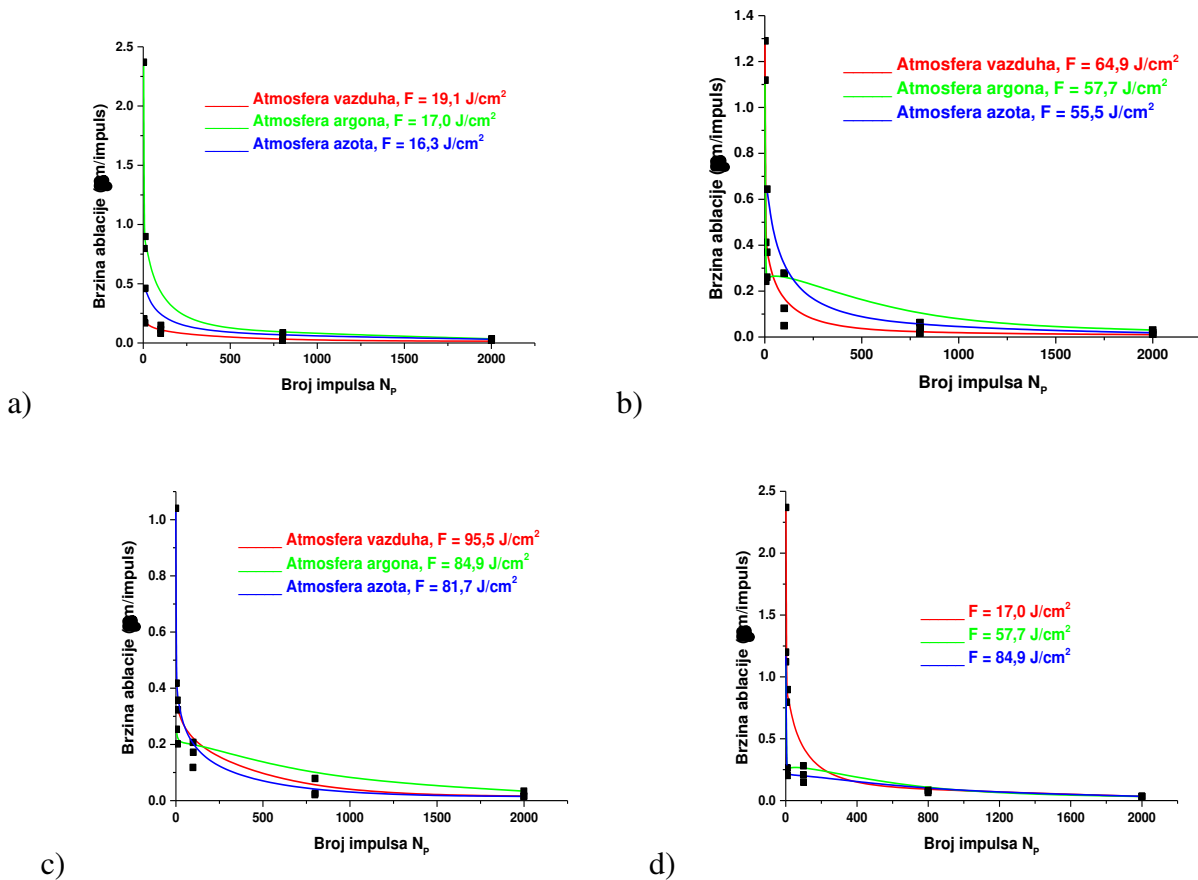
ablacije od $\sim 67,6 \mu\text{m}$ sa 2000 akumuliranih impulsa i pri vrednosti gustine energije od $81,7 \text{ J/cm}^2$ (slika 4.5.7c). U vazduhu su najniže vrednosti dubine ablacije, kod nižih vrednosti gustina energija impulsa, 19,1 i $64,9 \text{ J/cm}^2$ dok kod najveće vrednosti gustine energije ($F = 95,5 \text{ J/cm}^2$), dubina ablacije je slična kao u atmosferi azota i iznose oko $30 \mu\text{m}$ (slika 4.5.7c). Može se zaključiti da ovi rezultati su u saglasnosti sa SEM analizom gde se pregledom mikrofotografija zaista vide najdublji krateri u atmosferi argona (slike 4.5.5 i 4.5.6). Nakon 2000 akumuliranih impulsa, vrednosti dubina ablacije uglavnom dostižu saturaciju (slika 4.5.7). Ako pogledamo sliku 4.5.7d, primećuje se da je u atmosferi argona, pri svim vrednostima gustina energija impulsa, postignuta efikasna ablacija površine legure Ti6Al4V nakon nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns .



Slika 4.5.7 Grafik zavisnosti dubine ablacije u funkciji od broja akumuliranih impulsa nakon dejstva nanosekundnog laserskog zračenja površine legure Ti6Al4V i pri vrednosti energija impulsa od: a) 50 mJ; b) 170 mJ; c) 250 mJ; d) atmosfera argona, različite vrednosti gustina energija

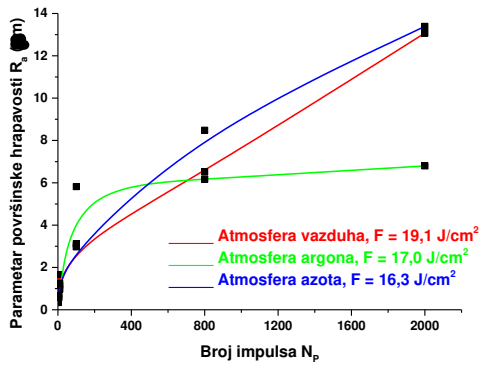
Slika 4.5.8 predstavlja zavisnost vrednosti brzina ablacije sa porastom primenjenih impulsa pri različitim vrednostima gustina energija impulsa datim u slici. Sa porastom broja akumuliranih impulsa, vrednosti brzina ablacije naglo opadaju do $N_p = 100$. U atmosferi argona, pri nižim vrednostima gustina energija impulsa i pri malom broju akumuliranih impulsa (slika 4.5.8a), brzina ablacije ima najveću vrednost od $2,37 \mu\text{m/impuls}$. Ta vrednost opada za faktor 3 nakon 10 akumuliranih impulsa. U vazduhu i atmosferi azota, vrednosti brzina ablacija pri niskom broju akumuliranih impulsa su u proseku $0,25 - 0,40 \mu\text{m/impuls}$ i smanjuju se sa porastom broja primenjenih impulsa za faktor 2 – 3. Pri većim vrednostima gustina energija impulsa, ozračivanje u vazduhu i atmosferi argona daje slične vrednosti brzina ablacije, u proseku $1,10 - 1,29 \mu\text{m/impuls}$ (slika 4.5.8b-c). Sa velikim brojem primenjenih impulsa, $N_p > 100$, vrednosti brzina ablacija dostižu saturaciju sa vrednošću ispod $0,03 \mu\text{m/impuls}$. Ovi rezultati su u saglasnosti sa rezultatima za vrednost

dubine ablacije i sa SEM analizom pa se može zaključiti da u ovakvim eksperimentalnim uslovima ozračivanja, efekat ablacije materijala legure Ti6Al4V je najdominantiji u atmosferi argona.

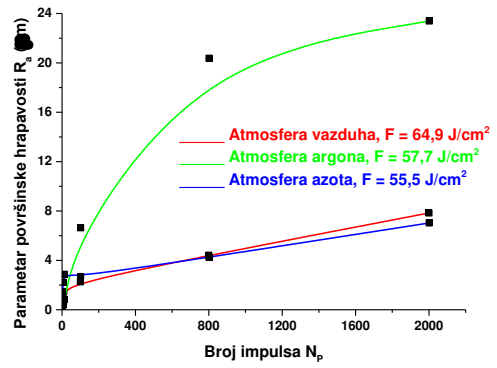


Slika 4.5.8 Zavisnost brzine ablacije u odnosu na povećanje broja akumuliranih impulsa nakon ozračivanja legure Ti6Al4V nanosekundnim laserskim zračenjem, pri vrednostima energija impulsa: a) 50 mJ; b) 170 mJ; c) 250 mJ; d) atmosfera argona, različite vrednosti gustina energija

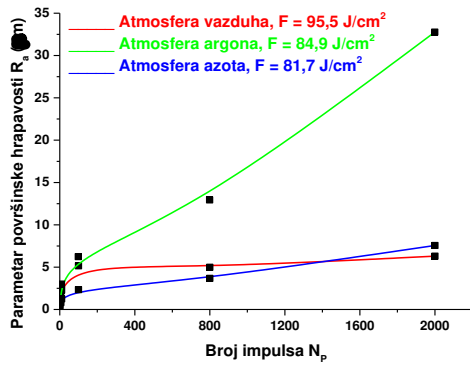
Što se tiče zavisnosti vrednosti parametra površinske hrapavosti R_a u odnosu na broj akumuliranih impulsa, rezultati su sledeći: kod $N_p \leq 10$, parametar R_a ne prelazi vrednost od $\sim 3 \mu\text{m}$ (slika 4.5.9 i tabela iz Priloga VII). Preko primenjenih 10 impulsa, vrednosti parametra površinske hrapavosti pri najvećem broju impulsa, u vazduhu ($F = 19,1 \text{ J/cm}^2$) i atmosferi azota ($F = 16,3 \text{ J/cm}^2$) su bliske i iznose $\sim 13 \mu\text{m}$ dok je u atmosferi argona ($F = 17,0 \text{ J/cm}^2$) niža i iznosi $\sim 6,8 \mu\text{m}$. Situacija je drugačija kod većih vrednosti gustina energija gde je vrednost R_a najveća u atmosferi argona ($F = 84,9 \text{ J/cm}^2$) i iznosi $\sim 32,8 \mu\text{m}$ (slika 4.5.9c). Generalno, pri ovom ozračivanju legure Ti6Al4V, površinska hrapavost je slična u vazduhu i atmosferi azota za razliku od atmosfere argona. Opet se zaključuje da je atmosfera argona, pri vrednosti energije impulsa od 50 mJ, najpogodnija za kontrolisano dobijanje „čistog“ kratera na površini legure Ti6Al4V s obzirom da baš na ovoj vrednosti energije impulsa, srednja površinska hrapavost legure u atmosferi argona je najmanja (slika 4.5.9a). To se može potvrditi i slikom 4.5.9d gde se vrednost parametra R_a , već nakon 10 akumuliranih impulsa, ne povećava već dostiže zasićenje.



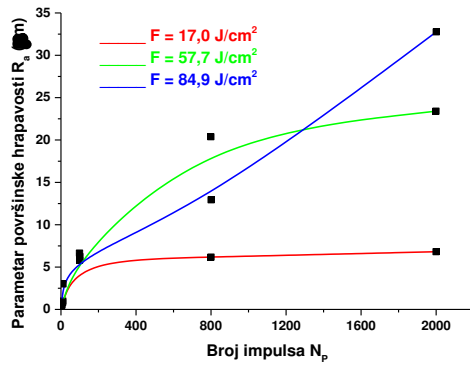
a)



b)



c)



d)

Slika 4.5.9 Grafik zavisnosti vrednosti parametra površinske hrapavosti R_a u funkciji od broja akumuliranih impulsa nakon dejstva nanosekundnog laserskog zračenja površine legure Ti6Al4V i pri vrednostima energija impulsa od: a) 50 mJ; b) 170 mJ; c) 250 mJ; d) atmosfera argona, različite vrednosti gustina energija

4.6. Površinski efekti interakcije pikosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa od 150 ps sa površinom legure Ti6Al4V

Uzorak pločice legure Ti6Al4V, dimenzija 60 x 60 x 2 mm, je ozračen pikosekundnim Nd:YAG laserom u vazduhu i u vazduhu obogaćenim azotom i argonom, strujanjem pomenutih gasova neposredno iznad mete uzorka. Rastojanje sočiva od mete uzorka se održavalo konstantnim sa daljinom od 170 mm. S obzirom da je distribucija laserskog zraka kod ovog pikosekundnog lasera gausovskog oblika, energija laserskog zraka je niža na periferiji nego u centru mete uzorka. TEM₀₀ mod u kome je radio laser daje izlaznom laserskom snopu kružni oblik. Kako je vrednost repeticije lasera bila 10 Hz, najniži broj impulsa koji je korišćen bio je 10. Uslovi i parametri laserskog ozračivanja su dati u tabeli 4.6.1.

Tabela 4.6.1 Uslovi i parametri pikosekundnog laserskog ozračivanja, Nd:YAG laserom, legure Ti6Al4V

Laser	Nanosekundni Nd:YAG
Legura	Ti6Al4V
Talasna dužina (nm)	1064
Dužina trajanja impulsa (ps)	~ 150
Broj akumuliranih impulsa	10, 50, 100, 150, 200, 400
Energije impulsa (mJ)	6,0 ± 0,5; 15 ± 2; 30 ± 4
Uslovi ozračivanja	Standardni atmosferski uslovi; Kontrolisana atmosfera azota, P = 1000 mbar Kontrolisana atmosfera argona, P = 1000 mbar
Gustine energija (fluensi) (J/cm ²)	vazduh: 6,10; 15,2; 30,5; argon: 9,40; 23,5; 47,1; azot: 5,40; 13,6; 27,2

Prag oštećenja legure Ti6Al4V

Pragovi oštećenja, F_{th} , koji predstavljaju minimalnu gustinu energije lasera koja izaziva vidljive promene na površini su urađeni za leguru Ti6Al4V ozračenu pikosekundnim laserskim zračenjem. S obzirom na pikosekundni režim laserskog zračenja i TEM₀₀ mod koji daje kružni oblik laserskog snopa, određivanje vrednosti gustine energije praga su urađeni na osnovu zavisnosti prečnika traga laserskog zračenja u odnosu na logaritamsku vrednost energije impulsa i crtanjem najbolje prave iz koje se dobija vrednost za dijametar laserskog zraka, ω_0 , a na osnovu koje se izračunava vrednost gustine energije praga, jednačine (9), (10), i (12). Dobijena vrednost za teorijski dijametar laserskog zraka iznosi 250,4 μm u vazduhu, 264,9 μm u atmosferi azota i 201,4 μm u

atmosferi argona. Evidentno je da uslovi sredine utiču na vrednost ovog parametra što posledično dovodi do razlika u vrednostima gustina energija na površini, za iste vrednosti energije impulsa.

Za interakciju pikosekundnog Nd:YAG laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 150 ps sa površinom legure Ti6Al4V dobijene su sledeće vrednosti za gustinu praga, F_{th} : 2,1 J/cm² u vazduhu, 1,1 J/cm² u atmosferi azota i 1,2 J/cm² u atmosferi argona.

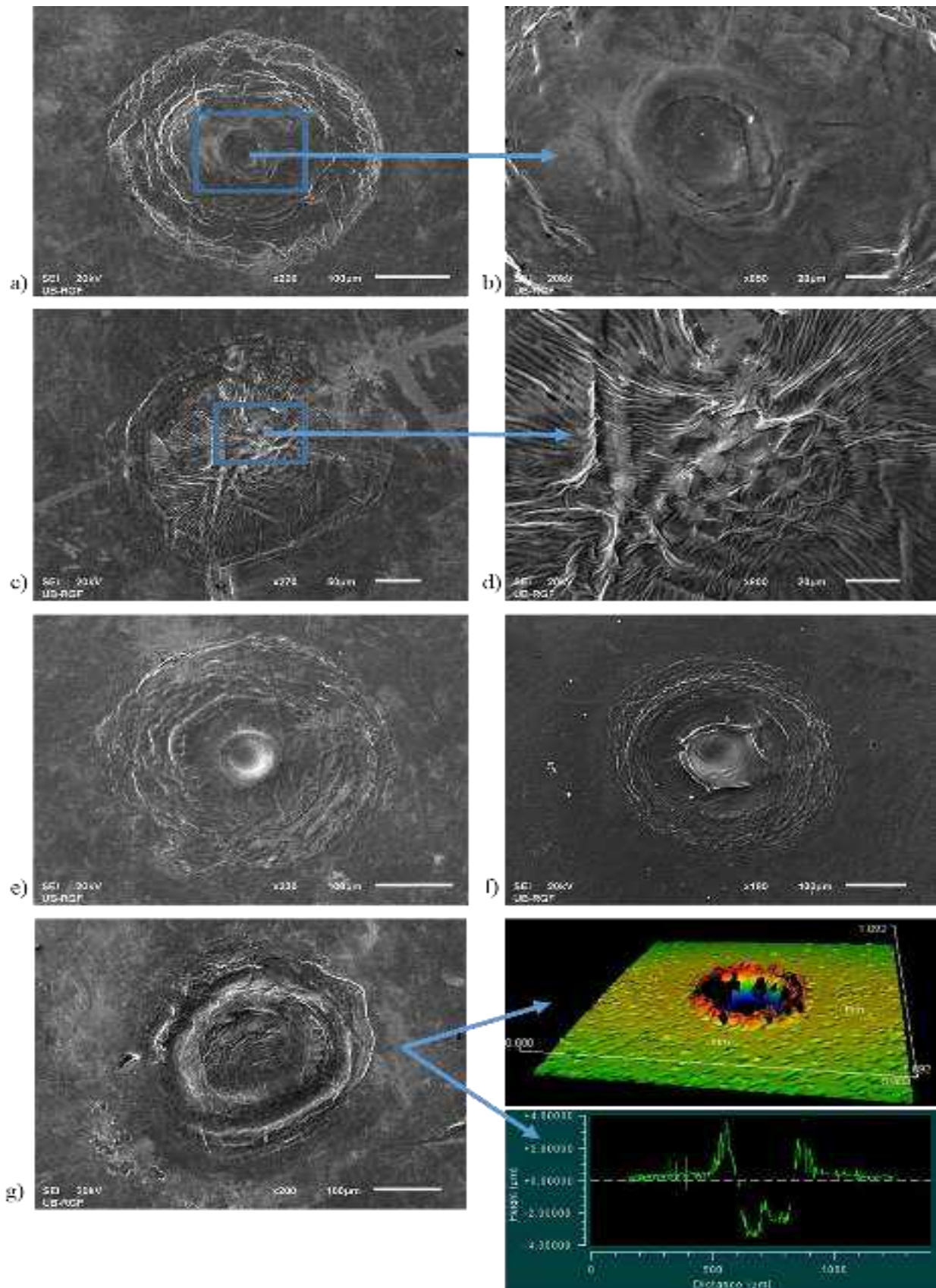
Zona toplotnog dejstva (HAZ)

Efekat koji pikosekundno zračenje lasera izaziva na površini legure Ti6Al4V je određen količinom upadnog laserskog zračenja apsorbovanog od strane materijala i parametrima površine. Dalje prenošenje energije se opisuje parametrom HAZ koji predstavlja zonu toplotnog dejstva. HAZ zavisi od dužine trajanja impulsa lasera (tabela 4.1.1) i termalne difuzivnosti materijala (tabele 2.2 i 2.4). Pri datim eksperimentalnim uslovima, za pikosekundni Nd:YAG laser talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 150 ps, vrednost za zonu toplotnog dejstva iznosi ~ 18 nm.

Ablacija. Površinski efekti

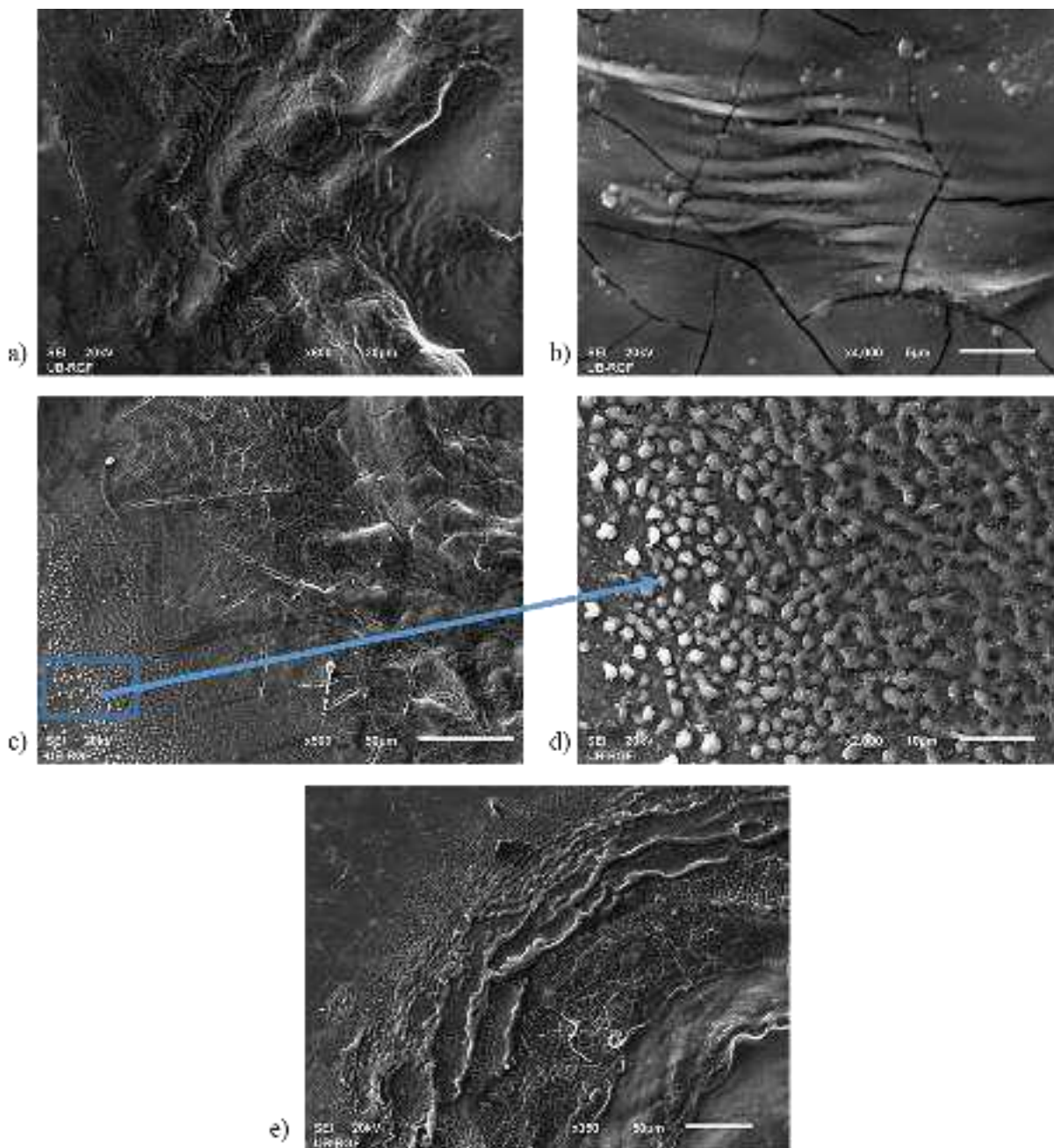
SEM analiza

Za razliku od nanosekundnog laserskog zračenja, ozračivanje pikosekundnim laserskim zračenjem dovodi do formiranja finih strukturnih površinskih promena sa ograničenim termalnim efektima. Pri najnižoj vrednosti energije impulsa od 6 mJ, nakon ozračivanja površine legure sa 10 akumuliranih impulsa, dobija se jasan otisak snopa lasera na površini uzorka (slika 4.6.1). Dolazi do topljenja materijala usled apsorpcije upadnog zračenja i centar modifikovane mete je gladak u vazduhu ($F = 6,10 \text{ J/cm}^2$) (slika 4.6.1a-b). Međutim, pri ovom broju impulsa, u atmosferi azota sa vrednošću gustine energije od $5,40 \text{ J/cm}^2$, ne dobija se glatki centar modifikovane mete već nabiranje materijala u obliku periodičnih struktura (slika 4.6.1c-d)). Vrednost periode ovih struktura je veća od talasne dužine upadnog laserskog zračenja i iznosi oko 1,61 μm . Nakon 50 i više primenjenih impulsa, u vazduhu i atmosferi argona sa odgovarajućim vrednostima gustina energija od 6,10 i 9,40 J/cm², redom, dolazi do formiranja plitkih kratera u centru modifikovane mete sa relativno glatkim centralnim delom (slika 4.6.1e-f) dok u atmosferi azota sa $F = 5,40 \text{ J/cm}^2$ dolazi do formiranja veoma malih udubljenja u centru modifikovane mete što nam ukazuje da nije došlo do ablacije materijala i izbacivanja iz centra već njegovog nagomilavanja u centru modifikovane mete (slika 4.6.1g).

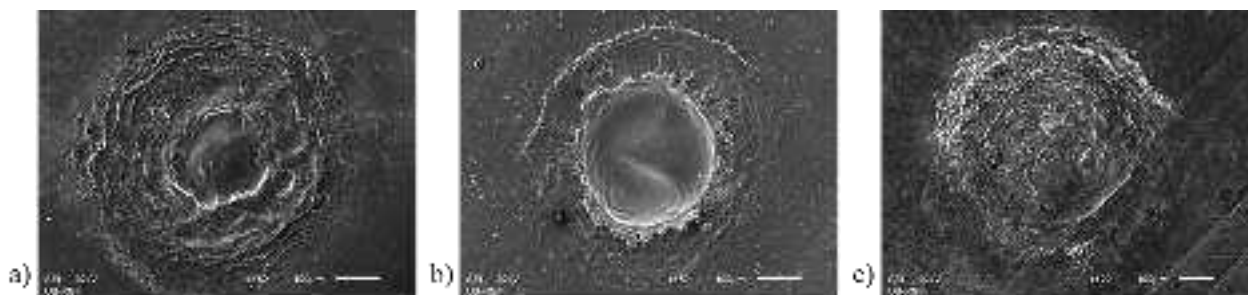


Slika 4.6.1 SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V snimljene nakon ozračivanja pikosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 150 ps sa $E = 6 \text{ mJ}$: a) – b) cela oblast i centar mete uzorka, $F = 6,10 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 10$, vazduh; c) – d) cela oblast i centar mete uzorka, $F = 5,4 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 10$, atmosfera azota; e) $F = 6,10 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 50$, vazduh; f) $F = 9,40 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 200$, atmosfera argona; g) $F = 5,40 \text{ J/cm}^2$, $N_P = 200$, atmosfera azota, 2D i 3D profili traga laserskog zračenja

Pri većim vrednostima energija impulsa, imamo uglavnom odsustvo glatkog centralnog dela modifikovane mete. Kod $E = 15$ mJ, na ozračenim mestima mogu se videti pukotine koje su nastale usled naglog hlađenja površine, posle prestanka ozračivanja. Pukotine su nastale i na perifernom i u centralnom delu modifikovane mete (slika 4.6.2a-b). Sa povećanjem broja impulsa, osim pukotina, dolazi i do pojave zrnastih struktura (slika 4.6.2c-e), u vazduhu ($F = 30,5$ J/cm²) i izraženije u atmosferi azota ($F = 13,6$ J/cm²). Dijametri ovih zrnastih struktura su vrednosti oko $1,8$ μ m. Kod najveće vrednosti primenjene energije impulsa od 30 mJ, glavni efekat koji se primećuje je preraspodela materijala bez formiranja dubokih kratera, posebno u atmosferi azota ($F = 27,2$ J/cm²) (slika 4.6.3). Razlog odsustva dubljih kratera može da leži u tome što energija zračenja lasera nije dovoljna za izbacivanje istopljenog materijala ili njegovo isparavanje već su dominantni termalni efekti pa se istopljeni materijal delom nagomilavao na dno kratera.

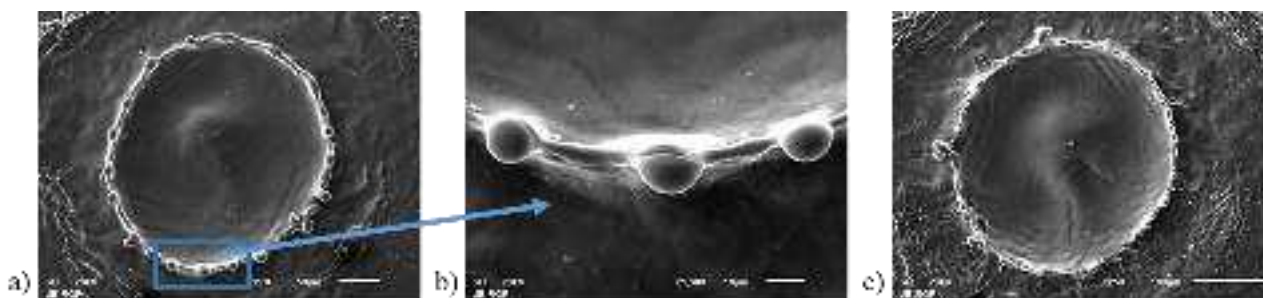


Slika 4.6.2 SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V snimljene nakon ozračivanja pikosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 150 ps sa $E = 15$ mJ: a) – b) periferija i uvećan centar modifikovane mete uzorka, $F = 15,2$ J/cm², $N_P = 50$, vazduh; c) – d) periferija i zrnaste strukture modifikovane mete uzorka, $F = 13,6$ J/cm², $N_P = 200$, atmosfera azota; e) $F = 30,5$ J/cm², $N_P = 200$, vazduh



Slika 4.6.3 SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V snimljene nakon ozračivanja pikosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 150 ps nakon dejstva 400 akumuliranih impulsa lasera vrednosti energije 30 mJ: a) $F = 30,5 \text{ J/cm}^2$, vazduh; b) $F = 47,1 \text{ J/cm}^2$, atmosfera argona; c) $F = 27,2 \text{ J/cm}^2$, atmosfera azota

Najinteresantnije strukture dobijene u ovoj postavci eksperimenta su strukture formirane u atmosferi argona sa vrednošću gustine energije od $47,1 \text{ J/cm}^2$ i sa 100 i 200 akumuliranih impulsa (slika 4.6.4). Očvršle kapi istopljenog materijala se nalaze na skoro ekvivalentnim rastojanjima od $\sim 39 \mu\text{m}$, i formiraju pravilan oblik mikro-krune na rubu kratera. Dijametar kapi iznosi $\sim 10 \mu\text{m}$. Predloženo objašnjenje je da se termokavitaciona nestabilnost istopljenog materijala na površini može javiti u obliku krune mikrometarskih dimenzija na površini, a kao rezultat delovanja većeg broja laserskih impulsa, vrednosti gustine energije bliske vrednosti gustine praga ablacije [141]. Verovatno je da se ove strukture formiraju zbog termodinamičke nestabilnosti. Formiranje struktura ovog tipa je prijavljeno na tankim metalnim filmovima koji su deponovani na silicijumu i na površini silicijuma, nakon delovanja femtosekundnog laserskog zračenja, nanometarskih dimenzija, u standardnim eksperimentalnim uslovima [141, 142]. U proučenoj literaturi nije prijavljeno formiranje ovakvih struktura nakon delovanja pikosekundnog laserskog zračenja tako da ovu pojavu možemo smatrati prvi put prijavljenom u okviru ove disertacije.

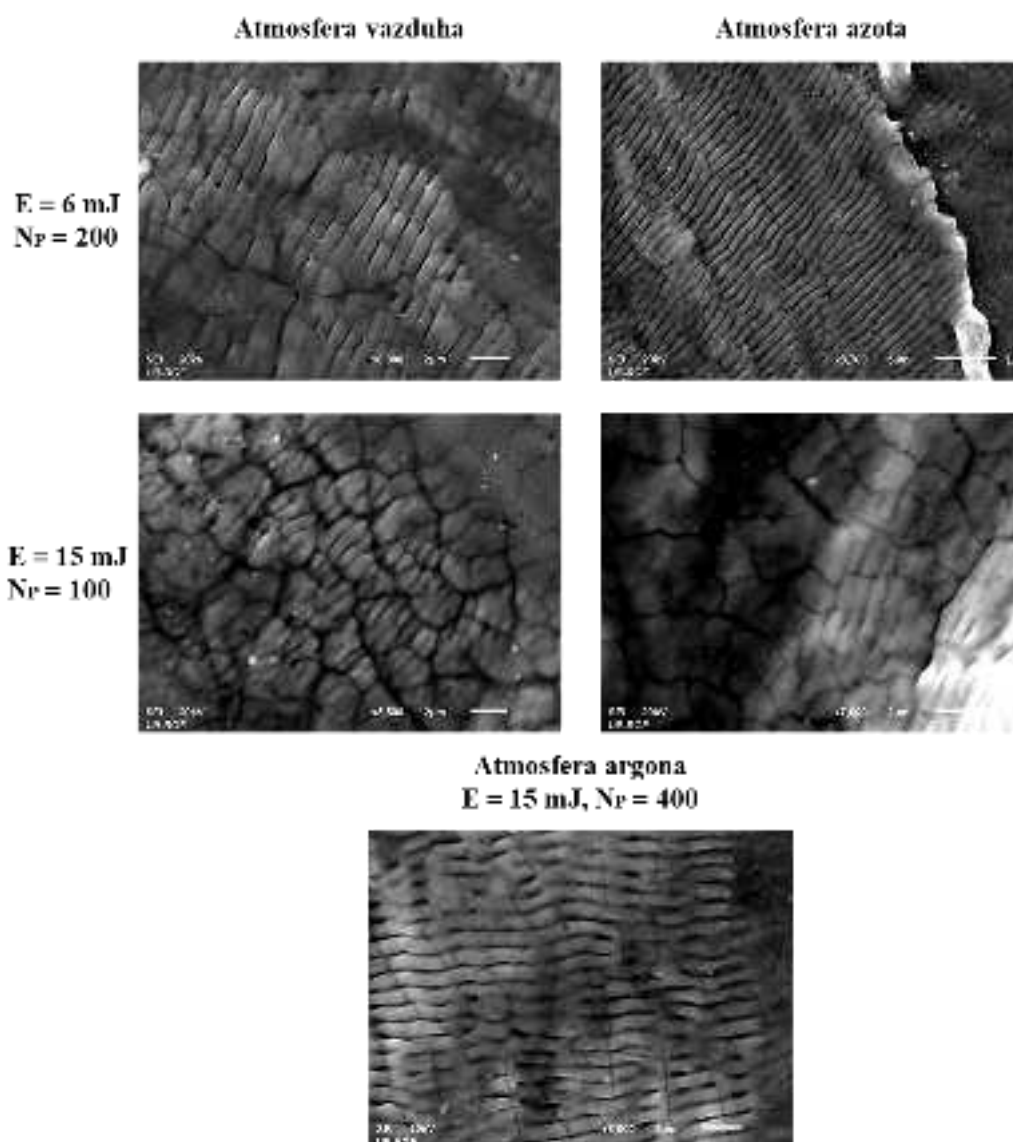


Slika 4.6.4 SEM mikrofotografije specifičnih struktura površine legure Ti6Al4V snimljene nakon ozračivanja pikosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 150 ps nakon dejstva: a) – b) 100 i c) 200 akumuliranih impulsa lasera vrednosti energije 30 mJ u atmosferi argona

LIPSS strukture

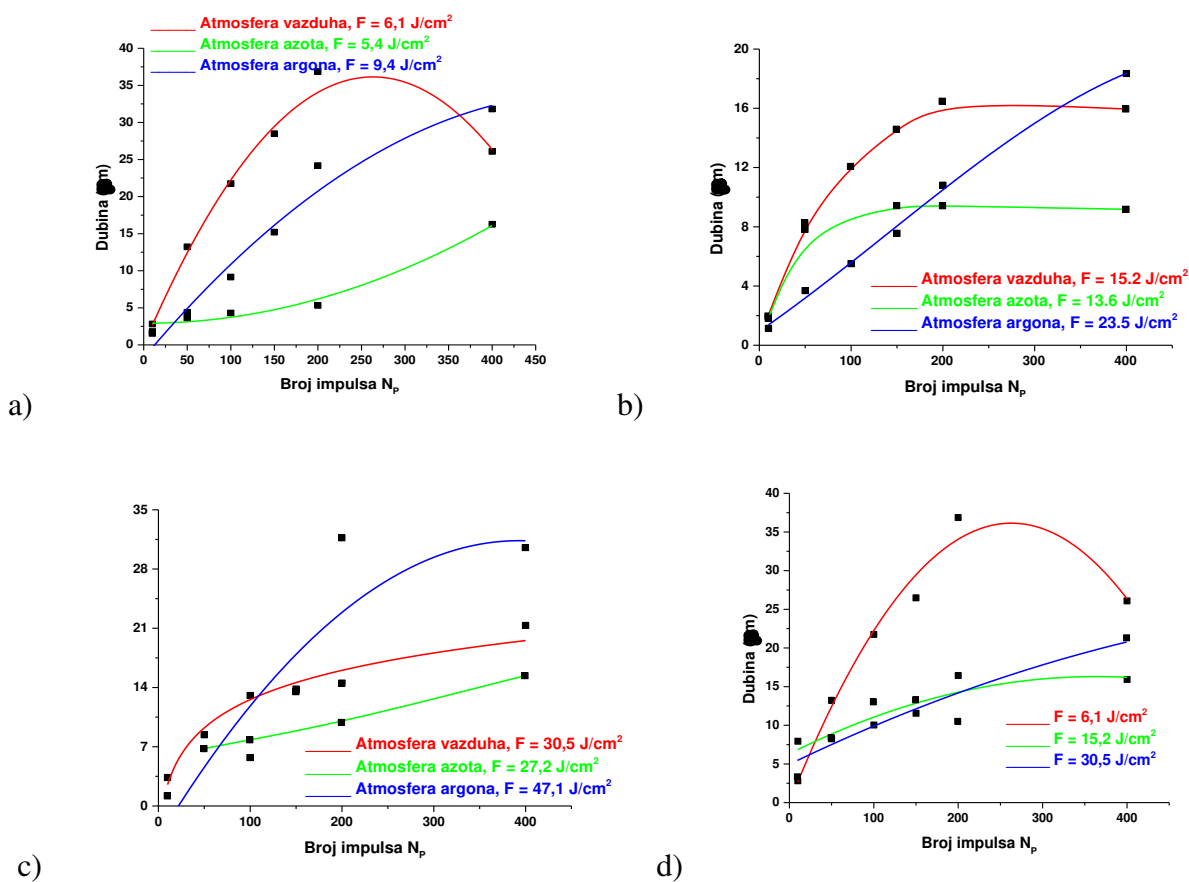
Ozračivanje legure Ti6Al4V pikosekundnim laserskim zračenjem je dalo LIPSS strukture pri vrednostima energija impulsa od 6 i 15 mJ, locirane na periferiji modifikovane mete. Pri većoj vrednosti energije od 30 mJ, nisu uočene LIPSS strukture, verovatno zbog prevelike energije impulsa koja je dovela jedino do preteranog topljenja materijala i u centru i na periferiji modifikovane mete.

Odabrane SEM mikrofotografije LIPSS struktura su prikazane na slici 4.6.5. Najizraženije LIPSS strukture se formiraju u atmosferi azota pri vrednosti gustine energije impulsa od $5,40 \text{ J/cm}^2$ i sa 200 akumuliranih impulsa. Vrednosti periode ovih struktura se kreću oko 897 nm što može da se svrsta u LF-LIPSS strukture. Sa 100 akumuliranih impulsa pri ovoj vrednosti gustine energije, javljaju se LIPSS strukture, ali su slabijeg intenziteta. U atmosferi azota ($F = 13,6 \text{ J/cm}^2$), strukture su primećene relativno blizu centra modifikovane mete sa vrednošću periode od $\sim 571 \text{ nm}$ (slika 4.6.5). Zaključuje se da sa porastom vrednosti gustine energije impulsa dolazi do smanjenja vrednosti perioda ovih struktura. U vazduhu, strukture su uočljive na periferiji modifikovane mete sa vrednostima perioda od ~ 629 i 645 nm (LF-LIPSS strukture) pri vrednostima gustina energija impulsa od $6,10$ i $15,2 \text{ J/cm}^2$, redom, i za 100 i 200 akumulirana impulsa. Što se tiče atmosfere argona, LIPSS strukture se jedino formiraju nakon 400 akumuliranih impulsa i sa vrednošću gustine energije od $23,5 \text{ J/cm}^2$. Vrednosti perioda ovih struktura su ispod talasne dužine laserskog zračenja (1064 nm) i iznose oko 684 nm .



Slika 4.6.5 SEM mikrofotografije LIPSS struktura formirane na površini legure Ti6Al4V snimljene nakon višeimpulsnog režima rada pikosekundnog lasera pri različitim eksperimentalnim uslovima

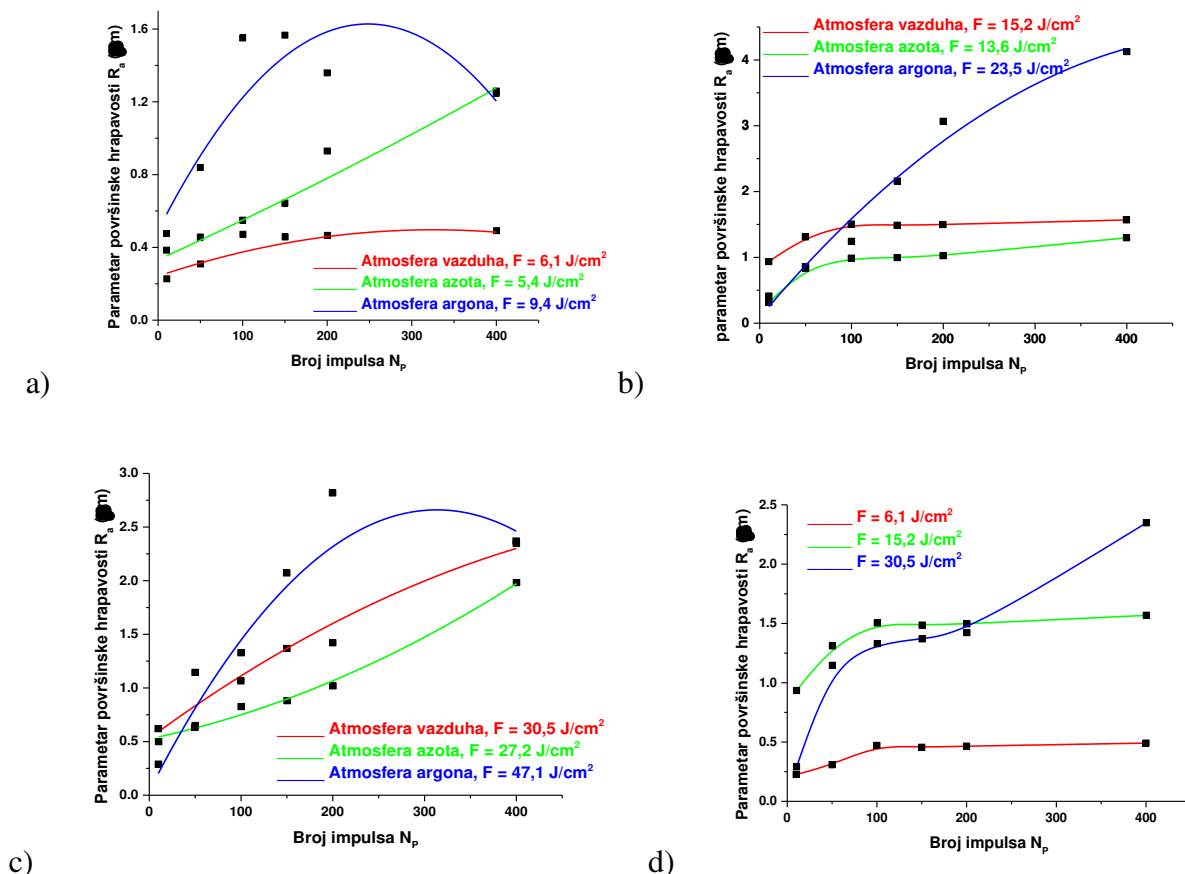
Ako se analizira zavisnost vrednosti dubine ablacije, odnosno dubine otiska koji je laserski zrak ostavio na površini legure Ti6Al4V u odnosu na porast broja akumuliranih impulsa, može se primetiti da je najveća vrednost dubine, oko 36 μm , dobijena u vazduhu pri vrednosti gustine energije od 6,10 J/cm^2 i sa 200 akumuliranih impulsa (slika 4.6.6). Generalno, prosečno najmanja vrednost udubljenja na površini se javljaju u atmosferi azota. Najveća dostignuta vrednost dubine u atmosferi azota iznosi oko 15 μm pri vrednosti gustine energije od 5,40 J/cm^2 i sa 400 akumuliranih impulsa. Kod niskog broja impulsa (do 50), prosečna vrednost dubine ablacije iznosi $\sim 5 \mu\text{m}$, a nakon 50 impulsa, vrednost dubina ablacije nakon dejstva lasera raste. Od 50 do 200 akumuliranih impulsa, tendencija rasta vrednosti dubine je primetna, posebno u vazduhu i atmosferi argona. Nakon 400 akumuliranih impulsa, verovatno usled preteranog topljenja materijala unutar mete uzorka i neizbacivanja materijala iz centra modifikovanih meta već njegove preraspodele, vrednosti dubine ablacije ili opadaju ili saturiraju (slika 4.6.6). U vazduhu, prvobitno najveća vrednost dubine ablacije opada na $\sim 25 \mu\text{m}$. Međutim, iz poređenja SEM analize i vrednosti dubina ablacije, deluje da se u atmosferi argona postiže najidealnije formiranje kratera.



Slika 4.6.6 Zavisnost vrednosti dubine ablacije u odnosu na povećanje broja akumuliranih impulsa za površinu legure Ti6Al4V nakon ozračivanja pikosekundnim laserskim zračenjem pri vrednostima energija impulsa od: a) 6 mJ; b) 15 mJ; c) 30 mJ; d) vazduh, različite vrednosti gustina energija

Površinska hrapavost legure nakon dejstva pikosekundnog laserskog zračenja daje sledeće informacije. Površina legure nakon dejstva lasera u atmosferi argona nam daje najveće vrednosti parametra površinske hrapavosti R_a sa vrednošću od 4,13 μm pri gustini energije od 23,5 J/cm^2 i sa 400 akumuliranih impulsa (slika 4.6.7b). Ovo je u saglasnosti sa SEM analizom gde se videlo da su

najizraženiji površinski efekti upravo u ovoj atmosferi. Kod malog broja akumuliranih impulsa (do 100), vrednosti parametra površinske hrapavosti su niske i iznose do $\sim 1,5 \mu\text{m}$ (slika 4.6.7). Nakon primenjenih 100 i više impulsa lasera, prosečno najniža vrednost parametra površinske hrapavosti se dobija u atmosferi azota sa vrednošću od $1,98 \mu\text{m}$ pri vrednosti gustine energije od $13,6 \text{ J/cm}^2$ i nakon najvećeg broja akumuliranih impulsa, $N_p = 400$ (slika 4.6.7c).



Slika 4.6.7 Zavisnost parametra površinske hrapavosti, R_a , u odnosu na broj akumuliranih impulsa za površinu legure Ti6Al4V nakon ozračivanja pikosekundnim laserskim zračenjem pri vrednostima energija impulsa od: a) 6 mJ; b) 15 mJ; c) 30 mJ; d) vazduh, različite vrednosti gustina energija

EDS analiza

Svi rezultati EDS analize su predstavljeni u obliku težinskih procenata udela elemenata u leguri. EDS analiza je izvršena na više lokacija svake modifikovane mete tako da obuhvataju centar i periferiju mete.

Hemijske promene na površini legure Ti6Al4V, pre i nakon ozračivanja pikosekundnim laserskim zračenjem, ispitivane EDS analizom, su prikazane u tabeli 4.6.2. Kao što se vidi iz table, pre ozračivanja uzorka, hemijski sastav legure Ti6Al4V je u očuvanom odnosu kakav i treba biti kod netretiranog uzorka ($\text{Ti} : \text{Al} : \text{V} \approx 90 : 6 : 4$). Pri nižim vrednostima energija impulsa, 6 mJ i 15 mJ, u vazduhu, evidentno je da ozračivanje legure dovodi do oksidacije njene površine pa tako u centru modifikovane mete i na periferiji imamo udeo kiseonika od 15,2 i 23,6 wt%, redom, za $E = 6 \text{ mJ}$, a 18,3 i 29,8 wt% za $E = 15 \text{ mJ}$. Kako se pojavio udeo kiseonika na površini, tako se smanjio udeo, najviše titana, a zatim i aluminijuma i vanadijuma. S obzirom na veću reaktivnost titana u odnosu na

aluminijum i vanadijum, na površini su se izvesno prvo nagradili oksidi titana. Ovi oksidi imaju bitan uticaj na primenu u biomedicini u smislu dugotrajnosti implanta jer je poznato da oksidi titana povećavaju otpornost prema koroziji [143]. Takođe, utiču i na bioaktivnost titanskih implanta kao i uloga središnjeg sloja u kombinaciji sa hidroksiapatitom ispoljavajući osteoinduktorska svojstva [143]. Treba istaći da, pri svim vrednostima energija impulsa, u vazduhu i atmosferi argona, prisustvo azota nije detektovano, ni u centru modifikovane mete ni na periferiji, što verovatno govori o tome da, u ovim atmosferama, postoji određena kompeticija između kiseonika i azota kao naizastupljenijih „članova“ vazduha.

Tabela 4.6.2 EDS analiza površine legure Ti6Al4V pre i nakon delovanja pikosekundnog laserskog zračenja pri različitim eksperimentalnim uslovima

		Lokacija	Wt%				
			N	O	Al	Ti	V
Nemodifikovana legura					5.64	90.85	3.51
Vazduh	E = 6 mJ N_P = 400	centar	15.2	4.16	77.5	3.07	
		periferija	23.6	4.05	69.9	2.44	
	E = 15 mJ N_P = 200	centar	18.3	4.04	74.7	2.95	
		periferija	29.8	3.98	63.6	2.65	
	E = 30 mJ N_P = 400	centar	12.7	6.42	76.6	4.33	
		periferija	10.9	4.46	80.2	4.53	
Atmosfera azota	E = 6 mJ N_P = 200	centar	12.6	8.50	3.67	72.5	2.67
		periferija	9.89	11.1	3.08	72.8	3.22
	E = 15 mJ N_P = 100	centar	13.7	10.0	3.73	69.9	2.68
		periferija	10.6	18.4	3.92	64.4	2.70
	E = 30 mJ N_P = 200	centar	8.41	9.27	3.97	75.5	2.86
		periferija	4.73	33.5	2.41	57.3	2.03
Atmosfera argona	E = 6 mJ N_P = 400	centar	16.3	4.07	76.5	3.07	
		periferija	15.7	4.71	76.4	3.23	
	E = 30 mJ N_P = 400	centar	19.2	4.63	73.1	3.07	
		periferija	11.3	6.52	78.8	3.39	

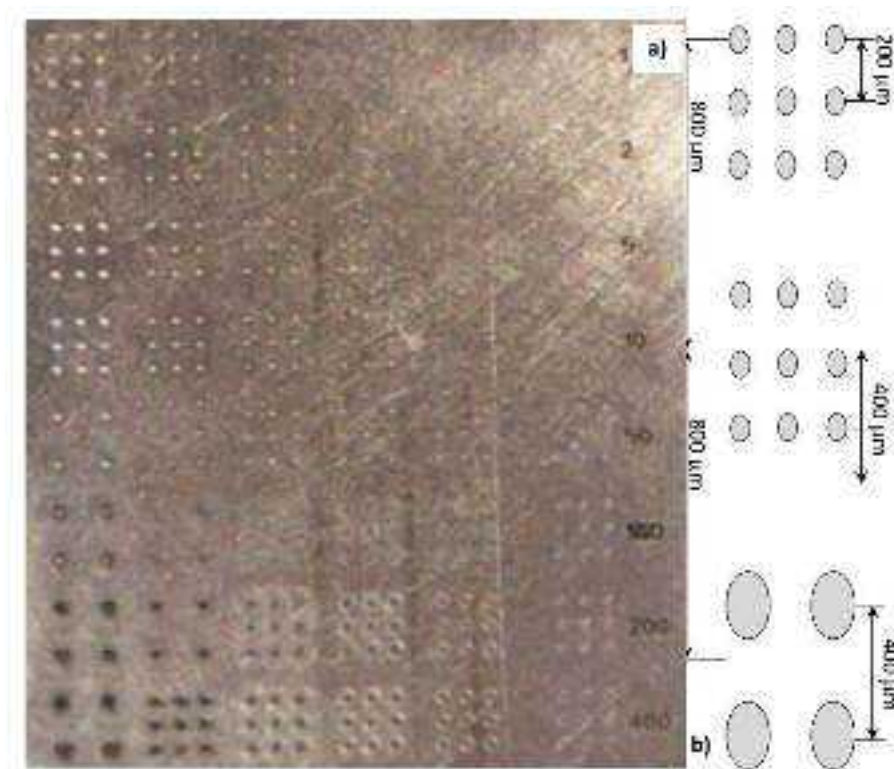
Što se tiče ozračivanja legure Ti6Al4V u atmosferi azota, evidentno je da dolazi do formiranja nitridnih jedinjenja. Pri svakoj vrednosti energija impulsa, EDS analizom je detektovan azot u opsegu od prosečno 10 – 11 wt%, jedino pri srednjoj vrednosti energije impulsa, gde je detektovan sa ~ 14 wt%, u centru modifikovane mete i sa 100 akumuliranih impulsa. Kiseonik je standardno prisutan na površini svake modifikovane mete, naravno u manjem procentu zbog nastalog udela azota. Što se tiče ozračivanja legure Ti6Al4V u atmosferi argona, ne dolazi do značajnih promena u smislu formiranja drugih jedinjenja osim oksida. Udeo kiseonika se kreće do ~ 20 wt% pri svakoj vrednosti energiji impulsa (tabela 4.6.2).

4.7. Površinski efekti interakcije femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm i dužine trajanja impulsa od 200 fs sa površinom legure Ti6Al4V

Uzorak pločice legure Ti6Al4V, dimenzija 60 x 60 x 2 mm, je ozračen femtosekundnim Ti:Safirnim laserom u vazduhu i komori sa kontrolisanom atmosferom azota (pritisak u komori ~ 1000 mbar). Rastojanje sočiva od mete uzorka se održavalo konstantnim sa daljinom od 100 mm. Uslovi i parametri laserskog ozračivanja su dati u tabeli 4.7.1. Vrednosti gustina energija impulsa lasera su izračunate iz jednačine (8) zajedno sa vrednošću dijametara laserskog zraka, ω_0 , koji su izračunati iz nagiba linearnog fitovanja zavisnosti jednačine (10). Izračunate vrednosti za dijambre laserskog zraka u atmosferi vazduha i azota iznose 26,8 i 31,8 μm , redom, a odgovarajuće izračunate vrednosti gustina energija impulsa lasera su date u tabeli 4.7.1. Izgled uzorka pločice legure Ti6Al4V nakon ozračivanja je snimljen optičkim mikroskopom i zajedno sa rasporedom modifikovanih meta su prikazani na slici 4.7.1.

Tabela 4.7.1 Uslovi i parametri femtosekundnog laserskog ozračivanja, Ti:Safirnim laserom, legure Ti6Al4V

Laser	Femtosekundni Ti:Safirni
Legura	Ti6Al4V
Talasna dužina (nm)	775 nm
Dužina trajanja impulsa (fs)	~ 200
Broj akumuliranih impulsa	1, 2, 5, 10, 50, 100, 200, 400
Energije impulsa (μJ)	2,5 \pm 0,2; 5,0 \pm 0,2; 10,0 \pm 0,5; 25 \pm 2 (u vazduhu); 100 \pm 5; 250 \pm 10
Uslovi ozračivanja	Standardni atmosferski uslovi; Kontrolisana atmosfera azota, P = 1000 mbar
Gustine energija (fluensi) (J/cm^2)	vazduh: 0,22; 0,44; 0,90; 2,20; 8,90; 22,2; azot: 0,16; 0,31; 0,63; 6,28; 15,7



Slika 4.7.1 a) Izgled površine legure Ti6Al4V nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i sa trajanjem impulsa od 200 fs; b) raspored meta ozračivanja gde svaka matrica (3 x 3 ili 2 x 2) predstavlja jedno ozračivanje mete uzorka sa istim brojem i istom vrednošću energije impulsa [144]

Ablacija. Površinski efekti

Na slikama 4.7.2, 4.7.3 i 4.7.4 su prikazane SEM mikrofotografije meta uzorka legure Ti6Al4V ozračene femtosekundnim laserom u vazduhu i atmosferi azota. Očigledno je da su oštećenja površine legure istaknutija sa povećanjem broja i vrednosti energija impulsa. Napominje se da će se rezultati ozračivanja legure Ti6Al4V femtosekundnim laserskim zračenjem posmatrati kroz dva režima u odnosu na vrednost gustine energije: režim niske vrednosti gustine energije i režim visoke vrednosti gustine energije.

SEM mikroskopija

Režim niske vrednosti gustine energije ($N_P = 1, 2, 5$) (vazduh)

Kod broja impulsa od 1, 2 i 5 i vrednosti energija impulsa od 2,5 i 5 μJ, vrednosti gustina energija su značajno ispod 1 J/cm² i ovo se smatra režimom niske vrednosti gustine energije. Ovaj režim obuhvata ozračivanje sa vrednošću gustine energije iznad praga oštećenja koji daje male morfološke promene i plitke kratere, što se vidi sa SEM mikrofotografija (slika 4.7.2a1-a2,b1-b2,c1-c2). U ovom režimu, interakcija laser-materijal se karakteriše uniformno raspoređenim promenama u topografiji: promena hrapavosti površine bez vidljivih hidrodinamičkih efekata i pojava LIPSS struktura ka periferiji oštećene površine. Nema istaknutih površinskih oštećenja nakon dejstva jednog

ili dva impulsa sa vrednošću energije od 2,5 μJ ($F = 0,21 \text{ J/cm}^2$) (slika 4.7.2). Promene su intenzivnije nakon 5 akumuliranih impulsa vrednosti gustine energije $F = 0,21 \text{ J/cm}^2$.

Režim visoke vrednosti gustine energije ($N_P = 1, 2, 5$) (vazduh)

Ozračivanje laserom sa vrednostima energija impulsa od 10 do 250 μJ i odgovarajućim vrednostima gustina energija blizu ili više od 1 J/cm^2 , tj. režim visoke vrednosti gustine energije, daje sledeće morfološke promene: plitki „bazeni“ otopljenog materijala sa 5 akumuliranih impulsa vrednosti energije 25 μJ (slika 4.7.2c4) i otisci ozračivanja indukovani vrednostima energija impulsa od 100 do 250 μJ (slika 4.7.2a5-a6, b5-b6, c5-c6), očvršćavanje otopljenog materijala u centru oštećene mete čak i nakon dejstva jednog impulsa (slika 4.7.2a3-a6) i nakon multimpulsnog režima sa vrednostima energija od 100 do 250 μJ (slika 4.7.2b5-b6, c5-c6), bez istaknutog formiranja kratera i LIPSS struktura na obodima modifikovanih meta (slika 4.7.2a3-a4, b3-b4).

Režim niske vrednosti gustine energije (broj impulsa $N_P = 10, 100, 400$) (vazduh)

Povećanje broja impulsa u režimu niske vrednosti gustine energije, ispod 1 J/cm^2 , kao što je očekivano, uzrokuje izraženije površinske promene kao što su: „bazen“ očvrsnulog prethodno istopljenog materijala u centru oštećene mete, nakon 10 akumuliranih impulsa (slika 4.7.3a1-a2), paralelne površinske strukture u centru oštećene mete, nakon 10 i 100 akumuliranih impulsa (slika 4.7.3a1-a2, b1-b2), istaknuti krateri indukovani sa 400 akumuliranih impulsa (slika 4.7.3c1-c2) i dobro definisane LIPSS strukture na ivicama zidova kratera slika (4.7.3c1-c2). Može se zaključiti da se blaga ablacija tj. preraspodela materijala javlja nakon ozračivanja laserom sa 10 do 100 akumuliranih impulsa dok efikasnije uklanjanje materijala i, samim tim, efektivna ablacija (koja rezultuje u izraženijim kraterima) se javlja nakon većeg broja impulsa.

Režim visoke vrednosti gustine energije (broj impulsa $N_P = 10, 100, 400$) (vazduh)

SEM mikrofotografije oštećene mete nakon ozračivanja sa visokim vrednostima gustina energija, iznad 1 J/cm^2 (slika 4.7.3) i broj impulsa od 10 do 400 daje izraženije topografske promene: krateri u centru mete uzorka (slika 4.7.3a4-a6, b3-b6, c3-c6), „šiljci“ očvrsnulog prethodno istopljenog materijala u centru oštećene mete nakon 100 akumuliranih impulsa (slika 4.7.3b3-b4) i očvrsnuli prethodno istopljeni materijal na periferiji i u unutrašnjosti kratera (slika 4.7.3b5-b6, c3-c6). Ove pojave i promene materijala impliciraju da se javlja ablacija i uklanjanje materijala legure sa površine.

Režim niske i visoke vrednosti gustine energije ($N_P = 1$) (atmosfera azota)

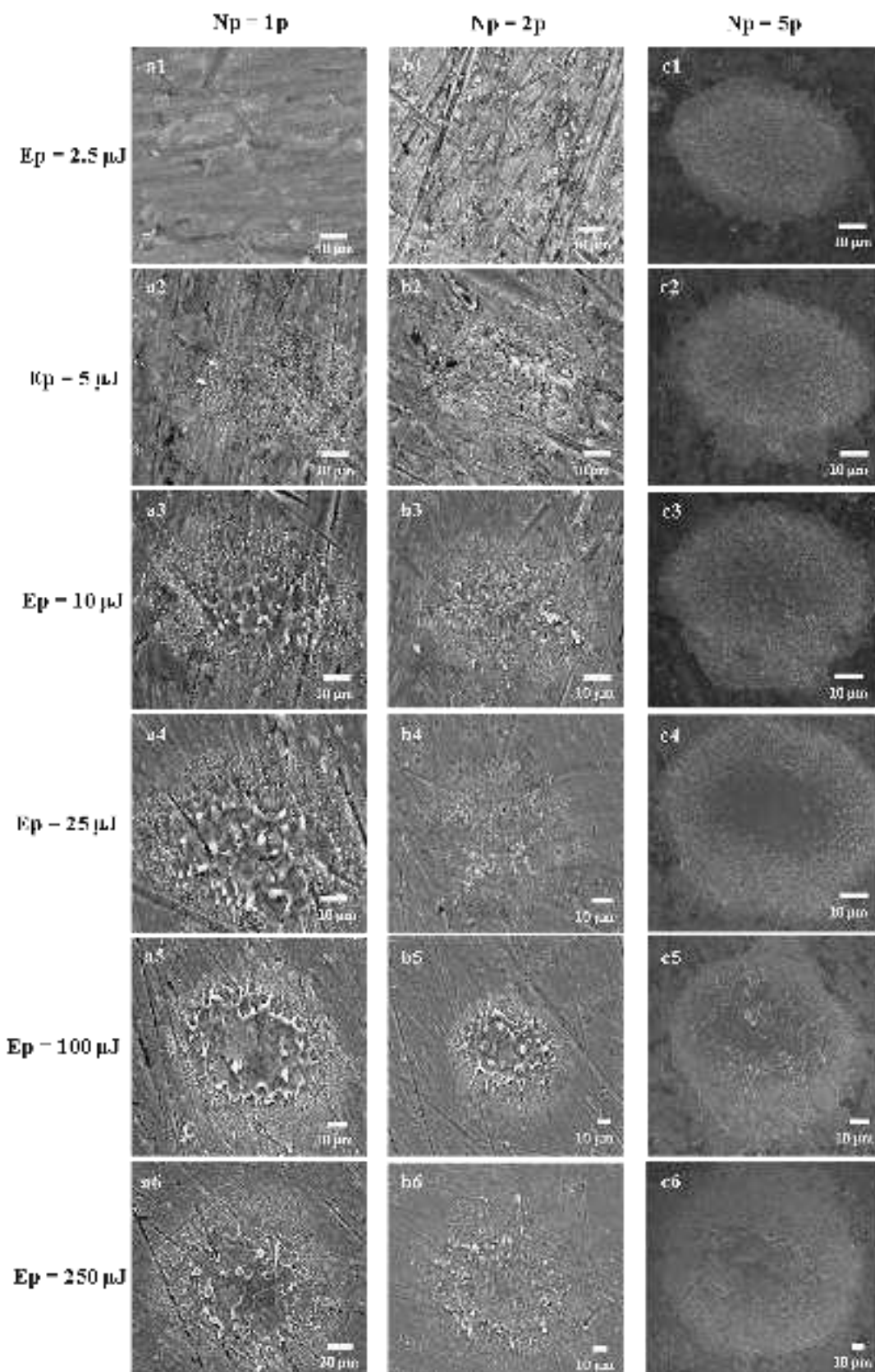
Za vrednosti energija impulsa od 2,5 i 5 μJ , u atmosferi azota, vrednosti gustina energija su ispod 1 J/cm^2 . Očekivano, ovo ozračivanje daje male promene na površini bez dubokih kratera (slika 4.7.4). Nema hidrodinamičkih efekata i LIPSS strukture nisu uočene u ovom monoimpulsnom režimu ozračivanja.

Nakon ozračivanja sa vrednostima energija impulsa od 100 i 250 μJ tj. kada je vrednost gustine energije veća od 1 J/cm^2 , formiraju se plitki „bazeni“ sa otopljenim i očvrsnulim materijalom u centru modifikovane mete, a na periferiji, za razliku od vazduha, dolazi do formiranja LIPSS struktura pri vrednosti gustine energije od $15,7 \text{ J/cm}^2$ (slika 4.7.4). Zaključuje se da ovaj monoimpulsni režim izaziva blagu, nekompletanu ablaciju.

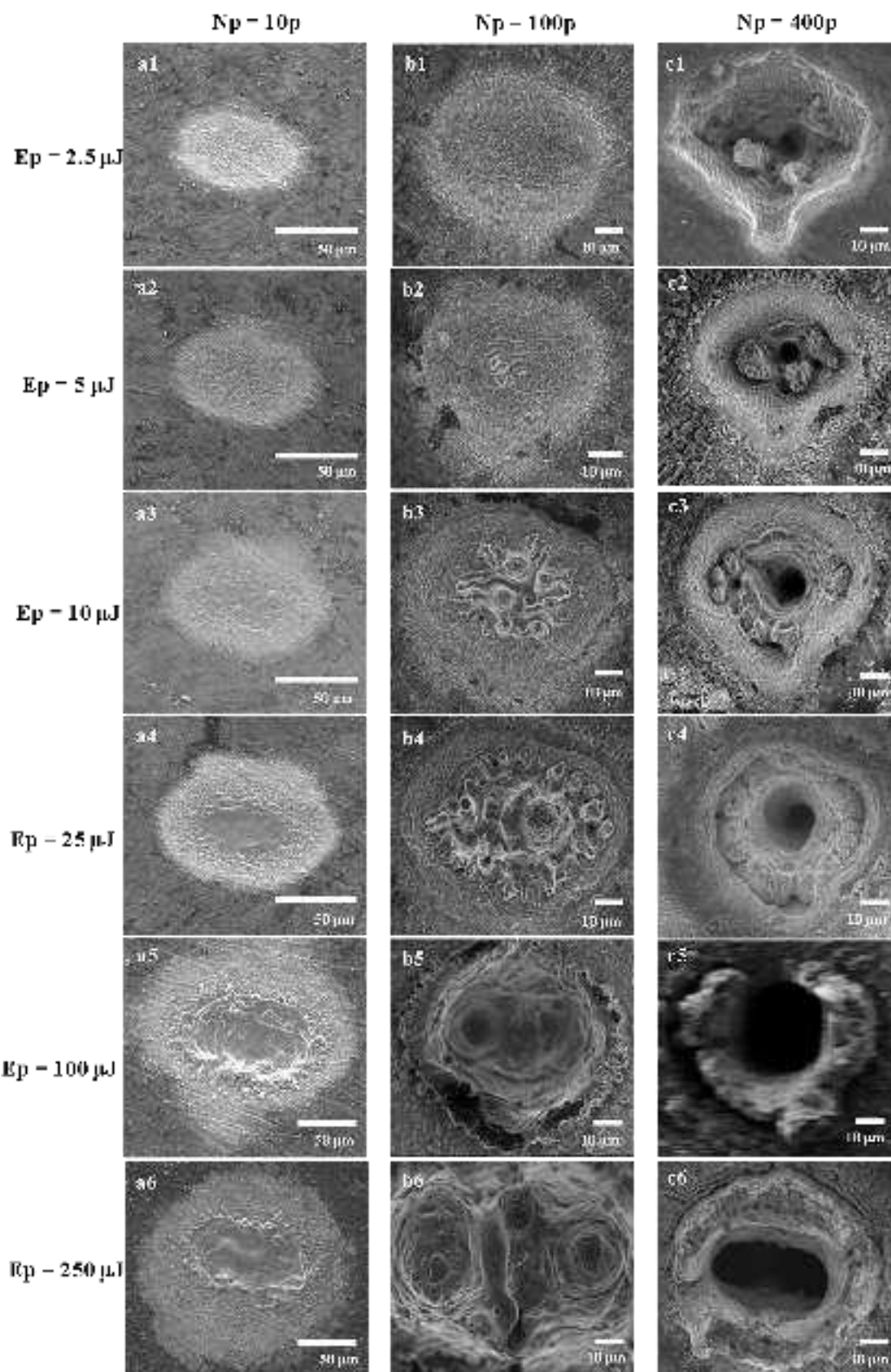
Režim niske i visoke vrednosti gustine energije ($N_p = 10, 100, 400$) (atmosfera azota)

Sa povećanjem broja akumuliranih impulsa, dolazi do istaknutijih morfoloških promena. U režimu niske vrednosti gustine energije, za razliku od vazduha, primetno je formiranje LIPSS struktura uniformno raspoređenih preko cele oblasti modifikovane mete nakon 10 impulsa i $F = 0,16 \text{ J/cm}^2$ kao i LIPSS strukture izraženije na periferiji mete (ali ih ima i u centru mete, manje izražene) nakon 100 akumuliranih impulsa i sa $F = 0,31 \text{ J/cm}^2$ (slika 4.7.4). Nije uočena pojava dubokih kratera.

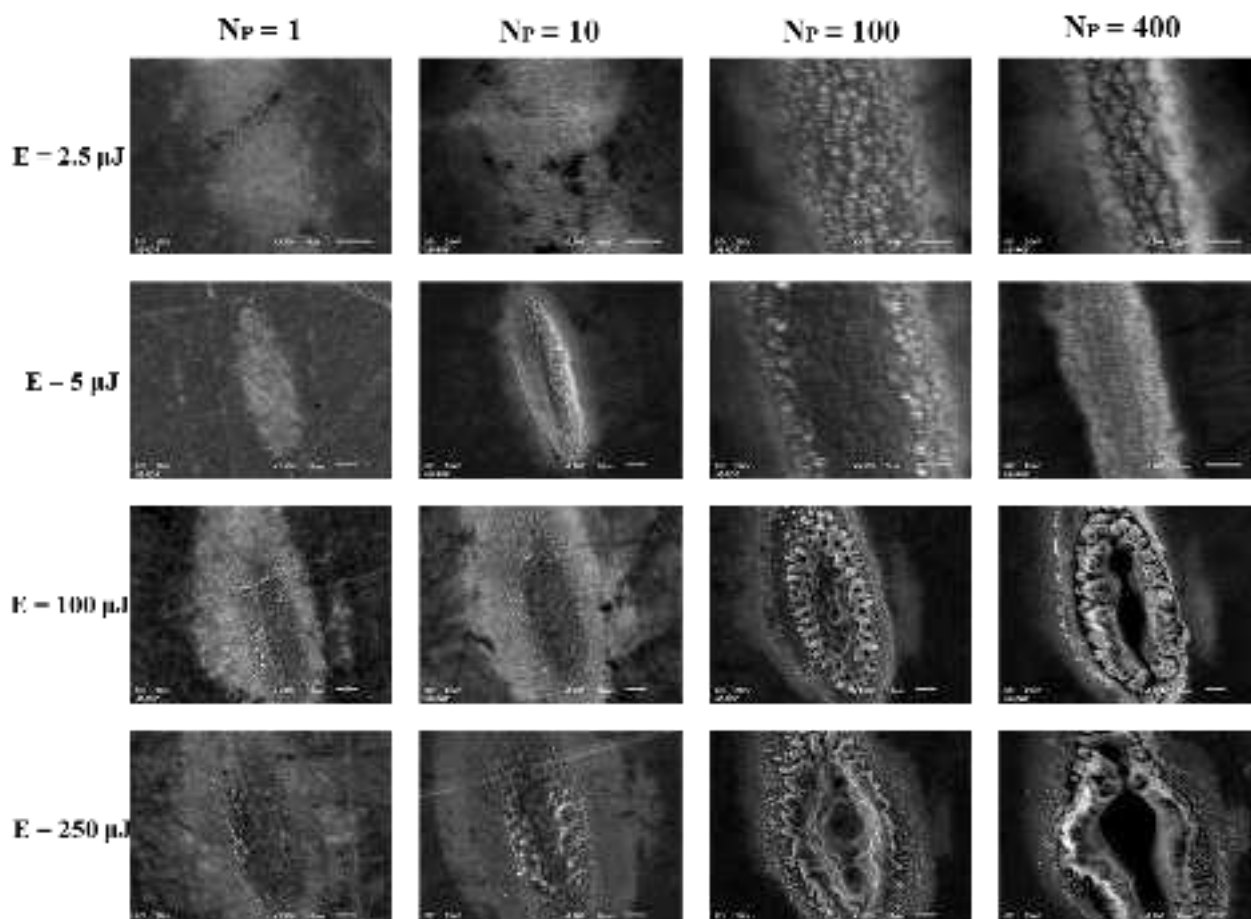
Kod režima visoke vrednosti gustine energije, sa brojem impulsa $N_p \geq 10$, dolazi do jačih površinskih promena u vidu: dubokih kratera u centru mete sa 400 akumuliranih impulsa, „šiljaka“ prethodno otopljenog, a zatim ohlađenog i očvrsnulog materijala u centru mete već nakon 10 akumuliranih impulsa i urušavanje zidova kratera na pojedinim delovima modifikovane mete nakon 100 impulsa (slika 4.7.4). Pojava LIPSS struktura je, kao kod vazduha, uočena i izražena na periferiji oštećene, odnosno modifikovane mete.



Slika 4.7.2 SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs u vazduhu: a1) - a6) 1 impuls; b1) - b6) 2 impulsa; c1) - c6) 5 impulsa sa vrednostima energija impulsa od 2,5 do 250 μJ [144]



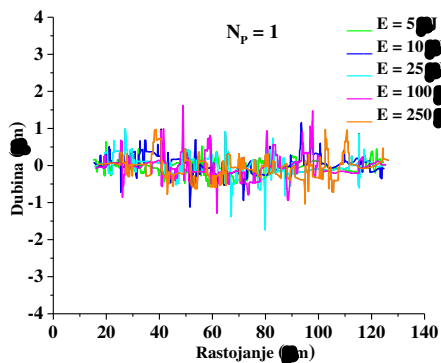
Slika 4.7.3 SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs u vazduhu: a1) - a6) 10 impulsa; b1) - b6) 100 impulsa; c1) - c6) 400 impulsa sa vrednostima energija impulsa od 2,5 do 250 μJ [144]



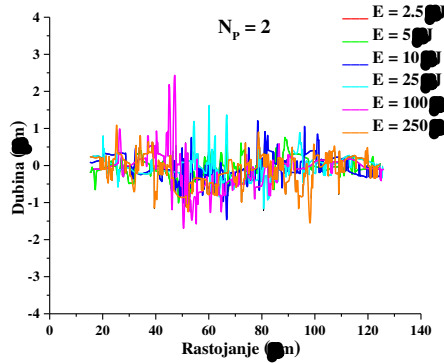
Slika 4.7.4 SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs u atmosferi azota sa različitim brojem akumuliranih impulsa i vrednostima energija impulsa datim u slici

Profilometrijska analiza

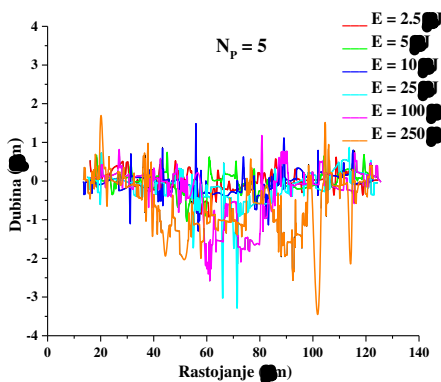
Nakon SEM analize, karakterizacija legure nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem je ispitivana optičkom profilometrijom i rezultati prikazani kroz 2D profile uzorka. Analiza oštećenih meta uzorka sa povećanjem vrednosti energije impulsa pri konstantnom broju impulsa za vazduh i atmosferu azota su date na slikama 4.7.5 i 4.7.6. Zavisnosti površinskih parametara, kao što su prosečna hrapavost materijala, maksimalna dubina i površina oštećene mete od povećanja broja i vrednosti energije impulsa su date na slikama 4.7.7, 4.7.9 i 4.7.10a za vazduh, a na slikama 4.7.8 i 4.7.10b za atmosferu azota.



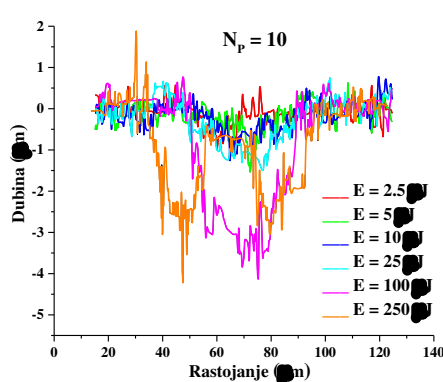
a)



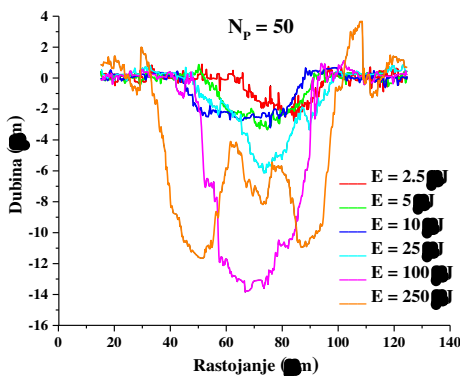
b)



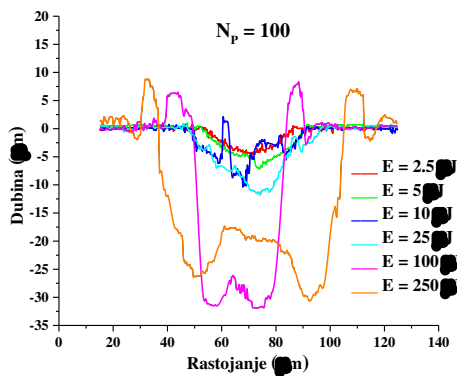
c)



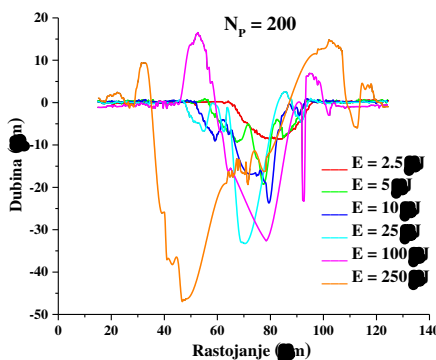
d)



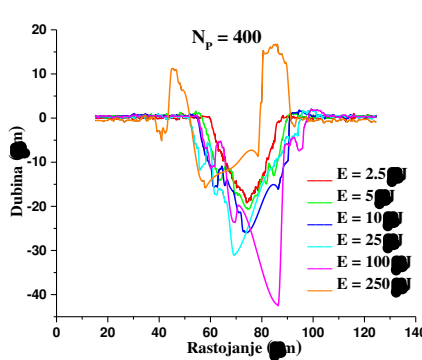
e)



f)

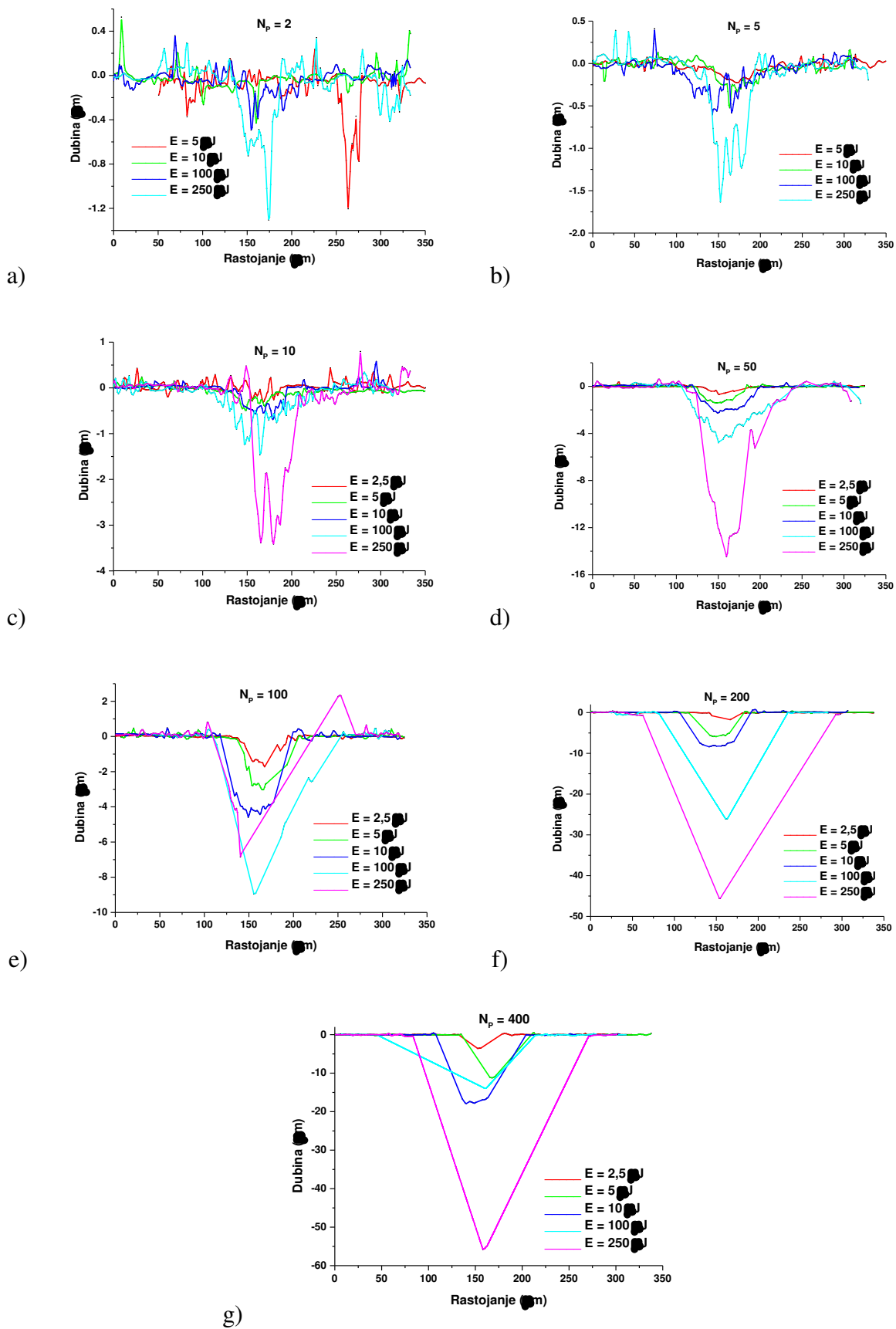


g)



h)

Slika 4.7.5 2D profili površine legure Ti6Al4V nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs u vazduhu sa različitim brojem impulsa i vrednostima energija impulsa [144]



Slika 4.7.6 2D profili površine legure Ti6Al4V nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs u atmosferi azota sa različitim brojem impulsa i vrednostima energija impulsa

$N_P = 1, 2, 5$ (vazduh)

2D površinski profili nakon ozračivanja jednim impulsom, sa povećanjem vrednosti energije od 5 do 250 μJ , slika 4.7.5a, u vazduhu, pokazuje da su najizraženije karakteristike oštećene mete površinska talasastost, odnosno povećanje hrapavosti površine, u režimu visoke vrednosti gustine energije ili neznatno povećana površinska hrapavost, u režimu niske vrednosti gustine energije. Merenja pokazuju da je, za oba režima gustine energije, ukupna vrednost prosečne hrapavosti od 0,20 μm , približna prosečnoj vrednosti hrapavosti neozračene površine, 0,18 μm . Kod vrednosti gustina energija blizu ili iznad 1 J/cm^2 , nakon ozračivanja jednim impulsom pri vrednostima energija impulsa od 25, 100 i 250 μJ , javlja se površinska talasastost ($\sim 1 \mu\text{m}$).

Nakon dejstva 2 akumulirana impulsa, površinski profili su slični onima nakon dejstva jednog impulsa, sa prosečnom vrednošću površinske hrapavosti od 0,22 μm (slika 4.7.5b), koja je povećana za faktor 1,2 u odnosu na neozračenu površinu. Evolucija površinskog profila nakon 5 akumuliranih impulsa je prikazana na slici 4.7.5c. Formiranje plitkih kratera se može posmatrati nakon 5 impulsa i pri vrednostima energija impulsa od 100 i 250 μJ . Ovi rezultati su u saglasnosti sa SEM analizom i generalni zaključak je da 1, 2 i 5 akumuliranih impulsa uzrokuju blagu ablaciju.

$N_P = 2, 5$ (atmosfera azota)

Što se tiče atmosfere azota, površinska talasastost je primetna u režimu niske vrednosti gustine energije sa 2 akumulirana impulsa (slika 4.7.6a). Kod vrednosti energija impulsa većih od 10 μJ , formiraju se plitki krateri vrednosti dubine $\sim 1,3 \mu\text{m}$. Sa 5 akumuliranih impulsa, pojava plitkih kratera je očigledna kod vrednosti energija impulsa od 10 i 100 μJ sa prosečnom vrednošću dubine od $\sim 0,6 \mu\text{m}$ dok kod vrednosti energije impulsa od 250 μJ , javlja se dublji krater sa vrednošću dubine od $\sim 1,6 \mu\text{m}$ (slika 4.7.6b).

$N_P = 10$ (vazduh i atmosfera azota)

Sa 10 akumuliranih impulsa i vrednostima energija impulsa od 2,5 do 25 μJ , formiraju se samo plitki krateri vrednosti dubine od $\sim 1,5 \mu\text{m}$ i površinska hrapavost se povećava, što se tiče vazduha (slika 4.7.5d). U atmosferi azota, pod ovim uslovima, krateri idu do manje prosečne vrednosti dubine od $\sim 0,5 - 0,6 \mu\text{m}$ (slika 4.7.6c). Nakon 10 akumuliranih impulsa sa vrednostima energija impulsa od 100 i 250 μJ , u vazduhu, krateri postaju izraženiji i dolazi do povećanja njihove vrednosti dubine do $\sim 4 - 5 \mu\text{m}$ dok u atmosferi azota, ova vrednost dubine je opet manja od vazduha i ide do $\sim 3,4 \mu\text{m}$.

$N_P = 50, 100$ (atmosfera vazduha i azota)

2D profili dobijeni nakon dejstva 50 i 100 impulsa, za vazduh, slika 4.7.5e-f, pokazuju formiranje kratera pri svim vrednostima energija impulsa, kao i povećanje vrednosti maksimalne dubine kratera sa povećanjem vrednosti energije i to, od 2,8 μm i 4,93 μm pri vrednosti energije od 2,5 μJ pa sve do 14 μm i 33,15 μm pri vrednosti energije od 100 μJ , nakon 50 i 100 akumuliranih impulsa, redom. Lasersko ozračivanje sa vrednostima energija impulsa od 2,5 do 100 μJ je uzrokovalo efikasnu ablaciju i uklanjanje materijala sa površine, formirajući krater sa dobro

definisanim zidovima kratera. Izbačeni otopljeni materijal, očvrstnut na obodima kratera, je hidrodinamički efekat uzrokovan topljenjem i brzim hlađenjem materijala između impulsa.

Kod laserskog ozračivanja sa 50 i 100 impulsa pri najvećoj energiji od 250 μJ , u vazduhu, krateri su okarakterizovani očvrstnutim prethodno izbačenim otopljenim materijalom na ivicama kratera, „šiljcima“ očvrstnutog prethodno otopljenog materijala unutar kratera i, samim tim, blago smanjenom vrđnošću maksimalne dubine, 11,8 μm i 30,9 μm , kod dejstva 50 i 100 impulsa, redom. Urušavanje ivica kratera takođe doprinose ovome.

Za atmosferu azota se mogu dati sledeći zaključci. Takođe se javljaju krateri kod oba režima vrednosti gustina energija (slika 4.7.6d-e). Maksimalne dubine kratera u režimu niske vrednosti gustine energije idu do 2,3 i 4,6 μm za 50 i 100 impulsa, redom, dok u režimu visoke vrednosti gustine energije, dubine idu do 6,8 i 14,4 μm , redom. Kod vrednosti energija impulsa od 250 μJ i $N_p = 100$, dolazi do smanjenja vrednosti dubine ablacije zbog urušavanja zidova kratera u centar ozračene površine pa je vrednost dubine smanjena do 6,8 μm (slika 4.7.6e). I ovde, kao u vazduhu, se može reći da je došlo do efikasne ablacije materijala sa površine legure.

$N_p = 200, 400$ (vazduh i atmosfera azota)

Dalje povećanje broja akumuliranih impulsa takođe rezultuje u formiranju kratera i progresija dimenzija kratera nakon 200 i 400 impulsa u vazduhu i atmosferi azota su dati na slikama 4.7.5g-h i 4.7.6f-g. Modifikacija površine legure nakon 200 akumuliranih impulsa u vazduhu se karakteriše topljenjem i uklanjanjem materijala (slika 4.7.5g). Dobro definisan krater, vrednosti dubine 9,14 μm , bez hidrodinamičkih efekata na obodima, se javlja pri vrednosti energije impulsa od 10 μJ . Dodatno povećanje broja impulsa uzrokuje povećanje vrednosti maksimalne dubine kratera do 47,5 μm , pri vrednosti energije od 250 μJ , ali ovde dolazi do izraženih hidrodinamičkih efekata, kao što su očvrstnuti prethodno otopljeni materijal na obodima kratera i „šiljci“ otopljenog materijala unutar kratera pri vrednostima energija od 100 i 250 μJ . Može se zaključiti da je ablacija vodila ka delimičnom uklanjanju materijala ozračene legure.

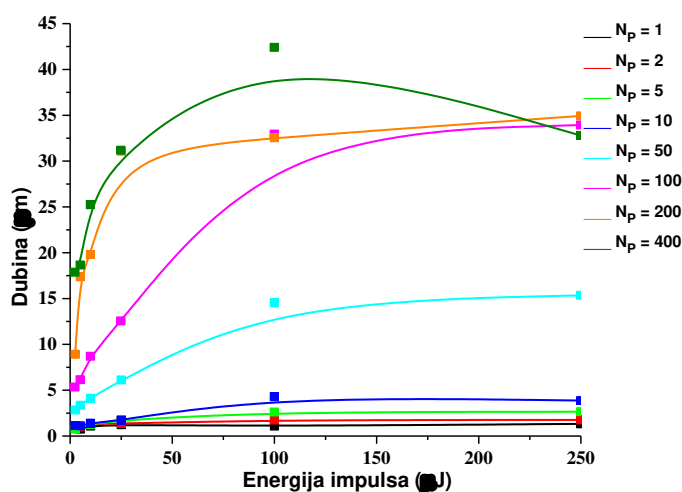
Povećanje vrednosti dubine kratera od 19,8 μm do 43 μm je vidljivo nakon 400 akumuliranih impulsa i pri vrednostima energija impulsa od 2,5 do 100 μJ (slika 4.7.5h). Ovi krateri imaju dovoljno dobro definisan oblik, sa sporadičnim „šiljcima“. Međutim, ozračivanje laserom sa 400 impulsa i vrednosti energije od 250 μJ uzrokuje preterano topljenje i nedovoljno uklanjanje otopljenog materijala što se može pripisati urušavanju ivica kratera (površina oštećene mete se proširila) u sam krater što dovodi do smanjenja vrednosti dubine kratera do 16 μm .

U atmosferi azota, sa 200 akumuliranih impulsa, vidi se porast vrednosti dubine ablacije sa povećanjem vrednosti energije impulsa (slika 4.7.6f). Dolazi do topljenja materijala i njegovog uklanjanja iz centra bez izraženih hidrodinamičkih efekata i urušavanja zidova kratera u centar mete. Vrednost maksimalne dubina je slična kao u vazduhu, pri 200 impulsa, i iznosi oko 45,6 μm .

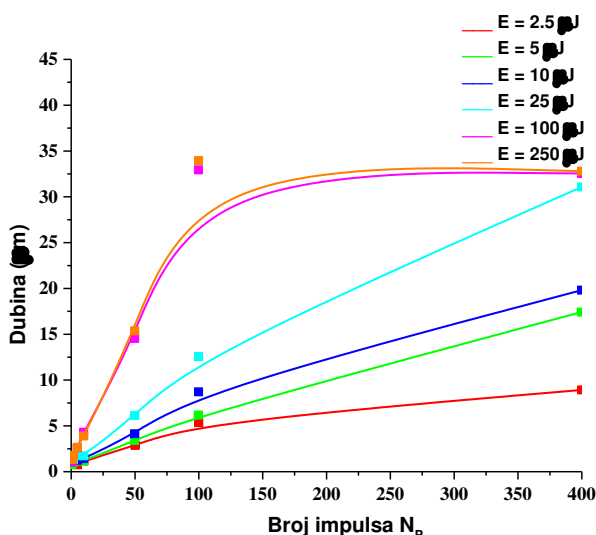
Kod najvećeg broja impulsa, u atmosferi azota, u režimu niske vrednosti gustine energije, krateri dostižu vrednost dubine od 17,8 μm (slika 4.7.6g). Međutim, u režimu visoke vrednosti gustine energije, za razliku od vazduha, kod vrednosti energije impulsa od 100 μJ , dolazi do drastičnog smanjenja vrednosti dubine ablacije na ~ 13,8 μm dok kod vrednosti energije impulsa od 250 μJ , i dalje se nastavlja trend povećanja vrednosti dubine pa se dobija najveća dostignuta vrednost dubine ablacije od 55,7 μm , u ovim eksperimentalnim uslovima.

Kako se vrednost energija impulsa povećava do 10 μJ i iznad, topljenje i rezultujući „bazen“ otopljenog materijala se javlja, čak i nakon dejstva jednog impulsa. U svrhu obrađivanja legure, dovoljno „čist“ krater se može dobiti unutar opsega vrednosti energija impulsa do 100 μJ i sa ne više

od 100 akumuliranih impulsa. Sa nižom vrednošću energije, npr. 10 μJ , čak i kod dejstva do 400 impulsa se može postići kontrolisano dobijanje kratera. Vrednosti maksimalnih dubina u funkciji od vrednosti energija i broja akumuliranih impulsa su date na slikama 4.7.7 i 4.7.8 za vazduh i atmosferu azota, redom.



a)



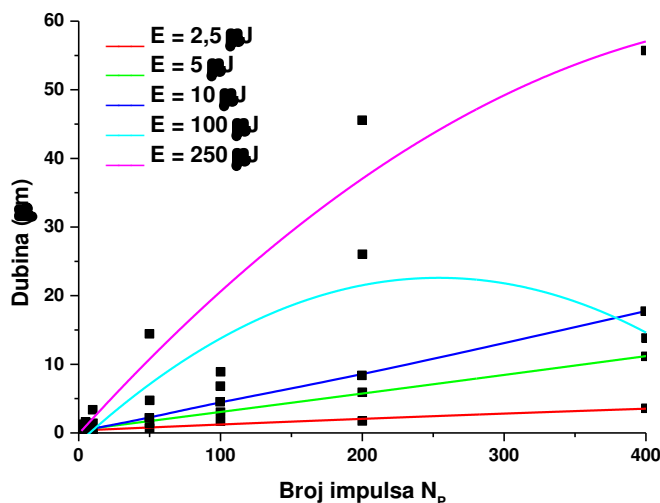
b)

Slika 4.7.7 Grafici zavisnosti vrednosti maksimalne dubine površine legure Ti6Al4V nakon dejstva femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs, u vazduhu, u funkciji od: a) vrednosti energija impulsa od 2,5 do 250 μJ i b) broja impulsa od jednog do 400 akumuliranih impulsa [144]

Zavisnost vrednosti maksimalne dubine u odnosu na vrednost energije impulsa, za vazduh, pokazuje da se vrednost maksimalne dubine povećava sa povećanjem vrednosti energije impulsa, sve do 100 μJ i 100 akumuliranih impulsa, slika 4.7.7a. Sa daljim povećanjem vrednosti energije do 250 μJ , vrednost maksimalne dubine pri broju impulsa od 1 do 100 dostiže saturaciju. Ova nemogućnost dubljeg bušenja se menja sa 200 akumuliranih impulsa, s obzirom da maksimalne dubine pokazuju konstantan porast sa energijom impulsa. Kod 400 akumuliranih impulsa lasera, vrednost maksimalne dubine se povećava sa vrednošću energije impulsa do 100 μJ , gde, umesto daljeg povećanja ili saturacije, dolazi do smanjenja vrednosti dubine ukazujući na nemogućnost uklanjanja otopljenog (i urušenog) materijala.

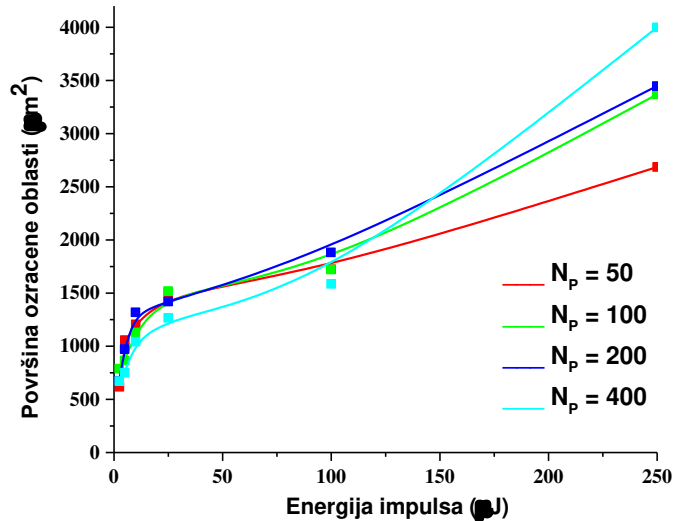
Zavisnost vrednosti maksimalne dubine od broja akumuliranih impulsa lasera, slika 4.7.7b, pokazuje slične karakteristike. Vrednost maksimalne dubine se povećava do 200 akumuliranih impulsa, nakon čega vrednost dubine praktično opada očigledno zbog redepozicije materijala nazad u krater, odnosno nemogućnosti da se materijal efikasno ukloni, i urušavanja ivica kratera.

U atmosferi azota, zavisnost vrednosti maksimalne dubine od broja akumuliranih impulsa pokazuje da kod vrednosti energija nižih od 10 μJ , vrednost dubine raste sa porastom impulsa čak i nakon $N_p = 400$ dok kod vrednosti energija impulsa od 100 i 250 μJ , vrednost dubine raste do 200 impulsa nakon čega dubina opada, posebno za $E = 100 \mu\text{J}$ (slika 4.7.8).



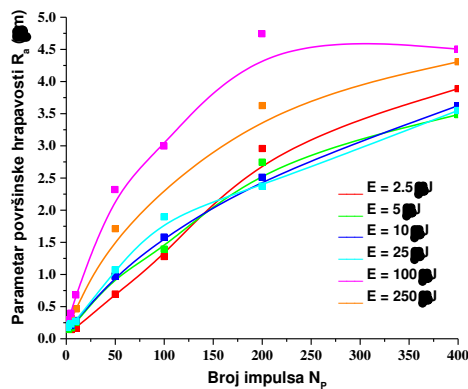
Slika 4.7.8 Grafik zavisnosti maksimalne dubine površine legure Ti6Al4V nakon dejstva femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs, u atmosferi azota, u funkciji od broja impulsa pri različitim vrednostima energija impulsa

Povećanjem vrednosti energija impulsa povećava se vrednost površine modifikovane mete, odnosno efektivni dijametar oštećenja jer se vrednost energije praga oštećenja u gausovskom snopu udaljava od centra čime se proširuje oblast kratera. Ovo je vidljivo na slici 4.7.9.

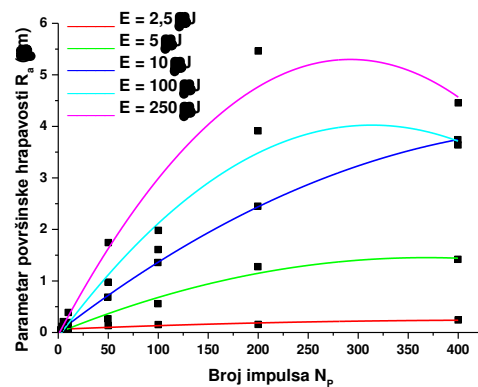


Slika 4.7.9 Zavisnost površine modifikovane mete legure Ti6Al4V, nakon ozračivanja femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs, u vazduhu, sa vrednostima energija impulsa od 2,5 do 250 μJ i pri broju akumuliranih impulsa od 50 do 400 [144]

Dijagrami zavisnosti vrednosti prosečne hrapavosti površine modifikovane mete sa povećanjem broja impulsa je prikazan na slici 4.7.10. Evidentno je da ozračivanje femtosekundnim laserskim zračenjem dovodi do povećanja vrednosti hrapavosti u proseku od 3,8 μm nakon 400 akumuliranih impulsa za vazduh i oko 5,5 μm nakon 200 akumuliranih impulsa za atmosferu azota.



a)



b)

Slika 4.7.10 Zavisnost prosečne površinske hrapavosti postignute na površini legure Ti6Al4V, nakon dejstva femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm i trajanjem impulsa od 200 fs, u odnosu na različit broj impulsa i vrednosti energija impulsa u: a) vazduhu [144] i b) atmosferi azota

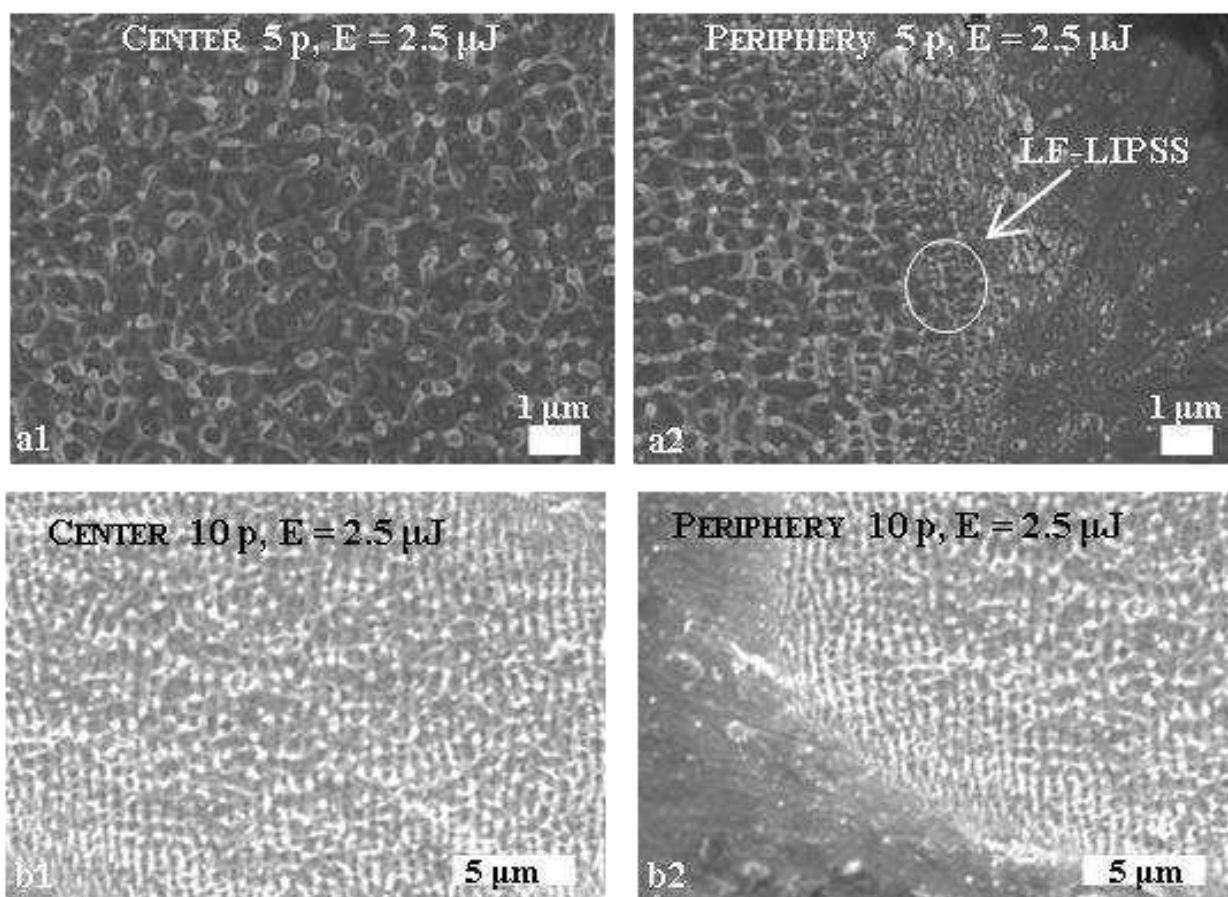
Postoje studije koje predlažu da su oblasti niske i visoke vrednosti gustine energije definisane optičkom dubinom penetracije i elektronskom toplotnom provodljivošću, redom [145, 146]. Studije pokazuju da ove oblasti mogu biti određene ukrštanjem linearnog fitovanja brzine ablacije (maksimalna dubina ablacije po impulsu), kao funkcija gustine energije lasera za trajanje impulsa od 80 fs, talasna dužina od 800 nm, maksimalna energija 1 mJ i brzina repeticije od 1 kHz, kada je meta

titanska i modifikacija se radi u vakuumu [145] ili se gustina energije od 1 J/cm^2 smatra karakterističnom vrednošću između režima niske i visoke gustine energije za čišćenje legure Ti6Al4V laserskim zračenjem sa 100 akumuliranih impulsa, trajanjem impulsa od 130 fs, na talasnoj dužini od 790 nm i brzinom repeticije od 1 kHz [146]. Međutim, što se tiče našeg ozračivanja legure Ti6Al4V, povećanje broja impulsa i brzina repeticije od 2kHz, kao i različiti nivoi pripreme površine legure, ablacija femtosekundnim laserom uzrokuje izražene površinske karakteristike, kao što su krateri, čak i kada se primenjena gustina energije smatra „niskom“. Ovo je razlog zašto upotrebljavamo terminologiju „režim niske vrednosti gustine energije“ i „režim visoke vrednosti gustine energije“, što se tiče ne samo gustine energije nego i broja impulsa.

LIPSS strukture

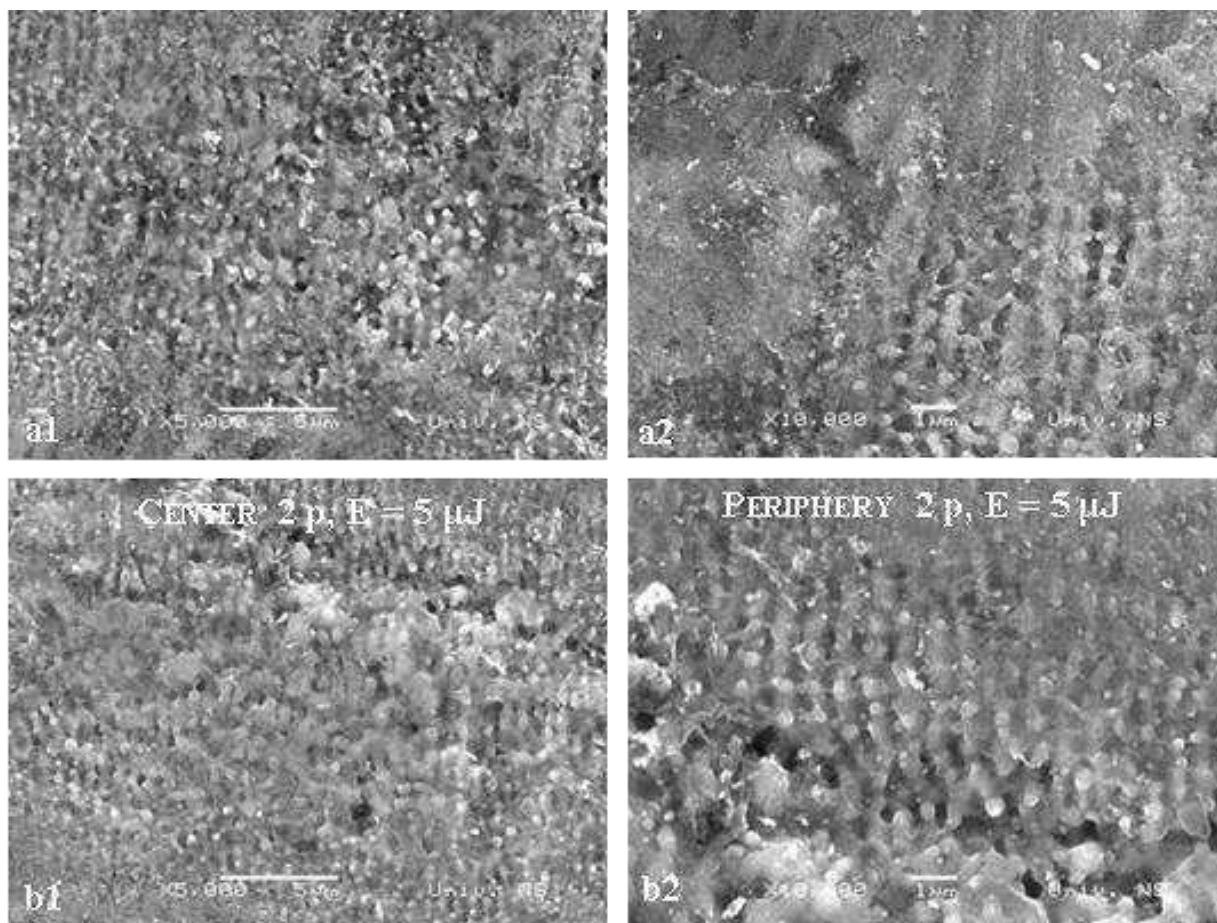
Detaljnija SEM analiza ozračenih površina otkriva pojavu periodičnih površinskih struktura, slike 4.7.11, 4.7.12 i 4.7.13. Mehanizam formiranja LIPSS struktura je opisan u teorijskom delu disertacije. Fundamentalno, LIPSS strukture su kompleksne jer njihovo formiranje uključuje „kombinaciju“ termalnih i potencijalno hidrodinamičkih ili hemijskih efekata.

Paralelne i oblik mreže LIPSS strukture se mogu posmatrati pri vrednosti energije impulsa od $2,5 \mu\text{J}$ (slika 4.7.11). Nakon 5 akumuliranih impulsa, LIPSS strukture kao mreža, sa vrednostima perioda od $\sim 670 \text{ nm}$, se mogu videti u centru mete, slika 4.7.11a1. Bolje definisane paralelne strukture su vidljive na periferiji modifikovane mete (slika 4.7.11a2). Vrednosti perioda ovih struktura opadaju do 150 nm prema periferiji mete. Ove strukture evoluiraju u periodične paralelne brazde nakon 10 akumuliranih impulsa pri istoj vrednosti energije impulsa lasera, slika 4.7.11b1-b2. Periodične strukture u obliku paralelnih brazdi su vidljive preko cele mete ozračene laserskim zrakom, sa prosečnom vrednošću perioda od $\sim 700 \text{ nm}$ u centru, slika 4.7.11b1, i $\sim 570 \text{ nm}$ na periferiji, slika 4.7.11b2. Niskofrekventne paralelne periodične površinske strukture (LF-LIPSS) zavise od talasne dužine laserskog zraka i polarizacije zraka i njihova vrednost teorijske periode je oko 775 nm [147].



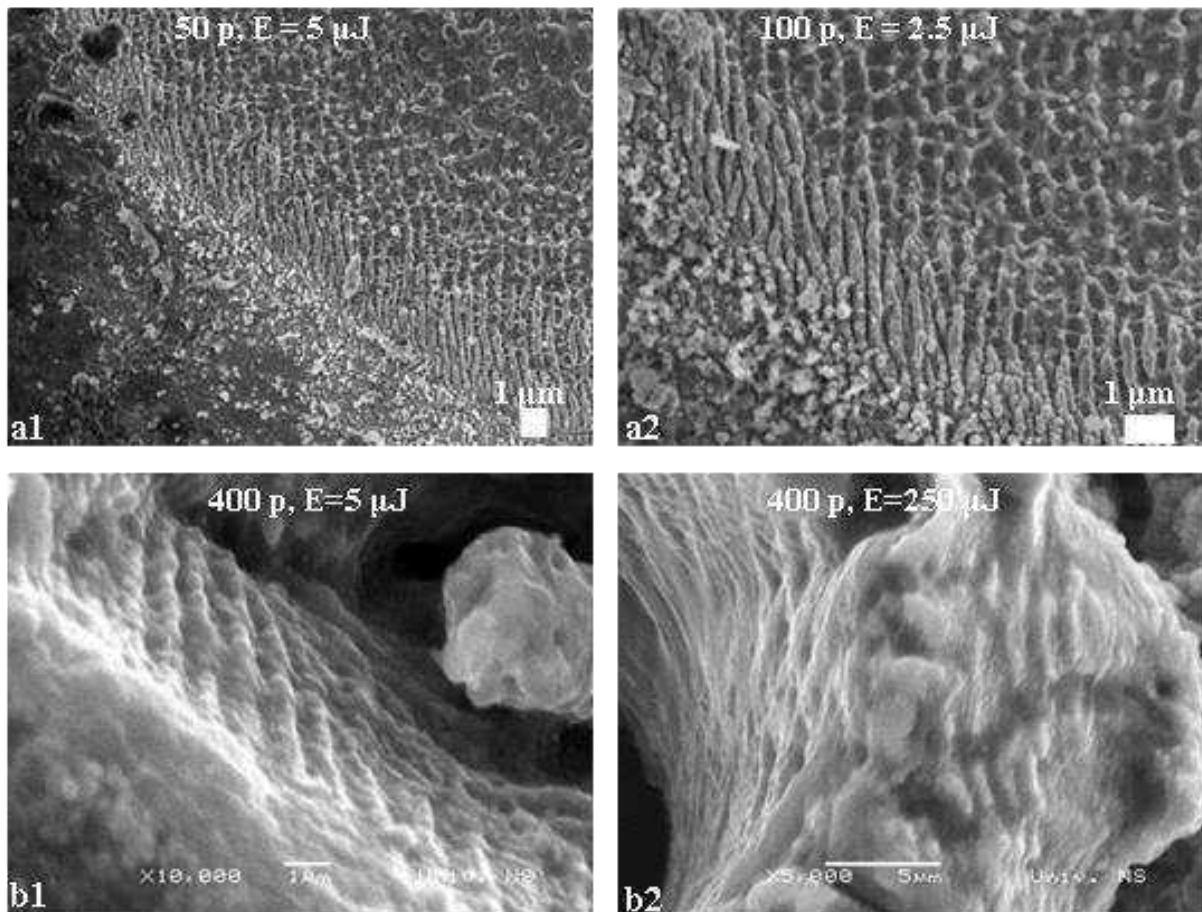
Slika 4.7.11 Periodične površinske strukture formirane na površini legure Ti6Al4V, nakon femotsekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm, trajanje impulsa 200 fs i vrednosti energija impulsa od 2,5 μJ , u centru i na periferiji ozračenih meta: a1) - a2) centar i periferija nakon 5 impulsa; b1) - b2) centar i periferija nakon 10 akumuliranih impulsa [144]

Pojava LIPSS struktura je vidljiva na površini legure Ti6Al4V čak i nakon jednog i dva impulsa, kao i povećanje vrednosti energije impulsa na 5 μJ , slika 4.7.12a1-a2. Primećeno je da se vrednosti perioda smanjuju ka periferiji modifikovane površine; prosečna vrednost periode u centru je oko 710 nm (slika 4.7.12a1,b1) dok se na periferiji smanjuje do 530 nm (slika 4.7.12a2,b2).



Slika 4.7.12 Periodične površinske strukture formirane na površini legure Ti6Al4V nakon femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm, trajanje impulsa 200 fs i vrednosti energija impulsa od 5 μ J, u centru i na periferiji ozračenih meta: a1) - a2) centar i periferija nakon jednog impulsa; b1) - b2) centar i periferija nakon 2 impulsa [144]

Sa povećanjem vrednosti energije i broja impulsa, strukture se formiraju pri svim vrednostima energija impulsa, uglavnom na periferiji mete što se tiče većih vrednosti energija impulsa, slika 4.7.13. Vrednosti perioda se smanjuju sa brojem impulsa tako da je prosečna perioda nakon 100 impulsa \sim 400 nm, samim tim kreirajući visokofrekventne LIPSS strukture (HF-LIPSS) sa periodom od oko 60% od talasne dužine lasera, slika 4.7.13a2. U slučaju kada se formiraju krateri, zanimljivo je primetiti formiranje struktura čak i na zidovima kratera (slika 4.7.13b1). Dodatno, strukture se mogu posmatrati na „šiljcima“ izbačenog očvrstnalog prethodno istopljenog materijala, slika 4.7.13b2.



Slika 4.7.13 LIPSS strukture formirane na površini legure Ti6Al4V nakon femtosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 775 nm i sa trajanjem impulsa od 200 fs: a1) $N_p = 50$ i $E = 5 \mu\text{J}$, a2) $N_p = 100$ i $E = 2,5 \mu\text{J}$, b1) $N_p = 400$ i $E = 5 \mu\text{J}$, b2) $N_p = 400$ i $E = 250 \mu\text{J}$ [144]

Kroz pregled literature, može se videti da LIPSS strukture dobijene femtosekundnim laserskim zračenjem na talasnoj dužini od 1030 nm, sa vrednošću gustine energije između $0,16$ i 1 J/cm^2 imaju vrednost periode od $720 - 860 \text{ nm}$ [148 - 150] dok femtosekundno lasersko zračenje na talasnoj dužini od $\sim 790 \text{ nm}$ i vrednosti gustine energije od $0,11 \text{ J/cm}^2$ daju LIPSS strukture sa vrednošću periode od oko 600 nm [151]. Uzimajući u obzir vrednost perioda LIPSS struktura u ovom eksperimentu ($530 - 700 \text{ nm}$), postoji dobro poklapanje sa rezultatima drugih autora; vrednosti perioda LIPSS struktura su ispod talasne dužine lasera, negde oko $0,75 \lambda$. Na posmatrane LIPSS periode ne utiču značajno površinske deformacije, odnosno nepravilnosti.

Gustina energije praga. Inkubacioni faktor

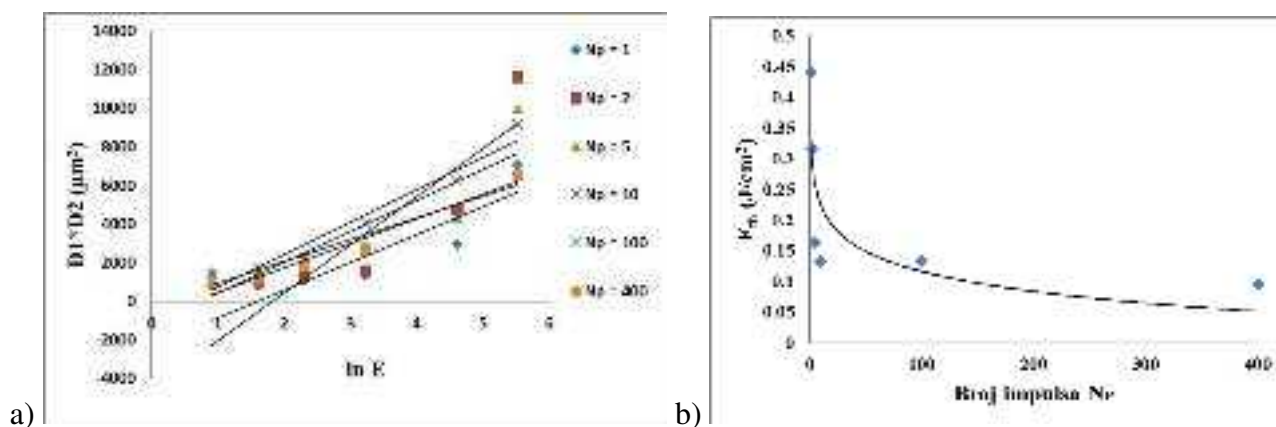
Bitan podatak za lasersku obradu legure Ti6Al4V je minimalna gustina energije dovoljna da izazove nepovratno površinsko oštećenje. Ova veličina je, kao što je već rečeno, poznata kao gustina energije praga, F_{th} . Procedura izračunavanja F_{th} i dijametra laserskog zraka uključuje crtanje grafika dijametara oštećenja na semilogaritamskoj skali. Mnogi metalni materijali ispoljavaju opadanje u pragu oštećenja sa porastom broja impulsa [152]. Slika 4.7.14a pokazuje semilogaritamski grafik za 1, 2, 5, 10, 100 i 400 akumuliranih impulsa. Vrednost gustine energije praga, F_{th} , je određena iz nagiba i odsečka linearnog fitovanja (slika 4.7.14a). Vrednost teorijskog dijametra laserskog zraka, ω_0 , je

određen iz nagiba linearosti jednog impulsa, i iznosi 26,8 μm za vazduh dok za atmosferu azota iznosi 31,8 μm .

Zbog akumulacionih efekata, vrednost gustine energije praga se menja sa porastom broja impulsa, kao što je prikazano u tabelama 4.7.2 i 4.7.3 i na slikama 4.7.14b i 4.7.15 za vazduh i atmosferu azota, redom. Vrednost gustine energije praga značajno opada nakon prvih 10 impulsa. Imajući u vidu trend na slikama 4.7.14b i 4.7.15, može se zaključiti da ovo opadanje nije definitivno već nakon 400 akumuliranih impulsa verovatno dostiže saturaciju. Opadanje vrednosti F_{th} povećanjem broja impulsa se može objasniti promenom u refleksiji nakon prvih nekoliko impulsa, što uzrokuje veću apsorbciju energije lasera od strane mete, a potom veću brzinu ablacije i povećanje mehanizma kuplovanja energija između mete i laserskog zraka, a zbog ekscitacije površinskih plazmona [146]. Ukupno opadanje vrednosti F_{th} od jednog impulsa do 400 impulsa je za faktor 4,5 u vazduhu, a za faktor 1,3 u atmosferi azota.

Tabela 4.7.2 Vrednosti gustine energije praga pri različitom broju impulsa za vazduh [144]

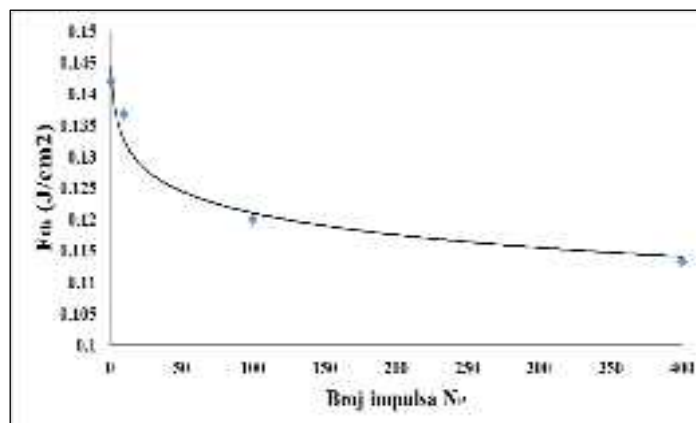
N_p	1	2	5	10	100	400
Gustina energije praga, F_{th} (J/cm^2)	0,441	0,317	0,165	0,133	0,134	0,097



Slika 4.7.14 a) Semilogaritamski dijagram D^2 za leguru Ti6Al4V u vazduhu i b) Zavisnost vrednosti gustine energije praga u odnosu na povećanje broja impulsa u vazduhu [144]

Tabela 4.7.3 Vrednosti gustine energije praga pri različitom broju impulsa za atmosferu azota

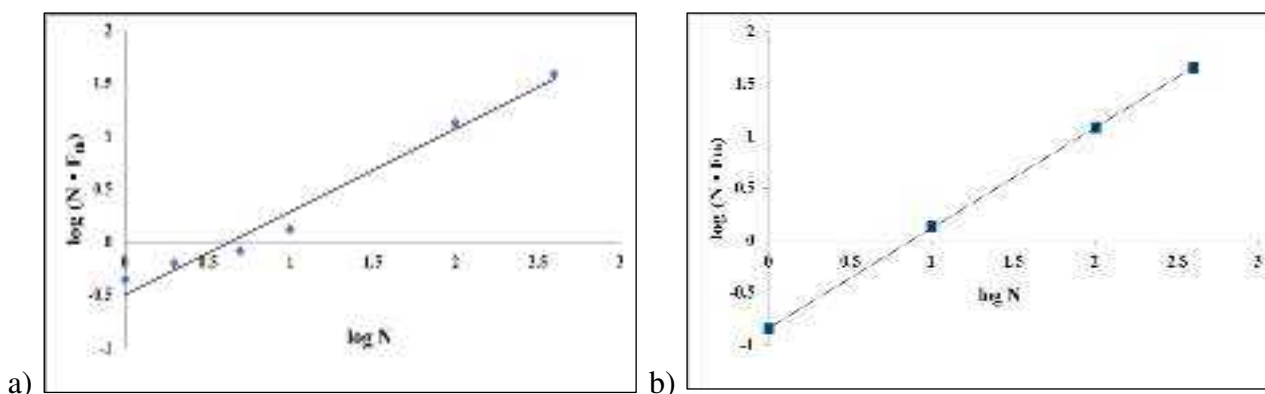
N_p	1	10	100	400
Gustina energije praga, F_{th} (J/cm²)	0,142	0,137	0,120	0,113



Slika 4.7.15 Zavisnost vrednosti gustine energije praga za leguru Ti6Al4V u odnosu na povećanje broja impulsa u atmosferi azota

Kod ozračivanja jednim impulsom, vrednost gustine energije praga najviše zavisi od termalnih osobina materijala. U ovom eksperimentu, vrednost od 0,441 J/cm² je veća od vrednosti gustine energije, 0,22 J/cm² koja odgovara vrednosti energije od 2,5 μJ (tabela 4.7.1). Ovo je razlog zašto se površinsko oštećenje nije moglo posmatrati nakon ozračivanja jednim impulsom pri vrednosti energije od 2,5 μJ. Sa akumuliranjem broja impulsa, inkubacioni efekti vode ka povećanju efikasnosti kuplovanja energija uzrokujući opadanje vrednosti gustine praga oštećenja (tabele 4.7.2 i 4.7.3). Modifikacija površine se javlja zbog multiimpulsnog ozračivanja pri vrednosti energije lasera od 2,5 μJ. Opadanje vrednosti gustine energije praga sa povećanjem broja impulsa je u saglasnosti sa prethodnim istraživanjima [146].

Vrednost inkubacionog faktora, ζ , se izračunava preko inkubacionog modela tj. jednačine (17). Inkubacioni faktor, koji karakteriše odgovor mete materijala na ablaciju sa određenim brojem impulsa, se određuje iz nagiba linearnog fitovanja jednačine (18). Izračunate vrednosti za ζ iznose 0,78 i 0,84 za leguru Ti6Al4V, u vazduhu i atmosferi azota, redom (slika 4.7.16).



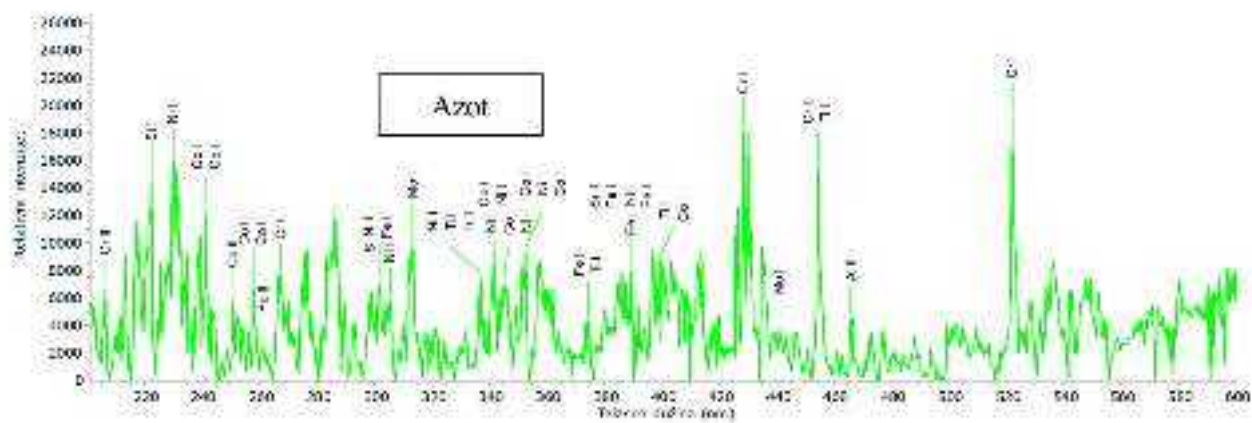
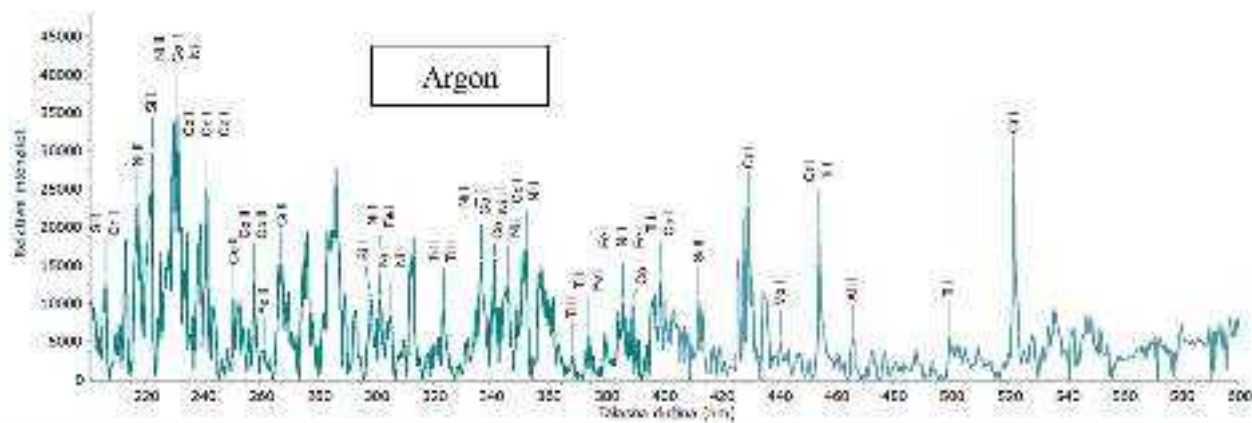
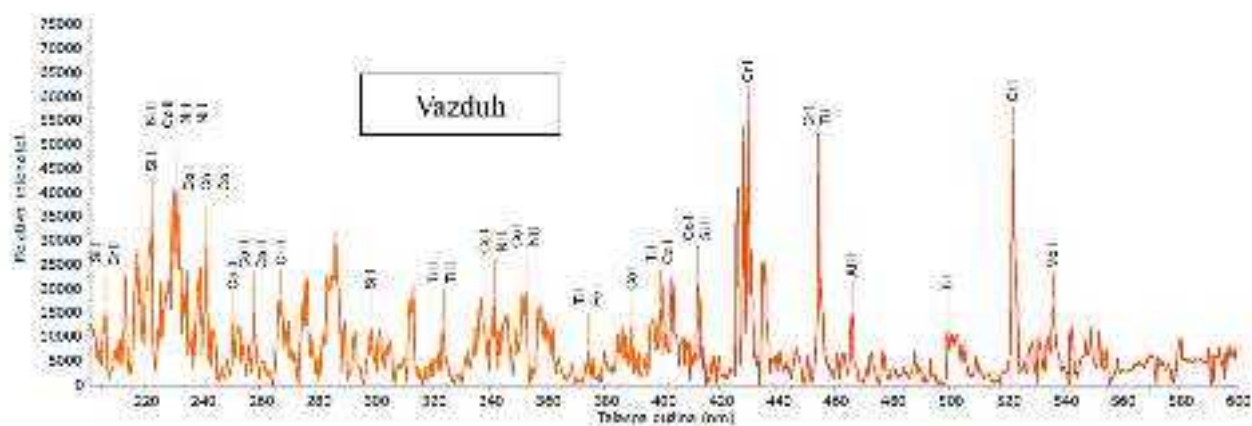
Slika 4.7.16 Logaritamski dijagram i linearno fitovanje zavisnosti $\log(N \cdot F_{th}(N)) = f(\log N)$ karakteristično za multiimpulsnu interakciju laserskog zraka (200 fs) sa površinom legure Ti6Al4V u: a) vazduhu [144] i b) atmosferi azota

Inkubacioni model se takođe koristio za određivanje (potvrdu) vrednosti gustine energije praga za ablaciju jednim impulsom, $F_{th}(1)$, iz nagiba linearnog fitovanja. Vrednost $0,49 \text{ J/cm}^2$ za $F_{th}(1)$ je u dobroj saglasnosti sa vrednošću od $0,44 \text{ J/cm}^2$ (tabela 4.7.2). Prethodna istraživanja su dala vrednost od $0,83$ za inkubacioni faktor i $0,28 \text{ J/cm}^2$ za $F_{th}(1)$ za titan [153] i vrednost $0,85$ za inkubacioni faktor i $0,27 \text{ J/cm}^2$ za $F_{th}(1)$ za leguru Ti6Al4V [146]. Rezultati iz eksperimenta ove doktorske disertacije se razlikuju od literaturnih verovatno zbog veće vrednosti brzine repeticije (razlika je za faktor 2) i zbog više površinskih defekata/nepravilnosti što je možda sprečilo analizu efekata pri niskim vrednostima laserske energije.

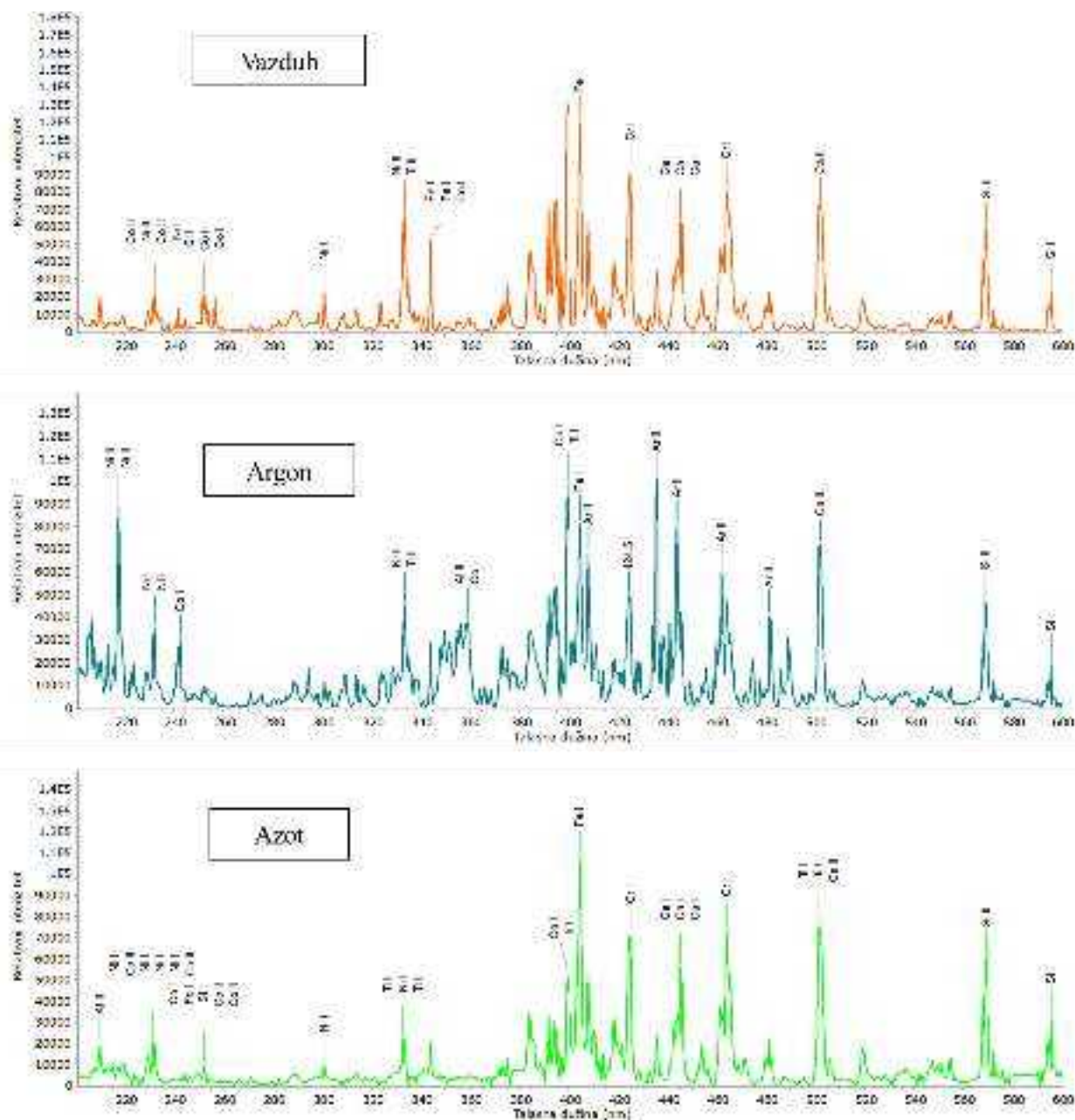
4.8. Analiza generisane plazme LIBS tehnikom nakon nanosekundnog i pikosekundnog laserskog zračenja superlegure Nimonik 263 i legure Ti6Al4V

Osnova primene LIBS tehnike za kvalitativnu i kvantitativnu analizu je sledeća: plazma koja se stvara na odgovarajućoj čvrstoj meti emituje linije spektra elemenata koji se nalaze u ispitivanom uzorku/metu, a intenziteti tih linija zavise od koncentracije prisutnih elemenata koji emituju. Pored linija elemenata iz mete uzorka, u plazmi će se emitovati i linija atoma koji čine atmosferu u kojoj se indukuje plazma laserom. Parametri plazme, kao što su prostorna i vremenska raspodela temperature i koncentracije elektrona, zapremina i oblik plazme i dr., kao i spektralna emisija plazme zavise od sledećih parametara: fizičke osobine uzorka, hemijski sastav uzorka, parametri lasera, način fokusiranja plazme na metu, itd. Takođe, na parametre plazme i spektralnu emisiju utiču pritisak i sastav okolnog gasa (atmosfera). Što je pritisak manji, to je plazma ređa, volumnija i hladnija zbog umanjenog efekta ograničavanja okolnim gasom, a tokom procesa širenja plazme. Naravno da za isti pritisak, različite atmosfere drugačije ograničavaju i hlade plazmu, u zavisnosti od njihove masene gustine, toplotne provodljivosti, toplotnog kapaciteta, energije jonizacije i dr.

Na slici 4.8.1 prikazani su uporedni spektri superlegure Nimonik 263 dobijeni nakon ozračivanja pikosekundnim Nd:YAG laserskim zračenjem u vazduhu, odnosno argonu i azotu kao okružujućem gasu u kome se razvija plazma. Na sva tri spektra se javlja veliki broj atomskih i jonskih linija (jonizovanih jednaput) elemenata koji čine sastav superlegure. To su linije nikla, hroma, kobalta, molibdena, titana, gvožđa, silicijuma i aluminijuma. Kod sva tri spektra, uočavaju se intenzivne jonske linije metala što ukazuje na to da je plazma gusta i vruća što se vezuje za gustinu snage pikosekundnog Nd:YAG lasera. Kada dobijene spektre uporedimo sa analogno dobijenim spektrima kod nanosekundnog TEA CO₂ lasera (slika 4.8.2), gde su linije elemenata sa nižim vrednostima energija ekscitacije i dalje intenzivne (ali intenzitet jonskih linija je znatno manji), jasno se zaključuje da je plazma dobijena nanosekundnim TEA CO₂ laserom manje vruća i gusta. Ovo se može objasniti znatno dužim trajanjem impulsa lasera, uz dodatno zagrevanje „repom“ raspodele vrednosti energija TEA CO₂ lasera. Ovako dobijene spektralne osobine plazme indukovane TEA CO₂ laserom nisu „hendikep“ za spektrohemijsku analizu, štaviše, spektar je jednostavniji, linije su uže dok su linije analita sa nižim vrednostima energija ekscitacije i dalje intenzivne i imaju relativno dobar odnos signala prema pozadini.

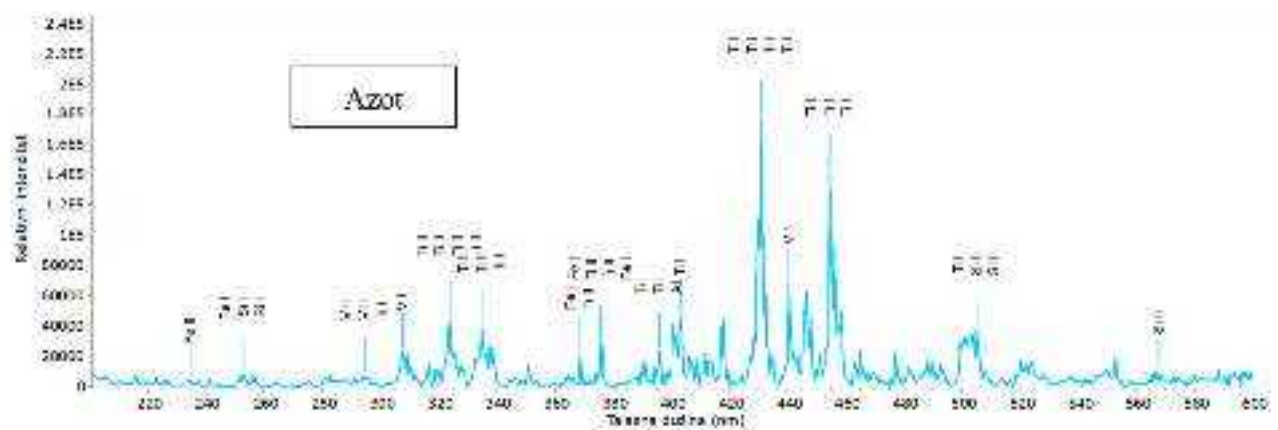
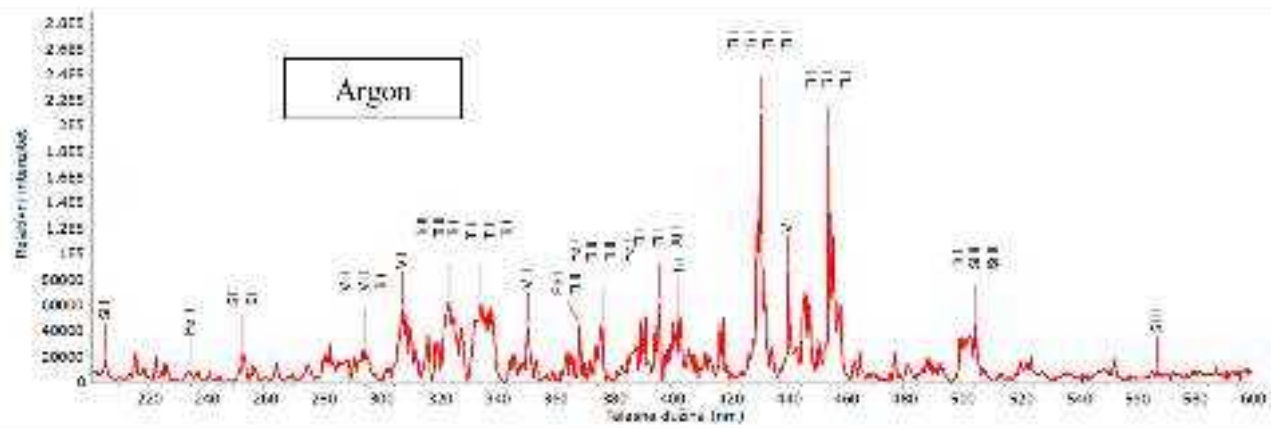
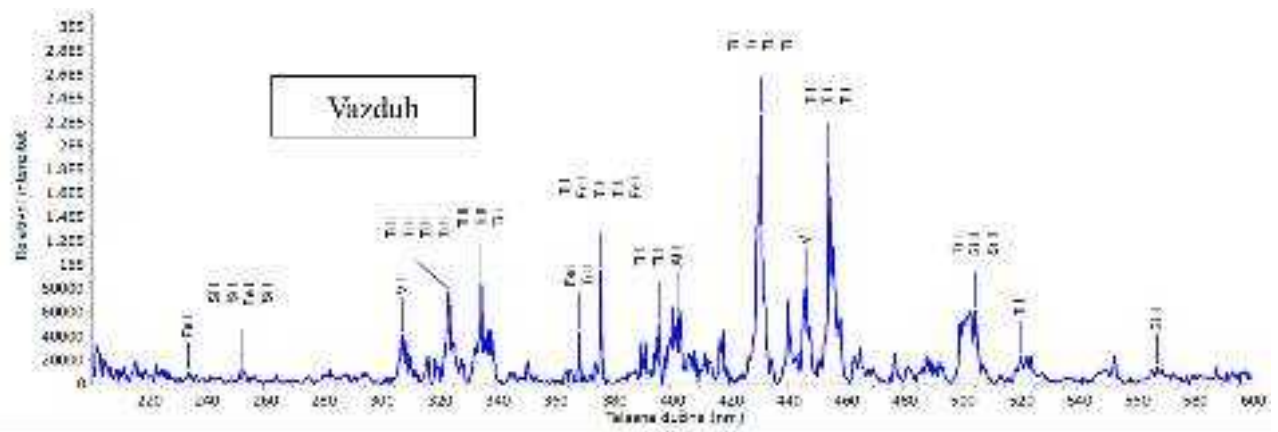


Slika 4.8.1 Spektri superlegure Nimonik 263 dobijeni ozračivanjem pikosekundnim Nd:YAG laserskim zračenjem u različitim atmosferama, na atmosferskom pritisku



Slika 4.8.2 Spektri superlegure Nimonic 263 dobijeni ozračivanjem nanosekundnim TEA CO₂ laserskim zračenjem u različitim atmosferama, na atmosferskom pritisku

Na slici 4.8.3 prikazani su spektri legure Ti6Al4V dobijeni nakon ozračivanja pikosekundnim Nd:YAG laserskim zračenjem u vazduhu, argonu i azotu, kao okružujućim gasovima. Spektri izgledaju drugačije od spektara superlegure Nimonic 263 što je i očekivano zbog različitih elemenata prisutnih u uzorku mete. I ovde se zaključuje da je indukovana plazma vruća i gusta zbog dominantnosti jonskih linija elemenata. Na kraju se može zaključiti da, u pogledu emisije elemenata okružujuće atmosfere, u svim prikazanim rezultatima, može se konstatovati da su spektralne linije elemenata praktično odsutne što nam govori da su eksperimentalni uslovi, prvenstveno položaj fokusa lasera u odnosu na metu, favorizovali emisiju elemenata metala iz mete uzorka.



Slika 4.8.3 Spektri legure Ti6Al4V dobijeni ozračivanjem pikosekundnim Nd:YAG laserskim zračenjem u različitim atmosferama, na atmosferskom pritisku

5. ZAKLJUČAK

5.1. Superlegura Nimonik 263

Površina superlegure Nimonik 263 je, što se tiče nanosekundnog ozračivanja, modifikovana laserskim zračenjem talasne dužine 10,6 μm , dužine trajanja impulsa 100 ns i laserskim zračenjem talasne dužine 1064 nm, dužine trajanja impulsa 5 ns.

Pokazano je da nanosekundno lasersko zračenje talasne dužine 10,6 μm i dužine trajanja impulsa 100 ns daje minimalne morfološke promene na površini superlegure. SEM analizom je utvrđeno da sa 1 – 100 akumuliranih impulsa dolazi do minimalnih oštećenja na površini: topljenje materijala, njegovo nabiranje i očvršćavanje u centru modifikovane površine. Nakon 400 i više akumuliranih impulsa, dolazi do formiranja plitkih udubljenja, bez formiranja kratera. Hidrodinamički efekti su izraženiji; topljenje materijala sa nagomilavanjem ohlađenog materijala u centru modifikovane mete uzorka i preraspodela materijala na periferiji. U atmosferi argona se javljaju i mikropukotine u centru modifikovane površine dok se na periferiji javljaju zrnaste strukture. Ovo ozračivanje pokazuje da dolazi do blage ablacije. LIPSS strukture nisu formirane u ovim eksperimentalnim uslovima. Profilometrijska analiza je dala potvrdu SEM analize. Nema formiranja kratera, već samo topljenje i nagomilavanje materijala u centru modifikovane mete. Izražena je površinska talasastost. Vrednost visine izbačenog materijala pri 1 – 800 akumuliranih impulsa ne prelazi vrednost od $\sim 3,3 \mu\text{m}$ dok pri 2000 impulsa, vrednost visine je najveća u vazduhu ($\sim 10,6 \mu\text{m}$). Vrednost površinske hrapavosti superlegure je generalno mala sa vrednošću od $\sim 0,27 \mu\text{m}$ za 800 i manje akumuliranih impulsa i $\sim 0,54 \mu\text{m}$ za 2000 impulsa. Najizraženija površinska hrapavost je u vazduhu i atmosferi azota.

Što se tiče nanosekundnog laserskog zračenja talasne dužine 1064 nm, dužine trajanja impulsa 5 ns, modifikacija superlegure Nimonik 263 daje intenzivnije morfološke promene. Nakon 1 – 10 primenjenih impulsa, dominantno je topljenje materijala sa nabiranjem u centru i na periferiji modifikovane mete uzorka, u vazduhu i atmosferi argona, dok u atmosferi azota dolazi do početka formiranja kratera. Nakon 100 i više akumuliranih impulsa, dolazi do izraženih hidrodinamičkih efekata; zrnaste strukture (atmosfera azota), topljenje i izbacivanje materijala iz centralnog dela modifikovane mete uzorka i njegova progresija, hlađenje i očvršćavanje ka periferiji. Krateri formirani ozračivanjem mete u vazduhu su glatkog centralnog dela. U ovim eksperimentalnim uslovima se može reći da pri manjem broju primenjenih impulsa (do 10) dolazi do blage ablacije, a pri velikom broju impulsa (100 i više) dolazi do efikasnije ablacije. LIPSS strukture nisu uočene. Profilometrijskom analizom se može zaključiti da niže vrednosti energija impulsa dovode do dublje ablacije. Vrednost dubine ide do $\sim 10 \mu\text{m}$ sa do 10 primenjenih impulsa, a vrednost od $\sim 116 \mu\text{m}$ je postignuta u atmosferi azota sa 1000 primenjenih impulsa. Pri većim vrednostima gustina energija, vrednost dubine ablacije opada za oko 50 % u atmosferi azota dok u vazduhu i atmosferi argona opada za oko 25 %. Vrednost brzine ablacije je najveća u atmosferi azota sa niskom vrednošću gustine energije i pri monoimpulsnom ozračivanju (oko 2,8 $\mu\text{m}/\text{impuls}$). Sa porastom broja akumuliranih impulsa, vrednost brzine ablacije opada. Vrednost parametra površinske hrapavosti pri niskim vrednostima gustina energija opada nakon 100 akumuliranih impulsa u atmosferi azota dok u vazduhu i atmosferi argona dostiže zasićenje. Kod većih vrednosti gustina energija, parametar R_a ima najveću vrednost od $\sim 7 \mu\text{m}$ u vazduhu.

EDS analizom je pokazano da se pri srednjim vrednostima gustina energija, nakon 1000 primenjenih impulsa u vazduhu i atmosferi argona formiraju oksidi na periferiji modifikovane mete uzorka dok se nitridi formiraju u atmosferi azota u centru mete uzorka.

Pikosekundno lasersko zračenje u interakciji sa površinom superlegure Nimonik 263 daje izraženiji i jasniji prelaz centra ka periferiji modifikovane površine uzorka, u odnosu na

nanosekundno zračenje. Već nakon 10 i više akumuliranih impulsa dolazi do topljenja materijala, njegovog izbacivanja na periferiju i formiranja relativno plitkih kratera. Kod primenjenih 1000 impulsa, javljaju se zrnaste strukture u vazduhu i atmosferi azota dok u atmosferi argona imamo nabiranje materijala. Generalno, dominantan efekat je nagomilavanje otopljenog materijala u centru modifikovane mete uzorka pa se može zaključiti da kod ovog pikosekundnog zračenja dolazi do nekompletne ablacije materijala. LIPSS strukture su uočene u vazduhu i atmosferi azota sa 100 primenjenih impulsa sa vrednošću perioda od 1040 – 1051 nm dok pri 1000 akumuliranih impulsa, LIPSS strukture su izraženije u atmosferi azota sa formiranjem i LF-LIPSS i HF-LIPSS (vrednosti perioda 435-937 nm). Pri niskim vrednostima gustina energija, vrednosti dubina ablacije su najniže u atmosferi azota, a najveće u atmosferi argona pri 1000 akumuliranih impulsa, sa vrednošću od oko 61 μm . Pri srednjim vrednostima gustina energija dobija se najveća vrednost dubine ablacije od $\sim 124 \mu\text{m}$, u atmosferi argona. Hrapavost površine superlegure je, pri nižim vrednostima gustina energija, najveća u atmosferi argona sa vrednošću od $\sim 4,6 \mu\text{m}$ sa 2000 akumuliranih impulsa. Pri većim vrednostima gustina energija, hrapavost se smanjuje.

EDS analiza je dala sledeće rezultate: formiranje oksida je najdominantnije na periferiji modifikovane površine dok formiranje nitrida nije uočeno. Kiseonik je u svim uslovima ozračivanja prisutan u koncentraciji od 11 – 15 %.

Ozračivanje površine superlegure femtosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 775 nm, dužine trajanja impulsa 200 fs, je dalo sledeće zaključke: kod monoimpulsnog režima i pri niskim vrednostima gustina energija nema izraženih hidrodinamičkih efekata dok kod visokih vrednosti gustina energija imamo formiranje plitkih bazena sa otopljenim i ohlađenim materijalom. Sa 10 – 100 akumuliranih impulsa, LIPSS strukture se formiraju preko cele oblasti modifikovane mete uzorka kod niskih vrednosti gustina energija dok kod visokih vrednosti imamo odsustvo LIPSSa i dominantnije hidrodinamičke efekte (topljenje materijala, očvršćavanje u centru sa formiranim bazenima ohlađenog materijala i šiljcima koji su formirani na periferiji površine). Efikasna ablacija se dobija sa 10 primenjenih impulsa i vrednosti energije impulsa preko 100 μJ . Vrednosti perioda LIPSS struktura su od 350 – 560 nm u monoimpulsnom režimu, a 359 – 907 nm u režimu sa 10 – 400 primenjenih impulsa. Gustina energije praga opada sa porastom broja akumuliranih impulsa. U vazduhu, opadanje (od 1 – 400 impulsa) je za faktor 1,8 dok je u atmosferi azota za faktor 2,9.

Novina koju je potrebno istaći u ovoj disertaciji je određivanje inkubacionog faktora za superleguru Nimonik 263, s obzirom da, kroz pregled literature, ova vrednost faktora nije određivana. Za femtosekundnom zračenje, inkubacioni faktor ima vrednosti 0,91 i 0,87 u vazduhu i atmosferi azota, redom.

Analiza rezultata laserske obrade superlegure Nimonik 263 na mestima koja su podložna dodatnoj koncentraciji naprezanja je dovela do sledećih zaključaka: nakon nanosekundne laserske obrade, vrednosti parametra površinske hrapavosti su blago sniženi za faktor 0,8 i 0,9, za R_a i rms , redom; nakon pikosekundnog laserskog zračenja, vrednosti parametara su sniženi za faktor 0,6 u odnosu na netretiran materijal; rezultati pokazuju da je osnovni materijal očuvan s obzirom da nema formiranja kratera ili gubitka materijala usled laserske ablacije.

Rezultati testa mikrotvrdoće pokazuju da se primenjenom laserskom modifikacijom povećava vrednost mikrotvrdoće materijala superlegure za ~ 10 i 14,5 %, nakon nanosekundnog i pikosekundnog laserskog zračenja, redom. Što se tiče nanosekundnog zračenja u kontrolisanim atmosferama, rezultati su pokazali da se, u odnosu na rezultate testa mikrotvrdoće kod nanosekundnog zračenja u atmosferi vazduha, vrednost mikrotvrdoće povećala za ~ 26 % u atmosferi azota i za ~ 20 % u atmosferi argona. Može se zaključiti da je postignuto poboljšanje osnovnog materijala superlegure. Laserska modifikacija površina oko otvora (rupa) je uzrokovala poboljšanje kod otpornosti na deformaciju. Vrednost parametra deformacije osnovnog materijala superlegure je smanjen za ~ 27 i ~ 40 %, za pikosekundno i nanosekundno lasersko zračenje, redom. Vrednosti parametra naprezanja su takođe sniženi, za oko 25 i 36 %, redom.

Što se tiče plazme generisane u interakciji piko- i nanosekundnog laserskog zračenja sa superlegurom Nimonik 263, mogu se izvesti sledeći zaključci: u svim atmosferama ozračivanja, kod pikosekundnog Nd:YAG lasera, uočavaju se intenzivne jonske linije metala koji čine superleguru što ukazuje na formiranje guste i vruće plazme; u poređenju sa dobijenim spektrima kod TEA CO₂ lasera, može se zaključiti da se formira manje gusta plazma niže temperature, sa spektrom u kome dominiraju intenzivne i uske atomske linije nižih energija pobuđivanja, pogodne za osetljivu elementnu analizu.

5.2. *Legura Ti6Al4V*

Nanosekundno zračenje talasne dužine 10,6 μm , dužine trajanja impulsa 100 ns, u interakciji sa površinom legure Ti6Al4V je posmatrano kroz primenjenu veću vrednost gustine energije. Mali broj impulsa dovodi do blage ablacije dok veći broj impulsa dovodi do srednje efikasne ablacije u smislu formiranja plitkih bazena otopljenog materijala, ali bez formiranja kratera. Nakon 100 akumuliranih impulsa u atmosferi argona i 2000 impulsa u atmosferi azota, javljaju se paralelne strukture mikrometarskih dimenzija. Mikropukotine su uočene u vazduhu i atmosferi azota nakon 2000 primenjenih impulsa. Još jedna novina koju vredi napomenuti je formiranje LIPSS struktura u atmosferama argona i azota, preko cele modifikovane površine, nakon 400 akumuliranih impulsa sa vrednošću perioda od 928 – 1111 nm. U nanosekundnom režimu laserskog zračenja (za razliku od piko- i femtosekundnog), pregledom literature nije prijavljeno formiranje LIPSS struktura. Profilometrijska analiza je dala potvrdu SEM analize. Nema formiranja kratera, dominantna je preraspodela materijala i nagomilavanje u centar modifikovane mete uzorka. Najveće vrednosti dubina ablacije su dobijene u atmosferi azota (~ 12 – 14 μm). Površinska hrapavost legure je relativno mala sa najvećom vrednošću od oko 3,3 μm u atmosferi azota nakon 800 impulsa.

EDS analizom površine legure je utvrđeno da su se oksidi formirali u svim uslovima ozračivanja, a najviše u atmosferi azota i argona sa količinom kiseonika od oko 35 %. U atmosferi azota sa 2000 akumuliranih impulsa, formiraju se nitridi (procenat azota 10 – 12 %).

Ozračivanje mete laserom talasne dužine 1064 nm, dužine trajanja impulsa 5 ns je pružilo sledeće zaključke: jedan impuls dovodi do jasnog traga otiska laserskog zračenja i nabiranja materijala preko cele površine; nakon 10 primenjenih impulsa, dolazi do topljenja materijala i njegove progresije ka periferiji, a u atmosferi argona kod većih vrednosti gustina energija, dolazi do formiranja relativno plitkih kratera; nakon 100 i više impulsa, hidrodinamički efekti su izraženiji; formiranje kratera je najizraženije u atmosferi argona pa se može reći da u ovoj atmosferi dolazi do efikasne ablacije. Profilometrijskom analizom je to i potvrđeno gde su najveće vrednosti dubina dobijene u atmosferi argona sa vrednošću od ~ 62 – 68 μm . Brzina ablacije je najveća pri monoimpulsnom ozračivanju, a opada sa povećanjem broja impulsa. Do 10 akumuliranih impulsa, vrednost parametra R_a ne prelazi 3 μm . Pri nižim vrednostima gustina energija, hrapavost je, nakon 10 i više impulsa, najveća u vazduhu i atmosferi azota dok je u atmosferi argona kod najvećih vrednosti gustina energija, $R_a \approx 33 \mu\text{m}$.

Kod pikosekundnog zračenja sa 10 primenjenih impulsa, na površini legure Ti6Al4V dolazi do topljenja materijala (i pri niskim vrednostima gustina energija) i nabiranja u centru dok sa 50 i više impulsa, dolazi do formiranja plitkih kratera u vazduhu i atmosferi argona. Kod većih vrednosti gustina energija se javljaju mikropukotine i u centru i na periferiji modifikovane površine legure, kao i dominantne preraspodele materijala bez dubokih kratera, posebno u atmosferi azota. Može se zaključiti da do efikasne ablacije dolazi pri većem broju akumuliranih impulsa i sa najvećim vrednostima gustina energija. LIPSS strukture su uočene na periferiji, najizraženije su u atmosferi azota, a vrednosti perioda se kreću od 571 – 897 nm. Dubina ablacije je najveća u vazduhu, a zatim i u atmosferi argona, pri niskim vrednostima gustina energija i sa 200 akumuliranih impulsa (vrednost je ~ 36 μm). Vrednost površinske hrapavosti legure su generalno male. Najveća vrednost je oko 4,1 μm u atmosferi argona sa srednjom vrednošću gustine energije.

U disertaciji su, pri ovim eksperimentalnim uslovima, prvi put uočene nove strukture u atmosferi argona sa 100 akumuliranih impulsa vrednosti gustine energije $47,1 \text{ J/cm}^2$. Ove strukture se pojavljuju u obliku očvrsljih kapljica na ekvivalentnim rastojanjima formirajući mikro-krunu na rubu kratera. Ovakve slične strukture su do sada uočene samo kod femtosekundnog laserskog zračenja i to na materijalu sa silicijumom.

Formiranje oksida, koji se javljaju i u centru i na periferiji modifikovane mete uzorka, je potvrđeno SEM analizom. Najveće vrednosti koncentracije kiseonika su u vazduhu pri nižim vrednostima gustina energija.

Femtosekundnim laserskim zračenjem u režimu niskih vrednosti gustina energija, sa 1 – 5 impulsa, dolazi do blage ablacije, a kod režima visokih vrednosti gustina energija imamo izražene hidrodinamičke efekte, ali bez efikasnog uklanjanja materijala iz centra. Nakon 10 – 400 akumuliranih impulsa, kod nižih vrednosti gustina energija, dolazi do blage ablacije i preraspodele otopljenog materijala, a posle 400 impulsa dolazi do efikasne ablacije sa formiranjem kratera. Kod većih vrednosti gustina energija, sa velikim brojem impulsa se izaziva efikasna ablacija. Relativno čist krater se dobija sa 100 primenjenih impulsa i energijom do $100 \mu\text{J}$. LIPSS strukture se formiraju čak i nakon jednog ili dva impulsa sa niskom vrednošću gustine energije. Vrednosti perida se kreću od 150 – 750 nm (LF-LIPSS i HF-LIPSS). Hrapavost legure se povećava sa povećanjem vrednosti energije i broja impulsa i to za faktor ~ 20 , računajući od najmanje ka najvećoj vrednosti.

Gustina energije praga se smanjuje sa povećanjem broja akumuliranih impulsa (od 1 – 400). Vrednost gustine energije praga u vazduhu opada za faktor 4,5, a u atmosferi azota za faktor 1,3. Inkubacioni faktor kojim se opisuju efekti inkubacije ozračivanja su određeni i izračunata vrednost za leguru Ti6Al4V je 0,78 i 0,84 u atmosferi vazduha i azota, redom, što je u dobroj saglasnosti sa podacima iz literature.

Kod interakcije legure Ti6Al4V sa pikosekundnim Nd:YAG laserom, indukovana plazma je vruća i gusta na šta ukazuje spektar bogat jonskim linijama elemenata metala sadržanih u leguri. Može se zaključiti da je, usled odsustva spektralnih linija elemenata iz atmosfere, položaj fokusa lasera u odnosu na metu favorizovao emisiju elemenata metala iz uzorka.

6. LITERATURA

- [1] M. Thomas, M. Jackson, The role of temperature and alloy chemistry on subsurface deformation mechanisms during shot peening of titanium alloys, *Scr. Mater.* 66 (2012) 1065-1068.
- [2] M. Peters, J. Hemptenmacher, J. Kumpfert, C. Leyens, Structure and Properties of Titanium and Titanium Alloys, in *Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications*, C. Leyens, M. Peters, Eds. Weinheim, WILEY-VCH 2003.
- [3] J. Parthasarathy, B. Starly, S. Raman, A. Christensen, Mechanical evaluation of porous titanium (Ti6Al4V) structures with electron beam melting (EBM), *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 3 (2010) 249-259.
- [4] Q. Zhang, Z.-l. Liang, M. Cao, Z.-f. Liu, A.-f. Zhang, B.-h. Lu, Microstructure and mechanical properties of Ti6Al4V alloy prepared by selective laser melting combined with precision forging, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 27 (2017) 1036-1042.
- [5] Y. Zhu, D. Liu, X. Tian, H. Tang, H. Wang, Characterization of microstructure and mechanical properties of laser melting deposited Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si titanium alloy, *Mater. Des.* 56 (2014) 445-453.
- [6] X. Liu, P. K. Chu, C. Ding, Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications, *Mater. Sci. Eng.: R* 47 (2004) 49-121.
- [7] M. Peters, J. Kumpfert, C. H. Ward, C. Leyens, Titanium Alloys for Aerospace Applications, *Adv. Eng. Mater.* 5 (2003) 419-427.
- [8] M. Geetha, A. K. Singh, R. Asokamani, A. K. Gogia, Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review, *Prog. Mater. Sci.* 54 (2009) 397-425.
- [9] D.-I. Seo, J.-B. Lee, Influence of Heat Treatment Parameters on the Corrosion Resistance of Additively Manufactured Ti-6Al-4V Alloy, *J. Electrochem. Soc.* 167 (2020) 101509.
- [10] C.-W. Chan, J. Quinn, I. Hussain, L. Carson, G. C. Smith, S. Lee, A promising laser nitriding method for the design of next generation orthopaedic implants: Cytotoxicity and antibacterial performance of titanium nitride (TiN) wear nano-particles, and enhanced wear properties of laser-nitrided Ti6Al4V surfaces, *Surf. Coat. Technol.* 405 (2021) 126714.
- [11] H. L. Freese, M. G. Volas, J. R. Wood, M. Textor, Titanium and its Alloys in Biomedical Engineering, in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology* (2001) 9374-9380.
- [12] R. M. Duncan, B. H. Hanson, The selection and use of titanium, R. M. Duncan, Ed., Oxford, Oxford University Press 1985.
- [13] R. Boyer, G. Welsch, E. W. Collings, Materials Properties Handbook: Titanium Alloys, Novelty OH, ASM International 1994.
- [14] R. C. Reed, The Superalloys: Fundamentals and Applications, New York, Cambridge University Press 2006.
- [15] M. Ashby, H. Shercliff, D. Cebon, Materials: Engineering, Science, Processing and Design, Oxford, Elsevier 2007.
- [16] W. Gonzales-Vinas, H. L. Mancini, An Introduction to Materials Science, New Jersey, Princeton University Press 2004.
- [17] M. Bemani, M. Pouranvari, Resistance spot welding of Nimonic 263 nickel-nased superalloy: microstructure and mechanical properties, *Sci. Technol. Weld. Join.* 25 (2019) 28-36.

- [18] S. Petronic, T. Sibalija, M. Burzic, S. Polic, K. Colic, D. Milovanovic, Picosecond Laser Shock Peening of nimonic 263 at 1064 nm and 532 nm Wavelength, *Metals* 6 (2016) 41-54.
- [19] T. M. Pollock, S. Tin, Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure, and Properties, *J. Propuls. Power* 22 (2006) 361-374.
- [20] P. N. Singh, V. Singh, Influence of ageing treatment on work hardening behaviour of a Ni-base superalloy, *Scr. Mater.* 34 (1996) 1861-1865.
- [21] N. K. Park, I. S. Kim, Y. S. Na, J. T. Yeom, Hot forging of a nickel-base superalloy, *J. Mater. Process. Technol.* 111 (2001) 98-102.
- [22] A. K. Sharma, M. Anand, V. Kumar, S. Kumar, A. K. Das, Laser Beam Treatment of nimonic C263 Alloy: Study of Mechanical and Metallurgical Properties, in *Advances in Micro and Nano Manufacturing and Surface Engineering*, M. S. Shunmugam, M. Kanthababu, Eds., Proceedings (2019) 633-646.
- [23] Q. Li, L. Yang, C. Hou, O. Adeyemi, C. Chen, Y. Wang, Surface ablation properties and morphology evolution of K24 nickel based superalloy with femtosecond laser percussion drilling, *Opt. Lasers Eng.* 114 (2019) 22-30.
- [24] A. Romero-Jabalquinto, A. Velasco-Tellez, P. Zambrano-Robledo, B. Bermudez-Reyes, Feasibility of manufacturing combustion chambers for aeronautical use in Mexico, *J. Appl. Res. Technol.* 14 (2016) 167-172.
- [25] A. Di Gianfrancesco, Alloy 263, in *Materials for Ultra-Supercritical and Advanced Ultra-Supercritical Power Plants* (2017) 571-599.
- [26] C. Crozet, A. Devaux, D. Bechet, Microstructure stability: Optimisation of 263 Ni-based superalloy, *MATEC Web of Conferences* 14 (2014) 17006.
- [27] K. F. Renk, Basics of Laser Physics for Students of Science and Engineering, London, Springer 2017.
- [28] B. Hitz, J. J. Ewing, J. Hecht, Introduction to Laser Technology, New York, Wiley-IEEE Press 2001.
- [29] M. Momčilović, Interakcija zračenja impulsnog TEA CO₂ lasera sa bakarnom metom: spektroskopija plazme i morfološki efekti, Doktorska disertacija, Fakultet za fizičku hemiju, Univerzitet u Beogradu 2014.
- [30] A. Sanz-Medel, R. Pereiro, J. M. Costa-Fernandez, A General Overview of Atomic Spectrometric techniques, in *Basic Chemometric Techniques in Atomic Spectroscopy* (2009) 1-50.
- [31] W. M. Steen, J. Mazumder, Laser Material Processing, London, Springer-Verlag 2010.
- [32] M. S. Brown, C. B. Arnold, Fundamentals of Laser-Material Interaction and Application to Multiscale Surface Modification, in *Laser Precision Microfabrication*, K. Sugioka, M. Meunier, A. Pique, Eds., Berlin, Springer-Verlag 2010.
- [33] I. Ursu, i. Apostol, D. Craciun, M. Dinescu, I. N. Mihailescu, L. Nistor, A. Popa, V. S. Teodorescu, A. M. Prokhorov, N. I. Chapliev, V. I. Konov, On the influence of surface condition on air plasma formation near metals irradiated by microsecond TEA CO₂ laser pulses, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 17 (1984) 709-720.
- [34] D. Bergstrom, The Absorptance of Metallic Alloys to Nd:YAG and Nd:YLF Laser Light, Licentiate Thesis, Lulea University of Technology 2005.

- [35] D. W. Hahn, N. Omenetto, Laser-induced breakdown spectroscopy (LIBS), part I: review of basic diagnostics and plasma-particle interactions: still-challenging issues within the analytical plasma community, *Appl. Spectrosc.* 64 (2010) 335-366.
- [36] N. Rykalin, Laser and Electron Beam Material Processing Handbook, Moscow, Mir Publishers 1988.
- [37] R. E. Samad, L. M. Machado, N. D. Vieira Junior, W. de Rossi, Ultrashort Laser Pulses Machining, in *Laser Pulses – Theory, Technology, and Applications* (2012) 143-174.
- [38] I. Ursu, I. N. Mihailescu, A. M. Prokhorov, V. N. Tokarev, V. I. Konov, High-intensity laser irradiation of metallic surfaces covered by periodic structures, *J. Appl. Phys.* 61 (1987) 2445-2457.
- [39] D. Bauerle, Laser Processing and Chemistry, Berlin, Springer-Verlag 2011.
- [40] R. Poprawe, Tailored Light 2, in *Laser Application Technology*, London, Springer 2010.
- [41] A. M. Prokhorov, V. I. Konov, I. Ursu, I. N. Mihailescu, Laser Heating of Metals, *Opt. Laser Eng.* 15 (1991) 279-280.
- [42] T.V. Kononenko, S. V. Garnov, S. M. Pimenov, V. I. Konov, V. Romano, B. Borsos, H. P. Weber, Laser ablation and micropatterning of thin TiN coatings, *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.* 71 (2000) 627-631.
- [43] T. W. Lau, J. T. Bowker, R. B. Lazor, First report of HAZ study, Welding for Challenging Environments Proceedings (1986) 167-180.
- [44] B. N. Chickov, C. Momma, S. Nolte, F. von Alvensleben, A. Tunnermann, Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids, *Appl. Phys. A* 63 (1996) 109-115.
- [45] S. E. Kirkwood, Y. Y. Tsui, R. Fedosejevs, A. V. Brantov, V. Y. Bychenkov, Experimental and theoretical study of absorption of femtosecond laser pulses in interaction with solid copper targets, *Phys. Rev. B* 79 (2009) 144120.
- [46] C. Momma, B. N. Chickov, S. Nolte, F. von Alvensleben, A. Tunnermann, H. Welling, B. Wellegehausen, Short-pulse laser ablation of solid targets, *Opt. Comm.* 129 (1996) 134-142.
- [47] A. Semerok, B. Salle, J.-F. Wagner, G. Petite, Femtosecond, picosecond, and nanosecond laser microablation: Laser plasma and crater investigation, *Laser Part. Beams* 20 (2002) 67-72.
- [48] N. Agnes, T. Hai-Yan, H. Zuo-Qiang, S. Chang-Kai, G. Xun, L. Jing-Quan, A comparison of single shot nanosecond and femtosecond polarization-resolved laser-induced breakdown spectroscopy of Al, *Chin. Phys. B* 22 (2013) 014209.
- [49] J. Ciganovic, J. Stasic, B. Gakovic, M. Momcilovic, D. Milovanovic, M. Bokorov, M. Trtica, Surface modification of the titanium implant using TEA CO₂ laser pulses in controllable gas atmospheres – Comparative study, *Appl. Surf. Sci.* 258 (2012) 2741-2748.
- [50] S. M. Eaton, G. Cerullo, R. Osellame, Fundamentals of Femtosecond Laser Modification of Bulk Dielectrics, in *Femtosecond Laser Micromachining*, R. Osellame, G. Cerullo, R. Ramponi, Eds. (2012) 3-18.
- [51] A. H. Hamad, Effects of Different Laser Pulse Regimes (Nanosecond, Picosecond and Femtosecond) on the Ablation of Materials for Production of Nanoparticles in Liquid Solution, in *High Energy and Short Pulse Lasers*, R. Viskup, ed. (2016) 305-325.
- [52] M. von Allmen, Laser-Beam Interactions with Materials, Berlin, Springer-Verlag 1987.
- [53] N. B. Dahotre, S. P. Harimkar, Laser Fabrication and Machining of Materials, New York, Springer Science 2008.

- [54] S. I. Anisimov, B. L. Kapeliovich, T. L. Perel'man, Electron emission from metal surfaces exposed to ultrashort laser pulses, *Sov. Phys. JETP* 39 (1974) 375-377.
- [55] J. Cheng, W. Perrie, M. Sharp, S. P. Edwardson, N. G. Semaltianos, G. Dearden, K. G. Watkins, Single-pulse drilling study of Au, Al and Ti alloy by using a picosecond laser, *Appl. Phys. A* 95 (2009) 739-746.
- [56] D. Margarone, L. Laska, L. Torrisi, S. Gammino, J. Krasa, E. Krousky, P. Parys, M. Pfeifer, K. Rohlena, M. Rosinski, L. Ryc, J. Skala, J. Ullschmied, A. Velyhan, J. Wolowski, Studies of craters' dimension for long-pulse laser ablation of metal targets at various experimental conditions, *Appl. Surf. Sci.* 254 (2008) 2797-2803.
- [57] M. Stafe, C. Negutu, A. N. Ducariu, Pulsed laser ablated craters on aluminium in gaseous and aqueous environments, *Rom. Rep. Phys.* 64 (2012) 155-162.
- [58] L. Jiang, H. L. Tsai, Prediction of crater shape in femtosecond laser ablation of dielectrics, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 37 (2004) 1492-1496.
- [59] J. Bonse, S. Hohm, S. V. Kirner, A. Rosenfeld, J. Kruger, Laser-Induced Periodic Surface Structures – A Scientific Evergreen, *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.* 23 (2017) 9000615.
- [60] <https://www.afar.com/magazine/9-spellbinding-photos-that-will-inspire-you-to-visit-the-sahara>
- [61] <http://www.naturephotoblog.com/2012/02/28/10356/alex-mustard>
- [62] G. Hu, K. Guan, L. Lu, J. Zhang, N. Lu, Y. Guan, Engineered Functional Surfaces by Laser Microprocessing for Biomedical Applications, *Engineering* 4 (2018) 822-830.
- [63] A. Cunha, V. Oliveira, R. Vilar, Ultrafast laser surface texturing of titanium alloys, in *Laser Surface Modification of Biomaterials* (2016) 301-322.
- [64] P. Shukla, D. G. Waugh, J. Lawrence, R. Vilar, Laser surface structuring of ceramics, metals and polymers for biomedical applications: a review, in *Laser Surface Modification of Biomaterials* (2016) 281-299.
- [65] R. Biuvidas, M. Mikutis, S. Juodkazis, Surface and bulk structuring of materials by ripples with long and short laser pulses: Recent advances, *Prog. Quantum Electron.* 38 (2014) 119-156.
- [66] M. Birnbaum, Semiconductor Surface Damage Produced by Ruby Lasers, *J. Appl. Phys.* 36 (1965) 3688-3689.
- [67] D. C. Emmony, R. P. Howson, L. J. Willis, Laser mirror damage in germanium at 10.6 μm , *Appl. Phys. Lett.* 23 (1973) 598-600.
- [68] F. Keilmann, Y. H. Bai, Periodic Surface Structures Frozen into CO₂ Laser-Melted Quartz, *Appl. Phys. A* 29 (1982) 9-18.
- [69] F. Garrelie, J. P. Colombier, F. Pigeon, S. Tonchev, N. Faure, M. Bounhalli, S. Reynaud, O. Parriaux, Evidence of surface plasmon resonance in ultrafast laser-induced ripples, *Opt. Express.* 19 (2011) 9035-9043.
- [70] J. Reif, Basic Physics of Femtosecond Laser Ablation, in *Laser-Surface Interactions for New Materials Production*, A. Miotello, P. Ossi, Eds. (2010) 19-41.
- [71] J. Reif, O. Varlamova, S. Varlamov, M. Bestehorn, The role of asymmetric excitation in self-organized nanostructure formation upon femtosecond laser ablation, *Appl. Phys. A* 104 (2011) 969-973.

- [72] D. Dufft, A. Rosenfeld, S. K. Das, R. Grunwald, J. Bonse, Femtosecond laser-induced periodic surface structures revisited: A comparative study on ZnO, *J. Appl. Phys.* 105 (2009) 034908.
- [73] F. Costache, S. Kouteva-Arguirova, J. Reif, Sub-damage-threshold femtosecond laser ablation from crystalline Si: surface nanostructures and phase transformation, *Appl. Phys. A* 79 (2004) 1429-1432.
- [74] C. S. R. Nathala, A. Ajami, A. A. Ionin, S. I. Kudryashov, S. V. Makarov, T. Ganz, A. Assion, W. Husinsky, Experimental study of fs-laser induced sub-100-nm periodic surface structures on titanium, *Opt. Express.* 23 (2015) 5915-5929.
- [75] A. Y. Vorobyev, C. Guo, Colorizing metals with femtosecond laser pulses, *Appl. Phys. Lett.* 92 (2008) 041914.
- [76] B. Dusser, Z. Sagan, H. Soder, N. Faure, J. P. Colombier, M. Jourlin, E. Audouard, Controlled nanostructures formation by ultra fast laser pulses for color making, *Opt. Express.* 18 (2010) 2913-2924.
- [77] J. Yao, C. Zhang, H. Liu, Q. Dai, L. Wu, S. Lan, A. V. Gopal, V. A. Trofimov, T. M. Lysak, Selective appearance of several laser-induced periodic surface structure patterns on a metal surface using structural colors produced by femtosecond laser pulses, *Appl. Surf. Sci.* 258 (2012) 7625-7632.
- [78] J. R. Bush, B. K. Nayak, L. S. Nair, M. C. Gupta, C. T. Laurencin, Improved bio-implant using ultrafast laser induced self-assembled nanotexture in titanium, *J. Biomed. Mater. Res. Part B Appl. Biomater.* 97B (2011) 299-305.
- [79] E. Rebollar, I. Frischauf, M. Olbrich, T. Peterbauer, S. Hering, J. Preiner, P. Hinterdorfer, C. Romanin, J. Heitz, Proliferation of aligned mammalian cells on laser-nanostructured polystyrene, *Biomaterials* 29 (2008) 1796-1806.
- [80] M. Pfeiffer, A. Engel, H. Gruettner, K. Guenther, F. Marquardt, G. Reisse, S. Weissmantel, Ripple formation in various metals and super-hard tetrahedral amorphous carbon films in consequence of femtosecond laser irradiation, *Appl. Phys. A* 110 (2013) 655-659.
- [81] N. Yasumaru, K. Miyazaki, J. Kiuchi, E. Sentoku, Frictional properties of diamond-like carbon, glassy carbon and nitrides with femtosecond-laser-induced nanostructure, *Diam. Relat. Mater.* 20 (2011) 542-545.
- [82] J. Eichstadt, G. R. B. E. Romer, A. J. Huis in't Veld, Towards Friction Control using laser-induced periodic Surface Structures, *Phys. Procedia* 12 (2011) 7-15.
- [83] T. Knuttel, S. Bergfeld, S. Haas, Laser Texturing of Surfaces in Thin-Film Silicon Photovoltaics – A Comparison of Potential Processes, *J. Laser Micro Nanoeng.* 8 (2013) 222-229.
- [84] A. Y. Vorobyev, V. S. Makin, C. Guo, Brighter Light Sources from Black Metal: Significant Increase in Emission Efficiency of Incandescent Light Sources, *Phys. Rev. Lett.* 102 (2009) 234301.
- [85] D. S. Milovanović, S. M. Petrović, M. A. Shulepov, V. F. Tarasenko, B. R. Radak, Š. S. Miljanić, M. S. Trtica, Titanium alloy surface modification by excimer laser irradiation, *Opt. Laser Techn.* 54 (2013) 419-427.
- [86] R. Kelly, A. Miotello, Mechanisms of pulsed laser sputtering, in *Pulsed laser deposition of thin films*, R. Eason, Ed., New York, Wiley (1994) 55-87.
- [87] J. Bonse, M. Lenzner, J. Kruger, Modification and ablation of semiconductors by femtosecond laser pulses, *Recent Res. Devel. Appl. Phys.* 5 (2002) 437-461.
- [88] K. Chaudhary, S. Z. H. Rizvi, J. Ali, Laser-Induced Plasma and its Applications, in *Plasma Science and Technology*, T. Mieno, Ed., London, IntechOpen 2016.

- [89] V. N. Rai, S. N. Thakur, Physics and dynamics of plasma in laser-induced breakdown spectroscopy, in *Laser-Induced Breakdown Spectroscopy*, Oxford, Elsevier 2020.
- [90] C. Boulmer-Leborgne, J. Hermann, B. Dubreuil, Plasma formation resulting from the interaction of a laser beam with solid metal target in an ambient gas, *Plasma Sources Sci. Technol.* 2 (1993) 219-226.
- [91] T. J. Chuang, Laser-induced gas – surface interactions, *Surf. Sci. Rep.* 3 (1983) 1-105.
- [92] M. Momcilovic, M. Trtica, J. Ciganovic, J. Savovic, J. Stasic, M. Kuzmanovic, Analysis of copper surface features obtained using TEA CO₂ laser at reduced air pressure, *Appl. Surf. Sci.* 270 (2013) 486-494.
- [93] D. Hoche, P. Schaaf, Laser nitriding: investigations on the model system, TiN. A review, *Heat Mass Transfer* 47 (2011) 519-540.
- [94] J. M. Vadillo, J. M. Fernandez Romero, C. Rodriguez, J. J. Laserna, Effect of Plasma Shielding on Laser Ablation Rate of Pure Metals at Reduced Pressure, *Surf. Interface Anal.* 27 (1999) 1009-1015.
- [95] S. Petronić, K. Čolić, B. Đorđević, D. Milovanović, M. Burzić, F. Vučetić, Effect of laser shock peening with and without protective coating on the microstructure and mechanical properties of Ti-alloy, *Opt. Lasers Eng.* 129 (2020) 106052.
- [96] H. Wang, J. Jurgensen, P. Decker, Z. Hu, K. Yan, E. L. Gurevich, A. Ostendorf, Corrosion behaviour of NiTi alloy subjected to femtosecond laser shock peening without protective coating in air environment, *Appl. Surf. Sci.* 501 (2020) 144338.
- [97] A. Salimianrizi, E. Foroozmehr, M. Badrossamay, H. Farrokhpour, Effect on Laser Shock Peening on surface properties and residual stress of Al6061-T6, *Opt. Lasers Eng.* 77 (2016) 112-117.
- [98] S. Marimuthu, A. Triantaphyllou, M. Antar, D. Wimpenny, H. Morton, M. Beard, Laser polishing of selective laser melted components, *Int. J. Mach. Tools Manuf.* 95 (2015) 97-104.
- [99] A. Temmler, D. Liu, J. Preubner, S. Oeser, J. Luo, R. Poprawe, J. H. Schleifenbaum, Influence of laser polishing on surface roughness and microstructural properties of the remelted surface boundary layer of tool steel H11, *Mater. Des.* 192 (2020) 108689.
- [100] M. Moradi, S. Sharif, S. J. Nasab, M. K. Moghadam, Laser surface hardening of AISI 420 steel: Parametric evaluation, statistical modelling and optimization, *Optik* 224 (2020) 165666.
- [101] A. A. Siddiqui, A. K. Dubey, Recent trends in laser cladding and surface alloying, *Opt. Laser Technol.* 134 (2021) 106619.
- [102] Z. Wen, K. Dejun, Effects of laser thermal sprayed AlNiCr coating on fatigue performances of S355 structural steel, *Int. J. Fatigue* 131 (2020) 105359.
- [103] H. Wu, D. Kong, Effects of laser power on friction-wear performances of laser thermal sprayed Cr₃C₂-NiCr composite coatings at elevated temperatures, *Opt. Laser Technol.* 117 (2019) 227-238.
- [104] W. Zhao, D. Kong, Effects of laser power on immersion corrosion and electrochemical corrosion performances of laser thermal sprayed amorphous AlFeSi coatings, *Appl. Surf. Sci.* 481 (2019) 161-173.
- [105] K. Li, X. S. Fu, G. Q. Chen, W. L. Zhou, Z. Q. Li, Mechanical properties of strengthened surface layer in Ti-6Al-4V alloy induced by wet peening treatment, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 26 (2016) 2868-2873.

- [106] M. J. Shepard, P. R. Smith, M. S. Amer, Introduction of compressive residual stresses in Ti-6Al-4V simulated airfoils via laser shock peening, *J. Mater. Eng. Perform.* 10 (2001) 670-678.
- [107] P. Peyre, I. Chaieb, C. Braham, FEM calculation of residual stresses induced by laser shock processing in stainless steel, *Model. Simul. Mat. Sci. Eng.* 15 (2007) 205-221.
- [108] R. Sundar, P. Ganesh, R. K. Gupta, G. Ragvendra, B. K. Pant, K. Vivekanand, K. Ranganathan, K. Rakesh, K. S. Bindra, Laser Shock Peening and its Applications: A Review, *Lasers Manuf. Mater. Process.* 6 (2019) 424-463.
- [109] M. Munther, T. Martin, A. Tajyar, L. Hackel, A. Beheshti, K. Davami, Laser shock peening and its effects on microstructure and properties of additively manufactured metal alloys: A review, *Eng. Res. Express* 2 (2020) 022001.
- [110] R. Sikhamov, F. Fomin, B. Klusemann, N. Kashaev, The Influence of Laser Shock Peening on Fatigue Properties of AA2024-T3 Alloy with a Fastener Hole, *Metals* 10 (2020) 040495.
- [111] M. S. Trtica, Spektralne, prostorne i vremenske karakteristike CO₂ TEA lasera tipa CO₂/HA, Doktorska disertacija, Fakultet za fizičku hemiju, Univerzitet u Beogradu 1987.
- [112] A. K. LaFlamme, Double discharge excitation for atmospheric pressure CO₂ lasers, *Rev. Sci. Instrum.* 41 (1970) 1578-1581.
- [113] M. Trtica, S. Ribnikar, The Operation of the TEA CO₂ Laser with Nonconventional CO₂/H₂ Gas Mixture, *Infrared Phys.* 29 (1989) 351-352.
- [114] D. S. Milovanović, Interakcija nanosekundnog i pikosekundnog impulsnog laserskog zračenja sa površinom legure Ti6Al4V, Doktorska disertacija, Fakultet za fizičku hemiju, Univerzitet u Beogradu 2013.
- [115] E. G. Gamaly, A. V. Rode, B. Luther-Davies, Ablation of solids by femtosecond lasers: Ablation mechanism and ablation threshold for metals and dielectrics, *Phys. Plasmas* 9 (2002) 949-957.
- [116] T. S. S. Kumar, Physical and Chemical Characterization of Biomaterials, in *Characterization of Biomaterials* (2013) 11-47.
- [117] J. Webb, J. H. Holgate, Scanning Electron Microscopy, in *Microscopy* (2003) 3922-3928.
- [118] D. A. Stoney, P. L. Stoney, Identification of factors affecting SEM/EDS analysis for discrimination and classification among common items of evidence using particle combination profiles, *Forensic Sci. Int.* 330 (2022) 111125.
- [119] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, P. Echlin, D. C. Joy, C. E. Lyman, E. Lifshin, L. Sawyer, J. R. Michael, Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, Boston, Springer Science 2003.
- [120] M. Ferretti, L. Miazzo, P. Muioli, The application of a non-destructive XRF method to identify different alloys in the bronze statue of the Capitoline Horse, *Stud. Conserv.* 42 (1997) 241-246.
- [121] M. Uo, T. Wada, T. Sugiyama, Applications of X-ray fluorescence analysis (XRF) to dental and medical specimens, *Jpn. Dent. Sci. Rev.* 51 (2015) 2-9.
- [122] <https://www.hardnesstesters.com/test-types/vickers-hardness-testing>.
- [123] P. Moore, G. Booth, The Welding Engineer's Guide to Fracture and Fatigue, United Kingdom, Woodhead Publishing 2015.
- [124] A. Kancherla, Resilient modulus and permanent deformation testing of unbound granular materials, Doctoral Dissertation, Texas A&M University 2004.

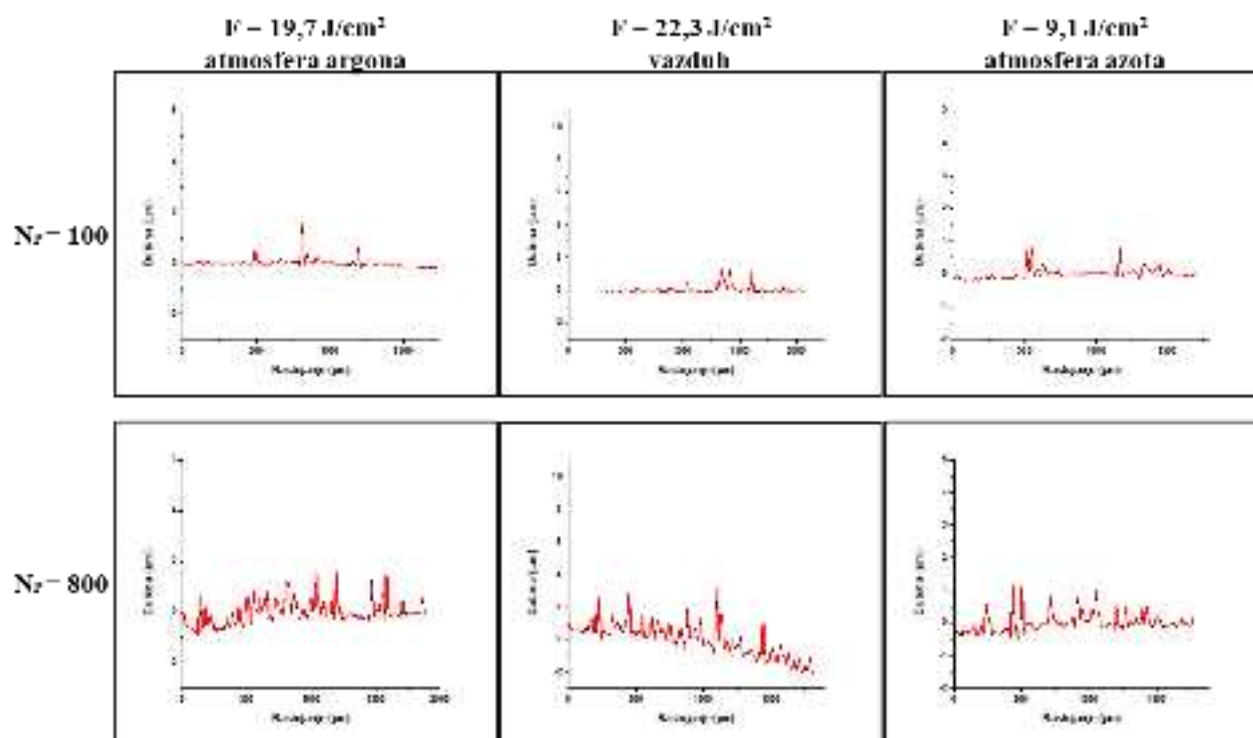
- [125] T. Tatić, K. Čolić, A. Sedmak, Ž. Mišković, A. Petrović, Evaluation of the Locking Compression Plates Stress-Strain Fields, *Techn. Gazette* 25 (2018) 112-117.
- [126] K. Čolić, N. Gubelj, M. Burzić, A. Sedmak, T. Mijatović, A. Milovanović, Analysis of fracture behaviour of thin s316l stainless steel plates, *Struct. Integr. Life* 17 (2017) 211-216.
- [127] ARAMIS Hardware, aramis_hw_en_rev-c, User Information, Braunschweig, Nemačka 2007.
- [128] ARAMIS Software, aramis_v6_1st_en_rev-c, User Manual 2007.
- [129] S. M. Živković, Primena spektroskopije plazme indukovane impulsnim ugljendioksidnim laserskim zračenjem za kvalitativnu i kvantitativnu analizu čvrstih uzoraka, Doktorska disertacija, Hemijski fakultet, Univerzitet u Beogradu 2018.
- [130] <https://www.nist.gov/pml/atomic-spectra-database-contents>, Atomic Spectra Database.
- [131] F. Song, W. Li, J. Yang, G. Han, P. Liao, Y. Sun, Interfacing nickel nitride and nickel boosts both electrocatalytic hydrogen evolution and oxidation reactions, *Nat. Commun.* 9 (2018) 4531-4540.
- [132] M. B. Lourenco, M. D. Carvalho, P. Fonseca, T. Gasche, G. Evans, M. Godinho, M. M. Cruz, Stability and magnetic properties of cobalt nitrides, *J. Alloys Compd.* 612 (2014) 176-182.
- [133] P. Etimayer, W. Lengauer, Nitrides, in *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Wiley-VCH Verlag, Weinheim 2012.
- [134] B. Rajčić, S. Petronić, K. Čolić, Z. Stević, A. Petrović, Ž. Mišković, D. Milovanović, Laser Processing of Ni-Based Superalloy Surfaces Susceptible to Stress Concentration, *Metals* 11 (2021) 750-765.
- [135] https://www.lambdaphoto.co.uk/pdfs/Surface_Texture.pdf, MetroPro Surface Texture Parameters.
- [136] A. B. Basyigit, A. Kurt, The Effects of Nitrogen Gas on Microstructural and Mechanical Properties of TIG Welded S32205 Duplex Stainless Steel, *Metals* 8 (2018) 226-238.
- [137] C. Pauzon, E. Hryha, P. Foret, L. Nyborg, Effect of argon and nitrogen atmospheres on the properties of stainless steel 316 L parts produced by laser-powder bed fusion, *Mat. Des.* 179 (2019) 107873.
- [138] P. Peyre, R. Fabbro Laser shock peening: A review of the physics and applications, *Opt. Quantum Electron.* 27 (1995) 1213-1229.
- [139] P. Peyre, X. Scherpereel, L. Berthe, C. Carboni, R. Fabbro, G. Beranger, C. Lemaitre, Surface modifications induced in 316L steel by laser peening and shot-peening. Influence on pitting corrosion resistance, *Mater. Sci. Eng. A* 280 (2000) 294-302.
- [140] <https://www.aircraftmaterials.com/data/nickel/C263.html>, Aircraft Materials.
- [141] V. I. Emel'yanov, P. A. Danilov, D. A. Zayarnyi, A. A. Ionin, S. I. Kudryashov, S. V. Makarov, A. A. Rudenko, D. I. Shikunov, V. I. Yurovskikh, Thermocavitation melt instability and micro-crown formation near the threshold for femtosecond laser spallation of a silicon surface, *JETP Letters* 100 (2014) 145-149.
- [142] N. Yoshiki, T. Kunio, M. Noriaki, F. Hirotohi, Liquidly process in femtosecond laser processing, *Appl. Surf. Sci.* 255 (2009) 9761-9763.
- [143] A. Kumar, K. Biswas, B. Basu, Hydroxyapatite-titanium bulk composites for bone tissue engineering applications, *J. Biomed. Mater. Res. Part A* 103 (2015) 791-806.

- [144] D. Milovanović, B. Rajčić, S. Petronić, A. Radulović, B. Radak, B. Gaković, M. Zamfirescu, C. Albu, J. Savović, Comprehensive ablation study of near-IR femtosecond laser action on the titanium-based alloy Ti6Al4V: morphological effects and surface structures at low and high fluences, *Eur. Phys. J. D* 76 (2022) 1-14.
- [145] M. Ye, C. P. Grigoropoulos, Time-of-flight and emission spectroscopy study of femtosecond laser ablation of titanium, *J. Appl. Phys.* 89 (2001) 5183-5190.
- [146] N. Maharjan, W. Zhou, Y. Guan, Ablation morphology and ablation threshold of Ti-6Al-4V alloy during femtosecond laser processing, *Appl. Phys. A* 124 (2018) 519-528.
- [147] K. Venkatakrisnan, B. Tan, Interconnect microvia drilling with a radially polarized laser beam, *J. Micromech. Microeng.* 16 (2006) 2603-2607.
- [148] G. Rotella, L. Orazi, M. Alfano, S. Candamano, I. Gnilitzkyi, Innovative high-speed femtosecond laser nano-patterning for improved adhesive bonding of Ti6Al4V titanium alloy, *CIRP J. Manuf. Sci. Techn.* 18 (2017) 101-106.
- [149] I. Gnilitzkyi, M. Pogorielov, R. Viter, A. M. Ferraria, A. P. Carapeto, O. Oleshko, L. Orazi, O. Mishchenko, Cell and tissue response to nanotextured Ti6Al4V and Zr implants using high-speed femtosecond laser-induced periodic surface structures, *Nanomed. Nanotech. Biol. Med.* 21 (2009) 102036.
- [150] D. Huerta-Murillo, A. Garcia-Giron, J. M. Romano, J. T. Cordovilla, M. Walker, S. S. Dimov, J. L. Ocana, Wettability modification of laser-fabricated hierarchical surface structures in Ti-6Al-4V titanium alloy, *Appl. Surf. Sci.* 463 (2019) 838-846.
- [151] J. Bonse, R. Koter, M. Hartelt, D. Spaltmann, S. Pentzien, S. Hohm, A. Rosenfeld, J. Kruger, Femtosecond laser-induced periodic surface structures on steel and titanium alloy for tribological applications, *Appl. Phys. A* 418 (2014) 572-579.
- [152] J. Byskov-Nielsen, J.-M. Savolainen, M. S. Christensen, P. Balling, Ultra-short pulse laser ablation of metals: threshold fluence, incubation coefficient and ablation rates, *Appl. Phys. A* 101 (2010) 97-101.
- [153] P. T. Mannion, J. Magee, E. Coyne, G. M. O'Connor, T. J. Glynn, The effect of damage accumulation behaviour on ablation thresholds and damage morphology in ultrafast laser micro-machining of common metals in air, *Appl. Surf. Sci.* 233 (2004) 275-287.
- [154] B. Gakovic, C. Radu, M. Zamfirescu, B. Radak, M. Trtica, S. Petrovic, P. Panjan, F. Zupanic, C. Ristoscu, I. N. Mihailescu, Femtosecond laser modification of multilayered TiAlN/TiN coating, *Surf. Coat. Techn.* 206 (2011) 411-416.

7. PRILOZI

PRILOG I

Profilometrijska analiza 2D profila tragova (zavisnost visine izbačenog materijala od rastojanja) na površini superlegure Nimonik 263 nakon dejstva nanosekundnog laserskog zračenja u različitim eksperimentalnim uslovima ozračivanja



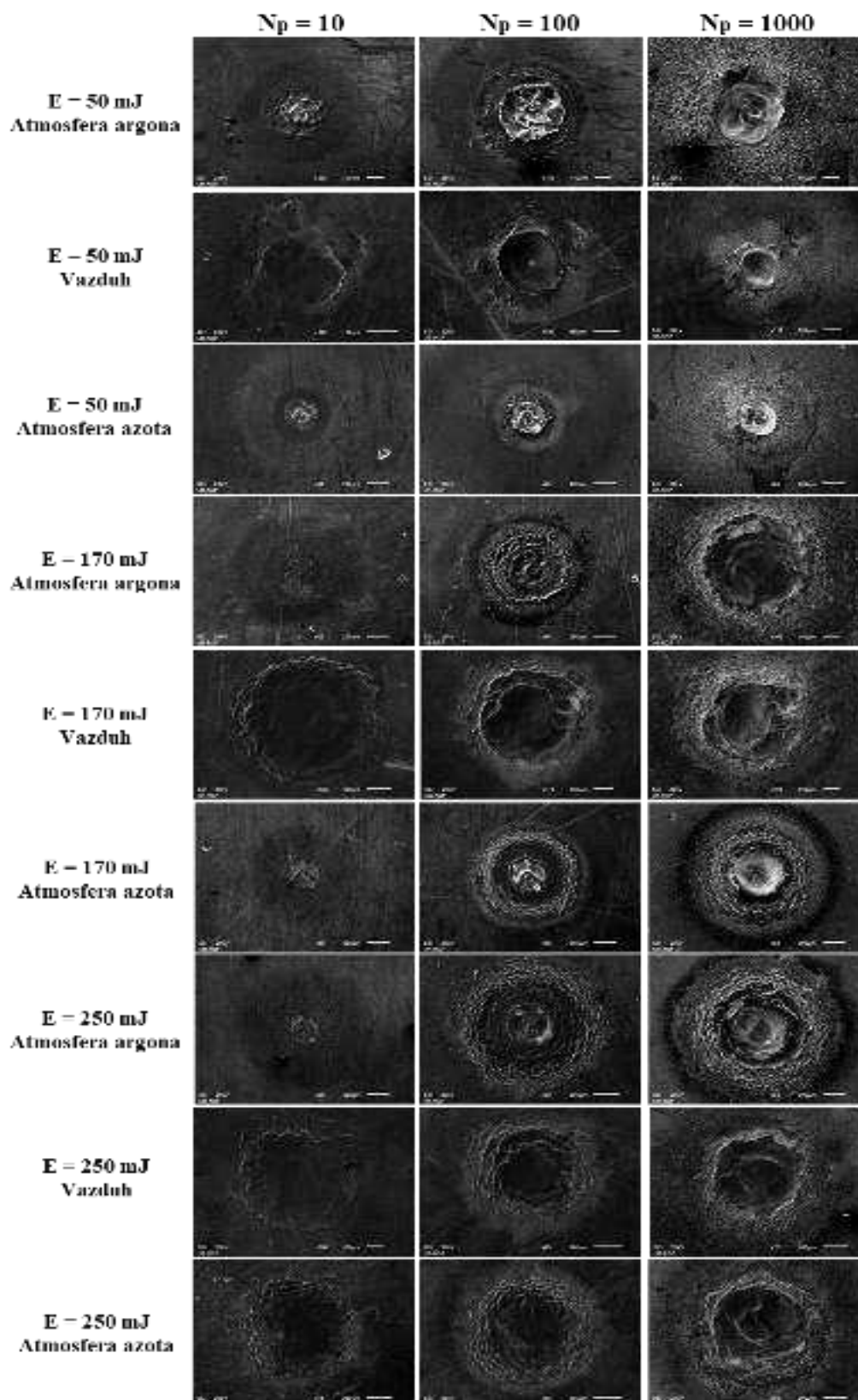
PRILOG II

Vrednosti srednje površinske hrapavosti superlegure Nimonik 263 sa različitim brojem i vrednostima energija impulsa u različitim uslovima ozračivanja nakon dejstva nanosekundnog laserskog zračenja

Energija lasera E (mJ)	Broj impulsa N_p	Srednja površinska hrapavost S_a (μm)		
		Vazduh	Atmosfera argona	Atmosfera azota
		$F = 22,3$ J/cm^2	$F = 18,3$ J/cm^2	$F = 9,10$ J/cm^2
155	1	0,02	0,02	0,03
	10	0,03	0,03	0,05
	100	0,04	0,04	0,08
	400	0,09	0,11	0,10
	800	0,19	0,18	0,21
	2000	0,28	0,19	0,54
		$F = 33,5$ J/cm^2	$F = 19,7$ J/cm^2	$F = 12,6$ J/cm^2
175	1	0,03	0,05	0,02
	10	0,04	0,07	0,04
	100	0,05	0,08	0,05
	400	0,08	0,12	0,06
	800	0,27	0,23	0,07
	2000	0,49	0,29	0,24

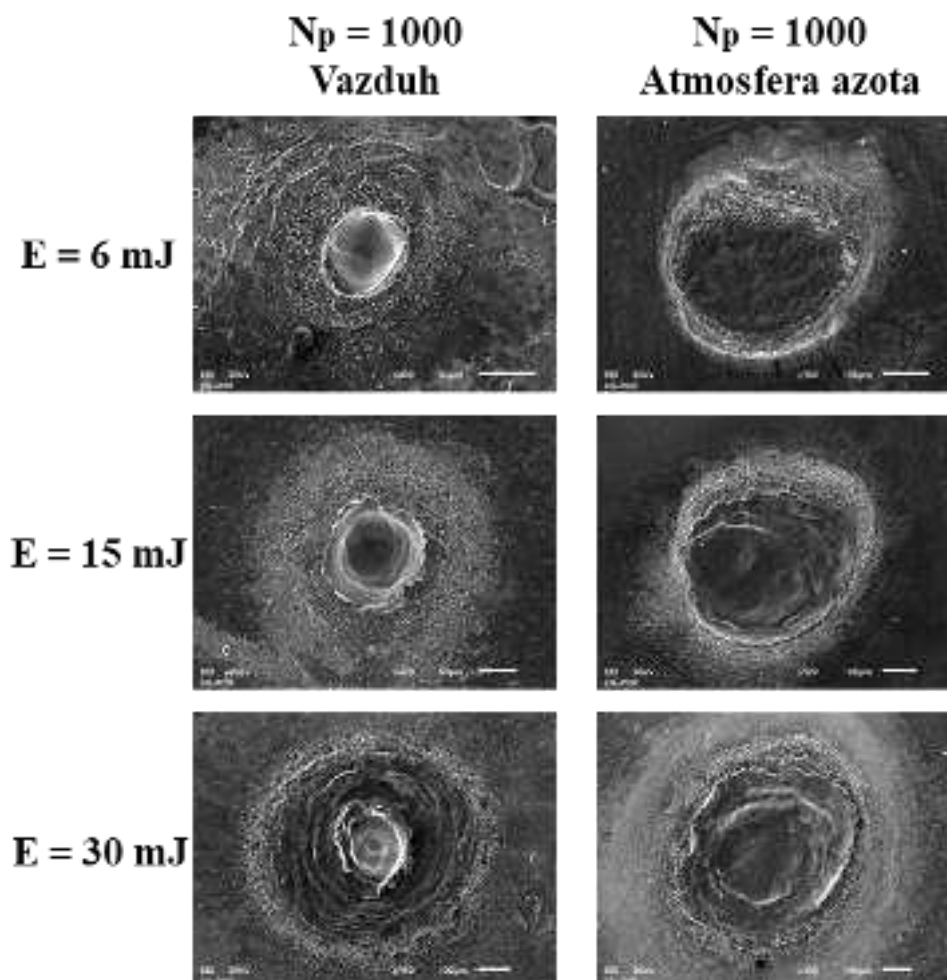
PRILOG III

SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonik 263 nakon ozračivanja nanosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns pri različitim uslovima ozračivanja



PRILOG IV

SEM mikrofotografije površine superlegure Nimonik 263 nakon ozračivanja pikosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 150 ps pri različitim uslovima ozračivanja



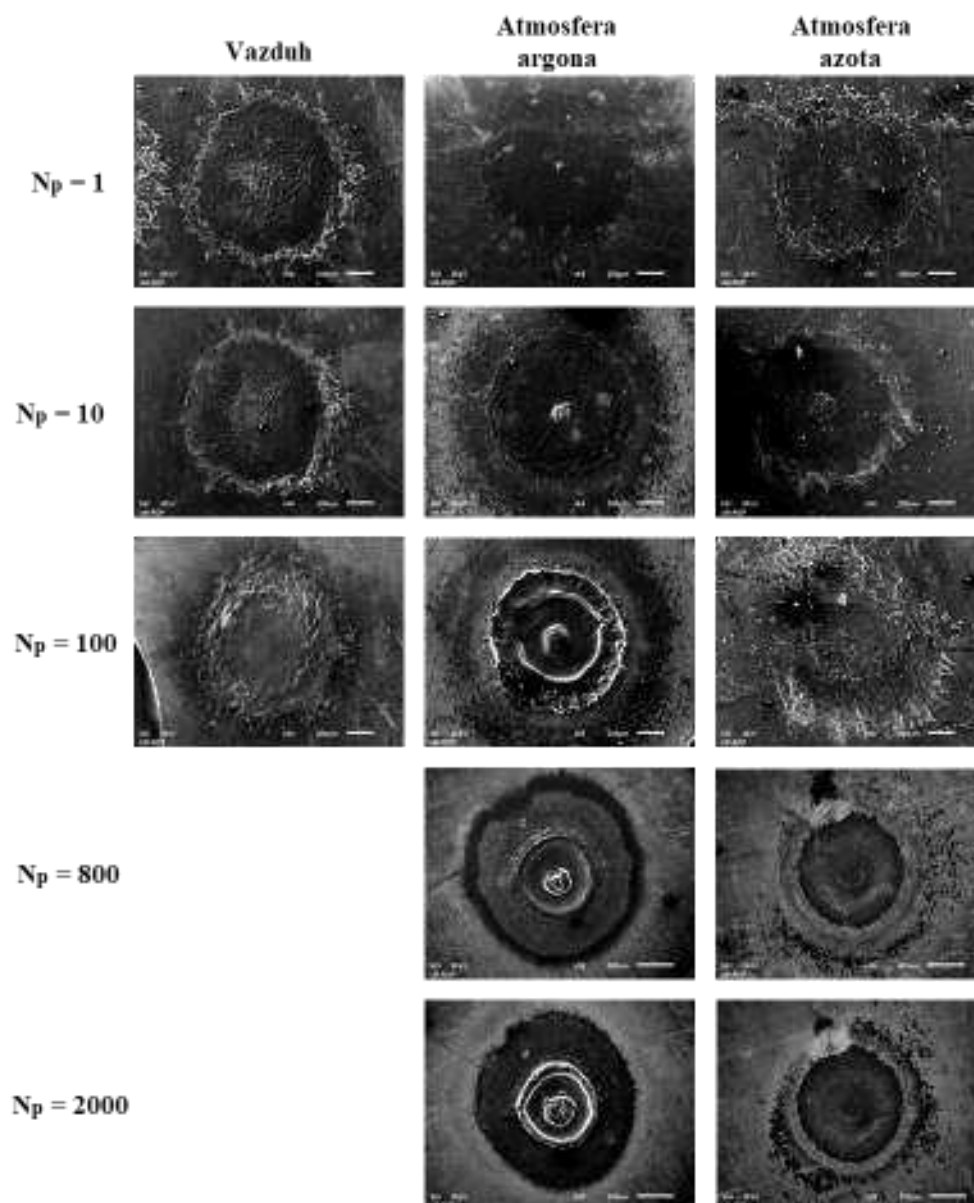
PRILOG V

Vrednosti srednje površinske hrapavosti superlegure Nimonik 263 sa različitim brojem i vrednostima energija impulsa u različitim uslovima ozračivanja nakon dejstva pikosekundnog laserskog zračenja

Energija lasera E (mJ)	Broj impulsa N _p	Srednja površinska hrapavost Ra (μm)		
		Vazduh	Atmosfera argona	Atmosfera azota
		<i>F = 2,20 J/cm²</i>	<i>F = 6,10 J/cm²</i>	<i>F = 3,80 J/cm²</i>
6	10	0,15	0,23	0,06
	100	0,33	1,22	0,15
	400	0,31	3,54	0,14
	1000	0,48	4,29	0,27
	2000	1,03	4,61	0,59
		<i>F = 5,50 J/cm²</i>	<i>F = 15,1 J/cm²</i>	<i>F = 9,50 J/cm²</i>
15	10	0,04	0,19	0,21
	100	0,88	0,53	0,58
	400	3,07	1,25	0,82
	1000	3,82	2,50	0,93
	2000	4,21	3,19	1,42
		<i>F = 11,1 J/cm²</i>	<i>F = 30,3 J/cm²</i>	<i>F = 19,1 J/cm²</i>
30	10	0,09	0,08	0,08
	100	0,11	0,21	0,19
	400	0,87	0,35	0,39
	1000	1,48	1,37	0,88
	2000	1,62	1,25	1,62

PRILOG VI

SEM mikrofotografije površine legure Ti6Al4V nakon ozračivanja nanosekundnim laserskim zračenjem talasne dužine 1064 nm i dužine trajanja impulsa 5 ns sa vrednošću energije impulsa 250 mJ, u različitim uslovima ozračivanja



PRILOG VII

Vrednosti srednje površinske hrapavosti legure Ti6Al4V sa različitim brojem i vrednostima energija impulsa u različitim uslovima ozračivanja nakon dejstva nanosekundnog laserskog zračenja

Energija lasera E (mJ)	Broj impulsa N _p	Srednja površinska hrapavost Ra (μm)		
		Vazduh	Atmosfera argona	Atmosfera azota
		<i>F = 19,1 J/cm²</i>	<i>F = 17,0 J/cm²</i>	<i>F = 16,3 J/cm²</i>
50	1	1,23	0,35	0,57
	5	1,66	0,59	0,67
	100	1,15	0,99	1,25
	100	3,11	5,83	2,97
	800	6,51	6,18	8,48
	2000	13,08	6,81	13,4
			<i>F = 64,9 J/cm²</i>	<i>F = 57,7 J/cm²</i>
170	1	0,93	0,27	1,44
	5	1,01	0,47	2,25
	100	1,48	0,81	2,88
	100	2,27	6,64	2,71
	800	4,42	20,4	4,27
	2000	7,84	23,4	7,05
			<i>F = 95,5 J/cm²</i>	<i>F = 84,9 J/cm²</i>
250	1	1,64	0,52	0,27
	5	1,87	0,89	0,79
	100	2,29	3,03	1,24
	100	5,15	6,27	2,33
	800	4,99	12,9	3,67
	2000	6,30	32,8	7,55

Biografija

Boris M. Rajčić je rođen 22. januara 1989. godine u Aleksandrovcu gde je završio osnovnu školu. Srednju Farmaceutsko-fizioterapeutsku školu je završio u Beogradu. Osnovne akademske studije je upisao u Beogradu na Fakultetu za fizičku hemiju Univerziteta u Beogradu, i diplomirao u oktobru 2013. godine. Na istom fakultetu stiče zvanje master fizikohemičar u januaru 2015 godine. U martu 2015. godine upisuje Doktorske akademske studije na Fakultetu za fizičku hemiju. Od marta 2015. godine do novembra 2019. godine bio je zaposlen u Laboratoriji za fizičku hemiju Instituta za nuklearne nauke „Vinča“, na projektu „Efekti dejstva laserskog zračenja i plazme na savremene materijale pri njihovoj sintezi, modifikaciji i analizi“ (projekat br. 172019 Ministarstva prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije). Za vreme osnovnih studija i u Institutu za nuklearne nauke „Vinča“, učestvovao je u popularizaciji prirodnih nauka kroz različite fakultetske i institutske manifestacije kao što su: Festival nauke, Nauka oko nas i Sajam obrazovanja „Zvonce“. Takođe je bio član komisije za vannastavne aktivnosti, član Nastavno-naučnog veća i potpredsednik Studentskog parlamenta Fakulteta za fizičku hemiju. Od decembra 2019. godine zaposlen je na Institutu za opštu i fizičku hemiju a.d. Beograd. Trenutno je angažovan na ugovoru br. 451-03-9/2021-14/200051 i postavljen je za tehničkog rukovodioca Laboratorije Instituta. Autor je nekoliko naučnih radova i naučnih saopštenja, od kojih su 2 naučna rada, kategorija M21 i M23, proistekli iz doktorske disertacije kandidata i jedno naučno saopštenje kategorije M33.

Spisak naučnih radova i saopštenja proisteklih iz doktorske disertacije

Radovi objavljeni u vrhunskim međunarodnim časopisima – M21

1. **Boris Rajčić**, Sanja Petronić, Katarina Čolić, Zoran Stević, Ana Petrović, Žarko Mišković, Dubravka Milovanović, „Processing of Ni-Based Superalloy Surfaces, Susceptible to Stress Concentration“, *Metals* 11 (2021) 750-765.

Radovi objavljeni u međunarodnim časopisima – M23

1. Dubravka Milovanović, **Boris Rajčić**, Sanja Petronić, Aleksandra Radulović, Bojan Radak, Biljana Gaković, Marian Zamfirescu, Catalina Albu, Jelena Savović, „Comprehensive ablation study of near-IR femtosecond laser action on the titanium-based alloy Ti6Al4V: morphological effects and surface structures at low and high fluences“, *Eur. Phys. J. D* 76 (2022) 1-14.

Saopštenje sa međunarodnog skupa štampanog u celini – M33

1. **Boris Rajčić**, Sanja Petronić, Miroslav Kuzmanović, Aleksandra Radulović, Dragan Ranković, Jelena Savović, Dubravka Milovanović, „Laser Processing Study of Nimonic 263 Surface Under Different Environmental Conditions“, Proceedings of the 4th International Conference on Optics, Photonics and Lasers (OPAL' 2021), 13 - 15 October 2021, Corfu, Greece.

Прилог 1.

Изјава о ауторству

Потписани Борис Рајчић

број индекса 2014/0314

Изјављујем

да је докторска дисертација под насловом

Површинска модификација и карактеризација легура Ti6Al4V и Нимоник 263 ласерским зрачењем у контролисаним атмосферама

- резултат сопственог истраживачког рада,
- да предложена дисертација у целини ни у деловима није била предложена за добијање било које дипломе према студијским програмима других високошколских установа,
- да су резултати коректно наведени и
- да нисам кршио ауторска права и користио интелектуалну својину других лица.

Потпис докторанда

У Београду, 11.04.2022. године

Прилог 2.

Изјава о истоветности штампане и електронске верзије докторског рада

Име и презиме аутора Борис Рајчић

Број индекса 2014/0314

Студијски програм Докторске академске студије

Наслов рада Површинска модификација и карактеризација легура $Ti6Al4V$ и Нимоник 263 ласерским зрачењем у контролираним атмосферама

Ментори проф. др Мирослав Кузмановић, редовни професор Факултета за физичку хемију Универзитета у Београду и др Дубравка Миловановић, виши научни сарадник Института за општу и физичку хемију а.д., Београд

Изјављујем да је штампана верзија мог докторског рада истоветна електронској верзији коју сам предао за објављивање на порталу Дигиталног репозиторијума Универзитета у Београду.

Дозвољавам да се објаве моји лични подаци везани за добијање академског звања доктора наука, као што су име и презиме, година и место рођења и датум одбране рада.

Ови лични подаци могу се објавити на мрежним страницама дигиталне библиотеке, у електронском каталогу и у публикацијама Универзитета у Београду.

Потпис докторанда

У Београду, 11.04.2022. године

Прилог 3.

Изјава о коришћењу

Овлашћујем Универзитетску библиотеку „Светозар Марковић“ да у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду унесе моју докторску дисертацију под насловом:

Површинска модификација и карактеризација легура Ti6Al4V и Нимоник 263 ласерским зрачењем у контролисаним атмосферама

која је моје ауторско дело.

Дисертацију са свим прилозима предао сам у електронском формату погодном за трајно архивирање.

Моју докторску дисертацију похрањену у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду могу да користе сви који поштују одредбе садржане у одабраном типу лиценце Креативне заједнице (Creative Commons) за коју сам се одлучио.

1. Ауторство
2. Ауторство - некомерцијално
3. Ауторство – некомерцијално – без прераде
4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима
5. Ауторство – без прераде
6. Ауторство – делити под истим условима

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци, кратак опис лиценци дат је на полеђини листа).

Потпис докторанда

У Београду, 11.04.2022. године

1. Ауторство - Дозвољаваате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце, чак и у комерцијалне сврхе. Ово је најслободнија од свих лиценци.
2. Ауторство – некомерцијално. Дозвољаваате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела.
3. Ауторство - некомерцијално – без прераде. Дозвољаваате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, без промена, преобликовања или употребе дела у свом делу, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела. У односу на све остале лиценце, овом лиценцом се ограничава највећи обим права коришћења дела.
4. Ауторство - некомерцијално – делити под истим условима. Дозвољаваате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце и ако се прерада дистрибуира под истом или сличном лиценцом. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела и прерада.
5. Ауторство – без прераде. Дозвољаваате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, без промена, преобликовања или употребе дела у свом делу, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца дозвољава комерцијалну употребу дела.
6. Ауторство - делити под истим условима. Дозвољаваате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце и ако се прерада дистрибуира под истом или сличном лиценцом. Ова лиценца дозвољава комерцијалну употребу дела и прерада. Слична је софтверским лиценцама, односно лиценцама отвореног кода.