Vilniaus universitetas Fizikos fakultetas Lazerinių tyrimų centras

Robertas Grigutis FEMTOSEKUNDINIAIS LAZERIO IMPULSAIS INDUKUOTOS PAŽAIDOS TYRIMAS VIENASLUOKSNĖSE DIELEKTRINĖSE DANGOSE: NUOVARGIO MODELIŲ PAIEŠKA

Magistrantūros studijų baigiamasis darbas

Lazerių fizikos ir optinių technologijų studijų programa

Studentas Leista ginti Darbo vadovas LTC direktorius Robertas Grigutis 2018-05-28 Doc. Dr. Andrius Melninkaitis Prof. Dr. Roaldas Gadonas

Vilnius 2018

Įv	vad	as		1	
1		Literatūros apžvalga2			
	1.1	Dielek	trikų pažaida	2	
	1.2	2 Defekt	inių būsenų formavimasis dielektrikuose	3	
	1.3	3 Surišti	eji eksitonai	4	
	1.4	4 Vidini	ų defektų ištakos	5	
	1.5	5 Nuova	rgio kreivės modeliai	7	
		1.5.1	Modelių tipai	7	
		1.5.2	Modelis "Jee"	8	
		1.5.3	Modelis "Logarithmic"	9	
		1.5.4	Modelis "Neuenschwander"	10	
		1.5.5	Standartinis (ISO) modelis	11	
		1.5.6	Modelis "Arenberg I" ir modelis "Arenberg II"	12	
		1.5.7	Modelis "Allenspacher"	14	
		1.5.8	Modelis "Logistic"	15	
		1.5.9	Modeliams būdingos diagramos	15	
2		Darbo m	netodika	17	
	2.1	Bandir	ių paruošimas	17	
	2.2	2 Ekspei	imento schema	18	
	2.3	3 S-į-1 p	ažaidos slenksčio matavimo metodas	19	
	2.4	4 Pažaid	os mechanizmų atskyrimas	19	
	2.5	5 Charal	tteringosios pažaidos kreivės aproksimavimas empiriniais ir teoriniais modeliais	20	
3		Rezultat	ai ir jų aptarimas		
	3.1	Morfo	logijų ypatumai	22	
	3.2	2 Nuova	rgio kreivės	24	
	3.3	3 Aprok	simavimas modeliais	29	
4		Pagrindi	niai rezultatai ir išvados		
5		Literatū	ros sąrašas		

Turinys

Įvadas

Lazerinių sistemų pagrinda sudaro įvairūs optiniai elementai. Jie lemia svarbiausius lazerio parametrus, tokius kaip galia, bangos ilgis, impulsu pasikartojimo dažnis, impulso trukmė ir t.t. Tačiau tuo pačiu jie ir riboja lazerinių sistemų maksimalia generuojama galia, kadangi dėl intensyvios lazerio spinduliuotės saveikos su medžiaga, gali ivykti optinių elementu pažaida. Dažniausiai lazerio indukuota pažaida įvyksta ne iš karto, tačiau po tam tikro laiko dėl pasireiškiančio, taip vadinamo inkubacijos (kaupimo) arba nuovargio efekto, kuris salygoja tai, kad medžiagoje, didėjant sugertos lazerio šviesos dozei (impulsu skaičiui), joje didėja defektinių būsenų tankis, kol įvyksta pažaida. Dėl šios priežasties, optinio atsparumo tyrimai įgauna vis didesne svarba, tiek tobulinant lazerinių komponentų gamybos procesus, tiek ir prognozuojant lazerinių sistemų ilgaamžiškuma ir patikimuma. Norint ivertinti, optinio elemento atsparuma lazerio spinduliuotei, vra atliekami S-i-1 testai (S vra impulsu skaičius), kuriu metu apskaičiuojamas elemento pažaidos slenkstis tam tikrai apšvitos dozei (kritusių i bandini impulsu skaičiui). Pažaidos slenksčiu yra laikoma didžiausia energijos įtėkio vertė, kuriai esant optinis komponentas dar nėra pažeidžiamas. Paprastai, pažaidos slenkstis mažėja, didėjant impulsų skaičiui (nuovargio efektas). Šiandien yra iprasta matuoti lazerio indukuota pažaidos slenksti sukaupiant 10³ impulsų apšvitos dozę į vieną bandinio vietą. Optinio atsparumo testai su didesnėmis impulsu dozėmis vra labiau pageidautini, tačiau dažnai jie pernelvg brangūs tiek kainos, tiek laiko prasme. Vis dėl to testai su mažomis dozėmis neatspindi realiu darbo salvgu su lazerine sistema: realiame gyvenime impulsu dozės būna gerokai didesnės. Vienas iš galimų sprendimų šiai problemai galėtų būti turimų mažos dozės senėjimo duomenų ekstrapoliavimas įvairiais modeliais, siekiant prognozuoti senėjimą didesnėms dozėms. Norint tinkamai ekstrapoliuoti duomenis, reikia išpildyti kelias sąlygas: surinkti pakankamai eksperimentinių duomenų ir žinoti dėsnius, kuriais medžiagos nuovargio efektas yra geriausiai aprašomas. Iš čia išplaukia mano tiriamojo darbo tikslas ir uždaviniai.

Šio darbo tikslas yra: atrinkti literatūroje žinomus modelius, kurie geriausiai aprašo lazeriu inicijuotą senėjimą optiniuose elementuose, veikiant juos femtosekundinio lazerio impulsais.

Pagrindiniai darbo uždaviniai:

- 1. Atlikti literatūros apžvalgą apie lazeriniais impulsais indukuotą nuovargio efektą ir žinomus senėjimo modelius.
- 2. Išmatuoti 9 bandinių charakteringąsias pažaidos kreives.
- 3. Atskirti išmatuotų bandinių pažaidos modas (spalvinę ir katastrofinę) bei nustatyti jų pažaidos kreives.
- 4. Aproksimuoti ir ekstrapoliuoti spalvinės ir katastrofinės modų nuovargio kreives matematiniais modeliais.

1 Literatūros apžvalga

1.1 Dielektrikų pažaida

Lazerio indukuota pažaida didelio draustinės juostos pločio medžiagose, tokiose kaip dielektrikai, yra ypatingai netiesinis procesas. Be jokios abejonės, kad grynose medžiagose su dideliu draustinės juostos pločiu, pažaida yra susijusi su sparčiu laidumo juostos elektronų sukūrimu. Didelis skaičius eksperimentinių ir teorinių studijų buvo atlikta, norint nustatyti įvairių medžiagų pažaidos mechanizmus, iš kurių daugiausia dėmesio buvo skirta, nustatant pažaidos slenksčio prieklausą nuo lazerio impulso trukmės. Paprastai, dielektrinių medžiagų pažaidos slenkstis yra matuojamas slenkstiniu energijos įtėkiu (angl. fluence threshold). Yra gerai žinoma, kad, kai impulso trukmė yra 10 ps arba didesnė, kuomet pasireiškia terminė difuzija, tai lazerio slenkstinis energijos įtėkis, su kuriuo medžiaga jau yra pažeidžiama, tiesiogiai priklauso nuo lazerio impulso trukmės kvadratinės šaknies $\sqrt{\tau_p}$ (**1.1 pav.**) [1–3]. Tačiau, vykstant femtosekundinio lazerio sąveikai su didelio draustinės juostos pločio dielektrikais, kai lazerio impulso trukmė yra daug mažesnė nei charakteringas terminės difuzijos laikas, pažaidos slenkstis nukrypsta nuo tokio kvadratinės šaknies mastelio dėsnio.



1.1 pav. Femtosekundinio 800 nm lazerio indukuoto pažaidos slenksčio prieklausa nuo lazerio impulso trukmės [3,4]

Yra gerai žinoma, jog dielektrinių medžiagų pažaidos slenkstis yra žemesnis daugiaimpulsėms ekspozicijoms, lyginant su vieno impulso apšvita. Šis efektas yra vadinamas optiniu nuovargiu (angl. optical fatigue effect) ir pasireiškia dėl defektų inkubacijos reiškinių [5–7]. Pažaidos slenkstį atitinkantis energijos įtėkis $F_{th}(N)$ yra impulsų skaičiaus N funkcija, kuri, didėjant impulsų skaičiui, monotoniškai mažėja ir gali pasiekti įsisotinimo vertę $F_{th}(\infty)$. Su visomis vertėmis, esančiomis žemiau $F_{th}(\infty)$, pažaida neatsiranda. Šios įsisotinimo vertės santykis su vieno impulso pažaidos slenksčiu $\left[R \equiv \frac{F_{th}(\infty)}{F_{th}(1)}\right]$ paprastai įgyja vertes tarp 0,1 ir 0,9 dielektrinių oksidų dangų atveju [7]. Inkubacijos reiškinys teigia, jog lazerio spinduliuotės sukeltos medžiagos

modifikacijos silpnina pačią medžiagą vėlesniems lazerio impulsų ekspozicijoms, t.y. reikia vis mažesnės lazerio impulso energijos, norint sukelti pažaidą [6]. Neseniai buvo sukurtas teorinis modelis, kuris kaip dielektrikų optinio nuovargio kriterijų naudojo kritinį elektronų tankį laidumo juostoje [1,3,8–10]. Kritinis elektronų tankis N_{cr} yra pasiekiamas, kai plazmos dažnis sutampa su lazerio dažniu [11], pavyzdžiui, $N_{cr} \sim 10^{21}$ cm⁻³ yra pasiekiamas, kai $\lambda = 800$ nm. Remiantis šiuo modeliu, elektronai yra sužadinami iš valentinės juostos į laidumo juostą dėl sąveikos tarp daugiafotonės jonizacijos ir valentinės juostos elektronų smūginės jonizacijos. Daugiaimpulsė pažaida yra susijusi su elektronų kaupinimu tarpjuostinėse (angl. mid-gap) būsenose (įgimtos arba lazerio sukeltos būsenos), kurios yra jonizuotos ir todėl gali pradėti (angl. seed) elektronų griūtinį (angl. avalanche) procesą, dėl kurio medžiaga tampa pažeidžiama su žemesniais energijos tankiais, net jei tarpjuostinių būsenų koncentracija yra maža [7].

Tarpjuostinių būsenų šaltinis gali būti tarpjuostinių būsenų taškiniai defektai. Idealiose joninio tipo kristalinėse medžiagose elektronai ir skylės dėl surišimo draustinėje juostoje gali spontaniškai sukurti lokalizuotas būsenas [12]. Šie surišti elektronai/skylės gali pagauti papildomą krūvį. Tuomet bus suformuota trumpalaikė būsena, kuri yra vadinama surištuoju eksitonu. Per atominę dislokalizaciją, surištieji eksitonai gali suformuoti ilgai gyvuojančias būsenas, kurios yra vadinamos spalvos centrais. Situacija yra sudėtingesnė optinėse dangose, kurios nėra nei grynai kristalinės, nei amorfinės. Iš vienos pusės, iš anksto esami defektai, kurie atsiranda dėl plono sluoksnio padengimo technikų netobulumo [13], gali sukurti tarpjuostines būsenas. Pavyzdžiui, oksidų defektai yra vakancijos ir tarpatominiai jonai. Iš kitos pusės, papildomi defektai gali būti sukurti lazerio spinduliuote.

1.2 Defektinių būsenų formavimasis dielektrikuose

Bendrai kalbant, intensyvaus femtosekundinio lazerio impulsų energija, sugerta kietojo kūno, gali būti paversta į elementariuosius elektroninius sužadinimus: elektronai ir skylės, kurie relaksuoja ir praranda savo energiją kietojo kūno viduje per kartu delokalizuotą ir lokalizuotą krūvininko-gardelės sąveikos kanalus [14]. Kai kuriems dielektrikams su didele draustinės energijos juosta, svarbiausias relaksacijos mechanizmas yra energijos lokalizacija elektrono ir skylės porose, kurios kuria surištus (angl. self-trapped) krūvininkus, ypač surištuosius eksitonus (self-trapped excitons (STE)), kurie suteikia energiją, būtiną lokalizuotiems gardelės persiskirstymams ir tokiu būdu defektų sukūrimui.

Per netiesinę jonizaciją, sąveika tarp intensyvaus femtosekundinio lazerio impulso su dielektrikais, kurie turi platų draustinės energijos juostos plotį, sukelia elektronų sužadinimą iš valentinės juostos į laidumo juostą, kurio metu valentinėje juostoje lieka skylė. Elektronas ir skylė, būdami priešingų krūvių, gali susijungti vienas su kitu dėl vykstančios Kulono traukos, ir sudaryti neutralaus krūvio eksitoną. **1.2 pav.** yra pavaizduoti eksitono energijos lygmenys netoli laidumo juostos ir du pagrindiniai keliai, kuriais gali būti sukuriamas eksitonas [4]. Bendru atveju, eksitonai gali būti arba silpnai, arba stipriai surišti, tačiau medžiagose su plačiu draustinės juostos pločiu ir su paprastai maža dielektrine konstanta, jie yra stipriai surišti ir lokalizuoti šalia vieno atomo.

Eksitonai gali būti sukurti, vykstant daugiafotonės jonizacijos sužadintų elektronų neelastinei sklaidai, kuri lėtina elektronus laidumo juostoje (**1.2 pav. (a**)) arba, vykstant kelių fotonų tiesioginei rezonansinei sugerčiai (**1.2 pav. (b**)). Didelio draustinės juostos pločio medžiagose surišimas elektrono ir skylės porų į eksitonus yra labai greitas procesas ir paprastai įvyksta trumpiau nei per 1 ps.



1.2 pav. Schema, vaizduojanti eksitono energijos lygmenį ir du pagrindinius kelius, kuriais gali būti sukuriamas eksitonas: (a) daugiafotonės jonizacijos sužadintų elektronų neelastinė sklaida; (b) kelių fotonų tiesioginė rezonansinė sugertis.

Eksitonai yra nestabilūs ir gali rekombinuoti, t.y. jie gali relaksuoti per delokalizuotus arba lokalizuotus kanalus. Didelio draustinės juostos pločio dielektrikuose, kurie yra stipraussukabinimo (angl. strong-coupling) kietieji kūnai, eksitonams lokalizuoto surišimo mechanizmas yra labiau tikėtinas negu sklaidos mechanizmas. Dėl šios priežasties, elektroninė sužadinimo energija šiose medžiagose yra lokalizuojama, susikuriant surištiesiems eksitonams, kurie atsiranda dėl laisvos eksitono relaksacijos arba, kai pagauta skylė pagauna elektroną.

1.3 Surištieji eksitonai

Pagrindinis susidomėjimas STE būsenomis dielektrikuose atsirado dėl to, kad jos yra susijusios su elektroninio sužadinimo virsmu į energetinius atominius procesus, tokius kaip defektų formavimas. Bendrai kalbant, surišimas apibūdina krūvininkus, lokalizuotus gardelės vietoje, kuri iš pradžių yra be gardelei būdingų defektų, pavyzdžiui, vakancijų, tarpatomių ar priemaišų. Surištieji eksitonai gali atsirasti dėl mažo atominio poslinkio (angl. displacement), kuris pagilina potencialinę duobę, kurioje būna krūvininkas. Lokalizuota gardelės deformacija gali atsirasti dėl mažo nuotolio kovalentinio molekulinio ryšio arba didelio nuotolio elektrostatinės poliarizacijos, susijusios su jonų poslinkiais. Terminės fliuktuacijos gali suteikti energijos mažiausiai vienai gardelės vietai su pakankama momentine deformacija, kad galėtų prasidėti eksitonų surišimas.

Eksitonai gali būti pagauti dėl jų sąveikos su gardelės iškraipymais ir taip suformuoti surištuosius eksitonus. Skylės taip pat gali būti pagautos gardelės iškraipymuose, kurie, pagaudami

ir elektroną, sukuria STE. Medžiagos, kuriose pasireiškia eksitonų surišimas, dažniausiai yra izoliatoriai su dideliu draustinės juostos pločiu, pavyzdžiui, šarminiai halogenidai ir SiO₂. Šarminių halogenidų kristaluose [15], kuriuose draustinės juostos plotis yra nuo 5,9 eV (NaI) iki 13,7 eV (LiF), surištą eksitoną sudaro elektronas, Kulono lauku saistomas aplinkinių šarminių jonų, ir skylė, kuri užima halogeno jono (X_2^-) orbitalę. Panaši situacija yra ir su SiO₂, kuris yra pagamintas iš SiO₄ tetraedrų, sudarytų iš centre esančio silicio ir keturiuose kampuose esančių deguonies atomų [16]. Eksitonų surišimo procesą lydi stiprus SiO₂ gardelės iškraipymas. Kadangi Si-O-Si ryšys susilpnėja, deguonies atomas palieka savo pusiausvyros padėtį tetraedre. Dėl to susiformuoja silicio ir deguonies nestabilūs ryšiai (angl. dangling bonds). Surišto eksitono skylė pasilieka ant deguonies nestabilaus ryšio, o elektronas - ant silicio nestabilaus ryšio.

Energijos pernešimas iš STE būsenų vyksta peršokimo (angl. hopping) difuzijos būdu. Kai surištieji eksitonai rekombinuoja, jie skleidžia charakteringą liuminescenciją, kuri gali būti ištirta su laikinės skyros (angl. time-resolved) spektroskopija [17–19]. Pavyzdžiui, aukšto grynumo kvarcas, kurį apšviečia lazeris, skleidžia mėlynąją liuminescenciją (~ 2,8 eV), kuri atitinka didelį Stokso poslinkį, lyginant su draustinės juostos pločiu [20]. Didelio draustinės juostos pločio dielektrikuose lokalizuotas relaksacijos kanalas, kuris veda prie STE būsenų sukūrimo, koreliuoja su laikinų ir pastovių gardelės defektų atsiradimu ir kaupimusi.

1.4 Vidinių defektų ištakos

Optinis sužadinimas gali būti pakankamas, kad generuotų vakancijas ir tarpatomius dielektrikų gardelėse. Defektas gali būti vidinis arba išorinis. Naujausi STE struktūrų tyrimai [14] leido daug geriau suprasti vidinių defektų formavimosi mechanizmus. Dielektrike, kuriame nepasireiškia eksitonų surišimas, elektroninis sužadinimas išliks visiškai delokalizuotu. Eksitonų surišimas gali suteikti reikiamos energijos (paprastai kelių eV) vidinių defektų, tokių kaip vakancijų ir tarpatomių porų, inicijavimui.

Lazeriu apšviestuose halogeniduose, SiO₂ ir kitose didelio draustinės juostos pločio medžiagose, kuriose vyrauja stiprūs elektrono ir gardelės ryšiai, defektų formavimosi eksitoninis mechanizmas yra pakankamai gerai suprastas. F-centrai ir H-centrai [14] yra pagrindiniai defektai, kurie susiformuoja dėl surištojo eksitono skilimo halogeniduose (**1.3 pav.**). Įvykus netiesinei jonizacijai, kuri generuoja elektronus ir skyles, defektai pradeda formuotis, kai susikuria eksitonai, kurie vėliau tampa surištaisiais eksitonais. Tuomet prasideda izomerinė transformacija iš surištojo eksitono į Frenkelio defekto porą, kurią sudaro F-centras (halogeno vakancija su surištuoju elektronu) ir H-centras (tarpatominis halogeno jonas, surištas su gardelės halogeno jonu). Off-centro relaksacija yra lemiamas procesas, kuris veda prie surištojo eksitono suirimo. Surištasis eksitonas palaipsniui yra pakeičiamas į stabilią vakancijos ir tarpatomio defekto porą, vykstant H-centro perkėlimui iš jo sukūrimo taško, toli nuo rekombinacijos su elektrono bangine funkcija, surišta su F-centru.



1.3 pav. Schema, vaizduojanti defektų susidarymą iš surištųjų eksitonų: (a) on-centro surištasis eksitonas; (b) off-centro surištasis eksitonas; (c) F-H pora šarminiame halogenide. Maži apskritimai vaizduoja šarminius, o dideli – halogeno jonus [4]

SiO₂ medžiagoje E' (deguonies vakansija) ir nesurištieji deguonies-skylės centrai (angl. non-bridging oxygen hole center – "NBOHC") [14] yra analogiški F-H centrams šarminiuose halogeniduose (**1.4 pav.**). Deguonies vakancija SiO₂ medžiagoje iš esmės yra nestabilus (angl. dangling) silicio ryšys [Si*]. Išstumtas deguonies atomas pereina į nesurištąją deguonies-skylės centro būseną [Si-O*], kuri gali baigtis peroksi jungtimi [Si-O-O-Si] arba radikalu [Si-O-O*], kuris yra surištojo eksitono izomeras. **1.4 pav.** taip pat rodo lazerio spinduliuote apšviečiamo SiO₂ supaprastintą energijos lygmenų diagramą. Taškiniai defektai, kurie atsiranda dėl surištųjų eksitonų irimo, prideda daugiau energijos lygmenų, lyginant su priemaišų atveju.



1.4 pav. Schema, vaizduojanti SiO₂ eksitono ir vidinių defektų energijos lygmenis [4]

Taigi, apšviečiant medžiagą intensyvia femtosekundinio lazerio spinduliuote, pradeda formuotis taškiniai defektai, kurie atsiranda dėl surištųjų eksitonų irimo. Šių elektroninių defektų skaičius auga labai smarkiai ir gali susiformuoti defektų spiečiai. Tokiu būdu medžiagoje yra sukuriama makroskopinė struktūrinė pažaida. Be to, smarkus laikino tūrio padidėjimas, kuris asocijuojasi su eksitonų surišimu, gali sukurti šoko bangos tipo perturbaciją, kuri galiausiai pažeidžia medžiagos gardelę.

Sekančiame 1.5 skyriuje bus pristatytas nuovargio kreivių klasifikavimas, 8 nuovargio kreivės empiriniai ir teoriniai modeliai bei aptartas netiesinio aproksimavimo metodas.

1.5 Nuovargio kreivės modeliai

1.5.1 Modelių tipai

Lazerio indukuotas pažaidos slenkstis yra apibrėžiamas kaip didžiausia energijos įtėkio vertė, su kuria medžiagoje dar yra nestebima pažaida. Norint įvertinti šį slenkstį, yra atliekami destruktyvūs S-į-1 testai, kurių metu yra gaunama lazerinio išgyvenimo kreivė (angl. laser survivability curve (LSC)), kuri rodo pažaidos slenksčio prieklausą nuo lazerio impulsų skaičiaus. Ši kreivė apibrėžia saugaus darbo režimą ties kiekviena impulsų klase. Galima išskirti keturis skirtingus išgyvenimo kreivės tipus. I-III tipo modeliai (**1.5 pav.**) sako, jog egzistuoja gerai apibrėžtas slenkstinis energijos įtėkis, t.y. kiekvienos impulsų klasės pažaidos tikimybės yra aproksimuojamos pažaidos tikimybės modeliu, kuris turi apibrėžtą slenksčio parametrą (baigtinę asimptotę).



1.5 pav. Išgyvenimo kreivės tipai

Tuo tarpu, IV tipo modeliai turi pažaidos slenksčio parametrą, kuris yra arba lygus nuliui, arba jis nėra tiksliai apibrėžtas. Žemiau detaliau bus aptariami I-III tipo modeliai, kadangi tokie modeliai buvo atrinkti aproksimuoti šio tyrimo eksperimentinius rezultatus, o IV tipo modelis nebus detaliau aptartas. Nors modeliai yra gauti empiriškai, kiekvienas iš modelių gali nusakyti skirtingus fizikinius mechanizmus. Pavyzdžiui, vieni modeliai gali nusakyti terminio šildymo

efektus, dėl kurių įvyksta termoelastinė pažaida, o tuo tarpu kiti gali aprašyti defektų inkubacijos efektus.

I tipo modelį (**1.5 pav. a**)) sudaro tolydžiai gęstanti dalis D(N) ir baigtinė nelygi nuliui asimptotė F_{inf} begalo dideliam impulsų skaičiui:

$$F(N) = D(N) + F_{inf} \tag{1}$$

Kai impulsų skaičius N yra be galo didelis, tai:

$$D(N = \infty) = 0 \tag{2}$$

Tuomet gauname:

$$F(N = \infty) = const > 0 \tag{3}$$

Taigi, jeigu bandinio pažaidos mechanizmą aprašo šio tipo modeliai, tai bandinys nepasižeis, jei dirbsime su energijos įtėkiu, kuris yra mažesnis už F_{inf} , nepriklausomai nuo impulsų skaičiaus.

II tipo modelis (**1.5 pav. b**)) yra I tipo modelio atskiras atvejis. Jį sudaro ta pati tolydžiai gęstanti dalis D(N), tačiau nelieka nelygios nuliui asimptotės F_{inf} :

$$F(N) = D(N) \tag{4}$$

$$F(N=\infty) = 0 \tag{5}$$

Impulsų skaičius, kuris yra reikalingas sukelti pažaidą ties mažais energijos įtėkiais, gali būti labai didelis. Visi energijos įtėkiai prie tam tikro impulsų skaičiaus sukels bandinio pažaidą.

III tipo modeliai (**1.5 pav. c**)) panašiai kaip ir II tipo kerta lygią 0 pažaidos energijos įtėkio vertę, tačiau ne asimptotiškai, o su tam tikru baigtiniu impulsų skaičiumi:

$$F(N > 1 \neq \infty) = 0 \tag{6}$$

Tokio tipo dėsnis gali būti susietas su natūraliu medžiagos senėjimu. Bandinys vieną dieną gali savaime pasižeisti, tačiau lazerio spinduliuotė pagreitina jo "mirtį".

1.5.2 Modelis "Jee"

Yong Jee su kolegomis [21] tyrinėjo 1064 nm lazerio spinduliuotės sukeltą pažaidą monokristalinių Cu ir Al metalų paviršiuose, esant vieno impulso ir daugelio impulsų apšvitoms. Jų tikslas buvo išmatuoti lazerio sukeltos pažaidos slenksčius, norint ištirti pažaidos akumuliacijos mechanizmą. Daugiaimpulsės pažaidos atveju buvo tiriamas akumuliacijos efektas, keičiant kritusių į bandinį impulsų skaičių ir buvo nubraižytos akumuliacinės kreivės. Akumuliacinė kreivė – tai kreivė, kuri vaizduoja $lg(F_N N)$ prieklausą nuo lg(N), kur F_N yra N-ojo impulso pažaidos slenksčio energijos įtėkis, o N yra kritusių į bandinį impulsų skaičius. Cu paviršių atveju, buvo gautos tiesinės akumuliacinės kreivės su tam tikrais krypties koeficientais. Krypties koeficientas nurodo kiekvieno lazerio impulso sukeltų plastinių slinkimo deformacijų (angl. plastic slip deformation) kaupinimo ciklų amplitudę. Šis akumuliacinis efektas buvo apibendrintas pažaidos sumine lygtimi:

$$F_{th}(N) = F_1 N^{S-1}$$
(7)

Ši lygtis yra susijusi su terminio įtempio energijos, indukuotos lazerio impulsų, kaupinimo ciklu. Užrašytoje lygtyje F_1 yra vieno impulso pažaidos slenkstis, o S yra akumuliacinės kreivės krypties koeficientas. Remiantis krypties koeficiento S sąryšiu su metalų mechaninio nuovargio pažaidos mechanizmu, buvo nustatyta, kad indukuota plastinės deformacijos amplitudė ir visa plastinės deformacijos energija mažėja, kai krypties koeficientas S didėja. Tokiu būdu, esant pastoviai plastinės deformacijos suminei energijai, impulsų skaičius, kuris reikalingas sukelti medžiagos pažeidimą, didėja, didinant akumuliacinės kreivės krypties koeficientą S. Tuo tarpu, kai S yra mažas, tai pasireiškia didelė pažaidos akumuliacija ir, norint pažeisti bandinį, reikia mažiau impulsų. Krypties koeficientas S = 1 reiškia, kad pažaidos slenkstis nekinta, didėjant kritusių impulsų skaičiui ir, taip pat, kad nepasireiškia akumuliacijos efektas.

Lygtimi (7) užrašytą nuovargio kreivės modelį vadinsime "Jee" modeliu. Apibendrintas šio modelio apibūdinimas yra pateiktas **lentelėje 1**, o nubraižyta kreivė yra **1.6 pav. a**).

Modelis: "Jee"					
Klasė:	elis				
Parametrų skaičius:	2				
Pažaidos slenksčio (LIDT) gesimas: II tipas					
Formulė:					
	$F_{th}(N) = F_1 N^{S-1}$				
	Parametrai:				
Parametras	Parametro ribos				
F_1	[0; +∞)				
S	(−∞;1]				

Lentelė 1. Modelio "Jee" apibūdinimas

1.5.3 Modelis "Logarithmic"

L. Gallais su kolegomis [22] tyrinėjo vieno lazerio impulso ir daugelio impulsų sukeltą pažaidą stikluose (Suprasil silica ir BK-7). Eksperimentai buvo atlikti medžiagų tūriuose, panaudojant 1064 nm bangos ilgio nanosekundinius lazerio impulsus. Ištyrus lazerio pažaidos tikimybes vieno impulso atveju, buvo pastebėta pažaidos slenksčio dispersija, kuri yra dėl medžiagos nevienalytiškumo: medžiagoje esantys defektai yra laikomi pažaidos pirmtakais (angl. precursors). Daugelio impulsų atveju, buvo pastebėta panaši pažaidos slenksčio dispersija, kuri taip pat gali būti paaiškinta medžiagos defektų atsaku. Mokslininkai iškėlė dvi galimas hipotezes: šie pirmtakai yra vienodi vieno impulso ir kelių impulsų atveju arba jie yra skirtingi. Atlikus teorinį modeliavimą, buvo padaryta išvada, jog tie patys nano-pirmtakai gali pasireikšti daugelio impulsų

ir vieno impulso pažaidos procesuose. Norint paaiškinti rezultatus, buvo pasiūlytas dviejų etapų pažaidos mechanizmas. Pirmiausia, pasireiškia išankstinė pažaida (tai gali būti ryšių nutraukimas, šilumos intarpas (angl. heating inclusion), spalvinių centrų formavimasis ir t.t.), kurios metu vyksta medžiagos pakitimai mikroskopiniame lygmenyje. Tai veda pirmtaką prie tokios būsenos, kuri gali indukuoti vieno impulso pažaidą. Antra, pasireiškia galutinė bandinio pažaida. Šiuo atveju pažaidos mechanizmas yra identiškas kaip ir vieno impulso atveju. Kiekvienai stiklo medžiagai buvo nustatytas dėsnis, kuris gali įvertinti pirmtako gyvavimo trukmę (angl. life-time): pirmtako vidinio pažaidos slenksčio $F_{th}(N)$ prieklausa nuo lazerio impulsų skaičiaus N. Šis dėsnis aprašomas logaritminiu dėsniu:

$$F_{th}(N) = b - a \ln(N) \tag{8}$$

Užrašytoje lygtyje a ir b yra empirimiai parametrai. Tokiu būdu, galima prognozuoti optinių elementų pažaidos slenksčius, kai į juos pataiko daug (iki 10³) lazerio impulsų.

Lygtimi (8) užrašytą nuovargio kreivės modelį vadinsime "Logarithmic" modeliu. Apibendrintas šio modelio apibūdinimas yra pateiktas **lentelėje 2**, o nubraižyta kreivė yra **1.6 pav. b**).

Modelis: "Logarithmic"					
Klasė: Logaritminis modelis					
Parametrų skaičius: 2					
Pažaidos slenksčio (LIDT) gesimas: III tipas (ne-asimptotinis)					
Formulė:					
$F_{th}(N) = b - a \ln(N)$					
	Parametrai:				
Parametras Apibūdinimas Parametro ribos					
a Empirinis parametras $[0; +\infty)$					
<i>b</i> Empirinis parametras $[0; +\infty)$					

Lentelė 2. Modelio	"Logarithmic"	apibūdinimas
--------------------	---------------	--------------

1.5.4 Modelis "Neuenschwander"

Atliekant lazerinį mikroapdirbimą su trumpais ir ultratrumpais impulsais, pažaidos slenksčio energijos įtėkis yra paveikiamas inkubacijos reiškinio ir kinta, kintant impulsų skaičiui. Bendru atveju, inkubacijos efektas yra aprašomas laipsniniu dėsniu, kurį pasiūlė Y. Jee [21], su inkubacijos koeficientu S. Kitas labai svarbus inkubacijos reiškinį apibūdinantis parametras, apart pažaidos slenksčio energijos įtėkio, yra energijos įsiskverbimo gylis, kuris ir nulemia pažaidos slenksčio energijos įtėkio kitimą, didėjant impulsų skaičiui. Pažaidos slenksčio energijos įtėkio kitimą, didėjant impulsų skaičiui. Pažaidos slenksčio energijos įtėkio kitimą, didėjant impulsų skaičiui. Pažaidos slenksčio energijos įtėkio kitiną, didėjant impulsų skaičiui.

pokyčiai medžiagos mikrostruktūroje. Reikia paminėti, jog energijos įsiskverbimo gylio pokyčiai vyksta dėl dviejų paskutinių reiškinių.

B. Neuenschwander su kolegomis [23] tyrė faktorius, kurie nulemia inkubacijos reiškinį vario ir geležies paviršiuose, kai jie yra veikiami pikosekundiniais lazeriniais impulsais. Ankstesnis inkubacijos reiškinį aprašantis laipsninis modelis, pasiūlytas Y. Jee, nepakankamai gerai aproksimavo eksperimentinius rezultatus, todėl buvo pasiūlytas alternatyvus matematinis modelis, kuris geriau aproksimuoja aukštas pažaidos slenksčio energijos įtėkio ir energijos įsiskverbimo gylio vertes, esant mažam impulsų skaičiui, ir, be to, naujas modelis leido ištaisyti iš seno modelio paveldėtą fizikinį trūkumą, kuris būtinai reikalavo, jog, esant labai dideliam lazerio impulsų skaičiui, pažaidos slenkstis artėja link nulio. Alternatyvaus modelio matematinė išraiška:

$$F_{th}(N) = F_{inf} + F_1 N^{S-1}$$
(9)

Užrašytoje lygtyje F_{inf} yra pažaidos slenksčio (LIDT) vertė, kai impulsų skaičius $N \rightarrow \infty$; F_1 - 1į-1 pažaidos slenksčio vertė; S - empirinis parametras, modifikuotas inkubacijos koeficientas. Buvo nustatyta, kad pažaidos slenksčio inkubacijos reiškinys pasireiškia labiausiai dėl energijos įsiskverbimo gylio variacijos, todėl galima manyti, jog medžiagos savybių pokyčiai yra varomasis veiksnys. Lygtimi (9) užrašytą nuovargio kreivės modelį vadinsime "Neuenschwander" modeliu. Apibendrintas šio modelio apibūdinimas yra pateiktas **lentelėje 3**, o nubraižyta kreivė yra **1.6 pav. c**).

Modelis: "Neuenschwander"					
Klasė:					
Parametrų skaičius:	Parametrų skaičius: 3				
Pažaidos slenksčio	I ir II tipas (asimptotinis su 0 arba baigtine n	enuline pažaidos			
(LIDT) gesimas:	slenksčio (LIDT) verte)				
	Formulė:				
$F_{th}(N) = F_{inf} + F_1 N^{S-1}$					
	Parametrai:				
Parametras	Parametro ribos				
F _{inf}	Pažaidos slenksčio (LIDT) vertė, kai $N \to \infty$	[0; +∞)			
F_1	[0; +∞)				
S	Empirinis parametras, modifikuotas inkubacijos koeficientas	(−∞;1]			

Lentelė 3. Modelio "Neuenschwander" apibūdinimas

1.5.5 Standartinis (ISO) modelis

ISO standartas 21254-2:2011 [24] pateikia lygtį, kuri leidžia ekstrapoliuoti S-į-1 testo pažaidos slenkstį F_{th} iki didelių impulsų skaičių N. Modelis remiasi trimis aproksimavimo parametrais F_1 , F_{inf} ir Δ , kurie gali būti laikomi charakteringais pažaidos mechanizmo parametrais:

$$F_{th}(N) = F_{inf} + \frac{F_1 - F_{inf}}{1 + \left(\frac{1}{\Delta}\right) \lg(N)}$$
(10)

Šioje lygtyje parametras F_1 nusako 1-į-1 pažaidos slenksčio vertę, o F_{inf} gali būti laikomas optinio paviršiaus atsparumo riba. Parametras Δ apibūdina charakteringosios pažaidos kreivės kritimą, didėjant impulsų skaičiui. Šie trys parametrai F_1 , F_{inf} ir Δ yra apskaičiuoti, taikant mažiausių kvadratų aproksimacijos metodą. Gauta charakteringoji pažaidos kreivė realistiškai atspindi matuojamo bandinio gyvavimo laiką.

Lygtimi (10) užrašytą nuovargio kreivės modelį vadinsime "Standard" modeliu. Apibendrintas šio modelio apibūdinimas yra pateiktas **lentelėje 4**, o nubraižyta kreivė yra **1.6 pav. d**).

Modelis: "Standard"						
Klasė:	Klasė: Logaritminis modelis					
Parametrų skaičius:	3					
Pažaidos slenksčio (LIDT) gesimas:	Pažaidos slenksčio (LIDT) gesimas:I ir II tipas (asimptotinis su 0 arba baigtine nenuline pažaidos slenksčio (LIDT) verte)					
Formulė:						
$F_{th}(N) = F_{inf} + \frac{F_1 - F_{inf}}{1 + \left(\frac{1}{\Lambda}\right) \lg(N)}$						
	Parametrai:					
Parametras	Parametras Apibūdinimas Parametro ribos					
F_{inf} Pažaidos slenksčio (LIDT) vertė, kai $N \to \infty$ [0; $+\infty$						
F_1 1-į-1 pažaidos slenksčio (LIDT) vertė $[0; +\infty)$						
$\Delta \qquad \qquad \text{Empirinis parametras} \qquad (0; +\infty)$						

Lentelė 4. Modelio "Standard" apibūdinimas

1.5.6 Modelis "Arenberg I" ir modelis "Arenberg II"

J. Arenberg su kolegomis [25] atliko nuovargio kreivės empirinius tyrimus, esant 1064 nm bangos ilgio ir 3,5 ns trukmės impulsų atvejui ant didelio ir mažo atspindžio bandinių. Nuovargio kreivė vaizduoja energijos įtėkio, kuris atitinka bandinio pažaidos slenkstį, prieklausą nuo impulsų skaičiaus. Kreivė turi dvi asimptotines charakteristikas. I tipo nuovargio kreivės turi baigtinę nenulinę asimptotę:

$$S(N) = D(N) + F_{inf} \tag{11}$$

Užrašytoje lygtyje S(N) yra didžiausias saugus veikimo lygis, esant N lazerio impulsų skaičiui; D(N) yra funkcija, kuri monotoniškai mažėja, didėjant N; F_{inf} yra asimptotė arba pažaidos slenksčio (LIDT) vertė, kai $N \to \infty$. D(N) yra nustatomas, atliekant empirinius tyrimus. II tipo nuovargio kreivė neturi baigtinės nenulinės asimptotės:

$$S(N) = D(N) \tag{12}$$

Norėdami apdoroti eksperimentinius rezultatus ir nustatyti nuovargio kreivės, mokslininkai eksperimentų rezultatus turėjo aproksimuoti I arba II tipo nuovargio kreivės matematinėmis išraiškomis. Buvo pasitelktas mažiausių kvadratų aproksimavimo metodas. J. Arenberg su kolegomis aproksimavę eksperimento rezultatus I tipo kreive, išvedė du nuovargio kreivės modelius:

$$F_{th}(N) = F_{inf} + ae^{(-bN)}$$
(13)

Ir

$$F_{th}(N) = F_{inf} + ae^{(-bN)} + ce^{(-dN)}$$
(14)

Lygtimi (13) užrašytas modelis yra trijų parametrų nuovargio kreivės modelis ("Arenberg I"). Čia a ir b yra empiriniai parametrai. Lygtimi (14) užrašytas modelis yra penkių parametrų nuovargio kreivės modelis ("Arenberg II"). Čia a, b, c ir d yra empiriniai parametrai. Apibendrintas šių modelių apibūdinimas yra pateiktas **lentelėje 5** ir **lentelėje 6**, o nubraižytos kreivės yra **1.6 pav.** e) ir **f**).

Modelis: "Arenberg I"					
Klasė:	Klasė: Eksponentinis modelis				
Parametrų skaičius:		3			
Pažaidos slenksčio (LIDT) gesimas:I ir II tipas (asimptotinis su 0 arba baigtine nenuline pažaidos slenksčio (LIDT) verte)					
Formulė:					
$F_{th}(N) = F_{inf} + ae^{(-bN)}$					
	Parametrai:				
Parametras	Apibūdinimas	Parametro ribos			
F _{inf}	Pažaidos slenksčio (LIDT) vertė, kai $N \rightarrow \infty$	[0; +∞)			
a	Empirinis parametras	[0; +∞)			
b	[0; +∞)				

Lentelė 5. Modelio "Arenberg I" apibūdinimas

Modelis: "Arenberg II"						
Klasė:						
Parametrų skaičius:	5					
Pažaidos slenksčio (LIDT) gesimas:I ir II tipas (asimptotinis su 0 arba baigtine nenuline paž slenksčio (LIDT) verte)						
	Formulė:					
$F_{th}(N) = F_{inf} + ae^{(-bN)} + ce^{(-dN)}$						
	Parametrai:					
Parametras	Parametras Apibūdinimas					
F _{inf}	F_{inf} Pažaidos slenksčio (LIDT) vertė, kai $N \to \infty$					
а	$(-\infty; +\infty)$					
b	[0; +∞)					
С	$(-\infty; +\infty)$					
d	[0; +∞)					

Lentelė 6. Modelio "Arenberg II" apibūdinimas

1.5.7 Modelis "Allenspacher"

P. Allenspacher su kolegomis išmatavo V-AR optinių dangų ant BK7 pagrinduko charakteringąsias pažaidos kreives, esant skirtingoms slėgio sąlygoms vakuumo kameroje, norint nustatyti įtaką tokių parametrų kaip dujų savitasis šiluminis laidis (angl. gas thermal conductivity), vakuumo buvimo laikas (angl. vacuum residence time) ir "oro antspaudo" efektas (angl. "air stamp effect) virš bandinio paviršiaus [26]. Buvo nustatyta, kad eksperimento taškai yra labai gerai aproksimuojami empirine kreive:

$$F_{th}(N) = F_1 e^{(-N/c_1)} + F_2 N^{(-c_2)}$$
(15)

Ši kreivė yra sudaryta iš eksponentinio gesimo nario $F_1 e^{(-N/c_1)}$ ir lėtai gęstančios dalies $F_2 N^{(-c_2)}$. Taikant, aproksimavimo metodą, parametrai F_1 , F_2 , c_1 ir c_2 buvo keičiami. Remiantis užrašytu dėsniu, galima suskaičiuoti 1-į-1 pažaidos slenksčio (LIDT) vertę:

$$F_{1-i-1} \cong F_1 + F_2 \tag{16}$$

Visi išmatuoti bandiniai demonstravo nuovargio efektą: pažaidos slenkstis mažėja, didėjant impulsų skaičiui. Lazerio sukeltas nuovargio efektas gali atsirasti dėl grįžtamųjų mechanizmų, kuriuos indukuoja terminis šildymas ir deformacija, arba dėl negrįžtamųjų procesų kaip senėjimas, mikropažaida ir defektų generacija.

Lygtimi (15) užrašytą nuovargio kreivės modelį vadinsime "Allenspacher" modeliu. Apibendrintas šio modelio apibūdinimas yra pateiktas **lentelėje 7**, o nubraižyta kreivė yra **1.6 pav. g**).

Modelis: "Allenspacher"					
Klasė:	Klasė: Mišrus modelis				
Parametrų skaičius:	Parametrų skaičius: 4				
Pažaidos slenksčio (LIDT) gesimas:					
	Formulė:				
$F_{th}(N) = F_1 e^{(-N/c_1)} + F_2 N^{(-c_2)}$					
	Parametrai:				
Parametras	Parametras Apibūdinimas				
F_1	Empirinis parametras	$(-\infty; +\infty)$			
<i>F</i> ₂	Empirinis parametras	$(-\infty; +\infty)$			
<i>c</i> ₁	Empirinis parametras	(0; +∞)			
<i>c</i> ₂	[0; +∞)				

Lentelė 7. Modelio "Allenspacher" apibūdinimas

1.5.8 Modelis "Logistic"

Šis modelis apibūdina logistinį dozės atsaką farmakologijoje arba chemijoje. Logistinio modelio apibūdinimas yra pateiktas **lentelėje 8**, o nubraižyta kreivė yra **1.6 pav. h**).

Modelis: "Logistic"				
Klasė: Laipsninis modelis				
Parametrų skaičius:		4		
Pažaidos slenksčio (LIDT) gesimas:I ir II tipas (asimptotinis su 0 arba baigtine nenuline pažaidos slenksčio (LIDT) verte)				
	Formulė:			
$y = \frac{A_1 - A_2}{1 + \left(\frac{x}{x_0}\right)^p} + A_2$				
	Parametrai:			
Parametras	Apibūdinimas	Parametro ribos		
A_1	A_1 Pradinė vertė $(-\infty; +\infty)$			
A_2 Galutinė vertė $(-\infty; +\infty)$				
	$(-\infty; +\infty)$			
p Laipsnis $(0; +\infty)$				

Lentelė 8. N	Modelio "	Logistic"	apibūdinimas
--------------	-----------	-----------	--------------

1.5.9 Modeliams būdingos diagramos

Siekiant geriau pažinti nagrinėjamus modelius žemiau yra pateikiamos anksčiau aprašytų modelių diagramos.



1.6 pav. Modelių grafikai: a) "Jee"; b) "Logarithmic"; c) "Neuenschwander"; d) "Standard"; e) "Arenberg I"; f) "Arenberg II"; g) "Allenspacher"; h) "Logistic".

2 Darbo metodika

2.1 Bandinių paruošimas

Eksperimentiniai bandiniai - 7 cilindro formos lydyto kvarco pagrindukai (\emptyset 25 x 2 mm), ant kurių kiekvieno atskirai, panaudojant jonapluoščio dulkinimo technologiją (angl. ion beam sputtering - "IBS"), buvo padengtos septynios skirtingos vienasluoksnės optinės dangos (Al₂O₃, TiO₂, Ta₂O₅, HfO₂, ZrO₂, Nb₂O₅ ir SiO₂); 1 cilindro formos Al₂O₃ pagrindukas (\emptyset 25 x 2 mm), ant kurio IBS technologijos būdu buvo padengta vienasluoksnė Al₂O₃ danga; ir 1 cilindro formos lydyto kvarco pagrindukas (\emptyset 25 x 2 mm) be dangos. Visos dangos buvo to paties optinio storio, kuris yra lygus $2\lambda/4$, kur λ atitinka 1030 nm. Visų bandinių parametrai yra pateikti **lentelėje 9**.

Bandinys	Forma	Pagrinduko dimensijos, mm	Dangos padengimo ant pagrinduko technika	Dangos storis
Safyro oksido danga ant lydyto kvarco pagrinduko Titano oksido danga ant lydyto kvarco pagrinduko Tantalo oksido danga ant lydyto kvarco pagrinduko Hafnio oksido danga ant lydyto kvarco pagrinduko Cirkonio oksido danga ant lydyto kvarco pagrinduko Niobio oksido danga ant lydyto kvarco pagrinduko Lydyto kvarco oksido danga ant lydyto kvarco pagrinduko Safyro oksido danga ant safyro pagrinduko	Cilindrinė	Ø25 x 2 mm	IBS	2λ/4@1030nm
Lydyto kvarco oksido pagrindukas			-	-

Lentelė 9. Bandinių parametrai

2.2 Eksperimento schema



2.1 pav. Eksperimento schema optinio atsparumo matavimams: M1, M2, M3 – veidrodžiai; $\frac{\lambda}{2}$ @1030 nm – pusės bangos ilgio fazinė plokštelė; Pol 1 – Briusterio poliarizatorius; BD1 – pluošto gaudyklė; PL1 – pleištas; F1 – neutralūs filtrai; FD1 – energijos fotodiodas; L1 – glaudžiamasis lęšis; B – bandinys ant X-Y pozicionavimo sistemos; FD2 – sklaidos fotodiodas.

Pažaidos slenksčių matavimo eksperimentinė schema yra pavaizduota **2.1 pav.** Matavimams buvo naudojamas PHAROS lazeris, kurio centrinis bangos ilgis yra 1030 nm. Impulsų pasikartojimo dažnis buvo 50 kHz. Autokoreliatoriumi išmatuota lazerio impulsų trukmė pusės maksimumo aukštyje (FWHM) buvo 300 fs. Lazerio galia buvo keičiama atenuatoriumi, sudarytu iš pusės bangos ilgio fazinės plokštelės ($\frac{\lambda}{2}$ @1030 nm) ir vieno Briusterio kampu stovinčiu poliarizatoriaus (Pol 1). Atliekant galios kalibraciją, dalis pluošto buvo atskeliama pleištu (PL1) ir nukreipta į lazerio impulsų atsaką matuojantį fotodiodą (FD1). Papildoma pusės bangos ilgio fazinė plokštelė buvo reikalinga, norint nustatyti tiesinę S arba P lazerio spinduliuotės poliarizaciją. Lazerio pluoštas buvo fokusuojamas glaudžiamuoju lęšiu (L1) į apytiksliai 74 µm dėmę ant bandinio paviršiaus. X-Y pozicionavimo sistema leidžia keisti bandinio kampą atžvilgiu sufokusuoto lazerio pluošto, t.y. kritimo kampą. Eksperimento metu lazerio pluošto kritimo kampas ant bandinio paviršiaus buvo 45 laipsniai. Dalis išsklaidytos nuo bandinio paviršiaus lazerio šviesos patekdavo į sklaidos fotodiodą (FD2), kuris fiksuodavo sklaidos signalą. Matavimo metu stipriai (iki 6 V) pakilus sklaidos signalui, kuris reiškė tikėtiną bandinio pažeidimą, matavimas toje bandinio vietoje buvo stabdomas ir buvo eksponuojama sekanti vieta.

2.3 S-į-1 pažaidos slenksčio matavimo metodas

Lazerio spinduliuotės sukelto pažaidos slenksčio (LIDT) matavimai buvo atlikti, taikant Sį-1 testo metodą, pagal ISO 21254-2 standartą. Kompiuterinėje programoje buvo pasirinkta apskritimo formos testavimo vietų matrica, kurios diametras yra 17 mm. Lazerio pluoštas buvo fokusuojamas glaudžiamuoju lęšiu (L1) į apytiksliai 74 µm dėmę ant bandinio paviršiaus, todėl buvo pasirinkti 320 µm tarpai tarp atskirų matricos taškų, norint išvengti gretimų testavimo vietų įtakos viena kitai. Matavimai buvo atlikti su S lazerio spinduliuotės poliarizacija. S-į-1 testas yra pradedamas, kai tiriamas bandinys nuvažiuoja į pirmąją testavimo vietą. Tada kompiuterio programa nustato pirmąją lazerio spinduliuotės energiją. Į pirmąją testavimo vietą pataiko pasirinktas impulsų skaičius N. Tada bandinys nuvažiuoja į antrąją testavimo vietą, lazerio spinduliuotės energija yra pakeliama ir į bandinį pataiko N impulsų. Toliau procesas kartojasi tol, kol yra sušaudomas pasirinktas energijos intervalas su N impulsų. Tiriamojo darbo metu buvo sušaudytos septynios impulsų skaičiaus klasės ($N = 10^0 \div 10^6$).

2.4 Pažaidos mechanizmų atskyrimas

Atlikus destruktyvius S-j-1 testus septynioms lazerio impulsų klasėms ($N = 10^0 \div 10^6$). buvo vykdoma bandinių inspekcija su diferencialinės interferencijos kontrasto (Nomarski) mikroskopu, kuris vra skirtas padidinti kontrasta skaidriuose bandiniuose. Mikroskope poliarizuota šviesa yra padalinama į du ortogonalios poliarizacijos pluoštelius, kurie per bandinį pereina skirtingais optiniais keliais. Vėliau šie pluošteliai interferuoja ir sukuriamas tūrinis reljefinis bandinio vaizdas, atitinkantis optinio tankio pokyčius bandinyje. Bandinio vietos, kuriose buvo vykdomas S-i-1 testas, buvo nufotografuotos su 20x didinimo objektyvu. Tada, naudojant "LIDT Analysis" programą (UAB "Lidaris"), buvo atskirtos nepažeistos ir pažeistos bandinių vietos. Bet koks bandinio paviršiaus pokytis (spalvos pakitimas, krateris, itrūkimas ir pan.) buvo laikomas bandinio pažeidimu. Remiantis pažeidimų morfologijų nuotraukomis, galima identifikuoti du skirtingus pažeidimų mechanizmus arba modas: spalvinių pažeidimų moda ir katastrofinių pažeidimų moda. Spalvinei modai yra būdingas medžiagos spalvos pakitimas, tokie pažeidimai būna apskritimo arba elipsės formos, kurios gan gerai atitinka lazerio pluošto skerspjūvio forma ant bandinio paviršiaus. Optini elementa, kuriame buvo indukuoti spalvinės modos pažeidimai, galima ir toliau naudoti pagal jo paskirtį, kadangi tokio tipo pažeidimai nesklaido lazerio šviesos. Kita vertus, katastrofinei modai yra būdingi kitokio tipo pažeidimai: taškiukai, linijos, itrūkimai, krateriai ir ju forma dažniausiai neatkartoja lazerio pluošto formos. Įvykus katastrofiniam pažeidimui, medžiaga yra abliuojama ir ji yra paveikiama negrįžtamai. Katastrofiniai pažeidimai stipriai sklaido lazerio šviesą, todėl jei optiniame elemente buvo indukuoti tokie pažeidimai, tai jo negalima toliau naudoti pagal paskirti. Spalvinės ir katastrofinės modų tipinės morfologijos yra pavaizduotos 2.2 pav.

a) Spalvinė moda



2.2 pav. Tipinės spalvinės (a) ir katastrofinės (b) modų nuotraukos

2.5 Charakteringosios pažaidos kreivės aproksimavimas empiriniais ir teoriniais modeliais

Atlikus eksperimentą, gauti matavimų duomenys yra aproksimuojami įvairiais teoriniais bei empiriniais modeliais, norint nustatyti, kokie dėsniai nusako gautus rezultatus. Šiame darbe buvo atliekamas netiesinis aproksimavimas su "OriginPro 9.1" programa. Netiesinio aproksimavimo tikslas yra apskaičiuoti parametrų vertes, kurios geriausiai atitinka eksperimentinius duomenis. Šio aproksimavimo procesas yra toks:

- 1. Sukuriama pradinė funkcija iš pradinių parametrų verčių.
- 2. Vykdomas iteracijų procesas, kurio metu koreguojamos parametrų vertės tam, kad modelio vertės geriausiai atitiktų eksperimento duomenis.
- Sustabdomas iteracijų procesas, kai pasiekiamas nustatytas sustabdymo kriterijus, kurį pasiekus, bus gauta geriausia aproksimacija.

Bendrai, netiesinis modelis gali būti užrašytas taip:

$$Y = f(X,\beta) + \varepsilon \tag{17}$$

Čia $X = (x_1, x_2, ..., x_k)'$ yra nepriklausomi kintamieji, o $\beta = (\beta_1, \beta_2, ..., \beta_k)'$ yra parametrai.

Netiesiniam aproksimavimui buvo taikomas mažiausių kvadratų metodas, kurio esmė yra parinkti parametrus, kurie minimizuotų nuokrypius modelio kreivės taškų nuo eksperimentinių taškų. Šis metodas yra dar vadinamas χ^2 minimizavimo metodu, kur χ^2 yra išreiškiamas taip:

$$\chi^{2} = \sum_{i=1}^{n} \left[\frac{Y_{i} - f(x'_{i}, \hat{\beta})}{\sigma_{i}} \right]^{2}$$
(18)

Čia x'_i yra i-tojo (i = 1, 2, ..., n) stebėjimo eilutės vektorius.

Vykdant iteracijų procesą, parametrų vertės yra koreguojamos pagal Levenberg-Marquardt (L-M) algoritmą [27]. Šis algoritmas yra iteracijų procedūra, kuri apima Gauso-Niutono metodą ir staigaus nusileidimo metodą (angl. steepest descent method). L-M procesas yra toks:

- 1. Pasirenkama pradinė vertė *b* ir apskaičiuojamas $\chi^2(b)$
- 2. Pasirenkama nedidelė λ vertė, pavyzdžiui $\lambda = 0,001$.
- 3. Išsprendžiama L-M funkcija su δb ir apskaičiuojamas $\chi^2(\beta + \delta b)$
- 4. Jei $\chi^2(\beta + \delta b) \ge \chi^2(b)$, tai λ yra padidinamas 10 kartų ir grįžtama į 3 žingsnį.
- 5. Jei $\chi^2(\beta + \delta b) \le \chi^2(b)$, tai λ yra sumažinamas 10 kartų, parametrų vertės tampa lygios δb ir grįžtama į 3 žingsnį.
- 6. Sustabdomas iteracijų procesas, kai dviejų vienas po kito einančių iteracijų metu pasiekiamos χ^2 vertės yra pakankamai mažos.

Norint nustatyti, ar modelis gerai aproksimuoja eksperimento duomenis, galima įvertinti, kiek aproksimacijos kreivė yra arti eksperimentinių taškų. Liekanų kvadratų suma (angl. residual sum of square (RSS)) arba redukuota χ^2 vertė gali būti naudojama įvertinti šį atstumą. Tačiau, RSS vertė kinta, priklausomai nuo duomenų rinkinio, todėl būtina jį perskaičiuoti. Dėl šios priežasties yra skaičiuojamas R^2 koeficientas, norint nustatyti aproksimacijos tinkamumą.

Bendra R^2 išraiška yra tokia:

$$R^2 = \frac{SS_{reg}}{TSS} = 1 - \frac{RSS}{TSS} \tag{19}$$

Čia $SS_{reg} = \sum_{i=1}^{n} (\hat{y}_i - \bar{y})^2$ yra kvadratų sumos regresija, kuri rodo, kiek modelio vertės \hat{y}_i yra toli nuo eksperimentinių taškų vidurkio vertės \bar{y} ; $RSS = \sum_{i=1}^{n} (y_i - \hat{y}_i)^2$ yra kvadratų sumos paklaida, kuri rodo, kiek eksperimento taškai y_i yra toli nuo modelio vertės \hat{y}_i ; $TSS = SS_{reg} + RSS = \sum_{i=1}^{n} (y_i - \bar{y})^2$ yra bendra kvadratų suma, kuri rodo, kiek eksperimento taškai y_i yra toli nuo eksperimentinių taškų vidurkio vertės \bar{y} .

 R^2 vertės yra tarp 0 ir 1. Taikant vis geresnį aproksimavimo modelį, R^2 yra vis artimesnis 1. Tokiu atveju modelis geriau aproksimuoja eksperimentinius duomenis.

Matematiniu požiūriu, modelio parametrų skaičius (laisvės laipsniai) turi įtakos R^2 vertei. Didėjant parametrų skaičiui, R^2 vertė didėja, tačiau tai nereiškia, jog modelis su didesniu parametrų skaičiumi geriau aproksimuoja eksperimentinius duomenis. Norint išvengti šio efekto, R^2 reikia perrašyti į sureguliuotą R^2 formą (angl. adjusted R^2):

$$R_{adj}^{2} = 1 - \frac{RSS/df_{Error}}{TSS/df_{Total}} = 1 - \frac{n-1}{n-p} \left(1 - R^{2}\right)$$
(20)

Čia n yra imties dydis (angl. sample size), o p – parametrų skaičius.

Matome, kad R_{adj}^2 išvengia didėjimo, kai modelio parametrų skaičius didėja.

3 Rezultatai ir jų aptarimas

3.1 Morfologijų ypatumai

Pamatuotų 9 bandinių testavimo vietos buvo nufotografuotos su Nomarski mikroskopu ir, atlikus pažeidimų nuotraukų analizę, buvo atrinktos būdingos visų bandinių spalvinės ir katastrofinės pažeidimų morfologijos ties trimis lazerio impulsų klasėmis: 1-i-1, 10^3-i-1 ir 10^6-i-1 (**3.1 pav.** – **3.2 pav.**). Pirmiausia panagrinėkime spalvinės modos morfologijas (**3.1 pav.**). Remiantis spalvinės modos pažeidimais ties 1-i-1 impulsų klase, matome, kad yra keturios pagrindinės pažeidimų spalvų klasės: "raudoni" pažeidimai būdingi tik Al₂O₃ (ant SiO₂) bandiniui; "mėlyni" – TiO₂, Ta₂O₅, Nb₂O₅ ir Al₂O₃ (ant Al₂O₃); "žali" – HfO₂ ir ZrO₂; "tamsiai rudi" – SiO₂ (ant SiO₂) ir SiO₂ pagrindukui. Taip pat, pastebime, kad vienų bandinių stebima pažeidimų spalva išlieka beveik tokia pat per visas impulsų klases, o kitų – pakinta, keičiant impulsų skaičių. Al₂O₃ (ant SiO₂) bandinio spalviniai pažeidimai ties 1-i-1, 10^3-i-1 ir 10^6-i-1 klasėmis išlieka tokio pat "raudono" atspalvio; Al₂O₃ (ant Al₂O₃) bandinio – išlieka panašaus "baltai-mėlyno" atspalvio; SiO₂ (ant SiO₂) ir SiO₂ pagrinduko – išlieka beveik tokio pat "rudo" atspalvio. Tuo tarpu, HfO₂ spalvinės modos morfologijos ties 1-i-1 klase yra "žalios" spalvos, o ties 10^6-i-1 klase yra "rudos" spalvos. Taip pat yra ir su ZrO₂. Bandinių TiO₂, Ta₂O₅, Nb₂O₅ spalvinių pažeidimų ties 10^3-i-1 ir 10^6-i-1 klasėmis nebuvo aptikta.

Spalviniai pažeidimai									
	Al ₂ O ₃ (ant \$iO ₂)	TiO ₂ (ant SiO ₂)	Ta ₂ O ₅ (ant \$iO ₂)	HfO ₂ (ant SiO ₂)	ZrO ₂ (ant \$iO ₂)	Nb2O5 (ant SiO2)	Al ₂ O ₃ (ant Al ₂ O ₃)	SiO2 (ant SiO2)	SiO2 pagrindukas
			1						
1-1-		*	•				•	-	
							•	-	-
10 ³ -j-1		Néra	Néra	Néra		Néra			
10 ⁶ -j-1		Néra	Néra	-		Néra			

3.1 pav. Bandinių spalviniai pažeidimai

Toliau panagrinėkime katastrofinius pažeidimus (**3.2 pav.**). Pažvelgus į 1-į-1 klasės morfologijas, matome, kad visų bandinių, išskyrus SiO₂ pagrinduką, katastrofiniams pažeidimams yra būdinga apskritimo arba elipsės forma. Galima manyti, jog šie pažeidimai atsiranda arba yra susiję su spalviniais pažeidimais, kuomet, padidinus energijos įtėkį, spalvinė moda pasiekia abliacijos slenkstį. SiO₂ pagrinduko atveju 1-į-1 klasės pažeidimams yra būdingi taškiukai, kas galėtų būti susiję su lokalizuotomis sugerties zonomis – defektais, kurių kilmė kol kas nelabai aiški. Esant didesnėms impulsų klasėms (10³-į-1 ir 10⁶-į-1) ir energijos įtėkio vertėms arti bandinio pažaidos slenksčio, katastrofinės modos pažeidimams yra būdingi taškiukai ir horizontalūs įtrūkimai, kurie, padidinus energijos įtėkio vertę, tampa dideliais, "netvarkingos elipsės" formos katastrofiniais pažeidimais.



3.2 pav. Bandinių katastrofiniai pažeidimai

Remiantis stebėtais morfologiniais skirtumais tarp 1 impulso ir daugelio impulsų (10³ bei 10⁶ impulsų), galima daryti prielaidą, kad 1 impulso ir daugelio impulsų pažaidos mechanizmai yra skirtingi. Tokiu būdu, 3.3 skyriuje bandinių spalvinės ir katastrofinės modos nuovargio kreivės bus aproksimuojamos modeliais dviem būdais: 1) įtraukus visas lazerio impulsų klases, kuomet manoma, kad kiekvienos modos visoms impulsų klasėms yra būdingas vienas bendras pažaidos mechanizmas; ir 2) atmetus 1 ir 10 impulsų klases, kuomet manoma, jog pažaidos mechanizmai

ties labai mažomis impulsų klasėmis (1÷10 impulsų) skiriasi nuo pažaidos mechanizmų ties didelėmis impulsų klasėmis ($10^2 \div 10^6$ impulsų).

3.2 Nuovargio kreivės

Iš Nomarski mikroskopu gautų vaizdų identifikavus pažeistas ir nepažeistas bandinių vietas bei vizualiai atskyrus spalvines ir katastrofines pažaidos modas, buvo gautos šių modų nuovargio kreivės, kurios yra pavaizduotos **3.3 pav. – 3.11 pav.** Visų pirma matome, jog visiems bandiniams yra būdingas nuovargio efektas, t.y. jų pažaidos slenkstis mažėja, didėjant lazerio impulsų skaičiui. Antra, matome, jog dažniausiai spalvinės modos slenkstis skiriasi nuo katastrofinės modos slenksčio. Al₂O₃ (ant SiO₂), TiO₂ ir HfO₂ bandiniams katastrofinės modos slenkstis dažniausiai būna žemesnis nei spalvinės modos slenkstis. Šiems bandiniams ties mažomis lazerio impulsų klasėmis (1-į-1 TiO₂ atveju; 1-į-1 ir 10-į-1 Al₂O₃ atveju) abiejų modų slenksčiai yra beveik identiški arba HfO₂ atveju ties 1-į-1 impulsų klase spalvinės modos slenkstis yra žemesnis nei spalvinės modos slenkstis. Ties didesnėmis impulsų klasėmis katastrofinės modos slenkstis yra žemesnis nei spalvinės modos slenkstis.



3.3 pav. Al₂O₃ dangos ant lydyto kvarco pagrinduko nuovargio kreivės spalvinei ir katastrofinei modoms



3.4 pav. TiO₂ dangos ant lydyto kvarco pagrinduko nuovargio kreivės spalvinei ir katastrofinei modoms



3.5 pav. HfO2 dangos ant lydyto kvarco pagrinduko nuovargio kreivės spalvinei ir katastrofinei modoms

Tuo tarpu ZrO₂, SiO₂ (ant SiO₂) ir SiO₂ pagrinduko atveju situacija yra atvirkščia: dominuoja spalviniai pažeidimai, kurie nulemia žemiausią šių medžiagų pažaidos slenkstį.



3.6 pav. ZrO₂ dangos ant lydyto kvarco pagrinduko nuovargio kreivės spalvinei ir katastrofinei modoms



3.7 pav. SiO₂ dangos ant lydyto kvarco pagrinduko nuovargio kreivės spalvinei ir katastrofinei modoms



3.8 pav. Lydyto kvarco pagrinduko nuovargio kreivės spalvinei ir katastrofinei modoms

Al₂O₃ (ant Al₂O₃) bandiniui katastrofinės modos slenkstis pirma yra aukštesnis už spalvinės modos, tačiau, pasiekus 10³ impulsų, tampa žemesnis.



3.9 pav. Al₂O₃ dangos ant Al₂O₃ pagrinduko nuovargio kreivės spalvinei ir katastrofinei modoms

 Nb_2O_5 atveju spalviniai pažeidimai yra stebimi tik ties 1-į-1 ir 10-į-1 klasėmis, o Ta₂O₅ – tik ties 1-į-1 ir 10⁴-į-1 klasėmis. Ties šiomis impulsų klasėmis spalvinės modos slenkstis yra žemesnis nei katastrofinės modos slenkstis.



3.10 pav. Nb₂O₅ dangos ant lydyto kvarco pagrinduko nuovargio kreivės spalvinei ir katastrofinei modoms



3.11 pav. Ta₂O₅ dangos ant lydyto kvarco pagrinduko nuovargio kreivės spalvinei ir katastrofinei modoms

Trečia, remiantis grafikais, galima matyti, kad TiO₂, Ta₂O₅ ir Nb₂O₅ spalviniai pažeidimai yra ne ties visomis impulsų klasėmis, o dažniausiai ties mažomis impulsų klasėmis (1-į-1 ir 10-į-1). Tuo tarpu visuose kituose bandiniuose spalvinių pažeidimų galima rasti ties beveik visomis lazerio impulsų klasėmis (HfO₂ atveju spalvinių pažeidimų neaptikta ties 10^2 -į-1 ir 10^3 -į-1 klasėmis). Vadinasi, katastrofiniai pažeidimai gali ekranuoti spalvinius pažeidimus ties kai kuriomis impulsų klasėmis, todėl pastarieji bus nematomi. Taip pat, matome, jog katastrofinių modų pažeidimams yra būdingas labiau tikimybinis elgesys, tuo tarpu spalviniams – labiau deterministinis (atsikartojantis, atkartojant tas pačias eksperimentines sąlygas). Svarbu pastebėti, kad daugelių atvejų (TiO₂, Ta₂O₅, HfO₂, ZrO₂, Nb₂O₅ ir SiO₂ pagrinduko) katastrofinės modos nuovargio kreivė įsisotina, o visų bandinių spalvinės modos nuovargio kreivė mažėja ir nepasiekia soties. Palyginus SiO₂ dangos (ant SiO₂ pagrinduko) (**3.7 pav.**) ir SiO₂ pagrinduko (**3.8 pav.**) nuovargio kreives, pastebime, kad SiO₂ dangos spalvinės modos nuovargio efektas pasireiškia stipriau negu SiO₂ pagrinduko. Tuo tarpu, SiO₂ pagrinduko katastrofinės modos kreivė įsisotina po maždaug 10^2 impulsų, o lydyto kvarco dangos – net po 10^5 impulsų nepasiekia soties. Vadinasi, tos pačios medžiagos (šiuo atveju SiO₂) struktūra yra nevienoda, kai ji yra pagrinduko ir optinės dangos pavidalų. Taigi, optinių dangų dengimo procesas turi didelę įtaką medžiagos atsparumui lazerio spinduliuotei.

3.3 Aproksimavimas modeliais

Išmatuotos 9 bandinių charakteringosios pažaidos kreivės spalvinei ir katastrofinei modoms buvo aproksimuojamos 8 empiriniais ir teoriniais nuovargio efekto modeliais, kurie buvo aptarti anksčiau (žr. 1.5 skyrių). Darant prielaida, kad $1\div10$ impulsų ir $10^2\div10^6$ impulsų pažaidos mechanizmai yra nevienodi ir galimai nusakomi skirtingais fizikiniais dėsniais, nuovargio kreivių aproksimacija buvo atlikta dviem atvejais: 1) įtraukus visas lazerio impulsu klases ir 2) atmetus 1i-1 ir 10-i-1 impulsų klases. Atrinkus geriausius modelius, jie buvo ekstrapoliuojami iki 10¹⁵ lazerio impulsu. Isivaizdavimui: kai lazerio impulsu pasikartojimo dažnis vra 50 kHz, tai 10¹⁵ impulsų yra "iššaunami" per maždaug 634 metus! Panagrinėkime detaliau ZrO₂ (ant SiO₂) atvejį. Šio bandinio katastrofinės modos aproksimavimas modeliais, įtraukus visas lazerio impulsų klases, yra pavaizduotas 3.12 pav. (kairėje). Matome, kad šio bandinio katastrofinė moda yra gerai aproksimuojama net 7 modeliais: a) modeliai "Arenberg II", "Logistic", "Neuenschwander" ir "Standard" sako, kad nuovargio kreivė mažės ir galiausiai pasieks įsisotinimo režimą; b) modeliai "Jee" ir "Allenspacher" – nuovargio kreivė lėtai mažės, tačiau net prie 10¹⁵ impulsų nepasieks nulinės energijos įtėkio vertės; c) modelis "Logarithmic" – "iššovus" 10¹³ lazerio impulsų, medžiagos pažaidos slenkstis bus lygus 0. Atlikus ZrO2 dangos katastrofinės modos pažaidos kreivės aproksimavima, atmetus 1-į-1 ir 10-į-1 klases (3.12 pav. (dešinėje)), matome, kad nuovargio kreivė yra gerai nusakoma tais pačiais 7 modeliais, iš kurių modelis "Arenberg II" turi didžiausią R_{adi}² verte, lygią 0,99559. Šiuo atveju, modelių "Logistic", "Neuenschwander" ir "Standard" kreivės lėčiau pasiekia soties režimą, o modelio "Logarithmic" kreivė pasiekia nulinio energijos įtėkio vertę ties daugiau nei 10¹⁵ lazerio impulsų. Pažvelgus į ZrO₂ bandinio spalvinės modos nuovargio kreivės aproksimavima modeliais, esant visoms lazerio impulsu klasėms (3.13 pav. (kairėje)), pastebime, kad pažaidos kreivė yra geriausiai nusakoma 3 modeliais: a) modelis "Arenberg II" teigia, kad nuovargio kreivė mažės ir nuo 10⁵ impulsų įsisotins ir toliau nesikeis; b) modelis "Logistic" – pažaidos slenkstis taip pat mažės ir nuo maždaug 10⁹ lazerio impulsų beveik nesikeis; c) modelio "Logarithmic" kreivė kirs nulinį energijos įtėkio lygį "iššovus" tik 10⁷ impulsų. Atmetus 1-į-1 ir 10-į-1 klases (3.13 pav. (dešinėje)), ZrO₂ dangos spalvinės modos nuovargio kreivė yra geriausiai nusakoma net 6 modeliais, iš kurių 3 modeliai yra tokie patys kaip ir **3.13 pav.** (kairėje) atveju ("Arenberg II", "Logistic" ir "Logarithmic") ir 3 naujais modeliais: dėsniai "Jee", "Neuenschwander" ir "Allenspacher" teigia, kad nuovargio kreivė lėtai mažės ir pasieks labai artimą nulinei energijos įtėkio vertę ties 10¹⁴ lazerio impulsų.



3.12 pav. ZrO₂ dangos ant lydyto kvarco pagrinduko katastrofinės modos aproksimavimas modeliais, įtraukus visas impulsų klases (kairėje) ir atmetus 1į-1 ir 10-į-1 impulsų klases (dešinėje).



3.13 pav. ZrO₂ dangos ant lydyto kvarco pagrinduko spalvinės modos aproksimavimas modeliais, įtraukus visas impulsų klases (kairėje) ir atmetus 1į-1 ir 10-į-1 impulsų klases (dešinėje).

Aproksimavus eksperimento duomenis matematiniais modeliais, jie buvo lyginami tarpusavyje pagal R_{adj}^2 parametrą (**3.14 pav.** – **3.15 pav.**), norint atrinkti labiausiai tikėtinus modelius. Remiantis kontūriniu grafiku, vaizduojančiu modelių palyginimą katastrofinės modos atveju, įtraukus visas impulsų klases (**3.14 pav.** (kairėje)), galima matyti, kad beveik visų bandinių katastrofinę modą geriausiai aprašo 5 modeliai: "Neuenschwander", "Standard", "Allenspacher", "Arenberg II" ir "Logistic". Tuo tarpu, modelis "Arenberg I" gerai aproksimuoja tik SiO₂ pagrinduko nuovargio efektą; modelis "Logarithmic" geriausiai nusako Al₂O₃ (ant SiO₂) ir Al₂O₃ (ant Al₂O₃) pažaidos kreives, o modelis "Jee" - Al₂O₃ (ant SiO₂), Al₂O₃ (ant Al₂O₃) ir ZrO₂. Atmetus 1-į-1 ir 10-į-1 klases (**3.14 pav.** (dešinėje)), visų bandinių katastrofinę modą irgi gerai aproksimuoja tie patys minėti 5 dėsniai ("Neuenschwander", "Standard", "Allenspacher", "Arenberg II" ir "Logistic"). Tuo tarpu likę 3 modeliai ("Arenberg I", "Jee" ir "Logarithmic") aprašo daugiau bandinių nuovargio kreivių, palyginus su **3.14 pav.** (kairėje) atveju.



3.14 pav. Kontūriniai grafikai, vaizduojantys modelių palyginimą pagal R_{adj}² parametrą katastrofinės modos atveju, įtraukus visas impulsų klases (kairėje) ir atmetus 1-į-1 ir 10į-1 impulsų klases (dešinėje).

Remiantis kontūriniu grafiku, vaizduojančiu modelių palyginimą spalvinės modos atveju, įtraukus visas impulsų klases (**3.15 pav.** (kairėje)), matyti, jog daugumos bandinių spalvinę modą geriausiai aprašo "Logistic" ir "Logarithmic" modeliai ir gan gerai modelis "Arenberg II". Atmetus 1-į-1 ir 10-į-1 klases (**3.15 pav.** (dešinėje)), daugumos bandinių spalvinę modą geriausiai nusako "Logistic" ir "Arenberg II" modeliai ir gan gerai "Logarithmic" modelis. Apibendrinus šiuos pastebėjimus, galima teigti, kad egzistuoja kelios modelių kategorijos. Pirmąjai modelių grupei priklauso modeliai, kurie geriausiai aproksimuoja tik katastrofinių pažeidimų nuovargio kreives. Tokie modeliai yra "Allenspacher", "Standard" ir "Neuenschwander". Kitai modelių kategorijai galima priskirti "Logarithmic" modelį, kuris geriausiai aprašo tik spalvinių pažeidimų nuovargio kreives. Galiausiai, modeliai "Logistic" ir "Arenberg II" yra labiausiai universalūs modeliai, kadangi jie labai gerai aproksimuoja tiek daugumos bandinių katastrofinės ir spalvinės modos nuovargio kreives. Atmetus 1-į-1 ir 10-į-1 klases, bandinių katastrofinę ir spalvinę modą pradeda gerai aprašyti daugiau dėsnių, tačiau pagrindiniai modeliai išlieka tie patys, kurie galiojo įtraukus visas lazerio impulsų klases.



3.15 pav. Kontūriniai grafikai, vaizduojantys modelių palyginimą pagal R_{adj}² parametrą spalvinės modos atveju, įtraukus visas impulsų klases (kairėje) ir atmetus 1-į-1 ir 10-į-1 impulsų klases (dešinėje).

4 Pagrindiniai rezultatai ir išvados

Gauti pagrindiniai rezultatai ir išvados:

- Visiems šiame darbe tirtiems bandiniams buvo stebėtas dvejopas nuovargio efektas: panaudojant Nomarski interferencinio kontrasto mikroskopą pirmą kartą klasifikuotos pažaidos modos (spalvinė ir katastrofinė), kurioms būdingi skirtingi senėjimo dėsningumai:
 - katastrofiniams pažeidimams yra būdingas labiau tikimybinis elgesys, o spalviniams – deterministinis.
 - TiO₂, Ta₂O₅, HfO₂, ZrO₂, Nb₂O₅ ir SiO₂ pagrinduko atveju katastrofinės modos nuovargio kreivė įsisotina, o tuo tarpu visų bandinių spalvinės modos nuovargio kreivė toliau mažėja.
- Optinių dangų dengimo procesas turi didelę įtaką medžiagos optiniam atsparumui: beveik identiškos cheminės sudėties medžiagos (mūsų atveju SiO₂ pagrinduko ir jonapluočio dulkinimo SiO₂ dangos) pasižymi skirtinga senėjimo charakteristika.
- Katastrofiniai arba spalviniai pažeidimai gali ekranuoti vieni kitus kai kuriomis lazerio impulsų klasėmis, todėl bendros charakteringosios kreivės aproksimavimas vienu senėjimo modeliu gali būti klaidinantis, norint prognozuoti senėjimą ekstrapoliuojant.
- 4. Vieno impulso ir daugelio impulsų pažaidos mechanizmai yra skirtingi, nes, remiantis spalvinių pažeidimų morfologijomis, matoma, kad vienų bandinių (Al₂O₃ (ant SiO₂), Al₂O₃ (ant Al₂O₃), SiO₂ (ant SiO₂) ir SiO₂ pagrinduko) stebima pažeidimų spalva išlieka tokia pati per visas impulsų klases, o kitų (HfO₂ ir ZrO₂) pakinta. Be to, visų bandinių, išskyrus SiO₂ pagrinduką, 1-į-1 klasės katastrofiniams pažeidimams yra būdinga apskritimo arba elipsės forma, o didesnėms impulsų klasėms (10³-į-1 ir 10⁶-į-1) arti bandinio pažaidos slenksčio yra stebimi taškiukai ir horizontalūs įtrūkimai, kurie, padidinus energijos įtėkio vertę, tampa dideliais, "netvarkingos elipsės" formos katastrofiniais pažeidimais.
- 5. Pažaidos dėsnius galima skirstyti į tris kategorijas:
 - a. Modeliai, kurie geriausiai aproksimuoja tik katastrofinių pažeidimų nuovargio kreives: "Allenspacher" (II tipo modelis), "Standard" (I ir II) ir "Neuenschwander" (I ir II).
 - b. Modelis, kuris geriausiai aprašo tik spalvinių pažeidimų nuovargio kreives: "Logarithmic" (III).
 - c. Universalūs modeliai, kurie labai gerai nusako daugumos bandinių katastrofinių ir spalvinių pažeidimų dinamiką: "Logistic" (I ir II) ir "Arenberg II" (I ir II).
- 6. Atmetus 1-į-1 ir 10-į-1 lazerio impulsų klases, bandinių katastrofinę ir spalvinę modą pradeda gerai nusakyti daugiau dėsnių, tačiau pagrindiniai modeliai išlieka tie patys, kurie galiojo įtraukus visas lazerio impulsų klases.

5 Literatūros sąrašas

- B.C. Stuart, M.D. Feit, S. Herman, A.M. Rubenchik, B.W. Shore and M.D. Perry, Nanosecond-to-femtosecond laser-induced breakdown in dielectrics, Phys. Rev. B. 53, 1749–1761 (1996).
- [2] M. Lenzner, Femtosecond laser-induced damage of dielectrics, Int. J. Mod. Phys. B. 13, 1559–1578 (1999).
- [3] A.-C. Tien, S. Backus, H. Kapteyn, M. Murnane and G. Mourou, Short-pulse laser damage in transparent materials as a function of pulse duration, Phys. Rev. Lett. 82, 3883–3886 (1999).
- [4] S.S. Mao, F. Quéré, S. Guizard, X. Mao, R.E. Russo, G. Petite and P. Martin, Dynamics of femtosecond laser interactions with dielectrics, Appl. Phys. A. **79**, 1695–1709 (2004).
- [5] S.C. Jones, P. Braunlich, R.T. Casper, X.-A. Shen and P. Kelly, Recent progress on laserinduced modifications and intrinsic bulk damage of wide-gap optical materials, Opt. Eng. 28(10), 1039-1068 (1989).
- [6] A. Rosenfeld, M. Lorenz, R. Stoian and D. Ashkenasi, Ultrashort-laser-pulse damage threshold of transparent materials and the role of incubation, Appl. Phys. A. **69**, 373–376 (1999).
- [7] M. Mero, B. Clapp, J.C. Jasapara, W. Rudolph, D. Ristau, K. Starke, J. Krüger, S. Martin and W. Kautek, On the damage behavior of dielectric films when illuminated with multiple femtosecond laser pulses, Opt. Eng. **44**(5), 051107 (2005).
- [8] D. Du, X. Liu, G. Korn, J. Squier and G. Mourou, Laser-induced breakdown by impact ionization in SiO₂ with pulse widths from 7 ns to 150 fs, Appl. Phys. Lett. 64, 3071–3073 (1994).
- [9] M. Lenzner, J. Krüger, S. Sartania, Z. Cheng, Ch. Spielmann, G. Mourou, W. Kautek and F. Krausz, Femtosecond optical breakdown in dielectrics, Phys. Rev. Lett. 80(18), 4076– 4079 (1998).
- [10] M. Mero, J. Liu, W. Rudolph, D. Ristau and K. Starke, Scaling laws of femtosecond laser pulse induced breakdown in oxide films, Phys. Rev. B. 71(11), 115109 (2005).
- [11] N. Bloembergen, Laser-induced electric breakdown in solids, IEEE J. Quantum Electron. 10(3), 375–386 (1974).
- [12] A.M. Stoneham, J. Gavartin, A.L. Shluger, A.V. Kimmel, D. Muñoz Ramo, H.M. Rønnow, G. Aeppli and C. Renner, Trapping, self-trapping and the polaron family, J. Phys. Condens. Matter. 19, 255208 (2007).
- [13] M. Konuma, Chemical vapor deposition under plasma conditions, in: Film deposition by plasma techniques, Vol. 10 (Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1992) pp. 149–185.
- [14] K.S. Song and R.T. Williams, Silicon dioxide, in: Self-trapped excitons, (Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1993) pp. 270–299.

- [15] N. Itoh, Creation of lattice defects by electronic excitation in alkali halides, Adv. Phys. 31(5), 491–551 (1982).
- [16] A.N. Trukhin, Excitons in SiO₂: a review, J. Non. Cryst. Solids. 149, 32–45 (1992).
- [17] T. Sugiyama, H. Fujiwara, T. Suzuki and K. Tanimura, Femtosecond time-resolved spectroscopy of self-trapping processes of holes and electron-hole pairs in alkali bromide crystals, Phys. Rev. B. 54(21), 15109–15119 (1996).
- [18] E.D. Thoma, H.M. Yochum and R.T. Williams, Subpicosecond spectroscopy of hole and exciton self-trapping in alkali-halide crystals, Phys. Rev. B **56**(13), 8001–8011 (1997).
- [19] S. Guizard, P. Martin, G. Petite, P. D'Oliveira and P. Meynadier, Time-resolved study of laser-induced colour centres in SiO₂, J. Phys. Condens. Matter. **8**, 1281–1290 (1996).
- [20] K. Tanimura, T. Tanaka and N. Itoh, Creation of quasistable lattice defects by electronic excitation in SiO₂, Phys. Rev. Lett. **51**(5), 423–426 (1983).
- [21] Y. Jee, M.F. Becker and R.M. Walser, Laser-induced damage on single-crystal metal surfaces, J. Opt. Soc. Am. B. 5(3), 648–659 (1988).
- [22] L. Gallais, J.Y. Natoli and C. Amra, Statistical study of single and multiple pulse laserinduced damage in glasses, Opt. Express. **10**(25), 1465–1474 (2002).
- [23] B. Neuenschwander, B. Jaeggi, M. Schmid, A. Dommann, A. Neels, T. Bandi and G. Hennig, Factors controlling the incubation in the application of ps laser pulses on copper and iron surfaces, in: Laser applications in microelectronic and optoelectronic manufacturing (LAMOM) XVIII, Proc. SPIE, Vol. 8607 (SPIE, San Francisco, 2013) 86070D.
- [24] ISO Standard 21254-2, International Organization for Standardization, 2011.
- [25] J. Arenberg, W. Riede, A. Ciapponi, P. Allenspacher and J. Herringer, An empirical investigation of the laser survivability curve, in: Laser-induced damage in optical materials, Proc. SPIE, Vol. 7842 (SPIE, San Francisco, 2010) 78421B.
- [26] P. Allenspacher, W. Riede, D. Wernham, A. Capanni and F. Era, Vacuum laser damage test bench, in: Laser-induced damage in optical materials, Proc. SPIE, Vol. 5991 (SPIE, San Francisco, 2005) 599128.
- [27] W.H. Press, S.A. Teukolsky, W.T. Vetterling, and B.P. Flannery, Numerical recipes in C (Cambridge university press, 1992).

Santrauka

FEMTOSEKUNDINIAIS LAZERIO IMPULSAIS INDUKUOTOS PAŽAIDOS TYRIMAS VIENASLUOKSNĖSE DIELEKTRINĖSE DANGOSE: NUOVARGIO MODELIŲ PAIEŠKA

Robertas Grigutis

Optiniai elementai, naudojami didelės galios lazerinėse sistemose, gali būti negrįžtamai pažeisti dėl taip vadinamos lazerio inicijuotos pažaidos reiškinio. Optinio atsparumo tyrimai igauna vis didesnę svarbą, tiek tobulinant lazerinių komponentų gamybos procesus, tiek ir prognozuojant lazerinių sistemų ilgaamžiškumą ir patikimumą. Šiandien yra įprasta matuoti lazerio indukuota pažaidos slenkstį iki 10³ impulsu į vieną bandinio vieta. Optinio atsparumo testai su didesnėmis impulsų dozėmis gali pasidaryti pernelyg brangūs tiek kainos, tiek laiko prasme. Tačiau, deja, tai neatspindi realiu darbo salygu su lazerine sistema, kadangi realiame gyvenime impulsų dozės būna daug didesnės. Vienas iš sprendimų yra turimų duomenų ekstrapoliavimas ivairiais modeliais. Šio darbo tikslas buvo atrinkti literatūroje žinomus modelius, kurie geriausiai aprašo lazeriu inicijuota senėjima vienasluoksnėse dielektrinėse optinėse dangose (Al₂O₃, TiO₂, Ta₂O₅, HfO₂, ZrO₂, Nb₂O₅, SiO₂) ir lydyto kvarco pagrinduke, veikiant bandinius femtosekundiniu lazeriu. Atlikus destruktinius S-i-1 testus, buvo vykdoma bandinių inspekcija su diferencialinės interferencijos kontrasto (Nomarski) mikroskopu. Išmatuotos bandinių nuovargio kreivės buvo aproksimuojamos empiriniais ir teoriniais modeliais, naudojant mažiausių kvadratų metoda. Galiausiai, aproksimuotos kreivės buvo ekstrapoliuojamos iki 10¹⁵ lazerio impulsu. Visiems šiame darbe tirtiems bandiniams galima išskirti dvi pažaidos modas: spalvine ir katastrofine. Katastrofiniams pažeidimams yra būdingas labiau tikimybinis elgesys, o spalviniams deterministinis. TiO₂, Ta₂O₅, HfO₂, ZrO₂, Nb₂O₅ ir SiO₂ pagrinduko atveju katastrofinės modos nuovargio kreivė įsisotina, o tuo tarpu visu bandinių spalvinės modos nuovargio kreivė toliau mažėja. Optinių dangų dengimo procesas turi didelę įtaką medžiagos optiniam atsparumui: beveik identiškos cheminės sudėties medžiagos (mūsų atveju SiO₂ pagrinduko ir jonapluočio dulkinimo SiO₂ dangos) pasižymi skirtinga senėjimo charakteristika. Katastrofiniai arba spalviniai pažeidimai gali ekranuoti vieni kitus kai kuriomis lazerio impulsų klasėmis, todėl bendros charakteringosios kreivės aproksimavimas vienu senėjimo modeliu gali būti klaidinantis, norint prognozuoti senėjimą ekstrapoliuojant.

Summary

INVESTIGATION OF THE FEMTOSECOND LASER-INDUCED FATIGUE EFFECT IN SINGLE-LAYER DIELECTRIC OPTICAL COATINGS: A SEARCH FOR THE MAXIMUM LIKEABLE MODEL

Robertas Grigutis

Optical components used in high power laser systems could be irreversibly damaged due to so-called laser induced damage phenomena. Determining the lifetime of optics is greatly important for applicational purposes. Laser induced damage testing could be a solution to describe the degradation of materials after relatively short periods of time (seconds, minutes, hours), however, this approach might not reflect the real-life situations as the optical elements could be used for many days after being damaged. The aim of this work was to find the mathematical models which best describe femtosecond laser induced damage in single-layer thin-film dielectric optical coatings (Al₂O₃, TiO₂, Ta₂O₅, HfO₂, ZrO₂, Nb₂O₅, SiO₂) and fused silica substrate. The destructive S-on-1 measurements were performed on the samples and then the inspection under Nomarski interference contrast microscope was carried out. The calculated so-called laser survivability curves were fitted with empirical and theoretical models using least square fitting approach. Lastly, fitted curves were extrapolated up to 10¹⁵ laser pulses. The obtained results from the inspection show that the damages of all tested samples could be classified into two categories: color and catastrophic damage modes, which have different degradation behavior. For the catastrophic damage mode the behavior is more probabilistic, but for the color damage mode - deterministic. Also, the catastrophic mode survivability curves of TiO₂, Ta₂O₅, HfO₂, ZrO₂, Nb₂O₅ and fused silica substrate reach saturation, while color mode survivability curves - continues to decrease. We also show that the optical coating process could change the structure of material from the structure of its bulk state. Finally, we discuss that fitting and extrapolating the material's survivability curve which is determined by both catastrophic and color damage mechanisms with a single model could be misleading.