

УДК 539.211

ВЛИЯНИЕ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ФЕМТОСЕКУНДНОЙ ДЛИТЕЛЬНОСТИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ СТАЛИ 12X18H10T

(получено редакцией 16.07.2016, принято в печать 01.11.2016)

Ю.Р.Колобов^{1,2}, М.В.Жидков^{1,2}, А.Е.Лигачев³, С.И.Кудряшов^{4,6}, С.В.Макаров⁵, А.А.Ионин⁴

¹НОУИЦ Наноструктурных материалов и нанотехнологий, Национальный исследовательский Белгородский государственный университет, г. Белгород, Россия; e-mail: zhidkov@bsu.edu.ru

²Институт проблем химической физики РАН, г. Черноголовка, Россия; e-mail: kolobov@bsu.edu.ru

³Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия; e-mail: carbin@yandex.ru

⁴Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия; e-mail: sikudr@sci.lebedev.ru

⁵Национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт – Петербург, Россия

⁶Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

С использованием растровой электронной и атомно-силовой микроскопии экспериментально исследовано влияния фемтосекундного лазерного излучения с различной поверхностной плотностью энергии и числом падающих импульсов на изменение топографии поверхности стали 12X18H10T. Показано, что в зависимости от параметров облучения возможно формирование различного типа поверхностных нано – и микроструктур. Выявлено, что за счет формирования многоуровневого рельефа на поверхности стали 12X18H10T возможно получение поверхностного слоя с супергидрофобными свойствами ($\theta \sim 180^\circ$).

Ключевые слова: фемтосекундный лазер, нержавеющая сталь, смачивание, супергидрофобность.

THE INFLUENCE OF LASER RADIATION OF FEMTOSECOND DURATION ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF SURFACE LAYERS OF STEEL 12Kh18N10T

Yu. R. Kolobov^{1,2}, M. V. Zhidkov^{1,2}, A. E. Ligachev³, S. I. Kudryashov^{4,6}, S. V. Makarov⁵, A. A. Ionin⁴

¹REC Nanostructured Materials and Nanotechnologies, Belgorod State National Research University, Belgorod, Russia; e-mail: zhidkov@bsu.edu.ru

²The Institute of Problems of Chemical Physics, RAS, Chernogolovka, Russia; e-mail: kolobov@bsu.edu.ru

³A.M. Prokhorov General Physics Institute, RAS, Moscow, Russia

⁴P.N. Lebedev Physical Institute, RAS, Moscow, Russia

⁵ITMO University, Saint Petersburg, Russia

⁶National research nuclear university MEPHI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, Russia

A comparative experimental study of the influence of femtosecond laser irradiation with various surface energy densities and the number of pulses on a change in the surface topography of steel 12Kh18N10T (AISI 321) was carried out using scanning electron and atomic force microscopy. Depending on the laser parameters various types of surface nano – and microstructures were produced. It is revealed that due to the formation of multi-level topography on the surface of steel 12KH18N10T is possible to obtain superhydrophobic state ($\theta \sim 180^\circ$).

Keywords: femtosecond laser, stainless steel, wetting, superhydrophobicity

Введение

Известно, что в результате модификации поверхностных и приповерхностных слоев металлов и сплавов под воздействием лазерного излучения фемтосекундной длительности в поверхностном слое модифицированного материала происходит формирование пространственно-периодических структур: нано- и микро-структур с периодом, сопоставимым или меньшим длины волны лазерного излучения [1,2]. Характер формируемой на поверхности облученной мишени структуры в равной степени определяется как характеристиками материала (его элементным и фазовым составом, топографией исходной поверхности), так и параметрами облучения: длиной волны, длительностью импульса, направлением поляризации, углом падения излучения, плотностью энергии и числом импульсов [3,4]. Варьируя параметры облучения можно целенаправленно контролировать геометрические характеристики рельефа различных материалов, формируя на их поверхности под действием ультракоротких импульсов (УКИ) разнообразные типы периодических (квази-периодических) структур.

Анализ опубликованных в научных изданиях данных показывает, что к настоящему времени образование периодических поверхностных структур (в англоязычной литературе - «laser-induced periodic surface structure» (LIPSS)) при воздействии ультракороткого излучения (УКИ) наблюдается как на поверхности металлических материалов [5], так и полупроводников [6], причем в зависимости от параметров облучения возможно образование как одномерных структур с околотоволновым [7] (от $\lambda/2$ до λ , где λ – длина волны) и субволновым [8,9] (от значений $\lambda/2$ до $\lambda/5$) периодом, так и двумерных периодических микро-структур с многомасштабной шероховатостью [10]. Такое воздействие лазерного излучения позволяет придавать особые свойства поверхности, например супергидрофильность или супергидрофобность [11-13].

Обработке поверхности лазерным излучением фемтосекундной длительности аустенитных коррозионноустойчивых сталей посвящено значительное количество работ [1,5,14-21]. Известно, что за счет микроструктурирования поверхности для этого типа сталей удалось достичь высокогидрофобных ($\theta = 120^\circ$) [5,19,20], а также, за счет дополнительного использования гидрофобизирующих агентов, супергидрофобных ($\theta = 150^\circ$) состояний [14,19,21]. Однако формирование фемтосекундным лазером (без дополнительного использования снижающих поверхностную энергию химических веществ) супергидрофобного (несмачивающегося водой) состояния с краевым углом близким к 180° установлено только для платины [13].

Стоит отметить, что одним из важных преимуществ фемтосекундных лазерных импульсов является малая (суб- и около-микронная) глубина зоны теплового воздействия в месте взаимодействия лазерного импульса с обрабатываемым веществом. Это позволяет осуществлять сильнолокализованную модификацию отдельных участков поверхности обрабатываемых материалов, за счет чего процесс формирования необходимых характеристик поверхностных слоев не оказывает заметного негативного влияния на объемные свойства, что особенно важно для изделий из субмикроструктурированных (СМК) и наноструктурированных материалов, характеризующихся низкой термической стабильностью структуры [22].

В настоящей работе исследуется влияние параметров лазерного излучения фемтосекундной длительности на топографию поверхности и свойства (смачиваемость) поверхностных слоев СМК аустенитной стали 12Х18Н10Т.

1. Материал и методика исследований

В качестве материала для исследования была выбрана сталь 12Х18Н10Т в СМК состоянии, полученная в результате воздействия пластической деформацией с использованием метода, сочетающего продольную и поперечно-винтовую прокатку [23].

В ходе термомеханической обработки было получено аустенитное состояние стали с неоднородной по сечению прутка (диаметром 6 мм) СМК структурой со средними размерами элементов зеренно – субзе-

ренной структуры порядка 0.43 и 0.22 мкм в центральной и периферийной области, соответственно.

Для облучения использовались плоские образцы (продольное сечение прутка) размером 10x6 мм, обрабатываемая поверхность которых предварительно подвергалась механической шлифовке и полировке на установке LaboPol-5 (Struers).

Мишени облучали на воздухе с использованием волоконного иттербиевого фемтосекундного лазера, генерирующего УКИ на длине волны $\lambda \approx 1030$ нм и длительностью ≈ 320 фс. (таблица 1).

Таблица 1

Параметры облучения образцов СМК стали 12Х18Н10Т

Режим, №	Энергия в импульсе (E), мкДж	Пиковая плотность энергии в импульсе (F_0), Дж/см ²	Число импульсов в точке (N), шт	Плотность мощности в импульсе (q), 10 ¹² Вт/см ²
№1	2	0.21	12	0.6*10 ¹²
№2	2	0.21	3800	2.1*10 ¹²
№3	6	0.63	3800	2.1*10 ¹²

Поверхность стали после фемтосекундного лазерного облучения (ФЛО) исследовали с помощью растрового электронного микроскопа высокого разрешения Zeiss Ultra plus с интегрированной системой микроанализа INCA Energy 350 XT (Oxford Instruments) и атомно-силового микроскопа Ntegra Aura (полу-контактный режим съемки).

Краевой угол смачивания по методу сидячей капли измеряли с использованием цифрового микроскопа, оснащенного видеокамерой высокого разрешения, а также с использованием оптического прибора для измерения краевого угла смачивания и анализа контура капли OCA 20 (DataPhysics Instruments GmbH).

Плазменную очистку образца в экспериментах по ее влиянию на изменение краевого угла смачивания модифицированных методом ФЛО образцов проводили на установке 1020 Plasma Cleaner (смесь газов: 25% кислорода и 75% аргона, энергия ионов менее 12 эВ). Время очистки одного образца составляло 5 минут.

2. Результаты и обсуждение

Структура поверхности стали после её облучения 12 импульсами с пиковой плотностью энергии 0.21 Дж/см² представлена на рисунке 1. Поверхностный слой стали после воздействия 12 импульсов ФЛО представлен одномерной квазипериодической структурой (период ~ 300 нм), состоящей из выступов шириной порядка 30-60 нм и наночастиц сферической формы в диапазоне размеров от 15 до 160 нм (рис. 1а).

Известно, что величина пороговой плотности энергии F_{th} , при которой начинается абляция поверхности материалов под воздействием УКИ, является одним из ключевых параметров их обработки и, в значительной степени, определяет особенности формирования рельефа в приповерхностном слое модифицированного материала [24]. Согласно [18], для нержавеющей стали при одноимпульсном воздействии УКИ, порог макроскопической откольной абляции составляет значение $F_{spal} = 0.29$ Дж/см², а порог фрагментационной абляции $F_{frag} = 0.55$ Дж/см². Таким образом, в нашем случае образование периодической поверхностной наноструктуры (ППНС) с периодом ~ 300 нм происходит при плотностях энергии ниже порога откольной абляции, однако на поверхности образца наблюдаются небольшие участки со структурой, характерной явно для откольного механизма абляции в виде остатков отслоившейся пленки (рис. 1б). В пограничной области вблизи края лазерного пятна, где плотность энергии существенно меньше, наблюдаются слабовыраженные ППНС (рис. 1в) и значительное количество

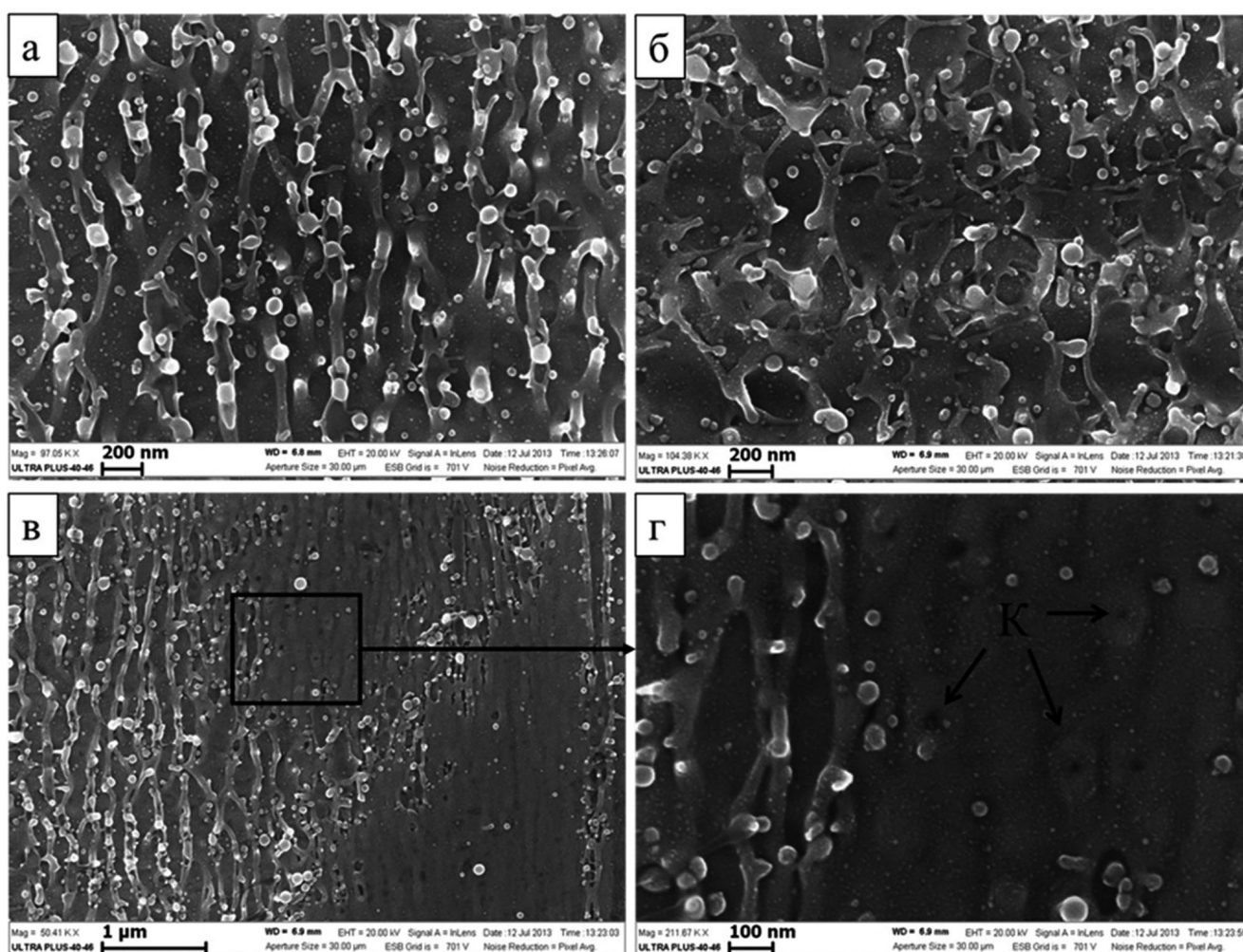


Рис. 1. Структура поверхности стали 12Х18Н10Т после ФЛО по режиму №1 ($F_0 = 0.21$ Дж/см², 12 импульсов).
Surface structure of 321 steel after FLI for mode No. 1 ($F_0 = 0.21$ J/cm², 12 pulses)

нанополостей и наноразмерных кратеров (К) с раскрывшейся вершиной (рис. 1г). Это может указывать на кавитационную (гомогенное вскипание) природу образования данных поверхностных дефектов (рис. 1г).

Известно, что плотность энергии лазерного излучения определяет механизм повреждения поверхности облучаемого материала, однако в случае многоимпульсного воздействия возможно снижение порога абляции материала за счет так называемого аккумулятивного эффекта, когда с ростом числа импульсов лазерного излучения и соответственно повышения температуры приповерхностного слоя облучаемого материала снижается пороговая плотность энергии, требуемая для образования того или иного типа структур, и наоборот, с ростом плотности энергии - необходимо меньшее число импульсов для протекания тех же процессов. В соответствии с моделью [25] порог абляции при многоимпульсном воздействии связан с порогом абляции при одноимпульсном воздействии формулой:

$$F_N = F_1 N^{S-1}, \tag{1}$$

где N – число импульсов, F_1 – порог абляции материала для 1-го импульса (Дж/см²), S – аккумуляционный параметр, который для нержавеющей стали имеет значение 0.86 [26]. Рассчитанные с использованием выражения (1) эффективные пороги абляции для использованных параметров облучения представлены в таблице 2.

Таблица 2

Рассчитанные значения эффективных порогов абляции при многоимпульсном воздействии для стали 12X18H10T

Порог абляции	1 имп.	12 имп.	3800 имп.
Откольная абляция, Дж/см ²	0.29	0.21	0.09
Фрагментационная абляция, Дж/см ²	0.55	0.39	0.17

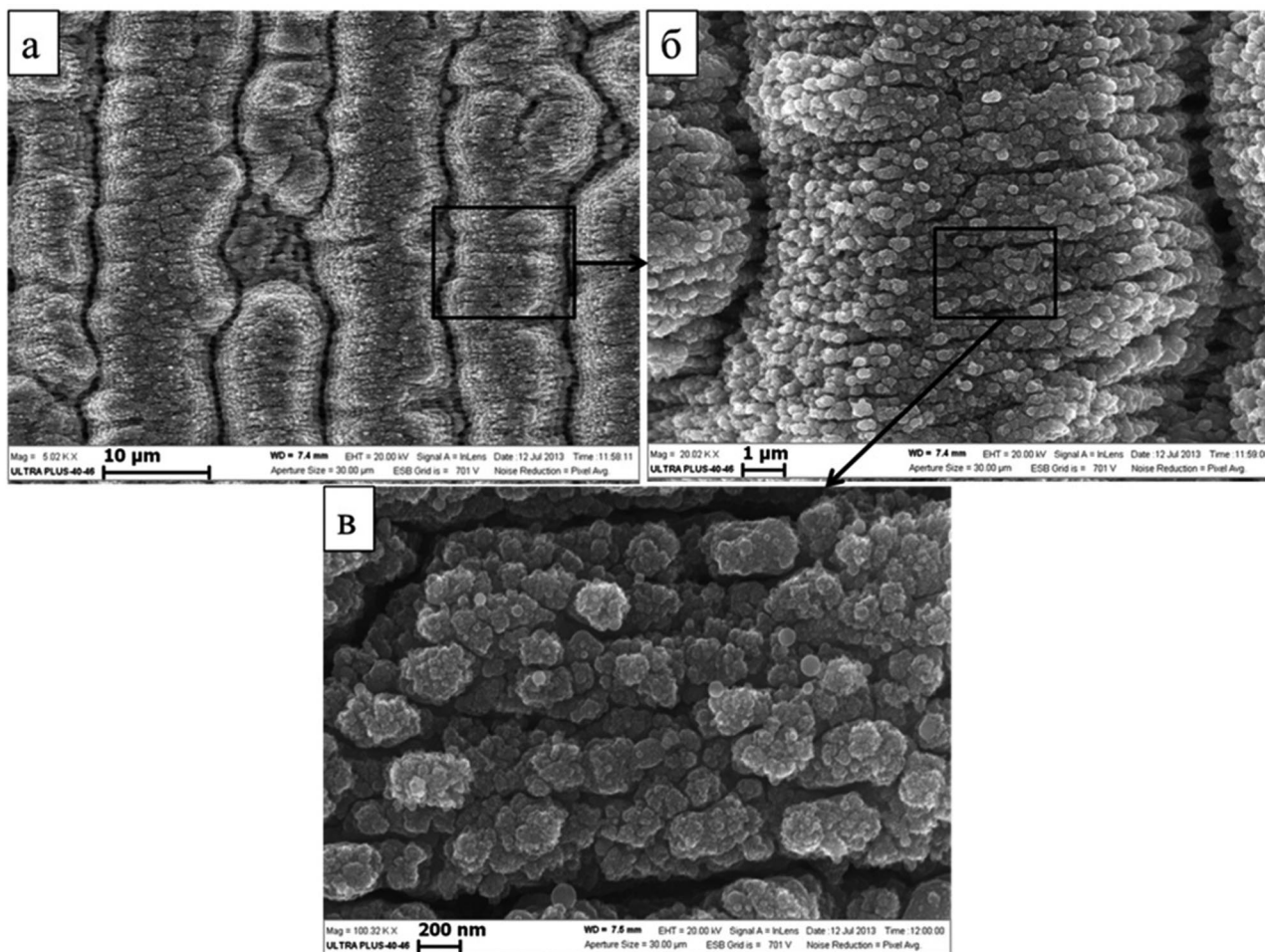


Рис. 2. Структура поверхности стали 12X18H10T после ФЛО по режиму №2 ($F_0 = 0.21$ Дж/см², 3800 импульсов)
Surface structure of 321 steel after FLI for mode No. 2 ($F_0 = 0.21$ J/cm², 3800 pulses)

При увеличении числа импульсов до 3800 при неизменной плотности энергии одиночного импульса (режим №2) происходит существенное изменение структурного состояния поверхности – образуется много-модальный (многоуровневый) рельеф, представленный вытянутыми вдоль направления сканирования лазерного луча микроструктурами (рис. 2а), на поверхности которых, в свою очередь, формируется нано-рельеф, представленный частицами и их агломератами (рис. 2б, в). Последние, вероятно, являются окисленными продуктами абляции. Как видно из таблицы 2, при 3800 импульсах эффективный порог фрагментационной абляции для стали составляет значение порядка 0.17 Дж/см². Уже начиная со значения числа импульсов ~3000 может реализовываться сверхкритический термический (фрагментационный) механизм абляции при воздействии на сталь лазерного излучения.

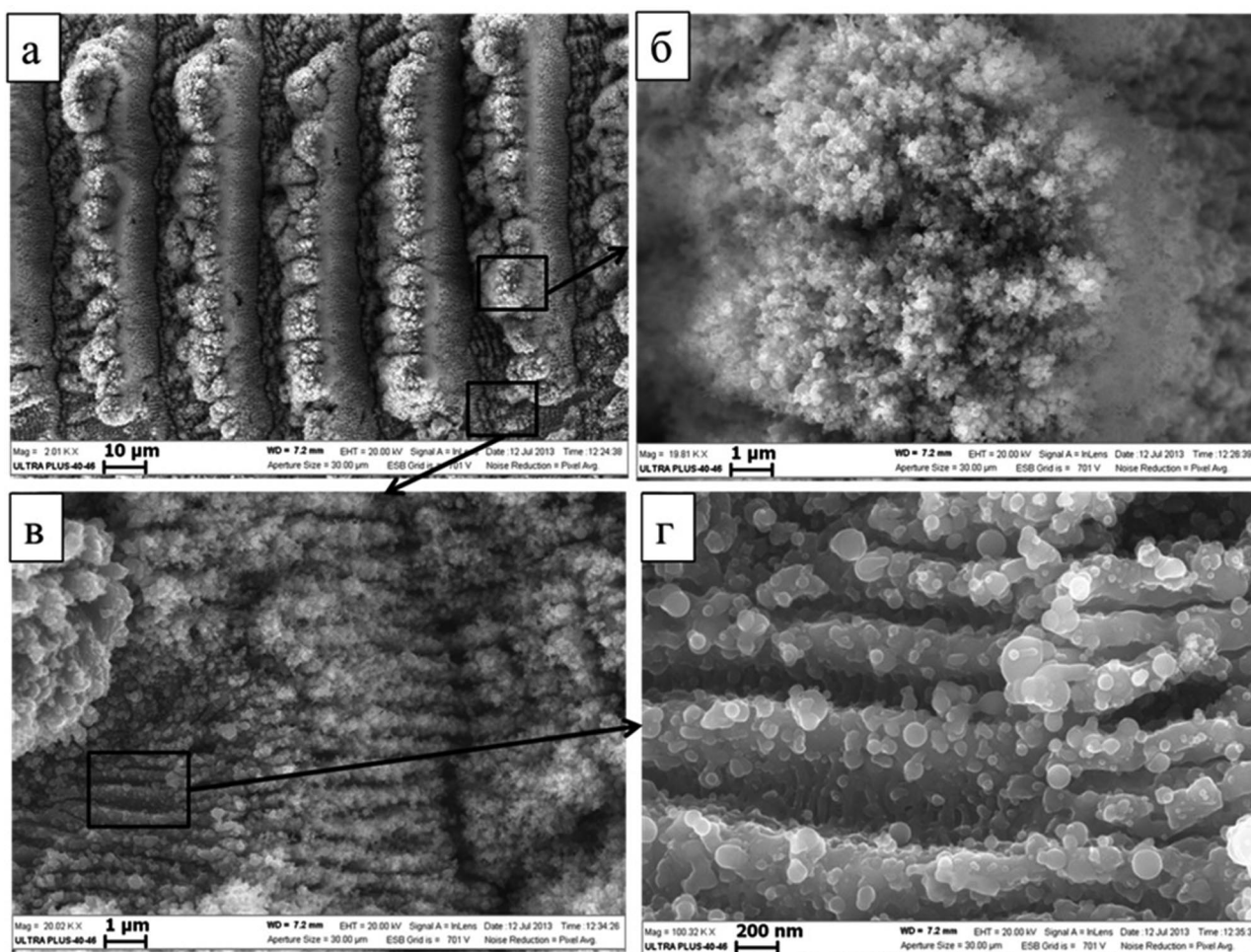


Рис. 3. Структура поверхности стали 12X18H10T после ФЛО по режиму №3 ($F_0=0.63$ Дж/см², 3800 импульсов)
Surface structure of 321 steel after FLI for mode No. 3 ($F_0=0.61$ J/cm², 3800 pulses)

При увеличении энергии в импульсе в 3 раза и при сохранении неизменным числа импульсов в точке (режим № 3), на поверхности стали также образуется многоуровневый рельеф, представленный микро-выступами шириной порядка 25 ± 2 мкм (рис.3а) и элементами рельефа субмикро- и наноразмерного диапазона, образующимися на поверхности данных микро-выступов. В центральной части микровыступов наблюдается рост оксидных образований (рис. 3а, б). Так элементный состав области, изображение которой представлено на рис. 3б показывает содержание кислорода до 34 вес. %. Можно предположить, что подобного рода оксидные структуры образуются в результате окисления переосажденных продуктов аблированного материала на вершины микровыступов с дальнейшим их ростом по механизму «vapor-liquid-solid growth» [4,27]. В отличие от предыдущего ($F_0 = 0.21$ Дж/см², 3800 импульсов) состояния, квазипериодическая структура на поверхности микровыступов частично сохраняется (рис. 3 в, г). Однако в этом случае она практически полностью скрыта из-за наличия на ней большого количества переосажденных частиц хлопьеобразной и сферической формы (рис. 4а). Средний размер частиц составляет порядка 100 нм (рис. 4в), и их поверхность покрыта еще более мелкими частицами размером от нескольких до десятков нанометров (рис. 4б).

Дополнительное изучение модифицированных поверхностей методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) показало, что максимальная высота элементов рельефа, образовавшихся в результате облучения стали по режиму № 1 (см. таблицу 1), составляет порядка 200 нм, при этом значение среднеквадратичной шероховатости (S_a) равняется ~ 20 нм (рис. 5а). С увеличением плотности энергии (режим № 2), как уже отмечалось выше, образуется многомодальный рельеф: на поверхности микровыступов (рис. 5б и рис. 2а) высо-

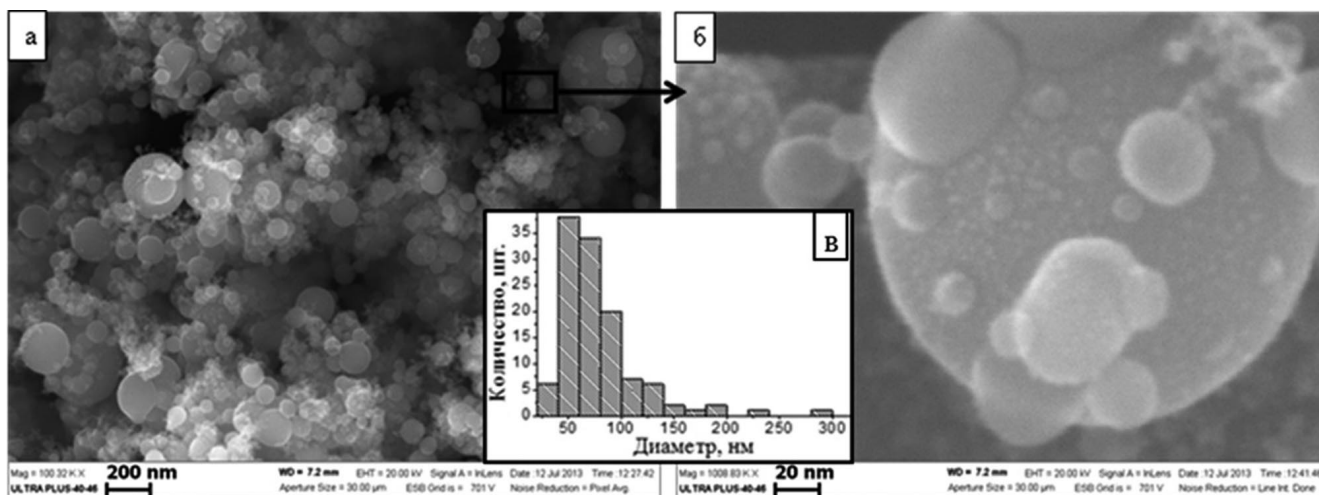


Рис. 4. Продукты абляции на поверхности 12X18H10T после ФЛО по режиму №3, ($F_0=0.63 \text{ Дж/см}^2$, 3800 импульсов)
The ablation products on the surface of 321 steel after FLO for mode No. 3, ($F_0=0.63 \text{ J/cm}^2$, 3800 pulses)

той $\sim 4.7 \text{ мкм}$ формируется нанорельеф (возможно являющийся результатом разупорядочения ППС) со значением $S_a \approx 74 \text{ нм}$ и максимальной высотой элементов рельефа $\sim 614 \text{ нм}$ (рис. 5в и рис.2в). Средняя высота микровыступов (рис. 3а) для состояния, облученного по режиму №3, составляет $\geq 10 \text{ мкм}$, в связи с чем детальные исследования модифицированной поверхности методом АСМ провести не удалось. Тем не менее, анализ полученных данных позволил выявить формирование развитого многомасштабного (многомодального) неупорядоченного рельефа на поверхностях образцов, облученных по режимам №2 и №3.

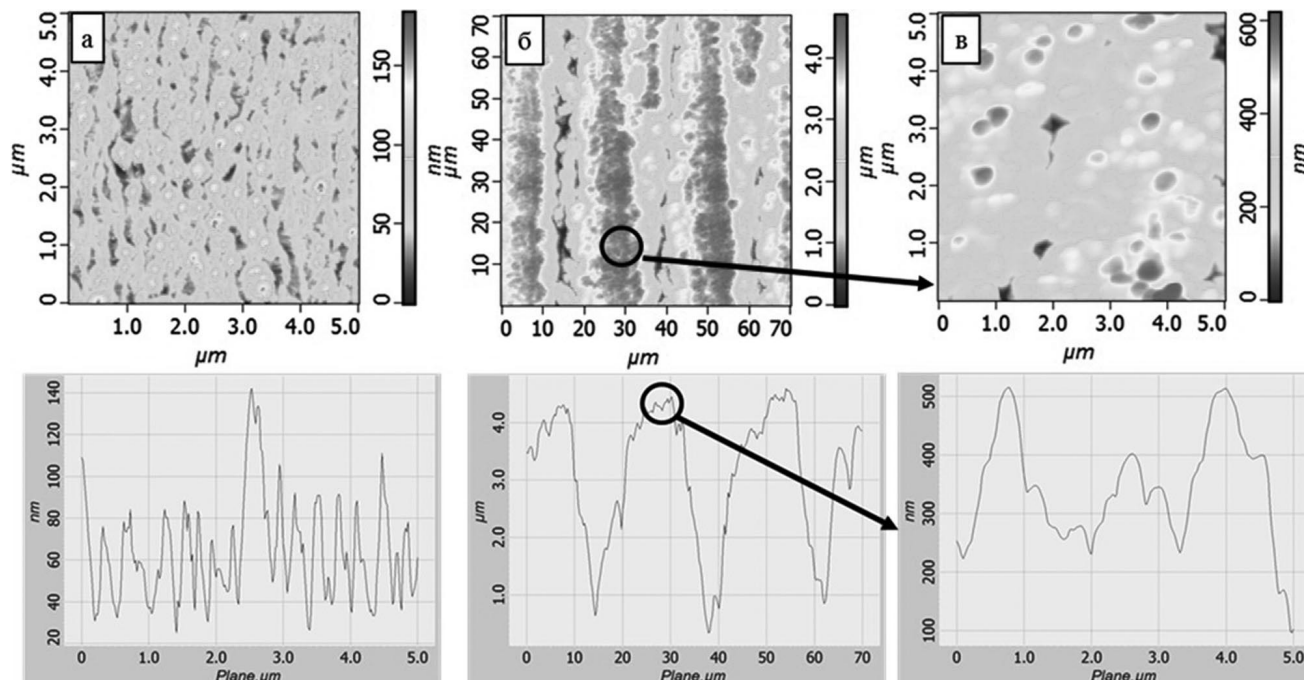


Рис. 5. Данные АСМ для стали 12X18H10T после ФЛО: а) $F_0=0.21 \text{ Дж/см}^2$, $N=12$ импульсов; б), в) $F_0=0.21 \text{ Дж/см}^2$, $N=3800$ импульсов. 2D – визуализация изображений АСМ (верхний ряд) и соответствующие им профилограммы (нижний ряд).

The AFM data for steel 321 after FLI: а) $F_0=0.21 \text{ J/cm}^2$, $N=12$ pulses; б), в) $F_0=0.21 \text{ J/cm}^2$, $N=3800$ pulses. 2D – visualization of the AFM images (top) and corresponding profilograms (bottom)

Для модифицированных методом ФЛО поверхностей стали существенно изменяется и значение краевого угла смачивания (таблица 4). Так, по сравнению с исходной необработанной поверхностью ($\theta \sim 78^\circ$), поверхность образца, облученного по режиму №1 (см. таблица 1), через несколько дней после облучения становится гидрофобной ($\approx 103^\circ$), а поверхности образцов, обработанных по режимам №2 и №3 приобретают высоко- ($\approx 139^\circ$) и супергидрофобные ($\leq 180^\circ$) свойства, соответственно (рис.6). Более того, модифицированная поверхность образца, облученного по режиму №3 не смачивается водой, а капля воды после падения на поверхность отскакивает от модифицированной поверхности (рис. 6(IV)).

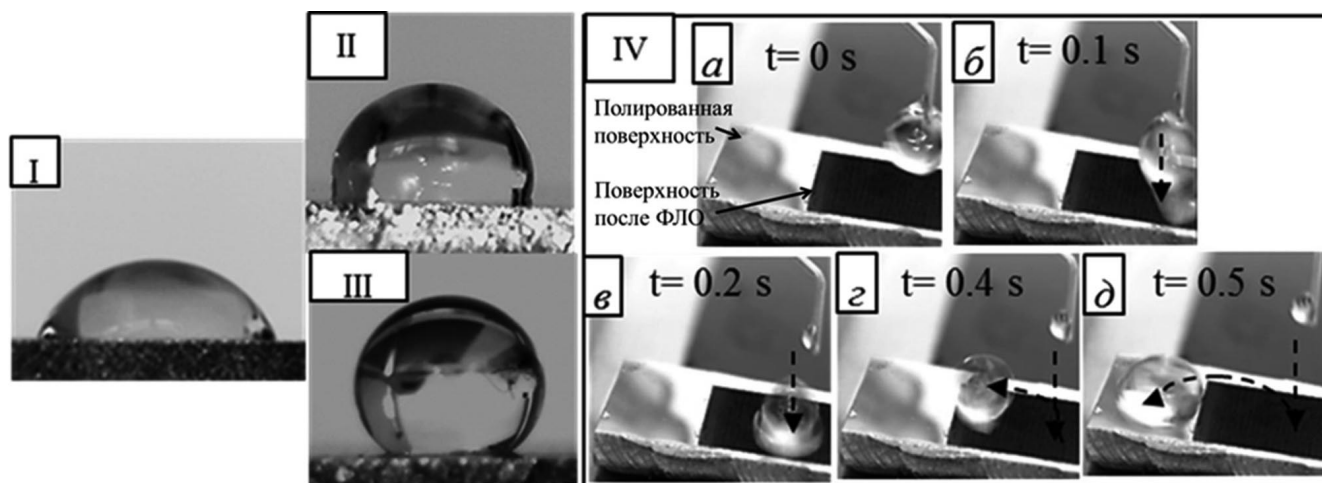


Рисунок 6. Капли воды на поверхности стали 12X18H10T: – I – исходное состояние, II – после ФЛО по режиму №1, III – после ФЛО по режиму №2, IV – после ФЛО по режиму №3. Для рисунка IV представлена серия последовательных фотографий эксперимента с отскакивающей каплей воды от модифицированной поверхности (черной пунктирной стрелкой схематично изображена траектория капли воды, t – примерное время с момента начала эксперимента (отрыва капли воды от излы дозатора))

Water drops on the surface of 321 steel: I – the initial state, II – after FLI for mode No.1, III – after FLI for mode No.2, IV – after FLI for mode No.3

Известно [28], что на гладких поверхностях путем изменения химического состава материала, либо за счет использования различных гидрофобизирующих агентов можно достичь величин краевых углов смачивания $\leq 120^\circ$. Для получения материалов с большими краевыми углами необходимо одновременно изменять шероховатость поверхности и её элементный состав. В зависимости от типа шероховатости возможна реализация одного из двух типов смачивания: гомогенного, при котором жидкость контактирует со всей поверхностью, полностью заполняя на ней впадины, и гетерогенного, при котором впадины частично или полностью заполнены воздухом [28] при одинаковом элементном составе поверхностного слоя. Согласно [28], необходимым условием, обеспечивающим супергидрофобность материала, является формирование на его поверхности рельефов такого типа, при котором реализуется устойчивый гетерогенный режим смачивания.

Результаты энергодисперсионного анализа (ЭДА) показали, что на модифицированных поверхностях содержится значительное количество углерода (таблица 3), причем его тем больше, чем выше плотность энергии лазерного излучения. Таким образом, за счет совместного влияния многомодальной шероховатости и изменения химического состава в состояниях №2 и №3, вероятно, реализуется гетерогенный режим смачивания.

Таблица 3

Содержание углерода в поверхностном слое стали 12X18H10T после ФЛО

Режим	№1	№2	№3
С, вес. %	1.4 - 2.1%	2 – 4%	2.5 - 6.3%

После плазменной очистки поверхности её свойства претерпевают существенные изменения. Высоко-частотная неравновесная плазма удаляет органические загрязнения, содержащие углеводороды. Вследствие этого модифицированные поверхности приобретают гидрофильные свойства (таблица 4). С течением времени (таблица 4), при последующем нахождении образцов на воздухе значение краевого угла восстанавливается, что может быть связано с повторным постепенным увеличением количества углеводородов на поверхности материала. На рисунке 7а, б представлены результаты измерения краевого угла смачивания через неделю после очистки в плазменной установке образцов, облученных по режимам №2 и №3. За это время поверхность образца №2 полностью восстанавливает свои свойства (рис. 7а), а капля воды на поверхности образца №3 приобретает краевой угол смачивания порядка 154° (рис. 7б). Для образца №3 в процессе очистки плазмой вероятнее всего происходит частичное удаление слабозакрепленных на поверхности наноразмерных продуктов абляции (сферических частиц) (рис. 4). Для образцов №1 и 2 видимых изменений структурных характеристик поверхности после очистки в плазме не наблюдалось.

Таблица 4

Изменение значений краевых углов смачивания для стали 12X18H10T

Краевой угол и, град.	№1 ($F_0=0.21$ Дж/см ² , 12 импульсов)	№2 ($F_0=0.21$ Дж/см ² , 3800 импульсов)	№3 ($F_0=0.63$ Дж/см ² , 3800 импульсов)
После ФЛО	103	139	≤180 (капля отскакивает от поверхности)
После плазменной очистки	≤10	≤10	≤10
Ч/з 1.5 часа	41	14	≤10
Ч/з 6 часов	70	17	45
Ч/з 24 часа	74	64	136
Ч/з 48 часов	80	70	138

На рисунке 7в представлены результаты измерения зависимости значения краевого угла смачивания на поверхности облученного по режиму №2 образца от времени выдержки на воздухе после 2-х циклов плазменной очистки. Видно, что восстановление краевого угла идет более медленными темпами.

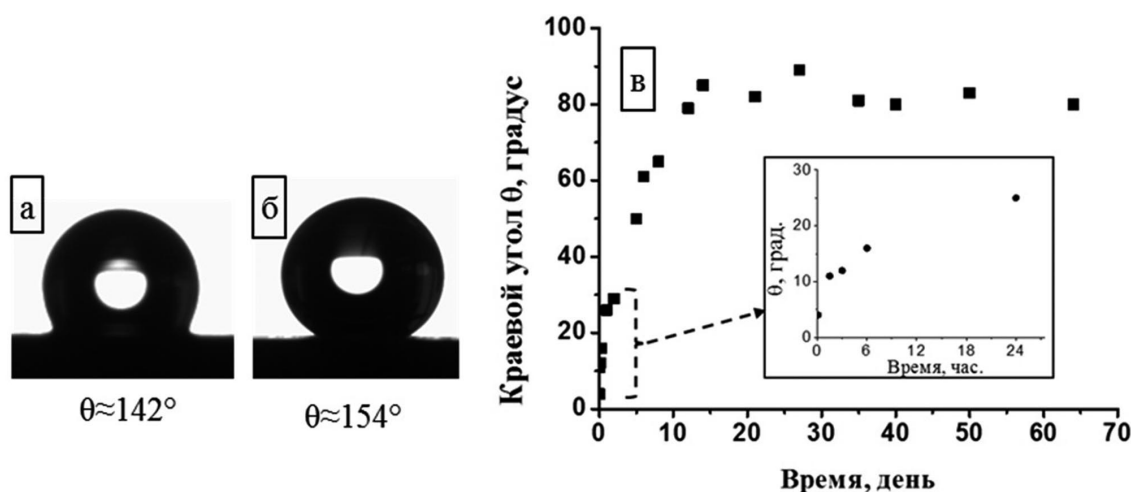


Рис. 7. Краевые углы смачивания на поверхности стали 12X18H10T через неделю после плазменной очистки после ФЛО по режиму №2 (а) и №3 (б); восстановление величины краевого угла смачивания на поверхности стали 12X18H10T после 2-х циклов плазменной очистки (в)

Contact angles on the surface of 321 steel in a week after plasma cleaning after FLI for mode No. 2 (a) and 3 (b); recovery of the value of the contact angle on the surface of 321 steel after 2 cycles of plasma cleaning (v)

Стоит отметить, что проведенные в [14,29] исследования на различных металлических материалах показали, что непосредственно после лазерного облучения все образцы при комнатной температуре хорошо смачиваются водой и для них характерно супергидрофильное состояние. При последующем времени выдержки образца на воздухе, краевой угол постепенно возрастает и с течением времени (несколько суток) достигается супергидрофобное состояние облученной поверхности.

3. Выводы

Исследованы изменения рельефа приповерхностных слоев СМК стали 12Х18Н10Т после облучения лазерным излучением фемтосекундной длительности. Показано, что в зависимости от плотности энергии лазерного излучения на поверхности стали 12Х18Н10Т возможно формирование как одномерной квазипериодической поверхностной нанорешетки, так и микрорельефа с многоуровневой шероховатостью.

Формирование многоуровневого микрорельефа и изменение элементного состава поверхностных слоев при облучении с плотностями энергии выше порога фрагментационной абляции приводит к существенному изменению параметров смачивания поверхности стали 12Х18Н10Т. При использованных параметрах облучения удалось получить как высокогидрофобное ($\theta \sim 140^\circ$), так и полностью супергидрофобное состояние с несмачивающейся водой модифицированной поверхностью. Показано, что после последующей ионно-плазменной очистки обработанная лазерным излучением поверхность приобретает супергидрофильные свойства, однако при выдержке образцов на воздухе с течением времени происходит частичное восстановление краевого угла смачивания

Работа выполнена при поддержке государственного задания (код проекта – 1492, тема проекта «Разработка научных основ создания и прогнозирования работоспособности текстурированных, поверхностно-модифицированных ГПУ сплавов на основе титана и магния») и гранта РФФИ 14-08-00632-а.

Библиографический список

1. Nayak B. K., Gupta M. C., Self-organized micro/nano structures in metal surfaces by ultrafast laser irradiation. *Optics and Lasers in Engineering*, 2010, vol. 48, no. 10, pp. 940-949.
2. Golosov E. V., Kolobov Y. R., Ionin A. A., Kudryashov S. I., Novoselov Y. N., Seleznev L. V., Sinitsyn D. V., Ligachev A. E., Ultrafast changes in the optical properties of a titanium surface and femtosecond laser writing of the one-dimensional quasi-periodic nanogratings of its relief. *Journal of experimental and theoretical physics*, 2011, vol. 113, no. 1, p. 14-26.
3. Miotello A., Ossi P. M., *Laser-Surface Interactions for New Materials Production: Tailoring Structure and Properties*. -Springer, 2010, 358 pp.
4. Макаров С. В., Нано – и микроструктурирование поверхности металлов и полупроводников в воздухе при воздействии фемтосекундных лазерных импульсов, *Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук*, 2014, 149 с.
5. Jagdheesh R., Pathiraj B., Karatay E., Romer G. R. B. E., and Huis in't A. J., Veld Laser-Induced Nanoscale Superhydrophobic Structures on Metal Surfaces. *Langmuir*, 2011, vol. 27, p. 8464–8469.
6. Golosov E. V., Ionin A. A., Kolobov Yu. R., Kudryashov S. I., Ligachev A. E., Makarov S. V., Novoselov Yu. N., Seleznev L. V., Sinitsyn D. V., Sharipov A. R., Near-threshold femtosecond laser fabrication of one-dimensional subwavelength nanogratings on a graphite surface. *Physical Review*, vol. 83, no. 11, p. 14-26.
7. Kolobov Yu. R., Golosov E. V., Vershinina T. N., Zhidkov M. V., Ionin A. A., Kudryashov S. I., Makarov S. V., Seleznev L. V., Sinitsyn D. V., Ligachev A. E., Structural transformation and residual stresses in surface layers of a + b titanium alloys nanotextured by femtosecond laser pulses. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 2015, vol.119, no. 1, p. 241-247.
8. Nathala C.S.R., Ajami A., Ionin A.A., Kudryashov S.I., Makarov S.V., Ganz T., Assion A., Husinsky W., Experimental study of fs-laser induced sub-100-nm periodic surface structures on titanium. *Optics Express*, 2015, vol. 23 (55), p. 5915–5929.

9. Litao Qi, Kazuhiro Nishii, and Yoshiharu Namba, Regular subwavelength surface structures induced by femtosecond laser pulses on stainless steel. *Optics Letters*, 2009, vol. 34, no. 12, p. 1846-1848.
10. Ionin A.A., Kudryashov S.I., Makarov S.V., Rudenko A.A., Seleznev L.V., Sinitsyn D.V., Golosov E.V., Kolobov Y.R., Ligachev A.E., Beam spatial profile effect on femtosecond laser surface structuring of titanium in scanning regime. *Applied Surface Science*, 2013, vol. 284, no. 1, p. 634-637.
11. Vorobyev A.Y., Guo C., Laser turns silicon superwicking. *Optics Express*, 2010, vol. 18, p. 6455-6460.
12. Kolobov Yu. R., Smolyakova M.Y., Kolobova A.Yu., Ionin A.A., Kudryashov S.I., Makarov S.V., Saltuganov P.N., Zayarny D.A., Ligachev A.E., Superhydrophobic textures fabricated by femtosecond laser pulses on sub-micro- and nano-crystalline titanium surfaces. *Laser Physics Letters*, 2014, vol. 11, no. 12, p. 125602.
13. A. Y. Vorobyev, Chunlei Guo, Multifunctional surfaces produced by femtosecond laser pulses. *Journal of applied physics*, 2015, Vol. 117, p. 033103.
14. Kietzig A. M., Hatzikiriakos S. G., and Englezos P., Patterned Superhydrophobic Metallic Surfaces. *Langmuir*, 2009, vol. 25, no. 8, p. 4821-4827.
15. Wu B., Zhou M., Li J. et al., Superhydrophobic surfaces fabricated by microstructuring of stainless steel using a femtosecond laser. *Applied Surface Science*, 2009, vol. 256, no. 1, pp. 61-66.
16. Qi L. T., Nishii K., and Namba Y., Regular subwavelength surface structures induced by femtosecond laser pulses on stainless steel. *Optics Letters*, 2009, vol. 34, no. 12, pp. 1846-1848.
17. Iyengar V. V., Nayak B. K., Gupta M. C., Ultralow reflectance metal surfaces by ultrafast laser texturing. *Applied Optics*, 2010, vol. 49, no. 31, p. 5983-5988.
18. Saltuganov N., Ionin A. A., Kudryashov S. I., Rukhadze A. A., Gavrilov I., Makarov S. V., Rudenko A. A., Zayarny D. A., Fabrication of superhydrophobic coating on stainless steel surface by femtosecond laser texturing and chemisorption of an hydrophobic agent. *Journal of Russian Laser Research*, 2015, vol. 36, N.1, p. 81-85.
19. Kam D. H., Bhattacharya S., Mazumder J., Control of the wetting properties of an AISI 316L stainless steel surface by femtosecond laser-induced surface modification. *Journal of micromechanics and microengineering*, 2012, vol. 22, no. 10, p. 105019.
20. Lin C.Y., Cheng C.W., Ou K.L., Micro/nano-structuring of medical stainless steel using femtosecond laser pulses. *Physics Procedia*, 2012, vol. 39, p. 661 – 668.
21. Moradi S., Kamal S., Englezos P., Hatzikiriakos S.G., Femtosecond laser irradiation of metallic surfaces: effects of laser parameters on superhydrophobicity. *Nanotechnology*, 2013, vol. 24, p. 415302.
22. Kolobov Yu.R., Valiev R.Z. et al., Grain Boundary Diffusion and Properties of Nanostructured Materials. - Cambridge International Science Publishing, 2007, 250 pp.
23. Голосов Е. В., Жидков М. В., Колобов Ю. Р., Формирование наноструктурированного состояния в стали 12Х18Н10Т методом теплой поперечно-винтовой прокатки. *Композиты и наноструктуры*, 2013, № 3 (19). с. 25-34.
24. Артюков И. А., Заярный Д. А., Ионин А. А., Кудряшов С. И., Макаров С. В., Салтуганов П. Н., Релаксационные процессы электронной и решеточной подсистем при абляции поверхности железа ультракороткими лазерными импульсами. *Письма в ЖЭТФ*, т. 99, вып.1, с. 54-58.
25. Jee Y., Becker M. F., Walser R. M., Laser-induced damage on single-crystal metal surfaces. *J. Opt. Soc. Am. B*, 1988, vol. 5(3), p. 648-659.
26. G. Raciukaitis, M. Brikas, Gecys P., Gedvilas M., Accumulation effects in laser ablation of metals with high-repetition rate lasers. *High-Power Laser Ablation VII, Proc. SPIE*, vol.7005 (2L), doi: 10.1117/12.782937.
27. Wagner R.S., Ellis W.C., Vapor ? liquid ? solid mechanism of single crystal growth. *Applied Physics Letters*, 1964, vol. 4, p. 89-90.
28. Бойнович Л. Б., Емельяненко А. М., Гидрофобные материалы и покрытия: принципы создания, свойства и применение. *Успехи химии*, 2008, т. 77, вып. 7, с.619-638.
29. Kietzig A. M., Mirvakilia M. N., Kamal S., Englezosa P., Hatzikiriakosa S. G., Nanopatterned Metallic Surfaces: Their Wettability and Impact on Ice Friction. *Journal of adhesion science and technology*, 2011, vol. 25, p. 1293-1303.

References

1. Nayak B. K., Gupta M. C., Self-organized micro/nano structures in metal surfaces by ultrafast laser irradiation. *Optics and Lasers in Engineering*, 2010, vol. 48, no. 10, pp. 940-949.
2. Golosov E. V., Kolobov Y. R., Ionin A. A., Kudryashov S. I., Novoselov Y. N., Seleznev L. V., Sinitsyn D. V., Ligachev A. E., Ultrafast changes in the optical properties of a titanium surface and femtosecond laser writing of the one-dimensional quasi-periodic nanogratings of its relief. *Journal of experimental and theoretical physics*, 2011, vol. 113, no. 1, p. 14-26.
3. Miotello A., Ossi P. M., Laser-Surface Interactions for New Materials Production: Tailoring Structure and Properties. -Springer, 2010, 358 pp.
4. Makarov S. V., Nano- and microstructuring of metals and semiconductors surfaces by femtosecond laser pulses. *Candidate's thesis*, 2014, 149 pp.
5. Jagdheesh R., Pathiraj B., Karatay E., Romer G. R. B. E., and Huis in 't A. J., Veld Laser-Induced Nanoscale Superhydrophobic Structures on Metal Surfaces. *Langmuir*, 2011, vol. 27, p. 8464-8469.
6. Golosov E. V., Ionin A. A., Kolobov Yu. R., Kudryashov S. I., Ligachev A. E., Makarov S. V., Novoselov Yu. N., Seleznev L. V., Sinitsyn D. V., Sharipov A. R., Near-threshold femtosecond laser fabrication of one-dimensional subwavelength nanogratings on a graphite surface. *Physical Review*, vol. 83, no. 11, p. 14-26.
7. Kolobov Yu. R., Golosov E. V., Vershinina T. N., Zhidkov M. V., Ionin A. A., Kudryashov S. I., Makarov S. V., Seleznev L. V., Sinitsyn D. V., Ligachev A. E., Structural transformation and residual stresses in surface layers of a + b titanium alloys nanotextured by femtosecond laser pulses. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 2015, vol. 119, no. 1, p. 241-247.
8. Nathala C.S.R., Ajami A., Ionin A.A., Kudryashov S.I., Makarov S.V., Ganz T., Assion A., Husinsky W., Experimental study of fs-laser induced sub-100-nm periodic surface structures on titanium. *Optics Express*, 2015, vol. 23 (55), p. 5915-5929.
9. Litao Qi, Kazuhiro Nishii, and Yoshiharu Namba, Regular subwavelength surface structures induced by femtosecond laser pulses on stainless steel. *Optics Letters*, 2009, vol. 34, no. 12, p. 1846-1848.
10. Ionin A.A., Kudryashov S.I., Makarov S.V., Rudenko A.A., Seleznev L.V., Sinitsyn D.V., Golosov E.V., Kolobov Y.R., Ligachev A.E., Beam spatial profile effect on femtosecond laser surface structuring of titanium in scanning regime. *Applied Surface Science*, 2013, vol. 284, no. 1, p. 634-637.
11. Vorobyev A.Y., Guo C., Laser turns silicon superwicking. *Optics Express*, 2010, vol. 18, p. 6455-6460.
12. Kolobov Yu. R., Smolyakova M.Y., Kolobova A.Yu., Ionin A.A., Kudryashov S.I., Makarov S.V., Saltuganov P.N., Zayarny D.A., Ligachev A.E., Superhydrophobic textures fabricated by femtosecond laser pulses on sub-micro- and nano-crystalline titanium surfaces. *Laser Physics Letters*, 2014, vol. 11, no. 12, p. 125602.
13. A. Y. Vorobyev, Chunlei Guo, Multifunctional surfaces produced by femtosecond laser pulses. *Journal of applied physics*, 2015, Vol. 117, p. 033103.
14. Kietzig A. M., Hatzikiriakos S. G., and Englezos P., Patterned Superhydrophobic Metallic Surfaces. *Langmuir*, 2009, vol. 25, no. 8, p. 4821-4827.
15. Wu B., Zhou M., Li J. et al., Superhydrophobic surfaces fabricated by microstructuring of stainless steel using a femtosecond laser. *Applied Surface Science*, 2009, vol. 256, no. 1, pp. 61-66.
16. Qi L. T., Nishii K., and Namba Y., Regular subwavelength surface structures induced by femtosecond laser pulses on stainless steel. *Optics Letters*, 2009, vol. 34, no. 12, pp. 1846-1848.
17. Iyengar V. V., Nayak B. K., Gupta M. C., Ultralow reflectance metal surfaces by ultrafast laser texturing. *Applied Optics*, 2010, vol. 49, no. 31, p. 5983-5988.
18. Saltuganov N., Ionin A. A., Kudryashov S. I., Rukhadze A. A., Gavrilov I., Makarov S. V., Rudenko A. A., Zayarny D. A., Fabrication of superhydrophobic coating on stainless steel surface by femtosecond laser texturing and chemisorption of an hydrophobic agent. *Journal of Russian Laser Research*, 2015, vol. 36, N.1, p. 81-85.
19. Kam D. H., Bhattacharya S., Mazumder J., Control of the wetting properties of an AISI 316L stainless steel surface by femtosecond laser-induced surface modification. *Journal of micromechanics and microengineering*, 2012, vol. 22, no. 10, p. 105019.

20. Lin C.Y., Cheng C.W., Ou K.L., Micro/nano-structuring of medical stainless steel using femtosecond laser pulses. *Physics Procedia*, 2012, vol. 39, p. 661 – 668.
21. Moradi S., Kamal S., Englezos P., Hatzikiriakos S.G., Femtosecond laser irradiation of metallic surfaces: effects of laser parameters on superhydrophobicity. *Nanotechnology*, 2013, vol. 24, p. 415302.
22. Kolobov Yu.R., Valiev R.Z. et al., Grain Boundary Diffusion and Properties of Nanostructured Materials. - Cambridge International Science Publishing, 2007, 250 pp.
23. Golosov E. V., Zhidkov M. V., Kolobov Yu. R., Formation of nanostructure in stainless steel 12Kh18N10T by warming helical rolling, *Kompozity i nanostruktury – Composites and Nanostructures*, 2013, no. 3 (19). pp. 25-34 (in Russian).
24. Artyukov I. A., Zayarniy D. A., Ionin A. A., Kudryashov S. I., Makarov S. V., Saltuganov P. N., Relaxation phenomena in electronic and lattice subsystems on iron surface during its ablation by ultrashort laser pulses. *Journal of Experimental and Theoretical Physics Letters*, 2014, vol. 99, no. 1, p. 51–55.
25. Jee Y., Becker M. F., Walser R. M., Laser-induced damage on single-crystal metal surfaces. *J. Opt. Soc. Am. B*, 1988, vol. 5(3), p. 648–659.
26. G. Raciukaitis, M. Brikas, Gecys P., Gedvilas M., Accumulation effects in laser ablation of metals with high-repetition rate lasers. *High-Power Laser Ablation VII, Proc. SPIE*, vol.7005 (2L), doi: 10.1117/12.782937.
27. Wagner R.S., Ellis W.C., Vapor ? liquid ? solid mechanism of single crystal growth. *Applied Physics Letters*, 1964, vol. 4, p. 89-90.
28. Boinovich L. B., Emelyanenko A. M., Hydrophobic materials and coatings: principles of design, properties and applications. *Russian Chemical Reviews*, 2008, vol. 77, no. 7, p. 583-600.
29. Kietzig A. M., Mirvakilia M. N., Kamal S., Englezosa P., Hatzikiriakosa S. G., Nanopatterned Metallic Surfaces: Their Wettability and Impact on Ice Friction. *Journal of adhesion science and technology*, 2011, vol. 25, p. 1293-1303.

Сведения об авторах

Ю. Р. Колобов: д-р физ.-мат. н.аук, профессор, руководитель центра НОиИЦ «Наноструктурные материалы и нанотехнологии» НИУ БелГУ, Белгород, Россия, kolobov@bsu.edu.ru, тел +7(4722) 58-54-06;

М. В. Жидков¹: аспирант, инженер НИЛ Перспективных материалов НИУ БелГУ, Белгород, Россия, zhidkov@bsu.edu.ru; тел +7(905) 676-43-22

А. Е. Лигачев: д-р физ.-мат. н.аук, профессор, ведущий научный сотрудник лаборатории электрофизических исследований Института *Институт общей физики им. А. М. Прохорова РАН*, Москва, Россия, carbin@yandex.ru; тел +7(499) 503-83-17;

С. И. Кудряшов: канд. физ.-мат. наук, доцент, старший научный сотрудник лаборатории газовых лазеров Физического института им. П. Н. Лебедева РАН, Москва, Россия, sikudr@sci.lebedev.ru, тел +7(499)132-60-83;

С. В. Макаров: канд. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник кафедры нанофотоники и метаматериалов ИТМО, Санкт – Петербург, Россия, s.makarov@metalab.ifmo.ru;

А. А. Ионин: д-р физ.-мат. н.аук, профессор, заведующий лабораторией газовых лазеров Физического института им. П. Н. Лебедева РАН, Москва, Россия, aion@sci.lebedev.ru, тел +7(499) 132-62-30.

¹ Контактное лицо