

VILNIAUS UNIVERSITETAS
FIZIKOS FAKULTETAS
KVANTINĖS ELEKTRONIKOS KATEDRA

Lukas Rimgaila

DARINIŲ FORMAVIMAS KVARCO IR SAFYRO TŪRYJE FEMTOSEKUNDINIŲ
LAZERIU ASISTUOTO CHEMINIO ĖSDINIMO METODU

Magistrantūros studijų baigiamasis darbas

(studijų programa – LAZERINĖ FIZIKA IR OPTINĖS TECHNOLOGIJOS)

Studentas	Lukas Rimgaila
Darbo vadovas	dr. Gediminas Račiukaitis
Konsultantas	Valdemar Stankevič
Recenzentas	dr. Vytautas Purlys
Katedros vedėjas	prof. Valdas Sirutkaitis

Vilnius 2017

Turinys

Įvadas	1
1 Literatūros apžvalga	3
1.1 Skaidrių medžiagų netiesinė spinduliuotės sugertis.....	3
1.1.1 Daugiafotonė sugertis	3
1.1.2 Griūtinė jonizacija	3
1.2 Impulsų fokusavimo ypatumai skaidriose terpėse	5
1.3 Skaidrių terpių modifikacijų tipai	6
1.3.1 Vienalytis lūžio rodiklio pokytis	7
1.3.2 Nanogardelės	7
1.3.3 Mikrotuštumos	11
1.4 Selektyvus skaidrių terpių ėsdinimas	11
2 Tyrimo metodai	16
2.1 Eksperimentuose naudotos skaidrios terpės ir jų parametrai	16
2.2 Eksperimentinė įranga.....	16
3 Rezultatai ir jų aptarimas	18
3.1 Lydyto kvarco abliacijos slenksčio nustatymas	18
3.2 Nanogardelės lydyto kvarco tūryje	19
3.3 Linijų ėsdinimas lydytame kvarce	22
3.4 Asferinio lęšio, bei Lavalio tūtų ėsdinimas lydytame kvarce	23
3.5 Safyro abliacijos slenksčio nustatymas	27
3.6 Nanogardelės safyro paviršiuje.....	27
3.7 Optimalių parametru darinių formavimui safyre nustatymas.....	32
3.8 Linijų ėsdinimas safyre	33
3.9 Trimačių darinių formavimas ir ėsdinimas safyre.....	37
Išvados	37
Konferencijų pranešimai	39
Literatūros sąrašas	41
Santrauka	45
Summary	46

Įvadas

1996 metais pirmą kartą skaidrioje terpėje buvo indukuotos medžiagos modifikacijos, naudojant fokusuotą femtosekundinę lazerio spinduliuotę [1]. Šis darbas pasėjo didžiulį susidomėjimą mokslininkų tarpe, prasidėjo daugybė naujų darbų ir tyrimų. Sufokusavus femtosekundinę spinduliuotę medžiagos tūryje, galime suformuoti įvairias medžiagos modifikacijas.

Buvo pastebėta, jog paveikus skaidrią terpę tam tikrų parametrų femtosekundine spinduliuote, susiformuoja nanogardelės [2]. Įdėjus modifikuotą skaidrią medžiagą į ėsdinimo terpę, galime selektyviai išėsdinti įvairius trimačius darinius [3]. Toks metodas pavadintas FLICE (femtosecond laser irradiation followed by chemical etching)- femtosekundinės spinduliuotės apšvitimas asistuojant cheminiu ėsdinimu Atsivėrus naujoms galimybėms, mokslininkai pradėjo integruoti skaidrioje terpėje įvairius darinius, kurių pagalba galima analizuoti medžiagas ir atlikti įvairius eksperimentus [4]. Skaidrioje terpėje suformuoti mikrodariniai, kurių pagalba galima atlikti įvairius eksperimentus optikoje, medicinoje, biologijoje ir kitose mokslinėse srityse vadinami "lab - on - chip", arba kitaip tariant laboratorijos mikro lustuose.

Taigi šio magistrinio darbo pagrindinis tikslas yra naudojantis femtosekundiniais fokusuotais lazerio pluoštais suformuoti lydytame kvarce ir safyre mikrodarinius, kuriuos galima selektyviai išėsdinti ir kuriuos galima integruoti į sudėtingesnes sistemas. Šio darbo uždaviniai yra lydytame kvarce įsitikinti nanogardelių egzistavimu, rasti optimaliausius ėsdinimo parametrus, suformuoti mikroasferinio lęšio sistemą, kurio pagalba galima fokusuoti lazerio spinduliuotę ir suformuoti Lavalio tūtą, kurią galima pritaikyti plazmos greitimui ir Rentgeno spindulių generavimui [5] [6]. Taip pat safyro paviršiuje užfiksuoti nanogardeles, išbandyti naują būdą formuoti mikronakanlus naudojant du pluoštus su statmenomis poliarizacijomis, įsitikinti ar šis metodas gali paspartinti safyro ėsdinimą, rasti optimalius safyro ėsdinimo parametrus ir taip pat pamėginti suformuoti ir išėsdinti Lavalio tūtą per visą safyro bandinio storį.

1 Literatūros apžvalga

1.1 Skaidrių medžiagų netiesinė spinduliuotės sugertis

Šiuo metu pasaulyje yra daugybė lazerių rūšių, kurių spinduliuotę sufokusavus į nedidelę dėmę, spinduliuotės smailinė galia gali išaugti iki 10 TW/cm^2 ar didesnių verčių. Tokiu atveju dėl ypač intensyvios spinduliuotės sąveikos su medžiaga pasireiškia netiesinė sugertis.

1.1.1 Daugiafotonė sugertis

Daugiafotonė sugertis vyksta, kuomet elektronai, esantys valentinėje juostoje, sugeria m fotonų su mažesne energija nei draustinių energijų tarpas ir elektronas yra perkeltas į laidumo juostą. Fotonų skaičius m turi tenkinti tokią sąlygą:

$$mh\nu > E_g, \quad (1)$$

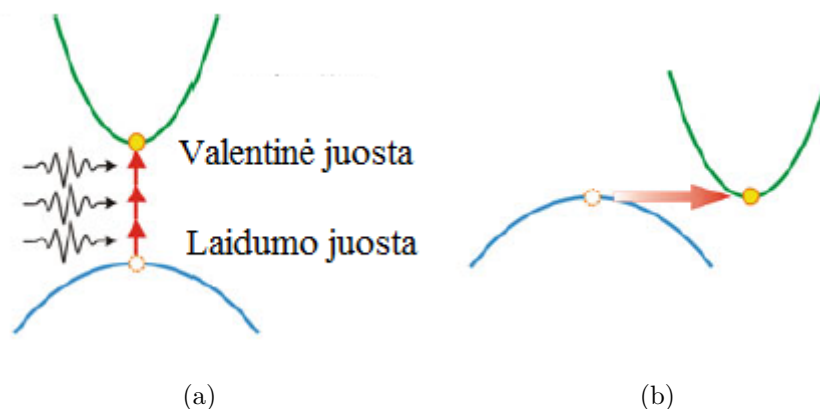
kur ν yra optinės spinduliuotės dažnis, o E_g - dielektriko draustinės juostos tarpas. Daugiafotonė jonizacija dominuoja, kuomet yra mažas lazerinės spinduliuotės intensyvumas (tačiau intensyvumas vistiek yra didesnis už tiesinės sugerties reikalingą intensyvumą), bei didelis elektromagnetinių bangų dažnis. Kuomet yra didelis lazerinės spinduliuotės intensyvumas, bei mažas elektromagnetinių bangų dažnis netiesinė sugertis pasireiškia kaip elektronų tuneliavimas. Stiprus elektrinis laukas iškraipo medžiagos lygmenų sistemą. Todėl sumažėja potencialinis barjeras tarp valentinės ir laidumo juostų ir elektronas gali tuneliuoti į laidumo juostą. Stipraus elektromagnetinio lauko sukeltą daugiafotonę jonizaciją bei tuneliavimą išnagrinėjo mokslininkas L.V Keldysh 1964 metais [7]. Buvo apskaičiuotas ir išvestas Keldyšo parametras:

$$\gamma = \frac{\omega}{e} \sqrt{\frac{m_e c n \epsilon_0 E_g}{I}}, \quad (2)$$

kur I yra lazerio intensyvumas židinyje, m_e yra efektinė elektrono masė, e yra elektrono krūvis, c šviesos greitis, n medžiagos lūžio rodiklis ir ϵ_0 vakuumo dielektrinė konstanta. Jei γ yra mažiau už 1,5, tuomet vyrauja tuneliavimas. Kai γ daugiau už 1,5, tuomet vyrauja daugiafotonė jonizacija. Kai γ yra artimas \sim vienetui, tuomet konkuruoja abu sugerties mechanizmai.

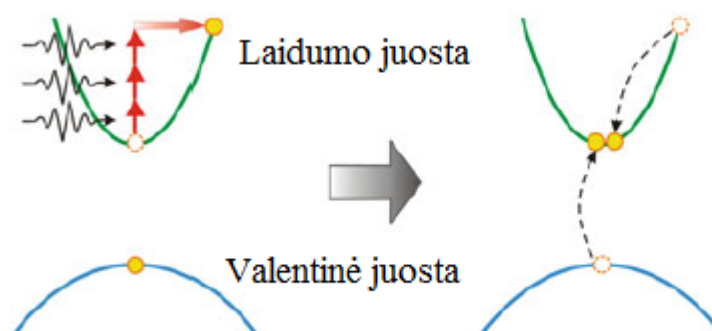
1.1.2 Griūtinė jonizacija

Elektronas, esantis laidumo juostoje, sugėręs atitinkamai fotonų gali įgauti energijos, viršijančios draustinės energijos tarpą ir gali ją perduoti valentinės juostos elektronui. Tuomet valentinėje juostoje esantis elektronas yra perkeltas į laidumo juostą, didindamas laisvų elektronų koncentraciją joje. Procesas gali kartotis, kol lazerio spinduliuotė yra pakankamai stipri ir vyksta griūtinė medžiagos jonizacija. Tam, kad vyktų griūtinė jonizacija, turi būti už-



1 pav. a) Daugiafotonė jonizacija; b) tuneliavimas [8].

krato elektronai, kurie galėtų sukelti griūtinę jonizaciją. Tokie elektronai atsiranda dėl šiluminio elektronų išlaisvinimo iš energetinių būsenų, susidariusių dėl medžiagos priemaišų ar defektų bei daugiafotonės ir tunelinės jonizacijos procesų. Kuomet dėl netiesinės sugerties medžiaga gauna pakankamą kiekį energijos, toje vietoje ji yra negrįžtamai modifikuojama.



2 pav. Griūtinė jonizacija [8].

Kuomet impulsai yra dešimčių pikosekundžių trukmės ir ilgesni, elektronų sugerta lazerio spinduliuotės fotonų energija yra perduodama gardelei maždaug per tokį pat laiką kaip ir impulso trukmė. Medžiaga įkaista, po to šiluma pasiskirsto tūryje dėl šilumos difuzijos [9].

Kai lazerio impulsų trukmė yra trumpesnė už kelias pikosekundes, medžiagos modifikacijos mechanizmas yra sudėtingesnis lyginant su mechanizmu, kuomet impulsai yra kelių dešimčių pikosekundžių ir ilgesni. Sugertis vyksta per trumpesnį laiką lyginant su laiku, perduodant energiją medžiagos gardelei. Elektronai laidumo juostoje yra užkaitinami lazerio spinduliuote žymiai greičiau negu jie vėsta per fononų emisiją. Energija perduodama gardelei tik tada, kuomet lazerio impulsas jau yra pasibaigęs. Tokiu būdu medžiagos paviršiuje vyksta abliacija, arba tūryje atsiranda medžiagos modifikacija [9].

1.2 Impulsų fokusavimo ypatumai skaidriose terpėse

Optiniai reiškiniai, tokie kaip dispersija, difrakcija, aberacijos ir netiesiniai efektai, tokie kaip savaiminis fokusavimas, plazmos defokusavimas lemia sufokusuotų femtosekundinių impulsų sklidimą skaidriose terpėse ir taip yra keičiamas impulso energijos pasiskirstymas židinyje [8].

Norint pasiekti mikroapdirbime mikrometrų eilės diametro pluoštus, dažniausiai tam ultratrumpieji pluoštai yra fokusuojami naudojant mikroskopų objektyvus. Neįskaičiuojant sferinių aberacijų bei netiesinių reiškinų, erdvinį pluošto pasiskirstymą galima puikiai aprašyti paraksialine bangų lygtimi bei Gauso optika. Kolimuoto Gauso impulso sąsmaukoje radiusas yra išreiškiamas tokia formule:

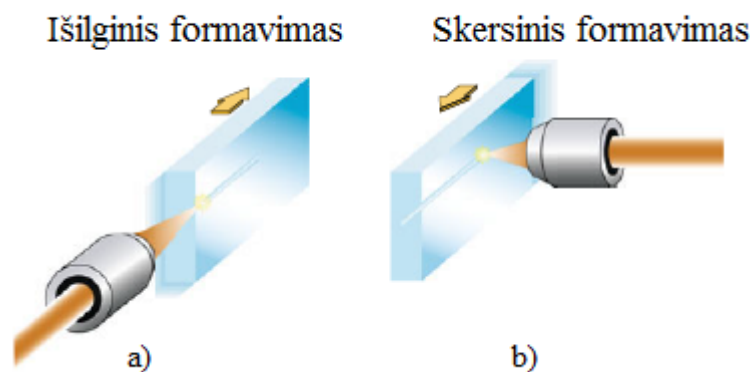
$$w_0 = \frac{M^2 \lambda}{\pi NA}, \quad (3)$$

kur M^2 yra Gauso pluošto kokybės faktorius, λ lazerio spinduliuotės bangos ilgis, o NA yra mikroskopo objektyvo skaitinė apertūra.

Taip yra įvedamas dydis Relėjaus ilgis, kuris nusako zoną, kurioje pluoštas yra gerai sufokusuotas. Relėjaus ilgis išreiškiamas tokia formule:

$$z_0 = \frac{M^2 n \lambda}{\pi NA^2}, \quad (4)$$

Fokusuojant ultratrumpuosius impulsus skaidrios terpės tūryje dėl sferinių aberacijų keičiasi pluošto skirstinys ir intensyvumas, tokiu atveju didėja medžiagų modifikacijos slenksčiai [10].



3 pav. Skersinis ir išilginis modifikacijų formavimo metodas naudojant fokusuotus ultratrumpuosius impulsus skaidriose terpėse [8].

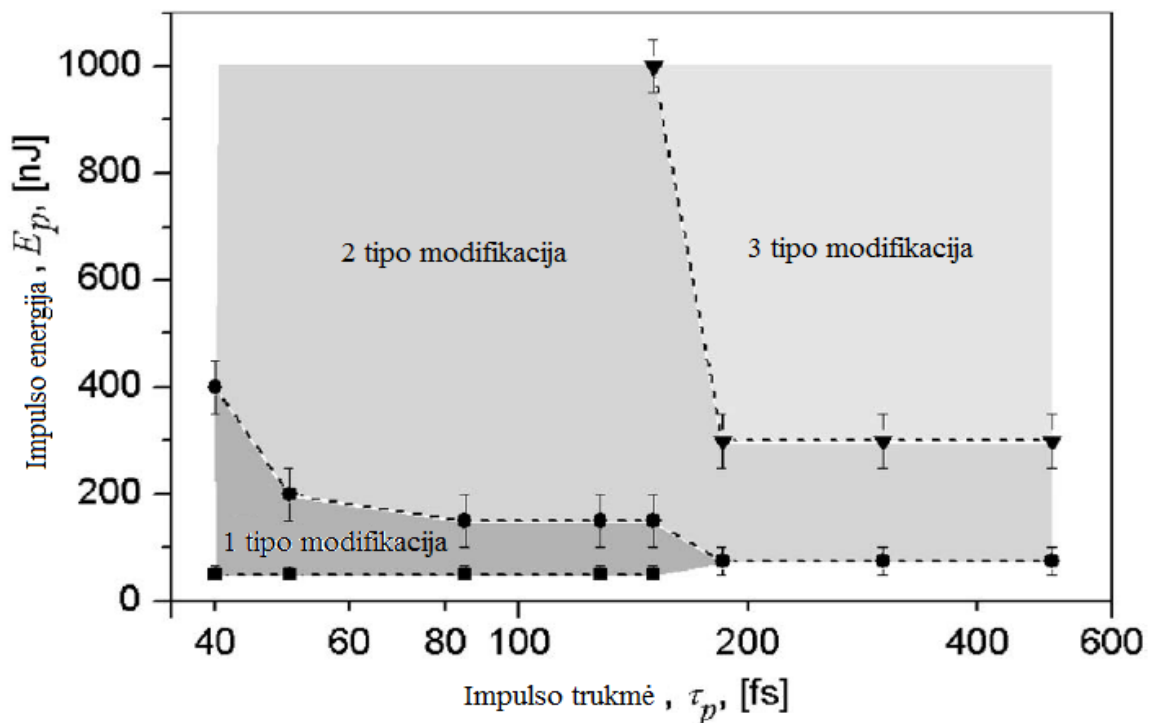
Išskiriami du metodai, kaip galima formuoti modifikacijos skaidrios terpės tūryje naudojant ultratrumpuosius lazerio impulsus (3 pav.). Išilginis formavimas yra toks, kuomet sufokusuota lazerio spinduliuotė yra skenuojama išilgai bandinio. Toks formavimo būdas turi vieną didelį

minusą įrašant kanalus bandinyje - lazerio sufokusuotos spinduliuotės įsiskverbimas į medžiagą yra apribotas mikroskopinio objektyvo darbinio atstumo.

Skersiniame modifikacijų metode sufokusuota spinduliuotė yra skenuojama statmenai bandinio ir kanalų formavime mikroskopo objektyvo darbinis atstumas neriboja darbo, nebent kanalus norima formuoti giliai tūryje.

1.3 Skaidrių terpių modifikacijų tipai

Kuomet elektronai perduoda savo energiją medžiagos gardelei, medžiagoje įvyksta morfologiniai pokyčiai. Išskiriami trys modifikacijų tipai: vienalytis lūžio rodiklio pokytis [1], nanogardelių formavimasis [2], bei mikrosprogimų sukeltos tuštumos [11].



4 pav. Lydytame kvarce suformuotų modifikacijų tipų priklausomybė nuo impulso trukmės ir impulso energijos.

Šių modifikacijų atsiradimą lemia ne tik apšvitos parametrai, tokie kaip spinduliuotės energija, impulso trukmė, impulsų pasikartojimo dažnis, bangos ilgis, poliarizacija, židinio nuotolis, skenavimo greitis, bet ir priklauso nuo pačios medžiagos savybių, pavyzdžiui draustinės juostos pločio, šiluminio laidumo. Lydytas kvarcas yra viena populiariausių medžiagų įrašant bangolaidžius ir mokslininkai įrodė, jog visi šie modifikacijų tipai gali egzistuoti šioje medžiagoje [12].

1.3.1 Vienalytis lūžio rodiklio pokytis

Vienalytis lūžio rodiklio pokytis skaidrioje dielektrinėje terpėje plačiausiai yra naudojamas įrašant įvairius bangolaidžius. Tokie bangolaidžiai pasižymi mažais sklidimo nuostoliais, o lūžio rodiklio pokytis siekia $\Delta n = 10^{-2} - 10^{-4}$ [13]. Viena iš priežasčių, kuri lemia vienalyčio lūžio rodiklio atsiradimą yra medžiagos tankio kitimas toje srityje, kurioje medžiaga yra apšvitinama lazerine spinduliuote [14]. Bangolaidžiams įrašyti buvo panaudota 100 nJ spinduliuotė, kurios bangos ilgis buvo 800 nm, o impulsų trukmė 100 fs, naudotas mikroskopinis objektyvas, kurio skaitinė apertūra lygi 0,6 NA. Naudojant Ramano spektroskopijos metodą buvo įrodyta, jog apšvitinta medžiagos sritis sutankėja. Tai lemia staigus terpės atvėsimas. Taip pat lazerinės spinduliuotės apšvitimo metu formuojasi smūginės bangos, kurios tap pat turi įtakos medžiagos tankėjimui ir lūžio rodiklio pokyčio atsiradimui [15].

1.3.2 Nanogardelės

Pirmieji įrodymai, jog skaidriuose dielektrikuose gali susidaryti nanogardelės, buvo pateikti 2003 metais [2]. Eksperimento metu buvo naudojamas titano safyro modų sinchronizacijos lazeris, kurio impulso trukmė buvo 150 fs, impulsų pasikartojimų dažnis 200 kHz, bangos ilgis 800 nm. Spinduliuotė buvo fokusuojama mikroskopo objektyvu, kurio skaitinė apertūra lygi 0,95 NA. Lazerio spinduliuotė buvo sufokusuota 100 μm lydyto kvarco gylyje, bei naudojant XY ašių pozicionavimo stalus buvo keičiama židinio pozicija. Po apšvitinimo bandinys buvo nupoliruotas iki tokio lygio, kur buvo padaryta lydyto kvarco modifikacija. Naudojantis skenuojančiu elektronų mikroskopu buvo pastebėta, jog susiformavo nanogardelės, kurių periodas buvo apie 240 nm.

Po šio eksperimento skaidrioje terpėje buvo iškelta teorija, aiškinanti tokių darinių atsiradimą. Mokslininkai tokį reiškinį aiškina taip, jog kritusio lazerio spinduliuotė sąveikauja ir interferuoja su sužadintomis plazmos bangomis. Tokia plazmos banga gali sąveikauti tik su kritusia lazerio spinduliuote, kai ji sklinda šviesos poliarizacijos plokštumoje. Susiformavusių nanogardelių periodas yra susietas plazmos bei fotonų impulso tvermės dėsnium:

$$\Lambda = \frac{\sqrt{k_{pl}^2 - k_{ph}^2}}{2\pi}, \quad (5)$$

kur plazmos bangos vektorius išreiškiamas tokia formule:

$$k_{pl} = \frac{\omega_{pl}}{v_{pl}}, \quad (6)$$

Dydis ω_{pl} yra plazmos ciklinis dažnis, o v_{pl} plazmos bangos greitis. O šviesos bangos vektorius išreiškiamas:

$$k_{ph} = \frac{\omega n}{c}, \quad (7)$$

Dydis ω yra šviesos bangos kampinis dažnis, n yra terpės lūžio rodiklis, o dydis c yra šviesos greitis vakuume. Pagal šią teoriją nanogardelių periodas didėja, kuomet didėja elektronų temperatūra, bei impulsų energija [2].

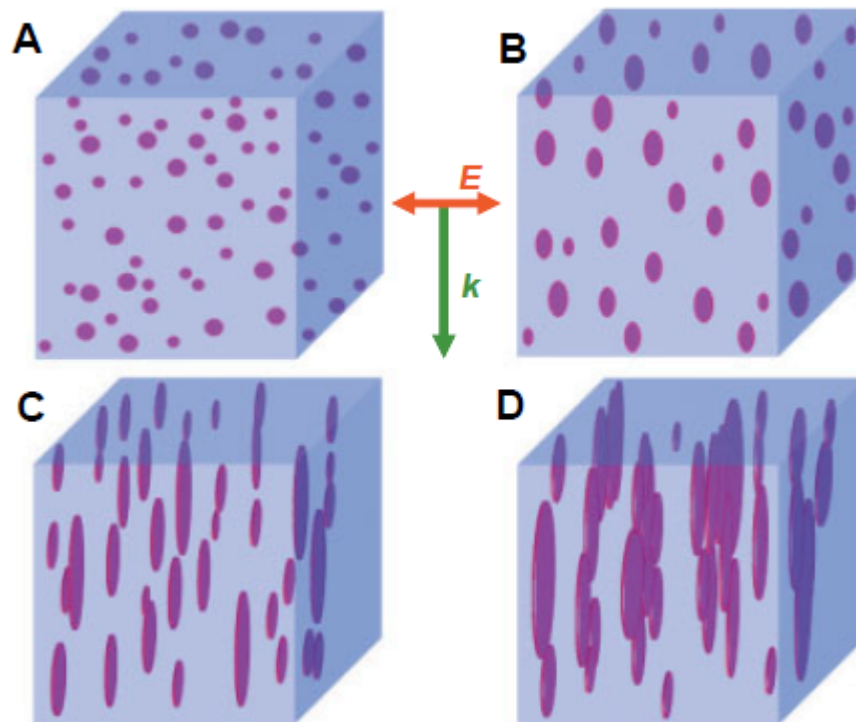
Eksperimentuose nanogardelėms formuoti dažniausiai naudojama ir straipsniuose aprašoma skaidri medžiaga yra lydytas kvarcas. Skenuojant sufokusuotą spinduliuotę išilgai buvo pastebėta, jog nanogardelės formuojasi palei visą skenavimo ilgį bei nanogardelės formuojasi ne tik plokštumoje, bet ir medžiagos tūryje [16]. Taip pat parodyta, kaip augant impulsų skaičiui tenkančiam medžiagai vystosi nanogardelės [17]. Buvo pastebėta, jog esant dideliame skenavimo greičiui, arba kitaip tariant esant mažam impulsų tankiui, nanogardelės formuojasi chaotiškai, nes visur atsiranda medžiagos modifikacija. Mažinant skenavimo greitį, arba kitaip tariant didinant impulsų tankį, formuojasi tvarkingos, periodiškos nanogardelės. Nanogardelės taip pat pasižymi labai geru terminiu stabilumu [18].

Nemažai eksperimentų yra atlikta ir su kitomis skaidriomis terpėmis [19]. R. Buivydas ir kiti prisidėjo mokslininkai [20], užfiksavo safyro paviršiuje nanogardeles. Eksperimente buvo naudotas titano safyro modų sinchronizacijos lazeris, kurio bangos ilgis 800 nm, impulso trukmė 150 fs, o impulsų pasikartojimų dažnis 1 kHz, spinduliuotė fokusuota mikroskopiniu objektyvu, kurio skaitinė apertūra lygi 0,7. Naudojant antrąją harmoniką nanogardelių periodas ant safyro paviršiaus buvo lygus 112 nm. Toks nanogardelių periodas buvo gautas naudojant mažą lazerio impulso energiją, kuri lygi apie 25 nJ. Šis rezultatas gerai atitinka teorinį nanogardelių periodą, kuris apskaičiuojamas naudojant (8) formulę, kai parametras R_p lygus 2. Didinant impulso energiją užfiksuota, jog didėja ir nanogardelių periodas. D. Kim ir kiti prisidėjo mokslininkai [21], naudodami tokio pat tipo lazerį užfiksavo nanogardeles safyro paviršiuje, tik šie naudojo pirmąją lazerio harmoniką. Gauti rezultatai rodo, jog safyro paviršiuje suformuotos nanogardelės turi periodą, kuris lygus 241 nm. Dar vienas įdomus eksperimentas, įrodantis safyro tūryje suformuotas nanogardeles, buvo atliktas M. Hörstmann-Jungemann ir kitų prisidėjusių mokslininkų [22]. Eksperimente buvo naudotas itebriu legiruotas skaidulinis lazeris, kuriame naudojama čirpuotų impulsų stiprinimo technologija. Šio lazerio bangos ilgis 1045 nm, impulsų trukmė 500 fs, impulsų pasikartojimų dažnis 0,1 - 5 MHz, vidutinė galia 1,8 W, spinduliuotei fokusuoti buvo naudotas mikroskopinis objektyvas, kurio skaitinė apertūra lygi 0,7. Pradžioje lazerio spinduliuotė buvo fokusuojama safyro paviršiuje ir po truputį keičiama židinio pozicija išilgai z ašies, kitaip tariant impulsas leidžiamas žemyn. Po šio eksperimento safyro tūryje užfiksuotos nanogardelės skirtinguose gyliuose, kurių periodas yra 700 nm.

Kita teorija, kuri aiškina nanogardelių atsiradimą [23], sako, kad fokusuojant didelės galios ultra trumpuosius lazerio šviesos impulsus skaidrioje dielektrinėje terpėje, tuomet dėl daugiafotonės jonizacijos susikuria plazmos "karšti taškai". Šis reiškinys gali vykti skaidriame dielektrike,

nes visose medžiagos yra lokalių defektų, tokių kaip spalviniai centrai, ar medžiagos priemaišos. Vieno ultratrumpo impulso sukurti jonizuoti karštieji taškai gali išsivystyti į sferines nanoplazmos sritis, kuomet ta pati vieta yra paveikiama daugiau impulsų. Medžiagoje sukurta lokali modifikacija dėl pirmo paveikto ultratrumpojo impulso daro įtaką kitiems ateinantiems impulsams ir tokiu atveju toje srityje yra mažinamas jonizacijos slenkstis. Kitaip tariant, zona, kuri buvo pirmiau jonizuota, turi didesnę tikimybę būti vėl jonizuota dėl ateinančių naujų impulsų [24].

Nuosekliai didėjant ultratrumpųjų impulsų skaičiui nanoplazmos sritis iš sferinės formos kinta asimetriškai į diskinę formą, arba kitaip tariant plokštumą (5 pav.). Tai vyksta dėl to, jog jonizacija aplink sferinės formos nanoplazmos sritį vyksta sparčiau, lyginant su likusia nanoplazmos sritimi.



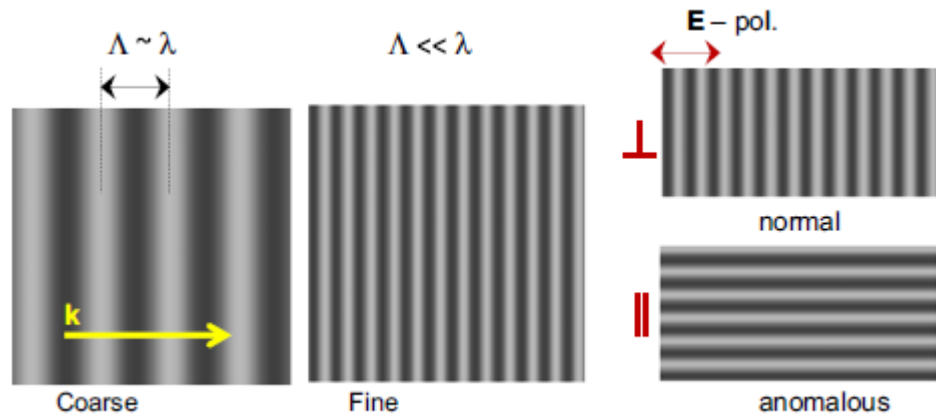
5 pav. Nanoplazmos sričių evoliucija į nanoplokštumas. Atsitiktinai pasiskirsčiusios nanoplazmos sritys auga asimetriškai didėjant lazerio impulsų skaičiui. Pradžioje iš sferinės formos (A) nanoplazmos sritys transformuojasi į elipsinės formos sritis (B-C) ir galiausiai pasidaro nanoplokštumos (D) [25].

Tiriant nanogardeles lydytame kvarce, pastebėta, jog nanogardelių orientacija priklauso nuo kritusios šviesos tiesinės poliarizacijos krypties [26]. Nanogardelių orientacija yra statmena kritusios šviesos tiesinei poliarizacijai. Taip pat buvo pastebėta, jog nanogardelių periodas priklauso nuo lazerio spinduliuotės bangos ilgio:

$$\Lambda = \frac{\lambda}{R_p n}, \quad (8)$$

kur Λ - nanogardelių periodas, λ - kritusios lazerio šviesos bangos ilgis, n - medžiagos lūžio rodiklis, R_p - koeficientas, kuris lygus 2. Darant vis daugiau tyrimų, buvo pastebėta, jog apšviečiant skirtingas medžiagas ta pačia lazerine spinduliuote, nanogardelių periodas nėra griežtai lygus aukščiau paminėtam dėsniai ir koeficientas R_p yra lygus apie 1,8 [20].

Tokių nanogardelių periodo sąryšį nanoplazmoninis modelis aiškina taip, jog iš atsitiktinai išsidėsčiusių nanoplazmos burbulų formuojasi plokštumos, jos pradeda veikti sklindančią šviesą kaip plokštuminis bangolaidis [27]. Tokiu atveju tik tam tikros modos gali sklisti terpėje, todėl nanoplazmos plokštumoje yra maksimumas, o tarpuose tarp jų minimumas. Todėl natūraliai po daugelio impulsų tarpai tenkina dėsnį išreikštą (8) formule.



6 pav. Nanogardelių tipai. "Coarse" tipo nanogardelės - grubios struktūros nanogardelės, šių nanogardelių periodas yra beveik lygus kritusios lazerio spinduliuotės bangos ilgiui. "Fine" tipo nanogardelės - smulkios struktūros nanogardelės, šių nanogardelių periodas yra kelis kartus mažesnis už kritusios lazerio spinduliuotės bangos ilgį. Taip pat išskiriamos nanogardelės, kurios yra statmenos spinduliuotės poliarizacijai - normalios nanogardelės, bei nanogardelės, kurių orientacija yra lygiagreti spinduliuotės poliarizacijai - anomalios nanogardelės [19].

Šiuo metu nanogardelių tipai yra skirstomi pagal (6. pav):

a) nanogardelių periodą. Skiriami du atvejai. Pirmu atveju nanogardelių periodas yra apytikriai lygus kritusios lazerio bangos ilgiui, šio tipo nanogardelės vadinamos "coarse" arba grubios struktūros nanogardelės. Antru atveju nanogardelių periodas yra kelis kartus ar daugiau mažesnis už kritusios lazerio spinduliuotės bangos ilgį. Jos vadinamos "fine" arba smulkios struktūros nanogardelės.

b) nanogardelių orientacija kritusios tiesinės šviesos poliarizacijos atžvilgiu. Kuomet nanogardelių orientacija yra statmena kritusios šviesos tiesinės poliarizacijos atžvilgiu, tuomet

šios nanogardelės vadinamos "normal" arba normalios, paprastos nanogardelės. Kuomet nanogardelių orientacija kritusios šviesos tiesinės poliarizacijos atžvilgiu yra lygiagreti, tuomet šios nanogardelės vadinamos "anomalous", arba anomalios, nepaprastos nanogardelės. Tačiau skaidriuose dielektrikuose dažniausiai yra stebima "fine" ir "normal" tipų nanogardelės [19].

Naujausia publikuota nanogardelių teorija remiasi interferencija tarp eksitonų - polaritonų modų, kurios sugeneruojamos plačiatarpėse draustinės juostos skaidriose terpėse [28].

Dar viena nanogardelių formavimo savybė yra ta, jog paveikus ultratrumpais lazerio impulsais sritį, kurioje jau yra suformuota zona su nanogardelėmis, su skirtinga poliarizacija, mes perrašysime nanogardelės ir jų orientacija bus tokia, kokia buvo naudota poliarizacija naujomis nanogardelėmis užrašyti [29]. Toks atradimas paskatino mokslininkus kurti ir eiti link naujos kartos duomenų išsaugijomo būdų [30].

1.3.3 Mikrotuštumos

Kai skaidri dielektrinė terpė yra apšviečiama didelės energijos lazerio impulsais, tuomet medžiagoje susiformuoja mikrotuštumos [11]. Šio tipo modifikacijos buvo užfiksuotos safyre, kai lazerio impulso energija buvo virš 100 nJ, lazerio spinduliuotės bangos ilgis 800 nm, impulso trukmė 200 fs, o spinduliuotė fokusuota mikroskopo objektyvu, kurio skaitinė apertūra 1,35 NA. Tokiu atveju smailinis intensyvumas siekė apie 100 TW/cm². Šiame eksperimente buvo parodyta, jog vienas lazerio impulsas safyre sukelia ekstremalų slėgį, kurio vertė siekia 10 TPa, o temperatūra siekia 5*10⁵ K. Įšilimo ir vėsimo sparta siekia net 10¹⁸ K/s. Tokiu atveju susidaro smūginės bangos. Taip yra suformuojama mažesnio tankio arba tuščia sritis, kuri yra apsupta didesnio tankio zona. Ši modifikacijos tipą buvo bandoma taikyti duomenų įrašymui [31].

1.4 Selektivus skaidrių terpių ėsdinimas

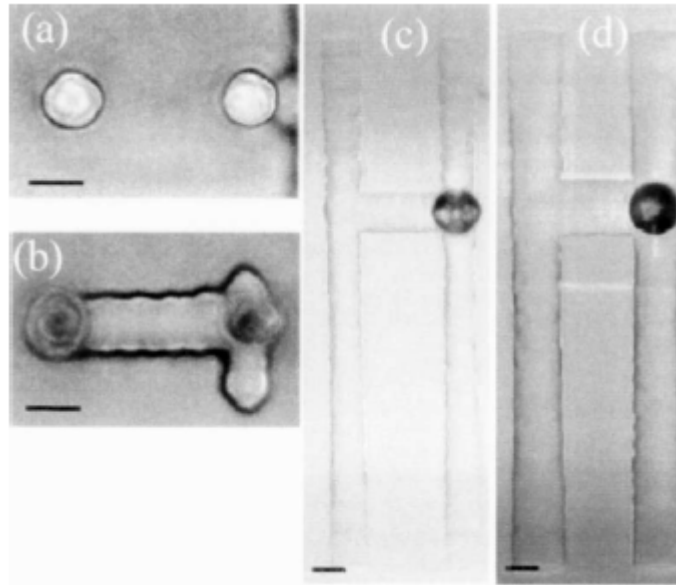
Pirmieji pagrindai selektyviam skaidrių terpių ėsdinimui naudojant lazerius buvo pakloti 2001 metais, kuomet grupė mokslininkų, tarp kurių buvo ir lietuviai Saulius Juodkazis bei Andrius Marcinkevičius, suformavo 3D darinį lydytame kvarce (7 pav.), bei jį išėsdino [3].

Šiame darbe darbo eigą sudarė du etapai:

a) naudojant sufokusuotus femtosekundinius spindulius lydytame kvarce suformuoti "H" formos darinį.

b) įdėti bandinį į fluoro (HF) rūgštį - ar kitą ėsdinantį tirpalą, ir selektyviai išėsdinti sritis, kurios buvo paveiktos lazerio spinduliuote.

Šiame darbe naudotas femtosekundinis lazeris, kurio impulsų pasikartojimų dažnis 1 kHz, impulsų trukmė 120 fs, smailinis spinduliuotės intensyvumas siekė 56 TW/cm². Medžiaga buvo įmerkta į 5 % HF tirpalą. Bandinys vandeninio fluorida tirpale buvo ėsdinamas 3 valandas. Taip buvo parodyta, jog skaidriame dielektrike įmanoma suformuoti įvairius trimačius dari-



7 pav. Trimatės darinys suformuotas lydytame kvarce naudojant cheminį ėsdinimą. a) vaizdas iš viršaus b) vaizdas 30 μm gylyje c) vaizdas iš šono praėsdinus 2 valandas d) vaizdas iš šono praėsdinus 3 valandas. Juoda žymė lygi 7 μm [19].

nius. Naudojant tokį patį metodą, lydyto kvarco tūryje buvo suformuotas kanalų masyvas, bandinį praėsdinus fluoro rūgštyje buvo gautas kanalas, kurio ilgis buvo apie milimetrą, o skylės diametras apie 70 μm [32].

Toks metodas buvo pavadintas FLICE - femtosecond laser irradiation followed by chemical etching - cheminio ėsdinimo panaudojimas po apšvitos femtosekundiniu lazeriu. Toks trimačių darinių formavimo tūryje metodas turi tam tikrų privalumų:

a) šiam procesui nereikia naudoti fotolitografijos ir švarių kambarių (patalpos, kuriose yra griežti reikalavimai dėl dulkių kiekio);

b) kanalai yra tiesiogiai įrašomi, ant bandinio paviršiaus nereikia užnešti naujo stiklo sluoksnio [8].

Atsirado galimybė kurti ypač kompaktiškus įrenginius, su kuriais galima dideliu jautriu efektyviai tirti medžiagas. Tokie įrenginiai yra vadinami " μ - TAS" (micro - total analysis systems, arba pilnos mikro analizės sistemos) arba "lab-on-chip" - laboratorija ant mikro lusto. Didžiausias susidomėjimas šia sritimi kyla mokslininkams, dirbantiems biotechnologijų, bei medicinos srityse. Galimybė sumažinti eksperimento kaštus, taip pat naudoti mažus medžiagų kiekius analizei ypatingai svarbu mokslininkams ir praktiniam taikymui.

Taigi ėsdinimo procesas yra kombinacija dviejų reiškinių: ėsdiklio difuzija per sudarytą nanogardelių kanalą, bei pačios medžiagos išėsdinimą [4].

2006 metais buvo padarytas eksperimentas, kuomet naudojant sufokusuotus ultratrumpus femtosekundinius lazerio impulsus, bei keičiant tokius parametrus kaip poliarizacija, impulso energija, impulso trukmė. Lydytame kvarce buvo suformuotos linijos ir po to bandinys įdėtas į

ėsdinančią terpę - fluoro rūgštį [33]. Kas pirmiausia buvo pastebėta, jog ėsdinimo sparta labai priklauso nuo lazerio impulsų poliarizacijos orientacijos suformuotos linijos atžvilgiu (8 pav.). Kuomet lazerio impulso poliarizacija yra lygiagreti suformuotai linijai, tuomet nanogardelių orientacija yra statmena įrašytai linijai ir ėsdinimo sparta yra labai menka. Lėtą ėsdinimo spartą galima paaiškinti taip, kad ėsdiklis susiduria su menkai modifikuota lydyto kvarco dalimi, ją ilgai ėsdina ir toks susidūrimas su menkai modifikuota medžiagos dalimi yra periodiškasis. Kai lazerio impulso poliarizacija yra statmena įrašytai linijai, tuomet nanogardelių orientacija yra lygiagreti suformuotai linijai ir ėsdinimo sparta yra žymiai didesnė lyginant su linija, kuri buvo suformuota naudojant poliarizaciją, kurios orientacija yra lygiagreti linijai.



8 pav. Skaidrios terpės ėsdinimo priklausomybė nuo poliarizacijos orientacijos suformuotos linijos atžvilgiu. a) poliarizacija lygiagreti suformuotai linijai b) poliarizacijos orientacija pakreipta 45 laipsnių kampu suformuotos linijos atžvilgiu c) poliarizacijos orientacija statmena suformuotai linijai [26].

Taip pat buvo darytas eksperimentas su įrašytomis linijomis naudojant skirtingas impulso energijas. Rezultatai parodė, jog naudojant ilgesnę impulso trukmę, užfiksuota didesnė ėsdinimo sparta. Kuomet impulso energija yra 400 nJ, naudojant 300 femtosekundžių trukmės impulsus, buvo gauta 1,25 karto didesnė ėsdinimo sparta. Lyginant impulsų energijas, kai impulsų trukmė lygi 300 femtosekundžių, kai impulsų energija lygi 300 nJ, ėsdinimo sparta yra beveik du kartus didesnė, nei linijos suformuotos su impulsais, kurių energija lygi 50 nJ.

Ėsdinti skaidrias terpes galima ne tik su fluoro rūgštimi, bet ir su kalio šarmu (KOH) [34]. Eksperimente buvo suformuotos linijos silicio stiklo tūryje ir lyginama kaip jos ėsdinasi kai yra įdėtos į kalio šarmą (KOH) ir fluoro rūgštį (HF). Pirmas bandinys su įrašytomis tūryje linijomis buvo įdėtas į 35,8 % kalio šarmo tirpalą ir ėsdintas 60 valandų, bei 80°C temperatūroje. Per šį laiką buvo išėsdinta 1 centimetro ilgio linija, ėsdinimo selektyvumas lygus apie 1:200. Kitas bandinys su įrašytomis tūryje linijomis buvo įdėtas į 2 % HF tirpalą, ėsdintas 72 valandas, temperatūra nebuvo keliama kaip pirmu atveju, o palikta kambario temperatūroje, kuri lygi 25 °C. Gauti rezultatai rodo, jog naudojant fluoro rūgštį, galime išėsdinti ilgesnį kanalą, tačiau fluoro rūgštis ėsdina stipriau nemodifikuotą skaidrią terpę lyginant su kalio šarmu, todėl ėsdinant su fluoro rūgštimi šalia paviršiaus formuojasi kūgio formos kanalas. Ėsdinimo selektyvumas yra apskaičiuojamas lyginant kaip greitai yra ėsdinama modifikuota lazerine spinduliuote terpė su terpe, kuri yra nemodifikuota lazerine spinduliuote [35]:

$$S = \frac{r_s + r_0}{r_0}, \quad (9)$$

kur r_s - modifikuotos lazerine spinduliuote medžiagos ėsdinimo sparta, o r_0 nemodifikuotos la-

zerine spinduliuote medžiagos ėsdinimo sparta. Todėl ėsdinimo selektyvumas naudojant kalio šarmą gaunamas didenis, lyginant su fluoro rūgštimi, kuris gali siekti net iki 1:1400 [35]. Tačiau jeigu norima praėsdinti linijų masyvą ar sudėtingesį darinį ir norima tai padaryti greitai, yra naudojama fluoro rūgštis, bei ėsdinama ultragarsinėje vonelėje tam, kad ėsdiklis greičiau prasiskverbtų [36]. Naudojant ultragarsinę vonelę, mokslininkai ėsdino lydyto kvarco tūryje suformuotą cilindrinį darinį, kurios ilgis buvo 1,8 milimetrų, o diametras 85 μm kuri buvo praėsdinta per tris valandas, naudojant 20 % fluoro rūgšties tirpalą.

FLICE technologija taikoma ne tik lydytam kvarcui, bet ir mažiau populiariam skaidriam dielektrikui - safyru [37]. Eksperimentai parodė, jog apšvietus safyro bandinį fokusuota femtosekundine spinduliuote, iš kristalinės būsenos safyras tampa amorfiniu. Tokiu būdu safyras tampa žymiai jautresnis ėsdinimui. Toks safyras buvo ėsdintas 10 % fluoro rūgšties tirpale ir buvo parodyta, jog safyro ėsdinimo selektyvumas yra lygus apie 10000. Taip pat buvo bandyta suformuoti mikro rotorijų safyro tūryje naudojant FLICE metodiką [38]. Tačiau toks eksperimentas nepavyko, kadangi darinys yra per sudėtinga. Tačiau paprastesnį darinį - kubą, pavyko suformuoti safyro tūryje bei išėsdinti [39]. Kubas buvo suformuotas 10 μm safyro gylyje po paviršiumi, kubo kraštinių ilgis buvo taip pat 10 μm . Bandinys buvo ėsdintas naudojant 10 % fluoro rūgšties tirpalą. Pirmiausia bandinys buvo ėsdintas 72 valandas kambario temperatūroje. Rezultatai parodė, jog safyro bandinys buvo praėsdintas labai silpnai. Kitas bandymas buvo įdėti safyro bandinį, kuris panardintas fluoro rūgštyje, į aukšto slėgio teflonu padengtą kamerą. Kūbą pavyko išėsdinti, kai buvo palaikoma 120 °C temperatūra ir ėsdinama 24 valandas. Tačiau buvo pastebėtas ir tokio ėsdinimo aukštoje temperatūroje trūkumas. Po tokio ekstremalaus ėsdinimo, safyro paviršiuje susiformavo nedidelės duobutės, kurių prieš ėsdinimą nebuvo. Šios duobutės sklaido šviesą, todėl toks praėsdintas safyras negalėtų būti naudojamas optiniuose taikymuose. Taip pat safyre buvo bandoma suformuoti mikrokanalus, kuriuos potencialiai galima naudoti mikrofluidikoje [40]. Naudojant 40 % fluoro rūgšties tirpalą mokslininkams pavyko per 24 valandas išėsdinti kanalus, kurių ilgis yra apie 920 μm . Taip yra atlikta bandymų formuojant ir ėsdinant mikrokanalus safyre naudojant kalio šarmą [41]. Nors kalio šarmas yra mažiau pavojingas ir labiau saugantis gamtą, rezultatai parodė, jog ilgiausias praėsdintas kanalas buvo 75 μm ilgio, kai ėsdinimo laikas buvo 12 valandų. Lyginant aukščiau pateiktus rezultatus, kuomet buvo ėsdinami kanalai naudojant fluoro rūgštį, kanalų praėsdinimas yra žymiai didesnis negu ėsdinant su kalio šarmu. Vienas įdomiausių darbų, kuris susijęs su FLICE technologija panaudojant safyrą yra vokiečių mokslininkų grupės, kuri sugebėjo išėsdinti per visą medžiagos tūrį trimatę struktūrą - cilindrą [42]. Šiame eksperimente buvo naudotas iterbio stiklo šviesolaidinis čirpuotų impulsų lazeris, kuris generuoja 1045 nm bangos ilgio spinduliuotę, impulsų trukmė 450 fs, naudotas impulsų pasikartojimų dažnis 500 kHz, spinduliuotė fokusuota naudojant 0,6 skaitinės apertūros mikroskopinį objektyvą. Safyro bandinys buvo 0,5 mm storio, sufokusuota spinduliuote buvo padarytos modifikacijos per visą bandinio tūrį. Bandinys buvo įdėtas į ultragarsinę vonelę ir ėsdintas 49 valandas 48 % fluoro rūgšties tirpale, tačiau

apie palaikomą temperatūrą straipsnyje nėra užsiiminta. Tačiau ji turėtų duoti nemažą įtaką
ėsdinant tokį bandinį.

2 Tyrimo metodai

2.1 Eksperimentuose naudotos skaidrios terpės ir jų parametrai

Šiame darbe buvo naudotos dvi skaidrios terpės - lydytas kvarcas bei safyras. Šios medžiagos yra labai paplitusios ir naudojamos optikos bei lazerių mokslinėse laboratorijose. Lydyto kvarco yra daug rūšių, būtent šiame darbe buvo naudotas JGS1 lydytas kvarcas. Safyro bandiniai užsakyti iš įmonės "UQG Photonics", naudoti 3 mm storio safyro stikliukai, kurie išpjauti C ašies atžvilgiu. Abi šios medžiagos yra skaidrios ir gerai praleidžia šviesą regimajame bei artimajame infraraudonųjų spindulių diapazone. Žemiau lentelėje pateikti šių skaidrių terpių pagrindiniai parametrai.

1 lentelė. Lydyto kvarco bei safyro parametrai.

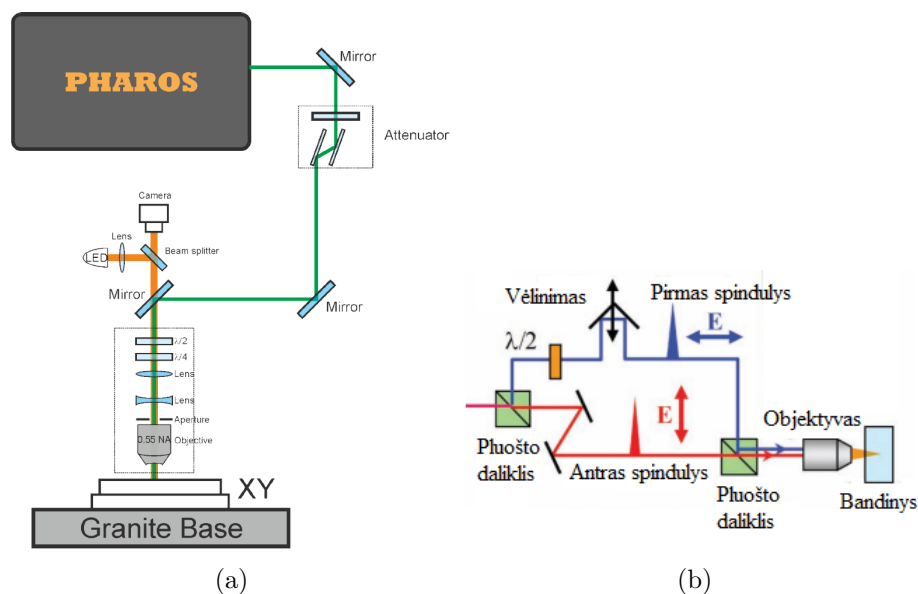
	Lydytas kvarcas	Safyras
Draustinės juostos tarpas, eV	7,5	9,9
Tankis, g/cm ²	2.20	3.97
Kietumas (Mohs skalė)	5-6	9
Terminis plėtimosi koeficientas, 1/°C	5,5 *10 ⁻⁷	5,8 *10 ⁻⁶
Šiluminis laidumas, W/(m · K)	1,4	25
Lūžio rodiklis ties 1 μm	1,45	1,75
Skaidrumo sritis, nm	200-4000	190-2500

Kaip matome iš lentelėje pateiktų duomenų, safyras pasižymi didesniu tankiu, bei kietumu. Taip pat safyro draustinės juostos tarpas yra didesnis už lydyto kvarco. Tačiau didžiausias skirtumas tarp šių medžiagų yra tas, jog safyras yra kristalinės būsenos, o lydytas kvarcas amorfinės būsenos.

2.2 Eksperimentinė įranga

Šiame darbe buvo naudojama industrinė lazerinio mikroapdirbimo sistema "Master femto", kurią sukonstravo įmonė "Elas". Ją sudaro įmonės "Šviesos konversija" lazeris "Pharos", kurio vidutinė galia yra 6 W, trumpiausia impulso trukmė 270 fs, eksperimentuose naudotas impulsų pasikartojimų dažnis 500 kHz. Taip pat šioje sistemoje yra sumontuota įmonės "Aerotech" XY stalas, bei Z ašis, kurių tikslumas yra 300 nm. Spindulio atvedimo mazgas (9 a pav.) sudarytas iš atenuatoriaus, $\lambda/2$ fazinės plokštelės, bei mikroskopinio objektyvo "Mitutoyo" 100 X, kurio skaitinė apertūra (Numerical Aperture) lygi 0,5 NA. Safyru apdirbti buvo pritaikytas vėlinimo mazgas (9 b pav.), kuris leido du statmenų poliarizacijų pluoštus suvesti laike ir erdvėje į objektyvą. Sistemos valdymo algoritmams rašyti buvo naudojama įmonės "Altechna" programinė įranga "SCA".

Bandiniai stebėti per optinį mikroskopą "Olympus", taip pat nanogardelėms užfiksuoti buvo naudotas skenuojantis elektronų mikroskopas. Lydyto kvarco ir safyro bandiniai, kuriuose buvo



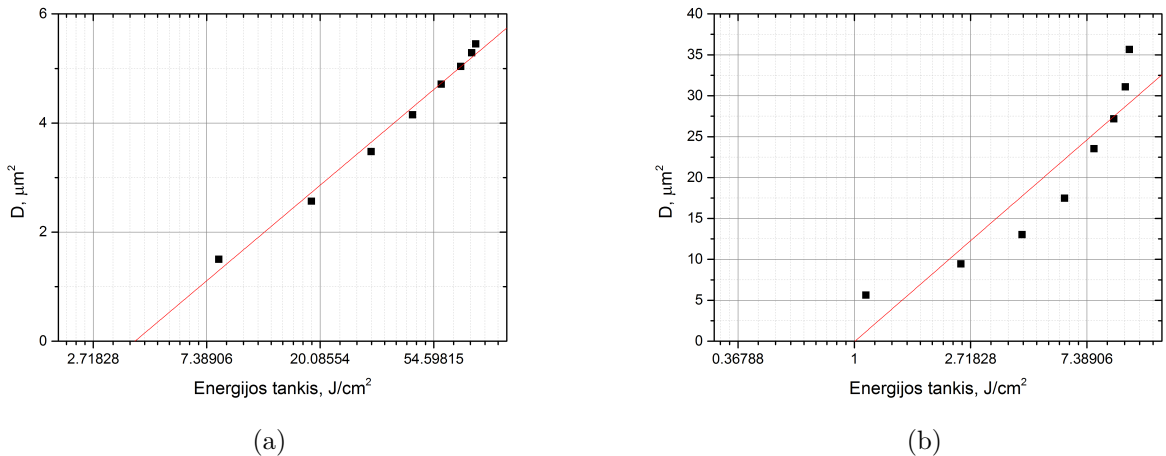
9 pav. a) Lazerinės sistemos "Master femto" optinė schema b) Vėlinimo sistemos mazgas, kurio pagalba buvo galima gauti iš vieno pluošto du statmenų poliarizacijų pluoštus.

suformuoti dariniai, buvo ęsdinamos fluoro rūgštis (HF) 15 %, bei 40 % tirpaluose, naudojant ultragarsinę vonelę. Prie išęsdinto asferinio lęšio sistemos šonų buvo klijuojami vamzdeliai (įmonės "Idex", išorinis diametras 350 μm , vidinis 150 μm), kuriais buvo įleidžiamas norimo lūžio rodiklio skystis. Naudotas įmonės "Cargile" imersinis skystis, kurio lūžio rodiklis 1,73. Vamzdeliams pritvirtinti buvo naudojami klįjai, kurie sukietėja apšvietus UV spinduliuote. Tam buvo naudojamas įmonės "Ekspla" lazeris "Atlantic", naudota III harmonika (355 nm). Ekspozicijos trukmė 30 s. Asferinis lęšis buvo charakterizuojamas naudojant helio - neono lazerį, bei "BeamGage" programą.

3 Rezultatai ir jų aptarimas

3.1 Lydyto kvarco abliacijos slenksčio nustatymas

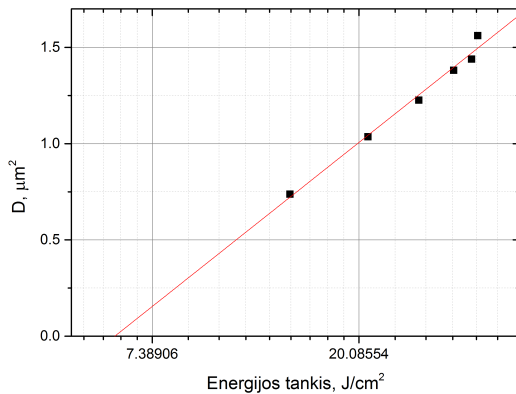
Prieš pradėdant formuoti struktūras lydytame kvarce, buvo įvertintas lydyto kvarco abliacijos slenkstis naudojant Liu pasiūlytą metodą [43]. Lydyto kvarco abliacijos slenksčiui nustatyti buvo naudojama pirma ir antra lazerio harmonikos (1030 nm ir 515 nm). Abliacijos slenksčiui nustatyti buvo parašytas algoritmas, kuris safyro paviršiuje suformuoja lazerio pažeistas sritis, kur kiekviena sritis yra paveikta skirtinga lazerio impulso energija. Tokiu metodu buvo formuojamos 9x9 matricos, kur kiekviena eilutė atitinka sritį, kurioje yra naudojama ta pati lazerio impulso energija, o vis kitame stulpelyje yra didinama lazerio impulso energija. Eilutėse buvo formuojamos devynios ta pačia lazerio energija paveiktos sritys tam, jog būtų tiksliau išmatuojamas paveiktos zonos plotas.



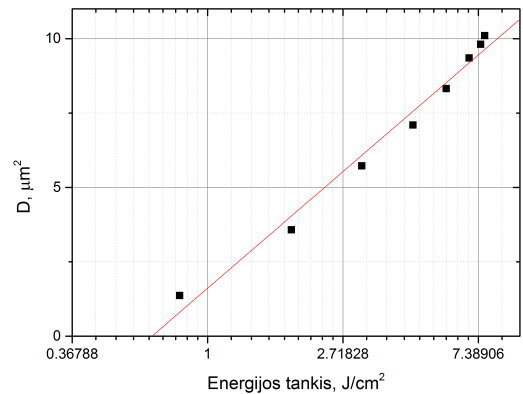
10 pav. a) Lydyto kvarco abliacijos slenksčio nustatymas, kuomet lydyto kvarco paviršius paveikiamas 1 pirmos harmonikos impulsu; b) 5000 pirmos harmonikos impulsais.

Kuomet lydyto kvarco paviršius apšviečiamas vienu pirmosios harmonikos impulsu (sufokusuoto taškelių dydis $1,45 \mu\text{m}$), abliacijos slenkstis lygus $\sim 3,9 \text{ J/cm}^2$ (10 a pav.). Mokslininkai, atlikę eksperimentą panašiomis sąlygomis gavo labai panašias lydyto kvarco abliacijos slenksčio vertes - $3,6 \text{ J/cm}^2$ [44], 4 J/cm^2 [45]. O kai lydyto kvarco paviršius apšviečiamas 5000 impulsų, abliacijos slenkstis sumažėja iki 1 J/cm^2 (10 b pav.).

Apšvietus lydyto kvarco paviršius vienu antrosios harmonikos impulsu, abliacijos slenkstis lygus $6,1 \text{ J/cm}^2$ (11 a pav.), apšvietus 5000 impulsų, abliacijos slenkstis sumažėja iki $0,64 \text{ J/cm}^2$ (11 b pav.).



(a)



(b)

11 pav. a) Lydyto kvarco abliacijos slenksčio nustatymas, kuomet lydyto kvarco paviršius paveikiamas 1 antros harmonikos impulsu; b) 5000 antros harmonikos impulsais.

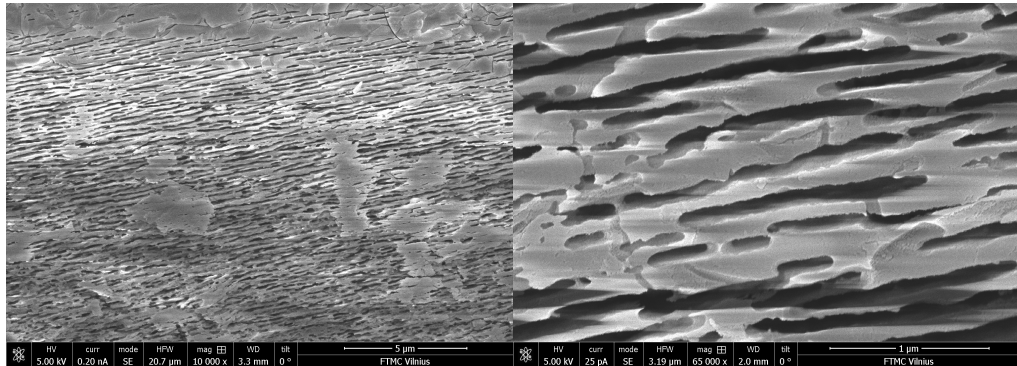
3.2 Nanogardelės lydyto kvarco tūryje

Norint įsitikinti nanogardelių egzistavimu lydyto kvarco tūryje, buvo suformuotos linijos su skirtingais parametrais ir dviems skirtingomis lazerio spinduliuotės poliarizacijoms - vienu atveju poliarizacija buvo statmena formuotoms linijoms, o kitu atveju lygiagreti formuotoms linijoms.

Žemiau pateiktos nuotraukos (12 pav.), kuomet lydyto kvarco tūryje suformuotos linijos, tarp kurių tarpas buvo $1,5 \mu\text{m}$, impulso energija lygi 100 nJ , o impulsų tankiai buvo $500 \text{ imp}/\mu\text{m}$, $1000 \mu\text{m}$ ir $2000 \mu\text{m}$, poliarizacija statmena suformuotoms linijoms.

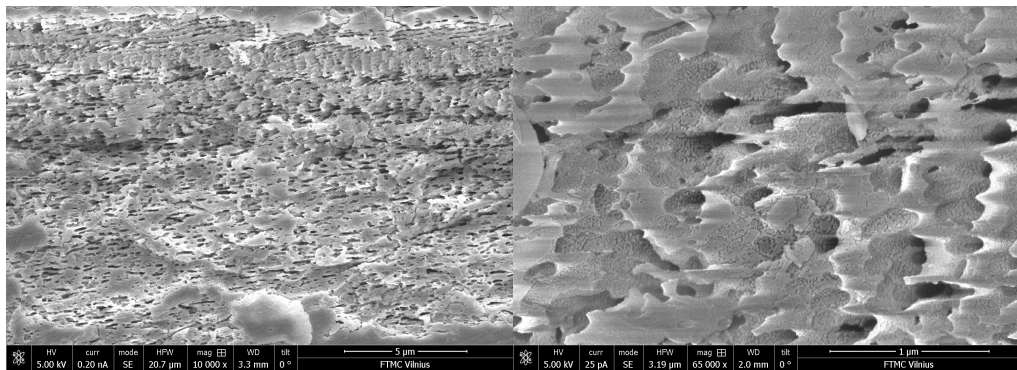
Rezultatai rodo, jog nanogardelių periodas yra lygus apie 244 nm , o R_p parametras lygus $1,45$. Didėjant impulsų tankiui, nanogardelės formuojasi labiau išdardytos.

Taip pat buvo užfiksuotos nanogardelės (13 pav.), kuomet poliarizacija buvo lygiagreti suformuotomis linijoms, o parametrai buvo tokie patys kaip ir įrašant linijas su statmena suformuotomis linijoms kai poliarizacija buvo statmena suformuotomis linijomis poliarizacija (tarpas tarp linijų buvo $1,5 \mu\text{m}$, impulso energija 100 nJ , o impulsų tankiai $500 \text{ imp}/\mu\text{m}$, $1000 \mu\text{m}$ ir $2000 \mu\text{m}$)



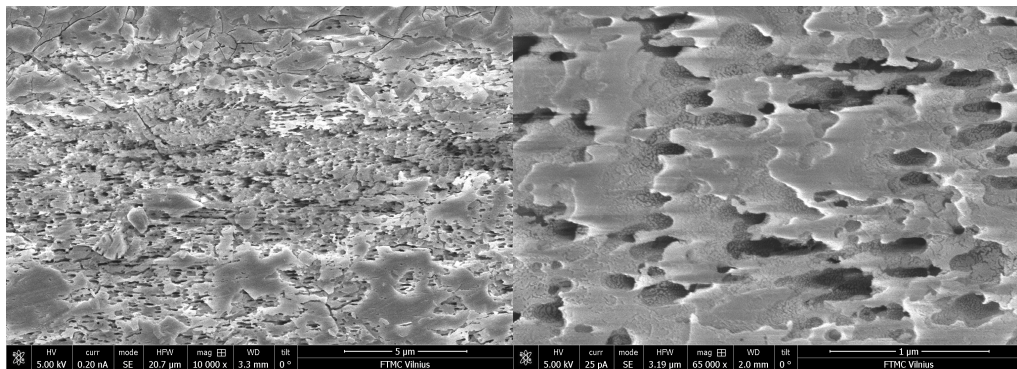
(a)

(b)



(c)

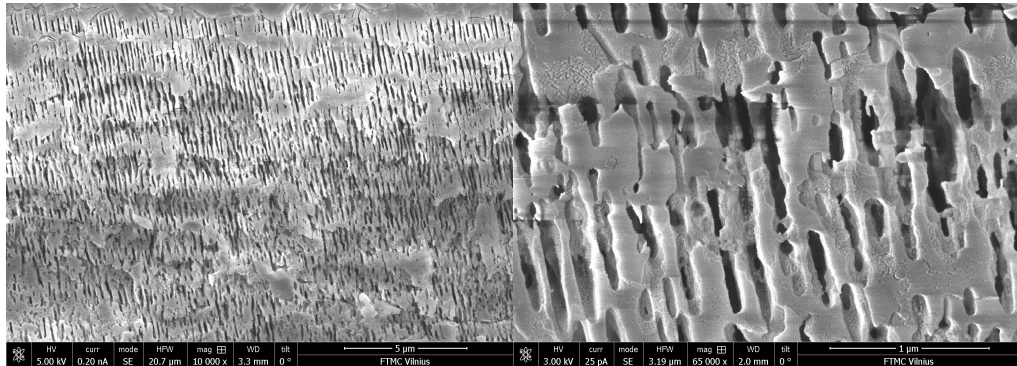
(d)



(e)

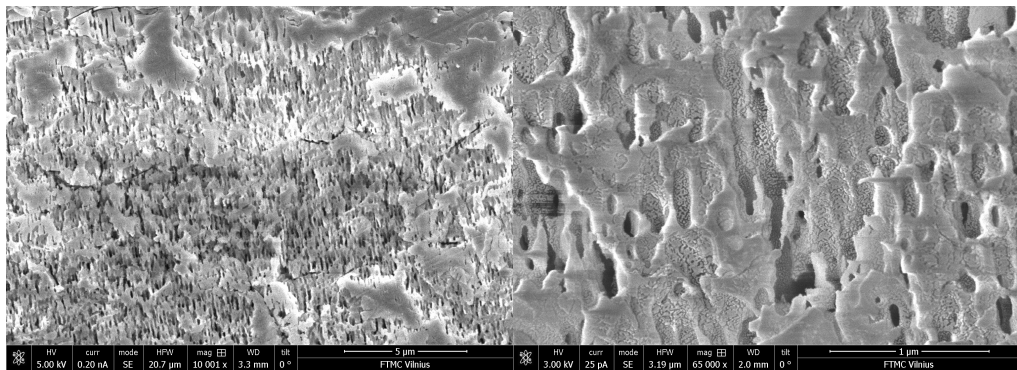
(f)

12 pav. Nanogardelės, suformuotos lydyto kvarco tūryje, kuomet impulso energija 100 nJ, poliarizacija statmena suformotoms linijoms. a) impulsų tankis 500 imp/ μm , didinimas 10000 kartų b) impulsų tankis 500 μm , didinimas 65000 kartų c) impulsų tankis 1000 imp/ μm , didinimas 10000 kartų d) impulsų tankis imp/1000 μm , didinimas 65000 kartų e) impulsų tankis 2000 imp/ μm , didinimas 10000 kartų f) impulsų tankis 2000 imp/ μm , didinimas 65000 kartų



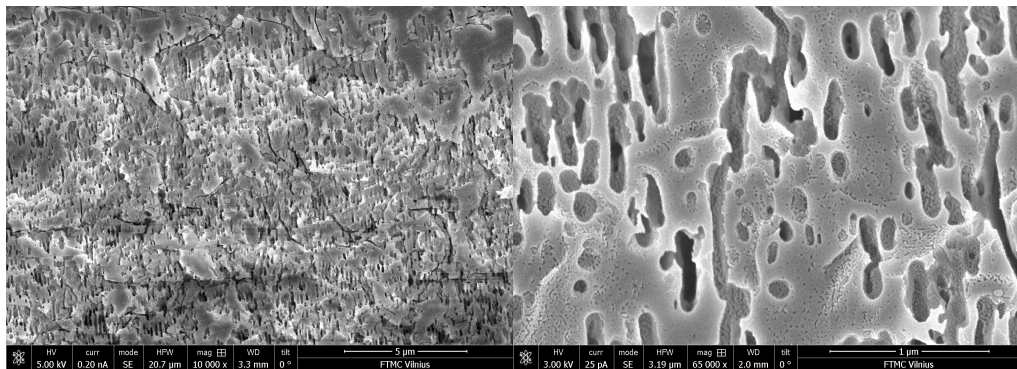
(a)

(b)



(c)

(d)



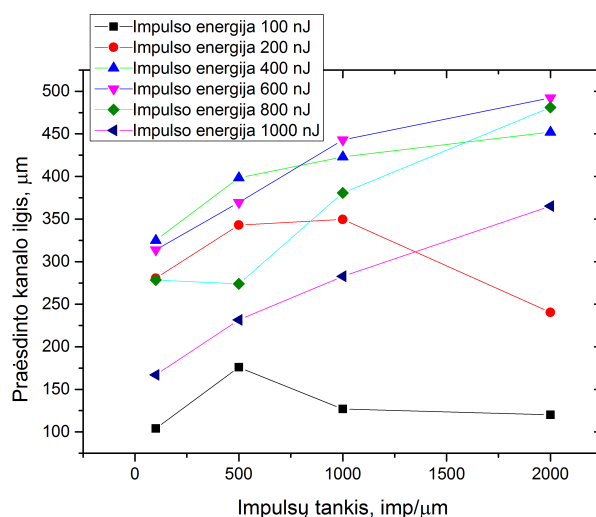
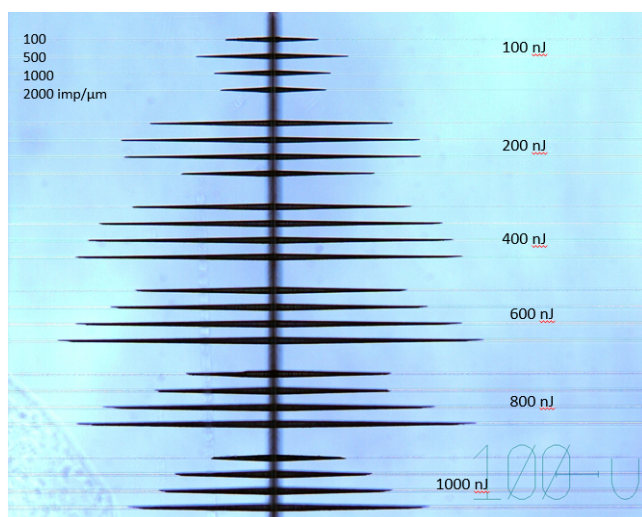
(e)

(f)

13 pav. Nanogardelės, suformuotos lydyto kvarco tūryje, kuomet impulso energija 100 nJ, poliarizacija statmena suformotoms linijoms. a) impulsų tankis $500 \text{ imp}/\mu\text{m}$, didinimas 10000 kartų b) impulsų tankis $500 \text{ imp}/\mu\text{m}$, didinimas 65000 kartų c) impulsų tankis $1000 \text{ imp}/\mu\text{m}$, didinimas 10000 kartų d) impulsų tankis $1000 \text{ imp}/\mu\text{m}$, didinimas 65000 kartų e) impulsų tankis $2000 \text{ imp}/\mu\text{m}$, didinimas 10000 kartų f) impulsų tankis $2000 \text{ imp}/\mu\text{m}$, didinimas 65000 kartų

3.3 Linijų ėsdinimas lydytame kvarce

Norint išsėdinti įvairius darinius, pirmiausia buvo įvertinta kaip greitai HF tirpalas ėsdi-
na lydytą kvarcą. Tam skirtinguose gyliuose buvo suformuotos linijos su skirtingomis impulso
energijomis, bei skirtingais impulso tankiais. Lazerio spinduliuotės poliarizacija buvo statmena
formuojamomis linijomis norint suformuoti lygiagrečias suformuotoms linijoms nanogardeles.
Šiame eksperimente taip pat buvo naudojama antra harmonika, kurios bangos ilgis 515 nm.
Tais galima įvertinti kaip greitai HF ėsdi-
na lydytą kvarcą priklausomai nuo skirtingų para-
metrų. Pirmiausia įdėjus lydyto kvarco bandinį į 15 % HF tirpalą bei ultragarsinę vonelę su
kambario temperatūros vandeniu, buvo įvertinta lazerio spinduliuote nepaveikto lydyto kvarco
ėsdinimo sparta. Iš pradžių, prieš dedant lydytą kvarcą į ėsdiklį, optiniu mikroskopu buvo
įvertintas bandinio storis. Po to šis bandinys buvo ėsdinamas vieną valandą. Įvertinus sto-
rių skirtumą ir padalinus iš laiko, buvo gauta nepaveikto lazerine spinduliuote lydyto kvarco
ėsdinimo sparta - 20 $\mu\text{m}/\text{h}$.



14 pav. a) Lydytame kvarce išsėdinti kanalai. ėsdi-
nta 15 % HF tirpale, 30 minučių. Linijos for-
muotos 100 μm gylyje. b) Praėdintų linijų ilgio priklausomybė nuo formuotai linijai tenkančio
impulsų tankio esant skirtingoms impulso energijoms.

Norint įvertinti, kokia sparta yra ėsdinamas modifikuotas lazerine spinduliuote lydytas
kvarcas, buvo suformuotos linijos su skirtingomis impulso energijomis, bei skirtingais impul-
so tankiais, o spinduliuotės poliarizacija statmena formuotomis linijoms. Per linijų vidurį buvo
suformuota siena, kuri prasidėjo nuo bandinio paviršiaus ir siekė tūryje suformuotas linijas.
Pirmiausia ėsdiklis pateko per sieną gilyn į skaidrios medžiagos tūrį, tuomet pradėjo ėsdi-
nti linijas (14 a pav.).

Linijos buvo ėsdi-
ntos 30 minučių, rezultatai rodo (14 b pav.), jog lėčiausiai buvo ėsdinamos
linijos naudojant 100 nJ impulso energiją. Šiek tiek greičiau linijos buvo ėsdinamos naudojant

dešimt kartų didesnę impulso energiją. Labiausiai praėsdinta buvo linija įrašyta naudojant 600 nJ impulso energiją, o impulsų tankis buvo 2000 imp/ μm . Per 30 minučių ilgiausia praėsdinta linija buvo 492 μm ilgio, o ėsdinimo sparta buvo 984 $\mu\text{m}/\text{h}$. Nemodifikuotos ir modifikuotos lazerine spinduliuote skaidrios terpės ėsdinimo sparta skiriasi apie 50 kartų.

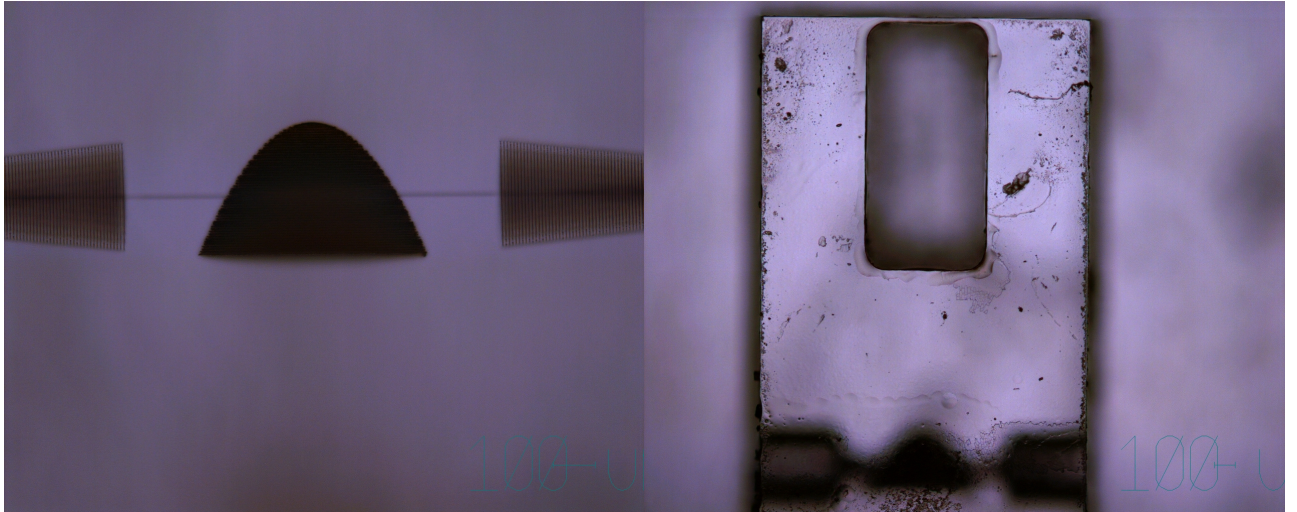
3.4 Asferinio lėšio, bei Lavalio tūtų ėsdinimas lydytame kvarce

Suradus optimalius parametrus, su kuriais galima greičiausiai ėsdinti lydytą kvarcą, buvo suformuoti ir išėsdinti keli sudėtingi dariniai - asferinis lėšis (15 pav.), kuris yra pripildomas lūžio rodiklį kompensuojančiu skysčiu (Cargile, $n = 1,79$) ir Lavalio tūta. Asferinis lėšis buvo sumodeliuotas toks, jog būtų turėtų 1,5 mm židinio nuotolį. Skaičiavimams buvo pasinaudota formulėmis, kurios buvo išdėstytos Gyeong - il Kweon straipsnyje [46].

Norint pripildyti asferinį lėšį lūžio rodiklį kompensuojančiu skysčiu, pirmiausia buvo suformuoti du kūginės formos dariniai. Šie kūginiai dariniai linijų masyvų sujungti su asferiniu lėšiu. Šie dariniai skirti tam, jog juos išėsdintus būtų galima įkišti mikrovamdzelius, kuriais galima leisti norimo lūžio rodiklio skystį. Šių darinių ilgis buvo 0,5 mm ir jie formuojami su nedideliu pokrypiu, nes kai arčiausiai paviršiaus esantis darinys yra išėsdintas, toliau pradedama ėsdinti nemodifikuota medžiaga. Toks pokrypis kompensuoja ėsdinimą ir gaunamas tolygus cilindras. Cilindras, linijų masyvas, bei pats lėšis buvo formuojamas naudojant 600 nJ impulsų energiją, impulsų tankis 2000 imp/ μm .

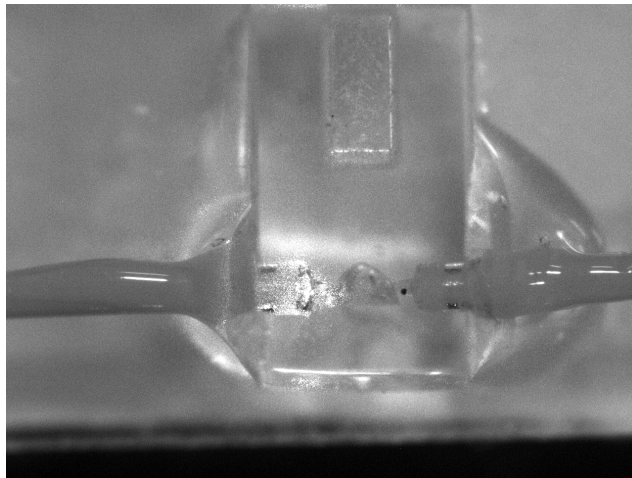
Linijų masyvas lyginant su kūginiu dariniu užima nedidelę erdvę, nes ėsdiklis turi prasiškerbti po truputį į asferinio lėšio zoną ir ėsdinti tolygiai lėšio formą. Charakterizavus asferinį lėšį, patvirtinta, jog lazerio spinduliuotė yra fokusuojama (16 pav.). Už asferinio lėšio buvo suformuotas mikrobazeinas, kuris buvo pripildytas šviesai jautraus skysčio. Naudojant siaurajuosčius filtrus buvo galima stebėti kaip šis lėšis fokusuoja šviesą (15 b pav.). Šie rezultatai plačiau buvo aptarti pirmame kursiniame darbe.

Lavalio tūta (17 pav.) lydytame kvarce buvo suformuota skenuojant sufokusuotą lazerinę spinduliuotę nuo bandinio paviršiaus iki 400 μm gylio. Suformuotos Lavalio tūtos ilgis buvo 400 μm , Lavalio tūtos viršutinės dalies išėsdintas diametras 200 μm , siauriausios praėsdintos dalies diametras lygus 90 μm . Lavalio tūta buvo formuota tokiais pačiais parametrais, kaip ir asferinio lėšio sistema - impulso energija 600 nJ, impulsų tankis 2000 imp/ μm .

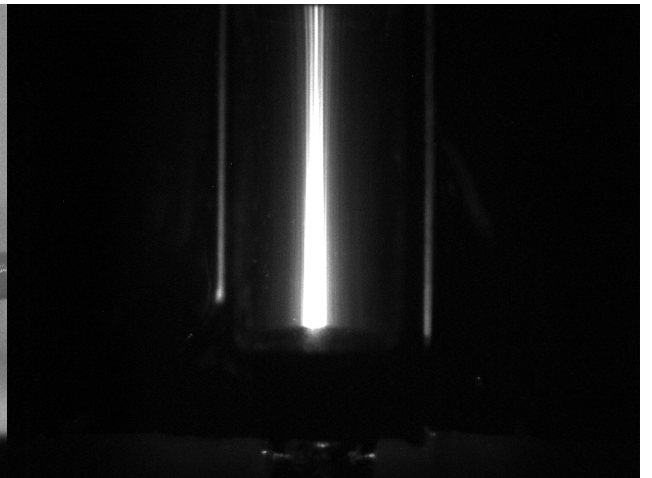


(a)

(b)

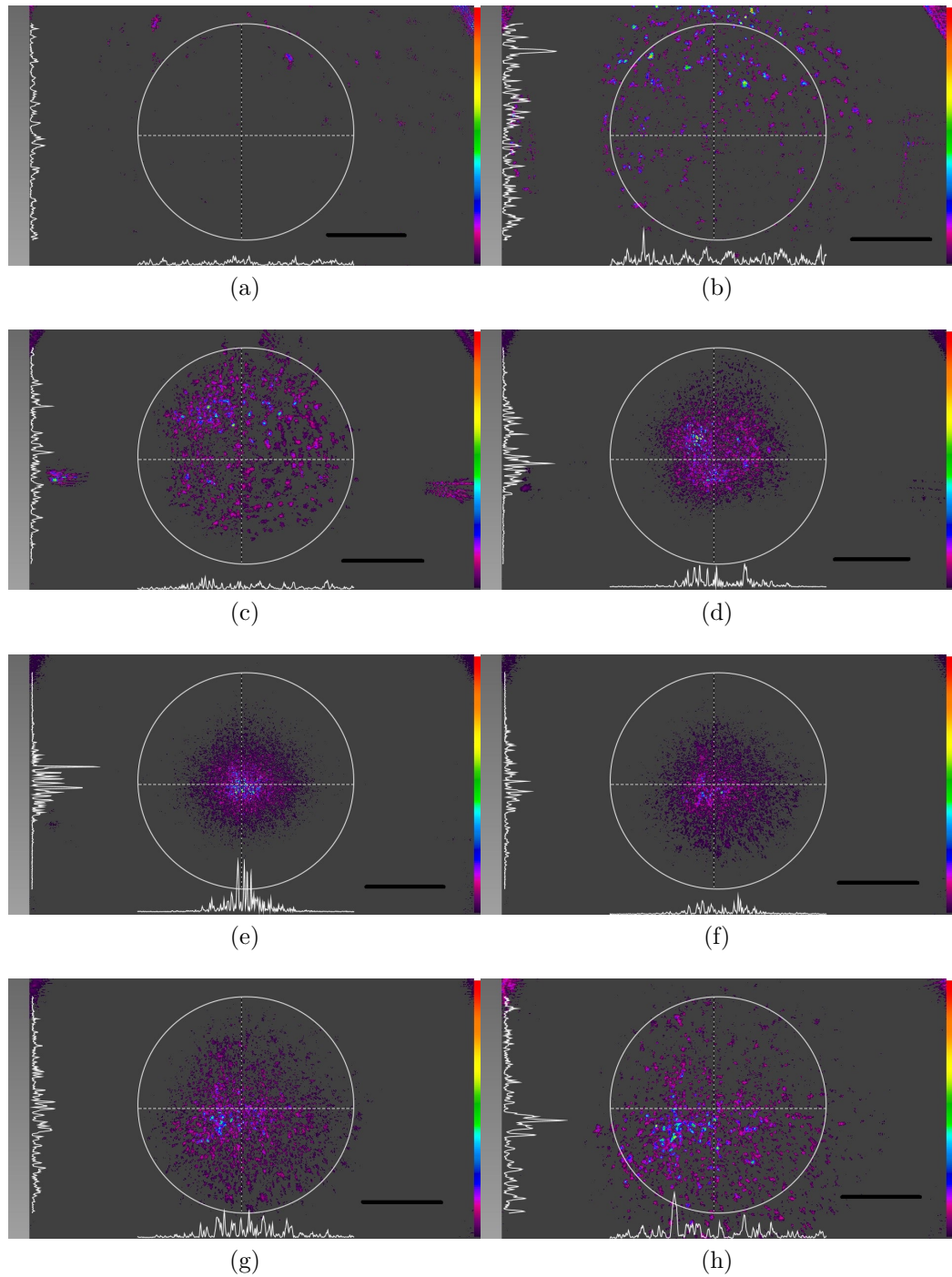


(c)

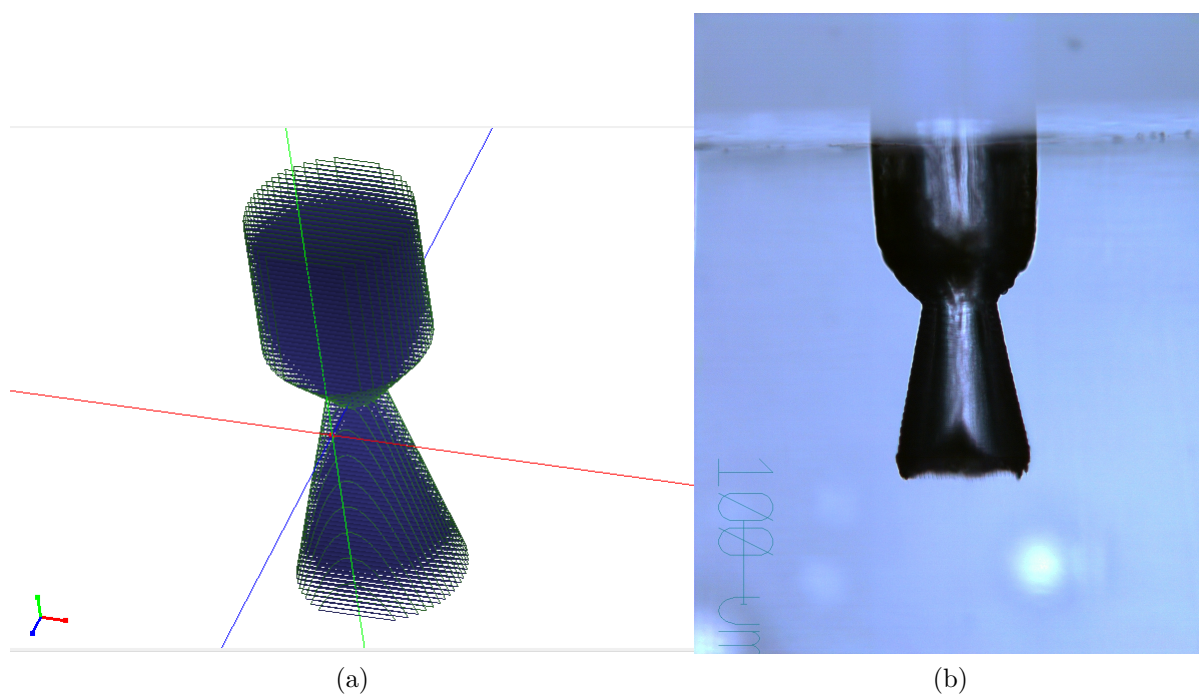


(d)

15 pav. a) Lydytame kvarce suformuotas asferinio lęšio darinys b) Išsėdintas lydytame kvarce asferinio lęšio darinys su mikrobazine, kuris pripildomas šviesai jautriu skysčiu c) Išsėdintas lydytame kvarce asferinio lęšio darinys su mikrobazine su prijungtais iš šonų vamzdeliais d) Užfiksuotas sufokusuotas spindulys naudojant šviesos filtrus, praleidžia tik fluorescencijos signalą.



16 pav. Asferinio lęšio fokusuojamos lazerio spinduliuotės intensyvumo skirstiniai. Juoda linija žymi $70 \mu\text{m}$. Baltas ratas žymi apertūrą. a) $-1,5 \text{ mm}$ nuo didžiausio intensyvumo srities; b) $-1,05 \text{ mm}$ nuo didžiausio intensyvumo srities; c) $-0,6 \text{ mm}$ nuo didžiausio intensyvumo srities; d) $-0,3 \text{ mm}$ nuo didžiausio intensyvumo srities; e) didžiausio intensyvumas srities; f) $0,2 \text{ mm}$ nuo didžiausio intensyvumo srities; g) $0,4 \text{ mm}$ nuo didžiausio intensyvumo srities; h) $0,7 \text{ mm}$ nuo didžiausio intensyvumo srities.



17 pav. a) Programoje "SCA" parašyto algoritmo rezultatas Lavalio tūtai gauti b) Lydytame kvarce suformuota ir išėsdinta Lavalio tūta.

3.5 Safyro abliacijos slenksčio nustatymas

Safyro abliacijos slenksčiui nustatyti buvo naudojama pirma lazerio harmonika. Buvo naudotas toks pats metodas, kaip ir lydyto kvarco atveju [43].

Kai safyro paviršius yra apšviečiamas pirmos harmonikos impulsu, abliacijos slenkstis yra lygus $1,7 \text{ J/cm}^2$. Panašiomis sąlygomis atlikti mokslininkų eksperimentai rodo didesnę safyro abliacijos slenksčio vertę - 4 J/cm^2 [44]. Tokiu pat principu buvo išmatuoti abliacijos slenksčiai, kuomet krateriui tenka 1000 impulsų - abliacijos slenkstis lygus gavosi $0,94 \text{ J/cm}^2$. Parodyta, jog kiekvienas lazerio impulsas netgi su energija, mažesne už slenkstį, sukelia struktūrinius ar cheminius pokyčius, todėl šie pokyčiai kaupiasi ir mažina abliacijos slenkstį.

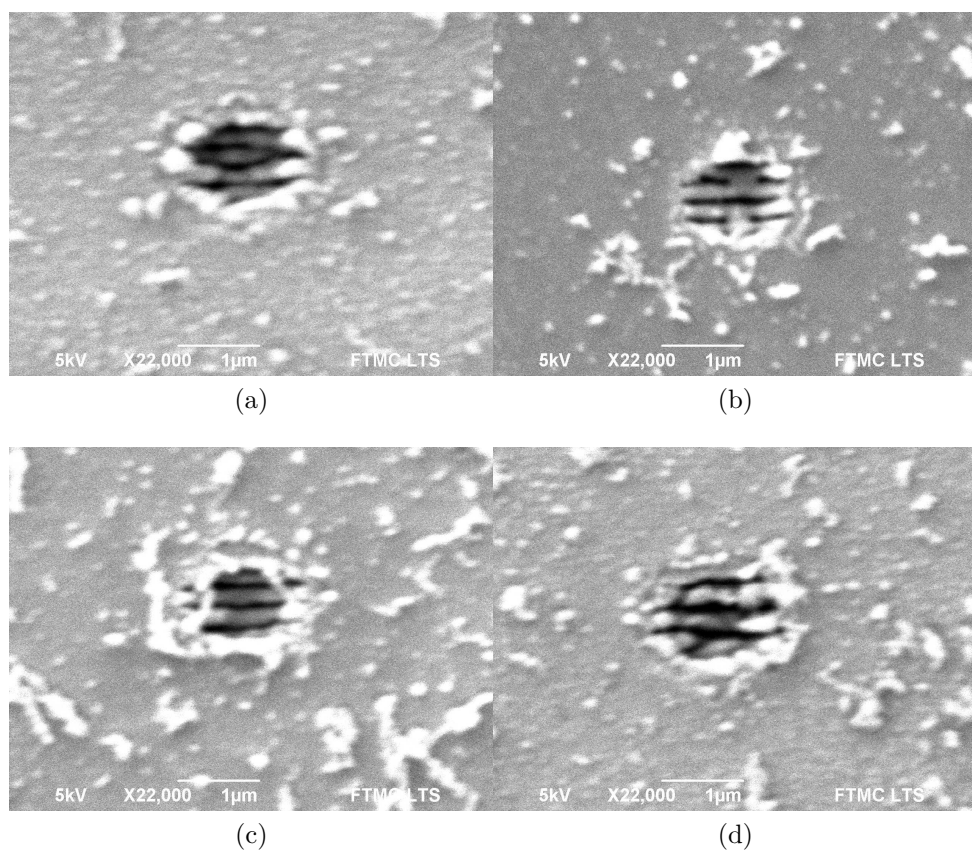
3.6 Nanogardelės safyro paviršiuje

Norint užfiksuoti nanogardelės safyro paviršiuje buvo parašytas algoritmas, kuris suformuoja taškus su skirtinga impulso energija, kuomet į kiekvieną tašką yra paleidžiamas skirtingas impulsų skaičius. Impulsų skaičius taške keitėsi nuo 1 iki 1000 impulsų. Pirmuoju eksperimentu buvo naudota impulsų trukmė lygi 270 fs ir pastebėta, jog nanogardelės pasirodė, kai impulsų skaičius tenkantis taškui viršijo 50. Nanogardelės pradėjo formotis tik esant impulso energijai, ne mažesnei nei 70 nJ (18 pav.). Pastebėta tendencija, kad augant impulsų skaičiui, po truputį didėja nanogardelių periodas. Kai impulsų skaičius buvo lygus 50, nanogardelių periodas buvo 255 nm, kuomet impulsų skaičius buvo lygus 1000, tuomet nanogardelių periodas buvo 270 nm.

Antrame eksperimente buvo naudota impulsų trukmė, lygi 600 fs. Pastebėta, jog nanogardelės atsirado kaip ir pirmuoju atveju, kai impulsų skaičius tenkantis taškui buvo 50. Nanogardelės buvo užfiksuotos ir naudojant mažesnes impulso energijas - 55 nJ. Tačiau jas buvo pakankamai sunku užfiksuoti naudojant skenuojantį elektronų mikroskopą. Nanogardelės, kurios buvo suformuotos naudojant 70 nJ impulso energiją buvo ryškesnės ir jas pavyko užfiksuoti (19 pav.) Kai impulsų skaičius buvo lygus 50, nanogardelių periodas buvo 267 nm, o kuomet impulsų skaičius buvo lygus 1000, nanogardelių periodas buvo 280 nm

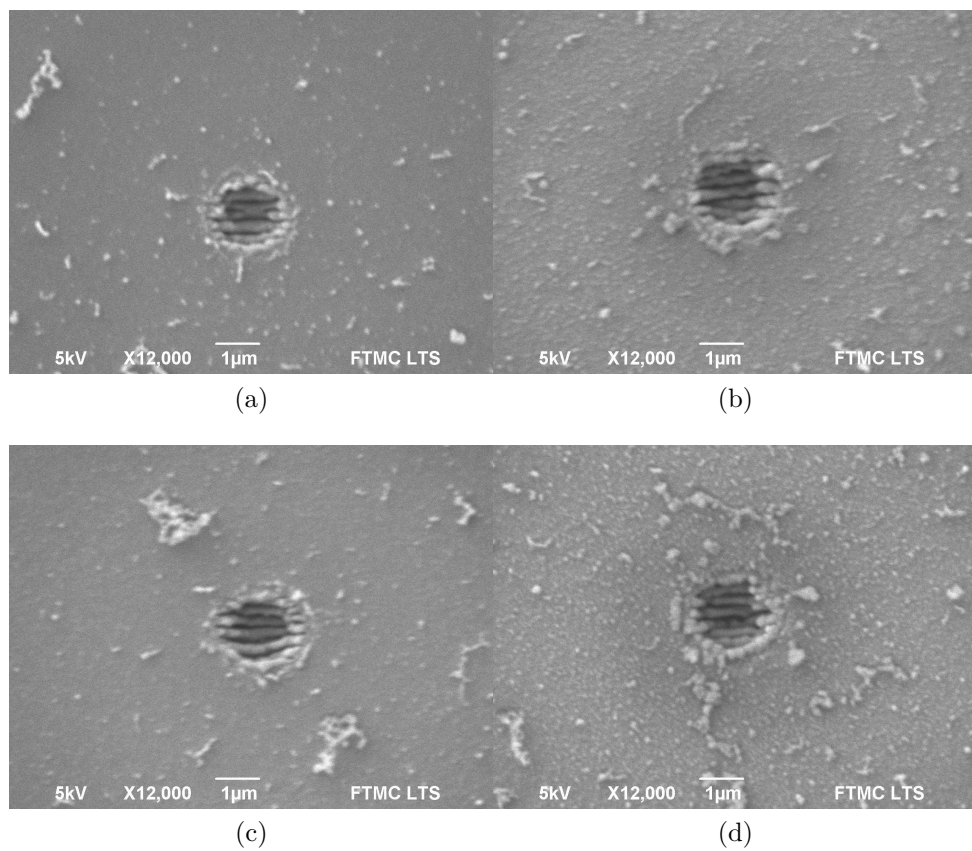
Buvo padarytas eksperimentas, kuomet turimą vieną lazerio pluoštą padaliname į du, suvedame juos laike ir erdvėje, o poliarizacija tarp šių pluoštų nustatoma statmena. Dviejų pluoštų energija yra lygi. Kai bendra pluoštų energija buvo 70 nJ, nanogardelių užfiksuoti nepavyko. Naudojant bendrą impulsų energiją lygią 110 nJ ir impulsų trukmė 270 fs. Jos pradėjo matytis (20 pav.), kai impulsų skaičius į tašką buvo lygus 50. Tokiu būdu suformuotos nanogardelės gavosi su šiek tiek pakrypusia orientacija. Kuomet impulsų skaičius tenkantis taškui lygus 50, nanogardelių orientacija lygi apie 270 nm, o kai impulsų skaičius tenkantis taškui lygus 1000, tuomet nanogardelių periodas lygus 285 nm.

Paskutiniame eksperimente naudojome taip pat du padalintus vienodos energijos impulsus, tik impulso trukmė buvo ne 270 fs, o 600 fs. Nanogardelės pradėjo matytis (21 pav.), kai impulsų skaičius į tašką buvo lygus 50. Tokiu būdu suformuotos nanogardelės gavosi su šiek tiek

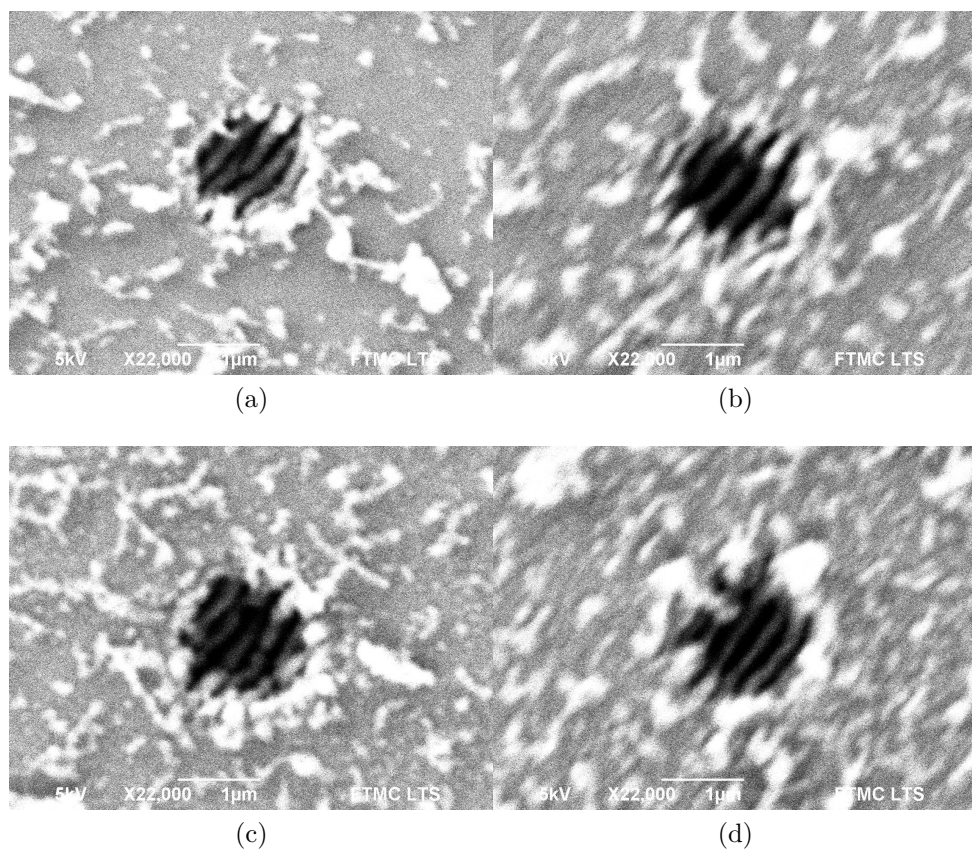


18 pav. Paviršiuje susiformavusios nanogardelės, kuomet impulso energija lygi 70 nJ, impulsų trukmė 270 fs. Impulsų skaičius tenkantis taškui: a) 50 b) 100 c) lygus 500 d) 1000.

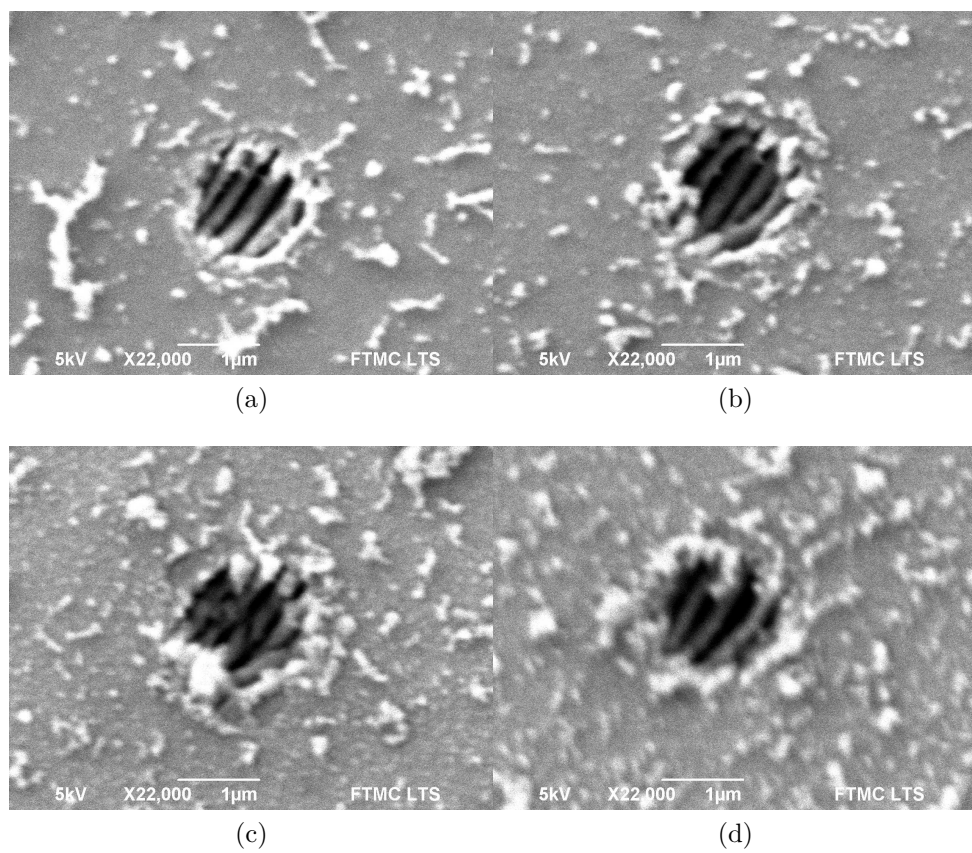
pakrypusia orientacija. Kuomet impulsų skaičius tenkantis taškui lygus 50, nanogardelių orientacija lygi apie 280 nm, o kai impulsų skaičius tenkantis taškui lygus 1000, tuomet nanogardelių periodas lygus 310 nm.



19 pav. Paviršiuje susiformavusios nanogardelės, kuomet impulso energija lygi 70 nJ, impulsų trukmė 600 fs. Impulsų skaičius tenkantis taškui: a) 50 b) 100 c) 500 d) 1000.



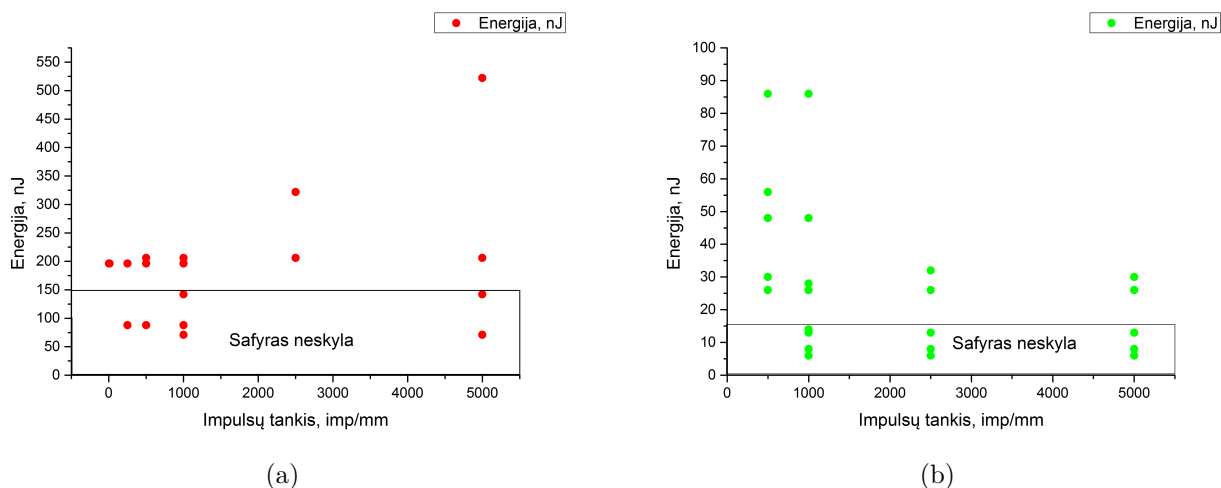
20 pav. Paviršiuje susiformavusios nanogardelės naudojant su spindulius, kuomet bendra impulsų energija lygi 110 nJ, impulsų trukmė 270 fs. Impulsų skaičius tenkantis taškui: a) 50 b) 100 c) 500 d) 1000.



21 pav. Paviršiuje susiformavusios nanogardelės naudojant su spindulius, kuomet bendra impulsų energija lygi 110 nJ, impulsų trukmė 600 fs. Impulsų skaičius tenkantis taškui: a) 50 b) 100 c) 500 d) 1000.

3.7 Optimalių parametų darinių formavimui safyre nustatymas

Formuojant trimačius darinius safyre femtosekundiniais impulsais buvo pastebėta, jog safyro paviršiuje atsiranda skilimai, todėl buvo ieškoma, prie kokių parametų safyro bandiniai skyla ir prie kurių parametų neskyla. Keičiami parametrai buvo šie: impulso energija, bei impulso tankis. Eksperimentai buvo daromi tiek su pirma harmonika, tiek su antra.



22 pav. a) Pirmosios harmonikos impulso energijos priklausomybė nuo impulso tankio formuojant safyre trimačius darinius. Safyras neskyla, kai impulso energija neviršija 150 nJ. b) Antrosios harmonikos impulso energijos priklausomybė nuo impulso tankio formuojant safyre trimačius darinius. Safyras neskyla, kai impulso energija neviršija 15 nJ

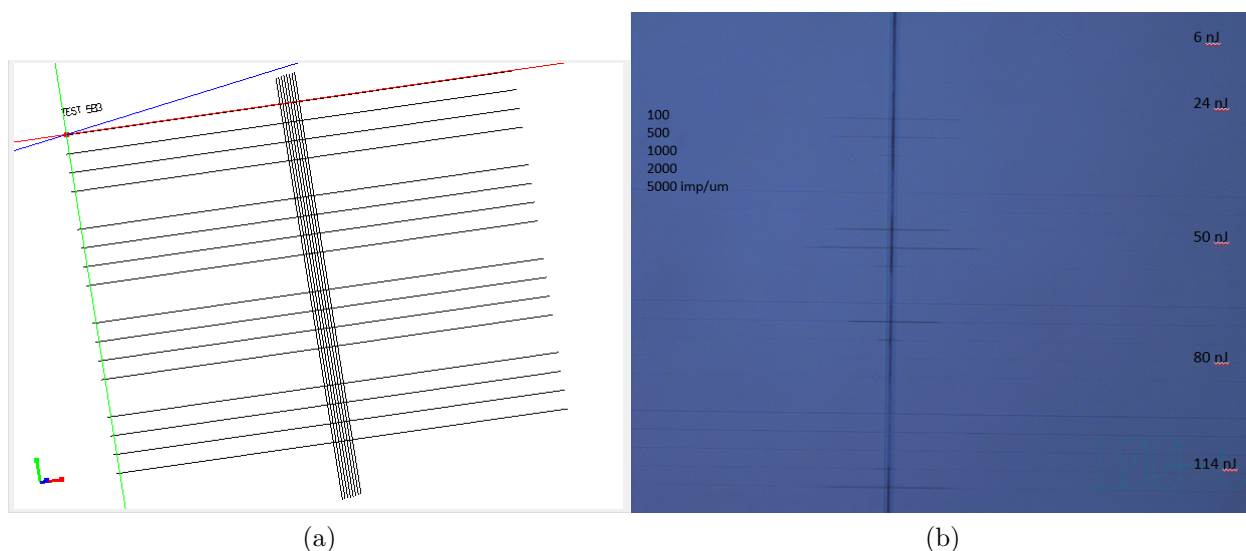
Rezultatai gauti formuojant trimačius darinius safyre su pirma harmonika rodo, jog bandiniai pradeda skilti, kai impulso energija viršija apie 150 nJ (22 a pav.). Kai impulso energija neviršija 100 nJ, o impulsų tankis svyruoja nuo 500 imp/mm iki 5000 imp/mm safyro bandinys neskyla. Viršijus šias vertes stebimas safyro bandinio skilimas.

Kuomet trimačiai dariniai buvo formuojami naudojant antrąją harmoniką, gauti rezultatai rodo, jog kai impulso energijos vertė viršija 15 nJ, tuomet safyro bandinys pradeda skilti (22 b pav.). Naudojant mažesnes impulso energijas, bei keičiant impulso tankį nuo 1000 imp/mm iki 5000 imp/mm safyre skilimų neatsiranda. Kai impulso energija viršija 15 nJ, o impulso tankį buvo sumažintas iki 500 imp/mm, safyro bandinys vistiek skyla.

Rezultatai rodo, jog formuojant safyro bandinyje trimačius darinius naudojant pirmąją harmoniką galime naudoti didesnę impulso energiją lyginant su antrąją harmonika ir bandinys nesuskils. Tai galėtų lemti mažesnę pirmosios harmonikos fotono energiją lyginant su antrosios harmonikos fotono energija.

3.8 Linijų ėsdinimas safyre

Norint išėsdinti Lavalio tūtas safyre, pirmiausia buvo įvertinta kaip greitai 40 % HF tirpalas ėsdina safyrą ultragarsinėje vonelėje, vandens temperatūra ultragarsinėje vonelėje buvo 70 °C. Tam safyro tūryje (10 μm gylyje) buvo suformuotos linijos su skirtingomis impulso energijos, bei skirtingais impulso tankiais. Lazerio spinduliuotės poliarizacija buvo statmena formuojamoms linijoms. Taip pat šiame eksperimente buvo naudojama pirma ir antra harmonika, kurios bangos ilgiai atitinkamai 1030 nm ir 515 nm. Taip galima įvertinti kaip greitai HF ėsdina safyrą priklausomai nuo proceso parametrų. Iš pradžių, prieš dedant safyrą į ėsdiklį, optiniu mikroskopu buvo įvertintas bandinio storis. Po to šis bandinys buvo ėsdinamas vieną valandą. Ėsdiklis nepaveiktą safyrą ėsdina ypač lėtai, per valandą safyro storis praktiškai nepakito - ėsdinimo sparta žymiai mažesnė už 1 μm/h.

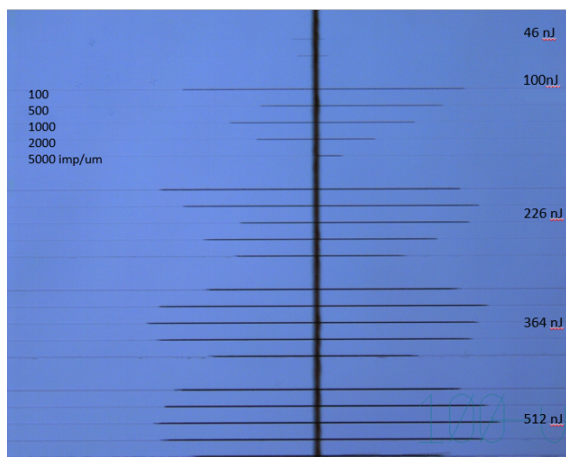


23 pav. a) Linijų ir sienos formavimo algoritmo rezultatas, naudojant programa "SCA" b) Linijų ėsdinimas safyre, kuomet linijos buvo formuojamos naudojant antrąją harmoniką. Ėsdinta 330 minučių, naudojant 40 % HF tirpalą.

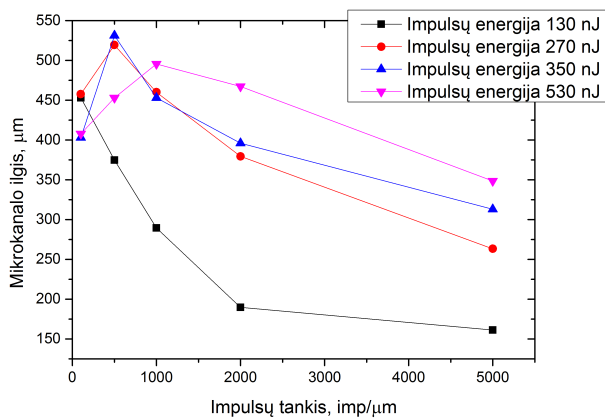
Norint įvertinti, kokia sparta yra ėsdinama modifikuota lazerine spinduliuote skaidri terpė, buvo suformuotos įvairiais parametrais linijos (23 a pav.) - keičiama impulso energija, impulsų tankis, o poliarizacija visada buvo statmena suformuotų linijų atžvilgiu tam, jog nanogardelių orientacija buvo lygiagreti suformuotoms linijoms. Per vidurį linijų buvo suformuota siena, kuri prasidėjo nuo bandinio paviršiaus ir siekė tūryje suformuotas linijas. Pirmiausia ėsdiklis pateko per sieną gilyn į skaidrios medžiagos tūrį, tuomet pradėjo ėsdinti linijas. Kai safyre linijos buvo formuojamos naudojant antros harmonikos impulsus (23 b pav.), ėsdinimo sparta gavo žymiai mažesnė už ėsdinimo spartą, kuomet linijos buvo formuojamos naudojant pirmąją harmoniką (24 a pav.). Didžiausia gauta ėsdinimo sparta buvo 39 μm/h, kai impulso energija buvo apie 40 nJ, o impulsų tankis 2000 imp/mm. Tačiau esant tokiems parametrams safyre suformuotas

trimatis darinys skiltų. Esant mažesnėms impulso energijoms, didžiausia ėsdinimo sparta lygi $29 \mu\text{m/h}$.

Kuomet linijos buvo formuojamos naudojant pirmąją harmoniką, ilgiausia išėsdinta linija buvo $513 \mu\text{m}$ ilgio, o ėsdinta buvo 330 minučių. Ilgiausia išėsdinta linija buvo formuojama, kai impulso energija buvo 350 nJ , o impulso tankis 500 imp/mm (24 b pav.). Gauta modifikuotos lazerine spinduliuote medžiagos ėsdinimo sparta yra lygi apie $96 \mu\text{m/h}$. Tačiau jei trimačiai dariniai būtų įrašinėjami su tokia impulso energija, bandinys skiltų, todėl buvo matuojama kita ėsdinta linija, kuri atitiko parametrus, prie kurių suformuoti trimačiai dariniai safyro bandinyje neskiltų. Kuomet linijoms suformuoti buvo naudojama 130 nJ impulsų energija, ilgiausia praėsdinta linija buvo $452 \mu\text{m}$ ilgio. Ši linija buvo suformuota naudojant impulsų tankį lygų $100 \text{ imp}/\mu\text{m}$. Šiais parametrais suformuotos linijos ėsdinimo sparta yra lygi apie $82 \mu\text{m/h}$.



(a)

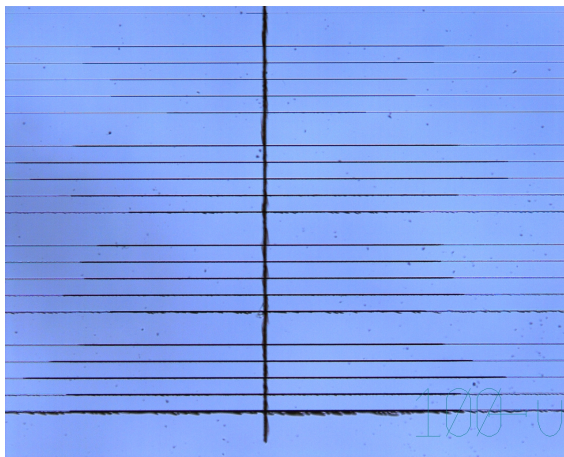


(b)

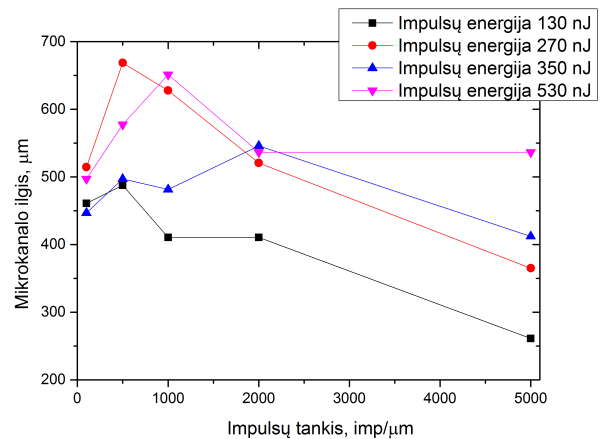
24 pav. a) Linijų ėsdinimas safyre, kuomet linijos buvo formuojamos naudojant pirmąją harmoniką. Ėsdinta 330 minučių, naudojant 40 % HF tirpalą. b) Praėsdintų linijų ilgio priklausomybė nuo formuotai linijai tenkančio impulsų tankio esant skirtingoms impulso energijoms.

Po šio eksperimento buvo padarytas toks pat bandymas, tačiau buvo naudoti iš vieno lazerio spindulio padalinti du spinduliai, kurie susikerta laike ir erdvėje, bei jų poliarizacijos statmenos (25 a pav.). Pirmiausia linijos buvo suformuotos naudojant impulsų trukmę lygią 270 fs . Lyginant anksčiau aptartą geriausią rezultatą, kuomet impulso energija buvo lygi 130 nJ , o impulso tankis $100 \text{ imp}/\mu\text{m}$, šiuo atveju su tokiais pat parametrais buvo gauta praktiškai tokia pati ėsdinimo sparta - $83 \mu\text{m/h}$. Tačiau naudojant didesnes impulso energijas ėsdinimo sparta stipriai išaugo (25 b pav.). Kai impulso energija buvo lygi 270 nJ , o impulso tankis $500 \text{ imp}/\mu\text{m}$, ėsdinimo sparta siekė net $121 \mu\text{m/h}$. Tokiais pat parametrais tik naudojant vieną nepadalintą lazerio spindulį, ėsdinimo sparta lygi $94 \mu\text{m/h}$, tad ėsdinimo sparta naudojant du spindulius išauga 1,3 karto.

Paskutinis eksperimentas buvo padarytas naudojant du padalintus vienodos energijos im-



(a)

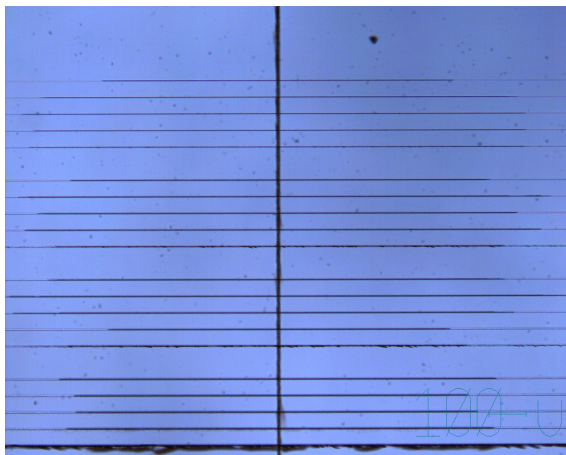


(b)

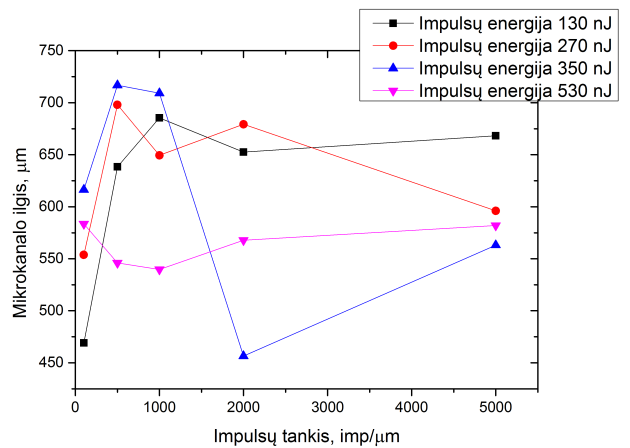
25 pav. a) Linijų ėsdinimas safyre, kuomet linijos buvo formuojamos naudojant pirmąją harmoniką, kai iš vieno spindulio padalinti du vienodos energijos spinduliai, susikerta laike ir erdvėje. Impulso trukmė 270 fs. Ėsdinta 330 minučių, naudojant 40 % HF tirpalą. b) Praėsdintų linijų ilgio priklausomybė nuo formuotai linijai tenkančio impulsų tankio esant skirtingoms impulso energijoms.

pulsus, kurių poliarizacija statmena, tačiau impulso trukmė buvo padidinta iki 600 fs (26 a pav.). Gauti rezultatai parodė, jog esant impulso energijai 130 nJ, o impulsų tankiui 1000 imp/μm, ėsdinimo sparta lygi net 124 μm/h, palyginti tokiais pat parametrais formuojant linijas tūryje naudojant du impulsus tik impulso trukmę sumažinant iki 270 fs ėsdinimo sparta lygi 74 μm/h, taigi gauname net 1,67 karto geresnį ėsdinimą (26 b pav.). Lyginant kuomet linijos formuojamos naudojant vieną spindulį ir impulso trukmę lygią 270 fs, ėsdinimo sparta lygi 52 μm/h, taigi naudojant du padalintus spindulius vienodomis energijomis, bei impulso trukmę lygią 600 fs, gauname net 2,3 karto geresnę ėsdinimo spartą. Taigi padarius ėsdinimo analizę buvo prieita prie išvados, jog tinkamiausi parametrai formuoti safyre trimačius darinius yra naudojant du padalintus impulsus, kurių energijos yra vienodos ir bendra suma lygi 130 nJ, impulsų tankis lygus 1000 imp/μm, impulsų trukmė lygi 600 fs. Naudojant šiuos parametrus, pavyko safyro tūryje išėsdinti liniją (naudojant 40 % fluoro rūgšties tirpalą, ėsdinta 5,5 h arba 330 minučių), kurios ilgis siekia 685 μm.

Radus geriausią ėsdinimo režimą, buvo taip pat išsiaiškinta koks atstumas tarp viena šalia kitos suformuotų linijų turi būti, kad ėsdiklis praėsdintų vientisai suformuotų kelių linijų masyvą (27 pav.). Eksperimento metu buvo suformuoti 7 linijų masyvai po 12 linijų, tarp kurių atstumas buvo keičiamas nuo 0,25 μm iki 1,5 μm, kas 0,25 μm. Gauti rezultatai parodė, jog kai tarpas tarp suformuotų linijų yra 1 μm, galima užfiksuoti atskirai suformuotas ir praėsdintas linijas, tačiau bendrai pats visas masyvas praėsdintas nėra. Tačiau esant tarpui nuo 0,5 μm iki 0,75 μm tarp suformuotų ir praėsdintų linijų safyro tūryje atskirų linijų išvelgti nebegalima, nes ėsdiklis praėsdino pilnai visą suformuotą linijų masyvą. Taigi 0,75 μm atstumas tarp linijų yra



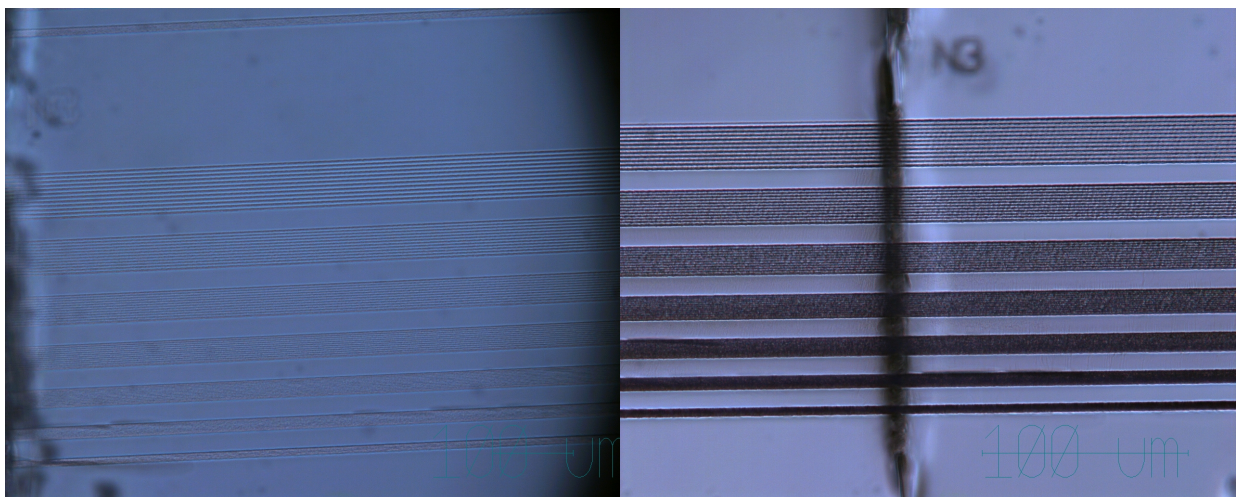
(a)



(b)

26 pav. a) Linijų ėsdinimas safyre, kuomet linijos buvo formuojamos naudojant pirmąją harmoniką, kai iš vieno spindulio padalinti du vienodos energijos spinduliai, susikerta laike ir erdvėje. Impulso trukmė 600 fs. Ėsdinta 330 minučių, naudojant 40 % HF tirpalą. b) Praėsdintų linijų ilgio priklausomybė nuo formuotai linijai tenkančio impulsų tankio esant skirtingoms impulso energijoms.

optimalus, norint išėsdinti pavienes linijas safyro tūryje ir suformuoti praėsdintą plokštumoje darinį.



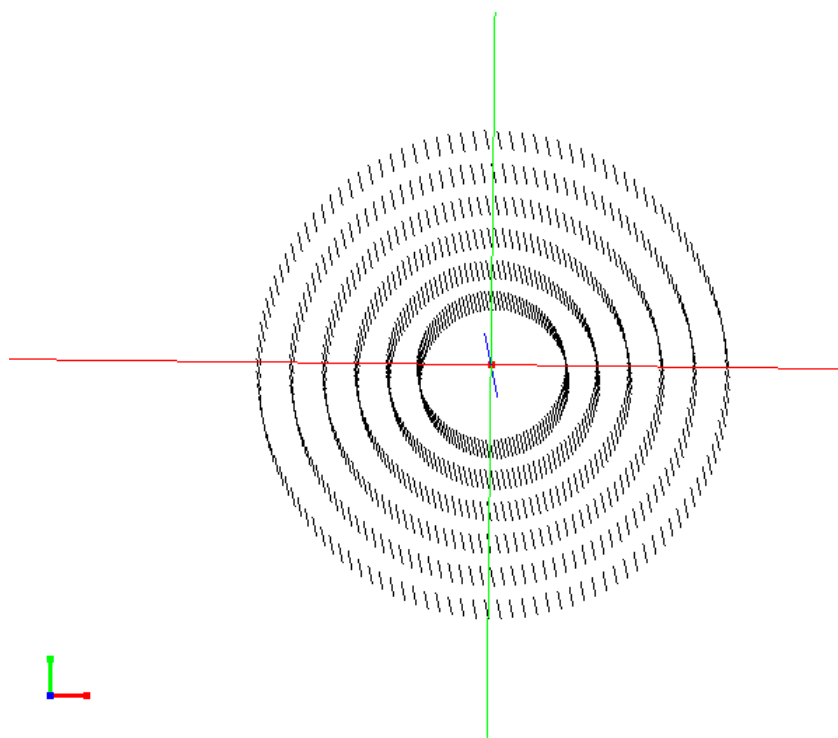
(a)

(b)

27 pav. a) Safyro tūryje suformuoti linijų masyvai, esant skirtingiems tarpams tarp linijų. b) Praėsdinti linijų masyvai, kuriuose linijos yra suformuotos naudojant skirtingus tarpus tarp linijų.

3.9 Trimačių darinių formavimas ir ėsdinimas safyre

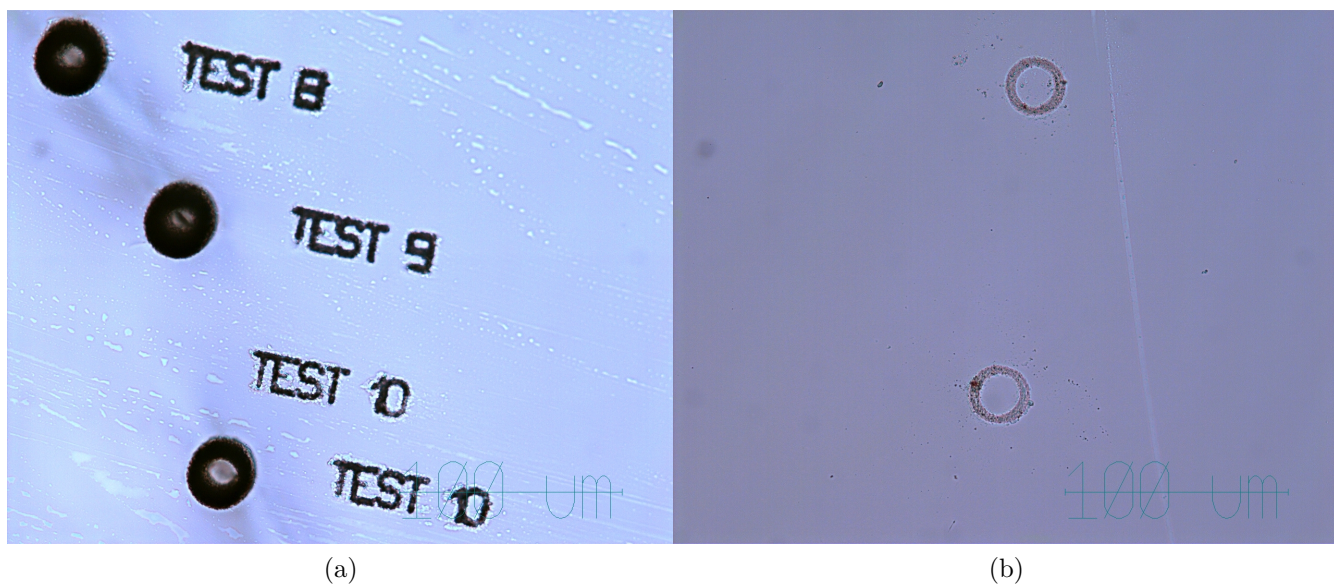
Lavalio tūtos safyre buvo formuojamos naudojant linijų metodą, kuomet visa trimatis darinys yra išskaidoma į linijas, tarp kurių nustatėme $0,75 \mu\text{m}$ tarpą. Kadangi šis darinysturi būti suformuota per visą safyro storį, kuris lygus 3 mm, tokį darinį suformuoti užtruktų labai ilgai - nuo keliasdešimt ir daugiau valandų. Todėl pirmiausiai buvo nuspręsta suformuoti nedidelio skersmens tuščiavidurį cilindą, kurio ilgis būtų 3 mm. Taip buvo galima sutaupyti laiko formuojant tokį darinį. Tokį cilindrą užtruktavo suformuoti nuo 15 minučių iki 1,5 h, priklausomai nuo to, kokį pasirenkame impulsų tankį. Toks cilindras buvo įrašytas kai linijų modifikacijos yra formuojamos vertikaliai - nuo bandinio dugno iki bandinio paviršiaus. Tokį cilindrą sudarė atskiri 6 cilindrai (28 pav.), kurių radiusas keitėsi nuo $10 \mu\text{m}$ iki $30 \mu\text{m}$.



28 pav. Programoje "SCA" parašyto algoritmo, suformuojant tuščiavidurį cilindrų masyvą, rezultatas

Suformavus tokį darinį safyre, buvo užfiksuotos paviršiuje (29 a pav.) ir safyro dugne (29 b pav.) sufokusuotos lazerinės spinduliuotės sukeltos modifikacijos, todėl galima daryti išvadą, jog modifikacijos padarytos per visą safyro storį.

Safyras, kuriame buvo suformuoti tuščiaviduriai cilindrai, buvo ėsdinamas 40 % HF tirpale naudojant ultragarsinę vonelę (vandens temperatūra ultragarsinėje vonelėje $70 \text{ }^\circ\text{C}$) 65 valandas arba 3900 minutes. Gauti rezultatai rodo, jog tiek laiko neužtenka praėsdinti 3 mm storio safyro bandinį kiaurai. Pastebėta, jog safyro paviršiuje ir dugne užfiksuotos modifikacijos prasiedino, tačiau pilnai per visą safyro storį neprasiskverbė, todėl pilnai praėsdinti safyro padėklo nepavyko.



29 pav. a) Safyro paviršiuje užfiksuotos lazerine spinduliuote padarytos modifikacijos formuojant tuščiavidurį cilindrą b) Safyro dugne užfiksuotos lazerine spinduliuote padarytos modifikacijos formuojant tuščiavidurį cilindrą.

Pagrindiniai rezultatai ir išvados

1. Buvo parodyta, jog pasinaudojant FLICE (cheminio ėsdinimo panaudojimas po apšvitos femtosekundiniu lazeriu) metodu, lydytame kvarce galima suformuoti ir išėsdinti sudėtingus trimačius darinius - asferinio mikrolęšio sistemą ir Lavalio tūtą.
2. Femtosekundiniu lazeriu nemodifikuoto lydyto kvarco ėsdinimo sparta yra lygi $\sim 20 \mu\text{m/h}$, o modifikuotos medžiagos ėsdinimo sparta yra lygi $\sim 984 \mu\text{m/h}$. Ėsdinimui naudotas 15% HF tirpalas, ėsdinta kambario temperatūroje. Modifikuotos ir nemodifikuotos medžiagos ėsdinimo sparta skiriasi apie 50 kartų.
3. Modifikuotas safyras ėsdinasi sparčiau, kuomet modifikacijos yra formuojamos naudojant pirmąją harmoniką. Didžiausia ėsdinimo spartą pavyko gauti formuojant kanalus safyro tūryje naudojant du pluoštus su vėlinimo liniją, kai padalinti pluoštai yra vienodų energijų ir statmenų poliarizacijų. Kuomet impulsų trukmė 600 fs, impulsų energija 130 nJ, impulsų tankis lygus $1000 \text{ imp}/\mu\text{m}$, ėsdinimo sparta siekia net $124 \mu\text{m/h}$. Ėsdinimui naudotas 40% HF tirpalas, ėsdinta 70°C temperatūroje.
4. Suformuoti tuščiaviduriai cilindrai per visą 3 mm safyro storį neišėsdina visiškai per 65 valandas naudojant ultragarsinę vonebę bei 40 % HF tirpalą, 70°C temperatūroje.

Konferencijų pranešimai

1. L. Rimgaila, V. Stankevič, G. Račiukaitis, Aukšto efektyvumo tūrinių Brego gardelių kūrimas naudojantis femtosekundinę spinduliuotę lydytame kvarce, 41 – oji Lietuvos nacionalinė fizikos konferencija, Vilnius, Lietuva, 2015
2. L. Rimgaila, V. Stankevič, G. Račiukaitis, Microfluidic Lens Formation In Fused Silica Using Femtosecond Laser Radiation, "International School on Lasers in Materials Science", Venice, 2016.
3. V. Tomkus, L. Rimgaila, V. Stankevič and G. Račiukaitis, Supersonic Three-dimensional Sapphire Micronozzles for Laser-Plasma Wakefield Accelerators, The 15th International Conference on X-Ray Lasers, Japan, 2016.
4. V. Tomkus, L. Rimgaila, V. Stankevič and G. Račiukaitis, Plasma Guiding and Scattering Microstructures for Laser Driven Thompson Sources, Nuclear Photonics, USA, 2016.

Literatūros sąrašas

- [1] K. M. Davis, K. Miura, N. Sugimoto, K. Hirao, Writing waveguides in glass with a femto-second laser., *Optics letters* **21**(21), 1729–1731 (1996).
- [2] Y. Shimotsuma, P. G. Kazansky, J. Qiu, K. Hirao, Self-organized nanogratings in glass irradiated by ultrashort light pulses., *Physical review letters* **91**(24) (2003).
- [3] A. Marcinkevičius, S. Juodkazis, M. Watanabe, M. Miwa, S. Matsuo, H. Misawa, J. Nishii, Femtosecond laser-assisted three-dimensional microfabrication in silica, *Optics Letters* **26**(5), 277–279 (2001).
- [4] R. Osellame, H. Hoekstra, G. Cerullo, M. Pollnau, Femtosecond laser microstructuring: an enabling tool for optofluidic lab-on-chips, *Laser Photonics Reviews* **5**(3), 442–463 (2011).
- [5] K. Schmid, L. Veisz, Supersonic gas jets for laser-plasma experiments, *Review of Scientific Instruments* **83**(5), 053304 (2012).
- [6] D. P. Umstadter, All-laser-driven thomson x-ray sources, *Contemporary Physics* **56**(4), 417–431 (2015).
- [7] L. V. Keldysh, Ionization in the field of a strong electromagnetic wave, *Sov. Phys. JETP* **20**(5), 1307–1314 (1965).
- [8] R. Osellame, G. Cerullo, R. Ramponi, *Femtosecond Laser Micromachining: Photonic and Microfluidic Devices in Transparent Materials* (2012).
- [9] C. B. Schaffer, A. Brodeur, E. Mazur, Laser-induced breakdown and damage in bulk transparent materials induced by tightly focused femtosecond laser pulses, *Measurement Science and Technology* **12**(11), 1784–1794 (2001).
- [10] A. Marcinkevičius, V. Mizeikis, S. Juodkazis, S. Matsuo, H. Misawa, Effect of refractive index-mismatch on laser microfabrication in silica glass, *Applied Physics A* **76**(2), 257–260 (2003).
- [11] S. Juodkazis, K. Nishimura, S. Tanaka, H. Misawa, E. G. Gamaly, B. Luther-Davies, L. Hallo, P. Nicolai, V. T. Tikhonchuk, Laser-induced microexplosion confined in the bulk of a sapphire crystal: Evidence of multimegabar pressures, *Phys. Rev. Lett.* **96**, 166101 (2006).
- [12] B. Poumellec, M. Lancry, A. Chahid-Erraji, P. G. Kazansky, Modification thresholds in femtosecond laser processing of pure silica: review of dependencies on laser parameters, *Optical Materials Express* **1**(4), 766 (2011).

- [13] S. M. Eaton, M. L. Ng, R. Osellame, P. R. Herman, High refractive index contrast in fused silica waveguides by tightly focused, high-repetition rate femtosecond laser, *Journal of Non-Crystalline Solids* **357**(11-13), 2387–2391 (2011).
- [14] J. W. Chan, T. Huser, S. Risbud, D. M. Krol, Structural changes in fused silica after exposure to focused femtosecond laser pulses., *Optics letters* **26**(21), 1726–1728 (2001).
- [15] M. Sakakura, M. Shimizu, Y. Shimotsuma, K. Miura, K. Hirao, Temperature distribution and modification mechanism inside glass with heat accumulation during 250 kHz irradiation of femtosecond laser pulses, *Applied Physics Letters* **93**(23), 1–5 (2008).
- [16] V. R. Bhardwaj, E. Simova, P. P. Rajeev, C. Hnatovsky, R. S. Taylor, D. M. Rayner, P. B. Corkum, Optically produced arrays of planar nanostructures inside fused silica, *Physical Review Letters* **96**(5) (2006).
- [17] S. Richter, C. Miese, S. Döring, F. Zimmermann, M. J. Withford, A. Tünnermann, S. Nolte, Laser induced nanogratings beyond fused silica - periodic nanostructures in borosilicate glasses and ULE™, *Optical Materials Express* **3**(8), 1161 (2013).
- [18] S. Richter, M. Heinrich, S. Döring, A. Tünnermann, S. Nolte, U. Peschel, Nanogratings in fused silica: Formation, control, and applications, *Journal of Laser Applications* **24**(4), 042008 (2012).
- [19] R. Buividas, M. Mikutis, S. Juodkazis, Surface and bulk structuring of materials by ripples with long and short laser pulses: Recent Advances, *Progress in Quantum Electronics* **38**(3), 119–156 (2014).
- [20] R. Buividas, T. Kudrius, R. Sliupas, L. Rosa, G. Sleky, S. Bagdonas, R. Rotomskis, S. Juodkazis, Ripple-patterned substrates for light enhancement applications, *Proc. SPIE* **7376**, 737602–737602–12 (2010).
- [21] D. Kim, W. Jang, T. Kim, A. Moon, K. S. Lim, M. Lee, I. B. Sohn, S. Jeong, Nanostructure and microripple formation on the surface of sapphire with femtosecond laser pulses, *Journal of Applied Physics* **111**(9) (2012).
- [22] M. Horstmann-Jungemann, J. Gottmann, D. Wortmann, Nano- and Microstructuring of SiO₂ and Sapphire with Fs-laser Induced Selective Etching, *Journal of Laser Micro Nanoengineering* **4**(2), 135–140 (2009).
- [23] V. R. Bhardwaj, P. P. Rajeev, P. B. Corkum, D. M. Rayner, Strong field ionization inside transparent solids, *Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics* **39**(13), S397–S407 (2006).

- [24] P. P. Rajeev, M. Gertsvolf, V. R. Bharwdaj, E. Simova, C. Hnatovsky, R. S. Taylor, D. M. Rayner, P. B. Corkum, Memory in nonlinear ionization of transparent dielectrics, *Physical Review Letters* 1–2 (2006).
- [25] R. Taylor, C. Hnatovsky, E. Simova, Applications of femtosecond laser induced self-organized planar nanocracks inside fused silica glass, *Laser and Photonics Reviews* **2**(1-2), 26–46 (2008).
- [26] C. Hnatovsky, R. S. Taylor, E. Simova, P. P. Rajeev, D. M. Rayner, V. R. Bhardwaj, P. B. Corkum, Fabrication of microchannels in glass using focused femtosecond laser radiation and selective chemical etching, *Applied Physics A-Materials Science and Processing* **84**(1-2), 47–61 (2006).
- [27] P. P. Rajeev, M. Gertsvolf, C. Hnatovsky, E. Simova, R. S. Taylor, P. B. Corkum, D. M. Rayner, V. R. Bhardwaj, Transient nanoplasmonics inside dielectrics, *Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics* **40**(11), S273–S282 (2007).
- [28] M. Beresna, M. Gecevičius, P. G. Kazansky, T. Taylor, A. V. Kavokin, Exciton mediated self-organization in glass driven by ultrashort light pulses, *Applied Physics Letters* **101**(5), 053120 (2012).
- [29] R. S. Taylor, C. Hnatovsky, E. Simova, P. P. Rajeev, D. M. Rayner, P. B. Corkum, Femtosecond laser erasing and rewriting of self-organized planar nanocracks in fused silica glass, *Opt. Lett.* **32**(19), 2888–2890 (2007).
- [30] Y. Shimotsuma, M. Sakakura, P. G. Kazansky, M. Beresna, J. Qiu, K. Miura, K. Hirao, Ultrafast manipulation of self-assembled form birefringence in glass, *Advanced Materials* **22**(36), 4039–4043 (2010).
- [31] E. N. Glezer, E. Mazur, Ultrafast-laser driven micro-explosions in transparent materials, *Applied Physics Letters* **71**(7), 882 (1997).
- [32] Y. Bellouard, A. Said, M. Dugan, P. Bado, Monolithic Three-Dimensional Integration of Micro-Fluidic Channels and Optical Waveguides in Fused Silica, *MRS Proceedings* **782**, A3.2 (2003).
- [33] C. Hnatovsky, R. S. Taylor, E. Simova, V. R. Bhardwaj, D. M. Rayner, P. B. Corkum, Polarization-selective etching in femtosecond laser-assisted microfluidic channel fabrication in fused silica, *Optics Letters* **30**(14), 1867–1869 (2005).
- [34] S. Kiyama, S. Matsuo, S. Hashimoto, Y. Morihira, Examination of etching agent and etching mechanism on femtosecond laser microfabrication of channels inside vitreous silica substrates, *The Journal of Physical Chemistry C* **113**(27), 11560–11566 (2009).

- [35] M. Hermans, Selective, Laser-Induced Etching of Fused Silica at High Scan-Speeds Using KOH, *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* **9**(2), 126–131 (2014).
- [36] R. Osellame, V. Maselli, R. M. Vazquez, R. Ramponi, G. Cerullo, Integration of optical waveguides and microfluidic channels both fabricated by femtosecond laser irradiation, *Applied Physics Letters* **90**(23), 231118 (2007).
- [37] S. Juodkazis, K. Nishimura, H. Misawa, T. Ebisui, R. Waki, S. Matsuo, T. Okada, Control over the Crystalline State of Sapphire, *Advanced Materials* **18**(11), 1361–1364 (2006).
- [38] S. Matsuo, Y. Shichijo, T. Tomita, S. Hashimoto, Laser fabrication of ship-in-a-bottle microstructures in sapphire, *Journal of Laser Micro Nanoengineering* (2), 114–116 (2007).
- [39] S. Matsuo, K. Tokumi, T. Tomita, S. Hashimoto, Three-Dimensional Residue-Free Volume Removal inside Sapphire by High-Temperature Etching after Irradiation of Femtosecond Laser Pulses, *Laser Chemistry* **2008**, 1–4 (2008).
- [40] D. Wortmann, J. Gottmann, N. Brandt, H. Horn-Solle, Micro- and nanostructures inside sapphire by fs-laser irradiation and selective etching, *Opt. Express* **16**(3), 1517–1522 (2008).
- [41] S. Juodkazis, Y. Nishi, H. Misawa, Femtosecond laser-assisted formation of channels in sapphire using KOH solution, *Physica Status Solidi (RRL) - Rapid Research Letters* **2**(6), 275–277 (2008).
- [42] M. Hörstmann-Jungemann, J. Gottmann, M. Keggenhoff, 3D-microstructuring of sapphire using fs-laser irradiation and selective etching, *Journal of Laser Micro Nanoengineering* **5**(2), 145–149 (2010).
- [43] X. Liu, D. Du, G. Mourou, Laser ablation and micromachining with ultrashort laser pulses, *IEEE Journal of Quantum Electronics* **33**(10), 1706–1716 (1997).
- [44] D. A. N. Ieto, J. U. A. Rines, G. E. M. O. Connor, M. A. T. Eresa, F. L. Rias, Single-pulse laser ablation threshold of borosilicate , fused silica , sapphire , and soda-lime glass for pulse widths of 500 fs , 10 ps , 20 ns, *Applied Optics* **54**(29), 8596–8601 (2015).
- [45] B. Chimier, O. Utéza, N. Sanner, M. Sentis, T. Itina, P. Lassonde, F. Légaré, F. Vidal, J. C. Kieffer, Damage and ablation thresholds of fused-silica in femtosecond regime, *Physical Review B* **84**(9), 094104 (2011).
- [46] G.-I. Kweon, C.-H. Kim, Aspherical Lens Design by Using a Numerical Analysis, *Journal of the Korean Physical Society* **51**(1), 93 (2007).

Lukas Rimgaila

DARINIŲ FORMAVIMAS KVARCO IR SAFYRO TŪRYJE FEMTOSEKUNDINIŲ
LAZERIU ASISTUOTO CHEMINIO ĖSDINIMO METODU

Santrauka

Pagrindinis šio darbo tikslas buvo suformuoti trimačius darinius lydyto kvarco ir safyro tūryje naudojant FLICE metodą - femtosekundinės spinduliuotės apšvitimas asistuojant cheminiu ėsdinimu. Taip pat buvo svarbu išsiaiškinti optimalius procesų parametrus. Buvo surasta, jog geriausi parametrai greičiausiam lydyto kvarco ėsdinimui (ėsdinimui naudotas 15% HF tirpalas), kuomet lazerio impulso trukmė lygi 270 fs, bei naudojant II harmoniką yra tokie: impulso energija - 600 nJ, impulsų tankis 2000 imp/ μm . Lydyto kvarco ėsdinimo sparta buvo lygi 984 $\mu\text{m}/\text{h}$. Lydyto kvarco tūryje buvo suformuota, bei išėsdinta Lavalio tūta, bei asferinis lęšis, kuris turėjo geras fokusavimo savybes. Safyro lazeriniam apdirbimui buvo naudotas naujas metodas - lazerio spindulys buvo padalintas į du vienodos energijos impulsus su statmenomis poliarizacijomis, bei suvesti erdvėje ir laike. Buvo surasta, jog geriausi parametrai greičiausiam safyro ėsdinimui (ėsdinimui naudotas 40% HF tirpalas), kuomet lazerio impulso trukmė lygi 600 fs, bei naudojant I harmoniką yra tokie: impulso energija - 130 nJ, impulsų tankis 2000 imp/ μm . Safyro ėsdinimo greitis buvo 124 $\mu\text{m}/\text{h}$. Per visą safyro bandinio storį buvo suformuotas 3 mm ilgio mikrocilindras, tačiau ėsdinant 65 h pilnai safyro bandinio praėsdinti nepavyko.

Lukas Rimgaila

STRUCTURES FORMATION IN FUSED SILICA AND SAPPHIRE USING
FEMTOSECOND LASER RADIATION AND CHEMICAL ETCHING

Summary

The main idea of this work was to fabricate three-dimensional structures in fused silica and sapphire using FLICE - femtosecond laser irradiation followed by chemical etching. The goal was to find the optimal process parameters. It was found, that the best laser parameters for the fastest fused silica selective etching when pulse duration is equal to 270 fs are these: laser pulse energy - 600 nJ, pulse density 2000 imp/ μm . Fused silica etching speed was 984 $\mu\text{m}/\text{h}$. There was designed, fabricated and tested aspherical lens system which has good focusing features, also we embedded Laval micronozzles in to fused silica volume. For the sapphire micromachining, new method was applied. The laser beam was split in to two equal energy beams with orthogonal polarisations and these beams were combined in space and time with no delay. The best laser parameters for the fastest sapphire selective etching when pulse duration is 600 fs are these: laser pulse energy - 130 nJ, wavelength - 1030 nm, pulse density 2000 imp/ μm . Sapphire etching speed was 124 $\mu\text{m}/\text{h}$. A microcylinder through whole sapphire depth of 3 mm was written with laser, however etching time of 65 hours was not long enough for whole body etching.