

VILNIAUS UNIVERSITETAS  
FIZINIŲ IR TECHNOLOGIJOS MOKSLŲ CENTRAS

Aleksandr Alesenkov

**NESKAIDRIŲ MEDŽIAGŲ MIKROAPDIRBIMAS ORE IR VANDENYJE  
FEMTOSEKUNDINIAIS LAZERIO IMPULSAIS**

Daktaro disertacijos santrauka  
Technologijos mokslai, medžiagų inžinerija (08T)

Vilnius, 2016

Disertacija rengta 2011–2016 m. Vilniaus Universitete.

**Mokslinis vadovas**

Prof. habil. dr. **Valdas Sirutkaitis** (Vilniaus universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – 08T)

**Disertacija ginama Vilniaus universiteto medžiagų inžinerijos mokslo krypties taryboje:**

**Pirmininkas**

Dr. **Gediminas Račiukaitis** (Fizinių ir technologijos mokslų centras, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – 08T)

**Nariai:**

Prof. dr. Roaldas Gadonas (Vilniaus universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – 08T)

Dr. Kotaro Obata (Hanoverio lazerių centras, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – 08T)

Dr. Tomas Tamulevičius (Kauno technologijos universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – 08T)

Dr. Mangirdas Malinauskas (Vilniaus universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – 08T)

Disertacija bus ginama viešame Technologijos mokslų krypties tarybos posėdyje 2016 m. spalio 3 d. 11 val. Vilniaus universiteto Lazerinių tyrimų centro 306-oje auditorijoje. Adresas: Saulėtekio al. 10, Vilnius, Lietuva, LT-10223.

Disertacijos santrauka išsiuntinėta 2016 m. rugsėjo 3 d.

Disertaciją galima peržiūrėti Vilniaus universiteto bibliotekoje, Fizinių ir technologijos mokslų centro bibliotekoje ir VU interneto svetainėje adresu:

[www.vu.lt/lt/naujienos/ivykiu-kalendorius](http://www.vu.lt/lt/naujienos/ivykiu-kalendorius)

VILNIUS UNIVERSITY  
CENTER FOR PHYSICAL SCIENCES AND TECHNOLOGY

Aleksandr Alesenkov

**MICROMACHINING OF NONTRANSPARENT MATERIALS  
IN AIR AND WATER WITH FEMTOSECOND LASER PULSES**

Summary of doctoral dissertation  
Technological Sciences, Materials Engineering (08T)

Vilnius, 2016

The research was performed in 2011-2016 at Vilnius University.

**Scientific supervisor**

Prof. Habil. Dr. **Valdas Sirutkaitis**(Vilnius University, Technological Sciences, Materials Engineering - 08T)

**Dissertation is defended in the Council of Technological Sciences:**

**Chairman**

Dr. **Gediminas Račiukaitis** (Center for Physical Sciences and Technology, Technological Sciences, Materials Engineering - 08T)

**Members:**

Prof. Dr. Roaldas Gadonas (Vilnius University, Technological Sciences, Materials Engineering - 08T)

Dr. Kotaro Obata (Laser Centrum Hanover, Technological Sciences, Materials Engineering 08T)

Dr. Tomas Tamulevičius (Kaunas Technology University, Technological Sciences, Materials Engineering 08T)

Dr. Mangirdas Malinauskas (Vilnius University, Technological Sciences, Materials Engineering 08T)

The dissertation will be defended under open consideration in the Council of Technological Sciences on 3<sup>rd</sup> October, 2016, 11a.m. at the Laser Research Center of Vilnius University, room 306. Address: Saulėtekio ave. 10, Vilnius, Lithuania, LT-10223.

The summary of the dissertation was distributed on 3rd September, 2016.

The dissertation is available at Vilnius University Library, at the Center for Physical Sciences and Technology Library and on the Vilnius University world wide web site:

[www.vu.lt/lt/naujienos/ivykiu-kalendorius](http://www.vu.lt/lt/naujienos/ivykiu-kalendorius)

## BENDRA DISERTACIJOS CHARAKTERISTIKA

### Temos aktualumas

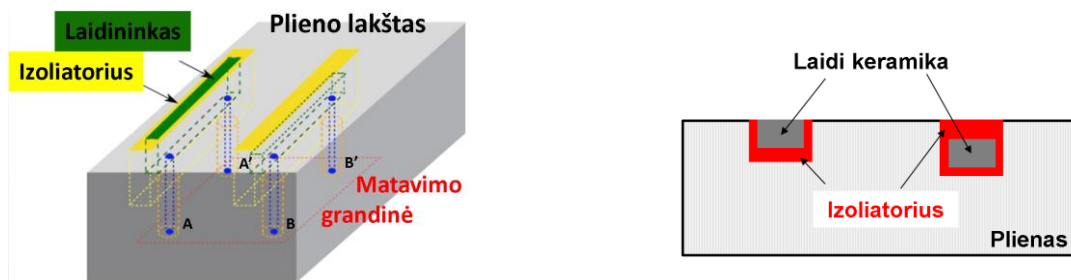
Medžiagų mikroapdirbimas (mikroskylių gręžimas ir pjovimas) yra perspektyvi femtosekundinių lazerių taikymo industrijoje sritis. Lazerinis mikroapdirbimas, naudojant itin trumpus femtosekundinius šviesos impulsus medžiagų abliacijai, yra universalus apdirbimo metodas, leidžiantis apdoroti pačias kiečiausias medžiagas[1]. Naudojantis šia technologija, galima gaminti beveik bet kokias mikrometrų dydžio struktūras [2-6]. Lazerinė abliacija išsiskiria nekontaktiniu apdirbimo pobūdžiu, todėl paviršių struktūrizavimas ir mikroapdirbimas galimas, išliekant minimaliam mechaniniam poveikiui ir minimaliai terminei deformacijai. Gerai žinoma, kad daugelis lazerinio mikroapdirbimo taikymų, naudojant femtosekundinius impulsus, palyginti su apdirbimu nanosekundiniais ir pikosekundiniais impulsais, yra pranašesni[7-9]. Taip yra todėl, kad femtosekundiniais impulsais galima itin greitai perduoti šviesos energiją medžiagai, prieš įvykstant bet kokiai terminei energijos difuzijai. Dėl to itin sumažėja termiškai paveiktos zonos, kuriose vyksta medžiagos lydymasis, virimas ir galiausiai vėl kietėjimas. Šių zonų buvimas blogina apdirbimo kokybę. Mažinant jų dydį, galima pasiekti mažesnes apdirbtas struktūras, didesnę erdvinę skyrą ir dėl to didesnę skylės gylio ir diametro santykį.

2010 m. femtosekundinio apdirbimo technologija dar nebuvo pakankamai išplėtotą ir buvo taikoma tik specifinėse srityse. Tačiau dėl šio mikroapdirbimo metodo privalumų nuspręsta jį taikyti kai kurioms svarbioms operacijoms atlikti, kuriant kontaktinio dilimo jutiklio prototipą EC 7 FW Europos programos MesMesh projektui. Šiame projekte buvo naudojamas femtosekundinis lazeris *Pharos*, kurio prototipą buvo pagaminusi Lietuvos įmonė *Šviesos konversija*. Vėlesni tyrimai parodė, kad jis yra puikiai tinkamas industriniams taikymams.

Pagamintas jutiklis gali aptikti dešimčių mikronų eilės plieno detalių paviršiaus mechaninį dilimą. Jutiklio veikimo principas remiasi tuo, kad į plieną įterptos keramikos geometriniai matmenys mažėja, jutikliui dylant kartu su matuojamu paviršiumi. Kai keraminės struktūros skerspjūvis mažėja, dylant keičiasi ir jos elektrinės charakteristikos (pvz., laidumas). Stačiakampio ar strypo formos skerspjūvio keramika išpjaunama lazeriu ar suformuojama sukepinimo operacijos metu ir įterpiama į atitinkamos formos griovelį plieniniame bandinyje. Keraminis strypelis izoliuojamas nuo laidaus plieninio padėklo buferiniu dielektriniu sluoksniu. Šis sluoksnius sudaromas iš stiklinių aliuminio oksido ar titano dioksido dielektrikų. Tokio dilimo jutiklio prototipo schema pavaizduota 1 pav. Apytiksliai griovelių matmenys yra 100–300 μm pločio bei

gylio (jų santykis išlaikomas artimas vienetui). Fabrikavimo netikslumas neturi viršyti  $\pm 5\%$  nuo užsibrėžtų matmenų su griovelio sienelių statumu geresniu už  $10^\circ$  ir griovelio dugno šiurkštumu ne blogesniu už  $\pm 5\%$  gylio. Laidžios keramikos, kuri sudaro jutiklį, matmenys yra atitinkamai mažesni: 50–200  $\mu\text{m}$  eilės. Įskaitant fabrikavimo netikslumus, keramika turi pasislėpti griovelyje, kad dar liktų vietos izoliaciniam sluoksniui. Yra tam tikri apribojimai medžiagai, iš kurios turi būti gaminamas jutiklis. Norint pagaminti optimalų keraminį jutiklį, medžiaga turi būti parinkta pagal tokius du parametrus: a) pagal dilimo spartą, kuri turi būti kuo panašesnė į plieno dilimo spartą; b) pagal geometrinius matmenis ir elektrines charakteristikas, kad, nutrynus ne daugiau kaip 5  $\mu\text{m}$  sluoksnį, jutiklio varža pasikeistų nesudėtingai išmatuojamu dydžiu, pavyzdžiui,  $\sim 100\ \Omega$  eilės. Buvo paskaičiuota, kad, esant tokiems apribojimams, laidžios keramikos savitoji varža turi būti nuo  $10^2$  iki  $10^4\ \mu\Omega\cdot\text{cm}$  eilės. Be to, kad jutiklis būtų pakankamai gerai izoliuotas nuo laidaus metalinio pagrindo, kuris gali šuntuoti, buferiniam sluoksniui būtina turėti keliomis eilėmis didesnę savitąją varžą (tarkime,  $> 10^{14}\text{--}10^{15}\ \mu\Omega\cdot\text{cm}$  eilės).

Kol plieno pagrindas kartu su įterptu laidžios keramikos sluoksniu dyla, kartu dyla ir matavimo peties jutiklis, mažėja jo skerspjūvis, didėja varža. Atraminis jutiklis, pagamintas iš tos pačios laidžios keramikos, yra įterptas į atraminį matavimo petį daug gyliau ir matuojamame dilimo intervale nėra tiesiogiai veikiamas dilimo, t. y., jo matmenys ir varža lieka tokie pat kaip ir eksploatacijos pradžioje. Jis naudojamas varžos priklausomybei nuo temperatūros panaikinti, taip pat jutiklio parazitinio šuntavimo lygiui įvertinti.



**1 pav.** Rezistyvino plieno dilimo jutiklio prototipas (kairėje), susidedantis iš plieno pagrindo, į kurį įterpti du laidūs keraminiai strypeliai (matavimo ir atraminis), kiekvienas savo griovelyje. Dešinėje pavaizduotas jutiklio pjūvis. Viršutinis matuojančio keraminio jutiklio paviršius sutampa su plieno pagrindo paviršiumi, kuriame jis įtvirtintas, o atraminis yra įtvirtintas  $\sim 300\ \mu\text{m}$  giliau.

Dilimo jutiklio prototipo gamybai buvo reikalingi šie lazerinio mikroapdirbimo procesai: apibrėžtų matmenų įpjovų formavimas nerūdijančiame pliene ir aliuminyje; titano suboksido laidžios keramikos mikropjovimas, įpjovimų formavimas ir mikroskylių grėžimas titano suboksido keramikoje. Šio projekto metu buvo inicijuojami išsamūs šios srities tyrimai. Tai atspindėta keturiose šios disertacijos dalyse. Per doktorantūros ir MesMesh projekto laikotarpį,

bendradarbiaujant su kitais projekto dalyviais, buvo sėkmingai suprojektuoti ir pagaminti įvairūs dilimo jutiklių prototipai [10], kurie jau dabar gali būti naudojami plastikų liejimo mašinose, vėjo jėgainėse, įvairiuose nepertraukiamo veikimo generatoriuose, elektrinių jėgainių turbinose, užtikrinant dylančių konstrukcijų monitoringą.

Visi femtoapdirbimo procesai projekto pradžioje buvo daromi oro atmosferoje. Tačiau per šešerius metus, kai buvo rengiama disertacija, lazerinės sistemos buvo smarkiai išvystytos ir patobulintos. *Pharos* lazerio vidutinė galia išaugo eile (nuo 2 iki 20 W), impulso energija buvo pakelta iki 400 μJ, taip pat viršutinė impulsų pasikartojimo dažnio riba praplėsta iki 1 MHz, išlaikant puikias pluošto charakteristikas. Tai dar labiau išplėtė femtosekundinių lazerių taikymo sritį. Taip pat buvo pasiūlytas femtosekundinis optiškai skaidrių medžiagų mikroapdirbimas, naudojant abliaciją šviesos gijomis skystyje [11]. Ši technologija buvo taip pat pritaikyta neskaidrių ir laidžių medžiagų mikroapdirbimui skystyje, naudojant didelės vidutinės galios ir didelio impulsų pasikartojimo dažnio femtosekundines lazerines sistemas [12, 13].

Femtoapdirbimas dabar tampa nepakeičiama, išskirtine technologija, sprendžiant daugelį mikroapdirbimo uždavinių.

### **Disertacinio darbo pagrindiniai tikslai**

Išplėtoti neskaidrių medžiagų femtosekundinio mikroapdirbimo technologijas, reikalingas dilimo jutiklio gamybai:

- a) specialios formos griovelų metaluose pjovimą;
- b) mikroskylių gręžimą ir griovelų pjovimą laidžioje keramikoje;
- c) mikroapdirbimo efektyvumo ir procesų palyginimą, apdirbant detales ore ir vandenyje.

### **Disertacinio darbo uždaviniai**

1. Surinkti femtosekundinio mikroapdirbimo optines schemas, taikant „judančio bandinio su linijiniais postūmio stalais“ ir „judančio pluošto su galvanometriniu skeneriu“ koncepcijas.
2. Atlikti išsamius abliacijos tyrimus femtosekundiniais lazeriniais impulsais, formuojant įvairias struktūras pliene, aliuminyje ir titano suboksido.
3. Pagaminti funkcines dalis dilimo jutikliams.
4. Atlikti išsamius neskaidrių medžiagų abliacijos tyrimus skystčiuose.

Sprendžiant visus šiuos uždavinius, buvo kuriama eksperimentinė įranga, atliekami būtinausi eksperimentai, kartu ir kai kurių procesų skaitmeninis modeliavimas.

## **Disertacijos mokslinis naujumas**

- ✓ Eksperimentiškai patvirtinta, kad mažo pločio (<300  $\mu\text{m}$ ) specialios formos griovelių gamyba femtosekundinės lazerinės abliacijos metodu gali būti optimizuota, naudojantis tam tikrais pluošto arba bandinio skenavimo algoritmais.
- ✓ Nustatyta optimalių parametrų erdvė mažo pločio (<300  $\mu\text{m}$ ) specialios formos grioveliams nerūdijančiame pliene ir aliuminyje gaminti femtosekundinės abliacijos būdu.
- ✓ Nustatyta optimalių parametrų erdvė mažo pločio (<120  $\mu\text{m}$ ) specialios formos grioveliams ir kiaurymėms laidžioje titano suboksido keramikoje gaminti femtosekundinės abliacijos būdu, nekeičiant bandinių laidumo savybių.
- ✓ Naujoviška femtosekundinės abliacijos technologija po plonu skysčio sluoksniu sėkmingai pritaikyta šviesą sugeriančių medžiagų mikroapdirbimui. Tai leido itin pagerinti pjovimo kokybę, o storų bandinių atveju – ir keliais kartais padidinti pjovimo spartą, palyginti su abliacija ore.
- ✓ Parodyta, kad mikroapdirbimas, naudojant femtosekundinius lazerio impulsus, gali būti sėkmingai naudojamas dilimo jutiklių gamybai.

## **Disertacijos praktinė nauda**

- ✓ Integruojant didelio pasikartojimo dažnio iterbio femtosekundinį lazerį ir jo harmonikų modulį su galvanometriniu skeneriu bei tiksliais linijinio poslinkio stalais, taip pat programinio valdymo programomis sukurtos femtosekundinio mikroapdirbimo staklės. Jos adaptuotos neskaidrių medžiagų apdirbimui, abliuojant jas, ir yra tinkamos dilimo jutiklių gamybai.
- ✓ Sukurti šios sistemos automatizavimo ir pluošto valdymo algoritmai įvairių struktūrų (tam tikrų matmenų griovelių, įpjovų ir neištisinių kiaurymių) gamybai, kurie tinka tiek dilimo jutiklių gamybai, tiek ir platesniems taikymams.
- ✓ Siekiant įmanomai trumpiausio mikroapdirbimo laiko, išlaikant tinkamą struktūrų kokybę, surasti optimalūs abliacijos parametrai eilei neskaidrių kietojo kūno medžiagų.
- ✓ Vykdam europinį MesMesh projektą ir bendradarbiaujant daugeliui institucijų, buvo sukurtas ir pagamintas naujo tipo dilimo jutiklis, gebantis realiu laiku matuoti įvairių besitrinančių detalių dilimo procesą.



- ✓ Naudojant vandenį, išplėtota neskaidrių medžiagų femtosekundinė abliacija, kuri stipriai praplečia femtoapdirbimo naudojimo galimybes, padidina apdirbimo spartą, gerina kokybę ir mažina termiškai paveiktas zonas.

### **Disertacijos ginamieji teiginiai**

1. 150–300  $\mu\text{m}$  pločio stačiakampius griovelius, kurių gylio ir pločio santykis išlaikomas artimas vienetui, nerūdijančiame plieno lakšte galima pagaminti  $\pm 5\%$  tikslumu su sienelių statumu geresniu už  $80^\circ$  femtosekundinės abliacijos būdu, naudojant didelio pasikartojimo dažnio (50 – 200 kHz) lazerį integruotą su linijinio poslinkio stalais ir taikant specialų simetrinį bandinio judinimo algoritmą, spiralę iš linijų, kartu su proceso parametrų optimizavimu, kad pasiekti stiprios abliacijos režimą.
2. Naudojant dviejų ašių galvanometrinių skenerių minėtų 150–300  $\mu\text{m}$  pločio 5 cm ilgio stačiakampius griovelius nerūdijančiame plieno lakšte galima pagaminti abliacijos būdu per eilę trumpesnę laiko trukmę ir griovelių kokybę gali būti pagerinta, taikant dvigubos spiralės ir sudėtinį skenavimo algoritmus.
3. Tinkamai parinkus femtosekundinės abliacijos parametrus ir specialų simetrinį apdirbimo algoritmą, tokį kaip dvigubos spiralės iš linijų, titano suboksido keramikoje ( $\text{Ti}_4\text{O}_7$ ), nekeičiant medžiagos laidumo, galima formuoti įpjovas ir aklas kiaurymes, kurių matmenys nuo 60 iki 150  $\mu\text{m}$ , ne blogesniu kaip 5% tikslumu.
4. Optimizuotas vandens (0.3 - 0.6 mm) sluoksnis virš metalinių medžiagų femtosekundinėje abliacijoje sąlygoja didesnę medžiagos pašalinimo spartą, geresnę pjūvio kokybę bei platesnį femtoapdirbimo taikymą apdirbant iki 3 mm storio bandinius.

### **Asmeninis autoriaus indėlis**

Visi šioje disertacijoje aprašyti tyrimai atlikti autoriaus 2010–2016 m. Vilniaus universiteto Lazerinių tyrimų centro laboratorijose, vadovaujant prof. habil. dr. Valdui Sirutkaičiui. Disertanto indėlis į disertacijoje pateiktus rezultatus:

1. Dalyvavimas eksperimentinių schemų projektavimo ir jų surinkimo procese, įskaitant mikroapdirbimo sistemą, naudojančią linijinį bandinių pozicionavimą, ir mikroapdirbimo sistemą, naudojančią galvanometrinių skenerių pluoštui valdyti. Taip pat mikroapdirbimo sistemos pritaikymas neskaidrių medžiagų abliacijai vandenyje.
2. Dalyvavimas planuojant eksperimentus, juos vykdant ir interpretuojant.

3. Bandinių charakterizavimas po lazerinio mikroapdirbimo eksperimentų, naudojant tokias metodikas, kaip antai: optinė šviesaus ir tamsaus lauko, elektronų pluošto ir optinė bendražidinė mikroskopijos.
4. Eksperimentinių duomenų analizė, disertacijos rašymas, mokslinių publikacijų ir konferencijų pranešimų, susijusių su šioje disertacijoje pateiktais rezultatais, rengimas.

### **Pagrindiniai disertacijoje aprašytų mokslinių tyrimų bendraautoriai**

Dr. O. Balachninaite ir dokt. A. Baškevičius tyrė lazerių indukuotos plazmos spektroskopiją (*Laser-Induced-Breakdown Spectroscopy*) ir taikė ją femtosekundinio mikroapdirbimo stebėjimui. Ši atskira tematika įtraukta į bendras publikacijas, tačiau neįtraukta į šią disertaciją.

Dokt. S. Butkus pradėjo skaidrių medžiagų abliacijos eksperimentus vandenyje Vilniaus universitete. Šis metodas buvo autoriaus adaptuotas neskaidrių medžiagų abliacijai. Bendrose publikacijose skaidrių medžiagų abliacijos vandenyje eksperimentų rezultatai priklauso S. Butkui ir į šią disertaciją neįtraukti.

Dr.D. Paipulas ir dr. A. Melninkaitis daug prisidėjo prie eksperimentų planavimo, eksperimentinių duomenų statistinės interpretacijos ir femtosekundinės abliacijos ore bei skysčiuose organizavimo.

Dr.E. Gaižauskas suteikė galimybę naudotis skaitmeninio modeliavimo asmeninėmis programomis bei padėjo, interpretuojant netiesinį galingų femtosekundinių impulsų sklaidimą per vandens sluoksnį rezultatus.

Dr. D. Kaškelytė ir dr. M. Barkauskas konsultavo aparatūros techniniais ir optimizavimo klausimais.

Stud. G. Choževskis dalyvavo bendruose eksperimentuose, tiriant pluošto intensyvumo pasiskirstymo įtaką femtosekundinei abliacijai.

Dokt. P. Ragulis ir habil. dr. Ž. Kancleris iš Fizinių ir technologijos mokslų centro konstravo kontaktų prijungimą prie laidžios keramikos bandinių ir tyrė jų elektrines charakteristikas.

Prof. dr.A. Beganskienė ir dr.R. Sirutkaitis analizavo apdirbtų bandinių savybes aukštų fotono energijų antrinės sklaidos spektroskopiniu metodu (EDS) ir padėjo interpretuoti gautus rezultatus.

Pradiniame doktorantūros etape kai kurie eksperimentai buvo atliekami taikant Altechna R&D kompanijos aparatūrą bendroje mikrofabrikavimo laboratorijoje Vilniaus Universiteto Lazerinių Tyrimų Centre, įskaitant trijų ašių Aerotech pozicionavimo stalus bei SCA eksperimento valdymo programinę įrangą.

## **Disertacijos apimtis ir sandara**

Disertacijos apimtis – 166 puslapiai. Joje yra 15 lentelių, 91 grafikas ir iliustracijos, 22 formulės. Disertacijos medžiagą sudaro: įvadas; literatūros apžvalga; keturios dalys, kuriose pateikti originalių autoriaus tyrimų rezultatai, išvados ir cituojamos literatūros sąrašas, susidedantis iš 194 šaltinių.

## **DISERTACIJOS TURINYS**

**Įvade** trumpai pagrindžiamas disertacijos tematikos atsiradimas ir jos aktualumas. Suformuluoti disertacijos tikslai ir pateikiami numatyti darbo uždaviniai, apibrėžiamas darbo mokslinis naujumas ir praktinė tyrimų nauda, yra suformuluoti ginamieji disertacijos teiginiai. Taip pat čia pateikiama autoriaus darbo rezultatų aprobacija, išreikšta patentų, mokslinių publikacijų ir konferencijų pranešimų sąrašu, paaiškintas autoriaus bei bendraautorių indėlis, atliekant tyrimus ir juos publikuojant.

**Pirmame skyriuje „Neskaidrių medžiagų femtosekundinio mikroapdirbimo apžvalga“** pateikiama pagrindinių fizikinių reiškinių, svarbių femtosekundiniam mikroapdirbimui, apžvalga ir trumpai aprašytos tirtų neskaidrių medžiagų optinės ir elektrinės savybės, svarbios tiek lazerio spinduliuotės sąveikai su medžiaga, tiek specifiniams projekto tikslams pasiekti. Nagrinėjama tematika pristatoma pasaulinių tyrimų kontekste, trumpai apžvelgiamos lazerinio mikroapdirbimo paskutinių dešimtmečių vystymosi tendencijos. Aprašomos naudotų medžiagų optinės ir mechaninės savybės, jų vidinė sandara bei gamybos procesas. Taip pat pagrindžiamos būtent šių medžiagų, kaip tyrimo objektų, pasirinkimo priežastys.

Iš pradžių aprašoma plieno, kaip itin plačiai naudojamos pramonėje medžiagos, cheminė elementinė sudėtis ir optinės savybės. Toliau –joninių laidininkų medžiagų grupė, iš kurios buvo išrinkta medžiaga dilimo jutiklio funkcinėms dalims pagaminti. Norint pagaminti dilimo jutiklį, jo pagrindinei, dilimą matuojančiai, daliai būtina turėti tam tikras savybes. Jos aptariamoms ir apibrėžiamoms. Šias specifines savybes, kietumą ir galimybę derinti elektrines charakteristikas gamybos procese, gana gerai atitiko titano suboksidų medžiagų grupė. Ji ir buvo pasirinkta rezistyvino jutiklio

gamybai. Trumpai aprašomas šių medžiagų gamybos procesas, elektrinės ir mechaninės savybės, jų taikymo sritys.

Toliau tęsiamas pagrindinių femtosekundinės lazerio spinduliuotės ir medžiagos sąveikos procesų, lemiančių femtosekundinio mikroapdirbimo dinamiką ir ypatumus, aprašymas. Dėmesys čia sutelkiamas į itin trumpų lazerio impulsų ir elektriškai laidžių medžiagų sąveiką, nes eksperimentinėje disertacijos dalyje tyrimai buvo vykdomi būtent su tokiomis medžiagomis. Aprašomas lazerinės abliacijos reiškinys, jam įtaką darantys fizikiniai veiksniai, medžiagos bei elektromagnetinio lauko parametrai, kurie lemia abliacijos spartą, kokybę bei kitas savybes.

Pateikiamas dviejų temperatūrų modelis, leidžiantis pakankamai tiksliai aprašyti femtosekundinių lazerio impulsų sugertį laidžioje medžiagoje ir nusakantis sugeriančio medžiagos sluoksnio termodinamiką, impulsui praėjus. Toliau aptariami abliaciją lydintys veiksniai, kaip antai: raibulių ir kitų struktūrų susidarymas abliacijos vietoje ir dėl to didėjanti lazerio spinduliuotės sugertis sekančiuose impulsuose bei nanodalelių generacija abliacijos procese.

Pabaigoje supažindinama su nauja mikroapdirbimo technologija – medžiagų abliacija femtosekundiniais lazerio impulsais po plonu skysčio sluoksniu. Pirmieji tyrimai apie lazerinį mikroapdirbimą, naudojant vandenį, ilgais (nuo mikro- iki nanosekundžių trukmės) impulsais, aptinkami dar 1975 m. straipsniuose. Jau juose buvo nustatytas mikroapdirbimo kokybės pagerėjimas ir net abliacijos spartos padidėjimas, palyginti su abliacija ore, esant tam tikriems proceso parametrams.

Disertacijoje trumpai išdėstomi paskutiniai šios technologijos pasiekimai, naudojant ultratrumpuosius (femtosekundinius ir pikosekundinius) lazerio impulsus. Aprašoma nauja technologija, pasiūlyta VU tyrėjų, tarp kurių yra ir disertacijos autorius. Ši technologija išnaudoja femtosekundinių impulsų milžinišką smailinę galią, dėl kurios vyksta savaiminis fokusavimasis vandenyje. To dėka pluoštas, sklisdamas per buferinį skysčio sluoksnį, subyra į pavienių šviesos gijų matricą, bet kartu tam tikru atstumu visos gijos fokusuojasi į vieną mažų matmenų dėmę ir gali suteikti naujų privalumų ne tik skaidrių, bet ir neskaidrių medžiagų mikroapdirbimui abliacijos būdu. Toliau disertacijoje pateikiami paties autoriaus gauti rezultatai.

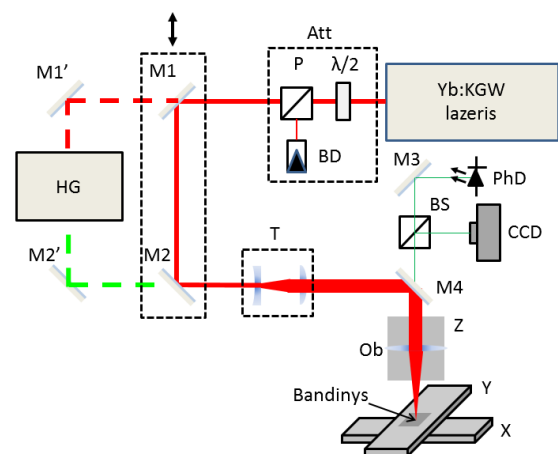
**Antrame skyriuje „Griovelių fabrikavimas, naudojant mikroapdirbimo sistemą, integruojančią didelio pasikartojimo dažnio femtosekundinių impulsų lazerį ir linijinius poslinkio stalus, judinančius apdirbamą detalę“** pateikta medžiaga publikuota Europiniame patente [P1], moksliniuose straipsniuose [A1], [A2] bei konferencijų pranešimuose [C1], [C2]. Čia aprašomas femtosekundinės abliacijos technologijos taikymas praktiniams MesMesh projekto uždaviniams spręsti, t. y., apibrėžtų matmenų stačiakampio profilio mikrogriovelių pliene ir

aliuminyje formavimui ore. Eksperimentai buvo atliekami su Sverker 21 No. 1.2379 pramoninio, neužgrūdinto (25 HRc kietumo) arba užgrūdinto (iki 54–56 HRc kietumo) skirtingų formų plieno ir aliuminio (EN AW-5083) bandiniais. Darbe pateikiama šių medžiagų elementinė sudėtis, bandinių matmenys ir kilmė. Eksperimentai buvo atliekami, integruojant didelio pasikartojimo dažnio iterbio femtosekundinį lazerį (*Pharos*, UAB MGF *Šviesos konversija*, Lietuva) su trijų linijinių ašių pozicionavimo stalais (*Aerotech*, Japonija). Disertacijoje pateikiami naudojamo lazerio parametrai, kitų posistemių (pozicionavimo, valdymo, pluošto transportavimo ir fokusavimo) parametrai ir veikimo principas.

Sukurtos mikroapdirbimo sistemos optinė schema pateikta 2 pav.

Plieno abliacijos slenksčio matavimai atskleidė, kad egzistuoja du abliacijos režimai. Pirmas apibūdinamas  $0,35 \text{ J/cm}^2$  energijos įtėkiu ir tęsiasi iki  $5 \text{ J/cm}^2$  energijos įtėkio, antrasis –  $3,7 \text{ J/cm}^2$  slenksčiu ir galioja didesniems negu  $5 \text{ J/cm}^2$  energijos įtėkiams. Esant tam pačiam į vieną vietą krentančių impulsų skaičiui, slenksčiai mažai priklausė nuo impulsų pasikartojimo dažnio tirtame 25–300 kHz diapazone. Tačiau didesniems nei 100 kHz impulsų pasikartojimo dažniams stebėtas abliacijos slenksčio inkubacinis efektas, t. y., abliacijos slenkstis, didinant krentančių į vieną vietą impulsų skaičių, mažėjo. Esant 100 kHz pasikartojimo dažniui, abliacijos slenkstis sumažėjo du kartus, palyginti su pavienio impulso abliacijos slenksčiu, kai į vieną vietą krito  $10^4$  impulsų.

Kuriant griovelių pliene mikroapdirbimo technologiją, buvo išbandytos skirtingos bandinio, patalpinto ant linijinių  $xy$  poslinkio stalų, skenavimo pluošto atžvilgiu strategijos. Dalis išbandytų algoritmų ir gauti griovelių profiliai išdėstyti 1 lentelėje.



2 pav. Optinė femtosekundinės mikroapdirbimo sistemos schema. HG – harmonikų generavimo modulis, M1-M4 – nukreipiamieji dielektriniai veidrodžiai, BS – pluošto daliklis, CCD – kamera, PhD – apšvietimo diodas, T – teleskopas, Ob – fokusuojantis objektyvas, Att – slopintuvas, x, y, z – pozicionavimo stalai.

1 lentelė. Skenavimo algoritmai


Ekspirimentai parodė, kad, siekiant pagaminti stačiakampio formos griovelius, kurių gylio ir pločio santykis artimas vienetui, su  $\pm 5\%$  tikslumu (kas atitinka  $\pm 5\%$  pločio skirtumą tarp griovelio matmenų 10 % bei 90 % gylėje ir nusako reikiamą sienelių statumą mažesnį nei  $10^\circ$  kampu; atitinkamai nusako griovelio gylio tikslumą  $\pm 5\%$ ), būtinas tam tikras pluošto fokusavimas. Sufokusuoto pluošto diametras turi sudaryti ne daugiau kaip 10 % griovelio pločio, ir griovelis turi būti išabliuojamas bent su 20 arti vienas kito (optimalios sąlygos atitinka perstūmimą per pusę sufokusuoto pluošto diametro skersai abliuojamo griovelio) išdėstytų pakartojimų.

Fokusuojant pluoštą mažos skaitinės apertūros objektyvu, stengiantis sutapatinti pluošto dydį su norimo griovelio pločiu, t. y., sufokusuotas pluoštas sudaro  $\sim 100\%$  griovelio pločio, griovelis būna per platus, išreikštos „V“ formos, t. y., sienelių šlaito kampas yra daug didesnis už reikalaujamą pagal projekto užduotį. Griovelio morfologijai ir profilio formai didžiausią įtaką daro lazerio impulsų tankis ploto vienetui, abliacijos dalelių pašalinimo sąlygos, energijos įtekio dydis, sąlygojantis abliacijos režimą, bei pluošto židinio padėtis apdirbamo paviršiaus atžvilgiu.

Eksponuojant skenavimo algoritmus daugelį kartų tam tikrose ribose, kol nesireiškia gylio įsisotinimo efektas, galima keisti griovelio gylį. Geriausios formos (mažiausio dugno banguotumo ir stačiausių sienelių) grioveliai pasiekti, skenuojant bandinį linijinio pozicionavimo sistema dvigubos linijinės spiralės algoritmu (paskutinis algoritmas 1 lentelėje, kai sekančiam algoritmo pakartojimui keičiama spiralės kryptis). Darbe pateikiami detalūs lazerio bei abliacijos proceso parametrai 180  $\mu\text{m}$  ir 280  $\mu\text{m}$  pločio grioveliams pagaminti, kurių gylio ir pločio santykis artimas vienetui, esant geresniam negu  $4^\circ$  sienelių statumui. Taip pat paaiškinami pagrindiniai dėsningumai. Grioveliai buvo pagaminti įvairiuose plieno ir aliuminio bandiniuose, apibūdinti optine ir elektronų pluošto mikroskopija bei optiniu bendražidiniu skenuojančiu mikroskopu.

Trečioji lazerio harmonika nepaspartino griovelių abliacijos proceso. Gautų griovelių sienelių nuožulnumas buvo prastesnis ( $8^\circ$ ), nors dugno šiurkštumas dėl mažesnio spinduliuotės įtekio mažesnis ( $\sim 8\ \mu\text{m}$ ). Tai sąlygota pirmosios harmonikos spinduliuotės vertimo į trečiąją dideliais nuostoliais ( $\sim 70\%$ ) ir tik nedideliu trečiosios harmonikos sugerties padidėjimu, palyginti su pirmąja harmonika mažų įtekų srityje. Tačiau šis padidėjimas gali visai išnykti dėl abliuojamo paviršiaus sugerties didėjimo, jį paveikus daugeliu impulsų ir formuojant jame raibulius bei kitas modifikacijas. Trečiosios harmonikos maksimali impulso energija buvo apytiksliai tris kartus mažesnė, palyginti su pirmosios harmonikos impulsais, todėl tokiam pat (bet daug mažesniam už maksimaliai galimą pagaminti trečiąją harmoniką) gyliui pliene išabliuoti reikėjo didesnio skenavimo algoritmo kartojimų skaičiaus. Dėl to pailgėjo apdirbimo trukmė. Tai lemia viso mikroapdirbimo proceso lėtėjimą ir nėra perspektyvu industriniams taikymams.

Abliacijos efektyvumui padidinti, griovelių morfologijai pagerinti bei fokusuojančios optikos apsaugai buvo bandyta naudoti oro bei taurių dujų nupūtimą. Eksperimentai parodė, kad nupūtimas padeda išvengti fokusuojančios optikos užteršimo, kai naudojamas aštrus fokusavimas, taip pat pagerina abliacijos dalelių pašalinimą iš apdirbamos zonos. Tačiau dėl nupūtimo argono dujomis, kai apdirbimas vyksta pirmąja lazerio harmonika, sumažėja abliacijos efektyvumas ir tomis pačiomis sąlygomis gaminamo griovelio gylis yra 40% seklesnis. Naudojant trečiąją lazerio harmoniką, tokios nupūtimo įtakos nepastebėta.

Poliarizacijos įtakos griovelio morfologijai tyrimai parodė, kad, naudojant  $p$  tipo tiesinę lazerio polarizaciją (kai elektrinio lauko virpėjimo plokštuma lygiagreti su pluošto skenavimo kryptimi), gaminant gylius griovelius ( $>50 \mu\text{m}$ ), jų sienelės būna statesnės, o dugnas mažiau banguotas. Tokie skirtumai apdirbimo procese aiškinami skirtinga plieno sugertimi  $p$  ir  $s$  polarizacijų šviesai.

Šį skyrių apibendrina gauti rezultatai ir išvados:

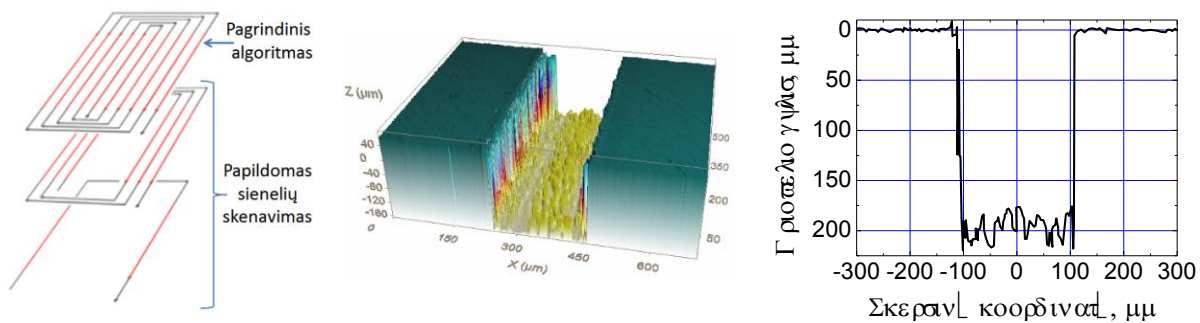
- ❖ Naudojantis mažos skaitinės apertūros objektyvais ir atitinkamai buku fokusavimu, lazerine abliacija galima greičiau pagaminti tam tikrų matmenų griovelius, nes sumažinamas reikalingų bandinio perstūmimų skaičius, tačiau pagamintos struktūros yra netinkamos dilimo jutikliui, nes dėl per mažo energijos įtekio pasiekiamas tik tai silpnos abliacijos režimas. Tai lemia išreikštos „V“ formos griovelių profilius.
- ❖ Stiprios abliacijos režimas gali būti pasiektas tiktai naudojant aštrų fokusavimą. Taikant bandinio perstūmimo linijiniais pozicionavimo stalais algoritmą, lazerine abliacija gali būti gaminami grioveliai, tačiau jų plotis ir gylis siekia tik dešimtis  $\mu\text{m}$ . Gilesnius ir platesnius griovelius galima pagaminti, taikant skenavimo algoritmą ir eksponuojant jį keletą kartų.
- ❖ Griovelių, pagamintų naudojantis dvigubos linijinės spiralės algoritmu, sienelės yra stačiausios, dugno banguotumas mažiausias, simetriškumas ir atsikartojamumas didžiausias.
- ❖ Geriausios kokybės struktūros pasiektos, kai fokusavimo plokštuma buvo  $\sim 200 \mu\text{m}$  žemiau bandinio paviršiaus, jei naudojamas 25 mm židinio nuotolio objektyvas ir mikofabrikuojami 100–200  $\mu\text{m}$  gylio grioveliai.
- ❖ Abliacijos slenkščių pliene tyrimai parodė, kad, naudojant trečiąją lazerio harmoniką, plieno abliacijos slenkstis sumažėja nežymiai ( $< 35 \%$ ), palyginti su slenkščiu ties pirmąja



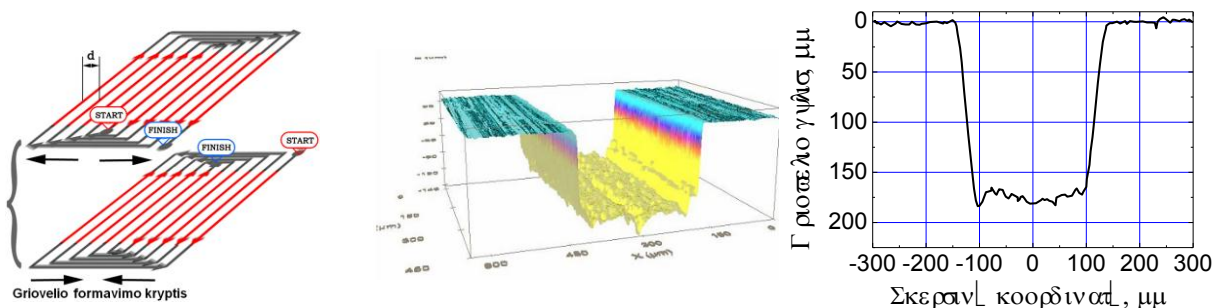
harmonika. Tačiau dėl spinduliuotės keitimo į trečiąją harmoniką nuostolių energetiškai efektyviau mikroapdirbimą atlikti pirmąją harmoniką.

- ❖ Taikant besikeičiančios krypties linijų spiralės algoritmą, gauti tinkamos kokybės grioveliai pliene, kurie panaudoti dilimo jutiklio funkcinėms dalims pagaminti. Gamybos procesas optimizuotas stačiausioms sienelėms ( $<4^\circ$ ) pasiekti ir dugno šiurkštumui ( $< 10 \mu\text{m}$ ) minimizuoti.

Trečiame disertacijos skyriuje „Griovelių fabrikavimas, naudojant mikroapdirbimo sistemą, integruojančią didelio pasikartojimo dažnio femtosekundinių impulsų lazerį ir galvanometrinių skenerių“ pristatoma kita femtosekundinio mikroapdirbimo sistema, sudaryta iš *Pharos* lazerio ir *xy* kryptimis pluoštą skenuojančio galvanometrinio skenerio. Pateikiami rezultatai gauti, abliuojant griovelius dilimo jutikliams pliene. Šio skyriaus medžiaga publikuota Europiniame patente [P1], moksliniuose straipsniuose [A1],[A2] bei konferencijų pranešimuose [C1],[C2].



3 pav. Sudėtinės linijinės spiralės algoritmo schema, tipinė 3D išsėdinto pliene griovelio topologija ir suvidurkintas griovelio profilis, kuris pagamintas, naudojant galvanometrinių skenerių pluoštui valdyti pagal šį algoritmą.



4 pav. Besikeičiančios pradžios linijų spiralės algoritmas, tipinė 3D išsėdinto pliene griovelio topologija ir suvidurkintas griovelio profilis, kuris pagamintas, naudojant galvanometrinių skenerių pluoštui valdyti pagal šį algoritmą, kartojant kiekvieną sluoksnį 20 kartų.

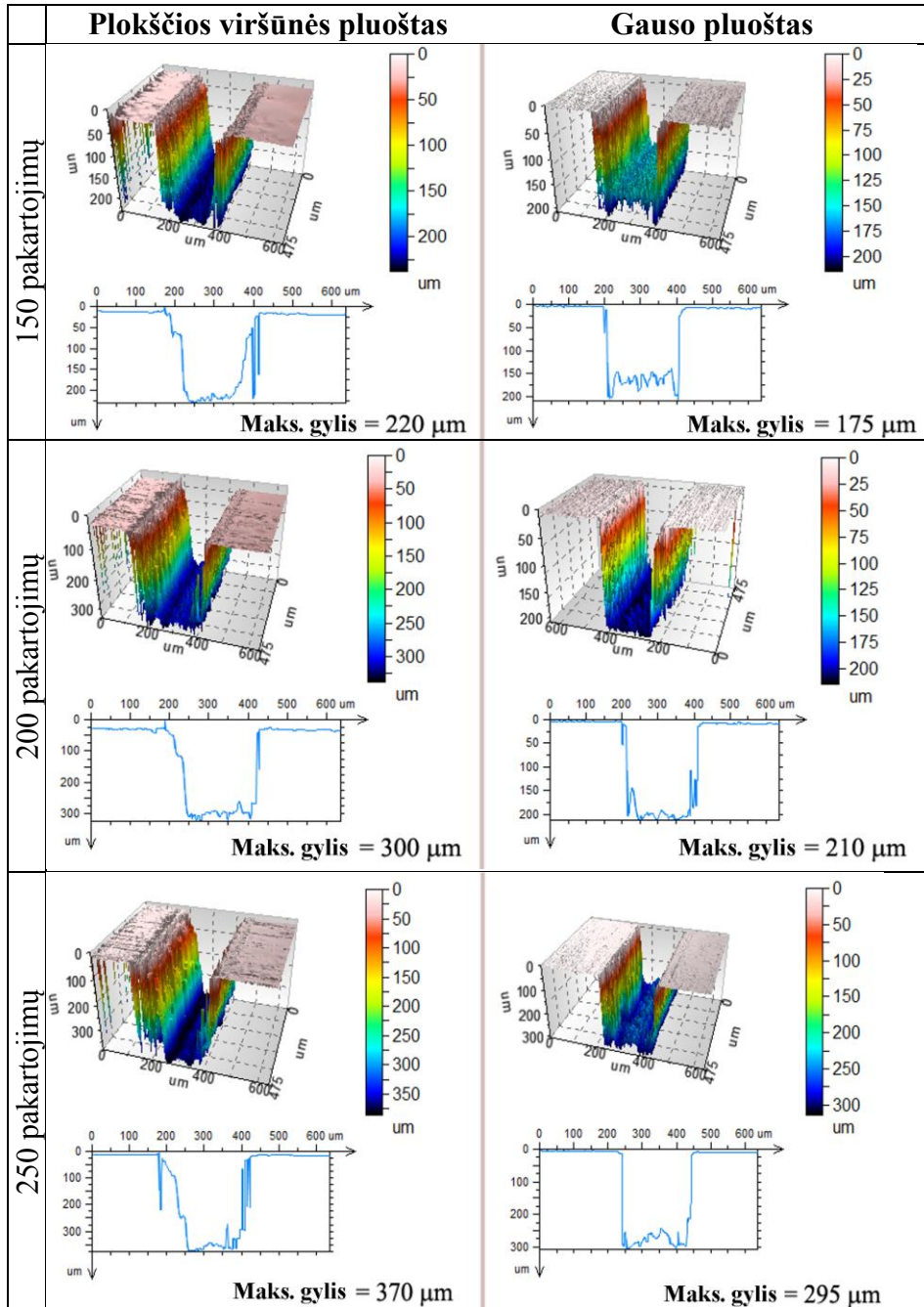
Iš pradžių pateikiama sistemos optinė schema, skenerio ir fokusuojančios optikos aprašymai. Šios sistemos pagrindinis privalumas išryškėja, lyginant jos pluošto skenavimo greitį

su anksčiau aprašytos bandinio pozicionavimo sistemos maksimaliu transliavimo greičiu, kuris tesiekia 0,3 m/s. O skeneris, atsižvelgiant į fokusavimo objektyvą, gali nukreipti lazerio pluoštą bandinio paviršiumi iki 10 m/s greičiu. Jei tik lazerio impulsų pasikartojimo dažnis ir energija pakankamai dideli, kad atskirų impulsų paveiktos zonos dengtų viena kitą, galvanometriniis skeneris itin paspartina mikroapdirbimo procesą. Vieno 200x200x50000 µm matmenų griovelio pagaminimo laikas, naudojantis šia sistema bei naujos kartos *Pharos* lazeriu (su didesne vidutine galia), sumažėjo daugiau negu eile. Su šia sistema taip pat buvo išbandyti skirtingi skenavimo algoritmai. Geriausi rezultatai pasiekiami sudėtinės arba dvigubos spiralės algoritmais (žr. 3 ir 4 pav.). Pirmu atveju po pagrindinio algoritmo paleidžiamas dar papildomas skenavimas, kuriuo metu skenuojamos tik griovelio sienelės. Tokiu būdu sienelės papildomai abliuojamos, statėja ir, nors šioje lazerinio mikroapdirbimo sistemoje naudojamas didesnio židinio nuotolio lęšis (100 mm F-theta lęšis) negu ankstesnėje judančio bandinio sistemoje (25 mm), kas lemia didesnį sąsmaukos dydį ( $\sim 15 \mu\text{m}$  ties  $1/e^2$ ), pasiekiamas  $<3^\circ$  statumas. Naudojantis judančio bandinio sistema, geriausias statumas siekė  $4^\circ$ . Antru atveju kiekvienai algoritmo ekspozicijai keičiamas spiralės pradžios taškas bei kryptis. Taip nuslopinama sunkiai pašalinamų abliacijos dalelių įtaka griovelių morfologijai ir pasiekiamas lygesnis griovelio dugnas. Naudojant galvanometrinių skenerių pluošto nukrypimui, kad pasiektų norimą griovelio gylį, algoritmus tenka kartoti daug daugiau kartų (120 kartų 200 µm gyliui). Tačiau dėl mažesnės inercijos, palyginti su *Aerotech ALS130* pozicionavimo stalais, apdirbimo laikas dėl didesnio krypties pasikeitimo skaičiaus pailgėja neženkliai.

Grioveliai, gaunami naudojant galvanometrinių skenerių, išsiskiria atsikartojamumu, simetriškumu ir mažu dugno banguotumu. Tai buvo svarbu užsibrėžtam tikslui pasiekti. Griovelio storio išilginis netikslumas buvo mažesnis nei 3 %.

Norint įsitikinti plokščios viršūnės pluošto įtaka griovelių abliacijos ypatumams, lazerio spinduliuojamas Gauso pluoštas buvo transformuotas, naudojant difrakcinį optinį elementą. Gautu plokščios viršūnės formos intensyvumo pasiskirstymo pluoštu židinio plokštumoje išabliuotų kraterių matmenys buvo 45 % didesni, palyginti su krateriais, gautais tos pačios energijos Gauso pluoštu. Kraterių padidėjimą lemia nauji erdviniai dažniai, sąlygojami difrakcinio elemento, kurie riboja pluošto sąsmauką iki didesnių matmenų. Kai plokščios viršūnės pluoštas naudojamas giliams (100–200 µm) grioveliams gaminti, gaunami palyginami su Gauso pluoštu abliacijos greičiai, bet griovelių sienelių statumas ir šiurkštumas yra blogesni. Tai matyti iš 5 pav. pateikiamų rezultatų. Gaminant griovelius daugelių spiralinio algoritmo ekspozicijų režimu, geometrijos parametrai (sienelių statumas, griovelio simetriškumas, dugno banguotumas ir skylėtumas, aplinkinių paviršių pažaida) yra prastesni plokščios viršūnės pluošto atveju. Tačiau gylis

įsisotinimo efektas stipresnis Gauso pluoštui. Vadinasi, plokščios viršūnės pluoštas nėra optimalus užsibrėžtų parametrų grioveliams gaminti, tačiau gali būti naudingas, kai reikalingi gilesni grioveliai, kurių gylis ir pločio santykis  $> 2$ .



5 pav. Griovelių, išpjautų naudojant plokščios viršūnės arba Gauso erdvinio pasiskirstymo pluoštas. Lazero vidutinė galia – 5W, pasikartojimo dažnis – 50 kHz. Pluoštas fokusuojamas 100 mm F-theta lęšiu, skenuojamas 1000 mm/s greičiu. Plokščios viršūnės pluoštui geometrinio židinio plokštuma yra 1 mm virš bandinio paviršiaus, o Gauso pluoštui – 0,5 mm žemiau bandinio paviršiaus.

Giliausias pagamintas griovelis, naudojant 5 W vidutinės galios, 300 fs impulso trukmės, 50 kHz pasikartojimo dažnio, 1030 nm bangos ilgio pluoštą, sufokusuotą 100 mm F-theta lęšiu 200 µm žemiau plieno bandinio paviršiaus ir skenuotą galvanometriniu skeneriu pagal dvigubos spiralinės algoritmą, daugelį kartu siekė 900 µm. Taigi, naudojantis šia sistema, pliene pasiekiamas didesnis negu 1:3 griovelių pločio ir gylio santykis. Griovelio gylis visų pirma priklauso nuo algoritmo ekspozicijų skaičiaus, pluošto fokusavimo sąlygų (t. y., lęšio židinio nuotolio ir pluošto židinio plokštumos padėties bandinio paviršiaus atžvilgiu), taip pat nuo griovelio pločio. Abliacijos procese, pasiekus tam tikrą gylį, griovelis įsisotina. Didinant algoritmo kartojimų skaičių, dėl blogėjančių medžiagos pašalinimo sąlygų ir mažėjančio energijos įtėkio ploto vienetui, griovelis jau nebegilėja.

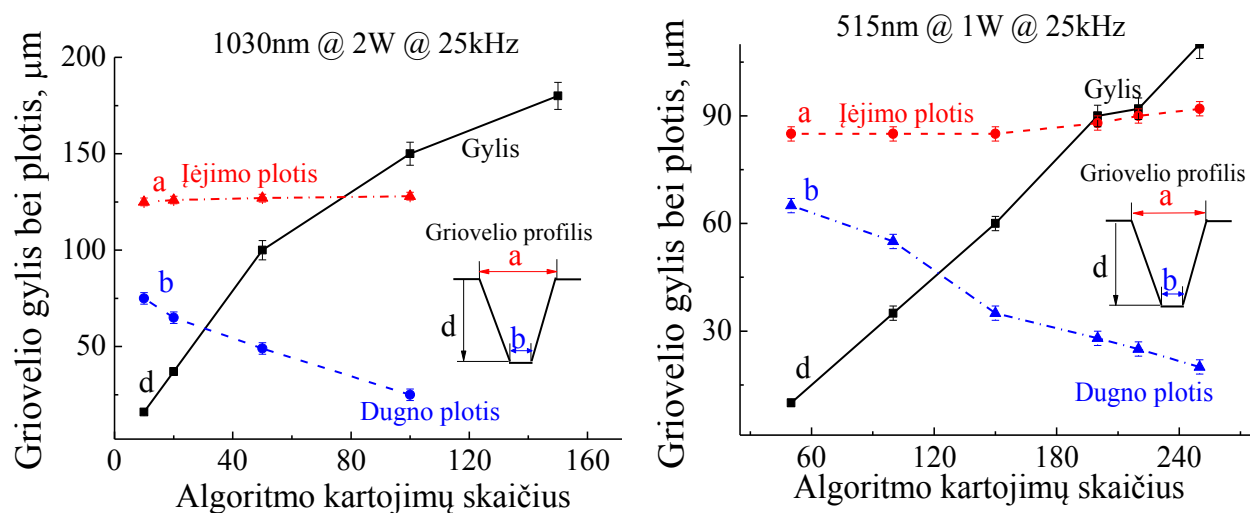
Šį skyrių apibendrina tokie rezultatai ir išvados:

- ❖ Pademonstruota lazerinės abliacijos, taikant galvanometrinių skenerių, įvairių struktūrų gamybos technologija su tinkamos kokybės (užprogramuotų matmenų nuokrypiu <5 %) struktūrų pliene pavyzdžiais, tinkamais dilimo jutiklio prototipo konstravimui.
- ❖ Tam tikros apibrėžtos formos griovelių, reikalingų dilimo jutikliui gamybos lazerinės abliacijos metodu laikas sumažintas eile, kai vietoje bandinio pozicionavimo buvo panaudotas pluošto skenavimas ant bandinio paviršiaus ir padidinta lazerio impulso energija.
- ❖ Naudojant galvanometrinių skenerių, pasiektas 1:3 griovelių pločio ir gylio santykis. Giliausias griovelis siekė 900 µm. Griovelio gylis įsisotina, didinant algoritmo kartojimų skaičių, dėl blogėjančių medžiagos pašalinimo sąlygų ir mažėjančio energijos įtėkio ploto vienetui.

**Ketvirtas disertacijos skyrius „Titano suboksido keramikos femtosekundinė abliacija ore“** skirtas titano suboksido Magnelli fazės keramikos mikroapdirbimo tyrimams, veikiant ją intensyviais femtosekundiniais impulsais, ir gautiems rezultatams aprašyti. Šio skyriaus medžiaga publikuota Europiniame patente [P1], moksliniuose straipsniuose [A1], [A2] ir konferencijų pranešimuose [C1], [C2]. Autoriaus duomenimis, jam pradėdant doktorantūros studijas, nebuvo femtosekundinės abliacijos tyrimų su optiškai neskaidriomis, bet elektriškai laidžiomis titano suboksido keramikomis, iš kurių buvo daroma viena pagrindinių dilimo jutiklio dalių – matavimo grandinė. Tai pabrėžia tyrimų naujumą. Ši medžiaga, kaip vienos iš eksperimentinių disertacijos

dalių tyrimo objektas, buvo pasirinkta dėl jos elektrinių ir mechaninių savybių, kurios reikalingos, gaminant funkcinių dilimo jutiklių dalis (plačiau apie tai aprašyta pirmoje disertacijos dalyje).

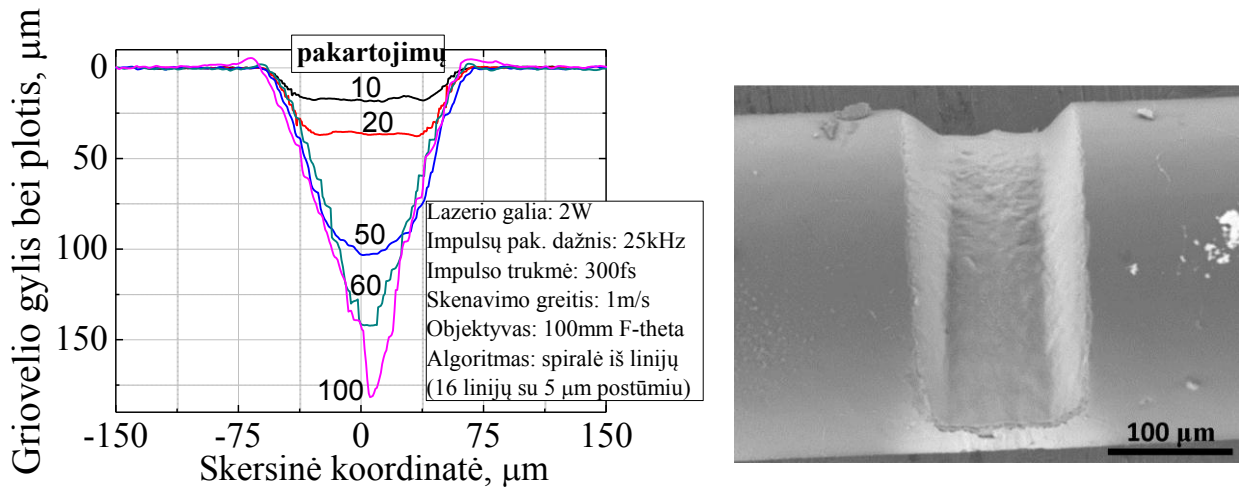
Šio skyriaus pradžioje aprašomi tiriamieji keramikos pavyzdžiai ir apibūdinamos jų svarbios optinės savybės. Eksperimentiškai nustatytas titano suboksido keramikos abliacijos slenkstis femtosekundiniams lazerio impulsams siekė  $\sim 1,29 \text{ J/cm}^2$  ir, palyginti su plieno abliacijos slenkščiu, buvo  $\sim 5$  kartus didesnis. Tai susiję su daug mažesniu titano suboksido keramikos ilginiu sugerties koeficientu. Siekiant pagaminti tinkamas dilimo jutikliui funkcines dalis ir palengvinti jų integraciją į jutiklį, buvo atliekami pjovimo, mikroįpjovų formavimo bei mikroskylių gręžimo lazerine femtosekundine abliacija ore tyrimai. Atlikta pagamintų struktūrų kokybės analizė, nustatytas tinkamas bandinių pozicionavimo greitis, eksperimentinės įrangos parametrai ir jie optimizuoti.



6 pav. Griovelių titano suboksido gylis ir dugno pločio priklausomybės nuo linijinės spiralės algoritmo ekspozičių skaičiaus, naudojant pirmąją ir antrąją lazerio harmonikas.

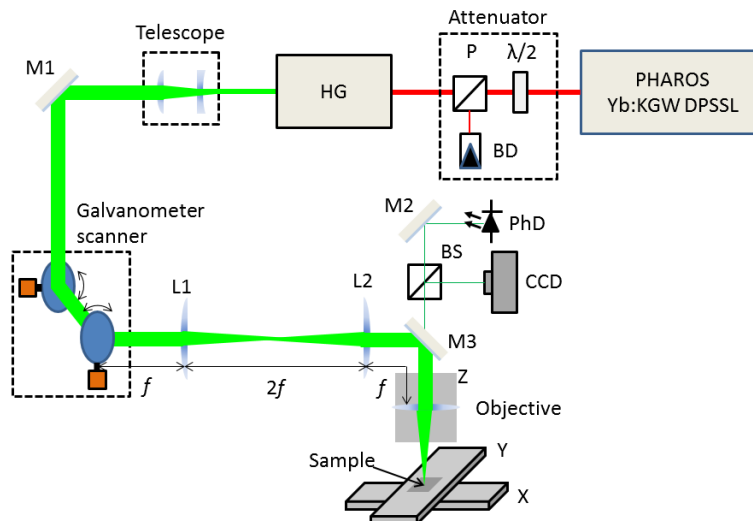
Pirmiausia aprašomi pjovimų tyrimai. Siekiant išpjauti tinkamos formos ir pasirinktų ( $\sim 400 \times 400 \times 1000 \mu\text{m}$ ) matmenų keramikos bandinius, buvo išbandytos kelios strategijos. Pirmoje strategijoje uždaviniui įvykdyti buvo taikoma lazerinė sistema su 3 koordinačių tiesiaiegiais *Aerotech* firmos pozicionavimo stalais. Iš 10 mm diametro, 1 mm storio keraminių tablečių buvo išpjautos ir apibūdintos pailgos trapecijos skerspjūvio keraminės skaidulos, kurių galuose suformuotos tuščiavidurės šulinio formos 400  $\mu\text{m}$  diametro duobutės. Trapecijos sienelės su statmeniu sudarė  $7^\circ$  kampą.

Kitas pasirinktas spręsti uždavinys –precizinis įpjovų ir mikroskylių formavimas keraminėse skaidulose (ilgis– 10 mm, diametras – 250  $\mu\text{m}$ ). Rezultatai pavaizduoti 6 ir 7 pav.



7 pav. Suformuotų titano suboksido struktūrų morfologijos priklausomybė nuo algoritmo ekspozicijų skaičiaus (kairėje) ir keraminės skaidulos mikroįpjovimo pavyzdys (dešinėje).

Parinkus optimalias sąlygas, šias įpjovas su pirmąja lazerio harmonika galima suformuoti mažiau negu per 5 s.

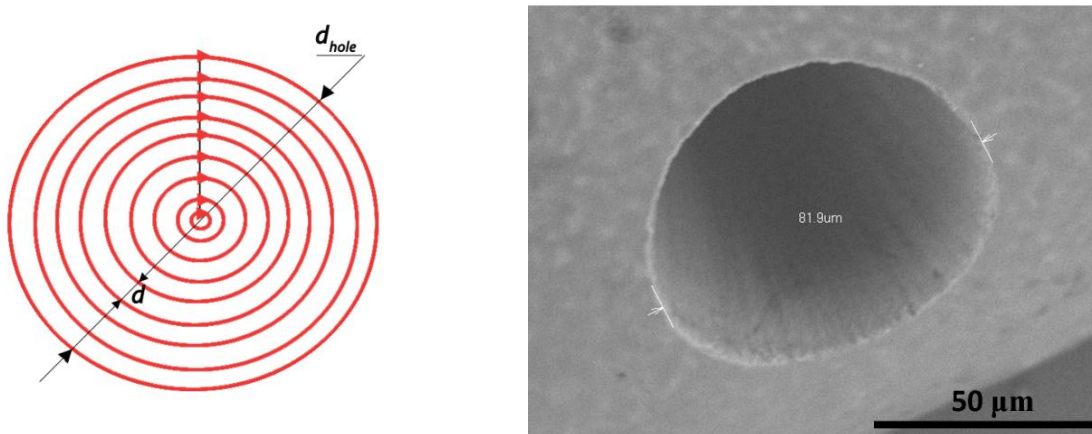


8 pav. Mikroskylių formavimui pasirinkta  $4f$  optinės sistemos schema, kurioje naudojama antroji lazerio harmonika kartu su „judančio pluošto“ koncepcija ir pluoštas fokusuojamas didelės skaitinės apertūros objektyvu.  $\lambda/2$  – nulinės eilės pusbangė plokštelė, P – plėvelinis Briusterio tipo poliarizatorius, BD – pluošto sugėriklis, M1–M3 – aukšto atspindžio dielektriniai veidrodžiai, L1–L2 – vaizdo perdavimo lęšiai, BS – pluošto daliklis, HG – harmonikų generatorius, PhD – šviesos diodas, CCD – stebėjimo kamera.

Lazerinio mikroapdirbimo optinė schema, kurioje naudojamas galvanometriniu skeneris ir  $4f$  vaizdo perdavimo schema, pavaizduota 8 pav. Ji suteikia galimybę išnaudoti skenavimo privalumus, kaip antai: itin greitas pluošto skenavimo greitis ir maža inercija, ne tik su F-theta



lęšiais, bet ir su trumpo židinio nuotolio objektyvais. Ši schema panaudota mikroskylių formavimui titano suboksido keraminėse skaidulose.



9 pav. Pluošto skenavimo algoritmas tuščiavidurių mikroskylių gamybai (kairėje) ir titano suboksido keramikoje pagamintos  $82 \mu m$  diametro ir  $100 \mu m$  gylio mikroskylės SEM nuotrauka (dešinėje).

Pluošto skenavimo algoritmas ir tipinis mikroapdirbimo rezultatas, kai naudojami optimalūs abliacijos parametrai, pademonstruoti 9 pav. Parinkus neoptimalius lazerio ar pozicionavimo sistemos parametrus (pvz., per didelę vidutinę lazerio galią, per didelį impulsų tankį, kuriam įtaką daro tiek impulsų pasikartojimo dažnis, tiek ir skenavimo greitis), gaunamos netinkamos kokybės struktūros. Jose pasireiškia medžiagos lydymasis, oksidacija, padaugėja abliacijos šiukšlių. Disertacijoje aprašytos eksperimentų sąlygos, taip pat nuodugni išgręžtų mikroskylių kokybės analizė. Pastebėta, kad aplink skylės kraštus susidaro plonas  $6 \mu m$  perlydytos medžiagos sluoksnis, aptinkama mikroįtrūkimų. Įvertintas mikroskylių dugno šiurkštumas buvo ne didesnis kaip  $4 \mu m$  (RMS). Savitojo keraminių skaidulų laidumo analizė su mikroskylutėse ir mikroįpjovose prilituotais sidabriniais laidais atskleidė, kad femtosekundinis mikroapdirbimas neturėjo įtakos keramikos laidumui.

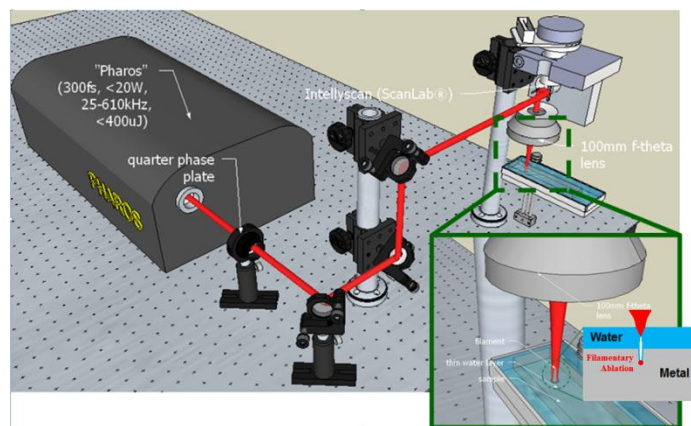
Šį skyrių apibendrina tokie rezultatai ir išvados:

- ❖ Femtosekundinė lazerinė mikroapdirbimo sistema buvo taikoma tokiems titano suboksido keramikos mikroapdirbimo uždaviniams spręsti: iki  $1 \text{ mm}$  storio bandinių įpjovimui, mikroskylių gręžimui ir įpjovimų formavimui keraminėse skaidulose.
- ❖ Tinkamas mikroįpjovimų formavimas titano suboksido keramikos skaidulose buvo pasiektas tiek taikant bandinio pozicionavimo, tiek ir pluošto skenavimo koncepcijas.

- ❖ Atliekant mikroapdirbimo uždavinius su keraminėmis skaidulomis, eksperimentiniai parametrai buvo optimizuoti, siekiant sumažinti šilumos paveiktą zoną. Minimalus paveiktos zonos plotis buvo 6  $\mu\text{m}$ .
- ❖ Savitoji keraminių skaidulų, apdorotų su femtosekundine lazerine mikroapdirbimo sistema aliumininiu lydmetaliu prilituotais sidabriniais laidais, fiksuotais pagamintose mikroįpjovimuose arba mikroskylutėse, varža buvo 21–35  $\text{mW}\cdot\text{cm}$ . Tai paklaidų ribose sutampa su neapdorotų skaidulų savitąja varža, kurių laidai buvo lituojami prie skaidulos galų. Tai leidžia daryti išvadą, kad femtosekundinis mikroapdirbimas neturėjo įtakos šios medžiagos laidumo savybėms.
- ❖ Mikroįpjovimų formavimas titano suboksido keraminėse skaidulose yra paprastesnis ir greitesnis būdas suformuoti tinkamas laidų litavimui vietas, palyginti su tuščiavidurių nekiurų skylių gręžimu.

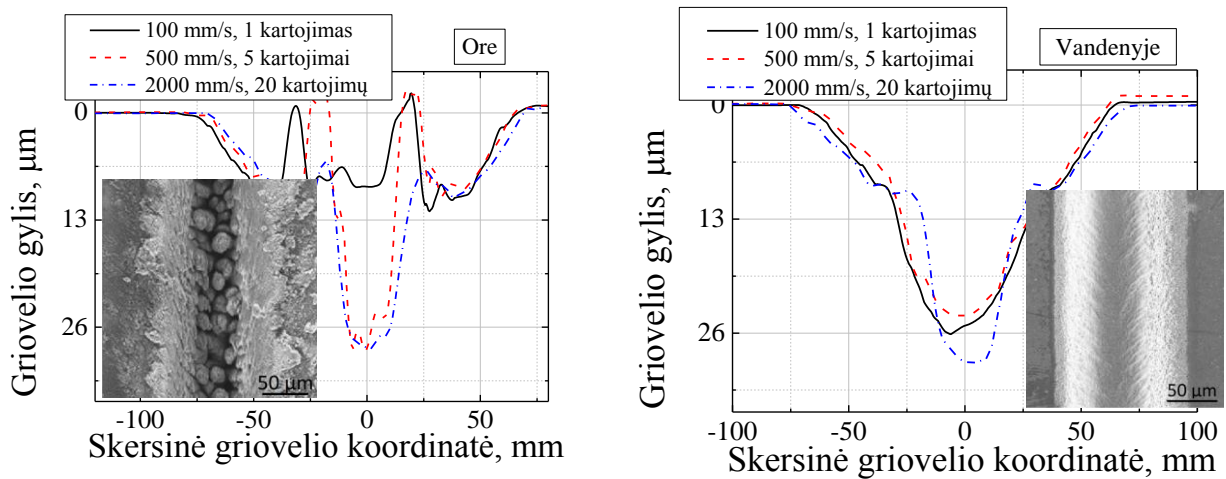
**Penktame skyriuje “Femtosekundinė neskaidrių medžiagų abliacija po plonu buferiniu skysčio sluoksniu“** pateikiami eksperimentiniai ir modeliavimo rezultatai, gauti tiriant neskaidrių medžiagų, įmerktų skystyje, abliaciją. Ši medžiaga publikuota moksliniuose straipsniuose [A3]–[A5], [A8], [A9] ir konferencijų pranešimuose [C6], [C7]. Skyrius prasideda nuo trumpo įvado. Ši nauja lazerinio mikroapdirbimo technologija paremta: viena vertus, anksčiau aprašyta medžiagos ir šviesos sąveika, vadinamąja netermine abliacija, kita vertus – femtosekundinio pluošto, jam sklindant per ploną (<1 mm) skysčio sluoksnį, netiesine

transformacija. Vykstant netiesiniams procesams, femtosekundinių impulsų Gauso pluoštas skyla į daugelį šviesos gijų, kurios paspartina abliacijos procesą, nes sukuria palankias sąlygas (padidėjęs intensyvumas gijos centrinėje dalyje) stipriai abliacijai vykti. Praktiškai tai įgyvendinama, negiliai panardinus apdirbamą bandinį į vandenį (ar kitokį skystį).



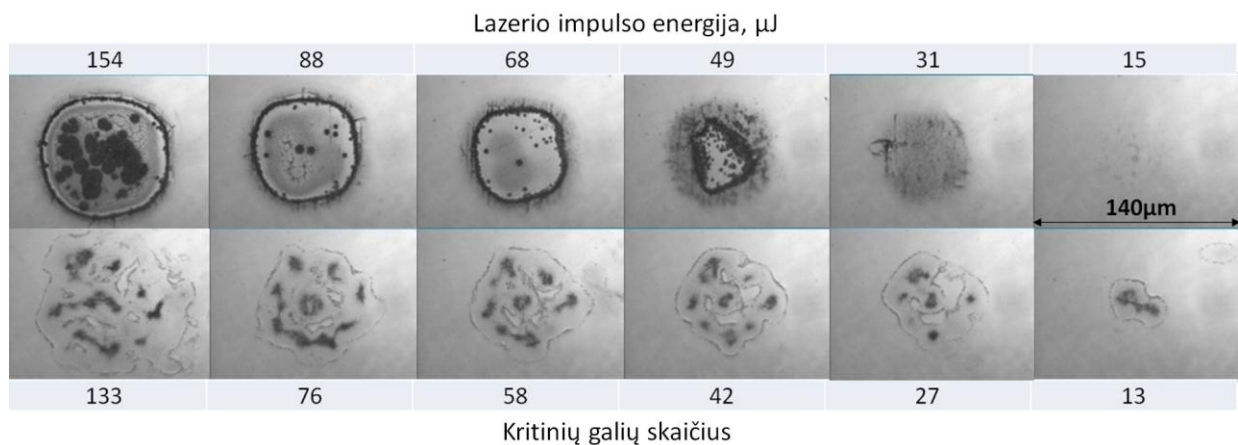
10 pav. Supaprastinta femtosekundinės abliacijos schema, naudojant vandenį. Femtosekundinio lazerio impulsinis pluoštas, fokusuojamas F-theta lęšiu į ploną vandens sluoksnį, esantį virš apdirbamo neskaidraus bandinio.





11 pav. Plono skysčio sluoksnio įtaka griovelio gyliui ir morfologijai plieno abliacijos po vandeniu procese. Eksperimento parametrai: *Pharos* lazerio parametrai – 1030 nm, 300 fs, 5 W, 25 kHz; pluošto sąsmaukos skerspjūvis ~18 μm pusės amplitudės aukštyje; energijos įtėkis ~40 J/cm<sup>2</sup>; pluošto skenavimui naudotas *Intelliscan* galvanometriniis skeneris su 100 mm židinio nuotolio F-theta lęšiu. Skenavimo algoritmas – tiesi linija, eksponuota daug kartų.

Supaprastinta eksperimento schema pavaizduota 10 pav. Pluošto pozicionavimui čia naudojamas galvanometriniis skeneris su 100 mm židinio nuotolio F-theta lęšiu. Jis užtikrina didelius pluošto skenavimo greičius, tačiau apriboja apdirbimo lauką (~50x50 mm, 100 mm židinio nuotolio F-Theta lęšiu). Bandinys gali būti perstumiamas pluošto atžvilgiu tiksliais linijiniais *Aerotech* pozicionavimo stalais, norint praplėsti apdirbimo plotą.



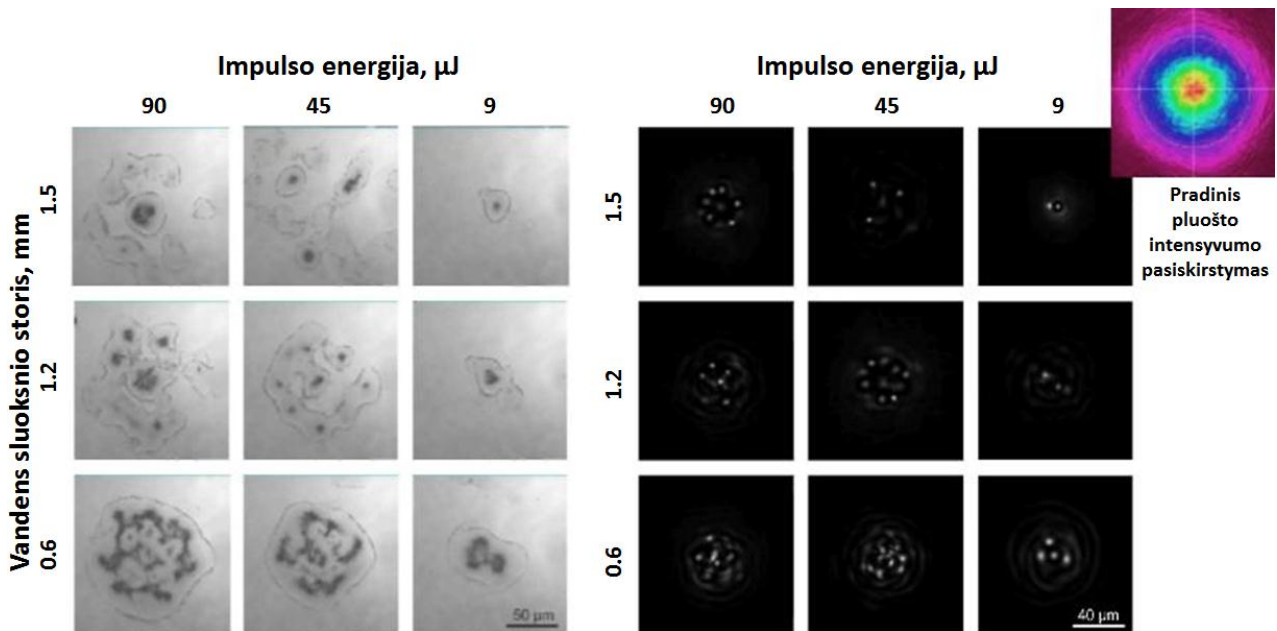
12 pav. 70 nm chromo sluoksnio ant BK7 stiklo pagrinduok pažaidos morfologijos, kai eksponuojamas vienas lazerio impulsas. Viršutinė eilutė vaizduoja chromo sluoksnio pažaidas, eksperimentui vykstant ore, apatinė – naudojant 1,2 mm vandens sluoksnį.

Disertacijoje pristatomi griovelų abliacijos, eksponuojant lazerio spinduliuotę pavienėmis linijomis, palyginimo eksperimentai (11 pav.), kai apdirbimas vyksta ore arba skystyje. Šie tyrimai rodo, kad skysčio sluoksnis daro didelę įtaką abliacijos griovelų morfologijai. Kai abliuojant

naudojamas vanduo, griovelio dugnas būna lygesnis, be iššokimų, simetriškesnis. Taip pat itin sumažėja šilumos paveiktos zonos sritys. Apskritai atlikti eksperimentai daugiausia abliuojant metalus, panardintus po negiliu skysčio sluoksniu, atskleidė šio metodo perspektyvumą tiek apdirbimo kokybės, tiek abliacijos efektyvumo atžvilgiu.

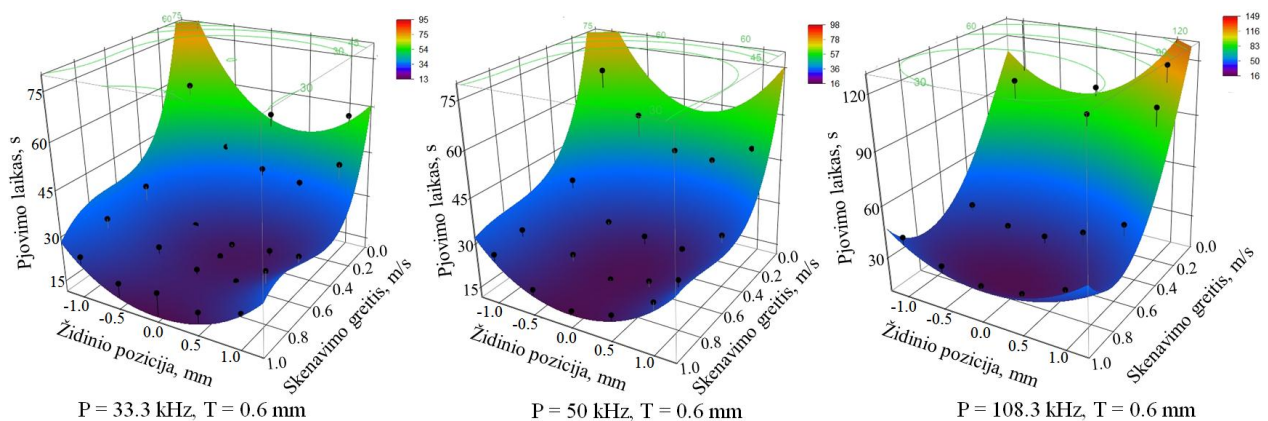
Plieno abliacijos energijos įtėkio slenksčio tyrimai atskleidė, jog slenksčio vertė priklauso nuo buferinio skysčio sluoksnio, esančio virš bandinio medžiagos. Eksperimentais buvo palyginti plieno abliacijos slenksčiai, kai apdirbimas vyksta ore, po plonu vandens, acetono arba metanolio sluoksniu. Abliacijos slenksčiai, naudojant ~1 mm storio skysčius, pavieniams impulsams buvo ~1,5 karto didesni už slenksčius ore. Tai rodo, kad didesnę pjovimo efektyvumą sąlygoja kiti proceso aspektai.

Siekiant įsigilinti į vykstančius fizikinius procesus, eksperimentiškai ir teoriškai išnagrinėtas galingo femtosekundinio pluošto sklidimas per ploną skysčio sluoksnį ir netiesinių transformacijų įtaka plonos metalo plėvelės abliacijai. Padaryta nemažai eksperimentų su plonu metalo sluoksniu (plėvelės storis ~70 nm), užgarintu ant BK7 stiklo ir panardintu po įvairaus storio (0,3–2,5 mm) vandens sluoksniu. Lazero pluoštas buvo fokusuojamas į vandens paviršių. Nustatyta, kad chromo sluoksnio pažaidos pavieniais lazerio impulsais po vandeniu, atsižvelgiant į impulso energiją, labai skiriasi nuo pažaidų, kai abliacija vyksta ore.



13 pav. Pažaidos struktūros, gautos eksperimentiškai (kairėje) ir modeliuojant modifikuotą Šrėdingerio lygtį (dešinėje), esant pasirinktoms impulso energijoms bei vandens storio vertėms.

Eksperimento rezultatai pateikti 12 pav. Viršutinėje eilutėje juodi taškai simbolizuoja stiklo paviršiaus pažaidas, o chromo sluoksnis figūroje, apibrėžtoje ryškia juoda linija, yra tiesiog visiškai pašalintas. Apatinėje eilutėje vaizdas kitoks. Matyti taškinės pažaidos. Tai chromo sluoksnio pažaidos nuo šviesos gijų, susiformavusių pluoštui sklindant per vandenį. Didinant pluošto galią, matyti, kaip didėja taškinių pažaidų skaičius, sąlygotas padidėjusių šviesos gijų skaičiumi. Iš eksperimentų su skirtingais vandens sluoksnio storiais paaiškėjo, kad pluošto skersinis intensyvumo pasiskirstymas nėra stacionarus per vandens sluoksnį, bet dinamiškai kinta, panašiai kaip ir esant vienam vandens sluoksnio storiui, keičiant femtosekundinio impulso energiją. Tačiau, esant vienodoms sąlygoms, pažaidos struktūra atsikartoja.



14 pav. 1 mm diametro apskritimo išpjovimo trukmės priklausomybė nuo skenavimo greičio ir židinio plokštumos padėties, esant fiksuotam 0,6 mm vandens sluoksnio storiui. Taškai simbolizuoja eksperimentines vertes, o paviršius nubraižytas, naudojantis statistinio modelio lygtimi.

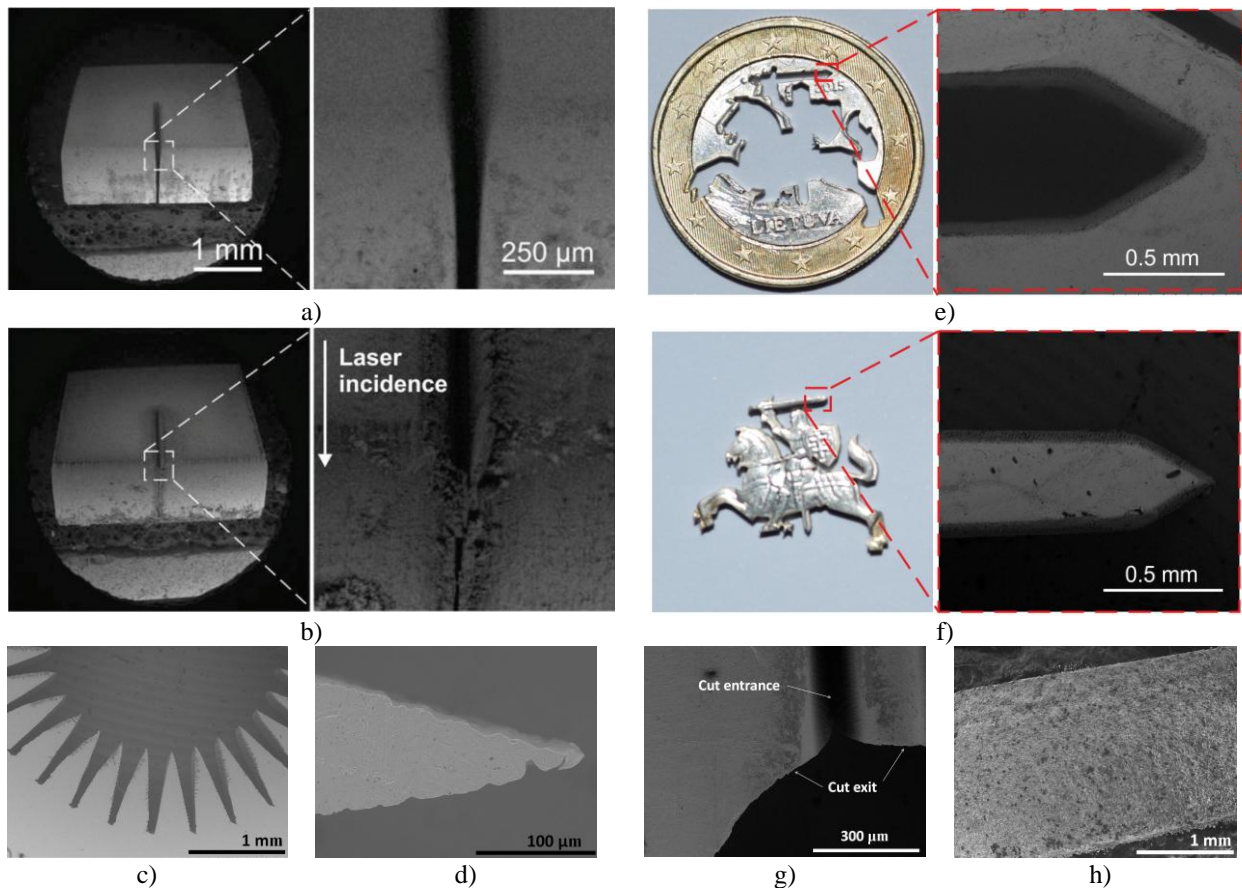
Taikant netiesinio šviesos pluoštų sklidimo modelį, įskaitantį šviesos difrakciją, medžiagos trečiosios eilės (Kero) netiesiškumą ir netiesinę medžiagos daugiafotonę sugertį, buvo sumodeliuotas femtosekundinio pluošto sklidimas per ramybės būsenos vandens terpę. Modeliui naudota tiesinės poliarizacijos begalinio spindulio bangos fronto elektromagnetinė banga, kurios kompleksinė amplitudė  $A(x,y,z)$  aprašoma modifikuota Šrėdingerio (2+1) dimensijų lygtimi. Greitai atveju, kai išrinkta koordinatų sistema juda grupiniu greičiu  $v_g = [\partial k(\omega)/\partial \omega]^{-1}$ , gaunama tokia lygtis, aprašanti elektromagnetinio lauko amplitudę:

$$\frac{\partial A}{\partial z} = \frac{i}{2k} \left( \frac{\partial^2 A}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 A}{\partial y^2} \right) + \frac{i\omega_0 n_2}{c} |A|^2 A - \frac{\beta^{(K)}}{2} |A|^{2K-2} A,$$

čia  $z$  yra sklidimo atstumas,  $n_2 = 4.1 \cdot 10^{16} W cm^{-2}$  – vandens netiesinio lūžio rodyklio koeficientas, o  $\beta^{(5)} = 10^{-47} cm^7 W^{-4}$  – daugiafotonės sugerties koeficientas. Nors ir gana

paprastas, modelis gerai aprašo tiek asimptotinę (šviesos gijos centrinės dalies ir jos sparnų), tiek ir pereinamąjį režimą [14]. Iš 13 pav. matyti, kad eksperimento ir modeliavimo duomenys gana gerai sutampa.

Kai abliacijos procesas naudojamas storų (0,5–2,5 mm) medžiagų pjovimui, vandens įtaka išryškėja dar labiau. Šia technologija įmanoma pasiekti gilesnius pjūvius ir kur kas didesnę pjovimo spartą. Šiame skyriuje taip pat atlikta daug 1 mm storio plieno pjovimo optimizavimo eksperimentų, kuriais buvo siekiama rasti tinkamus lazerio, pozicionavimo sistemos bei skysčio parametrus, maksimizuojančius pjovimo greitį. Parinkti nepriklausomi eksperimentiniai parametrai, kurie optimizavimo metu keičiami: pluošto skenavimo greitis (10–15000 mm/s), lazerio pasikartojimo dažnis (33,3–200 kHz), vandens sluoksnio storis (0,3–1,5 mm) ir židinio plokštumos padėtis bandinio atžvilgiu (-1–1 mm). Jų keitimo ribos parinktos arba dėl įrangos apribojimų, arba dėl aiškiai stebimo abliacijos proceso silpnėjimo. Optimizavimo eksperimento planavimas vyko pagal statistinį „pilno faktorialo“ modelį [15, 16]. Iš kiekvieno nepriklausomo parametro kitimo srities buvo imamos ekstremumų vertės bei vidurinė vertė, ir atliekami visi eksperimentai su kiekvienu nepriklausomų parametrų rinkiniu. Eksperimentinių duomenų analizei pasirinktas statistinis programinis paketas JPM [17] ir jį paaiškinantys dokumentai [18, 19]. Pjovimo greičio optimizavimas, atvaizduotas 14 pav. pateikiamomis pjovimo laiko priklausomybėmis nuo tiriamų parametrų, padėjo rasti optimalias plieno pjovimo sąlygas: maksimalią impulso energiją, esant minimaliam lazerio pasikartojimo dažniui, kai dar išlaikoma maksimali lazerio galia (300 μJ; 33 kHz; 10 W); minimalią impulso trukmę (270 fs); 700–800 mm/s pluošto skenavimo greitį; minimalų vandens sluoksnio storį (~ 300 μm); pluošto židinio plokštumą 200 μm žemiau vandens paviršiaus. Esant šitiems parametrms, pasiekiamas maksimalus 1 mm storio plieno pjovimo greitis (0,2 mm/s). Taip pat pavyko išsiaiškinti svarbiausius parametrus ir faktorius, darančius įtaką abliacijos po vandeniui procesui. Visų pirma tai impulso energija ir skenavimo greitis.



15 pav. Sudėtingų struktūrų pjovimo kokybės pavyzdžiai: a)–d), g) – 1 mm plienas; e), f) vario-nikelio, nikelio, vario-nikelio lydinių sluoksnių bandinys (1 euro moneta); h) neodimio lydinio magnetas. Optimalūs mikroapdirbimo parametrai, naudoti eksperimentuose:  $P = 10 \text{ W}$ ,  $T = 0,5\text{--}0,6 \text{ mm}$ ,  $R = 33,3 \text{ kHz}$ ,  $F = -0,5 \text{ mm}$ ,  $S = 800 \text{ mm/s}$ . Įterptas palyginimui b) vaizduoja 1 mm storio plieną, prapjautą ore.

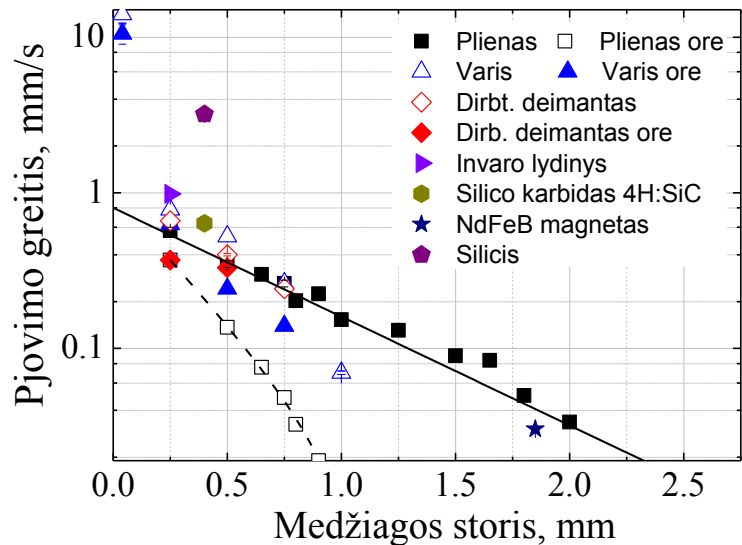
Femtosekundinės abliacijos vandenyje metodu išpjautų bandinių pavyzdžiai pateikti 15 pav. Kairėje matyti pliene padaryti pjūviai. Vaizdžiai matyti, kad po vandeniu ne tik daig greičiau bandinys prapjaunamas (~7,8 karto didesnis greitis), bet ir pats pjūvis būna kur kas švaresnis, neužterštas abliacijos šiukšlėmis (žr. b) pav.). Ši technologija nėra apribota tiesiais pjūviais, bet gali būti užprogramuota bet kuriam kontūrai išpjauti, kaip parodyta c)–g) dalyse. Taip pat plienas nėra vienintelė medžiaga, kurią galima apdirbti.

Skirtingų metalų ir neskaidrių keramikų pjovimo greitis, taikant šią naujovišką technologiją, pavaizduotas 16 pav. Reikia pastebėti, kad lazerinė femtosekundinė abliacija, naudojant vandenį, nėra išranki medžiagoms – jas įmanoma pjauti ar apdirbti kokybiškiau, visiškai nepažeidžiant jų termiškai. Aišku, imant skirtingas medžiagas, proceso efektyvumas bus nevienodas. Kaip ir abliacijos ore atveju, pjovimo greitis eksponentiškai mažėja, didėjant bandinių storiui.



Šioje dalyje pateikti ir pjūvių elementinės sudėties tyrimai, naudojant rentgeno fotonų spektroskopiją. Lazero paveiktos zonos skenuojančiame elektroniniame mikroskope buvo bombarduojamos aukštos energijos (15kV) elektronų pluoštu, ir matuojamas antrinių rentgeno fotonų spinduliuotės spektras, kuris kiekvienai medžiagai yra savitas. Taip galima nustatyti

elementinę bandinio sudėtį. Matavimai buvo atlikti pjūviams, padarytiems ore ir vandenyje. Tyrimai parodė, kad po vandeniui apdirbtos medžiagos (plieno, vario ir kitų) elementinė sudėtis paklaidų ribose panaši į neapdirbtos medžiagos elementinę sudėtį. Naudojantis lazerine abliacija ore, femtosekundiniais impulsais prapjautos medžiagos



16 pav. Skirtingų medžiagų ir jų storių efektinis pjovimo greitis, kai femtosekundinei abliacijai naudojamas vanduo.

elementinėje sudėtyje aptiktas nemažas deguonies atomų padidėjimas. Tai liudija apie susidariusį medžiagos oksido sluoksnį medžiagos paviršiuje, apdirbimo vietoje. Iš tikrųjų, nors ir naudojami itin trumpi šimtų femtosekundžių impulsai, esant didelei vidutinei lazerio galiai, kartu su dideliu impulsų pasikartojimo dažniu gali vykti energijos inkubacinis procesas. Jo metu bandinio sugerama šviesos energija (dėl didelio impulsų pasikartojimo dažnio ir prastų medžiagos šilumos laidumo savybių) nespėja termalizuotis su medžiagos tūriu ir apdirbimo vietoje palaipsniui kyla temperatūra. Dėl to gali susidaryti palankios sąlygos oksido sluoksnio formavimui. Apdirbant vandenyje, bandinys, intensyviai aušinamas vandeniu, turi žymiai mažesnę sąlyčio su deguonimi ore tikimybę, todėl oksido sluoksnis praktiškai nesusidaro.

Ši skyrių apibendrina tokie rezultatai ir išvados:

- ❖ Femtosekundinės abliacijos vandenyje metodas pritaikytas metalų ir neskaidrių medžiagų mikroapdirbimui. Tai procesas, kuris apima: netiesines pluošto transformacijas, jam sklindant per vandenį; efektyvų pjovimo vietos valymą dėl kavitacijos reiškinių, abliuojant skysčiuose, ir dėl srautinio valymo vandens-garų mišiniu; bandinių aušinimą. Ši technologija padeda pagerinti tokius mikroapdirbimo faktorius, kaip antai: a) pjovimo

greitį, b) medžiagos pašalinimo kelių užkimšimą gilesniuose sluoksniuose, c) šilumos paveiktas zonas.

- ❖ Vandens sluoksnis daro įtaką femtosekundinės abliacijos spartai, nes, šviesos gijomis paremta abliacija vandenyje, padeda padidinti pjovimo greitį iki 10 kartų, palyginti su įprasta abliacija ore kai kuriems storiems medžiagų lakštams, padidina abliacijos įsisotinimo gylį. Taip pat gaunami geresni pjūvio kokybės rezultatai.
- ❖ Ši technologija pastebimai sumažina kaimyninių paviršių užteršimą abliacijos proceso šiukšlėmis ir lazerio aplydytos zonos dydį.
- ❖ Pavienių impulsų abliacijos struktūros ploname chromo sluoksnyje po buferiniu vandens sluoksniu (0,3–1 mm) patvirtina, kad, esant jau mažam impulsų skaičiui, sklindančiame per vandenį pluošte formuojasi karšti taškai, kurie išsivysto į šviesos gijas.
- ❖ Pjovimo optimizavimo eksperimentai atskleidė, kad didžiausios įtakos pjovimui turi impulso energija ir pluošto skenavimo greitis.
- ❖ Rentgeno fotonų spektrometrija parodė, jog, apdirbant metalus femtosekundine lazerio spinduliuote ore, pjūvio vietose padidėja deguonies atomų. Tai liudija apie susidariusį paviršiuje medžiagos oksido sluoksnį. Tačiau, apdirbant bandinius po vandeniu, deguonies padidėjimo nepastebėta.

## **Pagrindiniai rezultatai ir išvados**

1. Eksperimentai buvo atliekami, taikant dvi femtosekundinio apdirbimo sistemas. Viena jų paremta didelio pasikartojimo dažnio femtosekundiniu lazeriu ir trijų ašių pozicionavimo sistema, sudaryta iš linijinių postūmio staliukų, o antroji– tuo pačiu lazeriu ir dviejų ašių galvanometriniu skeneriu su F-theta lęšiu. Pademonstruota, jog abi sistemos suteikia pakankamai laisvės laipsnių tam, kad būtų galima atlikti funkcinių dilimo jutiklio dalių, tokių kaip 200x200x5000 μm stačiakampio profilio griovelių, gamybą pliene ir aliuminyje su 5% tikslumu. Apdirbimo laikas sumažėja eile, kai femtosekundinis lazeris naudojamas kartu su galvanometriniu skeneriu pluoštui pozicijuoti.
2. Struktūros, pagamintos abiem mikroapdirbimo sistemomis, naudojant dvigubos linijinės spiralės algoritmą (palyginti su kitais algoritmais, kaip antai: rastrinis skenavimas, linijinis skenavimas, naudojant žemos skaitinės apertūros fokusavimą, parametrinis skenavimas apskritimine spirale, tradicinis vienkryptis linijinis skenavimas ir kt.), išsiskiria stačiausiomis sienelėmis, mažiausiu dugno banguotumu. Taikant šį algoritmą,

suprogramuotą 250  $\mu\text{m}$  storiui, naudojant 5 W vidutinę lazerio galią, 270 fs trukmės impulsus ir 50 kHz pasikartojimo dažnį, buvo pagaminti giliausi (900  $\mu\text{m}$ ) grioveliai.

3. Remiantis griovelių abliacijos rezultatų analize, aukščiausias abliacijos efektyvumas pliene pasiekiamas, kai naudojama maksimali lazerio vidutinė galia, esant didžiausiam impulso pasikartojimo dažniui ir kai dar išlaikoma maksimali impulso energija. Abliacijos efektyvumas nežymiai priklauso nuo naudojamo bangos ilgio (lyginant 1030 ir 343 nm bangos ilgius), taip pat pluošto erdvinio pasiskirstymo transformacija į plokščios viršūnės pasiskirstymą neduoda naudos, gaminant gilesnius negu 30  $\mu\text{m}$  griovelius. Gauso pluoštu gaminamų griovelių sienelės yra statesnės.
4. Sukurta femtosekundinė lazerinė mikroapdirbimo sistema buvo sėkmingai pritaikyta laidžios titano suboksido keramikos mikroapdirbimo uždaviniams spręsti: 1 mm storio bandinių pjovimui, mikroskylių gręžimui treponavimo būdu, mikroįpjovimų formavimui. Mikroįpjovimų titano suboksido keraminėse skaidulose formavimas elektriniams kontaktams pritvirtinti, konstruojant dilimo jutiklį, yra paprastesnis, lengvesnis ir greitesnis būdas, reikalaujantis mažesnio pozicionavimo tikslumo.
5. Savitoji keraminių skaidulų, apdorotų naudojantis femtosekundine lazerine mikroapdirbimo sistema su prilituotais aliumininiu lydmetaliu sidabriniais laidais, fiksuotais pagamintose mikroįpjovimuose arba mikroskylytėse, varža buvo 21–35  $\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$ . Tai paklaidų ribose sutampa su neapdorotų skaidulų, kurių laidai buvo pritvirtinti prie skaidulos galų, savitąją varžą. Taigi galima prieiti išvadą, kad femtosekundinis mikroapdirbimas neturėjo įtakos šios medžiagos laidumo savybėms.
6. Plonų chromo sluoksnių abliacijos po vandeniu eksperimentai pademonstravo, jog plonas (0,3–1 mm) vandens sluoksnis virš bandinio femtosekundinį pluoštą, kurio galia viršija kritinę fokusavimosi galią  $>50$  kartų, transformuoja į daugelį šviesos gijų bent jau mažo impulsų skaičiaus ( $<5$ ) atveju.
7. Apdirbant plieną ir varį femtosekundine abliacija ore deguonies kiekis padidėja 5,7 karto paliginus su apdirbimu po vandeniu. Tai liudija apie terminį femtosekundinės abliacijos poveikį dėl kurio susiformuoja paviršinis medžiagos oksido sluoksnis apdirbtuose ore bandiniuose.
8. Didžiausias efektyvus pjovimo greitis (200  $\mu\text{m/s}$  1 mm storio pliene) pasiekiamas, esant tokiems optimaliems proceso parametrams: mažiausia galima impulso trukmė (270 fs), maksimalus lazerio impulsų pasikartojimo dažnis (33 kHz), kai dar nesumažėja maksimali lazerio impulsų energija (300  $\mu\text{J}$ ), minimalus išsilaikantis vandens sluoksnis



(300–600  $\mu\text{m}$ ), 500–800 mm/s pluošto skenavimo greitis, esant 100 mm židinio nuotolio F-theta lęšiui, kuris fokusuoja pluoštą 200  $\mu\text{m}$  žemiau vandens paviršiaus.

### Disertacinio darbo aprobacija

Autoriaus darbas, kuris tiesiogiai siejasi su šios disertacijos tematika, yra apgintas Europinio patento [P1], publikuotas periodinėje mokslinėje spaudoje ([A1]–[A10] straipsniuose), iš jų [A1]–[A9] susiję su disertacijos tema. Taip pat autorius įvairiose konferencijose darė pranešimus [C1]–[C11] arba buvo bendraautoriumi. Iš jų [C1]–[C7] –tarptautinių konferencijų pranešimai disertacijos tema.

### Patentai

[P1] Europinis patentas EP2637014A1: J. Mueggler, Z. Kancleris, A. Galdikas, M. Yadav, H. Khiroya, A. Melninkaitis, V. Sirutkaitis, D. Paipulas, **A. Alesenkov**, O. Balachninaite, A.C.E. Dent, D. Reginonini, V. Adamaki, *Sensor system for monitoring* (2013).

### Straipsniai, kurie yra tiesiogiai susiję su disertacijos tema, įtraukti į ISI WoS sąrašą

- [A1] A. Baskevicius, **A. Alesenkov**, G. Chozevskis, J. Litvaityte, O. Balachninaite, D. Paipulas, A. Melninkaitis, V. Sirutkaitis, Optimization of Laser-Ablation Micromachining by Choice of Scanning Algorithms and Use of Laser-Induced-Breakdown Spectroscopy, *J. Laser Micro/Nanoeng.*, **8** 24-29 (2013).
- [A2] D. Paipulas, **A. Alesenkov**, D. Kaškelytė, G. Chaževskis, P. Ragulis, Z. Kancleris, V. Sirutkaitis, Femtosecond Micromachining of Ceramic Fibers for Electric Contact Soldering, *J. Laser Micro/Nanoeng.*, **8** 304-308 (2013).
- [A3] S. Butkus, E. Gaižauskas, D. Paipulas, Ž. Viburys, D. Kaškelytė, M. Barkauskas, **A. Alesenkov**, V. Sirutkaitis, Rapid microfabrication of transparent materials using filamented femtosecond laser pulses, *Appl. Phys. A*, **114** 81-90 (2014).
- [A4] S. Butkus, **A. Alesenkov**, E. Gaižauskas, D. Paipulas, A. Melninkaitis, D. Kaškelytė, M. Barkauskas, V. Sirutkaitis, Analysis of the Micromachining Process of Dielectric and Metallic Substrates Immersed in Water with Femtosecond Pulses, *Micromachines*, **6** 2010-2022 (2015).

[A5] S. Butkus, **A. Alesenkov**, D. Paipulas, D. Kaškelytė, V. Sirutkaitis, Micromachining of Transparent, Semiconducting and Metal Substrates Using Femtosecond Laser Beams, *J. Laser Micro/Nanoeng.*, **11** 81-86 (2016).

**Straipsniai, kurie yra tiesiogiai susiję su disertacijos tema, neįtraukti į ISI WoS sąrašą**

[A6] A. Baskevicius, **A. Alesenkov**, G. Chozevskis, J. Litvaityte, O. Balachninaite, D. Paipulas, A. Melninkaitis, V. Sirutkaitis, Optimization of laser-ablation micromachining by choice of scanning algorithms and use of laser-induced-breakdown spectroscopy, *Proc. of LPM* (2012).

[A7] D. Paipulas, **A. Alesenkov**, D. Kaškelytė, G. Chaževskis, P. Ragulis, Ž. Kancleris, V. Sirutkaitis, Femtosecond micromachining of ceramic fibers for electric contact soldering, *Proc. of LAMP* (2013).

[A8] S. Butkus, D. Paipulas, Z. Viburyš, A. Alesenkov, E. Gaizauskas, D. Kaskelyte, M. Barkauskas, V. Sirutkaitis, *Rapid Microfabrication of Transparent Materials Using a Filamented Beam of the IR Femtosecond Laser*, in: A. Heisterkamp, P.R. Herman, M. Meunier, S. Nolte (Eds.) *Frontiers in Ultrafast Optics: Biomedical, Scientific, and Industrial Applications Xiv*, 2014).

[A9] S. Butkus, **A. Alesenkov**, D. Paipulas, D. Kaškelytė, V. Sirutkaitis, Micromachining of Transparent, Semiconducting and Metal Substrates Using Femtosecond Laser Beams, *Proc. of LAMP* (2015).

**Kiti straipsniai**

[A10] **A. Alesenkov**, J. Pilipavičius, A. Beganskienė, R. Sirutkaitis, V. Sirutkaitis, Nonlinear properties of silver nanoparticles explored by a femtosecond Z-scan technique, *Lith. J. Phys.*, **55** 100-109 (2015).

**Pranešimai, kurie tiesiogiai susiję su disertacijos tema, konferencijose**

[C1] **A. Alesenkov**, K. Kuršelis, *Micromachining of stainless steel with high repetition rate femtosecond laser pulses*, *Laser Applications in Spectroscopy, Industry and Medicine*, April 9-12, 2014, Riga, Latvia.

- [C2] D. Paipulas, **A. Alesenkov**, K. Kuršelis, A. Melninkaitis, K. Stankevičiūtė, O. Balachninaite, V. Sirutkaitis, *Grooves formation in steel samples with high repetition rate femtosecond pulses*, 7th International Conference on Photo-Excited Processes and Applications, August 16-19, 2010 Copenhagen, Denmark.
- [C3] A. Baskevicius, **A. Alesenkov**, G. Chozevskis, J. Litvaityte, O. Balachninaite, D. Paipulas, A. Melninkaitis, V. Sirutkaitis, *Optimization of laser-ablation micromachining by choice of scanning algorithms and use of laser-induced-breakdown spectroscopy*, 13th International Symposium on Laser Precision Microfabrication (LPM2012), June 12-15, 2012, Washington DC, USA.
- [C4] **A. Alesenkov**, L. Mažulė, G. Choževskis, K. Stankevičiūtė, D. Paipulas, V. Sirutkaitis, *Microfabrication of notches for electric contacts in the conductive ceramic fiber by femtosecond pulses*, The Conference on Lasers and Electro-Optics/International Quantum Electronics Conference Europe (CLEOEurope/IQEC 2013), May 12-16, 2013 München, Germany.
- [C5] A. Alesenkov, L. Mažulė, D. Kaškelyė, K. Stankevičiūtė, V. Sirutkaitis, *Microincision of titanium dioxide ceramic fiber by femtosecond laser pulses*, 23rd Congress of the International Commission for Optics (ICO 23), August 26-29, 2014, Santiago de Compostela, Spain.
- [C6] S. Butkus, **A. Alesenkov**, D. Paipulas, D. Kaškelyė, V. Sirutkaitis, *Micromachining of transparent, semiconducting and metal substrates using femtosecond laser beams*, The 7th International Congress on Laser Advanced Materials Processing (LAMP2015), May 26 – 29, 2015, Kitakyushu, Fukuoka, Japan.
- [C7] S. Butkus, **A. Alesenkov**, D. Paipulas, V. Sirutkaitis, *Ablation of transparent and metallic materials immersed in water: process optimization and analysis*, 17th International Symposium on Laser Precision Microfabrication (LPM2016), May 23-27, 2016, Xi'an, China.

\* Pranešimą pristatęs autorius yra pabrauktas.

### **Kiti pranešimai**

- [C8] A. Alesenkov, K. Steponkevičius, M. Malinauskas, V. Kudriašov, R. Sirutkaitis, V. Sirutkaitis, *Investigation of optical third-order nonlinearity of  $\pi$ -conjugated polymers with different Z-scan methods with femtosecond pulses*, Northern Optics 2012 (NO2012), November 19 - 21 2012, Snekkersten, Denmark.

- [C9] **A. Alesenkov**, M. Adomaitis, J. Pilipavičius, A. Beganskienė, V. Sirutkaitis, *Nanokompozitinių medžiagų netiesinių optinių savybių tyrimas plačiame spektro ruože z-skenavimo metodu su femtosekundiniais lazerio impulsais*, 40th Lithuanian National Conference of Physics 2013 (LNP2013), June 10-12, 2013, Vilnius, Lithuania.
- [C10] **A. Alesenkov**, M. Adomaitis, J. Pilipavičius, A. Beganskienė, V. Sirutkaitis, *Linear and nonlinear properties of silver nanoprisms dispersed in water*, 23rd Congress of the International Commission for Optics (ICO23), August 26-29, 2014 Santiago de Compostela, Spain.
- [C11] **A. Alesenkov**, J. Pilipavičius, A. Beganskienė, O. Khazanov, V. Sirutkaitis, *Nonlinear properties of triangle silver nanoparticles explored with femtosecond Z-scan*, XVII International Conference Foundations & Advances in Nonlinear Science (FANS & ANPh 2014), September 29 - October 3, 2014, Minsk, Belorussia.

\* Pranešimą pristatęs autorius yra pabrauktas.

## SUMMARY

This dissertation focuses on the development of micromachining technology based on femtosecond ablation required for the construction of the wear sensor. The required laser processing operations were grooves cutting in steel and aluminium alloys, as well as microholes drilling in conducting ceramic fibres. In addition, ablation with filamented beams in water was expanded on metallic materials. Two micromachining systems in which the same high-average-power high-repetition-rate ytterbium femtosecond laser was used were constructed: one based on linear direct-drive servomotors stages employing the sample positioning approach, and the second using galvoscaner to scan the laser beam over the stationary sample. Because of the higher beam scanning velocity, the use of a galvoscaner shortens the fabrication time by an order of magnitude, and the quality of the grooves could even be improved by using advanced scanning algorithms. Great attention was paid to the sample positioning and laser beam scanning algorithms. Invented algorithms (bidirectional spiral from lines and composite spiral) enabled the achievement of symmetrical rectangular grooves of the required dimensions (50 – 300  $\mu\text{m}$ ) with less than  $\pm 5\%$  deviation and more than  $80^\circ$  wall inclination angle. The influence of wavelength, working gas and beam polarization on the structure morphology was studied. It was found that the proper selection of processing parameters and the use of particular scanning algorithms provide the means for micromachining micronotches and blind microholes in  $\text{Ti}_4\text{O}_7$  ceramics without an electro-conductivity change in the material. Chromium thin-film ablation patterns signify that a thin (0.3 - 1 mm) water layer above the sample nonlinearly transforms a femtosecond beam - with power exceeding  $>50$  times the critical power for self-focusing - into multiple filaments, at least in the case of single pulses. A thin water layer above the metallic materials provides higher ablation efficiency, better cutting quality and enables the cutting of material samples up to 3 mm in thickness. A laser-cutting parameter optimization for 1 mm thick bulk steel ended up with a maximum 0.2 mm/s cutting speed, with the following laser, galvoscaner and focusing system parameters: highest pulse energy (300  $\mu\text{J}$  at 10 W average laser power and 33 kHz pulse repetition rate); shortest pulse duration (280 fs); minimal ( $\sim 300\ \mu\text{m}$ ) water buffer layer; focusing 200  $\mu\text{m}$  above the sample surface (for 100 mm F-theta objective); 500 – 800 mm/s scanning speed range. Data statistical analysis revealed that pulse energy and beam scanning speed are the main factors that affect the cutting speed. The results of the dissertation will undoubtedly be beneficial not only for the wear sensors production, but for much wider application of the femtosecond ablation in micromachining of metals and nontransparent ceramics.

## Padėka

Noriu nuoširdžiai padėkoti žmonėms, be kurių pagalbos ši disertacija negalėjo būti pabaigta:

- ❖ Prof. Valdui Sirutkaičiui už visapusišką nuoširdžią pagalbą, vadovavimą, idėjas, didelę kantrybę, paramą, gerą ir stiprų gyvenimo pavyzdį. Kartu noriu pasidžiaugti jo sukurtomis, puikiomis darbo sąlygomis ir suburtu nuostabiu Lazerinių tyrimų centro kolektyvu.
- ❖ Recenzentams Dr. Gediminui Račiukaičiui ir Prof. Roaldui Gadonui už geležinius nervus ir kantrybę, taisant darbą, ir begalę pastabų, kurios visos padėjo jį tobulinti.
- ❖ Dokt. Simui Butkui už pagalbą eksperimentuose su vandeniu ir optimizavimu.
- ❖ Dr. Domui Paipului ir Dr. Andriui Melninkaičiui už didelę pagalbą, rašant straipsnius, duotus vertingus patarimus.
- ❖ Dr. Mangirdui Malinauskui ir Dr. Vytautui Purliui už galimybę naudotis surinkta 4f sistema.
- ❖ Dr. Eugenijui Gaižauskui už pagalbą, atliekant teorinį modeliavimą bei pokalbius apie Putiną.
- ❖ Dr. Onai Balachninaitei už palaikymą bei pagalbą, ruošiant literatūros apžvalgą.
- ❖ Visiems tikriniams ir taisiesiems lietuvių ir ypač anglų kalbos gramatinės ir stiliaus klaidas. Be jūsų redakcinių pastabų bei pagalbos aprašai būtų žymiai prastesnės kokybės.
- ❖ Visam FF VU kvantinės elektronikos katedros kolektyvui, su kuriuo turėjau privilegiją dirbti ir mokytis.
- ❖ LMT fondui, parėmusiam mano vykdytus tyrimus.
- ❖ O svarbiausia, mano Viešpačiui Jėzui Kristui už dvasinę paramą ir mano šeimai šiuo ilgu ir nelengvu disertacijos rašymo metu: mylimai žmonai Marinai, 3 metų sūnui Viefiliiui už tai, kad prieš miegą skatindavo ir įkvėpdavo eiti rašyti, klausdamas: - Tu, tėti, jau parašei disertaciją? Bei mūsų mažyliui, kad neleisdavo užmigti berašant.

*Nuoširdžiai dėkoju Jums visiems!*

Aleksandr Alesenkov

Vilnius, 2016

## Trumpos žinios apie doktorantą

**Vardas:** Aleksandr  
**Pavardė:** Alesenkov  
*Gimimo data:* 1986 m. rugpjūčio 15  
*Gimimo vieta:* Baltarusija  
*El. paštas.:* [aleksandr.alesenkov@ff.vu.lt](mailto:aleksandr.alesenkov@ff.vu.lt)

### Išsilavinimas

**1993–2005** Visagino „Gerosios vilties“ vidurinė mokykla  
**2005–2009** Vilniaus universiteto Fizikos fakultetas, *bakalauro studijos*  
**2009–2011** Vilniaus universiteto Fizikos fakultetas, *magistrantūra*  
**2011–2016** Vilniaus universiteto Fizikos fakultetas, Kvantinės elektronikos katedra ir Lazerinių tyrimų centras, *doktorantūra*

### Stażuotės

**2008.09 – 2009. 05** Tarptautinė studentų mainų Europos programa „Erasmus“, Leibnico universitetas, Hanoveris, Vokietija  
**2009.07 – 2009.11** Tarptautinė studentų „Erasmus“ praktika, Hanoverio Lazerių Centras, Hanoveris, Vokietija  
**2010.07 – 2010.11** Stažuotė, Hanoverio Lazerių Centras, Hanoveris, Vokietija  
**2010.09** 4-toji tarptautinė vasaros mokykla: Funkcionalių mikro- ir nanostruktūrų fizika, Hamburgas, Vokietija  
**2013.09 – 12** CREOL, Orlando centrinis universitetas, Orlando, Florida, JAV

### Mokslinio darbo patirtis

**2008–2009** Jaunesnysis mokslo darbuotojas, Hanoverio Lazerių centras  
**2009–2016** Jaunesnysis mokslo darbuotojas, Vilniaus universiteto Lazerinių tyrimų centras

## Short information about the author

**Name:** Aleksandr  
**Surname:** Alesenkov  
**Date of birth:** 15 August 1986  
**Place of birth:** Belorussia  
**E-mail:** [aleksandr.alesenkov@ff.vu.lt](mailto:aleksandr.alesenkov@ff.vu.lt)

### Education

**1993–2005** Visaginas „Gerosios vilties“ secondary school.  
**2005–2009** Vilnius University, Faculty of Physics, *Undergraduate studies*.  
**2009–2011** Vilnius University, Faculty of Physics, *Master-degree studies*.  
**2011–2016** Vilnius University, Faculty of Physics, Department of Quantum Electronics and Laser Research Center, *Ph.D. studies*.

### Internships

**2008.09 – 2009.05** International exchange studies through European “Erasmus” program in Leibniz University of Hannover, Hannover, Germany.  
**2009.07 – 2009.10** European “Erasmus” program internship at Laser Zentrum Hannover e.V., Hannover, Germany.  
**2010.07 – 2010.11** Scientific internship at Laser Zentrum Hannover e.V., Hannover, Germany.  
**2010.09** 4th International Summer School: Physics of Functional Micro- and Nanostructures, Hamburg, Germany.  
**2013.09 – 12** CREOL, Central University of Florida, Florida, USA.

### Professional experience

**2008–2009** Junior research assistant (HiWi) at Laser Zentrum Hannover e.V..  
**2009–2016** Junior research fellow at Vilnius University Laser Research Center.



## Naudotų literatūros šaltinių sąrašas

- [1] G. Dumitru, V. Romano, H.P. Weber, M. Sentis, W. Marine, Femtosecond ablation of ultrahard materials, *Appl. Phys. A*, 74 729-739 (2002).
- [2] C.B. Schaffer, A. Brodeur, J.F. García, E. Mazur, Micromachining bulk glass by use of femtosecond laser pulses with nanojoule energy, *Opt. Lett.*, 26 93-95 (2001).
- [3] F. Dausinger, F. Lichtner, H. Lubatschowski, Femtosecond technology for technical and medical applications (Springer Science & Business Media, 2004).
- [4] S. Bruneau, J. Hermann, M.L. Sentis, G. Dumitru, V. Romano, H.P. Weber, A.F. Semerok, W. Marine, Femtosecond laser ablation of materials, *ALT'02 International Conference on Advanced Laser Technologies*, 2003.
- [5] B.N. Chichkov, F. Korte, J. Koch, S. Nolte, A. Ostendorf, Femtosecond laser ablation and nanostructuring, *International Symposium on High-Power Laser Ablation 2002*, 2002.
- [6] K.C. Phillips, H.H. Gandhi, E. Mazur, S.K. Sundaram, Ultrafast laser processing of materials: a review, *Advances in Optics and Photonics*, 7 684-712 (2015).
- [7] A. Ancona, S. Döring, C. Jauregui, F. Röser, J. Limpert, S. Nolte, A. Tünnermann, Femtosecond and picosecond laser drilling of metals at high repetition rates and average powers, *Opt. Lett.*, 34 3304-3306 (2009).
- [8] A. Ostendorf, G. Kamlage, U. Klug, F. Korte, B.N. Chichkov, Femtosecond versus picosecond laser ablation (Keynote Address), 2005.
- [9] C. Chien, M. Gupta, Pulse width effect in ultrafast laser processing of materials, *Appl. Phys. A*, 81 1257-1263 (2005).
- [10] J. Mueggler, Z. Kancleris, A. Galdikas, M. Yadav, H. Khirroya, A. Melninkaitis, V. Sirutkaitis, D. Paipulas, A. Alesenkov, O. Balachninaite, A.C.E. Dent, D. Reginonini, V. Adamaki, Sensor system for monitoring wear, in: S.D. F.A. Muggier Service A/S (Ed.), 2013).
- [11] S. Butkus, E. Gaižauskas, D. Paipulas, Ž. Viburys, D. Kaškelytė, M. Barkauskas, A. Alesenkov, V. Sirutkaitis, Rapid microfabrication of transparent materials using filamented femtosecond laser pulses, *Appl. Phys. A*, 114 81-90 (2014).
- [12] S. Butkus, A. Alesenkov, E. Gaižauskas, D. Paipulas, D. Kaškelytė, M. Barkauskas, V. Sirutkaitis, Analysis of the Micromachining Process of Dielectric and Metallic Substrates Immersed in Water with Femtosecond Pulses, *Micromachines*, 6 2010-2022 (2015).
- [13] S. Butkus, A. Alesenkov, D. Paipulas, D. Kaškelytė, V. Sirutkaitis, Micromachining of Transparent, Semiconducting and Metal Substrates Using Femtosecond Laser Beams, *J. Laser Micro/Nanoeng.*, 11 81-86 (2016).

- [14] E. Gaižauskas, A. Dubietis, V. Kudriašov, V. Sirutkaitis, A. Couairon, D. Faccio, P. Di Trapani, On the role of conical waves in self-focusing and filamentation of femtosecond pulses with nonlinear losses, in: *Self-focusing: Past and Present* (Springer, 2009).
- [15] D.C. Montgomery, *Design and analysis of experiments* (John Wiley & Sons, 2008).
- [16] R. Pannerselvam, *Design and analysis of experiments* (PHI Learning Pvt. Ltd., 2012).
- [17] Interactive statistical discovery software, JMP. Online access: [http://www.jmp.com/en\\_us/home.html](http://www.jmp.com/en_us/home.html) (last accessed 2016.05.01).
- [18] SAS Institute Inc. JMP® 10, *Modeling and Multivariate Methods* (Cary, NC: SAS Institute Inc., SAS Campus Drive, 2012).
- [19] SAS Institute Inc. JMP® 10, *Quality and Reliability Methods* (Cary, NC: SAS Institute Inc., SAS Campus Drive, 2012).