

Magyar–német (TKA–DAAD) kutatócsere projekt

Záró beszámoló

A projekt adatai:

Nyilvántartási szám: 308168

Projektcím: Dielektrikum felületek precíziós lézeres megmunkálása optikai alkalmazások számára/ Tailoring the surface properties of dielectrics for improved quality laser machined surfaces for optical applications

Magyar projektvezető neve: Dr. Hopp Béla

Magyar intézmény neve: Szegedi Tudományegyetem, TTIK, Optikai és Kvantumelektronikai Tanszék

Német projektvezető neve: Dr. Klaus Zimmer

Német intézmény neve: Leibniz Institute of Surface Engineering (IOM)

Támogatási időszak: 2019–2021

A projektidőszakban elvégzett munka összefoglalása (max. 2 oldal)

A pályázatunk fő célja volt dielektrikum felületek nagy pontosságú megmunkálhatóságának tanulmányozása. Különböző, főképpen többlépcsős felületformálási folyamatok alkalmazhatóságát vizsgáltuk, egyidejűleg szem előtt tartva a felületi érdesség minimalizálását és a „hasznos” mikrométeres struktúrák alakjának megtartását.

A pályázat első évének kezdetén a német és a magyar kutatócsoport senior kutatói minden részletre kiterjedően megtervezték az alkalmazandó kísérleti, vizsgálati elrendezéseket. Mivel már több mint tíz éve működünk együtt, így kölcsönösen ismerjük a pályázó kutatóhelyeken elérhető infrastruktúrát, ezért a hatékony munkamegosztás érdekében el tudtuk osztani a két csoportra jutó feladatokat. Megterveztük a simítási kísérletek során használandó minták topográfiai strukturálását. Első lépésben viszonylag egyszerű felületi mintázatokat választottunk, különböző dielektrikum anyagokba (BK7, B270, Borofloat üvegek). A pályázatban az SZTE oldaláról a felületi egyenetlenségek CO₂ lézeres simítási kísérletein és a minták karakterizálásán volt a fő hangsúly, a német partnerintézet az elsimítandó szubmikrométeres struktúrák lézeres kialakítását vállalta magára, s végezte el.

Az első évben egy könnyen előállítható felületi érdesség modell (csiszolópapírral kezelt felület) segítségével megkerestük azon lézerkezelési paraméterkészletet (lézerteljesítmény, pásztázási sebesség, minta hőmérséklet), melynek alkalmazásával ez elsimítható. A besugárzást kezdetben szobahőmérsékleten kétféle módon hajtottuk végre: i) a lézerteljesítmény állandó értéken tartása (100 W, illetve 200 W) mellett változtattuk a pásztázási sebességet; és ii) a lézerteljesítményt változtattuk állandó pásztázási sebesség (12,5 cm/s) mellett. A kezelt minták optikai mikroszkópos vizsgálata azt mutatta, hogy az érdesített felületet sikerült ugyan elsimítanunk, azonban a besugárzott sávok közelében szabálytalan repedések alakultak ki az inhomogén hőmérséklet-eloszlás által okozott mechanikai feszültségek következtében. A következő lépésben egy fűthető mintatartóra rögzítettük az üveglapot, felmelegítettük 400–600 °C-ra, hogy ezzel egyenlítsük ki a besugárzott, s emiatt felmelegített sáv, illetve a környező részek hőmérséklete közötti jelentős hőmérsékletkülönbséget, s így érjük el a termális feszültségek, s az általuk okozott roncsolódás csökkenését. Ebben az esetben a simítást alacsonyabb lézerteljesítmény mellett is el tudtuk már érni, a repedések száma csökkent, de nem tudtuk teljesen kiküszöbölni őket.

Az előzőekből arra következtettünk, hogy a lézeres felületsimítási módszert érdemes lenne olyan dielektrikumon kipróbálni, amelynek kedvezőbbek a termális tulajdonságai, mint a BK7-es üvegek. Így esett a választásunk a Boroszilikát üvegre. A simított üveglap profilométeres vizsgálata során felvett keresztmetszeti képek azt mutatták, hogy nemcsak a besugárzott sávok kontúrja változott meg (kipúposodás), hanem a minta üveglap teljes felülete is ívelté vált, ami ~ 5 µm-es szintkülönbséghez vezet a széle és a középső között. A következő kísérletsorozatban azt vizsgáltuk, hogy ez a görbület a minta előmelegítésének, vagy a lézeres besugárzás által okozott hőváltozások és

feszültségek következménye-e. Azt tapasztaltuk, mindkét jelenség szerepet játszik a minták deformálódásában.

Ezen eredmények alapján a második évben megvizsgáltuk a simítás hatékonyságát CO₂ lézeres besugárzással abban a hőmérsékleti tartományban (≤ 400 °C), ahol a minta termikus deformációja nem volt túl szignifikáns. Ezekben a kísérletekben első lépésként a borofloat lemezeket fs-os lézérimpulzussal sugároztuk be különböző energiasűrűségekkel, ami eltérő mélységű maratott gödröket eredményezett. Ezek képviselték a modell egyenetlenségeket, melyek eltüntetésére volt a cél a CO₂ lézeres besugárzással. Igazoltuk, hogy a vizsgált eljárás az alkalmazott kísérleti paraméterek mellett alkalmas a lézerral maratott gödrök megszüntetésére Borofloat minta esetén. A kezelés során azonban a minta némiképpen deformálódott, felülete hullámossá vált mikrométeres tartományban.

A németországi partnerintézetben pikoszekundumos lézerekkel készítettek változó mélységű/érdességű struktúrákat hőálló üveg felületére. A simító CO₂ lézeres besugárzásokat különböző pásztázási sebesség- és teljesítménytartományokon végeztük úgy, hogy az adott felületet érő teljes energiasűrűség-tartomány mindegyek sebességnél azonos legyen. A kezdeti, optikai mikroszkópos vizsgálatok szerint, egyvonalas pásztázásnál az olvadáspontot jelentősebben meghaladó intenzívebb párolgás tartományában lehet jobban elsimítani az érdes felületet, azonban ilyenkor az anyageltávozás hatásával is számolni kell. Átfedéses, többvonalas pásztázás esetén a jobb eredményt a felület olvadásához szükséges teljesítmény elérésével kaptuk, ugyanis, ha jelentősebbé válik a párolgás, akkor a relatíve hideg szomszédos felületekre lecsapódó üveg gőz rontja a felületi minőséget. Tapasztalataink szerint ultrahangos tisztítással a lerakódás jelentős része eltávolítható. Mivel a páralecsapódás hatása mellett is jelentős simítóhatás érhető el, megfontolandó a terület másodszori CO₂ lézeres hőkezelése.

A kezelt felületek részletesebb, érdességi és kémiai elem összetételi vizsgálata jelenleg még folyamatban van.

A. A közös projekt eredményei (max. 2 oldal)

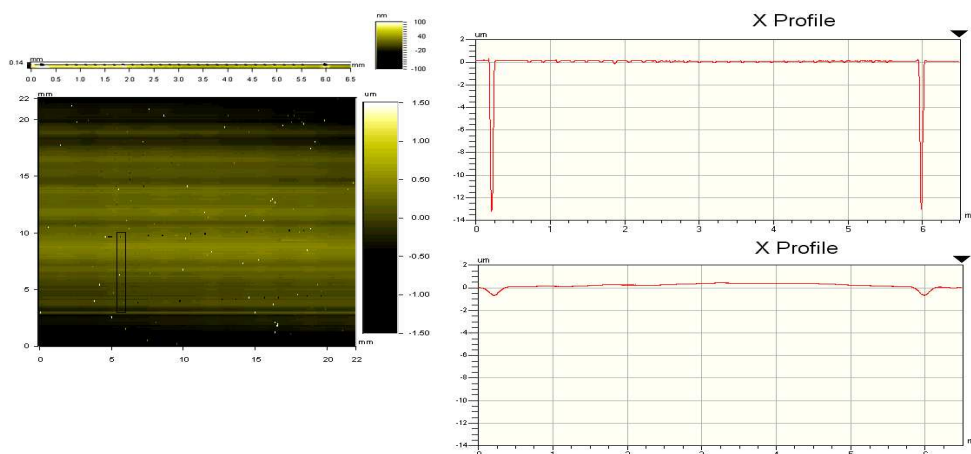
A pályázatban az SZTE oldaláról a felületi egyenetlenségek CO₂ lézeres simítási kísérletein és a minták karakterizálásán volt a fő hangsúly. Ennek megfelelően az első évben a lézerrel simított minták szisztematikus morfológiai vizsgálatát végeztük el. A különféle típusú üveglapokat (Borofloat, BK7 és B270) széndioxid lézernyalábbal sugároztuk be. A lézerfolt mérete ~ 3,5 mm, a pásztázási sebesség 12,5 cm/s és az alkalmazott lézerteljesítmények: 100, 150, 200, 244 W voltak. A minták morfológiáját optikai mikroszkópos megfigyelésekkel és profilométeres mérésekkel jellemeztük.

A profilométeres vizsgálatok kimutatták, hogy nemcsak a besugárzott sávok kontúrja változott, hanem a minták teljes felülete is ívelté vált, ami a kezelt üveg típusától függetlenül több mikrométer szintkülönbséget mutat a szél és a középső terület között. A BK7 üveglemez a lézeres kezelés hatására kettőbe is tört.

A kísérletekből kiderült, hogy a vizsgált üveglapok előmelegítése nagyon fontos a hő- és mechanikai feszültségek, s az általuk okozott károk elkerülése érdekében. Azonban elképzelhető, hogy ez okozza a minták tapasztalt nagyarányú meggörbülését. Ezért a következő kísérletekben megvizsgáltuk az üveglapok deformációját az előmelegítési hőmérséklet függvényében lézeres besugárzás nélkül. A lemezeket egy kemencében melegítettük fel a kívánt hőfokra. A vizsgált hőmérsékletek 200, 400 és 600 °C voltak. Az átlagos fűtési sebesség kb. 10 °C/perc volt. A célhőmérséklet elérése után a fűtést kikapcsoltuk és hagytuk lehűlni a mintákat. Kimutattuk, hogy a BK7 és a B270 esetében jelentős deformáció következett be 600 °C-nál az előkezelés következtében, míg számottevő torzulás a Borofloat minta esetében nem volt megfigyelhető. Ez azt jelenti, hogy ez az üvegtípus a leginkább ellenálló a hőkezeléssel szemben, s a legjobb alanyak tűnik a lézeres felületsimítás szempontjából.

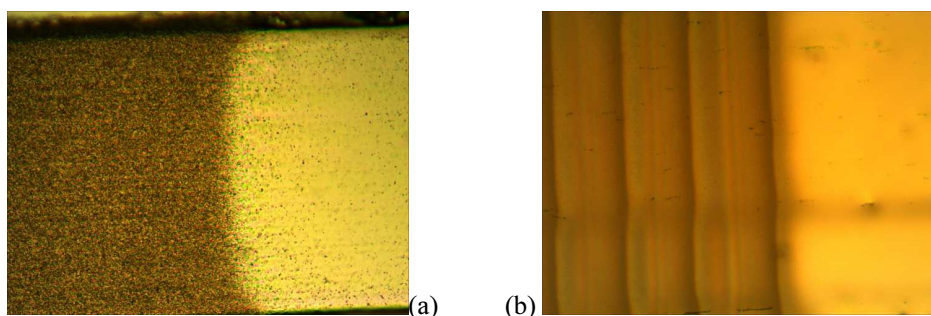
Ezen eredmények alapján a második évre azt terveztük, hogy megvizsgáljuk a simítás hatékonyságát CO₂ lézeres besugárzással abban a hőmérsékleti tartományban (≤ 400 °C), ahol a minta termikus deformációja nem volt túl szignifikáns. Ezekben a kísérletekben első lépésként a borofloat lemezeket fs-os lézerimpulzussal sugároztuk be különböző energiasűrűségekkel, ami eltérő mélységű maratott gödröket eredményezett. Ezek képviselték a modell egyenetlenségeket, melyek eltüntetésére volt a cél a CO₂ lézeres besugárzással. Az előző évi kísérletek eredményei alapján a maratott minta simítási paramétereiként 100 W lézerteljesítményt, 400 °C hőmérsékletet és 6,25 cm/s pásztázási sebességet választottunk.

Igazoltuk, hogy a vizsgált eljárás az alkalmazott kísérleti paraméterek mellett alkalmas a lézerekkel maratott gödrök megszüntetésére Borofloat minta esetén. A kezelés során azonban a minta némiképpen deformálódott, felülete hullámossá vált mikrométeres tartományban.



1. ábra A modell egyenetlenségek, azaz az ablált gödör sor vonalprofilja két referenciagödör között a simító kezelés előtt (felső grafikon) és után (alsó grafikon).

A németországi partnerintézetben pikoszekundumos lézerekkel készítették változó mélységű/érdességű struktúrákat hóálló üveg felületére. A simító CO₂ lézeres besugárzásokat különböző pásztázási sebesség- és teljesítménytartományokon végeztük úgy, hogy az adott felületet érő teljes energiasűrűség-tartomány mindegyek sebességnél azonos legyen. 1,2 mm átmérőjű Gauss intenzitáseloszlású lézer fókuszméret mellett 75mm/s, 150 mm/s és 300 mm/s sebességeket alkalmaztunk, a lézer teljesítményét 8,7–190 W tartományon szabályoztuk. Azonos besugárzási dózis mellett az eltérő sebesség az adott felület hevítési idejét, azaz az olvadt réteg élettartamát és a hővezetés miatt az hőkezelt réteg mélységét is befolyásolja. A kezdeti, optikai mikroszkópos vizsgálatok szerint, egyvonalas pásztázásnál az olvadáspontot jelentősebben meghaladó intenzívebb párolgás tartományában lehet jobban elsimítani az érdes felületet, azonban ilyenkor az anyageltávozás hatásával is számolni kell. Átfedéssel, többvonalas pásztázás esetén a jobb eredményt a felület olvadásához szükséges teljesítmény elérésével kaptuk, ugyanis, ha jelentősebbé válik a párolgás, akkor a relatíve hideg szomszédos felületekre lecsapódó üveg gőz rontja a felületi minőséget. Tapasztalataink szerint ultrahangos tisztítással a lerakódás jelentős része eltávolítható. Mivel a páralecsapódás hatása mellett is jelentős simítóhatás érhető el, megfontolandó a terület másodszori CO₂ lézeres hőkezelése.



2. ábra Lézeres simítás egyvonalas pásztázással (a jobb, világosabb oldal a simított) (a), részleges átfedéssel pásztázás (bal oldalon a páralecsapódás sávjaival) (b)

A kezelt felületek részletesebb, érdességi és kémiai elem összetételi vizsgálata jelenleg még folyamatban van.

B. Az együttműködés további szempontjai: (max. 3 oldal)**1. Mennyiben alapulnak a projekt elért eredményei a német–magyar együttműködésen?**

Abszolút mértékben, mivel az előzetes simítási előkísérleteink, eljárás fejlesztésünk után a feladatunk a német partnerintézetben kialakított felületi struktúrák elsimítása volt. Tehát ők készítették a mintákat, amiket mi lézerrel kezeltünk.

Az első évben fogadtuk a német kollégákat, akik az ittlétük alatt lézeres polarizációs maratási kísérleteket végeztek a nálunk rendelkezésre álló ArF excimer lézerrel. Ily módon állították elő az első tesztstruktúrákat (LIPSS). Megismerkedtek a simítási kísérleteink során használandó CO₂ lézerrel és a hozzá kapcsolódó fűthető mintatartó, mintamozgató rendszerrel. Ugyanezen év nyarán pedig a mi kutatócsoportunk látogatott el a lipcsei intézetbe, ahol precíziós ablációs kísérleteket végeztünk különböző hullámhosszú és impulzushosszú lézerekkel, amelyek itthon számunkra nem elérhetők. Nálunk nem áll rendelkezésre a pályázatban tervezett simítási kísérletek alanyául szolgáló felületi mintázatok készítéséhez, struktúrák előállításához szükséges lézer- és optikai rendszerek jelentős része, a partnerintézetben pedig nincs olyan CO₂ lézeres megmunkáló egység, ami a simítási feladatok végrehajtását lehetővé tenné. Tehát a két intézet szoros együttműködése tökéletesen indokolt. Sajnos a második évben már nem volt lehetőség az utazásra.

2. Hogyan befolyásolta a támogatás a projekt előmenetelét?

A projekt tervezése, végrehajtása szempontjából nagyon fontos volt, hogy volt lehetőség a közös együttgondolkodásra, egymás intézeteiben kísérletek, vizsgálatok elvégzésére, a két intézet infrastruktúrális lehetőségeinek kihasználására. Ez nagy hatékonyságú munkát tett lehetővé. Sajnos az ismert járványhelyzet miatt a kezdeti lendület jelentős mértékben megtorpant, nem volt lehetőség a közös munkára. Emiatt a hivatalos második évben egy év halasztást kértünk, de a következő (jelenlegi) évben sem tudtunk egymás intézeteibe utazni, együtt dolgozni. A közös projekt online megbeszélésekre, a minták postai küldözgetésére korlátozódott.

3. Hogyan csatlakozott a második évi munka az első év eredményeihez?

Teljes mértékben, mivel az első évben kifejlesztett és a tesztkézelések, mérések eredményei alapján optimalizált lézeres simítási eljárást alkalmaztunk a második pályázati év kísérleteiben.

4. Milyen szempontból volt jelentős a projekt a fiatal kutatók tapasztalatszerzése, szakmai fejlődése szempontjából?

Kutatócsoportunkban a pályázatban vállalt feladatok végrehajtásába a senior kutatókon felül bekapcsolódott két PhD (Nagy Eszter, Gera Tamás Bence) és egy Fizika BSc-s (Papdi Pál Soma) hallgató is. A munka során mindhárman megtanulták használni, vezérelni, programozni a simításhoz használt kísérleti elrendezést, amelynek megtervezésében, összeállításában maguk is közreműködtek. A két PhD hallgató tagja volt az első évben Lipcsébe utazó csapatnak is. Egy hetet töltöttünk a partnerintézetben, ahol találkozhattak, beszélhettek ottani kutatókkal, kapcsolatokat építhettek ki, megismerhették, használhatták

az intézeti infrastruktúrát, lézerrendszereket, diagnosztikai berendezéseket. Mindenképpen hasznos volt számukra a pályázatban való részvétel.

5. Sorolja fel azokat a hazai vagy külföldi tudományos közleményeket és publikációkat, amelyek az együttműködés eredményeként jelentek meg!

A pályázati évek során a kísérleti minták előállítása, a simítási kísérletek megtervezése, a kísérleti elrendezés megépítése, tesztelése végrehajtásra kerültek, de az ismert okokból kifolyan még nem születtek olyan eredmények, amelyek tudományos szakfolyóiratokban publikálhatóak lennének.

6. Milyen akadályokat vagy problémákat érzékelt a projekt végrehajtása során?

Az első évben a legfőbb problémánk az volt, hogy habár 2018. decemberében kiderült, hogy nyert a pályázatunk, nagyon sokáig nem volt aláírt támogatási szerződésünk, ami abszolút bizonytalanná tette a pályázat indulását, lesz-e egyáltalán valami is belőle. Komoly gond volt, hogy csak a pályázati év végére nyílt meg a keret, amiből a be- és kiutazásokat kellett volna finanszírozni. Nagyon-nagyon rossz üzenet volt a német kutatók felé, amikor eljöttek hozzánk a pályázat keretében, hogy mindent saját zsebből kellett fizetniük. És az eredetileg tervezett őszi látogatásokból sem lett semmi a támogatási keret hiányában.


A másik, s a legfőbb problémát az ismert járványhelyzet idézte elő, melynek eredményeképpen a kiutazások, közös jelenléti munkák lehetetlenné váltak.

7. Mi a legjelentősebb szakmai eredmény, amit kiemelne a projektegység együttműködés kapcsán?

A munkánk legfontosabb eredménye, hogy sikerült összeállítanunk a simítási kísérletekhez elengedhetetlenül szükséges széndioxid lézeres pásztázó elrendezést. Demonstráltuk, hogy a módszer megfelelő kísérleti paraméterek esetén alkalmas a felületi egyenetlenségek elsimítására, kimutattuk, hogy a minták előmelegítése előidézheti azok alakjának torzulását.

8. Van-e olyan javaslat, amivel módosítaná a pályázati felhívás és végrehajtás szempontjait a jövőre nézve?

Ügyelni kellene arra, hogy az elnyert, megítélt támogatás valóban a pályázó rendelkezésére álljon a futamidő kezdetétől.



Kelt: Szeged, 2021. 12. 03.

Aláírás