



Bezpośrednia laserowa litografia interferencyjna w periodycznej obróbce biomateriałów

KRZYSZTOF CZYŻ¹, MAREK STRZELEC¹, JAN MARCZAK[†],
ANTONI RYCYK¹, ANTONI SARZYŃSKI¹, ROMAN MAJOR²,
ZBIGNIEW PATRON¹, KAROL JACH¹, ROBERT ŚWIERCZYŃSKI¹,
PRZEMYSŁAW WACHULAK¹, HALINA GARBACZ³

¹Wojskowa Akademia Techniczna, Instytut Optoelektroniki,
00-908 Warszawa, ul. gen. S. Kaliskiego 2, krzysztof.czyz@wat.edu.pl

²Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN,
30-059 Kraków, ul. W. Reymonta 25, r.major@imim.pl

³Politechnika Warszawska, Wydział Inżynierii Materiałowej,
02-507 Warszawa, ul. Wołoska 141, hgarbacz@inmat.pw.edu.pl

Streszczenie. W artykule przedstawiono wyniki badań nowoczesnej technologii mikroobróbki laserowej biomateriałów opartej na wykorzystaniu interferencji impulsowych wiązek laserowych o dużej energii. Przeanalizowano wpływ polaryzacji promieniowania na formę wzorów w obrazie interferencyjnym. Eksperymentalnie wyznaczono wartości progów ablacji laserowej dla tytanu i warstw diamentopodobnych. W serii eksperymentów potwierdzono szczególne zalety metody bezpośredniej interferencyjnej litografii laserowej w periodycznej modyfikacji powierzchni dla uzyskania różnych jej topografii, włącznie ze strukturami hierarchicznymi, o różnym okresie i wymiarach wzorów. Opisano zastosowania tej technologii do kształtowania powierzchni materiałów wszczepialnych oraz rusztowań dla hodowli komórek i tkanek w bioinżynierii.

Słowa kluczowe: inżynieria materiałowa, mikroobróbka laserowa, litografia interferencyjna, stopy tytanu, warstwy diamentopodobne, biomateriały

DOI: 10.5604/12345865.1228618

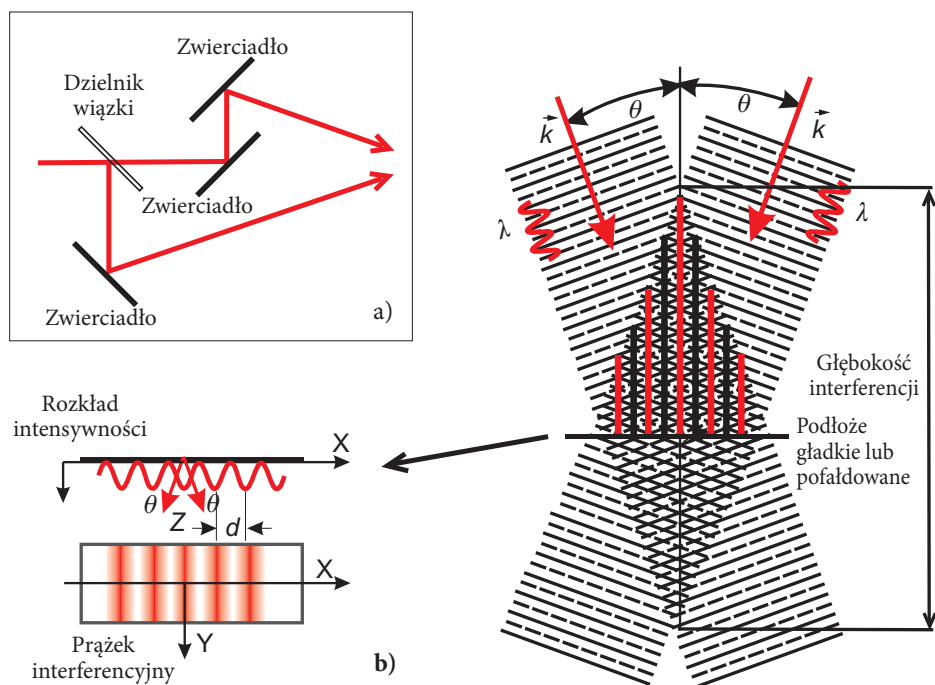
1. Wstęp

Periodycznie kształtowane powierzchnie materiałów nie tylko posiadają unikalne właściwości strukturalne, lecz także mogą działać jak inteligentne powierzchnie

zdolne do selektywnego określania różnych funkcji w takich zastosowaniach jak bioinżynieria [1, 2], inżynieria powierzchni [3, 4], konstrukcja układów fotonicznych [5, 6] i sensorów [7-9]. Do wytwarzania zmian właściwości materiałowych i strukturalnych powierzchni w skali nano- i mikrometrycznej przebadano i zastosowano wiele technik, między innymi litografię nanonadruku [10], bezpośredni zapis laserowy [12] i litografię optyczną. Niemniej tylko nieliczne z tych metod umożliwiają wytwarzanie struktur periodycznych w jednym kroku procesowym [13].

Jedną z najnowszych technologii, rozwijaną od około piętnastu lat, która pozwala na wytwarzanie periodycznych matryc w skali od setek nanometrów do setek mikrometrów na powierzchni twardych materiałów, jest bezpośrednia laserowa litografia interferencyjna DLIL (DLIL — ang. *Direct Laser Interference Lithography*) [14, 15]. Bazuje ona na zjawisku interferencji wiązek promieniowania laserowego.

Na rysunku 1 pokazano również schematycznie, w jaki sposób tworzy się obraz interferencyjny w różnych odległościach od powierzchni próbki. Jak widać, prążki interferencyjne powstają w całej objętości nakładania się wiązek pokazanej schematycznie na rysunku 1. Zastosowanie wiązek o średnicach większych niż kilka milimetrów oraz używanie, w większości przypadków, niewielkich kątów padania



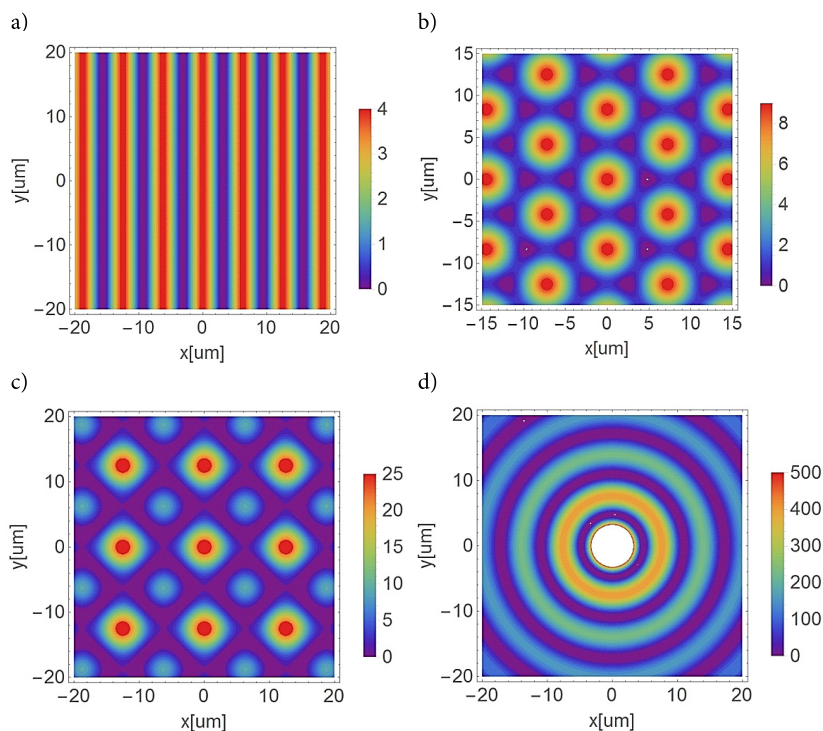
Rys. 1. Zasada tworzenia obrazu interferencyjnego dla dwóch wiązek laserowych:
a) schemat optyczny; b) ilustracja interferencji wiązek

wiązek na próbkę ($\theta = 1-5^\circ$) powoduje, że wspólny obszar oddziaływania obejmuje wiele mm^3 . Dla przykładu, przy wiązce o średnicy 1 cm i kącie padania $\theta = 5^\circ$ całkowita objętość obszaru interferencji nad podłożem wynosi $\sim 1500 \text{ mm}^3$ ($1,5 \text{ cm}^3$) [16]. Wynika stąd, że metoda DLIL jest użyteczna przy wytwarzaniu wzorów nie tylko na płaskich, lecz także pofałdowanych powierzchniach.

Aby tworzyć wzory interferencyjne na powierzchni twardych materiałów za pomocą metody DLIL, konieczne jest dysponowanie laserem impulsowym dużej mocy [16]. Laser impulsowy o gęstości energii w impulsie przekraczającej 1 J/cm^2 w zakresie widzialnym lub bliskiej podczerwieni pozwala na bezpośrednią modyfikację powierzchni materiałów w jednym procesie. Dla małych obszarów obróbki może to być jedno naświetlenie (jeden impuls). Dla większych powierzchni detali będzie to połączenie procesu naświetlania impulsowego ze skanowaniem wiązki. W porównaniu z innymi metodami kształtowania powierzchni, DLIL umożliwia więc obróbkę znacznie większych obszarów w krótszym czasie z prędkością przebiegu procesu do kilku cm^2/s [13]. W procesie impulsowej obróbki laserowej wykorzystywane jest zjawisko ablacji, określane jako proces usuwania materiału z powierzchni ciała stałego do stanu gazowego lub plazmy z pominięciem stanu ciekłego.

Na rysunku 2 pokazano, w jaki sposób odpowiedni wybór parametrów procesu ablacji umożliwia wytworzenie różnych topografii powierzchni. Przykładowo, przy użyciu pola interferencyjnego dwóch wiązek można wytworzyć proste, periodyczne struktury liniowe (rys. 2a). Za pomocą układu kilku wiązek uzyskuje się różne rodzaje struktur kropkowych 3D (rys. 2b, c), a przy dużo większej liczbie wiązek — nawet struktury kołowe (rys. 2d) [17]. Oprócz liczby wykorzystanych w interferencji wiązek laserowych, również dobór ich względnego natężenia lub stanu polaryzacji powoduje zmiany obrazu interferencyjnego. Pozwala to na uzyskanie dodatkowej szerokiej gamy struktur periodycznych. Obok zjawiska ablacji, odpowiedni dobór gęstości energii laserowej, w literaturze światowej często określanej jako fluencja laserowa, indukować może różne efekty powierzchniowe, takie jak topnienie, nagrzewanie, defekty czy przejścia fazowe [12], a w konsekwencji, w zależności od obrabianego materiału, periodyczne i selektywne zmiany elektryczne, chemiczne i/lub mechaniczne właściwości powierzchni.

W pierwszej części artykułu przedstawiono wybrane wyniki obliczeń numerycznych wpływu polaryzacji promieniowania na kształt wzorów w obrazie interferencyjnym. W dalszych rozdziałach opisano również wyniki eksperymentalne laserowego kształtowania interferencyjnego warstw wierzchnich twardych i trudnych w obróbce mechanicznej materiałów biogodnych, takich jak warstwy amorficznego węgla DLC (*Diamond Like Carbon*) oraz tytanu i jego stopów. Przedstawiona treść ukierunkowana jest na pokazanie precyzji i technologicznych zalet metody DLIL. Dotychczasowe zastosowania opracowanej technologii opisano skróto w rozdziale *Dyskusja i zastosowania*.



Rys. 2. Przykładowe rozkłady intensywności pola interferencyjnego w płaszczyźnie podłoża obrabianej powierzchni dla: a) dwóch wiązek; b) trzech wiązek; c) pięciu wiązek; d) pięćdziesięciu wiązek (symulacja komputerowa obrazu interferencyjnego nieskończonej liczby wiązek dla niewielkiego obszaru w centrum struktury)

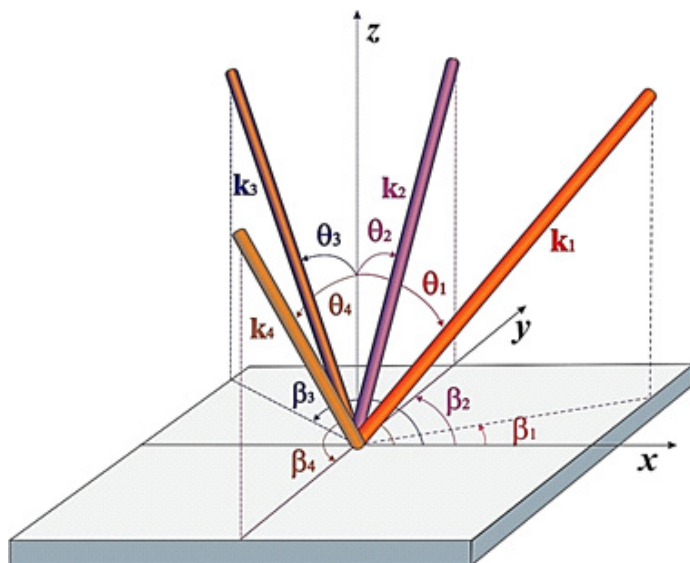
2. Modelowanie numeryczne kształtowania interferencyjnego topografii powierzchni w zależności od polaryzacji wiązki promieniowania laserowego

2.1. Zapis interferencji wiązek laserowych

W odróżnieniu od wcześniej publikowanych [np. 18, 19] wyników modelowania ogólnej interferencji wielu wiązek laserowych, w niniejszym artykule przedstawiono ważny, szczególny przypadek wzajemnej relacji pomiędzy polaryzacjami interferujących wiązek promieniowania laserowego.

Dla uproszczenia obliczeń uwzględniających stan polaryzacji [20, 21] rozważmy dwa podstawowe przypadki n fal rozchodzących się w przestrzeni i padających na powierzchnię xy w kartezjańskim układzie współrzędnych. Pierwszy, gdy wektory elektryczne liniowo spolaryzowanych wiązek leżą w płaszczyznach ich padania (polaryzacja typu „P”), oraz drugi, gdy leżą w płaszczyznach do nich prostopadłych

(polaryzacja typu „S”). Rozróżnienie obu przypadków znajduje odbicie w wyrażeniu na wersory polaryzacji, które zależą od kąta θ pomiędzy osią wiązki i osią z układu współrzędnych oraz kąta β zawartego pomiędzy osią x i rzutem wiązki na płaszczyznę xy (rys. 3).



Rys. 3. Geometria układu wektorów falowych dla przypadku interferencji czterech wiązek laserowych

W przypadku polaryzacji typu „P” wersor polaryzacji ma postać:

$$\bar{\epsilon}_p = [\cos \theta \cos \beta, \cos \theta \sin \beta, -\sin \theta]. \quad (1)$$

Natomiast w przypadku polaryzacji typu „S”:

$$\bar{\epsilon}_s = [\sin \beta, -\cos \beta, 0]. \quad (2)$$

Kierunek rozchodzenia się fal określa ich wektor falowy [20, 21]:

$$\bar{k} = k[-\sin \theta \cos \beta, -\sin \theta \sin \beta, -\cos \theta], \quad (3)$$

gdzie: $k = 2\pi/\lambda$; λ — długość fali.

Wektor pola elektrycznego i -tej spolaryzowanej fali o częstotliwości ω (jednakowej dla wszystkich interferujących fal) w czasie t w punkcie o współrzędnych \vec{r} można wyrazić zależnością:

$$\vec{E}_i = E_i \vec{\varepsilon}_i e^{i(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})}. \quad (4)$$

Dla polaryzacji „P” i „S” wektor $\vec{\varepsilon}_i$ przyjmuje odpowiednio postać $\vec{\varepsilon}_{p,i}$ lub $\vec{\varepsilon}_{s,i}$. W przypadku oddziaływania n wiązek ich zespolona amplituda jest sumą amplitud oddziałujących wiązek i dla polaryzacji „P” przyjmuje postać:

$$\vec{E}_p = \sum_{i=1}^n E_i \vec{\varepsilon}_{p,i} e^{i(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{r})}. \quad (5)$$

Gęstość mocy dla n wiązek o polaryzacji „P” (podobnie jak dla „S”) zdefiniowana jest jako kwadrat modułu pola elektrycznego uśrednionego po czasie [22]:

$$I_p = \left\langle |\vec{E}_p|^2 \right\rangle \cdot \frac{\varepsilon_0 c}{2}. \quad (6)$$

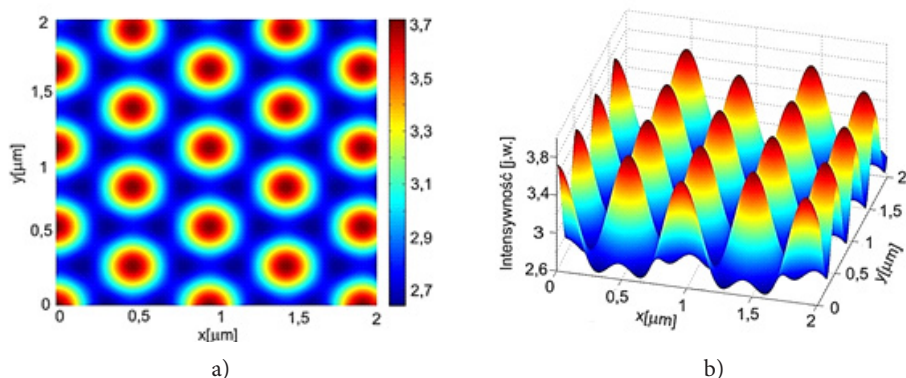
2.2. Przykładowe wyniki obliczeń numerycznych

Obliczenia rozkładu gęstości mocy interferujących wiązek spolaryzowanych liniowo przeprowadzono za pomocą programu MATLAB, rozpatrując polaryzację typu P lub typu S. Liczba rozpatrywanych wiązek n może być dowolnie duża, jednak dla czytelności ich zobrazowania przestrzennego (rys. 3) oraz obrazu interferencyjnego powinna być ograniczona do kilku. Stąd na rysunku 3 przedstawiono schemat ogólny układu dla czterech interferujących wiązek z przykładowo zaznaczonymi kątami θ pomiędzy wiązkami i normalną do płaszczyzny interferencji oraz kątami β określającymi wzajemne położenie rzutów wiązek na płaszczyznę interferencji.

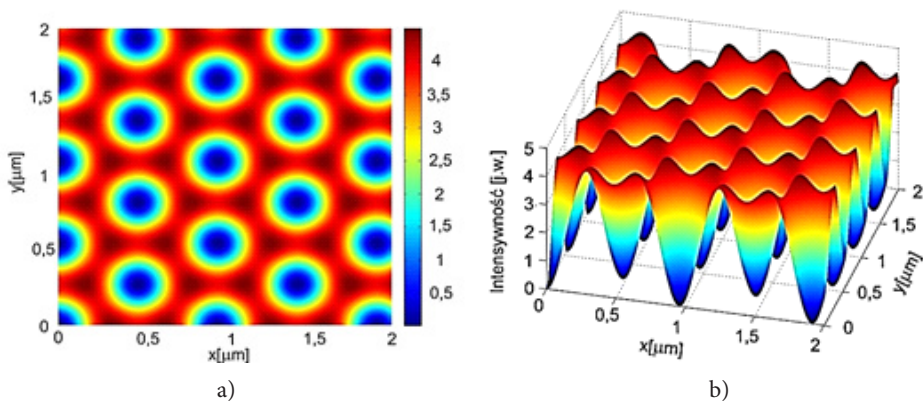
Z obliczeń przeprowadzonych dla szeregu przypadków wynika, że główny wpływ na obraz interferencyjny mają kąty padania wiązek na płaszczyznę ich wzajemnego oddziaływania, natomiast gęstości mocy poszczególnych wiązek istotnie wpływają na ostateczny kontrast obrazu interferencyjnego.

Uwzględniając interferencję tylko trzech wiązek, o długości fali $\lambda = 0,532 \mu\text{m}$ i jednostkowych amplitudach, na rysunkach 4 i 5 przedstawiono przykładowe wyniki obliczeń odpowiednio dla wiązek o polaryzacjach „P” i „S”. W obu przypadkach wiązki padały pod jednakowymi kątami $\theta = 40^\circ$ i odpowiednio $\beta_1 = 0^\circ$, $\beta_2 = 120^\circ$ oraz $\beta_3 = 240^\circ$.

Obrazy interferencyjne dla dwóch prostopadłych polaryzacji, pomimo podobnego rozkładu głównych maksimów zależnych od kątów padania wiązek, różnią się także wartością gęstości mocy. W przypadku tych samych kątów padania wiązek oraz początkowej gęstości mocy dla polaryzacji „S”, minima intensywności występują w miejscach maksymalnej intensywności w przypadku polaryzacji „P”. Sytuacja taka nie jest regułą, ale pokazuje potrzebę uwzględniania stanu polaryzacji dla dokładnego określenia rozkładu intensywności powstałego w wyniku interferencji wiązek.



Rys. 4. Rozkład gęstości mocy w przypadku interferencji trzech wiązek laserowych o polaryzacji „P”: a) w płaszczyźnie interferencji; b) w układzie trójwymiarowym uwzględniającym względną wartość gęstości mocy



Rys. 5. Rozkład intensywności w przypadku interferencji trzech wiązek laserowych o polaryzacji „S” w płaszczyźnie interferencji (a) oraz w układzie trójwymiarowym (b)

3. Progi procesów ablacji laserowej materiałów

Próg ablacji laserowej, rozumiany jako minimalna wartość gęstości energii promieniowania laserowego powodująca dostrzegalną dezintegrację powierzchni, jest

podstawowym parametrem określającym początek procesu topograficznego kształtowania obrabianego materiału w mikroobróbce laserowej. Znajomość progów ablacji pozwala na odpowiedni dobór parametrów generacji promieniowania laserowego i samego procesu zmian struktury powierzchni materiału. Ze względu na ograniczenia redakcyjne tego artykułu, w opisie pominięto omówienie dość skomplikowanych mechanizmów ablacji laserowej materiałów [23]. W bardzo skrótowym opisie, wartość progów ablacji zależy od parametrów materiałowych obrabianego materiału oraz od parametrów samego promieniowania laserowego. Należy przy tym uwzględnić, że zależności te są wzajemnie powiązane, np. współczynnik absorpcji materiału zależy od długości fali promieniowania laserowego, czasu trwania impulsu promieniowania i częstotliwości repetycji impulsów. Proces ablacji zależy również od stanu wyjściowego obrabianej powierzchni, który określa współczynnik absorpcji promieniowania związany np. ze stanem utlenienia czy chropowatością.

Ta duża liczba zmiennych powoduje również duży rozrzut literaturowych danych eksperymentalnych dotyczących progów ablacji laserowej biomateriałów, takich jak tytan i jego stopy oraz warstwy diamentopodobne DLC. W przypadku tytanu podawane wartości zmieniają się od 0,65 J/cm² dla tytanu (99,9%) z periodycznymi mikro-strukturami o okresie około 0,5 μm i 1,05 J/cm² dla tych samych polerowanych próbek tytanu [24], poprzez 1,7-1,8 J/cm² dla tytanu o bardzo wysokiej czystości (99,99%) [25], aż do 4,5 J/cm² dla bliżej nieopisanych próbek tytanu [26]. Przytoczone dane uzyskano dla identycznej długości fali promieniowania 1064 nm (lasery Nd:YAG i Nd:YVO₄) i przy zbliżonych czasach trwania impulsu laserowego około 10 ns. Jak więc widać, eksperymenty związane z mikroobróbką interferencyjną tytanu i jego stopów należało poprzedzić badaniami progów ablacji tego materiału dla określonych w pracy warunków doświadczalnych.

W analizach badań progów ablacji wykorzystano szeroko rozpowszechniony dla gaussowskiego rozkładu przestrzennego wiązki model zaproponowany przez Liu [27], w którym wyznacza się średnice kraterów powstałych w materiale w wyniku oddziaływania promieniowania laserowego.

Gaussowski rozkład przestrzenny wiązki laserowej definiowany jest jako:

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

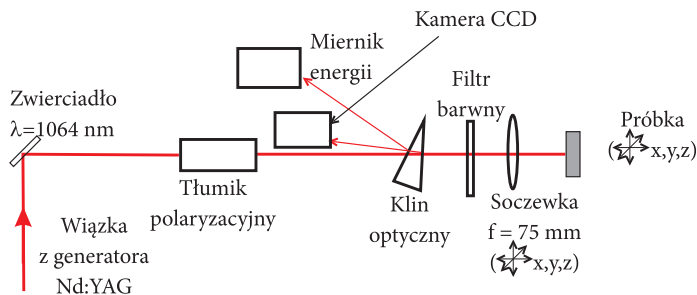
gdzie r definiowane jest jako odległość od środka impulsu, a w_0 jako promień prześwietlenia wiązki. Maksymalna gęstość energii impulsu lasera definiowana jest jako:

$$F = 2E_{imp} / \pi w_0^2, \quad (8)$$

gdzie E_{imp} to energia impulsu padającego na materiał. W wyniku pomiarów średnic kraterów D :

$$D^2 = 2w_0^2 \ln\left(\frac{F}{F_{th}}\right), \quad (9)$$

można wyznaczyć, za pomocą dopasowania, promień przewężenia wiązki laserowej w_0 w ognisku. Znajomość w_0 pozwala z wzorów (8) i (9) wyznaczyć progową gęstość energii laserowej (fluencję laserową) F_{th} odpowiadającą progowi ablacji laserowej. Jako źródło promieniowania w opisywanych pracach eksperymentalnych wykorzystano generator Nd:YAG emitujący promieniowanie o długości fali 1064 nm. W generatorze tym zastosowano rezonator stabilny z komórką Pockelsa do modulacji dobroci diafragmą wymuszającą generację w podstawowym modzie poprzecznym TEM_{00} i polaryzatorem. Maksymalna energia wyjściowa impulsu promieniowania wynosiła do 50 mJ, przy czasie trwania w przedziale 8-10 ns. Układ eksperymentalny do badania progę ablacji laserowej przedstawiono na rysunku 6.



Rys. 6. Układ eksperymentalny służący do badania progę ablacji laserowej materiałów

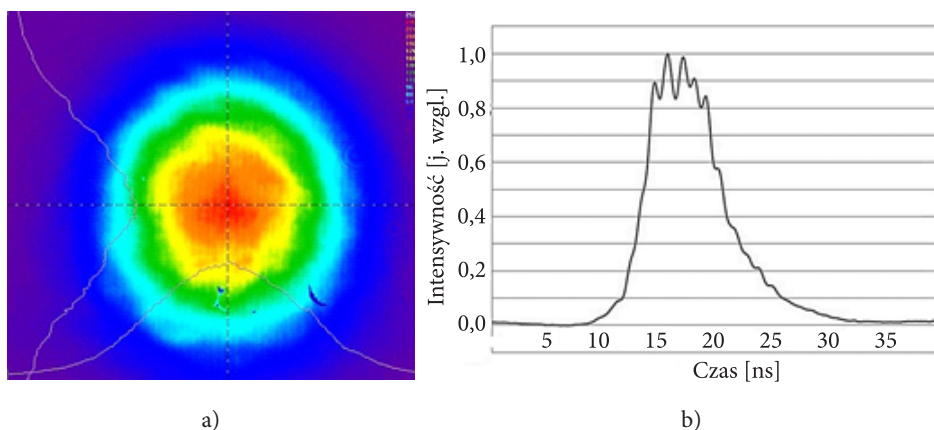
Do regulacji energii w impulsie zastosowano tłumik polaryzacyjny. Pomiar energii i rozkładu poprzecznego wiązki naświetlającej próbkę odbywał się poprzez skierowanie odbicia około 4% energii od powierzchni optycznych klina (rys. 6) do miernika energii i kamery CCD będącej elementem analizatora rozkładu poprzecznego wiązki laserowej.

Zakłada się, że model analizy progę ablacji [27] będzie w dużej mierze zgodny z eksperymentem, jeśli poprzeczny rozkład impulsu promieniowania nie będzie odbiegał znacząco od rozkładu impulsu gaussowskiego, a jego przebieg czasowy będzie zwarty, z minimalną zawartością oscylacji energii. Wyniki badań uzyskane w układzie przedstawionym na rysunku 6 pokazano na rysunku 7.

Parametr korelacji kształtu przestrzennego impulsu z impulsem gaussowskim, mierzony kamerą CCD, definiowany jest przez:

$$G_c = 1 - \frac{\sum |Z - S|}{\sum Z} \quad (10)$$

gdzie: Z — intensywność piksela odpowiadająca mierzonemu rozkładowi, a S oznacza intensywność powierzchni gaussowskiej najlepiej dopasowanej do mierzonego rozkładu. Parametr G może przyjmować wartości $1 < G < -1$. W przedstawianym eksperymencie parametr korelacji wyniósł średnio $G = 0,908 \pm 0,006$, co oznacza dobre dopasowanie do rozkładu gaussowskiego wiązki.

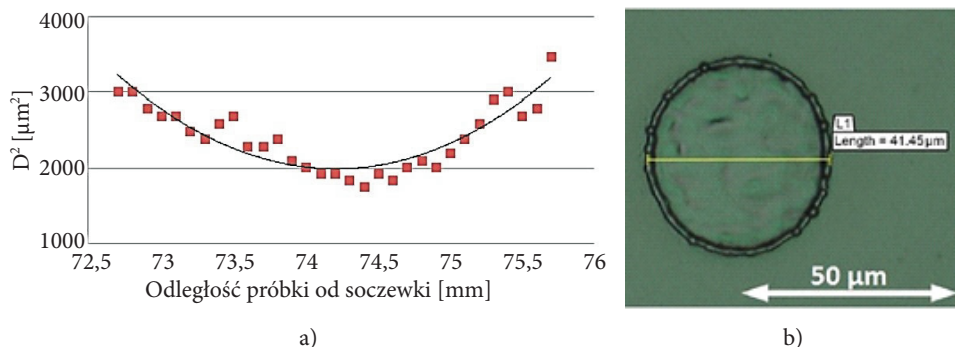


Rys. 7. a) Bezwymiarowy rozkład poprzeczny 2D wiązki laserowej (320×256 pikseli $25 \mu\text{m}$ kamery CCD); b) Uśredniony oscylogram kształtu czasowego 15 kolejnych impulsów laserowych

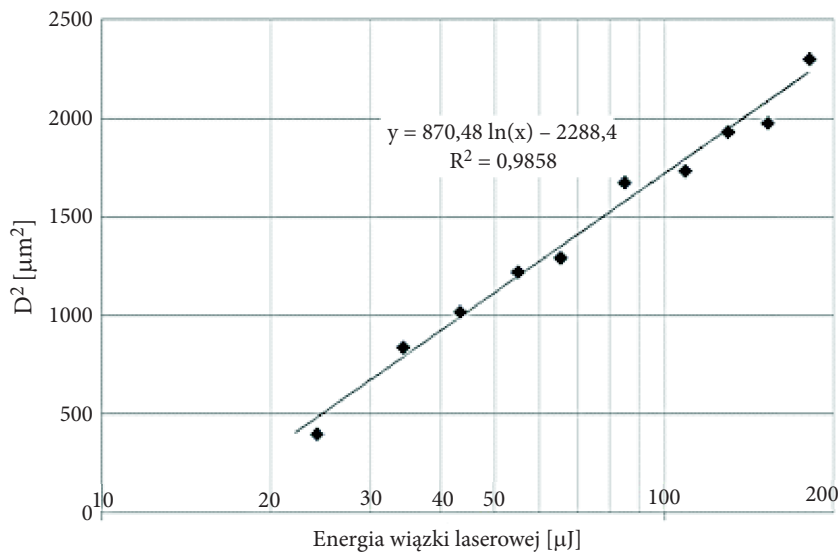
Kolejnym krokiem w badaniach progu ablacji było wyznaczenie płaszczyzny ogniskowej. Wykonano serię naświetleń z krokiem $100 \mu\text{m}$ w pobliżu ogniska soczewki, za pomocą mikroskopu zmierzono średnicę powstałych zmian powierzchniowych (napaleń), a następnie wykreślono krzywą zależności kwadratu średnicy napalenia w zależności od położenia płaszczyzny ogniskowej (rys. 8a). W ten sposób wyznaczono położenie ogniska w odległości próbki od soczewki równej $74,2 \pm 0,1 \text{ mm}$.

Próg ablacji wyznaczano na podstawie serii pomiarów średnic kraterów (rys. 8b) dla różnych wartości gęstości energii promieniowania laserowego. Badania przeprowadzono dla próbek wykonanych z biogodnego stopu tytanu Ti6Al4V. Z dopasowania punktów pomiarowych prostą (dla skali logarytmicznej) na wykresie zależności $D^2 = f(E)$ znaleziono współczynnik kierunkowy prostej — jest on równy $2w_0^2$ (rys. 9). Z jego wartości wyznaczono promień ogniska stanowiący połowę szerokości wiązki w przewężeniu. Wynosi on $20,9 \mu\text{m}$. Znając ten parametr, próg ablacji można określić, korzystając z zależności (8) i (9) oraz danych wykresu kwadratu średnicy krateru ablacji w zależności od gęstości energii promieniowania (rys. 10).

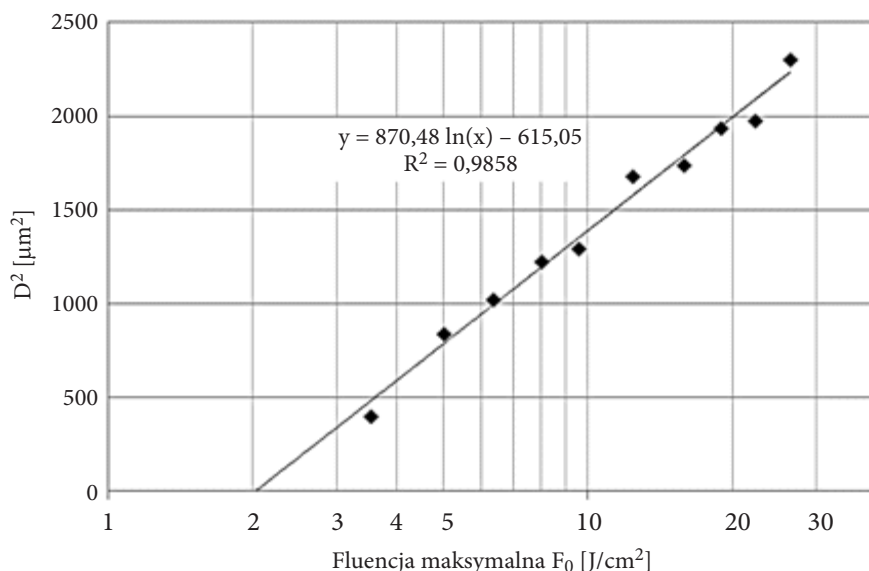
Z wykresu na rysunku 10 można odczytać wartość fluencji progowej $2,02 \text{ J/cm}^2$ dla D^2 dążącego do wartości zerowej. Biorąc pod uwagę, że współczynnik odbicia promieniowania 1064 nm dla tytanu wynosi około 60%, wartość fluencji progowej dla energii zaabsorbowanej wynosi około $1,22 \text{ J/cm}^2$.



Rys. 8. a) Wyznaczanie na próbce odległości ogniska promieniowania od soczewki; b) określenie średnicy krateru D na podstawie zdjęcia mikroskopowego wykonanego cyfrowym mikroskopem 3D model KH 8700 firmy Hirox, Japonia



Rys. 9. Kwadrat średnicy krateru ablacji laserowej w zależności od energii dla biostopu tytanu Ti6Al4V. Wyniki dopasowano linią prostą, a wartość współczynnika determinacji R^2 statystyki diagnostycznej wyników pokazuje dobrą ich korelację. Wartość R^2 przedstawiono na wykresie



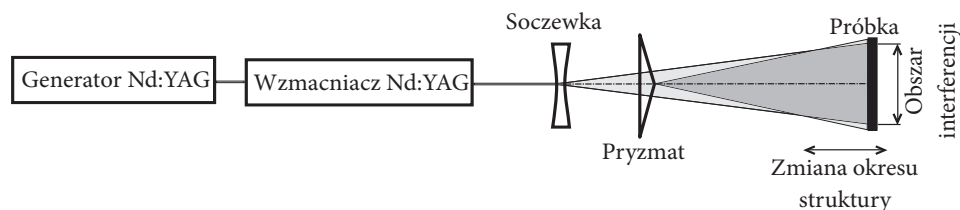
Rys. 10. Kwadrat średnicy krateru w zależności od maksymalnej fluencji promieniowania. Wyniki dopasowano linią prostą, a wartość współczynnika R^2 pokazuje ich dobrą korelację

Wykorzystując tę samą metodykę badań, określono również progi ablacji laserowej twardych warstw diamentopodobnych [28]. W przypadku warstw DLC zaobserwować można jeszcze większy rozrzut literaturowych danych dotyczących pomiarów progów ablacji laserowej [np. 29, 30], co jest związane ze zmiennością składu chemicznego i różnymi metodami wytwarzania/nakładania tych warstw. Transmisja promieniowania optycznego przez typową warstwę DLC znacznie maleje w zakresie widzialnym promieniowania z obniżaniem się długości fali. Spadek ten jest ponad dwukrotny pomiędzy długościami fal 532 nm i 355 nm. Potwierdzają to analizy współczynników załamania i ekstynkcji w zależności od długości fali, przeprowadzone na podstawie charakterystyk zmierzonych w pracy [31]. Dla podstawowej długości fali promieniowania lasera Nd:YAG oraz jego drugiej i trzeciej harmonicznej, odpowiednio 1064 nm, 532 nm i 355 nm, współczynniki odbicia są porównywalne, lekko rosną od 0,091 dla 1064 nm do 0,114 dla 355 nm. Jednak z analizy współczynników ekstynkcji dla tych samych długości fal okazuje się, że głębokość penetracji promieniowania (tzw. głębokość naskórkowa) wynosi odpowiednio 3389 nm, 847 nm i 94 nm. Jest to bardzo ważny wniosek, ponieważ w praktyce stosowane są warstwy DLC o grubościach znacznie poniżej 1 µm. Ich mikroobróbka laserowa nie powinna być zakłócana przez oddziaływanie promieniowania z podłożem, a więc prowadzić ją należy z wykorzystaniem przede wszystkim drugiej, trzeciej i ewentualnie czwartej harmonicznej promieniowania

lasera Nd:YAG. Eksperymentalnie określono, że próg ablacji laserowej dla 532 nm wynosi $0,85 \text{ J/cm}^2$, a dla 355 nm — $0,66 \text{ J/cm}^2$.

4. Wyniki kształtowania powierzchni biomateriałów metodą DLIL

W eksperymentach zastosowano dwa autorskie rozwiązania laserowych systemów interferencyjnych o dużej energii wyjściowej. Pierwszy z nich oparty był na systemie dwukanałowym lasera Nd:YAG o energii w impulsie z jednego kanału około 1,5 J i częstotliwości repetycji nanosekundowych impulsów do 10 Hz. System ten w początkowych eksperymentach składał się z generatora na Nd:YAG z Q-modulacją i rezonatorem niestabilnym typu „p-branch”. W większości przedstawianych wyników badań stosowano generator Nd:YAG z rezonatorem stabilnym. Energia wyjściowa w impulsie wynosiła około 30 mJ, a czas trwania impulsu od 8 do 10 ns. Wyjściowy impuls promieniowania laserowego dzielono za pomocą zwierciadła dielektrycznego na dwie równe energetycznie wiązki laserowe. Obie wiązki laserowe wprowadzano do dwóch kolejnych stopni wzmacniających o rosnącej średnicy prętów laserowych, odpowiednio 8 mm i 12 mm, co pozwalało na wyjściu otrzymać dwie wiązki laserowe o średnicy bliskiej 10 mm. Wiązki te, o froncie falowym bliskim gaussowskiemu, konfigurowano w taki sposób, aby cały system tworzył interferometr Macha-Zehndera. Tak skonfigurowany układ optyczny umożliwiał szybkie i łatwe formowanie struktury periodycznej o okresie regulowanym kątem między wiązkami, na powierzchni o wymiarze rzędu 1 cm^2 . Układ ten szczegółowo opisano we wcześniejszej [32] publikacji zespołu.



Rys. 11. Schemat układu eksperymentalnego oparty na interferometrze pryzmatycznym

W eksperymentach, które nie wymagały szczególnie dużej gęstości energii interferujących wiązek laserowych, stosowano prostszy system laserowy, składający się z jednego toru laserowego generator-wzmacniacz oraz optyki pryzmatycznej. Układ ten przedstawiono na rysunku 11.

Zawiera on opisany wcześniej stabilny generator Nd:YAG z Q-modulacją, jednocanałowy wzmacniacz oraz pryzmatyczny interferometr. Energia wyjściowa generatora

wynosiła 30 mJ, a czas trwania impulsu 8-10 ns. Na wyjściu generatora Nd:YAG impuls był wzmacniany w układzie złożonym z dwóch stopni wzmacniających, co dawało maksymalną moc wyjściową na poziomie 1,5 J. Soczewka rozpraszająca zapewniała w układzie sferyczny kształt frontu falowego, a pryzmat umieszczony za soczewką umożliwiał podział wiązki oraz utworzenie wzoru interferencyjnego na próbce. Zmiana położenia próbki zmieniała okres tworzonej struktury, a liczba interferujących wiązek zależała od liczby ścian użytego pryzmatu. Wprowadzenie wiązki równoległej (bez soczewki) powodowało, że okres struktury nie był już zależny od odległości próbki od pryzmatu, a jedynie od długości fali promieniowania laserowego oraz kąta łamiącego pryzmatu. W opisanych niżej eksperymentach wykorzystywano od dwóch do pięciu ścian pryzmatów i pryzmaty stożkowe — aksikony, reprezentujące opisaną wcześniej interferencję n-wiązek. Aksikony są elementami optycznymi zawartymi w opisach literaturowych, ale zgodnie z wiedzą autorów zostały po raz pierwszy wykorzystane do litografii interferencyjnej twardych materiałów przeznaczonych na podłoża w bioinżynierii.

W obu układach eksperymentalnych stosowano również przetworniki promieniowania laserowego z pierwszej na drugą i trzecią harmoniczną, w których zachodziła, w zależności od potrzeb, konwersja promieniowania do długości fali 532 nm oraz 355 nm. Zmniejszenie długości fali umożliwiało wytwarzanie struktur interferencyjnych o proporcjonalnie mniejszym okresie.

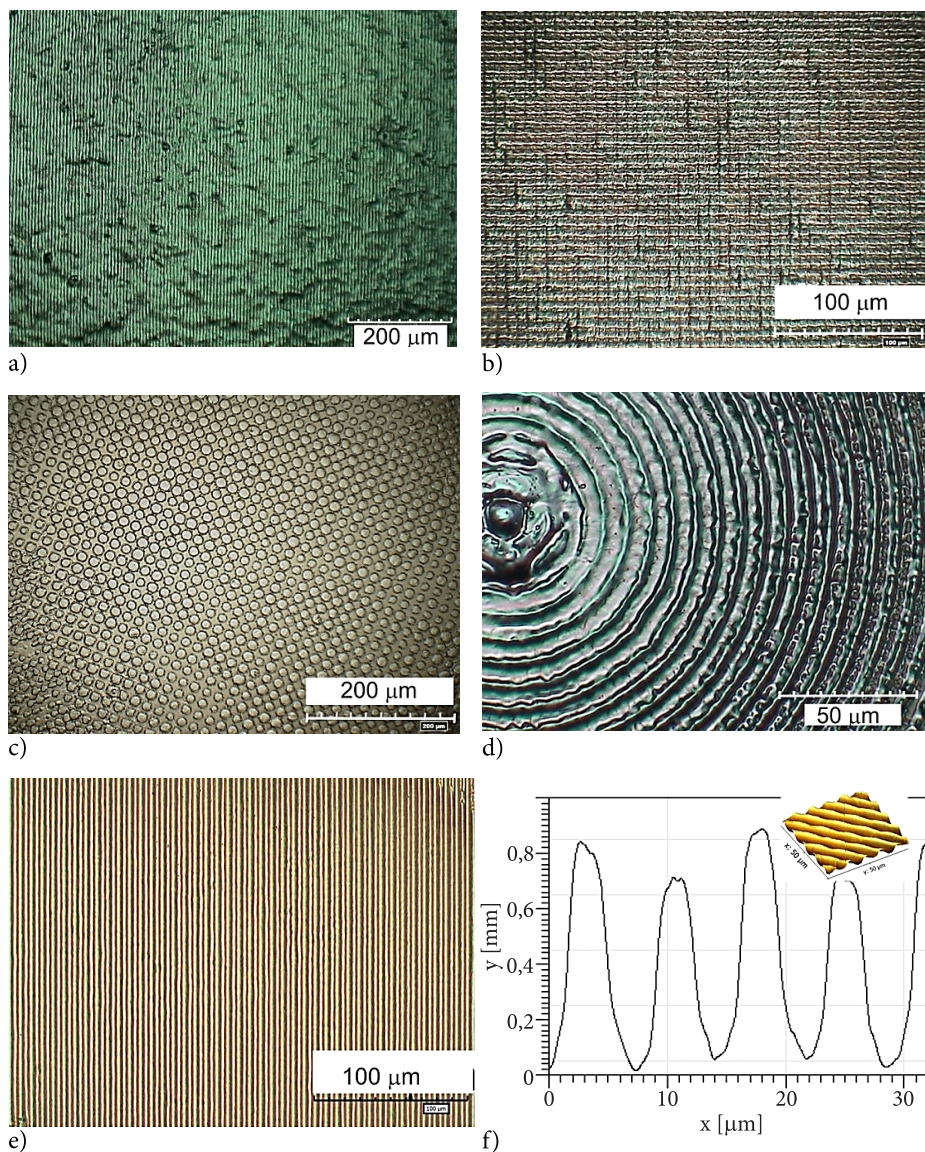
Stabilność pracy systemów laserowych i powtarzalność uzyskiwanych struktur umożliwiła precyzyjną kontrolę ich wymiarów (szerokość, głębokość) zarówno poprzez zmianę energii promieniowania laserowego, jak i poprzez stosowanie wielokrotnych naświetleń tego samego obszaru z obniżoną energią w jednym impulsie. Dodatkowo, pozwalało to na projektowanie i wykonywanie struktur hierarchicznych, w których tworzona jest nałożona siatka wzorów o różnych kształtach i okresach.

4.1. Przykłady uzyskanych struktur

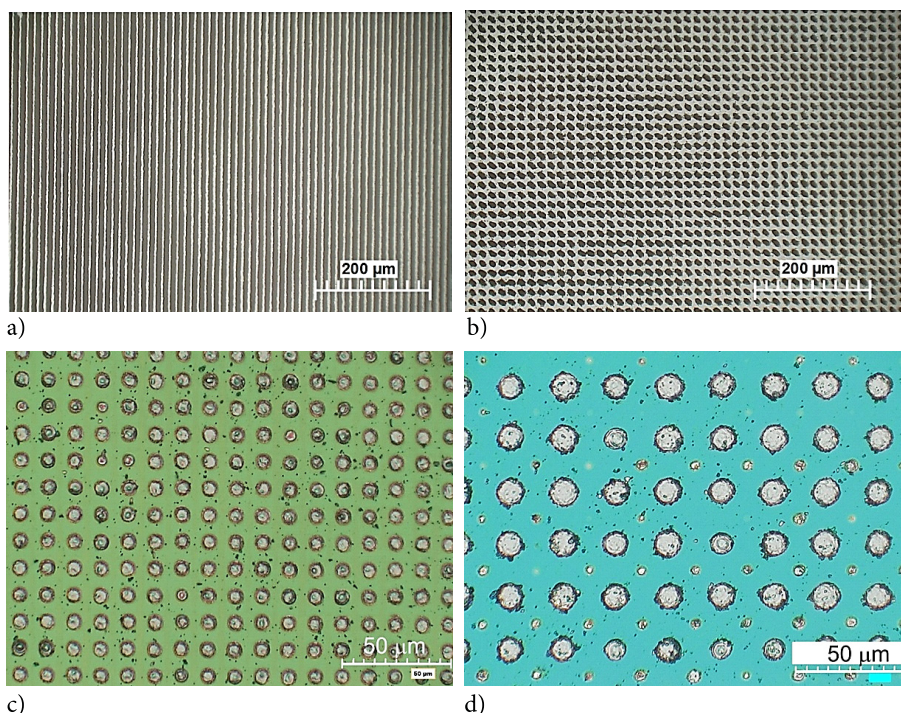
Na rysunkach 12 i 13 przedstawiono reprezentatywne mikrofotografie różnych struktur periodycznych wybranych z tysięcy testów wykonanych w ostatnich pięciu latach na powierzchniach trudnych w obróbce konwencjonalnej warstw DLC i stopów tytanu. Jednocześnie przedstawione wyniki odzwierciedlają możliwości technologii DLIL zasygnalizowane wcześniej przez przykładowe rozkłady obrazów interferencyjnych powstających przy nakładaniu się różnej liczby wiązek.

Na rysunku 12 zaprezentowano wyniki tworzenia periodycznych struktur DLIL na powierzchni tytanu. Parametry eksperymentów podano w opisie pod rysunkiem.

Na rysunku 13 przedstawiono z kolei obrazy mikroskopowe struktur wytworzonych interferencyjnie na powierzchni DLC. Podobnie jak wyżej, parametry eksperymentów podano w opisie pod rysunkiem. Stosunkowo duże różnice energii laserowej wynikają z założeń, czy struktury mają być wyłącznie wytworzone w obrębie cienkiej warstwy DLC, czy powinny sięgać również podłoża.



Rys. 12. Wybrane przykłady struktur periodycznych uzyskane metodą DLIL na powierzchni stopów tytanu promieniowaniem o długości fali 1064 nm: a) struktura liniowa w wyniku interferencji dwóch wiązek o energii 350 mJ (10 naświetleń w ten sam obszar) na powierzchni kulowanego tytanu Grade 2 (99,3% Ti); b) kratkowana struktura hierarchiczna uzyskana po dwukrotnym naświetleniu powierzchni kulowanego tytanu Grade 2 wzorem liniowym z obrotem próbki o 90°, energia 350 mJ; c) typowy biostop Ti-6Al-4V poddany naświetleniu czterema wiązkami o energii wiązki padającej na pryzmat 600 mJ; d) biostop Ti6Al4V, naświetlony przez jeden impuls n-interferujących wiązek ukształtowanych przez aksikon o kącie łamiącym około 5°, energia wiązki padająca na aksikon około 300 mJ; e, f) nowszy biostop Ti13Nb13Zr naświetlony jednokrotnie polem interferujących dwóch wiązek o energii 256 mJ każda

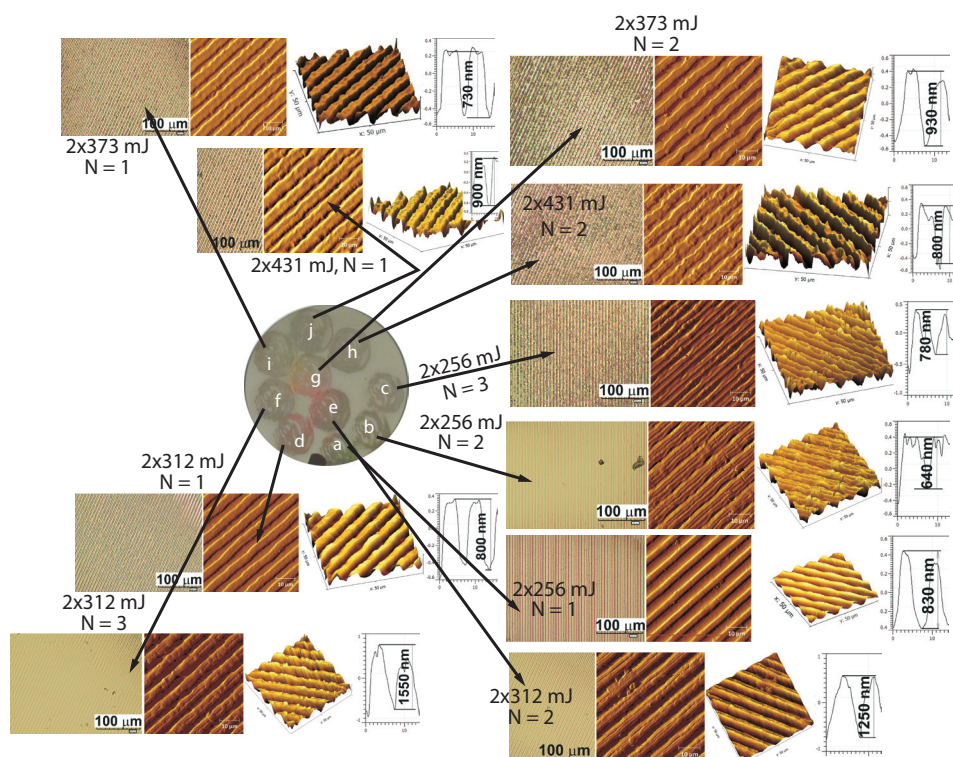


Rys. 13. Wybrane przykłady struktur periodycznych uzyskane metodą DLIL na powierzchni warstwy DLC o grubości 200 nm promieniowaniem o długości fali 532 nm: a) podłoże polistyrenowe, interferencja dwóch wiązek 532 nm, energia 4 mJ w każdej z wiązek; b) podłoże polistyrenowe, interferencja trzech wiązek 532 nm, energia 2,7 mJ w każdej z wiązek, wiązki nachylone pod kątami $\beta_i = 0^\circ, 90^\circ, 225^\circ$, widoczne owalne odkształcenie zagłębień; c) podłoże krzemowe, interferencja czterech wiązek 532 nm, energia około 80 mJ w każdej z wiązek; d) podłoże krzemowe, interferencja pięciu wiązek 532 nm, energia około 50 mJ w każdej z wiązek, widoczne dwa rzędy zagłębień o różnych średnicach i głębokościach (patrz również rys. 2c)

4.2. Dyskusja i zastosowania

Dość szeroko prezentowane na konferencjach i publikowane w literaturze wyniki prac wzbudziły duże zainteresowanie w środowisku naukowym zajmującym się inżynierią powierzchni materiałów. Zaowocowało to możliwością przeprowadzenia testów aplikacyjnych wybranych struktur periodycznych, wykonanych przy użyciu bezpośredniej laserowej litografii interferencyjnej.

Na rysunku 14 przedstawiono wynik testów DLIL kształtowania powierzchni nowego biostopu tytanowego Ti13Nb13Zr przeznaczonego na podłoże dla warstw hydroksyapatytu (HAp) nanoszonego metodą elektroforetyczną [33].



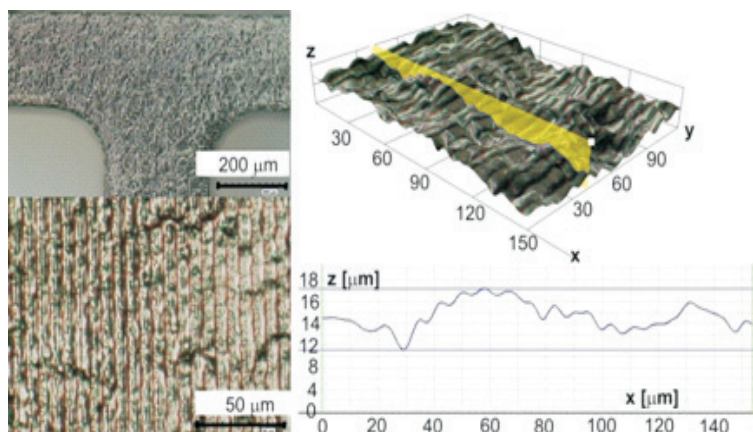
Rys. 14. Wyniki testów strukturyzacji powierzchni biostopu Ti13Nb13Zr poprzez naświetlanie polem interferencji dwóch wiązek laserowych (1064 nm) o parametrach podanych bezpośrednio przy obrazach (N — liczba naświetleń w ten sam obszar). Sekwencja fotografii składa się, od lewej, z mikrofotografii optycznej, mikrofotografii AFM oraz profilu 3D AFM wraz z elementem przekroju liniowego wskazującego średnią wysokość linii

W oparciu o wyniki uzyskane w trakcie testów DLIL, a następnie o badania nałożonych warstw HAp, przeprowadzone przez zespół z Wydziału Mechanicznego Politechniki Gdańskiej pod kierunkiem prof. A. Zielińskiego, sformułowano szereg praktycznych wniosków:

- z wyjątkiem najniższych energii promieniowania laserowego (312 mJ), jej zwiększanie, także poprzez wzrost liczby impulsów powtarzanych w ten sam obszar, nie powoduje wzrostu głębokości profilu utworzonych linii;
- profil powierzchni po nałożeniu HAp częściowo odtwarza liniową strukturę podłoża, co może polepszyć biogodność implantów;
- po obróbce DLIL chropowatość powierzchni HAp wzrasta około trzykrotnie (parameter Ra) w porównaniu z powierzchnią warstw nałożonych na szlifowany stop tytanu, wzrasta również obserwowana wizualnie zwilżalność powierzchni;

- zaobserwowano wzrost adhezji warstw HAp ze wzrostem energii laserowej w procesie DLIL (test nanoindentacji).

We współpracy z zespołem z Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej pod kierunkiem prof. H. Garbacz prowadzono również prace nad periodycznym, interferencyjnym kształtowaniem powierzchni elementów wszczepialnych wykonanych z tytanu o czystości technicznej Grade 2 [34]. Serię mikrofotografii wyników przedstawiono na rysunku 15.

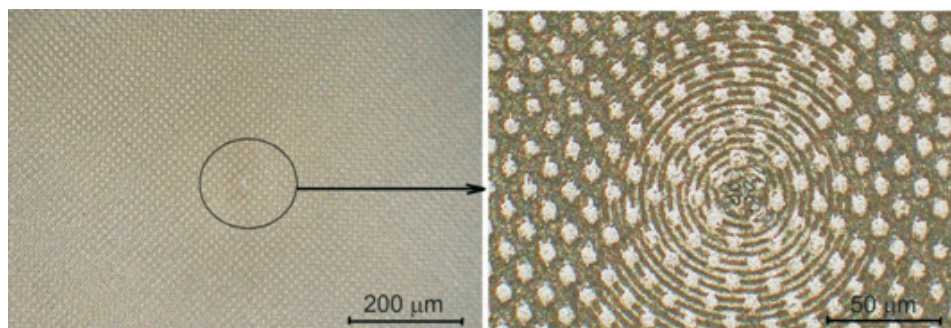


Rys. 15. Wyniki periodycznego, liniowego strukturywania powierzchni stopu tytanu Grade 2 (99,3% Ti). Interferencja dwóch wiązek laserowych o energii 380 mJ, siedem kolejnych impulsów laserowych w ten sam obszar, długość fali 1064 nm. Z lewej strony — mikrofotografie powierzchni, z prawej — obraz 3D pokazujący skalę nierówności wynikających z wcześniejszego kulowania materiału z nałożonymi następnie prążkami interferencyjnymi

W połączeniu z techniką trawienia i kulowania powierzchni przed procesem DLIL uzyskano hierarchiczny kształt powierzchni o chropowatości w skali od 10 nanometrów do dziesiątek mikrometrów. Mikroobróbka DLIL nie zdeformowała oryginalnej makrotopografii i może być stosowana do modyfikacji zarówno płaskich, jak i pofałdowanych powierzchni tytanu. Co więcej, oddziaływanie wiązki laserowej z podłożem formuje cienką, ciągłą warstwę o grubości w zakresie 0,6-1,5 μm , składającą się z nanoziaren, która poprawia twardość tytanu [34].

Najszerze aplikacyjne badania technologii DLIL w bioinżynierii prowadzone były wspólnie z zespołem Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN, kierowanym przez dr. hab. inż. R. Majora. Badano przede wszystkim wpływ periodycznej struktury powierzchniowej biozgodnych materiałów na wzrost i ukierunkowanie rozwoju komórek śródbłonna oraz komórek progenitorowych. Wykonane wzory miały różnicować komórki progenitorowe w kierunku odpowiedniej tkanki. Użytkowano potwierdzenie możliwości kontroli hodowli komórkowych poprzez odpowiednie, periodyczne i/lub hierarchiczne (takie jak przedstawione na rysunku 16)

kształtowanie biomimetycznych powłok przeznaczonych na implanty/podzespoły układu sercowo-naczyniowego. Szerokie omówienie tych wyników przedstawione zostało wcześniej w literaturze [18, 19, 28, 35-37].



Rys. 16. Mikrofotografie hierarchicznej struktury kropkowo-kołowej wytworzonej na warstwie DLC w wyniku dwóch etapów naświetlania: polem interferencji czterech wiązek (kropki) i polem interferencji na wyjściu aksikonu. Po prawej stronie powiększenie około $4 \times$ obszaru w czarnym kółku

Podsumowanie

Techniki litograficzne, zarówno optyczne jak i laserowe, od wielu lat znajdują szerokie zastosowanie w technologii mikroobróbki, przede wszystkim w przemyśle półprzewodnikowym. Szerokie wejście technologii bezpośredniej laserowej litografii interferencyjnej (DLIL) w dziedzinę inżynierii materiałowej w ostatnich dziesięciu latach stało się możliwe dzięki rozwojowi techniki laserowej, a przede wszystkim dostępności źródeł promieniowania o dużej powtarzalności i stabilności parametrów czasowych i dużej gęstości energii impulsów. Dotyczy to w szczególności możliwości precyzyjnego, periodycznego kształtowania w mikroskali zarówno topografii, jak i właściwości powierzchni twardych materiałów, szczególnie trudnych w obróbce konwencjonalnej, takich jak stopy tytanu i warstwy diamentopodobne (DLC).

Główną zaletą techniki DLIL jest łatwość kontroli nad parametrami uzyskiwanych wzorów zmian powierzchni (okresu, wymiarów) poprzez odpowiedni dobór liczby interferujących wiązek laserowych, ich kątów nachylenia, długości fali promieniowania i deponowanej w materiale dawki energii promieniowania. W przedstawionych obliczeniach teoretycznych uwagę zwrócono również na możliwość modyfikacji kształtu odwzorowania pola interferencyjnego przez zmianę polaryzacji promieniowania.

W zależności od wymagań stawianych danemu procesowi DLIL, efektem końcowym najczęściej jest zmiana topografii materiału w wyniku procesu ablacji laserowej. Niekiedy jednak wymagane są jedynie zmiany fizykochemicznych cech powierzchniowych próbki, czego przykładami mogą być np. periodyczna

siatka grafityzacji DLC lub ukierunkowania domen magnetycznych. Kluczowym parametrem w takich procesach jest próg ablacji laserowej materiału. W opisanej serii eksperymentów zmierzono precyzyjnie rzeczywiste progi ablacji dla długości fal użytych w eksperymentach, dla tytanu ($1,22 \text{ J/cm}^2$ dla $l = 1064 \text{ nm}$) i warstw DLC ($0,85 \text{ J/cm}^2$ dla 532 nm i $0,66 \text{ J/cm}^2$ dla 355 nm).

Zbudowane do badań DLIL autorskie rozwiązania systemów laserowych, zarówno w postaci dwukanałowego wzmacniacza w układzie interferometru Macha–Zehndera, jak i układu z jednym wzmacniaczem i optyką pryzmatyczną, zapewniły łatwą kontrolę okresu i głębokości tworzonych struktur periodycznych. Stabilność wytwarzanego pola interferencyjnego, potwierdzona w eksperymentach, umożliwiała precyzyjny dobór finalnej głębokości struktur. Realizowano to zarówno poprzez dobór gęstości energii promieniowania znacznie powyżej progu ablacji, jak i dobór liczby impulsów laserowych dostarczanych w ten sam obszar oddziaływania przy pracy w pobliżu progu ablacji.

W szerokiej gamie prowadzonych procesów potwierdzono możliwość tworzenia zróżnicowanych struktur 2D i 3D na powierzchni stopów tytanu i warstw DLC. Bardzo duża liczba przeprowadzonych testów, z których jedynie drobna część przedstawiona jest w niniejszym artykule, pozwoliła na określenie doskonałej powtarzalności założonych okresów wytwarzanych wzorów oraz ich kształtu, czego przykładem może być wykreowany z premedytacją owalny kształt kraterów, pokazany na rysunku 13b. Powtarzalne siatki znanych wzorów liniowych i kropkowych można z łatwością uzupełniać, przez kolejne naświetlenia, do struktur hierarchicznych zawierających zmienne okresy i wymiary struktur. Po raz pierwszy w odniesieniu do stosunkowo trudnych w obróbce materiałów pokazano możliwość formowania w jednym impulsie laserowym siatki okręgów o stałym okresie. Dotychczas w literaturze sygnalizowano takie rozwiązanie jedynie w biomimetyce z zastosowaniem podłoża z węgla [39].

Zalety aplikacyjne wdrożonej technologii potwierdzono w szeregu testów wykorzystania wykonanych mikrostruktur o różnym kształcie i różnym okresie siatki jako podłoża dla bioimplantów i ich pokryć oraz rusztowań do hodowli komórkowych.

Podziękowania

Artykuł poświęcony jest pamięci tragicznie zmarłego w styczniu 2016 r. długoletniego kierownika Laboratorium Zastosowania Laserów IOE WAT dr. hab. inż. Jana Marczaka (profesora WAT), inicjatora włączenia tematyki DLIL do prac zespołu, autora rozwiązań konstrukcyjnych systemów laserowych. Dzięki renomie Jego nazwiska i popularyzacji wyników w środowisku naukowym obserwujemy tak szybki aplikacyjny rozwój technologii.

Przedstawione wyniki badań częściowo realizowano w ramach dwóch projektów finansowanych przez Narodowe Centrum Nauki:

N N507 232640 *Laserowe interferencyjne kształtowanie warstw powierzchniowych metali* oraz 2014/13/B/ST8/04287 *Inspirowane biologicznie materiały cienkowarstwowe o kontrolowanym udziale naprężeń własnych w aspekcie odtworzenia mikrośrodowiska dla komórek macierzystych*.

Zespół składa podziękowania niewymienionym w składzie autorów pracownikom naukowym WIM PW, WM PG i IMIM PAN, dzięki którym możliwe stało się przeprowadzenie aplikacyjnych badań technologii.

Artykuł wpłynął do redakcji 31.05.2016 r. Zweryfikowaną wersję po recenzjach otrzymano 1.09.2016 r.

LITERATURA

- [1] ROSS A.M., LAHANN J., *Review: Surface engineering the cellular microenvironment via patterning and gradients*, J. Polym. Sci. Pol. Phys., 51, 10, 2013, 775-794.
- [2] JEON H.J., SIMON C.G., KIM G.H., *A mini-review: Cell response to microscale, nanoscale, and hierarchical patterning of surface structure*, J. Biomed. Mater. Res. Part B, 102B, 7, 2014, 1580-1594.
- [3] TIAN D., SONG Y., JIANG L., *Review: Patterning of controllable surface wettability for printing techniques*, Chem. Soc. Rev., 42, 12, 2013, 5184-5209.
- [4] GOGOLIDES E., CONSTANTOUDIS V., PATSIS G.P., TSEREPI A., *A review of line edge roughness and surface nanotexture resulting from patterning processes*, Microelectron. Eng., 83, 4-9, 2006, 1067-1072.
- [5] MOON J.H., SMALL A., YI G.R., LEE S.K., CHANG W.S., PINE D.J., YANG S.M., *Patterned polymer photonic crystals using soft lithography and holographic lithography*, Synthetic Met., 148, 1, 2005, 99-102.
- [6] CHAUDHERY V., GEORGE S., LU M., POKHRIYAL A., CUNNINGHAM B.T., *Review: Nanostructured Surfaces and Detection Instrumentation for Photonic Crystal Enhanced Fluorescence*, Sensors, 13, 5, 2013, 5561-5584.
- [7] CHANG T.L., CHEN Z.C., *Surface patterning of multilayer graphene by ultraviolet laser irradiation in biomolecule sensing devices*, Appl. Surf. Sci., 359, 2015, 543-549.
- [8] KIM H., PARK C.S., KANG K.M., HONG M.H., CHOI Y.J., PARK H.H., *The CO gas sensing properties of direct-patternable SnO₂ films containing graphene or Ag nanoparticles*, New J. Chem., 39, 3, 2015, 2256-2260.
- [9] LEI Y., YANG S., WU M., WILDE G., *Tutorial Review. Surface patterning using templates: concept, properties and device applications*, Chem. Soc. Rev., 40, 3, 2011, 1247-1258.
- [10] GUO J., *Nanoimprint Lithography: Methods and Material Requirements*, Adv. Mater., 19, 4, 2007, 495-513.
- [11] GITTARD S.D., NARA R.J., *Laser direct writing of micro- and nano-scale medical devices*, Expert Rev. Med. Devices, 7, 3, 2010, 343-356.
- [12] ROTHSCHILD M., *Review Feature: Projection optical lithography*, Mater. Today, 8, 2, 2005, 18-24.
- [13] GEISSLER M., XIA X., *Patterning: Principles and some new developments*, Adv. Mater., 16, 15, 2004, 1249-1269.
- [14] LAI N.D., LIANG W.P., LIN J.H., HSU C.C., LIN C.H., *Fabrication of two- and three-dimensional periodic structures by multi-exposure of two-beam interference technique*, Opt. Express, 13, 23, 2005, 9605-9611.
- [15] LASAGNI A., MUCKLICH F., *FEM simulation of periodical local heating caused by laser interference metallurgy*, J. Mater. Process. Techn., 209, 1, 2009, 202-209.
- [16] LASAGNI A., BIEDA M., WETZIG A., ROCH T., BEYER E., *Direct laser interference systems for the surface functionalization of powertrain components*, Proc. Global Powertrain Congress 2011, Curran Associates, Inc. New York, 2011, 167-178.

- [17] ZHOU Q., YANG W., HE F., STOIAN R., HUI R., CHENG G., *Femtosecond multi-beam interference lithography based on dynamic wavefront engineering*, Opt. Express, 21, 8, 2013, 9851-9861.
- [18] MARCZAK J., RYCYK A., SARZYŃSKI A., STRZELEC M., KUSIŃSKI J., MAJOR R., *Direct laser manufacturing of 1D and 2D micro- and submicro-scale periodic structures*, Proc. SPIE, 8703, 2013, 87030F.
- [19] MARCZAK J., KUSIŃSKI J., MAJOR R., RYCYK A., SARZYŃSKI A., STRZELEC M., CZYŻ K., *Laser interference patterning of DLC layers for directed migration and growth of smooth muscle cell depositions*, Opt. Appl., 44, 4, 2014, 575-586.
- [20] AKTAG A., *Two-to-Four Coherent Beams Interference Patterns of Non-Orthogonal Planes*, Turk., J. Phys., 32, 5, 2008, 139-143.
- [21] LIU Y., LIU S., ZHANG X., *Fabrication of three-dimensional photonic crystals with two-beam holographic lithography*, Appl. Optics, 45, 3, 2006, 480-483.
- [22] GRIFFITHS D.J. *Introduction to electrodynamics*, Upper Saddle River, New Jersey, USA, 1999.
- [23] EDITORS: GERHARD C., WIENEKE S., VIÖL W., *Laser Ablation: Fundamentals, Methods and Applications*, Nova Science Publishers, New York 2015.
- [24] LEDNEV V.N. ET AL., *Laser ablation of polished and nanostructured titanium surfaces by nanosecond laser pulses*, Spectrochim. Acta B 88, 2013, 15-19 (technical notes).
- [25] TANG G., ABDOLVAND A., *Structuring of titanium using a nanosecond-pulsed Nd:YVO4 laser at 1064 nm*, Int. J. Adv. Manuf. Technol. 66, 9, 2013, 1769-1775.
- [26] VLADOIU I., STAFE M., NEGUTU C., POPESCU I.M., *Nanopulsed ablation rate of metals dependence on the laser fluence and wavelength in atmospheric air*, U.P.B. Sci. Bull. A, 70, 2008, 119-126.
- [27] LIU J.M., *Simple technique for measurements of pulsed Gaussian-beam spot sizes*, Opt. Lett. 7, 5, 1982, 196-198.
- [28] CZYŻ K., MARCZAK J., MAJOR R., MZYK A., RYCYK A., SARZYŃSKI A., STRZELEC M., *Selected laser methods for surface structuring of biocompatible diamond-like carbon layers*, Diam. Relat. Mater. 67, 2016, 26-40.
- [29] NAKAMIYA T., AOQUI S., EBIHARA K., *Experimental and numerical study on pulsed-laser annealing process of diamond-like carbon thin films*, Diam. Relat. Mater. 10, 3-7, 2001, 905-909.
- [30] ROCH T., LASAGNI A., BEYER E., *Nanosecond UV laser graphitization and delamination of thin tetrahedral amorphous carbon films with different sp^3/sp^2 content*, Thin Solid Films, 519, 11, 2011, 3756-3761.
- [31] LACKNER J.M., WALDHAUSER W., EBNER R., FIAN A., JAKOPIC G., LEISING G., SCHOBERL T., *Pulsed laser deposition of silicon containing carbon thin films*, Surf. Coat. Tech., 177-178, 2004, 360-364.
- [32] MARCZAK J., RYCYK A., SARZYŃSKI A., STRZELEC M., CZYŻ K., *Nd:YAG dual-channel laser system with Q-modulation for direct interference lithography*, Photonics Letts PL, 6, 1, 2014, 44-46.
- [33] MAJKOWSKA B., JAŹDŹEWSKA M., ZIELIŃSKI A., MARCZAK J., SARZYŃSKI A., STRZELEC M., RYCYK A., CZYŻ K., EMRS Fall Meeting 2014: http://www.emrs-strasbourg.com/index.php?option=com_abstract&task=view&id=284&year=2014&Itemid=&id_season=12&PHPSESSID=633883b1743e9ddf607fee432898b962.
- [34] KWAŚNIAK P., PURA J., ZWOLIŃSKA M., WIECIŃSKI P., SKARŻYŃSKI H., OLSZEWSKI L., MARCZAK J., GARBACZ H., KURZYDŁOWSKI K.J., *Laser and chemical surface modifications of titanium grade 2 for medical application*, Appl. Surf. Sci., 336, 2015, 267-273.
- [35] MAJOR R., MAKSYMOW K., MARCZAK J., *Migration channels produced by laser ablation for substrate endothelialization*, Bull. Pol. Acad Sci-Te., 60, 2, 2012, 337-342.

- [36] MARCZAK J., *Micromachining and patterning in micro/nano scale on macroscopic areas*, Arch. Metall. Mater. 60, 3, 2015, 2221-2234.
- [37] MAJOR R., BRUCKERT F., LACKNER J.M., MARCZAK J., *Surface treatment of thin-film materials to allow dialogue between endothelial and smooth muscle cells and the effective inhibition of platelet activation*, RSC Adv. 4, 19, 2014, 9491-9502.
- [38] SCARRITT M.E., PASHOS N.C., BUNNELL B.A., *A review of cellularization strategies for tissue engineering of whole organs*, Front. Bioeng. Biotech., 3, 2015, Article ID 43.
- [39] WANG W.S., *Biomimetic calcium carbonate concentric microgrooves with tunable widths for promoting MC3T3-E1 cell functions*, Adv. Healthcare Mater. 2, 2013, 326-333.

K. CZYŻ, M. STRZELEC, J. MARCZAK, A. RYCYK, A. SARZYŃSKI,
R. MAJOR, Z. PATRON, K. JACH, R. ŚWIERCZYŃSKI, P. WACHULAK,
H. GARBACZ

Direct laser interference lithography in periodical treatment of biomaterials

Abstract. The paper presents the results of research on modern laser micromachining technology based on utilization of the interference field of high energy, pulse laser beams. The influence of radiation polarization on a pattern shape in an interference image has been analyzed theoretically. Values of laser ablation threshold for titanium and diamond-like coatings were determined experimentally. The particular advantages of the direct laser interference lithography method have been shown in a series of tests devoted to the periodical surface topography modification, including creation of hierarchical structures with different periods and feature dimensions. Another trial of tests has confirmed also the application potential of this technique in shaping of implant surfaces as well as preparation of scaffolds for cells and tissues culturing in bioengineering.

Keywords: materials engineering, laser micromachining, interference lithography, titanium alloys, diamond-like carbon layers, biomaterials

DOI: 10.5604/12345865.1228618

