# Borofloat, BK7 és B270 optikai üvegminták ablációja és tranziens reflexió-növekedésének vizsgálata ultrarövid lézerimpulzusokkal

Doktori (PhD) értekezés

# Andrásik Attila

Témavezetők: dr. Budai Judit Prof. Dr. Hopp Béla egyetemi tanár

Fizikai Doktori Iskola Optikai és Kvantumelektronikai Tanszék Szegedi Tudományegyetem Természettudományi és Informatikai Kar



Szeged

# Tartalom

1.	Tudományos előzmények6
1.1.	Abláció
1.2.	A plazmatükör jelenség7
1.3.	Az abláció determinisztikus jellege ultrarövid lézerimpulzusoknál10
1.3.1.	Az ablált gödrök morfológiája10
1.3.2.	A gödrök alakja 11
1.4.	Ablációs küszöb dielektrikumokra ultrarövid lézerimpulzusokkal12
1.4.1.	Az ablációs küszöb különböző összetételű dielektrikum minták esetén 12
1.4.2.	A küszöb meghatározás különböző módszerei15
1.4.2.1	1. Az átmérő-regressziós módszer (ÁR)15
1.4.2.2	2. A többfotonos abszorpciós modell és mélység-illesztés módszere (TAI)16
1.4.2.3	3. Az ablációs küszöb meghatározásának egyéb módszerei19
1.4.3.	Ablációs küszöb besugárzott területtől való függése 20
1.4.3.1	1. Pontdefektus modell
1.4.3.2	2. A plazmatükör hatása az ablációra és a küszöb foltátmérő függésére
2.	Célkitűzés
3.	Vizsgált anyagok és kísérleti módszerek26
3.1.	A dolgozatban vizsgált üvegtípusok jellemzői26
3.1.1.	Schott Borofloat®
3.1.2.	Schott N-BK7

3.1.3.	Schott B270®-Superwite
3.2.	A minták besugárzásához használt kísérleti elrendezés
3.3.	A lézerfény karakterizálása
3.4. <b>4.</b>	A minták besugárzott foltjainak profilométeres vizsgálata
4.1. A impul:	besugárzott terület változtatásának hatása BK7 optikai üvegminta egylövéses, 34 fs-os zusos ablációjára
4.1.1.	Az ablációs küszöbök meghatározása a foltátmérő függvényében
4.1.2.	A reflektált jel változása a beérkező energia függvényében különböző foltátmérőkön 40
4.1.3.	Az 1es és 2es típusú szakaszok eredete43
4.1.4.	A reflexió és ablációs küszöb kapcsolata44
4.1.5.	A 3. típusú szakasz eredete
4.2. 34 fs-o	Tranziens reflexió vizsgálata Borofloat, BK7 és B270 optikai üvegminták egylövéses, os impulzusokkal történő besugárzása során46
4.2.1. függve	A visszavert nyaláb által létrehozott diódajel és a reflexió-növekedés az energiasűrűség ényében
4.2.2.	A tranziens reflexiós viselkedés magyarázata
4.3. abláci	Borofloat, BK7 és B270 üvegfelületekbe egylövéses, 34 fs-os impulzussal mart ós gödrök geometriai méreteinek és morfológiájának vizsgálata52
4.3.1.	Az ablációs gödrök átmérője és mélysége52
4.3.2.	A mart gödrök kiemelkedése és felületi érdessége55
4.3.3.	Az ablációs gödrök alakjának összehasonlítása a három vizsgált üvegre
4.3.4.	Az ablációval eltávozott térfogat, a reflexiós és az ablációs viselkedések kapcsolata 59

5. Összefoglalás	
5.1. Új tudományos eredmények	
5.1.1. A besugárzott terület változtatásának hatása BK7 optik	ai üvegminta egylövéses, 34 fs-
os impulzusos ablációjára	
5.1.1.1. Bevezetés	
5.1.1.2. A fejezethez tartozó tézispontjaim	
5.1.2. Tranziens reflexió értékének növelése Borofloat, BK7	és B270 optikai üvegminták
egylövéses, 34 fs-os impulzusokkal besugárzott foltjain	
5.1.2.1. Bevezetés	
5.1.2.2. A fejezethez tartozó tézispontjaim	
5.1.3. Borofloat, BK7 és B270 üvegfelületekbe egylövéses, 3 ablációs gödrök geometriai méreteinek és morfológiájának viz	4 fs-os impulzusokkal mart zsgálata65
5.1.3.1. Bevezetés	
5.1.3.2. A fejezethez tartozó tézispontjaim	
6. Summary	
6.1. Summary of new scientific results	
<ul><li>6.1.1. How changing the spot size effects the 34 fs, single puls</li><li>68</li></ul>	se ablation of BK7 glass sample
6.1.1.1. Introduction	
6.1.1.2. Thesis points	
6.1.2. Enhancement of the transient reflectivity for Borofloat	BK7 and B270 optical glass
samples irradiated by single, 34 fs pulses	
6.1.2.1. Introduction	

6.1.2.2	2. Thesis points	70
6.1.3.	Investigation of geometrical sizes and morphology of ablated craters etched into	
Borof	loat, BK7 and B270 optical glass samples with single, 34 fs pulses	70
6.1.3.1	1. Introduction	70
6.1.3.2	2. Thesis points	71
7.	Saját publikációk	72
7.1.	A tézispontok alapjául szolgáló tudományos közlemények	72
7.2.	Egyéb nemzetközi, referált folyóiratcikkek	72
7.3.	Konferencia előadások és poszterek	72
Iroda	lomjegyzék	76

# 1. Tudományos előzmények

Amióta az első nagyenergiájú, fs-os lézerimpulzusokat létrehozták [1] az ultrarövid impulzusok és az anyag kölcsönhatásait intenzíven kutatják. Különösen nagy érdeklődésre tartanak számot azok a kísérleti eredmények, melyeket nagy intenzitású (>10<sup>13</sup> W/cm<sup>2</sup>) impulzusokkal hajtanak végre. Besugározva ezekkel az impulzusokkal a mintákat azok képesek anyagot eltávolítani a felületről, illetve nagy sűrűségű lézerplazmát létrehozni ugyanott a következők szerint. Amennyiben átlátszó szigetelő anyagokat használunk céltárgyként, a bejövő impulzus megfelelően nagy intenzitások esetén kölcsönhat az anyagot alkotó atomokkal és elektronokat lök ki a rácsból. Az így létrejött szabadelektron-felhő a beérkező impulzussal kölcsönhat: tovább abszorbeálja az impulzust, aminek következtében lavina-effektus révén [2] tovább növeli az elektronfelhő elektronsűrűségét. A szabadelektron-felhő kellően nagy elektronsűrűség esetén a reflektálja az impulzus maradékát. A töltés szeparáció miatt az ionrácsban Coulomb robbanás történik [3], amelynek következtében anyag hagyja el a besugárzott minta felszínét. A folyamat további részében az elektronok átadják energiájukat az ionoknak, amely a rács felmelegedéséhez vezet.

#### 1.1. Abláció

A nagy energiájú impulzuslézeres besugárzáshoz köthető anyageltávolítást az irodalom lézeres ablációnak nevezi [4]. Ultrarövid impulzusok és dielektrikumok esetén, amikor a sugárzás intenzitása elég nagy (> 1013 W/cm2), akkor a beérkező fotonok átlátszó anyag esetén is elnyelődnek. A folyamat következménye az, hogy a kezdetben átlátszó anyag ionizált állapotúvá és erősen elnyelővé válik. Amikor a lézerimpulzus elég rövid (<1 ps [5]), akkor nem áll rendelkezésre elég idő, hogy az impulzus alatt a felszabadított elektronok alapállapotba való visszarendeződésére. Ilyen esetben nemegyensúlyi a állapotra vonatkozó differenciálegyenletek írják le a folyamatot és a folyamat ultragyors jellege befolyásolja az ablációs folyamatot is: egy elektrosztatikus jelleget öltő nemegyensúlyi folyamat lép fel. Az impulzus abszorbeálódva az anyagban megemeli az elektronok energiáját olyan szintre, mely jelentősen meghaladja az ionokra jellemző kötési energiát ( $\epsilon_b$ ). Az energia maradékát az elektronok mozgási energiaként hasznosítják, amely elegendően nagy lesz ahhoz, hogy az elektronok a szilárd halmazállapotú mintát képesek legyenek elhagyni. Ez alatt az ionrács hidegnek tekinthető, vagyis az impulzusidő alatt nem emelkedik jelentősen az ionok termikus energiája  $(k_B T_i)$ , viszont az eltávozó elektronok keltette töltés szeparáció okozta elektromos tér kilöki az ionokat a rácsból. Az elektronok az energiájukat ionokkal történő ütközésekkel adják át a rácsnak, ennek a folyamatnak a karakterisztikus ideje ( $\tau_{e-L}$ ) a plazmafrekvencia reciprokával arányos:

$$\tau_{e-L} = \frac{M}{m_e} \omega_{pe}^{-1} \tag{1}$$

ahol *M* a relatív iontömeg,  $m_e$  az elektron tömege,  $\omega_{pe}$  pedig a plazmafrekvencia. A plazmafrekvenciát a következő formulával fejezhetjük ki:

$$\omega_p = \sqrt{\frac{n_e e^2}{m\epsilon_0}},\tag{2}$$

Ahol  $\omega_p$ ,  $n_e$ , e, m,  $\varepsilon_0$  rendre a plazmafrekvencia, a plazma elektronsűrűsége, elektron töltése, tömege és a dielektromos állandó. Ennek megfelelően az elektron-ion energiaátadás ideje fordítottan arányos az elektronsűrűség négyzetgyökével: minél sűrűbb a plazma, annál hamarabb megtörténik az energiaátadás.

Az (1) összefüggés csak sűrű plazma esetén érvényes, ezekre érvényes, hogy  $k_B T_e > \varepsilon_b$ , vagyis az elektronok átlagos termikus energiája felülmúlja a kötési energiát. Ennek következtében az beindul. abláció Az elektron-ion energiatranszfer folyamatokra legtöbb, а anyagmegmunkálásban fontos szerepet betöltő mintaanyagok esetén a ps-os tartományba eső karakterisztikus időtartamok jellemzőek, mint például a réz 7 ps-os és a kvarc 6.4 ps-os energiaátadási ideje. Ma már elérhetőek <100 fs-os impulzusokat előállító lézerek, ezek esetén az elektron-ion energiatranszfer a legtöbb anyag esetén sokkal tovább tart, mint az az idő, mialatt az ultrarövid impulzusok intenzitása lecseng. Ezért az ionrács energiáját az impulzus alatt állandónak tekinthetjük. A szabadelektronok sűrűségének (plazmasűrűség) megváltozását pedig időbeli ugrásfüggvényként vehetjük figyelembe.

#### **1.2.** A plazmatükör jelenség

#### A plazmatükör fogalma

A nagyintenzitású (> 10<sup>13</sup> W/cm<sup>2</sup>) lézeres besugárzás hatására létrejött, sűrű lézerplazma elektronsűrűsége még az impulzus ideje alatt eléri azt a kritikus értéket, amelynél az impulzus maradék része reflexiót szenved el. Ennek következménye az erősen reflektáló lézerplazma, a plazmatükör [6 - 18]. A plazmatükör nagy jelentősége az abláció szempontjából az, hogy a folyamat következtében az impulzus azon része, amely a plazma tükör kialakulása után érné el a felszínt reflektálódik, ezáltal csökken az abláció hatásfoka is [19, 20].

Mivel a legtöbb dielektrikumnál (alacsony intenzitás esetén) az anyag átlátszó, ezért alacsony abszorpcióval rendelkeznek, mely azzal jár, hogy a dielektromos függvény képzetes része alacsony. Nagyintenzitású sugárzás esetén az elektronok ionizált állapotba kerülnek az anyag felső, besugárzott rétegében a behatolási mélységig. Az ionizáció négy módon történhet: egyfotonos ionizáció, lavina effektus, többfotonos ionizáció és alagút effektus révén [21]. Azt, hogy milyen módon történik az ionizáció befolyásolja a besugárzó lézerfény foton energiájának és a tiltottsáv-szélességnek az aránya, illetve a lézertér intenzitása. Ha a lézerfény fotonenergiája elegendő a tiltottsáv áthidalására, akkor egyfotonos ionizáció történik. Ha több foton szükséges a tiltottsáv áthidalására, akkor többfotonos ionizáció léphet fel, ha elegendően nagy lézerfény intenzitása. Az ionizáció következtében nő a szabadelektron-sűrűség, melynek következtében az abszorpció is növekszik, amely révén lavina effektus jöhet létre, további ionizációt kiváltva. Amennyiben a lézerfény intenzitása kellően nagy ahhoz, hogy kellően torzítsa az atomi potenciált, alagút effektus következtében is megvalósulhat az ionizáció. Az ionizációs folyamat végén plazma keletkezik az impulzus által besugárzott felső anyagrétegben, melynek elektronsűrűsége megegyezik az anyag atomsűrűségével. Ez az elektronsűrűség a beérkező ultrarövid impulzus időtartama alatt stacionáriusnak tekinthető.

#### A plazmatükör reflexiójának irodalmi áttekintése

A plazmatükör jelenségét először a 90-es évek elején mutattak ki kísérletileg [6]. A jelenség felfedezése után pár évvel bebizonyosodott, hogy a plazmatükör jól használható ultrarövid impulzusok időbeli kontrasztjának javítására [6 - 11]. A beérkező lézerimpulzus több mint két nagyságrendnyi kontrasztnövekedése könnyen elérhető a plazmatükörről való visszaverődés következtében, amennyiben antireflexiós bevonattal ellátott minta besugárzására kerül sor [8]. Különösen jól alkalmazhatóak ilyen célra átlátszó dielektrikum céltárgyak, az egyik legelterjedtebb a kvarcüveg használata [9, 10, 12]. Azonban egészen máig is nagy igény mutatkozik olyan alternatív, átlátszó dielektrikum céltárgyakra, melyekkel magas reflexiós értékek érhetőek el.

Az ultrarövid impulzusok tartományában dielektrikum felületeken keltett plazma tranziens reflexiónövekedését nagyrészt ömlesztett kvarc céltárgyakon vizsgálták. Ziener és társai [9] és Dromey és társai [11] 4%-ról 80 %-ig növekvő reflexiót mutattak ki a kvarcüveg minták felületének besugárzása során az intenzitást 6×10<sup>13</sup> W/cm<sup>2</sup>-ről 3×10<sup>15</sup> W/cm<sup>2</sup>-re növelve. Az ehhez tartozó reflexiónövekedési hányados 20x. Az ennél nagyobb intenzitásokon telítődést mutattak ki, majd 10<sup>16</sup> W/cm<sup>2</sup> érték fölé növelve az intenzitást a reflexió gyors csökkenését figyelték meg. Az általuk használt lézer hullámhossza 800 nm volt, az impulzusidő pedig 90 fs,

emellett 6°-os beesési szöget állítottak be a mintán. Amennyiben a beesési szöget 45°-ra növelték, a reflexió elérte a 65 %-ot. Ez a reflexió több, mint 30x növekedést jelent a kezdeti 2%-hoz képest. Rövidebb, 60 fs-os impulzusidőn Doumy és társai, miközben növelték a beeső energiasűrűséget, [10] 10 % -ról 70 % -ra növekvő reflexió értéket mértek meg. Ezutóbbiak a kezdeti értékhez képest 7x reflexiónövekedésnek számítanak. Emellett 45°-os beesési szögnél és 7 fs-os impulzusoknál egy másik tanulmányban [13] 7 % -ról 60 % -ra növekvő, illetve 0.5 %-ról 37 %-ra növekvő reflexiókat kaptak. Ezutóbbiak pedig 9x és 7x reflexiónövekedéseknek felelnek meg. Varkentina és társai [22, 23] kvarcüveget munkált meg 500 fs-os impulzusokkal, és nagyjából 3x (200%-os) növekedést mért meg a reflexiókra. Az *1*. táblázatban összefoglalom az ebben a bekezdésben felvázolt irodalmi reflexiónövekedési hányadosokat dielektrikum minták esetén.

Hivatkozás	Impulzusidő / Intenzitás	Reflexiónövekedés
[9, 11]	90 fs / 0.6 - 30 x 10 <sup>14</sup> W/cm <sup>2</sup>	20x
[9, 11]	90 fs / 0.6 - 30 x 10 <sup>14</sup> W/cm <sup>2</sup>	30x
[10]	60 fs	7x
[13]	7fs	9x
[13]	7fs	7x
[22, 23]	500 fs	3x

1. táblázat: A plazmatükörnek használt minták és megmért reflexiónövekedési hányadosok

A táblázat alapján a megmért reflexiónövekedési hányadosokban igen nagy eltérések mutathatóak ki még azonos anyagú minták összehasonlítása esetén is. Ez alapján látszik, hogy a tranziens reflexió növekedése erősen függ a lézerparaméterektől. Ennek ellenére jelenleg nem ismert olyan összefüggés, mely egyértelműen megadná a reflexiónövekedés tendenciáját a lézerparaméterek függvényében ultrarövid impulzusok esetén. Ezért a jövőbeli plazmatükrös kísérletek megtervezéséhez nagy szükség van a reflexiónövekedés függésének megméréséhez szisztematikusan változtatott lézerparaméterek esetén, több különböző mintára is.

#### 1.3. Az abláció determinisztikus jellege ultrarövid lézerimpulzusoknál

Az impulzusidőnek az impulzuslézerrel indukált ablációra gyakorolt hatásainak vizsgálata dielektrikumok megmunkálása esetén már számos irodalomi eredményt tudhat maga mögött [19, 24 - 32]. A hosszabb impulzusidőknél az abláció statisztikus természetét figyelték meg: adott anyagi és lézerparaméterek esetén az ablációs küszöböt csak az abláció bekövetkezésének valószínűségi értékeivel lehet megadni [31] Ezzel szemben a publikált eredmények azt bizonyítják, hogy az abláció determinisztikussá válik 100 fs-nál rövidebb impulzusok esetén [31, 33]: ismert anyagi és lézerparaméterek esetén az ablációs küszöb véges pontossággal meghatározható [31]. Emellett az is bebizonyosodott, hogy az egyre rövidebb impulzusidők használata egyre tisztább megmunkált foltot eredményez a besugárzott területen [32, 33], mivel az ultrarövid impulzusok használatával minimalizálni lehet a besugárzott anyag megolvadását és a hő-stressz okozta töréseit.

A rövid lézerimpulzusokra jellemző determinisztikus ablációval jó felületi tisztaság jár együtt, ami jól hasznosíthatóvá teszi a fs-os impulzusokat az ipari felületmegmunkálásban is. Értekezésem aktualitásához hozzájárul az ezen egyre megbízhatóbb anyagmegmunkálási eljárások kifejlesztésének ipari igénye. Az igények kielégítéséhez az abláció paramétereinek és végeredményének lehető legalaposabb ismerete szükséges. Ezek vizsgálatához elengedhetetlen az energia és a foltméret egymástól független és szisztematikus változtatása, valamint a kísérletek megismétlése különböző összetételű anyagok esetén. Az abláció hatásait legkönnyebben úgy lehet monitorozni, ha megmérjük a felületbe mart ablációs gödrök geometriai paramétereit (gödörátmérő és gödörmélység), illetve a gödrök morfológiáját, alakját.

#### 1.3.1. Az ablált gödrök morfológiája

Az ablált gödrök fontos morfológiai jellemzői az alakjuk és a felületi érdességük. Mivel az abláció hatékonysága a besugárzott folt keresztmetszete mentén leköveti a beérkező impulzus intenzitás eloszlását, a gödrök ezen tulajdonságaiból a megmunkáló nyaláb profiljára és a mintaanyag termikus jellemzőire is következtethetünk. Ezért a morfológiai mérések fontos anyagtudományi diagnosztikai eszközöknek számítanak.

#### A gödör körüli kiemelkedés

A többkomponensű kémiai összetételű üvegek viselkedése ablációs szempontból nagyon keveset vizsgált terület, főleg ultrarövid impulzusos felületmegmunkálás esetén. Ennek

megfelelően az irodalomban is nagy a hiány olyan eredményekből, mely ablált gödörprofilok jellemzőit írná le a fs-os impulzusok esetén. Ezért az elméletben leírt összefüggések mindegyike is csak közelítő becslést képes megadni jelenleg a gödrök tulajdonságaira.

Ben-Yakar és társai végezték el az egyiket a kevés számú [10, 34, 35] publikált kísérlet közül [36-38]. Ben-Yakar-ék 200 fs-os impulzusokat használtak Borofloat üveg megmunkálásához. Ultrarövid impulzusok használatával kis érdességű és szabályos gödörprofil-alakot lehet kapni. Az üvegekbe mart gödrök esetén megjelenik a gödör körüli kiemelkedés, melynek magassága 50 nm-től 100 nm-ig növekszik az energiasűrűséget 25.5 J/cm<sup>2</sup>-től 55 J/cm<sup>2</sup>-ig változtatva. A kiemelkedés kialakulásának eredete egy olvadással összefüggő jelenséggel magyarázható. A besugározott térfogat felső rétegében a hőleadás gyors felmelegedést, majd az üveg lágyulását okozza. Az így létrejött vékonyréteg külső erők hatására könnyen elmozdítható lesz. A besugárzott folton a horizontális keresztmetszete mentén a nagy plazmasűrűség-gradiens miatt fellép a hidrodinamikai oldalirányú erő. Ennek következtében az olvadt réteg a folt széle felé kezd áramlani. Ezután elérve a folt szélét, az olvadt állapotú anyag lehűl és megszilárdul. Ez a besugárzott folt szélén a mintaanyag felhalmozódását, vagyis a kiemelkedés keletkezését okozza.

### 1.3.2. A gödrök alakja

Az üvegekbe mart gödrök profilalakja az eddig elvégzett korai vizsgálatok alapján négyzetes, vagy Gauss függvénnyel illeszthető meg, ha a gödröket 150 fs-os impulzusokkal marják ki [34]. Megilleszthető Gauss függvénnyel a mart gödrök alakja 7 fs [20] és 30 fs-os [39] impulzusok esetén is, bár az energiasűrűség növelésével a gödrök kontúrja megváltozik. Ez a kontúrváltozás abban nyilvánul meg, hogy gaussos-ról egy kalapszerű, ún. 'top - hat' formát ölt a gödöralak [34, 20]. Ennek az alaknak a jellemzője, hogy a gödör szélén gyorsan nő a mélység, majd beáll, ellaposodik a mart gödör profilja. Egy tipikus példa a gödör alakjának változására látható a *1*. ábrán az [20] publikáció alapján.





**1. ábra.** a) Az ablációs küszöbnél 1.5 J/cm<sup>2</sup>-es energiasűrűségen és b) a küszöbnél 5.5x magasabb 7.5 J/cm<sup>2</sup> energiasűrűségeken kvarcüvegbe mart gödrök profiljai. Forrás: [20]

#### 1.4. Ablációs küszöb dielektrikumokra ultrarövid lézerimpulzusokkal

Az ablációs küszöböt egy lézerimpulzus esetén úgy definiálhatjuk, mint azt a minimális energiasűrűséget, mely képes elindítani az anyageltávolítás folyamatát a besugárzott mintán. Anyagmegmunkálás szempontjából ez az egyik legfontosabb anyagtudományi paraméter, ugyanis ismeretében megtervezhető, hogy egy adott impulzusenergián a kísérletek során használt anyag roncsolódik-e. Értékét az határozza meg, hogy milyen mértékben képes energiát átadni az impulzus a minta atomjainak, illetve az, hogy az átadott energia hogyan viszonyul ahhoz az energiához, ami kell a minta atomjainak anyagból való kilépéséhez. Először az elektronok számára történik energiaátadás, mely ionizációra és az elektronhőmérséklet emelésére fordítódik.

#### 1.4.1. Az ablációs küszöb különböző összetételű dielektrikum minták esetén

Az ultrarövid lézerimpulzusok lézer-anyag kölcsönhatásait és a minták ablációs válaszát az impulzuslézeres besugárzásra többfajta dielektrikum céltárgyra vizsgálták több évtizeden keresztül [2, 12, 19, 20, 29, 32-34, 38, 40-59]. A lézerparaméterek szórása miatt nincs egységesen alkalmazható magyarázat az impulzuslézeres abláció viselkedésére különböző

minták esetén, mert az ablációs válasz az energiasűrűségtől, a foltmérettől és az impulzusidőtől is erősen függ.

Az egyik legtöbbet használt mintaanyag az ömlesztett kvarc, melynek oka az, hogy ez az anyag rendelkezik az egyik leghomogénebb kémiai összetétellel, illetve a legjobb felületminőséggel. Anyagi és optikai válaszainak jellegzetességeit az impulzuslézeres besugárzásra széleskörűen vizsgálták már [19, 29, 32, 33, 40, 44, 56, 59-65]. Erősen ionizáló ultrarövid lézerimpulzusok hatását az abszorpcióra [59, 66], nemlineáris törésmutatóra [66 - 67] és plazmatükör reflexióra is [9 - 11] vizsgálták.

A kvarcüveg nagy hátránya, hogy drágán lehet előállítani, amelynek következtében az elérhetősége limitált. Olcsóbb alternatívaként alkalmazhatóak a hasonló termikus és optikai tulajdonságokkal bíró összetett optikai üvegek (pl. bárium-alumínium-borát, boroszilikátok). Az ezeken az anyagokra elvégzett kísérletek hosszabb és mérsékeltebb intenzitású impulzusokat alkalmaztak és csak a minta maratási [34, 35, 37, 44, 58, 61, 68-70], vagy csak optikai [59, 71 – 76, 66] válaszait vizsgálták. A plazmatükör hatásait az ablációra csak kevés cikkben vizsgálták eddig [42, 77, 78]. Ezért a többkomponensű optikai üvegek ablációjával kapcsolatos kísérleti eredmények hiányosak. Különösen nagy a hiány olyan ablációs eredményekből, melyekhez ultrarövid impulzusokat és plazmakeltő intenzitásokat használtak.

Ahogy a 2. táblázatban is látszik, fs-os impulzusidőknél ablációs küszöb adatot kevés üvegre lehet találni. Csak a Corning 7059 [25], BK7 [34, 69], Borofloat [37, 58], nátronmész [44, 68], Corning 0211 [52], alumínoszilikát [68], boroszilikát [68] üvegekre adtak meg küszöb értékeket a fs-os impulzusok tartományán. Az irodalomban meghatározásra került küszöbök az erősen szóró alkalmazott lézerparaméterek miatt széles tartományban szórnak. Ezenkívül az ablációs küszöb erősen mintaspecifikus, erősen függ az adott anyag kémiai összetételétől is.

Impulzusidő	Hullámhossz			<b>F</b> <sub>th</sub>		
(fs)	(nm)	Anyag	Módszer	(J/cm <sup>2</sup> )	Ref	
5	780	ömlesztett kvarc	ÁRª	4.9	[33]	
7	800	ömlesztett kvarc	ÁRª, TR <sup>c</sup>	1.2	[32]	
7	800	ömlesztett kvarc	ÁRª	1.25	[56]	
20	780	Corning 7059	ÁRª	0.4	[25]	
30	800	ömlesztett kvarc	ÁR <sup>a</sup> , TR <sup>c</sup>	2.4	[32]	
30	800	ömlesztett kvarc	ÁRª	2.43	[56]	
35	800	ömlesztett kvarc	ÁRª	2.6	[63]	
7-100	800	ömlesztett kvarc	S <sup>d</sup>	1.3 4.5	[19]	
50	780	Corning 7059	TR <sup>c</sup>	0.9	[25]	
55	800	BK7	ÁR <sup>a</sup>	4.6	[69]	
100	800	ömlesztett kvarc	ÁR <sup>a</sup> , TR <sup>c</sup>	4.4	[32]	
100	800	ömlesztett kvarc	ÁR <sup>a</sup>	3.7	[56]	
120	800	ömlesztett kvarc	TAI <sup>b</sup>	5.4	[59]	
120	780	Corning 7059	TR <sup>c</sup>	1.2	[25]	
120	800	Borofloat	ÁRª	4.4	[58]	
120	800	Borofloat	TAI <sup>b</sup>	4.3	[58]	
150	775	ömlesztett kvarc	ÁRª	4.4	[44]	
150	800	BK7	ÁR <sup>a</sup>	5.6	[34]	
150	775	nátronmész	ÁRª	2.42	[44]	
200	780	Borofloat (7740)	ÁRª	2.55	[37]	
300	800	ömleszett kvarc	ÁR <sup>a</sup> , TR <sup>c</sup>	4.2	[32]	
300	780	Corning 7059	TR <sup>c</sup>	1.7	[25]	

2.táblázat. Ablációs küszöbök különböző dielektrikumokra különböző impulzusidőkön.

450	1025	ömlesztett kvarc	S <sup>d</sup> , TR <sup>c</sup>	5.9	[23]
450	1025	ömlesztett kvarc $AR^a$ , $TR^c$ , $S^d$ 2.8-4.25		2.8-4.25	[62]
600	527	Corning0211	ÁRª	59-62 nJ	[52]
600	1053	Corning0211	ÁRª	1271 -1305 nJ	[52]
800	1552	alumínoszilikát	ÁRª	2.53	[68]
800	1552	boroszilikát	ÁRª	7.23	[68]
800	1552	nátronmész	ÁRª	5.34	[68]
100-2000	800	ömlesztett kvarc	ÁR <sup>a</sup>	4-6	[29]

<sup>a</sup>ÁR: átmérő-regresszió, <sup>b</sup>TAI: többfotonos abszorpciós illesztés, <sup>c</sup>TR: térfogat-regresszió, <sup>d</sup>S: statisztikus módszer

#### 1.4.2. A küszöb meghatározásának különböző módszerei

Az ablációs küszöb meghatározásának több módja is lehetséges, a következő fejezetben ezeket a módszereket tekintem át.

#### 1.4.2.1. Az átmérő-regressziós módszer (ÁR)

A leggyakrabban alkalmazott technika a küszöb meghatározására az átmérő-regressziós módszer. Ez a módszer a maratási gödrök bizonyos geometriai méreteit használja fel. Nagy előnye, hogy a küszöb értéke mellett a másik kimeneti paramétere a foltátmérő. Ezáltal a besugárzott folt területének és a mintára eső energiasűrűségnek, vagy intenzitásnak a meghatározására is használják.

Az átmérő regressziós módszert Liu publikációjának megjelenése óta [79] általánosan elfogadott technikának tekintik a lézeres anyagmegmunkálásban nyalábdiagnosztikai célra és a minta ablációs küszöbének meghatározására. Liu ebben a cikkben elsőként írta le ezt az egyszerű metódust gauss-os lézernyalábok foltméreteinek meghatározására. A módszer alapját az adja, hogy a megmunkált felületen a lézeres ablációs útján keletkezett gödrök átmérőjének négyzetei logaritmikusan függnek a besugárzó nyaláb energiasűrűségétől. A módszer ideális gaussos energiaeloszlást feltételez. A felületen maradó ablált lyuk átmérője a következő összefüggést követi [79]:

$$D^2 = 2(D_{nyal\acute{a}b}/2)^2 \times \ln\left(\frac{F}{F_{th}}\right). \tag{3}$$

A (3) összefüggésben  $D_{nyaláb}$  a foltátmérő a besugárzott minta felületén, F a beérkező nyaláb energiasűrűsége,  $F_{th}$  az ablációs küszöb. A (3) összefüggést felírhatjuk energiára ( $E_p$ ) is:

$$D^{2} = 2(D_{nyal\acute{a}b}/2)^{2} \times \ln\left(\frac{E_{p}}{E_{th}}\right)$$
(4)

Az ablációs küszöb meghatározásához az ábrázolandó  $D^2$  vs. log ( $E_p$ ) görbére illeszthető a (4) függvény. Az egyenes meredekségéből a foltátmérő kiszámolható. A foltátmérő ismeretében energiasűrűséget lehet meghatározni. Ezután az ablációs küszöb értéke a (3) formulával illesztett egyenes x tengellyel való metszéspontjaként adódik. A továbbiakban ezt a módszert fogom nevezni átmérő-regressziós módszernek az angol szakirodalomban szereplő 'diameterregression' kifejezést alapul véve.

#### 1.4.2.2. A többfotonos abszorpciós modell és mélység-illesztés módszere (TAI)

#### Üvegek többfotonos abszorpciójának modellje

Az abláció többfotonos abszorpciós modelljét Grehn vázolta fel 2014-es publikációjában [58]. Ezen modell alapján Grehn levezetett egy összefüggést, melyet a mért mélység értékeire illesztett. Ez a módszer az átmérő-regressziós módszerrel együtt jól használható az ablációs küszöb meghatározására a gödrök geometriai paramétereiből. A módszer lényege az, hogy a mélység értékekre illesztett többfotonos abszorpciós függvénynek egyik illesztési paramétere adja meg a küszöb energiasűrűségét. A függvény másik illesztési paraméteréből pedig az abszorpciós együtthatót is meg lehet adni a vizsgált mintára. A módszer feltételezi azt, hogy dielektrikumok ultrarövid impulzusos ablációja többfotonos abszorpció következménye.

A lineáris fényelnyelésre vonatkozó Beer-Lambert törvényhez analóg módon felírható:

$$\frac{dI(z)}{dz} = -\alpha_m I^m(z) \tag{5}$$

A fenti egyenletben I(z) az intenzitást jelöli a merőlegesen beeső nyaláb terjedési irányába mutató z koordináta függvényében,  $\alpha_m$  az m-ed rendű többfotonos abszorpciós együttható és m pedig a folyamatban résztvevő fotonszám, mely az elektronok kiszakításához szükséges. Ha az intenzitást az energiasűrűség (F) segítségével definiáljuk, akkor a következő (6) formulát kapjuk:

$$\frac{dF(z)}{dz} = -\frac{\alpha_m}{m-1} (1-R)^{m-1} F^m(z)$$
(6)

Itt *R* a reflexiós együttható. Az ablációs folyamat addig tart, amíg az impulzus energiája az ablációhoz szükséges küszöb alá nem esik az anyagban való előrehaladása során. Azt a mélységet, amikor ez bekövetkezik maximális ablált mélységnek nevezzük. Ezt a következő összefüggés formájában kifejezhetjük:

$$d_{max} = \frac{\tau^{m-1}}{[(m-1)\alpha_m(1-R)^{m-1}]} \times \left(\frac{1}{F_{th}^{m-1}} - \frac{1}{F^{m-1}}\right)$$
(7)

A (7) összefüggés adja meg a mélység illesztéséhez szükséges egyenletet. A formulában R a reflexiós együttható,  $d_{max}$  az ablált gödör legmélyebb pontjához tartozó mélység,  $F_{th}$  pedig az ablációs küszöb. A (7) összefüggés mért mélység adataira illesztett görbéjének x tengellyel való metszete megadja ezt a küszöbértéket. Az alkalmazásával a foltátmérő direktben nem határozható meg a felületen, így alkalmazásához más módszerrel először a felületet érő energiasűrűségeket kell meghatározni.

#### A háromfotonos abszorpciós együttható

A többfotonos abszorpciós függvény másik illesztési paramétere a többfotonos abszorpciós együttható ( $\alpha_m$ ). Ez az egyfotonos abszorpciós együtthatótól eltérően erősen intenzitásfüggő mennyiség, értékét azonban pontosan meg lehet határozni a gödörmélység értékek energiasűrűség függésének ismeretében, amennyiben ismerjük a folyamat fotonszámát, amelyet adott fotonenergiájú impulzusokat tekintve dielektrikumok esetén a tiltottsáv-szélesség határoz meg. Optikai üvegek tiltottsáv-szélességeit mutatja a *3*. táblázat.

**3.táblázat**: Eltérő kémiai összetételű optikai üvegek és dielektrikumok tiltott sávszélessége ('bandgap', ( $\varepsilon_g$ )) eV-okban, a sávszélesség és 800 nm-es hullámhosszú foton energiájának (1.555 eV) arányszámai ( $m_g$ ), ablációs küszöb értéke ( $F_{th}$ : 120 fs-os impulzusidő, 32 µm-es foltátmérő és 800 nm központi hullámhossz esetén), törésmutatója (n: 800 nm-es hullámhosszra) és háromfotonos abszorpciós együtthatója ( $\alpha_3$ ) [58].

Anyag	Eg (eV)	m <sub>g</sub>	$F_{th}$ (J/cm <sup>2</sup> )	n	$\alpha_3$ (×10 <sup>23</sup> cm <sup>3</sup> /W <sup>2</sup> )
Borofloat	4.7	3.0	4.3 - 4.4	1.47	1.3
LiSi75	4.7	3.0	3.7 – 4.3	1.52	2.4
LiSi66	4.5	2.9	3.9 - 4.4	1.54	2.1
LiSi60	4.9	3.2	3.8 - 4.0	1.55	2.2

LiNa11Si66	4.1	2.6	4.0 - 4.0	1.53	1.6
LiNa22Si66	4.1	2.6	3.5 - 3.6	1.52	2.2
LiMg20Si6 6	4.4	2.8	3.6 - 3.8	1.54	2.8
LiCa20Si60	4.3	2.8	4.1 - 4.4	1.57	1.9
KMg20Si60	4.5	2.9	3.6	1.52	1.8
kvarcüveg	7.2 [59]	4.6	5.4	1.45	-
zafír	9.9 [59]	6.4	7.0	1.76	-

A táblázat alapján az üvegek többsége 3, vagy annál kevesebb beérkező foton esetén ionizálódik. Ezért az elmélet alapján a (7) formula m = 3 rendű változata alkalmazható legjobban a mélység leírására optikai üvegek esetén.

Összehasonlítás céljából megadtam a [58] hivatkozásban szereplő üvegek törésmutatóját 800 nm hullámhosszon és ablációs küszöb adatait is a *3*. táblázatban. Az látható, hogy ezen üvegek ablációs és optikai tulajdonságai (ablációs küszöb és törésmutató) jó közelítéssel egyeznek. Az ablációs küszöb 3.5 és 4.4 J/cm<sup>2</sup> értékek között, míg a törésmutató 1.47 és 1.57 értékek között szór. Ezzel szemben a háromfotonos abszorpciós együtthatóikban 100 %-ot is meghaladó relatív különbségek fedezhetőek fel, pl: Borofloat-ra  $1.3 \times 10^{-23}$  cm<sup>3</sup>/W<sup>2</sup>, míg LiMg20Si66 üvegre  $2.8 \times 10^{-23}$  cm<sup>3</sup>/W<sup>2</sup>-es értékeknél található az  $\alpha_3$  együttható. A kvarcüvegre és zafírra kapott ablációs küszöbök jelentősen eltérnek az üvegekre kapott ablációs küszöbök értékeitől. Szintén jelentős különbségeket lehet látni a sávszélesség értékekben a felsorolt egyéb üvegekhez képest (7.2 eV és 9.9 eV). Kvarcüvegre és zafírra az ablációt már nem a háromfotonos, hanem rendre az öt, illetve hétfotonos folyamat írja le, ezért az ablációjuk dinamikája nem hasonlítható össze a többkomponensű optikai üvegekével.

A háromfotonos abszorpciós együtthatók irodalomban publikált értékeit tartalmazza a 4. táblázat különböző többkomponensű üvegre eltérő intenzitások mellett. A táblázatban látható adatok közül több is nagyságrendileg jól egyezik [71, 74 - 76]. Azonban van kiugrás is az adatokban, mint az ULE (Ultra Low Expansion) üvegre kapott  $4 \times 10^{-28} \text{ cm}^3/\text{W}^2$ -es érték [73]. Ez az együttható több nagyságrenddel kisebb, mint a táblázatban szereplő többi érték, melyek  $5.5 \times 10^{-25} \text{ cm}^3/\text{W}^2 - 1.3 \times 10^{-23} \text{ cm}^3/\text{W}^2$  között szórnak az adott üveg kémiai összetételétől függően. Az adatok nagy szórását jelzi az is, hogy Grehn-ék Borofloat üvegre nagyjából egy

nagyságrenddel nagyobb (10<sup>-23</sup> vs 10<sup>-24</sup> cm<sup>3</sup>/W<sup>2</sup>) abszorpciót kaptak meg [58], mint a többi publikált érték. A táblázatból ezek alapján az látszik, hogy a különböző üvegtípusok a háromfotonos abszorpciós együtthatójukban nagyon eltérnek egymástól.

Impulzusidő	Hullámhossz		a3	Ref
(fs)	(nm)	Tipus	$(cm^{3}/W^{2})$	
120	800	Borofloat	1.3×10 <sup>-23</sup>	[58]
130	800	silicate glasses	$1.7 - 3.3 \times 10^{-23}$	[66]
200	800	Na <sub>2</sub> O-CaO-SiO <sub>2</sub>	5.5×10 <sup>-25</sup>	[75]
200	800	K <sub>2</sub> O-CaO-SiO <sub>2</sub>	1.35×10 <sup>-24</sup>	[75]
200	800	Cs <sub>2</sub> O-CaO-SiO <sub>2</sub>	2.12×10 <sup>-24</sup>	[75]
200	800	Duran	2×10 <sup>-24</sup>	[74]
200	800	SK3	2.3×10 <sup>-24</sup>	[76]
200	800	ULE glass	4×10 <sup>-28</sup>	[73]
200	800	BK7	1×10 <sup>-24</sup>	[71]

**4.táblázat.** Üvegek háromfotonos abszorpciós együtthatói ( $\alpha_3$ ) ultrarövid impulzusidőkre.

A vizsgálatokban használt intenzitásokban is több nagyságrendnyi különbségek vannak. A kísérletekben 10<sup>11</sup>-10<sup>14</sup> W/cm<sup>2</sup> közötti lézer intenzitások fordulnak elő. Ezek az eredmények arra utalnak, hogy a háromfotonos abszorpciós együttható anyagspecifikussága mellett intenzitásfüggő viselkedést produkál. Ezt megerősítik azok a kísérleti eredmények is, melyek szerint a nemlineáris abszorpció növekszik a besugárzás intenzitásának növelésével [71-76]. Továbbá ez a változás nem egyenletes mértékű különböző intenzitás tartományokon.

#### 1.4.2.3. Az ablációs küszöb meghatározásának egyéb módszerei

Az átmérő és mélység közvetlen mérésein túl az ablációs küszöb meghatározásának még két egyéb módja ismeretes: a térfogat-regressziós és statisztikus módszer [62]. Ezt a két módszert vázolom fel ebben az alfejezetben.

#### Térfogat-regressziós módszer (TR)

Ezen módszer használatánál sokszor atomierő mikroszkópot, vagy felületi profilométert használnak mérésre. A roncsolt terület átmérőjének (D) és mélységének ( $d_{max}$ ) ismeretében

megkaphatjuk az eltávozott anyag térfogatát az ablált gödör térfogataként. Ehhez a következő összefüggést használhatjuk fel:

$$V = (D/2)^2 \times \pi \times d_{max} \tag{18}$$

Ebben az összefüggésben *V* az ablált gödör térfogata. A térfogat legegyszerűbb becsléséhez az ablált gödröt henger alakúnak lehet tekinteni.

Korai vizsgálatok megmutatták, hogy az eltávozott anyag mennyisége lineárisan függ az energiasűrűségtől [49, 60, 80]. Ez az állítás az ablációs küszöbnél háromszor magasabb energiasűrűségig érvényes. A térfogat értékek az energiasűrűség függvényében ábrázolva ezért egy egyenest adnak ki, melyre illesztve megkaphatjuk a küszöbértéket. A küszöb az a legnagyobb energiasűrűség, ahol nem következik be roncsolás, tehát a térfogat zéró. Mivel a térfogatértékek közvetlen meghatározásához a teljes ablált felület mérése szükséges, ezért az a módszer elég lassú.

#### Statisztikus módszer (S)

Ez az eljárás a hosszabb impulzusokat alkalmazó kísérletek kedvelt módszere. A hosszabb (nsos) impulzusidő tartományban az abláció folyamata sztochasztikusan írható le, valószínűségi természetű. A módszer során a minta felületét több pontban is besugározzák adott impulzus energián, majd a roncsolt foltok száma alapján megadják a roncsolás valószínűségét, azaz a roncsolt foltok és a besugárzott foltok számának hányadosát képezik. Ezt a mérést különböző energia értéken is elvégzik, és vizsgálják, hogy a roncsolás valószínűsége hogyan változik az energia növelésével. Általában optikai mikroszkópos megfigyelések segítségével határozzák meg a roncsolt foltok számát az összes besugárzott folthoz képest. Két különböző küszöbértéket lehet megadni a módszer segítségével. Az egyik a  $F_{th,low}$  a küszöb alacsonyabb határértéke. Az  $F_{th,low}$  az a legmagasabb energiasűrűség érték, ahol a roncsolási valószínűség nulla. A másik küszöbérték a  $F_{th,high}$ , vagyis a küszöb magasabb határértéke az a legalacsonyabb energiasűrűség érték, ahol a roncsolás biztosan bekövetkezik. Ezen két érték segítségével interpolációs eljárással meghatározható az átlagos roncsolási küszöbérték ( $F_{th,mean}$ ), ahol a roncsolás valószínűsége 50%. A módszer nagy előnye az, hogy nem szükséges fizikai paraméterek mérése a roncsolási küszöb meghatározásához.

#### 1.4.3. Ablációs küszöb besugárzott területtől való függése

A dielektrikumok impulzuslézeres ablációs küszöbértékeinek nagy szórása a fs-os impulzusok esetén napjainkig nyitott kérdésnek számít. Ezt jelzik azok az irodalmi eredmények, melyeknél

ugyanazon anyagra ugyanazon körülmények esetén két, jelentősen eltérő ablációs küszöbérték került meghatározásra. Puerto és társai [59] 5.4 J/cm<sup>2</sup>-es ablációs küszöbértéket adnak meg ömlesztett kvarcra. Vizsgálataikban 50 µm-es nyalábátmérővel dolgoztak a mintafelületen 120 fs-os impulzusokat használva. A Puerto kísérleteiben használthoz hasonló impulzusidőre és hullámhosszra más szerzők a Puerto által leírt értéknél 1.5x kisebb ablációs küszöböt adnak meg ömlesztett kvarcra (3.7 J/cm<sup>2</sup> [56] *vs* 5.4 J/cm<sup>2</sup> [59]). Mivel a két vizsgálat között az egyedüli eltérés a besugárzott terület nagysága, ez alapján kijelenthető, hogy ez jelentősen befolyásolja a küszöböket. Érdemes tehát a szisztematikus vizsgálat sorozat formájában időt szánni a küszöb besugárzott területtől való függésének meghatározására és analízisére az impulzuslézeres abláció teljes körű leírásához.

Több publikáció is foglalkozott a lézerindukált ablációs küszöb foltátmérő függésével, széles tartományban vizsgálva a minták típusait. Kísérleti eredmények léteznek fémekre [81], félvezetőkre [81], dielektrikumokra [30, 60, 82-84], polimerekre [85, 86], valamint szövetekre [87] egyaránt. Kihívásnak számít azonban az eredmények megfelelő interpretációja, mert az egyes publikált vizsgálatok között a foltátmérők nagyon széles skálán szórnak.

A következőkben két lehetséges magyarázatot ismertetek az egylövéses ablációs küszöb foltátmérő függésére: a pontdefektusos és a plazmatükrös modellt. A többlövéses anyagmegmunkálás esetén léteznek más magyarázatok is az ablációs küszöb megváltozására (inkubációs modell [57, 88], hő-akkumulációs modell [57]), de dolgozatomban ezekkel a megközelítésekkel nem foglalkozok.

#### **1.4.3.1. Pontdefektus modell**

Az egyik legelfogadottabb magyarázat a felületi, egyimpulzusos küszöbök foltmérettől való függésére a pontdefektus-modell. A modellt DeShazer írta le először publikációjában [89].

A modell lényege, hogy a besugárzott felületen elhelyezkedő hibahelyeket véletlenszerű eloszlásúnak lehet tekinteni. Az alábbi összefüggés formájában megadott Poisson-függvény megadja azt a valószínűséget, hogy egy véletlenszerűen megválasztott r sugarú kör alakú terület n darab defektet tartalmaz:

$$P(n) = \left[\frac{(\rho * \pi * r^2)^n}{n!}\right] * \exp\left(-\rho * \pi * r^2\right)$$
(9)

Ebben az összefüggésben a  $\rho$  a hibahelyek számát jelenti cm<sup>2</sup>-es besugárzott területre. Amennyiben *r*-et változónak tekintjük, a valószínűségi sűrűségfüggvényt a következő összefüggéssel lehet megadni:

$$dP(r) = 2 * \rho * \pi * r * \exp(-\rho * \pi * r^2) dr$$
(10)

Tekintsünk gauss-os energiaeloszlású, *w*<sup>0</sup> nyalábnyakú impulzusokkal besugárzott területet. Ez esetben egy, vagy több defekt besugárzásának a valószínűségét a következő formula adja meg:

$$P(w_0) = 1 - \exp\left(-\frac{1}{8} * \pi * \ln(2) * \left(\frac{w_0}{d_0}\right)^2\right)$$
(11)

A (11) összefüggés a pontdefektus-modell legfontosabb összefüggése, mely megadja annak az eseménynek a valószínűségét, hogy egy mintára érkező impulzus hibát talál el a besugárzott r sugarú folton. Az összefüggésben szereplő  $w_0$  a lézernyaláb sugarát jelenti, ha a nyalábot lefókuszáljuk a mintára, a  $d_0$  pedig két (pontszerűnek tekinthető) hibahely közötti átlagos távolságot jelenti a besugárzott felületen. A (11) összefüggésnek megfelelően kiszámolhatjuk az ablációs küszöb foltméretfüggését. A modell  $F_i$  ablációs küszöböt ad meg a minta hibahelymentes foltjaira, míg  $F_d$  ablációs küszöböt a hibahelyekre. Ez alapján a besugárzott folton az ablációs küszöböt a következő várható értékkel lehet megadni:

$$F_{th} = F_d * P(w_0) + F_i * (1 - P(w_0))$$
(12)

Korábbi vizsgálatok kimutatták, hogy Corning 7059 üveg besugárzása esetén, 1000 darab lövést tartalmazó impulzus sorozatra 40 és 800 µm foltátmérők között az ablációs küszöb monoton csökken [83]. Hasonló viselkedés mutatható ki BG18 szűrőre [82]. A küszöbökre illesztve a (12) függvényt 650  $\pm$  50 és 600 µm-t adtak meg a Corning-ra és BG18 szűrőre a defektek közötti távolságnak. Mann és társai [84] kimutatták, hogy az egylövéses ablációs küszöb Er<sup>3+</sup> ionokkal szennyezett cink-nitrit-tellurit üveg és 27.8 µm-ről 64 µm-re növelt foltméret esetén 0.51 J/cm<sup>2</sup>-ről 0.32 J/cm<sup>2</sup>-re csökken. Ezzel párhuzamosan annak a valószínűsége, hogy a lézernyaláb defektet ér el az üvegfelületen, növekszik. Jelentős növekedést mértek az egylövéses ablációs küszöbben a 'Marseille-i' csoport tagjai ömlesztett kvarcra és zafírra, amikor 20 µm alá csökkentették a foltátmérőt [60, 30]. A csoport [60]-ban bemutatott eredményeit a 2. ábra is tartalmazza. Az ábrán fekete háromszögekkel jelöltem a [60]-ban mért küszöböket és szaggatott vonallal jelöltem a küszöbökre illesztett pontdefektus függvényt. A szerzők sikerrel jártak a küszöbre kapott adatok pontdefektus függvénnyel való illesztésével. Megfigyeléseik szerint jól követik a küszöbök a modell által megjósolt görbét. Megállapították, hogy akkor írja le a modell a küszöb foltméretfüggését a legjobban, amikor  $d_0=2.9 \ \mu\text{m-es}$  távolság értéket helyettesítenek be a (11) függvénybe.

Kautek-ék [85] csoportja fémes és félvezető céltárgyak esetén is sikeresen illesztette a pontdefektus-modell (11) összefüggésben leírt függvényét az ablációs küszöbök mért értékeire [57].



2. ábra. Ablációs küszöb a foltátmérő függvényében. A szaggatott vonal a küszöb értékekre a (11) összefüggést felhasználásával a [60] hivatkozás szerzői által illesztett függvény

#### 1.4.3.2. A plazmatükör hatása az ablációra és a küszöb foltátmérő függésére

#### Az energiasűrűség növelésének hatása az ablált gödrökre

Az irodalomban található adatok alapján konszenzus van az ablált gödrök főbb geometriai paramétereinek, a gödörátmérőnek és gödörmélységnek energiasűrűség függéséről [19, 20, 56, 90]. Ezeket a függéseket jól szemléltetik Uteza és társai [19] által publikált tendenciák. Uteza-ék ömlesztett kvarcba mart gödrök geometriai méreteit mérték meg, az eredményeket az ablációs küszöbre normált energiasűrűség függvényében adták meg. Kísérleteikben 30 fs-os impulzusokat használtak levegő környezetben a minta megmunkálásához. Az abláció következtében kapott gödrök átmérője folyamatos növekedést mutat az energiasűrűséggel a teljes vizsgált energiasűrűség tartományon. Ezzel szemben a mélységet tekintve két eltérő tendenciát lehet megkülönböztetni a beeső impulzus energiasűrűségétől függően. Az első

tendenciára az ablált gödrök mélységeinek és az átmérőinek gyors növekedése jellemző. Ez a típusú függés az ablációs küszöb energiasűrűségénél kezdődik és annak kb. kétszereséig tart. A második tendenciára a mélységek telítődése jellemző, amely az ablációs küszöb kétszeresénél, vagy annál nagyobb energiasűrűségeknél történik. A mélység értékek telítődését a szerzők a besugárzott felületen generált lézerplazma reflektáló hatásának tulajdonították.

#### A plazmatükör potenciális hatása az ablációs küszöbre

Ahhoz, hogy magyarázzuk a küszöbök foltmérettel való függését, figyelembe kell venni a plazma hatásait is, mert a nyalábméret csökkentésével egyre nagyobb energiasűrűségek járnak. Uteza vizsgálatai alapján [19, 30] ez az energiasűrűség egy idő után eléri azt a szintet, amelynél a mélység értékek telítődnek. Uteza és társai pedig a nagy elektronsűrűségű plazma tükröző hatásának tulajdonítják a mélység telítődését [30]. Hasonló következtetésre jutott Varkentina [23], miszerint az ablált térfogat növekedésének telítődését egyértelműen a reflexiónövekedés kezdete jelzi. Mindezeket figyelembevéve feltehető, hogy a plazma megjelenése kihathat az ablációs küszöbre is. Ennek a kapcsolatnak a pontos természete jelenleg ismeretlen, ezért indokolt az ablációs küszöbnek és a plazma tükör reflexiójának szisztematikus vizsgálata eltérő foltméretek mellett.

# 2. Célkitűzés

Az irodalmi előzményekkel és a potenciális felhasználási lehetőségekkel összhangban jelentős igény mutatkozik olyan dielektrikum céltárgyakra, amelyeket ultrarövid impulzussal besugározva magas reflexiós értékekkel rendelkező plazmatükör érhető el a minta felszínének lehető legkisebb mértékű roncsolása mellett, amely egy további eljárásban esetleg javítható lenne, ezzel felvetve egy többször használható céltárgy előállíthatóságának lehetőségét. Mivel többkomponensű optikai üvegek ablációjával kapcsolatos kísérleti eredmények hiányosak, ezért nagy szükség van a plazmatükör reflexiónövekedésének és ablációs viselkedésének vizsgálatára szisztematikusan változtatott lézerparaméterek és eltérő összetételű minták esetén.

Az irodalmi adatokban tapasztalható nagy szórás miatt célul tűztem ki annak megértését, hogy a foltátmérő változása miként hat a plazma tükör reflexiójára és az ablációs paraméterekre. Ennek vizsgálatához célul tűztem ki fs -os impulzusokkal besugározni BK7 üvegmintát eltérő besugárzott foltméretek mellett. Meg kívántam határozni a mintába mart ablációs gödrök geometriai méreteit, valamint a különböző nyalábparaméterekhez tartozó ablációs küszöböket. További célom volt fotodiódával monitorozni a besugárzott területekről reflektálódott nyaláb energiáját. A vizsgálatok mellett célul tűztem ki a tapasztalt jelenségek magyarázatát.

Kutatómunkám második részében célom volt megvizsgálni, hogy az üvegek összetételé milyen hatással van a besugárzásuk során kialakuló plazma reflexiójára és az ablációs paraméterekre. Ennek megvalósításához három eltérő típusú üveget sugároztam be 34 fs-os lézerimpulzusokkal azzal a céllal, hogy megtaláljam azt az üvegtípust, mellyel a legnagyobb tranziens reflexiójú plazmatükör felületet lehet létrehozni és hogy megmagyarázzam az üvegek reflexiójában tapasztalt különbségeket. Célul tűztem ki ezeken túl, hogy az üvegmintákba mart gödrök morfológiáját, ablációs paramétereit összevessem egymással és magyarázatot adjak a megfigyelt eltérésekre, hasonlóságokra.

## 3. Vizsgált anyagok és kísérleti módszerek

#### 3.1. A dolgozatban vizsgált üvegtípusok jellemzői

Doktori munkám során 3 különböző típusú üveget vizsgáltam. Ezek tulajdonságait a következőkben foglalom össze, összetételük az 5. táblázatban található.

#### 3.1.1. Schott Borofloat®

A Schott cég Borofloat® nevű üvegének [91] legfontosabb tulajdonsága magas áteresztőképessége mellett, hogy a többi üvegtípushoz képest sokkal alacsonyabb hőtágulási együtthatója van  $(3.25 \times 10^{-6} 1/K)$ . Ennek következtében a hősokkal szembeni ellenállóképessége is magas. Ez a tulajdonsága nagyon jól kihasználható a tiszta és jó minőségű lézeres felületmegmunkálást igénylő alkalmazásoknál. A Borofloat további említésre méltó tulajdonsága, hogy jó felületi simasággal jellemezhető. Ez a gyártási folyamat jellegéből, az ónfürdőn való úsztatásból fakad elsősorban. A kísérletekhez használt Borofloat üvegminták előzetes ellipszométeres mérései alapján 0.1 nm-es felületi érdességgel jellemezhetőek, ami a legjobb, kiváló minőségű polírozott üvegfelület simaságával vetekszik. Nagyrészt SiO<sub>2</sub> -ot tartalmazó kémiai összetételében is hasonlít a kvarcüveghez (lásd: *5*. táblázat).

#### 3.1.2. Schott N-BK7

A Schott N-BK7 nevű boroszilikát-koronaüveg [92] az egyik leggyakrabban használt üvegtípus. Nemcsak optikai rendszerekben használják szubsztrát anyagként, hanem minta anyagként is többször előkerül. Magas áteresztőképessége széles spektrális tartományon fennáll, emellett a legtöbb gyártónál nagy kémiai tisztasággal, könnyen elérhető üvegmintának számít. Hőtágulási együtthatója jóval magasabb a Borofloat-nál: 7-8 × 10<sup>-6</sup> 1/K, ennek megfelelően kevésbé ellenálló a hőstressznek. A kísérletekhez használt üvegminták felületi érdessége ellipszométeres mérések szerint 1.6 nm, mely bár rosszabb, mint a Borofloat-é, de még mindig jó minőségű üvegfelületnek felel meg. Az ára alacsonyabb, mint a legtöbb üvegnek.

#### 3.1.3. Schott B270®-Superwite

A Schott B270®-Superwite üvegkompozíciójának [93] speciális tulajdonsága elsősorban az, hogy magas áteresztőképessége és jó tisztasága mellett a többi átlátszó üveghez képest hosszabb ideig nem színeződik el a napfény hatására. Az anyag nagy hátránya a többi vizsgált

üvegtípushoz képest a magas hőtágulási együtthatója, amely  $8-9.4 \times 10^{-6}$  1/K. Emiatt a különböző, hőstressz hatására generált felületi torzulásoknak, roncsolásoknak erősen kitett.

Anyag		Tömegarány (wt%)									
	SiO <sub>2</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	ZnO	BaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
BOROFLOAT® <sup>[91]</sup>	81	13	4	Ļ	_	_	2	-	-	-	
BK7 <sup>[94]</sup>	70	10	10	6	-	-	3	-	1	-	-
B270® <sup>[95]</sup>	69	-	8	8	7	4	2	-	-	1	1
Kvarcüveg	100	-	-	_	_	_	-	-	_	-	-

5. táblázat. A három vizsgált üvegtípus és a kvarcüveg kémiai összetevői.

A minták felületi optikai homogenitását ellipszometria segítségével ellenőriztük. A mérésekhez egy Woollam M2000F forgó kompenzátoros ellipszométert használtunk. Az előzetes vizsgálatok alapján a kísérletekhez használt üvegminták törésmutatója a teljes felületük mentén megfelelt a reprodukálhatóság követelményeinek. A Borofloat üvegminta törésmutatója 800 nm-en 1.462. Ennek megfelelően *p*-polarizált és 45°-ban beeső, 800 nm-es nyalábra a permanens reflexiója 0.68 %. A BK7 üveg törésmutatója 800 nm-en 1.51, permanens reflexiója 0.89 %. Hasonló körülmények között a B270 üveg törésmutatója 1.52, permanens reflexiója: 0.93 %.

Az üvegek kémiai összetételeiből megbecsültem azok átlagos elektronszámait 1 mol anyagmennyiségre:

$$n_{\acute{a}tl} = \sum (n_{e,i} \times [\frac{(wt\%_i/(100*M_i))}{\sum (wt\%_i/(100*M_i))}])$$
(13)

A (13) összefüggésben  $n_{e,i}$  az i. komponens kötéseit alkotó vegyérték elektronszáma 1 molra vonatkoztatva (moláris vegyérték-elektronszám),  $M_i$  az i. komponens móltömege,  $wt\%_i$  pedig az i. komponens tömegaránya.

#### 3.2. A minták besugárzásához használt kísérleti elrendezés

A kísérletek kivitelezéséhez használt lézerforrás egy oszcillátorból és a hozzá tartozó erősítő rendszerből áll [96]. Az oszcillátor (Spectra-Physics Rainbow CEP4) 800 nm-es központi

hullámhosszúságú sugárzást bocsát ki impulzus üzemmódban. Az impulzusok egy Titán-zafír kristály alapú többpasszos CPA erősítő elrendezésen hatolnak keresztül, melynek kimenetén 34 ± 0.16 fs idejű, 1 mJ energiájú impulzusokat kapunk.

A TeWaTi laboratórium rendszere 1 %-nál kisebb RMS energia stabilitással biztosítja az erősített impulzussorozatot. Harmadrendű keresztkorrelációs mérések alapján az erősítő kimenetén az impulzusok időbeli kontraszt-hányadosa a 10<sup>7</sup>-es értéket is meghaladja. A rendszer kimenete egy olyan impulzussorozat, melynek ismétlődési frekvenciája 200 Hz-ig változtatható. Egy elektronikusan vezérelhető mechanikai nyalábzárat használtam ahhoz, hogy a minta besugárzandó területére csak egy darab impulzus essen. Az impulzusok energiáját egy polarizációs nyaláb attenuátor segítségével változtattam, mely egy 800 nm-es központi hullámhosszra szánt félhullámlemezből és egy polarizációs nyalábnak az asztallal párhuzamosan polarizált részét engedi át. A félhullámlemez optikai tengelyének beállított pozíciójától függően az áteresztett impulzusenergia szabályozható. Az energiát a kísérletek során a 10 µJ és 420 µJ közötti tartományban változtattam az attenuátorral. Az energiák értékeit minden mérés megkezdése előtt egy Gentec gyártmányú energiamérővel kalibráltam be közvetlenül az attenuátor után. A minta előtt egy eltolóra helyezett parabolatükör fókuszálja le a nyalábot a céltárgy felületére. A 152.4 mm-es fókusztávolság a nyaláb f/19-es fókuszálását biztosítja a fókuszsíkra.

A mintákat egy mintatartó adapterben a beérkező nyalábhoz képest 45 fokos beesési szögben rögzítettem. A mintatartót egy *x-y* irányú eltolóhoz rögzítettem, mely lehetővé tette a minta vertikális és horizontális mozgatását a mintafelület síkjával párhuzamosan. A lövések között a mintatartót úgy mozgattam el, hogy a besugárzott foltok ne fedjenek át. A fókuszáló tükör mozgatását a *z*-irányú eltoló hajtja végre a nyaláb terjedési iránya mentén. Ez biztosítja a minta felületén a nyalábméret változtatását, függetlenül a többi paramétertől.

A mintáról visszavert nyalábot egy 35 mm-es fókusztávolságú és 25.4 mm-es átmérőjű lencsével fókuszáltam rá egy fotodióda érzékelő felületére. A plazmasugárzás alacsonyabb hullámhosszú részét és az impulzuserősítő pumpalézer szórt fényét egy felül áteresztő szűrővel csökkentettem le a fotódióda detektálási küszöbe alá. Ezenkívül reflexiós szűrőkkel a detektálandó intenzitást a dióda lineáris tartományába csökkentettem. Az *3*. ábrán a kísérleti elrendezés sematikus rajza látható.



3. ábra. Az üvegfelület megmunkáló kísérleti elrendezés sematikus rajza

## 3.3. A lézerfény karakterizálása

Kísérleteim előtt az abláló lézer paramétereit is megvizsgáltam. Az impulzusidőt lézer diagnosztikai eszközzel [97] pontosan megmértük, arra  $34 \pm 0.16$  fs-ot kaptunk. A nyalábátmérőt munkámban közvetlen kamerás vizsgálattal határoztam meg. Ennek a módszernek előnye, hogy a nyaláb térbeli intenzitás-eloszlását is ellenőrizni lehet a nyalábprofil közvetlen felvételével. A nyalábátmérő mérések során a 4a) ábrán látható elrendezést használtam, a terjedési irány mentén több pozícióban is rögzítettem képeket. Egy tipikus felvétel a 4b) ábrán látható. Az eloszlásokra Gauss-függvényt illesztettem:

$$S = S_0 \exp\left(\frac{-2(x-x_0)^2}{w_0^2}\right)$$
(14)

A (14) összefüggésben a  $w_0$  a nyaláb sugara, x a keresztmetszeti koordináta,  $x_0$  a nyaláb középpontjának koordinátája,  $S_0$  pedig a középponthoz tartozó kamerajel.



4. ábra. a) CCD kamera az eltolóra helyezett fókuszáló elem után, b) a nyalábprofil képe a fókuszáló elem és a kamera között (az elhajlási mintázatot a szűrőkön levő szennyeződések okozzák a nyalábprofilban)

A 5. ábrán a kamera felvételekkel kinyert nyalábátmérők láthatók a z koordináta függvényében. A nyalábsugár terjedési iránytól való függését az alábbi függvénnyel illesztettem:

$$w(z) = \sqrt{w_0 * \left[1 + \left(\frac{\lambda * z}{\pi * w_0^2}\right)^2\right]}$$
(15)

ahol  $\lambda$  a lézer központi hullámhosszát (ami jelen esetben 800 nm) jelenti, w<sub>0</sub> a nyalábnyak. A gaussos impulzus terjedését leíró (15) függvény illesztésének jóságát mutatja az illesztett, folytonos görbe és a mért, zöld négyzettel jelölt adatok közötti egyezés. Ennek számszerű bizonyítéka az is, hogy az illesztés jóságát jellemző R<sup>2</sup> együtthatóra 0.95 feletti értéket kaptam. Az illesztés alapján a fókuszhoz tartozó nyalábnyak átmérője 20 µm-nek adódott. A minta felszínének pozíciójában (z=3.6 mm) 48 µm-es értéket kaptam a nyalábátmérőre.



5. ábra. A mintára beérkező nyaláb kamerás felvételeiből kapott nyalábátmérők (1/e<sup>2</sup>) a terjedési iránymenti pozíció függvényében (zöld négyszögek) és az adatokra illesztett (folytonos zöld vonal) az illesztés során kapott nyalábparaméterrel

#### 3.4. A minták besugárzott foltjainak profilométeres vizsgálata

A gödrök morfológiáját az SZTE Optikai és Kvantumelektronikai Tanszék Anyagvizsgálati Laboratóriumának DEKTAK8 'stylus' típusú profilométerével vizsgáltam.

A profilometria egy olyan vizsgálati módszer, amellyel felületi topográfiai adatokat lehet megkapni a vizsgált felszínről. A módszerrel a felületi érdesség és a felületi struktúrák vertikális és horizontális kiterjedése is meghatározható nagy pontossággal. A felületeket szkennelni lehet optikai és közvetlen fizikai kontaktusos módon is. A profilométernek két alapvető része van: detektor és a mintatartó. A szkennelés módja szerint megkülönböztethetünk mintatartót mozgató, és detektor mozgató működési módokat. Két fajtájú profilométer létezik: 'stylus' és optikai alapú. A 'stylus'-nál egy tű segítségével közvetlen fizikai kontaktusba kerül a detektor a minta felszínével. A szkennelés során mozgatják a detektort vagy a mintát. A stylus típus előnye, hogy nagy laterális felbontást biztosít. Emellett viszont az eszköz hátránya az, hogy lassú, illetve a tű könnyen szennyeződhet a mérendő minta felszínén található törmelékdarabok hatására, valamint a minta felülete is roncsolódhat a szkennelés során. Az optikai alapú profilométer valamilyen fényforrást használ próbának, a felszín detektálása pedig a legtöbb esetben interferenciás módszerrel történik.

Az általam használt műszer tűjének görbületi sugara 0.2 μm, a biztosítható laterális és vertikális felbontás 170 nm és 1 Å.

Ezzel az eszközzel minden, a minta felületére lőtt gödörnek lemértem a profilját a kistengely mentén (ld.: *6a*) ábra), melynek segítségével elemezni tudtam ezek geometriai alakját. A *6b*) ábrán öt tipikus profilt láthatunk. Az alakból meghatároztam minden esetben a gödör átmérőjét és az ablált mélységet, amelyek segítségével az ablált térfogat meghatározására is lehetőség nyílt.



6. ábra. a) egy tipikus ablált gödör optikai mikroszkópos felvétele, a piros vonal a profilométeres mérések irányát mutatja. b) Tipikus gödörprofilok Borofloat üvegre, külön jelölve a gödör átmérőt és mélységet

#### A felületi érdesség definiálása

Az ISO 4287-e szabvány a felületi minőség karakterizálásáról ad meg eljárásrendet. Eszerint a felületi érdességet (Ra) a profil mért értékeinek és a mért terület kiterjedése mentén átlagolt profilnak a szintkülönbségeiből kapjuk meg. Az Ra-t a következő összefüggés adja meg:

$$Ra = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} (d_{felvett,i} - d_{illesztett,i})$$
(16)

ahol N darab pont felvételére került sor,  $d_{felvett,i}$  az i. felvett adatpont vertikális értéke,  $d_{illesztett,i}$  a felvett profilra illesztett negyedfokú függvény i. értéke.

#### Átmérő regresszió módszer

A minták meglövése után kapott gödrök profilométeres vizsgálata alapján meghatároztam a gödrök átmérőjét. Az átmérő értékek négyzeteit a beérkező impulzusenergia természetes alapú logaritmusának függvényében ábrázoltam, ahogy a 7. ábrán látható példaként. Minden esetben, így az ábrán jelölt adatpontok esetén is 11 gödör átlagolásával kaptam meg azokat, a hibasávok

a 11 darab gödör átmérőinek szórás értékeit jelölik. Az adatokat a 1.4.2.1. fejezet (4) formulája alapján egyenessel illesztettem, mely látható a 7. ábrán. Az ábrán *w* a formula alapján meghatározott nyalábsugarat jelenti.



7. ábra. Gödörátmérő négyzetének függése az energia logaritmusával B270 üvegre, piros vonal: mért átmérő adatok lineáris függvénnyel illesztve

A foltátmérő ismeretében az energiasűrűséget (F) és az intenzitást (I) az alábbi formulákkal számoltam, amelyek figyelembe veszik, hogy 45°-os beesési szög mellett végeztem a besugárzást:

$$F = \frac{2E_p}{(\pi w^2 \sqrt{2})} \tag{17}$$

$$I = \frac{2E_p}{(\pi w^2 \tau \sqrt{2})} \tag{18}$$

A fentebb bemutatott összefüggésekben w a kapott nyalábsugár,  $\tau$  az impulzusidő (FWHM: 'full width of half maximum'),  $E_p$  az impulzusenergia. A nevezőben szereplő  $\sqrt{2}$  tag a terület kiszámításához szükséges szorzófaktor. Erre a mintára érkező nyaláb 45 fokos beesési szöge miatt van szükség. Emiatt a döntött fókuszsík vetülete ellipszis alakú lesz és a  $w\sqrt{2}$  kifejezés az ellipszis nagytengelyének hosszát jelöli.

#### Mélység-illesztéses módszer

A (17) formulával kiszámolt energiasűrűségek felhasználásával a profilokból meghatározott gödörmélység értékekre illesztettem a többfotonos abszorpció modelljéből levezetett (7)

összefüggést. A 8. ábrán a modell háromfotonos változatának mért mélységekre illesztését mutatom meg példaként B270 üvegre. A (7) formula alapján az illesztési paraméterekből az ablációs küszöb (F<sub>th</sub>: függőleges vonallal jelölve az ábrán) és a háromfotonos abszorpciós együttható is meghatározható.



 8. ábra. B270 üvegbe mart gödrök mélység értékeinek megillesztése (piros, illesztett görbe) a többfotonos abszorpciós modellre megadott (7) összefüggés alapján

# 4. Új tudományos eredmények

# 4.1. A besugárzott terület változtatásának hatása BK7 optikai üvegminta egylövéses, 34 fs-os impulzusos ablációjára

#### 4.1.1. Az ablációs küszöbök meghatározása a foltátmérő függvényében

## Átmérő:

A gödörátmérők négyzeteit az energiasűrűségek függényében ábrázolom a 9. ábrán különböző átmérőjű nyalábok esetén. Az ábrázolt mérési pontokat 11 db azonos energiasűrűség értéken lőtt gödör paramétereinek átlagolásával kaptam, a hibasávok ezen értékek szórását mutatják. A kis szórások miatt a hibasávok nagy része nem látható az ábrákon, mert a szimbólumok elfedik őket. Az energiasűrűségek az átmérő-regressziós módszerrel meghatározott foltátmérőkből lettek kiszámolva megillesztve a kisebb energiákhoz tartozó pontokat az elméleti összefoglalóban szereplő (4) összefüggés alapján.  $F_{th}$  és  $D_{nyaláb}$  rendre az aktuális ablációs küszöböt és a foltátmérőt jelentik, illetve a folytonos vonalak az első, a szaggatott vonalak a második lineáris szakaszok pontjaira illesztett egyeneseket mutatják. Az átmérő-regressziós módszerrel konzisztens módon az x tengelyt logaritmikus skálán adom meg.





9.ábra. Ablált gödörátmérő négyzetének függése az energiasűrűségtől különböző foltátmérők esetén

A 9e) grafikonon jól látható, hogy az 52.2 μm-es foltátmérő mellett mart gödrök esetében csak egyféle meredekség érték jellemzi a pontokra illesztett egyenes tendenciáját a teljes vizsgált energiasűrűség tartományon. Az összes adatpont hibasávon belül, jól illeszkedik a folytonos vonallal jelölt egyenesre. Ez a [79] hivatkozás alapján azt jelenti, hogy ezen a foltátmérőn valamennyi ablált gödör követi a Gauss nyalábokra megadott logaritmikus ablációs görbét.

Ha megnézzük az 52.2 µm-nél kisebb foltátmérők eseteit az 9*a*)-*d*) grafikonokon, akkor azt láthatjuk, hogy a gödörátmérők négyzetei az előzőtől eltérően viselkednek. A két különböző, eltérő meredekségű lineáris szakasz és a szakaszok metszéspontjai szembetűnőek az ábrákon. A metszéspont alatti energiasűrűségeknél mart ablációs gödörátmérő négyzetek kisebb meredekségű szakaszt határoznak meg, míg a metszéspont után ugrásszerűen megnő az illesztett egyenesek meredeksége. A töréspontok megjelenése arra utal, hogy az abláció
elsődleges mechanizmusa megváltozik ezeknél az energiasűrűségeknél. A kisebb meredekségű szakasz már az egész kicsi energiasűrűségeknél megjelenik, amely a tiszta ablációs mechanizmussal jellemezhető, ezért az ezen energiasűrűség tartományokon mért adatokra illesztett egyenes meredekségéből határoztam meg a foltátmérőket és az ablációs küszöböket. A nagyobb energiasűrűség tartományon mért adatokra illesztett egyenes az előző ablációs küszöböt mutat a szaggatott vonallal jelölt egyenes *x* tengelymetszeténél. Ez a második küszöb az abláció új mechanizmusára utal, melynek hatása azonban csak a két egyenes metszéspontjától válik jelentőssé a gödörátmérőkben. Erről a következő fejezetben részletesen lesz még szó.

#### Mélység:

A foltátmérő ablációs gödörparaméterekre gyakorolt hatását mutatja a *10*. ábra, melyen a gödörmélység energiasűrűség függése látható eltérő foltátmérőkkel megmunkált mintákon. Az értékeket ugyanazon gödrök mélységeinek átlagolásával és szórásainak kiszámításával kaptam meg, mint az átmérők esetében. Az ábrákon látható folytonos vonalakat a többfotonos függvények illesztés alapján (lásd az 1.4.2.2. fejezet (7) egyenletét) kaptam meg.





10. ábra. Ablált mélységek az energiasűrűség függvényében különböző foltátmérők esetén

Megfigyelhető, hogy minden görbe telítődést mutat, a telítődés helye viszont eltérő foltméreteken eltérő. A telítődés helye az a pont, ahol az energiasűrűség további növelésével a mélységek növekedése 5 %-os határon belül van (szaggatott vonalak a *10*. ábrán). Ezek 20.2 µm-es foltátmérőn 43 J/cm<sup>2</sup>, 23.4 µm-es foltátmérőn 30 J/cm<sup>2</sup>, 27 µm és afeletti foltátmérőkön pedig nagyjából 20 J/cm<sup>2</sup> energiasűrűségek. A mélység értékek 52.2 µm-es foltátmérőn mart gödrök esetében 250 nm-es érték körül telítődnek. A legnagyobb foltátmérő kivételével az összes többi esetben, beleértve a 27 µm-nél kisebb foltátmérőkkel mart gödröket, a telítődés a 200 nm-es érték körül következik be. Összevethetjük a gödörmélység telítődéséhez tartozó energiasűrűségeket a gödörátmérők második szakaszának kezdetét mutató küszöbökkel. Ez alapján megállapítható, hogy ezen két érték jól egyezik egymással az összes foltátmérőre. Ezért

ezen telítődés bekövetkezte a mélység értékekben megerősíti, hogy a második küszöb felett új folyamat kezdi játszani a főszerepet az ablációban.

Az adatokat részletes elemzésnek vetettem alá a többfotonos abszorpciós modell segítségével. Az irodalomban a gödörmélységek leírására használt függvényt (lásd: 1.4.2.2. fejezet (7) összefüggése) illesztettem a mért értékeimre (*10.* ábra, folytonos vonal). A mélység adatokra legpontosabb illeszkedést akkor kaptam, amikor a háromfotonos abszorpciót feltételeztem az irodalmi összefüggés használata során. Ez arra utal, hogy a háromfotonos abszorpciót leíró modell jól használható a kísérleteink során lejátszódó ablációs folyamatok leírására. Ez a jó egyezés az összes vizsgált foltméret esetén fennáll. Az illesztett görbék *x* tengellyel való metszéspontjaiként meg lehet kapni az ablációs küszöböket. Ezeknek a küszöböknek az értékeit az ábrákra is felírtam a hozzá tartozó foltátmérőkkel együtt. Az ablációs küszöbök íly módon történő meghatározásának pontosságát jól jelzi az elméleti görbéknek a mért adatokra való jó illeszkedése.

Az 6. táblázatban összegyűjtöttem a foltméreteket és az azokhoz tartozó gödörátmérő, valamint gödörmélység értékekből megkapott ablációs küszöböket azok hibáival együtt. A táblázatban szereplő adatokat összevetve látható, hogy az azonos foltátmérőhöz tartozó, különböző módszerekkel meghatározott küszöbök egyeznek egymással a hibasávokon belül. és ugyanazt a tendenciát követik a foltátmérő függvényében. Miközben a foltátmérőt 52.2 μm-ról 27.0 μm-re változtattam, a minta ablációs küszöbe 6.5 J/cm<sup>2</sup> értékről 5.1 J/cm<sup>2</sup>-re csökkent, azonban a foltátmérő további csökkentésével 23.4, illetve 20.2 μm-es értékekre, az ablációs küszöb rendre 6.7 J/cm<sup>2</sup>, illetve 10.6 J/cm<sup>2</sup> értékekre nő. A következő fejezetekben magyarázatot fogok nyújtani erre az érdekes jelenségre.

<b>D</b> <sub>nyaláb</sub> (μm)	$m{F}_{th, \acute{a}tm\acute{e}r\ddot{o}}\ ({ m J/cm}^2)$	$F_{th,m\acute{e}lys\acute{e}g} \ ({ m J/cm}^2)$
20.2	10.8±0.5	10.4±0.4
23.4	7.1±0.7	6.2±0.3
27	5.2±0.4	5.0±0.4
40.0	5.0± 0.5	6.1± 0.6
52.2	$6.4 \pm 0.5$	$6.65 \pm 0.3$

**6. táblázat.** Foltméretek a minta felületén, gödörátmérő és gödörmélység értékekből meghatározott ablációs küszöbök.

# 4.1.2. A reflektált jel változása a beérkező energia függvényében különböző foltátmérőkön

Amikor a megmunkáló impulzus eléri a mintát, nagy sűrűségű plazmát kelt annak felületén. Az ablációt befolyásolja ennek az erősen reflektáló ionizált állapotú rétegnek a kialakulása, ezért a reflexió energiasűrűség függvényében bekövetkező változásainak vizsgálata fontos az ablációs küszöb viselkedésének megértéséhez. A változás mérésével azonosítani lehet az ablációt befolyásoló ultragyors folyamatokat. Ezért egy fotodiódával monitoroztam a beérkező impulzus besugárzott foltról visszaverődött energiájának változásait az energiasűrűség függvényében. Lejegyeztem a fotodióda mV-ban megadott jelét, majd elemeztem azt, hogy az energia növelésével milyen gyorsan és hogyan változik meg annak értéke. Mivel a fotodióda a ráeső, karakterisztikus válaszidejére átlagolt optikai teljesítménnyel arányos jelet ad ki, konstans impulzusidőre az impulzusenergiával arányos jelet generál. A reflektált jel változásának mértéke arányos a reflexió változásának mértékével. A *11.* ábrán a felvett diódajel (*S*) impulzusenergiától ( $E_p$ ) való függése látható 40.0 µm-es és 52.2 µm-es foltátmérők alkalmazása esetén.



11. ábra. A fotodióda mV-ban kifejezett jele a beérkező energia függvényében 40.0 μmes és 52.2 μm-es foltátmérőkön

A *11a*) grafikonon három, a *11b*) grafikonon viszont csak kettő lineárisan változó, különböző meredekségű szakaszra lehet felbontani a diódajelet. A *11*. ábra értelmezéséhez fontos megjegyezni, hogy az egyes szakaszokra illeszthető egyenesek meredekségei megfeleltethetőek az adott szakaszra jellemző reflexiós együtthatókkal. ennek megfelelően a meredekségek arányai a reflexió változást reprezentálják. Ezeket a meredekségeket *s*<sub>*i*</sub>-vel jelöltem az ábrán,

ahol az *i* a vizsgált szakasz sorszáma. Ez alapján látható, hogy 40.0 µm-es foltátmérőn háromfajta reflexiós együtthatót lehet társítani a jelhez. Ez három különböző optikai válasz jelenlétére utal. Az, hogy melyik típusú válasz válik egy adott energia esetén dominánssá, a beérkező impulzusenergia függvénye. Mindhárom szakasz esetén jól illeszkedtek az illesztett egyenesek a mért adatokra. A 40 µm-es foltátmérőnél az 1. és 2. típusú szakaszok határa ( $E_{th,s2}$ : a pontozott és szaggatott vonalakkal jelölt egyenesek metszéspontja) 75 µJ-nál, a 2. és 3. típusú szakaszok határa ( $E_{th,s3}$ : a szaggatott és folytonos vonallal jelölt egyenesek metszéspontja) pedig 220 µJ-nál található.

Az 52.2 µm-es foltátmérőnél, mely a *11b*) grafikonon látható, a görbék két egyenessel illeszthetőek, melyek 150 µJ-nál metszik egymást. Az első szakasz meredeksége (0.3 mV/µJ) megyegyezik a 40.0 µm-es foltátmérőn felvett jel 1. típusú szakaszának meredekségével, ezért az első szakaszt 1. típusúként azonosítottam. A töréspont utáni szakasz meredeksége (0.95 mV/µJ) megegyezik a 40.0 µm-es foltátmérőn felvett jel 2. típusú szakaszának meredekségével, ezért ezt a szakaszt 2. típusúként azonosítottam. A 3. típusúként azonosítható szakasz nem jelenik meg a jelben. Ennek az lehet az oka, hogy 52.2 µm foltátmérőn a maximális energiához (400 µJ) tartozó energiasűrűség (26 J/cm<sup>2</sup>) jó közelítéssel megegyezik a 3. típusú szakasznak a *11a*) ábrán azonosított alsó határához (220 µJ) tartozó enegiasűrűségével (25 J/cm<sup>2</sup>).

A 40.0 μm-es foltátmérőnél kisebb foltméreteknél (*12a*)-*c*) grafikonok) a diódajel eltérően viselkedik az energia függvényében a nagyobb foltméreteknél tapasztaltakhoz képest. Minden 40.0 μm-nál kisebb foltátmérőnél csak két lineáris szakasz jelenik meg a tendenciákban. A mért adatokra illesztett egyenesek meredekségeiből az látszik, hogy a kisebb energiákhoz tartozó szakasz meredeksége nagyobb, mint a nagyobb energiákhoz tartozóé. A két szakasz a 20.2 μm foltátmérőnél 75 μJ-on (33 J/cm<sup>2</sup>), a 23.4 μm-es foltátmérőnél szintén 75 μJ-on (25 J/cm<sup>2</sup>), a 27 μm-es foltátmérőnél pedig 80 μJ-on (20 J/cm<sup>2</sup>) metszi egymást. A kisebb energiákhoz tartozó szakaszok meredekségei a foltmérettel növekvő sorrendben a következők: 1.28, 1.05 és 0.95 mV/μJ. Ezzel szemben a nagyobb energiákhoz tartozó szakaszok meredekségei hasonló sorrendben a következők: 0.5, 0.4 és 0.4 mV/μJ. A meredekségek egymáshoz viszonyított értékei alapján a kisebb energiákhoz tartozó szakaszokat a 2. típussal, míg a nagyobb energiákhoz tartozóakat a 3. típussal azonosítottam. Az 1.-es típusúként azonosított szakasz nem jelenik meg a mért adatokban.



12. ábra. A fotodióda mV-ban kifejezett jele a beérkező energia függvényében a három legkisebb foltátmérőn

A 7. táblázat összefoglalja a 2. szakasz és a 3. szakasz kezdetét jelző küszöbenergiákat ( $E_{th,s2}$  és  $E_{th,s3}$ ), valamint az 1.,2. és 3.-as típusú szakaszok  $s_1$ ,  $s_2$  és  $s_3$  meredekségeit az összes vizsgált foltátmérő esetén.

<b>D</b> nyaláb	$E_{th,s2}$	$E_{th,s3}$	<i>S</i> 1	\$2	\$3	
(µm)	(µJ)	(µJ)	(mV/ µJ)	$(mV/\mu J)$	$(mV/\mu J)$	
20.2	n/a	75 (33 J/cm <sup>2</sup> )	n/a	1.28±0.10	0.50±0.05	
23.4	n/a	75 (25 J/cm <sup>2</sup> )	n/a	1.05±0.05	0.40±0.10	
27	n/a	80 (20 J/cm <sup>2</sup> )	n/a	0.95±0.05	0.40±0.05	
40.0	70 (7.84 J/cm <sup>2</sup> )	220 (25 J/cm <sup>2</sup> )	0.30±0.05	0.90±0.10	0.25±0.10	
52.2	150 (9.9 J/cm <sup>2</sup> )	n/a	0.30±0.05	0.95±0.10	n/a	

**7. táblázat**. A diódajel tendenciák alapján leolvasható 1. / 2. és 2. / 3. típusú szakaszok határát jelző energiák és a hozzájuk tartozó küszöb energiasűrűségek és az azonosított szakaszok meredekségei a releváns foltátmérőkkel.

#### 4.1.3. Az 1.-es és 2.-es típusú szakaszok eredete

Az 52.2 µm és 40.0 µm-es foltátmérő értékekre illesztett ablációs görbék analízisével kapott küszöbök értékei jó közelítéssel egyezést mutatnak azokkal az energiasűrűségekkel, amelyek az 1. típusú és a 2. típusú szakaszok határához tartoznak. Az 52.2 µm foltátmérőnél 6.4 J/cm<sup>2</sup> (*9e*) grafikon) és 6.65 J/cm<sup>2</sup> (*10e*) grafikon), míg az 40.0 µm foltátmérő esetén 5.0 J/cm<sup>2</sup> (*9d*) grafikon) és 6.1 J/cm<sup>2</sup> (*10d*) grafikon) ablációs küszöbértékek kerültek meghatározásra. A diódajelekből kapott  $E_{th,s2}$  küszöbök 52.2 µm és 40.0 µm foltátmérőkön (*11a*)-*b*) grafikonok) 9.9 J/cm<sup>2</sup> és 7.84 J/cm<sup>2</sup> (*7*. táblázat). Az ablációs küszöb energiasűrűségek alatt permanens reflexiót figyelhetünk meg. Ezt jellemzi az 1. típusúként azonosított szakasz.

A 2. típusú szakaszhoz tartozó  $s_2$  meredekségek sokkal nagyobbak az  $s_1$  meredekségekhez képest. Az  $s_2/s_1$  arányok 3 – 4.3 értékek között szórnak. Ez azt is jelenti, hogy a 2. típusú szakaszhoz tartozó reflexiók értékei is 3 - 4.3x-re növekszenek meg az 1. típusú szakasznál kapott reflexiókhoz képest. Ezek a reflexiók a plazmatükör kialakulását mutatják a besugárzott folton, az  $E_{th,s2}$  értékek pedig azt az energiát, ahol a plazmaképződési folyamat eléri a kritikus elektronsűrűséget. Ennek megfelelően a 2. típusú szakasszal jellemzett energiatartomány az üveg felületén keltett plazmát jellemző tranziens, plazma-reflexióhoz tartozik.

#### 4.1.4. A reflexió és ablációs küszöb kapcsolata

Az 13. ábrán látható, hogy a reflexió növekedését mutató  $s_2/s_1$  hányadosok a foltméret függvényében ugyanúgy változnak, mint az  $F_{th}$  ablációs küszöb értékek. A foltátmérőt 52.2 µm-ról 40 µm-re változtatva, az  $s_2/s_1$  hányados értéke 3.2-ről 3.0-ra csökken. A folt átmérőjének további csökkentésével 27, 23.4, illetve 20.2 µm-es értékekre, a  $s_2/s_1$  hányados rendre 3.2, 3.5, illetve 4.3 értékekre nő. A fenti eredmények alapján megállapítható, hogy a legkisebb vizsgált foltátmérőknél a plazmakeltés következtében megnövekvő reflexió eredményezi az ablációs küszöb növekedését. Egyúttal az ábra alapján grafikusan megerősíthető, hogy az átmérőkből és a mélységekből meghatározott küszöbértékek a hibasávokon belül egyeznek és azonos tendenciát követnek.



13. ábra. Ablációs küszöbök a foltátmérő függvényében. Kék színnel a gödörátmérők (▲) és a mélységek vizsgálata során kapott (●) *F<sub>th</sub>* küszöböket, piros színnel pedig az s<sub>2</sub>/s<sub>1</sub> hányadosokat jelöltem

#### 4.1.5. A 3. típusú szakasz eredete

Az 52.2 μm-nél kisebb foltátmérőknél a 3.-as szakasz meredeksége mindig kisebb, mint a 2.es szakaszé: a 40.0 μm-es foltátmérőn 3.5-szer kisebb, mint a 2. szakaszé és az 1. szakasz meredeksége alá esik. Az s<sub>3</sub>/s<sub>2</sub> arány 1-nél kisebb értéke a reflexió értékének csökkenésére utal valamennyi 52.2 μm-nél kisebb foltátmérőnél. A reflexió csökkenésének oka a levegő lézerimpulzus okozta ionizációja. A nyaláb által lavina ionizációval gerjesztett levegőplazma egyik következménye a minta felületét elérő energia csökkenése, ahogy azt az irodalomban bizonyították [98]. Az beérkező energia egy része a levegő ionizációra fordítódik, így az ez okozta energiacsökkenés megjelenik a reflektált intenzitásban is. Ezért a reflexiós méréseim eredményei arra mutatnak, hogy a harmadik szakasz megjelenésének oka a levegő lézerimpulzus által bekövetkezett ionizációja.

Az irodalomban publikált eredmények alapján a levegő lézeres ionizációjának küszöb intenzitása  $2.2 \times 10^{14}$  és  $9.2 \times 10^{14}$  W/cm<sup>2</sup> értékek között szór [99-101], az ionizált állapotú levegőréteg nagy visszaverőképességű leárnyékolóként működik. Az irodalomban található szimulációs eredmények [99] megmutatták a levegő ionizációjának hatását a besugárzott mintát érő impulzus energiájára. Ez alapján, ha a beérkező intenzitás  $5 \times 10^{14}$  W/cm<sup>2</sup>-nél kisebb, az ionizáció okozta energiaveszteség elhanyagolható és nincs jelentős hatása a lézer-anyag kölcsönhatásra. Ahhoz, hogy a levegő ionizációja okozta energiaveszteség mérhető hatással legyen a reflexióra, az impulzus intenzitását ezen érték fölé kell növelni. Esetemben az ehhez tartozó energiasűrűség értéke 17 J/cm<sup>2</sup>, ha az általam használt 34 fs-os impulzusidővel számolunk. Ez magyarázza azt a megállapításomat, hogy a reflexiós görbéken a levegő ionizációjának megjelenéséhez tartozó E<sub>th,s3</sub> csak 20 J/cm<sup>2</sup>-en, vagy afeletti energiasűrűségeken figyelhető meg.

Az ablált gödrök mélységének telítődése közelítőleg hasonló energiasűrűségeken kezdődik meg, mint a második küszöb megjelenése a diódajelben. Ezen kívül a gödörátmérő négyzetek, azaz ebből következően a gödörátmérők növekedési sebessége megnövekszik. Mindezek magyarázhatóak azzal, hogy a levegő ionizációja után megmaradt impulzus szóródik az ionizált levegőrétegen. A kisebb energiájú, de nagyobb területre szóródó nyaláb nagyobb területen hat kölcsön a mintával, ami a maratási gödör átmérőjének megfigyelt növekedését és a maratási mélység telítődését okozza.

### 4.2. Tranziens reflexió vizsgálata Borofloat, BK7 és B270 optikai üvegminták egylövéses, 34 fs-os impulzusokkal történő besugárzása során

### 4.2.1. A visszavert nyaláb által létrehozott diódajel és a reflexió-növekedés az energiasűrűség függvényében

A három üveg besugárzott területéről visszavert nyaláb által generált diódajel mért adatait a 14. ábra mutatja. Az *a*) grafikonon a Borofloat, a *b*) grafikonon a BK7, a *c*) grafikonon a B270 üvegről kapott eredmények láthatóak. Az ábrán látható pontokat most is 11 besugárzott foltból kinyert adatok átlagolásával kaptam meg. Az energiasűrűségeket az átmérő regressziós módszerrel meghatározott foltátmérőkkel számoltam ki, amelyet a 4.3. fejezetben írok le részletesen.



**14.ábra.** A besugárzott területről visszavert nyaláb által keltett fotodióda jel az energiasűrűség függvényében a három vizsgált üvegre

Látható, hogy a fotodióda jel energiasűrűségtől való függését két egyenes szakaszra lehet bontani: az  $S_p = a_p *F + b_p$  függvényt illesztettem rá az első, míg az  $S_t = a_t *F + b_t$  függvényt a második szakaszokra. A dolgozatom előző fejezetében megvizsgált diódajel első szakasza az üveg permanens reflexiójához, a második szakasza a plazmatükör tranziens reflexiójához tartozik. Ezért a három vizsgált üvegre kapott diódajel első és második szakaszainak paramétereit is *p*-vel, illetve *t*-vel különböztetem meg. Az illesztéseket MatLab programmal a legkisebb négyzetek módszerével végeztem el, az illesztések jóságát jellemző R<sup>2</sup> együtthatóra mindhárom üveg esetében 0.95 feletti értékeket kaptam. A szakaszok az ablációs küszöb értékeinél metszik egymást. Az adatpontokra illesztett egyenesek (a folytonos, illetve szaggatott vonalak) illesztési paraméterekből megkapott meredekségei ( $a_p$  és  $a_t$ ) különbözőek. A *t* meredekség mindhárom üveg esetében jelentősen nagyobb, mint a *p* meredekség. A kapott eredményeket a 8. táblázatban foglalom össze.

<b>A</b>	Rp	ap	at	F <sub>th,t</sub>
Anyag	[%]	[mV×cm <sup>2</sup> /J]	[mV×cm <sup>2</sup> /J]	[J/cm <sup>2</sup> ]
Borofloat	0.68	2.83	19.4	9.8
BK7	0.89	3.47	14.1	7.8
B270	0.93	3.53	11.5	7.3

**8.táblázat.** A három üveg permanens reflexiós együtthatója ( $R_p$ ), az egyenes illesztéssel kapott illesztési paraméterek ( $a_p$  és  $a_t$ ) és a p/t szakaszhatárhoz tartozó energiasűrűségek ( $F_{th,t}$ ).

A meredekségek a permanens és tranziens szakaszok metszéspontjától kezdődően mindhárom üvegre megnövekednek. Ezek a metszéspontok Borofloat esetén 9.8 J/cm<sup>2</sup>, BK7 esetén 7.8 J/cm<sup>2</sup>, B270 esetén 7.3 J/cm<sup>2</sup> -es energiasűrűséghez tartoznak. Ez az érték BK7 üveg esetén 1.3 J/cm<sup>2</sup>-rel magasabb, mint az 52.2 µm foltátmérőn meghatározott 6.5 J/cm<sup>2</sup>-es ablációs küszöb (lásd: 4.1.1. fejezet). Ezen kívül a metszéspontok energiasűrűségei nagyjából egyeznek az 4.1.2. fejezetben megfigyelt 1. es és 2.-es típusú szakaszok metszéspontjához tartozó energiasűrűségekkel. Ezeket az energiasűrűségeket az ablációt megelőzően kialakuló plazmatükör megjelenéséhez társítottam.

A küszöbök alatti energiasűrűségeken a három vizsgált üvegre (Borofloat, BK7, B270) kapott  $a_p$  meredekségének aránya (2.83:3.47:3.53) jó egyezést mutat az üvegekre kapott permanens reflexiók százalékban kifejezett értékeinek arányával (0.68:0.89:0.93). Ezutóbbi értékeket a 8. táblázatban  $R_p$ -vel jelöltem. A permanens reflexiók értékeit a Fresnel-egyenletekből és ellipszométeres mérések eredményeként egyaránt megkaptam. A permanens reflexió értékeinek és a diódajel meredekségeinek arányára kapott jó egyezést a 15. ábrán is szemléltetem, ahol a fotodióda jel első szakaszának meredekségeit ábrázoltam a permanens reflexiók függvényében. Az ábra alapján jól látható, hogy a jel növekedésének mértéke követi a permanens reflexió változásait a három vizsgált üvegre, megerősítve, hogy a diódajel első szakaszánál annak értékét a minta permanens reflexiója határozza meg.



**15. ábra**. Az *a<sub>p</sub>* illesztési együtthatók értékei a permanens reflexiós együtthatók függvényében a három vizsgált üvegre. Szaggatott vonal jelzi az egyenes arányosságot a két mennyiség között

A reflektált nyaláb által indukált, *14.* ábrán látható diódajel második szakaszában a jel növekedése gyorsabb a permanens szakaszhoz képest. Ahogy rámutattam a BK7 üvegre különböző foltátmérőknél kapott eredmények bemutatásánál (4.1.3. fejezet), ez a reflexió magasabb értékét, a plazmatükör tranziens reflexiójának beindulását jelzi. Ezért neveztem el ezt a szakasz tranziens szakasznak. A tranziens szakaszon a legnagyobb mértékben a Borofloat üveg jele növekszik, a legkisebb mértékben pedig a B270 üveg jele. A Borofloat üvegen 20 mV-ról 450 mV-ra, a B270 üvegen 25 mV-ról 250 mV-ra növekvő jelet produkáló plazmát keltettem. A BK7 üveg jelének 25 mV-ról 300 mV-ra növekedésének mértéke pedig kicsivel felette van a B270-nek. Ezen eltérések azt mutatják, hogy a Borofloat tranziens reflexiójának viselkedése a BK7-hez és B270-hez képest jelentősen különbözik, mely arra utal, hogy a keltett plazma tulajdonságai is jelentősen eltérnek Borofloat-ra.

Egy adott energiasűrűségen a mért jel értékeinek (*PD*) és a permanens reflexió ugyanazon energiasűrűségre extrapolált értékeinek (*PD<sub>p</sub>*) hányadosából megkaphatjuk a reflexió növekedés  $\Delta R_t$  értékét a  $\Delta R_t = (PD-PD_p) / PD_p$  definíció alapján. A  $\Delta R_t$  %-ban kifejezett értékei a 16. ábrán láthatóak. A görbe elején lévő negatív értékek a diódajel mérési hibájából adódnak, ugyanis definíció szerint a permanens szakaszban nullának kellene lennie a növekedés mértékének.



16. ábra. A reflexió növekedése %-ban az energiasűrűség függvényében Borofloat (kék), BK7 (zöld) és B270 (piros) üvegre

A plazmatükör kialakulásának küszöbértéke felett a reflexió növekedni kezd. A 440%-os, 200%-os és 150 %-os növekedési értékeket 27 J/cm<sup>2</sup>, 17 J/cm<sup>2</sup> és 22 J/cm<sup>2</sup> energiasűrűségeken érik el a reflexiók rendre Borofloat, BK7 és B270 üvegekre. 25 J/cm<sup>2</sup>-nél a reflexió a Borofloat-nál 400%-kal, a BK7-nél 200 %-kal, a B270-nél 135 %-kal növekszik. A növekedés mértéke a küszöb felett a Borofloat-ra a legnagyobb, míg a BK7 és B270 kisebb növekedést produkálnak.

#### 4.2.2. A tranziens reflexiós viselkedés magyarázata

Az ebben a fejezetben található magyarázat során Grehn és társai cikkében [58] leírt megközelítést vettem alapul. A cikkben az üvegek kémiai összetétele eltéréseinek tulajdonítják az ablációs küszöbökben mért különbségeket. Ennek mintájára megvizsgáltam, hogy az üvegek kémiai összetétele milyen mértékben járulhat hozzá a reflexióváltozást meghatározó plazmasűrűséghez. Kiszámoltam az átlagos vegyértéksáv-beli elektronszámot (*n*<sub>átl</sub>) 1 mol anyagmennyiségre az üvegtípusok kémiai összetétele alapján. Az egy atomra eső átlagos vegyértékelektron számot az adott üvegalkotó elemre az üvegek tömegsűrűségét figyelembe véve határoztam meg az egyes összetevők százalékos aránya, móltömegük és az atomjaik közötti kötést alkotó vegyérték elektronok számából a (13) összefügés alapján (lásd: vizsgált anyagok és kísérleti módszerek). Az egyes vizsgált üvegek kémiai összetétele a vizsgált anyagokat bemutató fejezetben, az 5. táblázatban látható. A 9. táblázatban összehasonlítom a számolt *n*<sub>átl</sub> értékeket a három vizsgált üvegre és összevetem azokat az irodalomban leginkább meghivatkozott kvarcüvegre kapott irodalmi értékekkel [23].

A vizsgált üvegekre és kvarcra kapott  $n_{dil}$  értékek a számolások alapján a következők: Borofloat-ra 4.19 mol, BK7-re 3.91 mol, B270-re 3.48 mol, míg kvarcüvegre 4.0 mol 1 mol anyagra. Ábrázolva a reflexió-növekedés diódajelből meghatározott  $\Delta R_t$  értékeit az  $n_{dil}$ értékekkel a 17. ábrán, azt látjuk, hogy növekvő vegyérték-elektronszámmal a reflexiónövekedés is növekszik. A plazmatükör reflexiója tehát úgy változik az egyes üvegek között, mint a vegyérték elektronok koncentrációja. Varkentina reflexiós mérése kvarcüvegre [23] alátámasztja a megfigyeléseket. A kvarcüvegre kapott 4.0 mol-os  $n_{dil}$  a BK7-re kapott értékhez (3.91 mol) áll legközelebb. Ehhez a vegyérték elektronszámhoz Vakentina és társai 220 %-os növekedést adnak meg reflexióban, amely közelítőleg egyezik a reflexió-növekedésnek az általam BK7 üvegre meghatározott 200 %-os értékével. Ez alapján megállapítható, hogy az eltérő vegyérték elektronszám jól magyarázza az üvegek eltérő reflexió növekedéseit.

**9. táblázat.** A három vizsgált üveg számolt átlagos vegyérték elektronszámai és a tranziens reflexió növekménye összehasonlítva a kvarcüvegre publikált irodalmi eredménnyel.

Amuag	n <sub>átl</sub>	at	ΔRt
Anyag	(mol)	[mV×cm <sup>2</sup> /J]	(%)
Borofloat	4.19	19.4	440
BK7	3.91	14.1	200
B270	3.48	11.5	150
Kvarcüveg	4	-	220 [23]



**17. ábra.** A tranziens reflexió  $\Delta R_t$  növekedésének függése az átlagos elektronszámtól ( $n_{\acute{a}tl}$ ) a vizsgált üvegekre és kvarcüvegre

# **4.3.** Borofloat, BK7 és B270 üvegfelületekbe egylövéses, 34 fs-os impulzussal mart ablációs gödrök geometriai méreteinek és morfológiájának vizsgálata

### 4.3.1. Az ablációs gödrök átmérője és mélysége

A 18. ábrán a profilométeres mérésekből kapott gödörátmérő négyzeteinek értékei láthatóak az energiasűrűség függvényében a három vizsgált üvegre. Az átmérő-regressziós módszerrel kapott ablációs küszöböket függőleges szaggatott egyenesekkel jeleztem. A hibasávok a legtöbb adatpont esetén a szimbólumoknál kisebbek, ezért nem láthatóak az ábrán. A mért adatokra illesztett, folytonos vonalakkal rajzolt egyenesek az átmérő-regressziós módszerrel kapott függvények az energiasűrűség függvényében ábrázolva.



**18. ábra.** Mért gödörátmérő értékek az energiasűrűség függvényében a három vizsgált üvegre A logaritmikus görbék mindhárom vizsgált üveg esetén jól illeszkednek a mért adatokra, mely arra utal, hogy a gödörátmérők az irodalom által megadott [79] függvényt követik. A

hibahatárokon belül azonos paraméterekkel és mindhárom üvegre ugyanazt a függvényt lehet illeszteni. Ebből az állapítható meg, hogy a meredekségből meghatározott foltátmérők mindhárom üvegre a mérések hibáján belül egyeznek.

Az 10. táblázatban az illesztési paraméterekből számolt foltátmérőket átlagoltam és összegeztem a vizsgált üvegekre. Emellett a táblázatba beleírtam a három vizsgált üvegre az illesztett egyeneseknek az *x*-tengellyel való metszéspontjaként kapott ablációs küszöbök átlagát is.

**10.táblázat.** A gödörátmérő értékek elemzéséből kapott eredmények összegzése a három vizsgált üvegre.

A	Dnyaláb	Fth
Anyag	[µm]	[J/cm <sup>2</sup> ]
Borofloat	50.1	$5.85 \pm 0.20$
BK7	52.2	$6.43 \pm 0.54$
B270	49.5	$5.95\pm0.31$

A küszöbök felett az ablált gödörátmérők mindhárom üvegre jól követik az irodalomban definiált logaritmikus függést az energiasűrűségtől [37, 41, 56, 62, 79], ahogy az a *18*. ábrán látható.

Az abláció energiahatékonyságának meghatározásához elengedhetetlen az ablált mélység ismerete, vagyis az ablált gödör legmélyebb pontjának megmunkálatlan felülettől számított szintkülönbsége. A kapott mélységeket (*d<sub>max</sub>*) az energiasűrűség függvényében a háromfotonos abszorpciós függvény illesztés módszerével elemzem (*19.* ábra). A mért adatok többfotonos modell illesztésével kapott függvényeket is feltüntettem az ábrán, illetve az elemzésből adódó ablációs küszöböket is jelöltem folytonos, függőleges vonalakkal. Az illesztési paraméterekből adódó abszorpciós együttható értékeket a *11.* táblázat foglalja össze.



19. ábra Mért gödörmélység értékek az energiasűrűség függvényében a három vizsgált üvegre

Míg az ablációs küszöb közelében gyors növekedés jellemzi a mélységet, addig a 20 J/cm<sup>2</sup>-nél nagyobb energiasűrűségeknél a görbe ellaposodik. A tendenciában történő változás azt jelenti, hogy nem lehet logaritmikus függvényt illeszteni a mélységekre, amely mutatja, hogy a mélységek leírására más függvényt kell alkalmazni, mint a gödörátmérők leírására. A mélységek viselkedése mindhárom üveg esetén azonos. A mélység adatok legnagyobb értékeiben mutathatóak ki csak különbségek: a Borofloat üvegbe mart gödrök 250 nm körül érik el a legnagyobb mélységüket, a BK7 üvegbe martak 240 nm környékén, míg a B270 üvegbe martak 220 nm-en.

A 19. ábrán látható illesztési eredmények alapján megállapítottam, hogy a mélység értékekre a többfotonos abszorpción alapuló függvény háromfotonos változata (a formula leírása az elméleti összefoglalóban található) jól illeszkedik mindhárom vizsgált üveg esetén. A háromfotonos jelleg egyáltalán nem számít meglepőnek, tekintve a szilikát üvegekhez tartozó tiltott sáv szélességét (4 eV) és a megmunkáló impulzus hullámhosszához tartozó fotonenergiák (1.5 eV) arányát, melynek alapján a legtöbb üveg esetén 3 beérkező foton elnyelése szükséges az elektronok vezetési sávba lépéséhez.

A többfotonos analízisből származó ablációs küszöbök  $6.0 \pm 0.5 \text{ J/cm}^2$  értékek körül szórnak. A küszöbök mérési hibán belül egyeznek mindhárom üvegre mindkét kiértékelési módszer esetén. A küszöbök, átmérők és mélységek összehasonítása alapján megállapítottam, hogy az ablációs viselkedésben nem mutatható ki jelentős eltérés a három vizsgált üvegre 0.68 és 28 J/cm<sup>2</sup> közötti energiasűrűség tartományon. A háromfotonos abszorpciós együtthatók tekintetében azonban tapasztalható eltérés a három üveg között. A meghatározott értékek alapján a Borofloat abszorbeálja legkevésbé a nyalábot, a BK7 üveg abszorpciós együtthatója a másik két üveg között található, míg a B270-hez tartozó érték a BK7 üveghez képest 30%kal nagyobb.

11. táblázat	. Ablációs	küszöbök e	és háromfot	onos abszorpciós	együtthatók	a három	vizsgált
üvegre.							

	${f F}$ th, átmérő	Fth, átmérő Fth, mélység	
	[J/cm <sup>2</sup> ]	[J/cm <sup>2</sup> ]	[cm <sup>3</sup> /W <sup>2</sup> ]
Borofloat	$5.85 \pm 0.20$	$5.80 \pm 0.21$	5.45*10 <sup>-25</sup>
BK7	$6.43 \pm 0.54$	$6.65 \pm 0.71$	6.35*10 <sup>-25</sup>
B270	$5.95 \pm 0.31$	$5.65 \pm 0.24$	8.28*10 <sup>-25</sup>

### 4.3.2. A mart gödrök kiemelkedése és felületi érdessége

Ebben a fejezetben bemutatom a besugárzott foltok kisebb átmérője mentén profilométeres vizsgálattal felvett ablációs gödörprofilokat, mivel ezekkel jellemezhető az ablációs maratás minősége. A 20. ábrán különböző impulzusenergiákon lőtt gödrök keresztmetszeti profiljai láthatóak Borofloat, BK7 és B270 üvegekre. A szintkülönbséget a megmunkálatlan felülethez viszonyítva  $\Delta H$ -val jelöltem. A profilométer pásztázó tűje által megtett távolságot *x*-el jelöltem. Az egyes gödrök maratásához alkalmazott energiasűrűség értékek a profilok feletti jelmagyarázatokban láthatóak. A különböző energiasűrűségekkel mart gödrök profiljait eltérő színekkel rajzolom fel a könnyebb áttekinthetőség érdekében.



**20. ábra.** Szintkülönbségek a megmunkálatlan üvegfelülethez képest ( $\Delta H$ ) a profilométer tűje által megtett távolság (*x*) függvényében a három vizsgált üvegre

A 20. ábra alapján az egyes üvegekre felvett profilok között az ablált gödör aljának felületi érdessége mutatja a leglátványosabb különbségeket. Amíg a profilok nagyjából nagyjából simák a Borofloat és B270 üvegekbe mart gödrök esetén (20a) és c)), addig a BK7 üvegbe mart gödrök felülete viszonylag nagyobb érdességet mutat (20b)). Ezen kívül az összes energiasűrűség értéknél a gödrök széle mentén mindhárom vizsgált üvegre kiemelkedés keletkezett.

Az ábrák alapján látható, hogy a kiemelkedések magassága az energiasűrűséggel nem változik számottevően, azonban jelentősen különbözik az egyes vizsgált üvegtípusokra. A legmagasabb kiemelkedés a B270 üveget jellemzi 30 - 70 nm közötti magasságokkal. A BK7-re a kiemelkedés magassága 20- 50 nm, míg a Borofloat-ra 15 - 25 nm értékek között szór. A kiemelkedések a jól ismert hidrodinamikai visszaható nyomóerő következtében jönnek létre: a

magasabb hőmérséklet miatt a besugárzott folt közepén olvadt állapotú vékony anyagréteg a besugárzott folt széle felé mozdul el és ott megdermedve, felhalmozódik [37].

Mivel a számolt abszorpciós együttható a B270 esetében a legnagyobb (lásd: 11. táblázat), ezért az abszorbeált energia is a B270 esetében a legmagasabb. Ennek megfelelően a csúcshőmérséklet is ennél az üvegnél lesz a legnagyobb. A felső réteg olvadásának következményei a gödröket körülvevő kiemelkedések, melyek a B270 üvegnél a legmagasabbak a másik két üveghez képest.

A felületi érdesség,  $(R_a)$  adatokat is összehasonlítottam a három vizsgált üvegre (a mart gödrök alján mérve). Az érdességet a profilométer segítségével a felvételekből, a beépített szoftverrel határoztam meg.

A közel hasonló energiasűrűség értékeken (~23.5 - 25 J/cm<sup>2</sup>) a Borofloat 4.7 nm, a BK7 10.1 nm, a B270 pedig 3.0 nm érdesség értékkel jellemezhető. Az érdesség értékekben az egyes üvegtípusok között tapasztalt különbségek lehetséges magyarázata a hőleadás különbözősége és a különböző mértékű leadott hő által okozott eltérő mértékű mechanikai stressz hatása. A BK7 üveg esetén tapasztalt, másik kettőhöz képest nagyobb érdességének az lehet a magyarázata, hogy a BK7 kevésbé ellenálló a nagyon gyorsan bekövetkező termikus sokkal szemben. Ennek megfelelően a Borofloat üveg magasabb hősokk elleni tűrőképessége [91] magyarázza a BK7 üvegbe mart gödör profiljának simaságát.

### 4.3.3. Az ablációs gödrök alakjának összehasonlítása a három vizsgált üvegre

A 20. ábrán látható profilok hasonlósága 24.7 J/cm<sup>2</sup>-nél kisebb energiasűrűségeken arra utal, hogy nincs eltérés a három üvegbe mart gödör keletkezésének módjában. A profilalakok változatlansága a marást végző nyaláb gaussos keresztmetszeti energiaeloszlását jelezheti. A minta pozíciójában (3.6 mm) meghatározott 48 μm-es nyalábátmérő közelítőleg egyezik az 4.1. fejezetben BK7 üvegmintán megállapított 52.2 μm-es átmérővel. A mérés részleteit a kísérleti elrendezés beállításakor végeztem el, leírása a kísérleti módszereket leíró rész 3.3. fejezetében található. A 20. ábrán szereplő profilokból a leolvasható gödörátmérő értékek az energiasűrűség növelésével megközelítik a 8. ábrából megállapítható 48 μm-es nyalábátmérő értéket.

Az eddigiekkel ellentétben a 21. ábra jól mutatja, hogy a B270 üvegek 24.7 J/cm<sup>2</sup>-nél nagyobb energiaűrűségekkel történő besugárzása esetén a mart gödrök nem csak a nyaláb gaussos energiaeloszlását követik. Megfigyelhető az ábrán, hogy az ablált gödör alján egy dombszerű

alakzat fejlődik ki. Ez arra utal, hogy a nyaláb energiasűrűség-profilján kívül egy másik jelenség is szerepet játszik az ablált gödrök alakjának formálásában.

Az alakzat kialakulása főképp a B270-nél következik be, de a legnagyobb energiasűrűségen (24.9 J/cm2) a BK7-nél is torzul a gödör alja (21. ábra). Ez a jelenség összefüggésben van a reflexió változásban megfigyelt tendenciákkal. Ott ugyanis azt láttuk, hogy B270 esetében a reflexió-változás 8 J/cm<sup>2</sup>-ig erősen növekszik, majd telítésbe megy át és 21 J/cm<sup>2</sup> felett csökken.

A telítődés oka feltételezésünk szerint az, hogy a növekvő energiasűrűséggel már nem tudunk több elektront kiszakítani az abszorbeáló rétegből, míg a csökkenés oka a nagyobb energiasűrűség következtében a plazmatükör felszínén kialakuló hullámosodás. Ez pedig diffúz reflexiót, azaz a direkt reflexió csökkenését okozza [9]. Ebben az esetben az ekkor beérkező nyalábrész szóródása következtében a gödör aljának szélére több energia jut, mint a közepére. Emiatt alakul ki a B270-nél jól látható dombos struktúra. A BK7-nél is elkezdődik a folyamat, amelyet a *21.* ábra *a*) része bizonyít. A három üvegbe mart gödrök morfológiájában megfigyelt eltérést a legnagyobb energiasűrűségek esetén az abszorpciós együtthatókban megfigyelt eltérésekkel indokolhatjuk (Borofloat:  $5.45 \times 10^{-25}$  cm<sup>3</sup>/W<sup>2</sup>, BK7:  $6.35 \times 10^{-25}$  cm<sup>3</sup>/W<sup>2</sup>, B270:  $8.28 \times 10^{-25}$  cm<sup>3</sup>/W<sup>2</sup>), ami azt jelenti, hogy B270 és BK7 esetén kisebb térfogatba nagyobb energiát tudunk beletáplálni. Ez hatással van a keltett plazmatükrök evolúciójára is.



**21. ábra**. A dombszerű alakzat megjelenése *a*) BK7-re 24.9 J/cm<sup>2</sup> és *b*) B270-re 26.8 J/cm<sup>2</sup> energiasűrűségeken

# 4.3.4. Az ablációval eltávozott térfogat, a reflexiós és az ablációs viselkedések kapcsolata

A maratott gödrök alakját jó közelítéssel ellipszis alapú hengerként lehet leírni. Ez alapján a maratott térfogatot az elméleti összefoglaló 1.4.2.3. fejezetében szereplő (8) képletet felhasználva számoltam ki minden energiasűrűségre:  $V = (D^{2*}\pi^*\sqrt{2}/4) \times d_{max}$ , ahol D és  $d_{max}$  a gödör átmérője a kistengely mentén és a gödör maximális mélysége. Ezzel a képlettel jó közelítéssel megfelelő becslést lehet adni az eltávozott térfogatra. A minták 2. fejezetben leírt reflexiós viselkedésének és az ablált térfogat összehasonlításával lehetőség adódik a három vizsgált üvegnél a reflexiós és az ablációs válaszok közötti kapcsolat elemzésére. A képlet alapján a számolt térfogat értékek a 22. ábrán láthatóak.



**22. ábra**. Az ablált térfogat az energiasűrűség függvényében a három vizsgált üvegre

Ahogy a fenti ábrákon is látszik, az ablált térfogat lineárisan növekszik az intenzitással nagyjából 20 J/cm<sup>2</sup>-ig, mindhárom üveg esetében. Mivel ezen az energiasűrűség értéken a 22. ábrán látható mélységek telítődnek, ennek következtében a térfogat növekedése is lelassul, de

nem áll le, mivel a vizsgált energiasűrűség tartományon a gödörátmérők növekszenek (18. ábra). Az ablált térfogat függése az energiasűrűségtől nagyon hasonlít egymáshoz a három vizsgált üvegre, ami újabb alátámasztása annak, hogy az üvegek ablációs válasz szempontjából hasonlóan viselkednek.

Azt az eltérést, miszerint a vizsgált üvegek optikai válaszai eltérőek, miközben az ablációs válaszaik hasonlóak azzal magyarázhatjuk, hogy az abláció és a reflexió-növekedés eltérő folyamatok következtében jön létre. A plazmakeltést elsősorban a minták valenciaelektronjainak eltérő száma és eltérő abszorpciós együtthatójuk határozza meg, az anyageltávolítást viszont a minták közel azonos termális jellemzői befolyásolják.

### 5. Összefoglalás

Az impulzuslézeres abláció során nagy energiájú impulzusokat fókuszálnak céltárgyak felületére. Megfelelő feltételek esetén ennek következtében a felületen ablációs gödör képződik. Az ablációs válasz jellemzésére az egyik legmegbízhatóbb és legpontosabb módszer az ablált gödrök profilométeres vizsgálata. A vizsgálandó mintáknak a Schott cég Borofloat, BK7 és B270 üvegtípusait választottam ki. A kísérleteket minden esetben atmoszférikus levegő környezetben végeztem el. A minták egylövéses megmunkálásához 34 fs-os impulzusokat használtam 800 nm-es hullámhosszon.

Elsőként BK7 céltárgyat abláltam eltérő foltátmérőket használva, hogy vizsgáljam az ablációs paraméterek változását és kiválaszthassam a legalkalmasabb foltátmérőt a további kísérletek elvégzéséhez a többi üvegtípuson. A minta felületébe maratott gödröket profilométeres elemzésnek vetettem alá, melynek eredményeként megkaptam a maratott gödrök átmérőjét és mélységét. A gödrök átmérő négyzeteiből az átmérő-regressziós módszert alkalmazva meghatároztam a foltátmérőket és az ablációs küszöbértékeket. Az átmérő-regressziós módszer a leggyakrabban alkalmazott technika nagy impulzusenergiájú lézernyalábok foltátmérőjének meghatározására. A gödörmélység értékek kiértékelése során pedig a többfotonos abszorpciós illesztés módszerét alkalmaztam, hogy az ablációs küszöböket a mélység értékekből is meghatározhassam. A két módszerrel kapott küszöbök értékeit összehasonlítottam egymással.

Az ablációs folyamatok megértéséhez hozzátartozik a minta optikai válaszának ismerete is a lézeres besugárzásra. Ezért a BK7 minta megvilágított területéről reflektált nyaláb által keltett diódajel változását monitoroztam a beérkező impulzusenergia függvényében. Ezután a diódajel különböző energiákhoz tartozó lineáris szakaszait azonosítottam és elemeztem a rájuk illesztett egyenesek meredekségei alapján. A reflektált diódajel különböző szakaszaihoz tartozó meredekségeket a minta reflexiójának eltérő típusaival társítottam. Ezt követően elemeztem az ablációs küszöbök és a reflexió meredekségei közötti összefüggéseket. Ezután a diódajel nagyobb energiákhoz tartozó meredekség-csökkenésének egy lehetséges okát vizsgáltam meg.

A reflexió-növekedés mértéke erősen függ a besugárzott minta anyagától, ezért mindhárom optikai üvegre megvizsgáltam a reflektált diódajel energiasűrűség-függését. A foltátmérőt 50.0  $\pm$  2 µm-en értéken tartottam a kísérleteim során. Elsőként a reflexió nyomon követéséhez használt fotodióda jelének változását mutattam be a beérkező impulzus energiasűrűségének függvényében. A jel tendenciája alapján a minta reflexiójának különböző szakaszait

azonosítottam, melyeket összevetettem a három vizsgált üvegre. A diódajelből meghatároztam a reflexió növekedés mértékét és összehasonlítottam a három üvegre kapott eredményeket. Ezután egy lehetséges empirikus magyarázatot mutattam be a reflexiós viselkedések különbségeire.

Az ablációs válasz minta-specifikusságának további vizsgálatához az ablált gödrök geometriai paramétereit és morfológiáját hasonlítottam össze a három kiválasztott üvegtípusra. Először meghatároztam az ablációs küszöböket a mart gödrök átmérőinek regressziós elemzésével. Ezután pedig az ablált gödrök mélységének energiasűrűségtől való függését kiértékeltem a többfotonos abszorpciós mélység-illesztés módszerével. A módszer segítségével a mélységekből is meghatároztam az ablációs küszöböket, valamint a háromfotonos abszorpciós együtthatókat mindhárom vizsgált üvegre.

Ezt követően kiértékeltem a mart gödrök profilométerrel, eltérő energiasűrűségeken felvett profiljait. Ezekből meghatároztam a felületi érdességeket a gödrök alján. Ezután bemutattam a B270 gödrök alján képződött egyedi alakzatot. A mélységekből meghatározott abszorpciós együtthatók segítségével egy lehetséges magyarázatot nyújtottam az alakzat keletkezésének okára.

Ezután az ablált gödrök térfogatának energiasűrűségtől való függését vizsgáltam. Ezen keresztül a lézer-anyag kölcsönhatás általam vizsgált két aspektusának, a plazmakeltésnek és a besugárzott anyag ablációs eltávolításának kapcsolatát elemeztem a három vizsgált üvegtípusra.

### 5.1. Új tudományos eredmények

# 5.1.1. A besugárzott terület változtatásának hatása BK7 optikai üvegminta egylövéses,34 fs-os impulzusos ablációjára

### 5.1.1.1. Bevezetés

A megvilágított terület nagyságának csökkentése egyszerű és hatékony módszer az energiasűrűség megnövelésére ablációs kísérletekben. Ilyenkor azonban figyelembe kell venni azt, hogy a minta eltérő foltméretekre különböző ablációs válaszfüggvényeket produkál az energiasűrűség függvényében. Ezért a foltméret változás hatásának ismerete a besugárzott minta ablációs paramétereire szükséges a nagyintenzitású kísérletek megtervezéséhez. Ezen

hatás vizsgálatához BK7 optikai üvegminta egylövéses, 34 fs-os impulzusos ablációját valósítottam meg.

### 5.1.1.2. A fejezethez tartozó tézispontjaim

**T1.1.** Elemeztem az ablációs gödrök átmérőjének és mélységének energiasűrűségtől való függését. Az eredmények alapján megállapítottam, hogy miközben a foltátmérőt 52.2 μm-ról 27.0 μm-re változtattam, a minta ablációs küszöbe 6.5 J/cm<sup>2</sup> értékről 5.1 J/cm<sup>2</sup>-re csökken. Megfigyeltem azonban, hogy a foltátmérő további csökkentésével 23.4, illetve 20.2 μm-es értékekre, az ablációs küszöb rendre 6.7 J/cm2, illetve 10.6 J/cm<sup>2</sup> értékekre nőtt. A tézispont állításait a következő tézispontok eredményei alapján magyaráztam.

**T1.2.** Kimutattam, hogy 40.0 µm-os foltátmérőnél a tranziens reflexiót jellemző dióda jel az energia függvényében 3 karakterisztikus meredekséggel megkülönböztethető lineáris szakasszal illeszthető: 1.:  $s_1=0.30 \pm 0.05 \text{ mV/µJ}$ , 2.:  $s_2=0.90 \pm 0.10 \text{ mV/µJ}$ , 3.:  $s_3=0.25 \pm 0.05 \text{ mV/µJ}$ . Ennél nagyobb foltátmérőnél (52 µm) csak 2 lineáris szakasz figyelhető meg, melyeket be is azonosítottam és az 1., 2. kategóriákba soroltam. 40 µm-nél kisebb foltátmérők esetén ugyancsak 2 lineáris szakasz figyelhető meg, ezeket azonban a 2.-es és 3.-as típussal azonosítottam. Az egyes szakaszokhoz tartozó meredekségek hányadosa a reflexióváltozást jellemzi.

**T1.3.** Megállapítottam, hogy 52.2 μm és 40.0 μm-es foltátmérőkön az ablációs küszöb és az az energiasűrűség, ahol az 1.-es és 2.-es szakaszok metszik egymást, jó közelítéssel egybeesnek. Ez alapján arra következtettem, hogy az 1.-es szakasszal jellemzett energiatartomány az üvegre jellemző permanens reflexióhoz tartozik. A második és az első szakaszok meredekségének hányadosa minden vizsgált esetben egynél nagyobb volt, amely reflexió növekedést jelez. Ezt az anyageltávolítást megelőzően kialakuló plazmatükör okozta reflexió növekedéssel magyaráztam.

**T1.4.** Megállapítottam, hogy az s<sub>2</sub>/s<sub>1</sub> hányados a foltméret függvényében ugyanúgy változik, mint az ablációs küszöb értékek (T1.1): a foltátmérőt 52.2  $\mu$ m-ról 40  $\mu$ m-re változtatva, értéke 3.2-ről 3.0-ra csökken. A folt átmérőjének további csökkentésével 27, 23.4, illetve 20.2  $\mu$ m-es értékekre, a s<sub>2</sub>/s<sub>1</sub> hányados rendre 3.2, 3.5, illetve 4.3 értékekre nőtt. A fenti eredmények alapján megállapítottam, hogy a legkisebb vizsgált foltátmérőknél a plazmakeltés következtében megnövekvő reflexió eredményezi az ablációs küszöb növekedését.

**T1.5.** Megállapítottam, hogy 52.2 μm-nél kisebb foltátmérőknél a 3.-as szakasz meredeksége mindig kisebb, mint a 2.-es szakaszé, amely a reflexió értékének csökkenésére utal. A reflexió csökkenését az ezen energiasűrűség felett bekövetkező levegőionizáció hatásával magyaráztam. Az impulzus további része szóródik az ionizált levegőrétegen, ez a foltméret és a maratási gödör átmérőjének megfigyelt növekedését és a maratási mélység telítődését okozza.

# 5.1.2. Tranziens reflexió értékének növelése Borofloat, BK7 és B270 optikai üvegminták egylövéses, 34 fs-os impulzusokkal besugárzott foltjain

### 5.1.2.1. Bevezetés

Az ultrarövid impulzusú lézerekkel foglalkozó szakma részéről nagy igény mutatkozik olyan átlátszó dielektrikum céltárgy anyagokra, melyeken hatékonyan lehet magas reflexiós értékekkel rendelkező felületi plazmát, un. plazmatükröt létrehozni. A plazma fejlődése a reflexió értékének mérésével monitorozható. Mivel ez a folyamat erősen függ a minta összetételétől, három eltérő optikai üvegminta egylövéses, 34 fs-os impulzusokkal történő besugárzását vizsgáltam.

### 5.1.2.2. A fejezethez tartozó tézispontjaim

**T2.1.** Meghatároztam a három vizsgált optikai üvegminta besugárzott területein a plazmatükör kialakulásából következő reflexió változást az intenzitás függvényében 0.68 J/cm<sup>2</sup> – 28 J/cm<sup>2</sup> értékek között. A kapott reflexió értékek összehasonlításával megállapítottam, hogy 25 J/cm<sup>2</sup> energiasűrűségen a Borofloat esetében 400%-kal, a BK7 esetében 200 %-kal, a B270 esetében 135%-kal növekszik a reflexió a permanens értékeikhez képest.

**T2.2.** Kimutattam, hogy az egységnyi mennyiségű anyagra számolt gerjeszthető valenciaelektronok száma a három vizsgált üvegre egymáshoz képest ugyanúgy változik, mint a reflexió növekedésük mértéke. A reflexió és az elektronszám ezen korrelációja miatt a reflexiós különbségeket az üvegek sztöchiometriai összetételeiben jelen lévő eltérésekkel magyaráztam.

### 5.1.3. Borofloat, BK7 és B270 üvegfelületekbe egylövéses, 34 fs-os impulzusokkal mart ablációs gödrök geometriai méreteinek és morfológiájának vizsgálata

### 5.1.3.1. Bevezetés

Dielektrikumok impulzuslézeres besugárzása során bekövetkező abláció kísérő jelensége a plazmakeltés. Ezért a folyamat jellemzéséhez a felületi reflexió növekedésének mértékét, a mintába mart ablált gödrök geometriai méreteit (gödörátmérő és gödörmélység) és morfológiáját is fontos ismerni. A gödörparaméterekből az ablációs küszöb is meghatározható, mely a minták fontos anyagtudományi tulajdonsága. Az ablációs gödrök alakja és felszínének érdessége pedig jó jellemzői a felületmegmunkálás minőségének, valamint következtetéseket lehet belőlük levonni a megmunkáló nyaláb energiaeloszlására is. Ezért a három vizsgált optikai üvegmintába 0.68 J/cm<sup>2</sup> – 28 J/cm<sup>2</sup> között változtatott energiasűrűség értékeken mart gödrök átmérőit, mélységeit, morfológiáját és ablált térfogatait vizsgáltam.

#### 5.1.3.2. A fejezethez tartozó tézispontjaim

**T3.1.** Meghatároztam a vizsgált üvegmintákba mart ablációs gödrök átmérőjét és mélységét az energiasűrűség függvényében. Megállapítottam, hogy az ablációs küszöbök felett az átmérők logaritmikus függvényt követnek mindhárom üveg esetében. Az átmérő értékekre illesztett logaritmikus függvény linearizálásával meghatároztam a három vizsgált üvegmintára az ablációs küszöböket, melyek 5.85 - 6.43 J/cm<sup>2</sup> értékek közé esnek. A mélység értékekre a többfotonos abszorpciós függvényt illesztve megállapítottam, hogy a modell háromfotonos abszorpcióra vonatkozó formája mindhárom üvegre jól leírja a mélység értékek fejlődését az energiasűrűség függvényében. A kapott illesztési görbe paramétereiből is meghatároztam az ablációs küszöböket, melyek 5.65 – 6.65 J/cm<sup>2</sup> értékek közé esnek. A kétféle módszerrel meghatározott ablációs küszöbök jó egyezést mutatnak.

**T3.2.** Profilometriai felvételek elemzésével megvizsgáltam az ablált foltok morfológiáját. Megállapítottam, hogy a három üveg közül a B270 rendelkezik a legsimább ablált gödörfelszínnel (Ra = 3.0 nm), a Borofloat a két másik üveghez képest közepes simaságú (Ra = 4.7 nm) és a BK7 esetében figyeltem meg a legnagyobb mértékű felületi egyenetlenségeket (Ra = 10.1 nm) a gödörprofilokon.

**T3.3.** Az ablációs gödrök mélységeire illesztett függvényekből meghatároztam a vizsgált üvegminták háromfotonos abszorpciós együtthatóit. Borofloat-ra  $5.45 \times 10^{-25} \text{ cm}^3/\text{W}^2$ , BK7-re

 $6.35 \times 10^{-25} \text{ cm}^3/\text{W}^2$ , B270-re  $8.28 \times 10^{-25} \text{ cm}^3/\text{W}^2$  értékeket kaptam. Ezek felhasználásával magyaráztam az egyes üvegek reflexió-növekedésében, illetve gödör morfológiájában tapasztalt eltéréseket.

**T3.4.** Kimutattam mindhárom üveg esetén, hogy a maratási térfogatok lineárisan növekednek a beérkező impulzus energiasűrűségével a 20 J/cm<sup>2</sup>-es értékig, amely felett a térfogatnövekedés lassulását tapasztaltam. Az ablációs küszöbök és a gödör paramétereinek hasonlóságából megállapítottam, hogy a három vizsgált üveg ablációs válasz szempontjából nem tér el egymástól, ellentétben reflexiós viselkedésükkel. Ezt az eltérést azzal magyaráztam, hogy az abláció és a reflexió-növekedés eltérő folyamatok következtében jön létre és a plazmakeltést elsősorban a minták valencia-elektronjainak eltérő száma és eltérő abszorpciós együtthatójuk, az anyageltávolítást viszont a minták közel azonos termális jellemzői befolyásolják.

### 6. Summary

Pulsed laser ablation requires the focusing of high energy pulses onto the surface of the sample under study. When meeting adequate conditions, an ablated crater is formed on the surface. To characterize the ablation response, one of the most reliable and precise techniques is the profilometric tracing of the craters. In my work I chose Borofloat, BK7 and B271 glasses to be used as target materials of ablation experiments. The experiments were performed in athmospheric air. To process the samples single, 34 fs pulses were used.

In order to compare the results of material processing at different spot sizes and to choose the appropriate spot diameter for the further, planned experiments, I ablated BK7 glass sample at different laser spot sizes. The craters etched into the sample were analyzed with a profilometer. I measured the crater diameter and depth from the recorded profilometer traces. I applied the diameter-regression technique and the multiphoton absorption based fit. I determined the spot diameters from diameter-regression method, while I determined and compared the ablation thresholds from both methods.

The understanding of the ablation processes needs to have knowledge about the optical response of the sample upon laser irradiation. Therefore, I monitored the change in the diode signal produced by the beam reflected from the illuminated area of the BK7 sample as a function of the incoming pulse energy. I identified and analyzed the linear sections of the diode signal for different energies based on the slopes of the lines fitted to them. I associated the slopes of the different sections of the reflected diode signal with the different types of reflection. I studied the relationship between the ablation thresholds and the slopes of different reflection domains. I gave a possible explanation for the decrease of the slopes at higher energies.

The reflection enhancement strongly depends on the type of sample used, which led me to investigate the energy density dependence of the reflected diode signal for all chosen glass types. During the experiments, the spot diameter was kept at  $50.0 \pm 2 \mu m$ . First, I presented the change in the signal of the photodiode that was used to monitor the reflectivity of the ablating beam as a function of the energy density. Based on the trends observed in the signal, I identified the different sections with the reflection mechanism of the sample, which I compared for the three glasses examined. I determined the increase in reflection from the diode signal and compared the results obtained for the three glasses. I presented a possible empirical explanation for the differences in reflectivity behaviour of the three glasses.

I compared the geometrical parameters and morphology of the ablated craters etched into the three investigated glasses. Firstly, I determined the ablation thresholds from the diameters of the craters by diameter-regression method. Secondly, I presented the ablated depth of the craters as a function of energy density and determined the thresholds and the three-photon absorption coefficients from the depth data with multiphoton absorption based fit technique. Thirdly, I evaluated the profilometry profiles of the craters ablated at different energy densities. Surface roughness values of the craters for the three glasses were determined from the profiles also. I showed a hill-like structure created at the bottom of B270 profiles at higher energy densities. I gave a possible explanation of the appearance of the structure based on the three-photon absorption absorption coefficients.

Finally, I presented the ablated volume of the etched craters as a function of energy density. By evaluating these volumes, I analyzed the relationship between the two aspects of the lasermaterial interaction that I investigated: the plasma generation and the material removal upon irradiation for the three glass types examined.

### 6.1. Summary of new scientific results

# 6.1.1. How changing of the spot diameter effects the 34 fs, single pulse ablation of BK7 glass sample

### 6.1.1.1. Introduction

The decreasing of the illuminated area is a simple and effective method to increase the energy density in the ablation experiments. However, the sample produces different ablation responses in the function of energy density in case of different spot diameters and this issue should be handled with extra attention. Consequently, knowing the effects of changing of the spot diameter on the ablation parameters of the irradiated sample is mandatory in order to plan the high-intensity experiments. I aimed to study these effects, therefore, in this part of my work I processed BK7 optical glass sample with single, 34 fs pulses.

#### 6.1.1.2. Thesis points

**T1.1** I analyzed the energy density dependence of the diameter and depth of the ablated craters. According the results I showed, that when the spot diameter changes from 52.2  $\mu$ m to 27.0  $\mu$ m, the ablation threshold of the sample changes from 6.5 J/cm<sup>2</sup> to 5.1 J/cm<sup>2</sup>. However, I observed, that further decreasing the spot diameter to 23.4  $\mu$ m and 20.2  $\mu$ m, the ablation threshold

increased to  $6.7 \text{ J/cm}^2$  and  $10.6 \text{ J/cm}^2$ , respectively. The statements of this thesis are explained based on the results of the following thesis point.

**T1.2.** I pointed out, that at 40.0  $\mu$ m spot diameter the diode signal monitoring the transient reflectivity can be characterized by fitting 3 linear lines with different slopes at different pulse energy domains. These slopes are: 1.:  $s_1=0.30 \pm 0.05 \text{ mV/}\mu\text{J}$ , 2.:  $s_2=0.90 \pm 0.10 \text{ mV/}\mu\text{J}$ , 3.:  $s_3=0.25 \pm 0.05 \text{ mV/}\mu\text{J}$ . Only 2 linear sections appear at the greatest spot diameter (52  $\mu$ m), which were identified as the 1. and 2. categories. At spot diameters below 40.0  $\mu$ m I observed 2 linear sections, too, however, these sections were identified as the 2. and 3. categories. The ratio of the slopes characterizes the changes in the reflectivity.

**T1.3.** I showed, that the ablation thresholds and the breakpoints, where the lines of 1. and 2. categories join agree well at 52.2 and 40.0  $\mu$ m spot diameters. Based on this observation, I concluded, that the energy range of the section of the 1. category could be associated to the range of permanent reflectivity of the glass sample. As the ration of the slopes of the 2. and 1. sections were found to be higher than one at every spot diameter, meaning that the reflection increases. This was explained as the plasma mirror induced reflectivity enhancement.

**T1.4.** I showed, that the ablation thresholds (T1.1) change with the increasing spot diameter similarly as the  $s_1/s_1$  ratios change with the increasing spot diameter. When the spot diameter was set from 52.2 µm to 40.0 µm the  $s_2/s_1$  values changed from 3.2 to 3.0. With further decreasing the spot diameter to 27.0 µm, 23.4 µm and 20.2 µm, the  $s_2/s_1$  values increased to 3.2, 3.5 and 4.3. Based on the results mentioned here, I concluded, that the increase of the ablation threshold can be accounted for the increased reflection due to the plasma generation at the lowest investigated spot diameters.

**T1.5.** I observed, that the slopes of the sections of the 3. category is always smaller, than the 2. category at spot diameters smaller than 52.2  $\mu$ m, meaning that at such pulse energies the reflectivity values decrease. The decrease of the reflectivity was explained through the air-ionization effects at the energy densities in the section of the 3. category. The ionized air-layer above the sample scatters the incoming beam causing the observed increase of the spot size and the diameter of the etched crater, and the saturation of the ablated depth values.

## 6.1.2. Enhancement of the transient reflectivity for Borofloat, BK7 and B270 optical glass samples irradiated by single, 34 fs pulses

### 6.1.2.1. Introduction

The community dealing with ultrashort laser pulses has a great demand on transperent dielectrics, which could serve as host materials for generation of high-reflectivity surface plasmas, i.e. plasma mirrors. Evolution of plasma mirror can be monitorized by measuring the reflectivity. Because of this process is highly sample-specific, I investigated three different optical glass samples by irradiating them by single, 34 fs pulses.

### 6.1.2.2. Thesis points

**T2.1.** I determined the plasma-mirror initiated reflectivity changings on the irradiated area of three investigated glass samples as a function of energy density between 0.68 and 28 J/cm<sup>2</sup>. I concluded, that at 25 J/cm<sup>2</sup> energy density the reflectivity enhances with 400%, 200% and 135% respect to the permanent values in case of Borofoat, BK7 and B270, respectively.

**T2.2.** I pointed out, that the average electron numbers per 1 mol material, which can be excited to the conduction band by irradiation changes in the same way, as the reflectivity enhancement values for the three glass samples. The correlation of the reflectivity and the electron number points out, that the deviations in the reflectivity could be explained by the stochiometric differences of the investigated materials.

### 6.1.3. Investigation of geometrical sizes and morphology of ablated craters etched into Borofloat, BK7 and B270 optical glass samples with single, 34 fs pulses

### 6.1.3.1. Introduction

One of the outcomes of pulsed laser irradiation of dielectrics is the plasma generation. It is important to know the reflectivity enhancement, the geometrical sizes of ablated craters etched into the sample surfaces (diameter and depth), and the crater morphology in order to characterize the process. The ablation threshold can be determined by means of the crater parameters, which is a important material science property of the samples. The shape, and surface roughness of the craters indicates the quality of the material processing. Because of this, I studied the diameter, depth, morphology and ablated volume of the craters ablated into the three investigated glasses with pulses of energy densities between 0.68 - 28 J/cm2.

#### 6.1.3.2. Thesis points

**T3.1.** I determined the diameter and depth of the ablated craters etched into the investigated glass samples as a function of the energy density. Furthermore, I showed, that above ablation threshold the diameters follow a logarithmic dependence for all three investigated glasses. I determined from the diameters by means of regression method the ablation thresholds for the three investigated glasses, which lie between the 5.85 - 6.43 J/cm2 values. Fitting the multiphoton absorption based fit I showed, that the evolution of the depth as a function of the energy density can be very well described by the three-photon absorption form of the model for all three investigated glasses. I determined the ablation thresholds from the fitting parameters of the curve fitted to the depth values, as well. The resulting ablation threshold values lie between the 5.65 - 6.65 J/cm2. I found, that the thresholds determined by the two techniques agree well with each other.

**T3.2.** I investigated the morphology of the ablated craters by means of analysing the recorded profilometric traces. I found, that B270 exhibits the smoothest surface (Ra = 3.0 nm). Borofloat has a surface roughness lying between the two other investigated glasses (Ra = 4.7 nm) and BK7 exhibits the largest surface irregularities (Ra = 10.1 nm) in the crater profiles.

**T3.3.** From the functions fitted to the depth I determined the three-photon absorption coefficients of the investigated glasses: I got  $5.45 \times 10^{-25}$  cm<sup>3</sup>/W<sup>2</sup> for Borofloat,  $6.35 \times 10^{-25}$  cm<sup>3</sup>/W<sup>2</sup> for BK7 and  $8.28 \times 10^{-25}$  cm<sup>3</sup>/W<sup>2</sup> for B270. Using these values, I explained the differences observed in the reflection enhancements and morphology of the glasses.

**T3.4.** I pointed out, that for all glasses investigated the ablated volumes increase linearly with the energy density until 20 J/cm2, however, above this energy density, the increase of the volume is slower. From the similar behaviour of the ablated crater parameters and ablation thresholds I showed, that, unlike their very different reflectivity enhancements, the investigated glasses do not differ from each other from point of view of their ablation response. This apparent discrepancy was interpreted as the result of different mechanisms determining reflectivity enhancement and the material removal: the reflectivity increase of the plasma is influenced by the excited average electron numbers and three-photon absorption coefficients being different for the glasses, while the ablation is governed by the thermal parameters being nearly the same for the three glasses.

### 7. Saját publikációk

### 7.1. A tézispontok alapjául szolgáló tudományos közlemények

[**T2.1, T2.2, T3.4**] **A. Andrásik,** R. Flender, J. Budai, T. Szörényi, B. Hopp, Time integrated transient reflectivity versus ablation characteristics of Borofloat, BK7, and B270 optical glasses ablated by 34 fs pulses, Optical Materials Express **10**(2) pp 549-560 (2020), MTMT azonosító: **31137745** 

[T3.1, T3.2, T3.3] A. Andrásik, R. Flender, J. Budai, T. Szörényi, B. Hopp, Processing of optical glasses by single, 34 fs pulses in the strong field ionization domain: ablation characteristics and crater morphology, Applied Physics A – Materials Science and Processing 126(12) 936 (2020), MTMT azonosító: 31664065

[**T1.1, T1.2, T1.3, T1.4, T1.5**] **A. Andrásik,** J. Budai, T. Szörényi, Cs. Vass, R. Flender, B. Hopp, Spot size dependence of the ablation threshold of BK7 optical glass processed by 34 fs pulses, Laser Physics (2022) MTMT azonosító: **33062901** 

### 7.2. Egyéb nemzetközi, referált folyóiratcikkek

[4] E. Nagy, A. Andrásik, T. Smausz, T. Ajtai, F. Kun-Szabó, J. Kopniczky, Z. Bozóki, P. Szabó-Révész, R. Ambrus, B. Hopp, Fabrication of Submicrometer-Sized Meloxicam Particles Using Femtosecond Laser Ablation in Gas and Liquid Environments, Nanomaterials, 11(4) 996 (2021) MTMT azonosító: 31971131

[5] K. Ludasi, O. Jójárt-Laczkovich, T. Sovány, B. Hopp, T. Smausz, A. Andrásik, T. Gera, Zs. Kovács, G. Regdon jr, Anti-counterfeiting protection, personalized medicines - Development of 2D identification methods using laser technology, International Journal of Pharmaceutics, 605 120793 (2021), MTMT azonosító: 32101093

### 7.3. Konferencia előadások és poszterek

[6] A. Andrásik, R. Flender, J. Budai, T. Szörényi, B. Hopp, Single-shot surface ablation and transient reflectivity changes of optical glasses induced by 34 fs laser pulses, In: P. Bakule, CL Haefner, Short-pulse High-energy Lasers and Ultrafast Optical Technologies, Bellingham (WA): International Society for Optical Engineering (SPIE), Paper 110340T (2019) (Proceedings of SPIE 0277-786X 1996-756X;11034) MTMT azonosító: 30823508
[7] A. Andrásik, R. Flender, J. Budai, T. Szörényi, B. Hopp, Surface processing of optical glasses with 34 fs pulses: ablation thresholds and crater shape, In: P. Földi, I. Magashegyi Kvantumelektronika 2021: Szimpózium a hazai kvantumelektronikai kutatások eredményeiről, Szeged: Szegedi Tudományegyetem TTIK Fizikai Intézet, pp 1-6 (2020), MTMT azonosító: 31832820

[8] A. Andrásik, R. Flender, J. Budai, T. Szörényi, B. Hopp, Characterization of plasma reflectivity response of optical glasses processed by 34 fs pulses: analysis in the context of ablation parameters, In: P. Földi, I. Magashegyi Kvantumelektronika 2021: Szimpózium a hazai kvantumelektronikai kutatások eredményeiről, Szeged: Szegedi Tudományegyetem TTIK Fizikai Intézet, pp 7-12 (2020), MTMT azonosító: **31832830** 

[9] A. Andrásik, Sz. Toth, R. S. Nagymihály, P. Jójárt, R. Flender, Á. Börzsönyi, K Osvay, Development of few cycle Ti:Sapphire and NOPA amplifiers at 80 MHz repetition rate, SPIE Optics + Optoelectronics, Konferencia helye, ideje: Prága, Csehország 2017.04.24 - 2017.04.27. pp 143-143 (2017), MTMT azonosító: **3262077** 

[10] A. Andrásik, P. Jójárt, Sz. Toth, R. S. Nagymihály, Á. Börzsönyi, K. Osvay, 10 W-os többpasszos Ti:S erősítő 80 MHz-es ismétlődési frekvencián, Magyar Fizikus Vándorgyűlés, poszter prezentáció (2016), MTMT azonosító: **3304964** 

[11] Sz. Toth, R. S. Nagymihály, P. Jójárt, R. Flender, A. Andrásik, Á. Börzsönyi, K. Osvay, 80 MHz ismétlődési frekvencián működő optikai parametrikus erősítő fejlesztése, konferencia poszter, Magyar Fizikus Vándorgyűlés Szeged, MTA Biológiai Kutatóközpont 2016. augusztus 24.-27. (2016), MTMT azonosító: **3180996** 

## Köszönetnyilvánítás

Mérhetetlen hálával tartozom témavezetőimnek, *dr. Budai Juditnak* és *Dr. Hopp Béla* professzor úrnak a dolgozatom elkészítésében nyújtott végtelen türelmükért és segítségükért. Nekik köszönhetően sikerült az eredményeimet a dolgozatomban látható végleges formákba önteni. Külön köszönöm a professzor úrnak a lehetőséget, hogy tanszék, és intézetvezetőként is megteremtette a feltételeit és biztosította számomra azt, hogy kutatásaimat nyugodt körülmények között befejezhessem egyetemi tanulmányaim lezárását követően.

Szintúgy mérhetetlen hálával tartozom mentoromnak és társszerzőmnek, *dr. Szörényi Tamásnak*, aki éveken át, akár szabadidejét is feláldozva vezetett végig a kutatóvá válás útján. Az ő szakmai és emberi támogatása, hiányában közel sem tartanék itt. *Judittal* közösen folytatott 'kiscsoportos' konzultációink adták munkám során a folyamatos szakmai visszajelzéseket. így az ő segítségükkel sikerült kísérleti eredményeimet olyan formában bemutatni kézirataimban, melyek lehetővé tették azok nívós folyóiratokban történő publikálását. Külön köszönöm, hogy *Tamással* folytatott véget nem érő szakmai konzultációink nem egyszer baráti beszélgetésekbe torkolltak, melyek minden alkalommal kihúztak az 'alkotói válságból'.

Szintén sok hálával tartozom társszerzőmnek és munkatársamnak, *Flender Rolandnak*, akivel évekkel ezelőtt közösen indultunk el saját kutatómunkánkon. Az ő gyakorlati tudása rengeteg segítséget adott a kísérleti rendszer felépítésében a kísérletek végrehajtásában. Köszönöm neki a lézerrendszer magas színvonalú üzemeltetését és karbantartási munkálatait is.

Köszönöm *dr. Kopniczky Juditnak* és az Optikai és Kvantumelektronikai Tanszék Anyagvizsgálati Laboratóriumból, hogy minden segítséget magadott nekem a profilométer (néha nem triviális) kezeléséhez. Neki köszönhetően a gépet sikerült minden alkalommal üzemkészen tartani a méréseim befejezéséig.

Köszönöm *dr. Smausz Kolumbán Tomi Ferencnek* és *Tápai Csabának* is Anyagvizsgálati Laboratóriumból a proflométer és optikai mikroszkóp terén nyújtott segítségükért.

Köszönettel tartozom *dr. Vass Csabának* és *dr. Börzsönyi Ádámnak*, akiknek a dolgozatom megszületésének alapját adó kutatási projekt elindulását is köszönhetjük.

Köszönettel tartozom ezen kívül az *ELI-ALPS*-nak, hogy támogatást nyújtott doktori kutatómunkámhoz.

Köszönöm a *TeWaTi kutatócsoport valamennyi munkatársának*, hogy lehetővé tették a kísérleteim végrehajtásához szükséges lézer berendezés folyamatos és megbízható üzemelését.

Köszönöm az *Optikai és Kvantumelektronikai Tanszék munkatársainak* a sok segítő támogatást és az emberi, támogató és nyugodt munkahelyi légkört.

Külön köszönettel tartozom *dr. Kovács Attilának*, hogy fiatal hallgató korom óta követte pályafutásomat és mind szakmai, mind emberi oldalról minden segítséget megadott nekem, amire tanulmányaim adott szakaszában éppen szükségem volt.

Külön köszönöm szobatársaimnak a PhD szobából, Villy Lajosnak, Mészáros Mercédesznek, Nagyillés Bálintnak, Kovács Bence Máténak és Kurilla Boldizsárnak a szomszéd szobából, hogy hozzájárultak, ahhoz, hogy a munka és ebédszünetek jó hangulatban teljenek.

És végül kimondhatatlan hálával tartozom *szüleimnek*, *húgomnak*, illetve *barátaimnak*, hogy az évek során olyan emberi támogatást nyújtottak számomra, mely felbecsülhetetlen erőt adott nekem a hétköznapokban.

## Irodalomjegyzék

- [1] D. Strickland, G. Mourou, Opt. Comm. 55 (1985) 447-449
- [2] B. Rethfeld, Phys. Rev. B 73 (2006) 035101
- [3] P. Sharma, R. K. Vatsa, in Materials under extreme conditions ed. by A. K. Tyagi, S. Banerjee, Elsevier (2017) 575-613
- [4] E. G. Gamaly, A. V. Rode, Prog. in Quant. Electr. 37 (2013) 215-323
- [5] E. G. Gamaly, Phys. Rep. 508 (2011) 91-243, (6.3.3. fejezet)
- [6] H. C. Kapteyn, M. M. Murname, A. Szoke, R. W. Falcone, Opt. Lett. 16 (1991) 490-492
- [7] S. Backus, H. C. Kapteyn, M.M. Murname, D. M. Gold, H. Nathel, W. White, Opt. Lett. 18 (1993) 134-136
- [8] D. M. Gold, Opt. Lett. 19 (1994) 2006 2008
- [9] Ch. Ziener, P.S. Foster, E.J. Divall, C. J. Hooker, M. H. R. Hutchinson, A. Langley, D. Neely, J. Appl. Phys. 93 (2003) 768
- [10] G. Doumy, F. Quéré, O. Gobert, M. Perdrix, Ph. Martin, P. Audebert, J. C. Garthier, J.P. Geindre, T. Wittmann, Phys. Rev. E 69 (2004) 026402
- [11] B. Dromey, S. Kar, M. Zepf, P. Foster, Rev. Sci. Instrum. 75 (2004) 645
- [12] B. Gilicze, A. Barna, Zs. Kovács, S. Szatmári, I. B. Földes, Rev. Sci. Instrum. 87 (2016) 083101
- [13] Y. Nomura, L. Veisz, K. Schmid, T. Wittmann, J. Wild, F. Krausz, New J. Phys. 9 (2007) 9
- [14] Z. Bor, B. Rácz, G. Szabo, D. Xenakis, C. Kalpouzos, C. Fotakis, Appl. Phys. A 60 (1995) 365-368
- [15] B. Hopp, Z. Tóth, K. Gál, Á. Mechler, Zs. Bor, S.D. Moustaizis, S. Georgiou, C. Fotakis, Appl. Phy. A 69 (1999) S191-S194

- [16] X. Cai, W. Wang, C. Xia, J. Liu, L. Liu, C. Wang, Y. Liu, Y. Leng, R. Li, Z. Xu, Phys. Plasm. 16 (2009) 103104
- [17] G. Scott, V. Bagnoud, C. Brabetz, R.J. Clarke, J.S. Green, R.I. Heathcote, H.W.Powell, B. Zielbauer, T. D. Arber, P. McKenna, D. Neely, New J. Phys. 17 (2015) 033027
- [18] P. Monot, G. Dourny, S. Dobosz, M. Perdrix, P. D'Oliveira, P. Audebert, J.C. Gauthier, J.P. Geindre, Opt. Lett. 29 (2004) 893-895
- [19] O.Utéza, N. Sanner, B. Chimier, A. Brocas, N. Varkentina, M. Sentis, P. Lassonde, F. Légaré, J.C. Kieffer, Appl. Phys. A 105 (2011) 131-141
- [20] M. Lebugle, N. Sanner, O. Utéza, M. Sentis, Appl. Phys. A 114 (2014) 129-142
- [21] X. Jing, Y. Tian, J. Zhang, S. Chen, Y. Jin, J. Shao, Z. Fan, Appl. Surf. Sci. 258 (2012) 4741-4749
- [22] N. Varkentina, O. Utéza, N. Sanner, B. Chimier, M. Sentis, T. Itina, Proc. of SPIE 7920 (2011) 792003
- [23] N. Varkentina, N. Sanner, M. Lebugle, M. Sentis, O. Utéza, J. Appl. Phys. 114 (2013)
   173105
- [24] B. C. Stuart, M. D. Feit, A. M. Rubenchik, B. W. Shore, M. D. Perry, Phys. Rev. Lett.
   74 (1995) 2248
- [25] W. Kautek, J. Krüger, M. Lenzner, S. Sartania, Ch. Spielmann, F. Krausz, Appl. Phys. Lett. 69 (1996) 3146
- [26] D. Ashkenasi, A. Rosenfeld, H. Varel, M. Wahmer, E.E.B. Campbell, Appl. Surf. Sci.**120** (1997) 65-80

[27] J. Krüger, W. Kautek, M. Lenzner, S. Sartania, Ch. Spielmann, F. Krausz, Appl. Surf.Sci. 127-129 (1998) 892-898

[28] M. Lenzner, J. Krüger, S. Sartania, Z. Cheng, Ch. Spielmann, G. Mourou, W. Kautek,F. Krausz, Phys. Rev. Lett. 80 (1998) 4076-4079

[29] D. Giguére, G. Olivié, F. Vidal, S. Toetsch, G, Girard, T. Ozaki, J. C. Kieffer, O. Nada, I. Brunette, J. Opt. Soc. Am. A 24 (2007) 1562

[30] O. Utéza, B. Bussiére, F. Canova, J.-P. Chambaret, P. Delaporte, T. Itina and M. Sentis, Appl. Surf. Sci. 254 (2007) 799-803

- [31] N. Sanner, O. Utéza, B. Chimier, M. Sentis, P. Lassonde, F. Légaré, J.C. Kieffer, Appl. Phys. Lett. 96 (2010) 071111
- [32] B. Chimier, O. Utéza, N. Sanner, M. Sentis, T. Itina, P. Lassonde, F. Légaré, F. Vidal, J.C. Kieffer, Phys. Rev. B 84 (2011) 094104
- [33] M. Lenzner, J. Krüger, W. Kautek, F. Krausz, Appl. Phys. A 68 369-371 (1999) 369-371
- [34] S. Campbell, F.C. Dear, D.P. Hand, D.T. Reid, J. Opt. A: Pure Appl. Opt. 7 (2005) 162-168
- [35] I. Mirza, N. M. Bulgakova, J. Tomástik, V. Michálek, O. Haderka, L. Fekete, T. Mocek, Sci. Rep. 6 (2016) 39133
- [36] A. Ben-Yakar, R.L. Byer, A. Harkin, J. Ashmore, H.A. Stone, M. Shen, E. Mazur, Appl. Phys. Lett. 83 (2003) 3030
- [37] A. Ben-Yakar, R. Byer, J. Appl. Phys. 96 (2004) 5316
- [38] A. Ben-Yakar, A. Harkin, J. Ashmore, R. L. Byer, H.A. Stone, J. Phys. D: Appl. Phys.
  40 (2007) 1447-1459
- [39] N. Sanner, M. Lebugle, O. Utéza, M. Sentis, OSA Nonlin. Opt. Techn. Dig. NF2A.5 (2013)
- [40] J. Krüger, W. Kautek, M. Lenzner, S. Sartania, Ch. Spielmann, F. Krausz, Proc. of SPIE 2991 (1997) 40-47
- [41] J. Krüger, M. Lenzner, S. Martin, M. Lenzner, C. Spielmann, A. Fiedler, W. Kautek, Appl. Surf. Sci. 208-209 (2003) 233-237
- [42] O. Efimov, S. Juodkazis, H. Misawa, Phys. Rev. A 69 (2004) 042903

- [43] D. Ehrt, T. Kittel, M Will, S. Nolte, A. Tünnermann, J. Non-Crystalline Solids345&346 (2004) 332-337
- [44] D. F. Farson, H.W. Choi, B. Zimmermann, J.K. Steach, J.J Chalmers, S. V. Olesik,L.J. Lee, J. Micromech. Microeng. 18 (2008) 035020
- [45] A. Kaiser, B. Rethfeld, M. Vicanek, G. Simon, Phys. Rev. B 61 (200) 11437-11450
- [46] E. G. Gamaly, A. V. Rode, B. L. Davies, V. T. Tikhonchuk, Phys. Plasmas 9 (2002)949
- [47] T.Q. Jia, Z.Z. Xu, R. X. Li, D. H. Feng, X.X. Li, C.F. Cheng, H.Y. Sun, N. S. Xu, H.
   Z. Wang, J. Appl. Phys. 95 (2004) 5166
- [48] L. Jiang, H.K. Tsai, Int. J. Heat and Mass Transf. 48 (2005) 487-499
- [49] A. Q. Wu, I. H. Chowdhury, X. Xu, Phys. Rev. B 72 (2005) 085128
- [50] B. Rethfeld, Phys. Rev. Lett. 92 (2004) 187401
- [51] J.W. Chan, T.R. Huser, S.H. Risbud, D.M. Krol, Appl. Phys. A 76 (2003) 367-372
- [52] A.P. Joglekar, H. Liu, E. Meyhöfer, G. Mourou, A. J. Hunt, PNAS 101 (2004) 5856-5861
- [53] B. Hopp, T. Smausz, T. Czizmadia, Cs. Vass, Cs. Tápai, B. Kiss, M. Ehrhardt, P. Lorenz, K. Zimmer, Appl. Phys. A 113 (2013) 291-296
- [54] Cs. Vass, T. Smausz, B. Hopp, J. Phys. D: Appl. Phys. 37 (2004) 2449
- [55] Cs. Vass, K. Osvay, B Hopp, Opt. Exp. 14 (2006) 8354-8359
- [56] I. Hoffart, P. Lassonde, F. Légaré, F Vidal, N. Sanner, O. Utéza, M. Sentis, J.-C. Kieffer, I. Brunette, Opt. Exp. 19 (2011) 230-240
- [57] O. Armbruster, A. Naghilou, M. Kitzler, W. Kautek, Appl. Surf. Sci. **396** (2017) 1736-1740
- [58] M. Grehn, T. Seuthe, M. Höfner, N. Griga, C. Theiss, A. Mermillod-Blondin, M. Eberstein, H. Eichler, J. Bonse, Opt. Mat. Exp. 4 (2014) 689-700

- [59] D. Puerto, J. Siegel, W. Gawelda, M. Galvan-Sosa, I. Ehrentraut, J. Bonse, J. Solis, J.
   Opt. Soc. Am. B 27 (2010) 1065 1076
- [60] N. Sanner, B. Bussiere, O. Utéza, A. Leray, T.Itina, M. Sentis, J.Y. Natoli, M. Commandré, Proc. of SPIE 6881 (2008) 68810W
- [61] A.P. Joglekar, H. Liu, G.J. Spooner, E. Meyhöfer, G. Mourou, A.J. Hunt, Appl. Phys. B 77 (2003) 25-30
- [62] N. Sanner, O. Utéza, B. Bussiere, G. Coustillier, A. Leray, T. Itina, M. Sentis, Appl. Phys. A 94 (2009) 889-897
- [63] S.-Z. Xu, C.-Z. Yao, W. Liao, X.-D. Yuan, T. Wang, X.-T. Zu, Nucl. Instrum.
   Methods Phys. Res., Sect. B 385 (2016) 46 50
- [64] A. Rosenfeld, D. Ashkenasi, H. Varel, M. Wahmer, E.E.B. Campbell, Appl. Surf. Sci 127-129 (1998) 76-80
- [65] M. E. Shaheen, J. E. Gagnon, B. J. Fryer, Laser Phys. 24 (2014) 106102
- [66] M. Grehn, T. Seuthe, W.-J. Tsai, M. Höfner, A.W. Achstein, A. Mermillod-Blondin,M. Eberstein, H.J. Eichler, J. Bonse, Opt. Mat. Exp. 3 (2013) 2132-2140
- [67] M. Lancry, B. Poumellec, A. Chahid-Erraji, M. Beresna, P.G. Kazansky, Opt. Mat. Exp. 1 (2011) 711-723
- [68] H. M. Lee, J. H. Choi, S. J. Moon, Int. J. Prec. Eng. Manuf. 18 (2017) 1495-1499
- [69] L.M. Machado, R.E. Samad, W. de Rossi, N.D.V. Junior, Opt. Exp. 20 (2012) 4114 4123
- [70] P.K. Diwakar, J.J. Gonzalez, S.S. Harilal, R.E. Russo, A. Hassanein, J. Anal. At.
   Spectrom. 29 (2014) 339 346
- [71] K. Jamshidi-Ghaleh, H. Masalehdan, Opt. Quant. Electron. 41 (2009) 47-53
- [72] A. Moghaddam, K. Jamshidi-Ghaleh, J Theo. Appl. Phys. 4 (2010) 21-25
- [73] K. Jamshidi-Ghaleh, J. Opt. A: Pure Appl. Opt.11 (2009) 015202

- [74] K. Jamshidi-Ghaleh, N. Mansour, J. Phys. D: Appl. Phys. 40 (2007) 366-369
- [75] K. Jamshidi-Ghaleh, N. Mansour, D. Ashkenasi, H.J. Hoffmann, Opt. Comm. 246 (2005) 213-218
- [76] K. Jamshidi-Ghaleh, H. Rezapour, Act. Phys. Pol. A 116 (2009) 588-591
- [77] P. Heszler, B. Hopp, E. Homolya, Zs. Bor, Spectrochimica Acta Part A: Molecular Spectroscopy, 48 (1992) 41-44
- [78] B. Hopp, T. Smausz, J. Kokavecz, N. Kresz, S. Hild, O. Marti, J. of Appl. Phys. 96 (2004) 5548
- [79] J.M. Liu, Opt. Lett. 7 (1982) 196-198
- [80] I. Chowdhury, A. Wu, X. Xu, Appl. Phys. A 81 (2005) 1627–1632
- [81] A. Naghilou, O. Armbruster, W. Kautek, Appl. Surf. Sci. 418 (2017) 487-490
- [82] A. Hertwig, S. Martin, J. Krüger, W. Kautek, Thin Solid Films, 453 454 (2004) 527-530
- [83] S. Martin, A. Hertwig, M. Lenzner, J. Krüger, W. Kautek, Appl. Phys. A 77 (2003) 883-884
- [84] T. Mann, R. Mathieson, M. Murray, B. Richards, G. Jose, J. Appl. Phys. 124 (2018)
   044903
- [85] A. Naghilou, O. Armbruster, M. Kitzler, W. Kautek, J. Phys. Chem. C, **119** (2015)
   22992
- [86] M. V. Shugaev, C. Wu, O. Armbruster, A. Naghilou, N. Brouwer, D. S. Ivanov, T. J.-Y. Derrien, N. M. Bulgakova, W. Kautek, B. Rethfeld, and L. V. Zhigilei, MRS Bulletin
   41 (2016) 960-968
- [87] B.-M. Kim, M. D. Feit, A. M. Rubenchik, E. J. Joslin, J. Eichler, P. C. Stoller, L. B. Da Silva, Appl. Phys. Lett. 76 (2000) 4001-4003
- [88] A. Rosenfeld, M. Lorenz, R. Stoian, Appl. Phys. A 69, S373–S376 (1999)

- [89] L.G. DeShazer, B.E. Newnam, K.M. Leung, Appl. Phys. Lett. 23 (1973) 607
- [90] S.-Z. Xu, C.-Z. Yao, W. Liao, X.-D. Yuan, T. Wang, X.-T. Zu, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. B 385 (2016) 46 – 50
- [91] Borofloat® üveg specifikációi: <u>https://www.pgo-online.com/intl/borofloat.html</u> (hozzáférés: 2022. 08. 16.)
- [92] N-BK7 üveg specifikációi: <u>https://www.pgo-online.com/intl/BK7.html</u> (hozzáférés: 2022. 08. 16.)
- [93] B270® Superwite üveg specifikációi: <u>https://www.pgo-online.com/intl/B270.html</u> (hozzáférés: 2022. 08. 16.)
- [94] H. Zhenguang, R. Srivastava, R. V. Ramaswamy, Journal of Lightwave Technology 7 (1989) 1590-1596
- [95] J. Kent, M. Tsumura, US Patent US6236391B1:
   <u>https://patents.google.com/patent/US6236391B1/en</u> (hozzáférés: 2022. 08. 16.)
- [96] TeWaTi Csoport: <u>http://titan.physx.u-szeged.hu/~tewati/index\_hu.html</u> (hozzáférés: 2022. 08. 16.)
- [97] Wizzler impulzusmérő: <u>https://fastlite.com/produits/wizzler-ultrafast-pulse-</u> measurement/ (hozzáférés: 2022. 08. 16.)
- [98] W. Hu, Y. C. Shin, G. King, Phys. Plasmas 18 (2011) 093302
- [99] W. Hu, Y. C. Shin, G. King, Appl. Phys. Lett. 99 (2011) 234104
- [100] A. V. Bulgakov, I. Mirza, N. M. Bulgakova, V. P. Zhukov, R. Machulka, O. Haderka,E. B. Campbell, T. Mocek, J. Phys. D: Appl. Phys. 51 (2018) 25LT02
- [101] S. M. Klimentov, T. V. Kononenko, P. A. Pivovarov, S. V. Garnov, V. I. Konov, A.
   M. Prokhorov, D. Breitling, F. Dausinger, Quant. Electr. **31** (2001) 378-382