

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIA APLICADA Y
TECNOLOGÍA AVANZADA, UNIDAD ALTAMIRA, IPN.
CICATA-UNIDAD ALTAMIRA, IPN.**

T E S I S

**“Obtención de Microfracturas Inducidas por
Láser en Materiales Transparentes”**

PRESENTA:

Ing. Rodolfo Reynaud Rodríguez

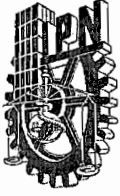
DIRECTORES DE TESIS:

Dr. Luís Vidal Ponce Cabrera

Dr. Eugenio Rodríguez González



ALTAMIRA, TAMAULIPAS; NOVIEMBRE 2010



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARIA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

ACTA DE REGISTRO DE TEMA DE TESIS Y DESIGNACIÓN DE DIRECTOR DE TESIS

México, D.F. a 15 de Enero del 2010

El Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de CICATA-UA en su sesión ordinaria No. RCP/02/010 celebrada el día 20 del mes de enero conoció la solicitud presentada por el(la) alumno(a):

Reynaud Rodríguez Rodolfo
Apellido paterno Apellido materno Nombre (s)

Con registro:

B	0	8	1	1	5	3
---	---	---	---	---	---	---

Aspirante de:

1.- Se designa al aspirante el tema de tesis titulado:
Obtención de Microfracturas Inducidas por Láser en Materiales Transparentes

De manera general el tema abarcará los siguientes aspectos:
Estudio de la generación del plasma en el proceso de formación y generación de la microfractura, además del estudio de la emisión fotoacústica

2.- Se designa como Director de Tesis al Profesor:
Dr. Luis Vidal Ponce Cabrera, Dr. Eugenio Rodríguez González

3.- El trabajo de investigación base para el desarrollo de la tesina será elaborado por el alumno en:
CICATA IPN Altamira

que cuenta con los recursos e infraestructura necesarios.

4.- El interesado deberá asistir a los seminarios desarrollados en el área de adscripción del trabajo desde la fecha en que se suscribe la presente hasta la aceptación de la tesis por la Comisión Revisora correspondiente:

Director de Tesis

Dr. Luis Vidal Ponce
Cabrera

Director de Tesis

Dr. Eugenio Rodríguez
González

Aspirante

Rodolfo Reynaud Rodríguez
Ing. Rodolfo Reynaud
Rodríguez



CENTRO DE INVESTIGACION EN CIENCIA
APLICADA Y TECNOLOGIA AVANZADA
DEL IPN
UNIDAD ALTAMIRA

Presidente del Colegio

Dr. Abelardo Flores Vela



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de Altamira siendo las 10 horas del día 17 del mes de Noviembre del 2010 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de CICATA-IPN, UA para examinar la tesis titulada:

Obtención de Microfracturas Inducidas por Láser en Materiales Transparentes

Presentada por el alumno:

Reynaud
Apellido paterno

Rodriguez
Apellido materno

Rodolfo
Nombre(s)

Con registro:

B	0	8	1	1	5	3
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de: MAESTRO EN TECNOLOGÍA AVANZADA

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISIÓN REVISORA

Director de tesis

Dr. Luis Vidal Ponce Cabrera

Director de tesis

Dr. Eugenio Rodríguez González

Dra Aide Minerva Torres Huerta

Dr. Eduardo Marcelo de Posada Piñán

Dr. Miguel A. Arronte Garcia

Dra. Teresa Flores Reyes

PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES

Dr. Abelardo Irineo Flores Vela



CENTRO DE INVESTIGACION EN CIENCIA
APLICADA Y TECNOLOGIA AVANZADA
DEL IPN
UNIDAD ALTAMIRA



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de Altamira el día 26 del mes noviembre del año 2010, el (la) que suscribe Rodolfo Reynaud Rodríguez alumno (a) del Programa de MAESTRIA EN TECNOLOGÍA AVANZADA con número de registro B081153, adscrito al CICATA-IPN, UNIDAD ALTAMIRA, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del Dr. Luis Vidal Ponce Cabrera y del Dr. Eugenio Rodríguez González y cede los derechos del trabajo intitulado "Obtención de Microfracturas Inducidas por Láser en Materiales Transparentes", al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección caronte 661@hotmail.com . Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Rodolfo Reynaud Rodríguez

Nombre y firma

ÍNDICE

RESUMEN.....	3
ABSTRACT.....	4
I. INTRODUCCIÓN.....	5
I.1 OBJETIVO GENERAL.....	9
I.1.1 Objetivos Específicos	9
II. MARCO TEÓRICO	10
II.1 TEORÍA DEL DAÑO ÓPTICO (LID)	10
II.1.1 Mecanismo Fundamental	10
II.1.2 Mecanismo Intrínseco	11
II.1.2.1 Ionización por colisiones (avalancha de electrones)	11
II.1.2.2 Ionización multifotónica.....	12
II.1.3 Mecanismo Extrínseco	12
II.1.4 Autoenfoque.....	13
II.1.5 Trabajos Iniciales.....	14
II.2 EL LÁSER.....	16
II.2.1 La fuente de alimentación	16
II.2.2 El cabezal.....	17
II.2.2.1 La lámpara de excitación.....	17
II.2.2.2 El Medio activo	17
II.2.2.3 La cavidad reflectora o reflector.....	19
II.2.2.4 Los espejos.....	19
II.2.2.5 Procesos para la generación láser.....	20
II.2.3 Láseres continuos y pulsados.....	22
II.2.3.1 El Q-switch.....	22
II.2.3.1.1 Q-Switch activo.....	24
II.2.3.1.2 Q Switch pasivo.....	27
II.3 ESPECTROSCOPIA DE PLASMAS INDUCIDA POR LÁSER - LIBS.....	29
II.3.1 Características de los diferentes tipos de láser usados en la técnica de LIBS.....	30
II.4 EL FENÓMENO FOTOACÚSTICO	30
II.4.1 Espectroscopia Fotoacústica de celda cerrada.....	31
II.4.2 Espectroscopia Fotoacústica de celda Abierta	32
III. METODOLOGÍA	33
III.1 MONTAJE DE LA INSTALACIÓN.....	33
III.2 ALINEACIÓN DEL CABEZAL.....	33
III.3 CARACTERIZACIÓN DEL SISTEMA LÁSER	36
III.3.1 Caracterización de la evolución energético-temporal de los pulsos en función de la energía de excitación	36
III.3.2 Caracterización del perfil del haz	39
III.3.2.1 Método de la navaja.....	39
III.3.2.2 Estudio de la huella producida por el haz ("spot") a diferentes distancias.....	40
III.4 CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS.....	42
IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	43
IV.1 MEDIDAS INICIALES	43
IV.1.1 Estudio del Plasma Generado en la formación de la microfractura.....	44
IV.2 ESTUDIO DEL PROCESO DE FORMACIÓN DE LA MICROFRACTURAS.....	47
IV.2.1 Estudio de la emisión acústica.....	49
IV.2.2 Estudio de la emisión óptica.....	50
IV.2.3 Medición del cambio de densidad en la región de la microfractura.....	52
IV.2.4 Determinación del umbral de la microfractura.....	53
IV.2.5 Estudio de la dinámica de formación de la microfractura.....	54
IV.3 CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA ÓPTICA DE LAS FRACTURAS GENERADAS	57

CONCLUSIONES..... 62
RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS..... 63
PRODUCTOS RELACIONADOS CON LA TESIS..... 63
ÍNDICE DE FIGURAS..... 64
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS 68

Resumen

En el presente trabajo de tesis se estudia la formación de micro fracturas producidas en el interior de materiales transparentes por un láser de Nd:YAG. El láser trabaja en régimen de Q-Switch utilizando un modulador pasivo que permite obtener series de pulsos con duración de nanosegundos.

Como es conocido láser características del daño óptico producido en el material depende de los parámetros del láser utilizado. Por esta razón fue realizada una extensa caracterización del láser para saber como varían sus parámetros fundamentales en función del régimen de trabajo utilizado.

La técnica de foto-acústica fue utilizada para monitorear el proceso de formación de las microfracturas y tener información de la energía umbral con la cual estas se generan.

La radiación emitida desde el volumen del sólido que interacciona con la radiación láser fue caracterizada por medio de la técnica de espectroscopia de plasmas inducido por láser (LIBS).

Fueron realizados diferentes estudios para entender la dinámica de formación de las microfracturas durante la irradiación con series de pulsos emitidas por el láser. Estos estudios aportaron información respecto a la contribución individual de cada pulso presente en la serie a la formación de la microfractura.

Las microfracturas generadas en diferentes condiciones experimentales fueron analizadas por microscopia óptica lo cual permitió establecer una relación entre el tamaño y la forma de ellas en función de las características del pulso láser que las generó.

Los diferentes estudios realizados en este trabajo de tesis permitieron optimizar los parámetros del láser de forma tal que se generen microfracturas comparables a aquellas presentes en diversos objetos o *souvenirs* comerciales.

Abstract

In this thesis is studied the formation of microcracks produced inside transparent materials by a pulsed Nd:YAG laser. The laser operates in the Q-Switch regime using a passive modulator for obtaining series of pulses with nanosecond duration.

As is known laser induced damage in optical materials depends on the parameters of the laser used. For this reason it was performed an extensive characterization of the laser to see how its basic parameters vary depending on the used work conditions.

The photo-acoustic technique was used for monitoring the micro fractures formation process and to obtain information about the energy threshold needed to generate it.

The radiation emitted from the volume of the solid which interacts with the laser was characterized by laser induced breakdown spectroscopy (LIBS).

Different studies were conducted to understand the dynamics of formation of microcracks during irradiation with a series of pulses emitted by the laser. These studies provided information regarding the individual contribution of each pulse present in the serie to the formation of the micro fracture.

The microcracks generated under different experimental conditions were analyzed by optical microscopy which allowed to establish a relationship between the size and shape of them depending on the characteristics of the laser pulse that generated them.

The different studies performed during the present thesis enabled the optimization of the laser parameters in order to generate microcracks similar to those present in various commercial objects or souvenirs.

I. Introducción

El fenómeno de la ruptura óptica en sólidos transparentes fue descubierto en 1964^[1,2] poco después de la fabricación de los láseres con pulsos de alta energía (pulsos gigantes). La literatura en inglés al referirse a este fenómeno utiliza varios términos tales como: *laser-induced breakdown* (LIB) [ruptura inducida por láser], *laser-induced damage* (LID) [daño inducido por láser] o más resumidamente *laser-damage* (LD) [daño láser].

El fenómeno en cuestión trata justamente del daño que puede ser producido en un material, inicialmente transparente, cuando es atravesado por un haz láser cuya densidad de potencia rebasa un cierto valor, denominado "*laser induced damage threshold* (LIDT) [umbral de daño inducido por láser] para ese material.

El termino "breakdown" (ruptura) se refiere a un fenómeno colectivo relacionado con la ruptura dieléctrica que sufren los enlaces moleculares y electrónicos del material, y que antecede a la formación del plasma en el volumen de interacción láser-sólido.

Cuando la densidad de potencia en un cierto volumen del sólido rebasa el valor "umbral", las moléculas que componen el material son disociadas tanto en sus constituyentes atómicos, debido a la ruptura de los enlaces moleculares, como en iones y electrones debido a la ruptura de los enlaces electrónicos^[3]. Esa ruptura es desencadenada por el intenso gradiente de campo eléctrico del láser en el volumen afectado.

El inicio (o ignición) del plasma puede darse por diferentes mecanismos (emisión termo-iónica, ionización multifotónica o ionización por colisiones^[4]) dependiendo de la intensidad del láser, la energía del fotón y las propiedades físico-químicas del sólido

Una vez iniciado el plasma, se produce una avalancha de electrones provocada por colisiones entre los electrones libres acelerados por el campo eléctrico de la onda electromagnética (del láser) y los electrones enlazados a los átomos que conforman la red^[5]. Esta avalancha forma una nube de electrones, que se establece en el volumen de interacción, pocos nanosegundos (1-3 ns) después del inicio de la interacción del pulso láser con el sólido.

Posterior a la avalancha, el plasma sufre un calentamiento debido fundamentalmente a la absorción del restante pulso láser por parte de los propios componentes del plasma. Este calentamiento provoca la expansión adiabática del plasma que alcanza temperaturas de 10 000K a 20 000 K^[6], en las etapas iniciales de su formación. Esas elevadas temperaturas alcanzadas en el volumen de interacción del láser con el sólido, provocan la fusión del material^(*) en esa región ocurriendo una fractura o cambio de fase que induce un daño permanente (irreversible) en el material.

* El cuarzo por ejemplo tiene una temperatura de fusión de ~ 1800 K

Durante la relajación, los átomos, iones y fragmentos de moléculas excitados en el plasma emiten un espectro de radiación característico del material volatilizado, con líneas de emisión generalmente en las regiones UV-VIS. La técnica espectro-analítica que se dedica al estudio de estas emisiones es conocida como LIBS (*Laser Induced Breakdown Spectrometry*) [Espectroscopia de ruptura inducida por láser]. El acrónimo LIBS puede ser considerado como una forma abreviada del acrónimo LIBOES, *Laser Induced Breakdown Optical Emisión Spectrometry* (Espectroscopia de emisión óptica del plasma inducido por láser), término que mejor describe el sentido de la técnica en cuestión. La técnica LIBS será de particular importancia en la realización de este trabajo.

Las primeras observaciones del LID despertaron gran interés y desencadenaron una enorme cantidad de investigaciones con diferentes materiales (cristales dieléctricos de gap ancho, vidrios, polímeros y semiconductores, etc).

El interés hacia esta línea de investigación ha sido estimulado, fundamentalmente, por las necesidades prácticas que se han presentado en el desarrollo de la tecnología láser, en el sentido de encontrar nuevos materiales con un umbral de daño cada vez mayor. El LID conlleva a daños irreversibles en componentes ópticos (lentes, espejos, redes de difracción, polarizadores, recubrimientos, etc.), todos presentes en la óptica de los equipos láser. Esta desventaja del LID lo ha transformado en el factor principal que ha limitado la máxima potencia/energía alcanzable en dispositivos optoelectrónicos y en sistemas láser de alta potencia ^[6].

El estudio del daño óptico en materiales transparentes como los vidrios de sílice es de especial importancia ya que los láseres están interactuando con instrumentos ópticos que regularmente están contruidos de vidrios de sílice; en estudios realizados, se ha observado que a irradiaciones de alta potencia de un láser de 850 nm y trabajando en el orden de los femtosegundos, ocurren procesos de “foto inducción”, en irradiaciones por debajo del umbral de daño láser, que llevan a la generación de una pequeña decoloración del medio por donde pasa el láser, creyéndose se deba a la absorción lineal de un fotón, o la absorción de 2 fotones, que causa la ionización de la matriz de vidrio, usándose para estos estudios vidrios de álcali silicato y boro silicato (K-8) ^[7], la interacción de pulsos láser del orden de los femtosegundos con materiales transparentes utilizados en la construcción de componentes ópticos puede provocar la aparición de otro fenómeno conocido como el fenómeno de “Fatiga” del material el cual es consecuencia de la “caída” o “baja” del valor de umbral de daño láser para materiales ópticos al verse sometidos a varios pulsos láser, intentando contribuir al conocimiento de el fenómeno de daño láser, debido a multipulsos de subumbral, se han realizado estudios, en los cuales con una graficación y estudio estadístico de varias curvas generadas, por los datos de la interacción de muestras de material transparente sometidas a multipulsos láser, se obtuvieron datos que ayudan a tener una confiable estimación de la modificación del valor de umbral de daño en función del número de pulsos acumulados (modificación debida a los múltiples pulsos “proceso de pre-daño”), encontrando que ocurren cambios a

nivel microscópico que pueden llevar a un daño láser debido a un único pulso láser ^[8], otros efectos de la interacción de materiales transparentes con pulsos láser son los hallados en la exposición de vidrios de sílice fundida de alta transmisión, a pulsos de excimer láser de 248 ó 193 nm, que producen el cambio de absorción adicional, cambios de densidad y cambios en el índice de refracción de los materiales, la interacción del vidrio con el láser se ha investigado con la Fluorescencia Inducida por Láser, con la cual se caracteriza la degradación de la estabilidad de la sílice fundida, la Fluorescencia de Espectro de Raman, con la cual se calcula la concentración de H² de la sílice fundida, y el uso de una Sonda Láser, en la cual la deflexión de ésta, depende de la temperatura y el gradiente del índice refractivo, con ella se pueden detectar los efectos de la absorción inducida láser ^[9].

Para lograr una buena caracterización de los sitios de daño óptico inducido por láser se ha expuesto a componentes ópticos hechos para Sistemas Láser de Larga Apertura, que ya presentaban daño óptico (Vidrios de Sílice Fundida), a irradiación láser, haciendo crecer los sitios de daño con una exposición a 10 pulsos de 355 nm, 3 ns y fluencias de 10 J/cm² llevando un monitoreo del proceso con técnicas como la: Microscopia de Fluorescencia, la cual es usada en la detección de formaciones electrónicas defectuosas en el sustrato de los materiales, y es compuesta a grandes rasgos por un arreglo de lentes, un detector CCD, y una serie de filtros ópticos que se colocan entre la cámara CCD y los lentes, los cuales son usados para grabar las imágenes de emisión en una región específica del espectro, usando una fuente de luz blanca para obtener así las imágenes de luz esparcida, y la Tomografía de Coherencia Óptica, una técnica que construye imágenes bidimensionales de alta resolución, por medio de la medición del tiempo de retardo del eco y la magnitud de la luz reflejada o dispersada desde la parte trasera de la muestra, la cual ha sido usada en aplicaciones biomédicas, la microscopia de fluorescencia ha demostrado la presencia de una capa de material altamente emisiva, y por lo tanto de material con una absorción modificada, mientras que la Tomografía de Coherencia Óptica ha podido realizar imágenes de la red de fracturas formadas alrededor del núcleo del sitio dañado, los anteriores datos pueden ser usados para la creación de alguna especie de recubrimiento que inhiba el crecimiento de las fracturas en los componentes, o para ayudar a la prevención del crecimiento de las fracturas ^[10].

Como con anterioridad se menciona, se ha encontrado una aplicación al fenómeno de daño óptico, ya que nos permite el grabado en el sustrato de diversos materiales transparentes, una variante de este fenómeno ha sido estudiada en la cual es posible realizar un grabado interior pero con la característica de que el grabado puede ser hecho en color, en este estudio se hace “pasar” un pulso a través de un vidrio transparente, este haz es enfocado sobre un blanco que se encuentra después del vidrio a una distancia determinada, si se tiene un control específico de los parámetros tales como: la naturaleza del blanco (diversos metales, o materiales orgánicos), la intensidad del haz láser, y la distancia del blanco al vidrio o material transparente que se quiera grabar. Puede lograrse el “microprocesado” del material transparente, éste se debe a la interacción del plasma formado en el blanco, cuando es impactado por un pulso láser que se encuentre a una intensidad mayor a la del umbral de ablación del material blanco, y el haz láser que se encuentra viajando a través del vidrio, lo anterior a distancias cortas entre el blanco y el vidrio,

produciendo una fractura en la cara del vidrio que está sobre el blanco, con la característica de que esta fractura queda “coloreada”, y el color que toma ésta, dependen del material empleado como blanco (p. ej. cobre-rojo, silicio-negro, de acuerdo a el artículo), y la intensidad de coloración depende de parámetros del haz tales como la fluencia, lo anterior debido a la aplicación de la ablación inducida por láser (Laser-Induced Breakdown Spectroscopy o LIBS)^[11].

La técnica LIBS tiene la capacidad de detectar, identificar, y cuantificar la composición química de cualquier material, entre las muchas aplicaciones que tiene se han realizado estudios y se sugiere su uso en campo para el estudio de fenómenos geoquímicas, y mineralógicos, debido a que la técnica LIBS posee ventajas entre las que se encuentran su rápida respuesta, la cual se considera en tiempo real, la capacidad de análisis de muestras “in situ” sin tener que pasar estas por alguna preparación en específico, y su alta sensibilidad a elementos de bajos pesos atómicos los cuales son difíciles de identificar por medio de otras técnicas de campo^[12], o de proponerse como un método de monitoreo para el fundido del vidrio, lo anterior como alternativa a usar una sonda química, por lo peligroso del entorno alrededor del proceso de fundición del vidrio, y el hecho de que la medición de procesos a altas temperaturas es difícil, además de poder determinar en la línea de producción la composición del vidrio y ocuparse como medio de monitoreo, el proceso se enfoca en el estudio del plasma en la superficie a la hora del proceso de fundido del vidrio^[13].

Una técnica que se puede emplear como monitor en el proceso de microfracturas es la técnica Fotoacústica, en un estudio realizado por investigadores de la UNAM y el Politécnico, se realizó la detección y monitoreo de fracturas en vidrio BK7 producidas con un láser de ND-YAG trabajando a 532 nm, con un tamaño de haz de 500 μm , pulsos de 20 ns, con una energía de 150 mJ, y frecuencias de hasta 10 Hz, este láser fue enfocado dentro del sustrato de la muestra, con la ayuda de un par de lentes que expandían el rayo para luego colimarlo al interior de la muestra, midiendo la onda acústica generada con un transductor piezoeléctrico colocado sobre la muestra, con este arreglo experimental se realizaron 2 experimentos; el primero, fue someter a la muestra a irradiación láser enfocando en el interior de la muestra, empezando con una energía de 0.2 mJ, y grabando la onda acústica producida, para después revisar la muestra para verificar la formación de la microfractura, si no se llegó a formar la microfractura se movía la muestra 2 mm y se aumentaba la energía del pulso en 5%, y se repetía el experimento hasta realizar la microfractura, este experimento ayudó a encontrar la energía mínima necesaria para la realización de microfracturas, además de identificar la señal fotoacústica relacionada a esta energía; el segundo experimento consistió en aplicar un tren de 500 pulsos con un valor de energía igual al necesario para la formación de microfractura (este valor es el encontrado en el primer experimento) en el mismo punto focal, lo anterior para realizar un seguimiento del proceso de formación de microfracturas y su relación con el número de pulsos, encontrando que la microfractura crece en dirección a la irradiación del pulso láser hasta que se alcanzan los 10 pulsos y en adelante comienza un periodo de ensanchamiento, este método puede ayudar al control del maquinado de materiales transparentes en 2 ó

3 dimensiones, y la baja energía de umbral encontrada permite proponer el uso de láseres de alta repetición y baja energía para aumentar la velocidad de grabado ^[14].

I.1 Objetivo General

En el presente trabajo de tesis se pretende montar un sistema laser que permita la generación de microfracturas en el interior materiales transparentes (vidrio BK7). Se propone además la optimización de los parámetros láser tales como la energía del pulso láser, la duración del pulso láser y la frecuencia de los pulsos láser, con el fin de obtener microfracturas de tamaño adecuado.

I.1.1 Objetivos Específicos

Como objetivos específicos para este trabajo se proponen los siguientes:

- Montar una Instalación de laboratorio en la cual realizar las microfracturas inducidas por láser. Esta instalación debe ser lo suficientemente versátil para permitir la modificación de parámetros como energía y duración de pulsos.
- La obtención de micropulsos generados mediante modulador pasivo.
- La determinación precisa del umbral de la microfractura mediante técnicas como fotoacústica y LIBS.
- Caracterización del pulso generado mientras el láser se encuentra trabajando con parámetros cercanos al umbral de fractura.
- Estudio de la emisión óptica del plasma que se genere durante el proceso de formación de la microfractura
- Monitoreo de la formación de la microfractura mediante la técnica fotoacústica.

II. Marco teórico

II.1 Teoría del daño óptico (LID)

Entender la física de este fenómeno ha sido una tarea que se ha perpetuado por más de 4 décadas. Durante este período se ha progresado significativamente en la comprensión del mecanismo fundamental a través del cual se produce el LID cuando se utilizan pulsos láser con duración del orden de los nanosegundos^[15,16,17].

La importancia de este tema puede ser apreciada en la gran cantidad de artículos publicados al respecto y los diversos congresos y simposios internacionales dedicados al tema. Entre las reuniones internacionales más importantes para la discusión de este tema está el *Boulder[†] Damage Symposium*, que ha sesionado anualmente y de forma ininterrumpida desde 1968, abordando exclusivamente tópicos relacionados a LID. El congreso SPIE (The International Society for Optical Engineering) ha publicado los resultados de este Symposium durante los últimos 20 años y los ha organizado bajo el tema de Laser Induced Damage in Optical Materials^[18] (Daño inducido por láser en materiales ópticos).

Resulta interesante analizar los temas que fueron publicados y la forma en que se agrupan las contribuciones presentadas a este congreso en el año 2009 (y que son muy similares a las de años anteriores): (a) Películas Delgadas, (b) Mecanismo fundamental, (c) Superficies Espejos y Contaminación.

Los tópicos abordados en congresos acontecidos recientemente y los que serán abordados incluso este año, demuestran claramente que transcurridos 42 años del inicio de esta línea de investigación, la comprensión del mecanismo fundamental por medio del cual ocurre el LID, todavía es objeto de estudio y aun cuando ha sido extensivamente investigado, el fenómeno no es totalmente comprendido^[6,19,20]. En el transcurso de estos años han surgido nuevas fuentes de radiación láser, con pulsos de picosegundos y femtosegundos, y consecuentemente, gran cantidad de temas importantes relacionados especialmente a la interacción con pulsos ultra-cortos, permanecen aún sin ser entendidos totalmente. A continuación resumimos algunos de los tópicos que mas se resaltan en la literatura referido a la comprensión del LID.

II.1.1 Mecanismo Fundamental

El mecanismo fundamental para LID ha sido uno de los tópicos controversiales en el Boulder Damage Symposium^[21,22]. En relación a este tema ha habido grandes acuerdos y extremos desacuerdos en medio de la comunidad científica. Por ejemplo, es prácticamente unánime la opinión de que para ocurrir el daño, es necesario que la radiación láser sea absorbida por el material. Sin embargo, hay poco consenso,

[†] Boulder: Es la ciudad mas populosa y centro administrativo del condado de Colorado, y una de las ciudades más importantes en el estado de Colorado, E.U. El simposio se ha realizado en esta ciudad desde 1968.

o mejor dicho, no existe una comprensión detallada, de cómo un material puede pasar de altamente transparente a totalmente absorbedor en el intervalo de pocos nanosegundos o picosegundos^[23]

Desde los inicios de las investigaciones en esta área, han sido propuestos y discutidos un número relativamente grande de posibles mecanismos y modelos para explicar el daño inducido por láser (LID) en materiales ópticos transparentes. La discusión ha abarcado efectos tales como la presión de la radiación, electrostricción,

El LID es un proceso sensible a una variedad de parámetros como por ejemplo: La longitud de onda del láser (λ), el ancho del pulso (τ) y el tamaño del haz, las condiciones de focalización, el ancho de banda prohibida del material (E_G), las propiedades termo-mecánicas del material y la tecnología utilizada para su fabricación. La compleja interrelación entre todos esos parámetros y las variaciones en el material de una a otra muestra tornan difícil el análisis de los diferentes modelos utilizados para describir el LID. El análisis de los resultados experimentales se complica sobremanera cuando se toma en consideración la diversificada estructura espacial y temporal de modos de la mayor parte de los láseres y el hecho de que las muestras son consumidas durante la experimentación.

II.1.2 Mecanismo Intrínseco

Con este nombre son discutidos en la literatura todos los procesos que igualmente conllevan al LID, pero que dependen propiamente del material anfitrión, es decir el cristal o el vidrio. Investigaciones han mostrado que los mecanismos más probables para la ocurrencia del LID intrínseco, son la ionización por colisiones (avalancha de electrones) o la ionización multifotónica. Otros mecanismos intrínsecos discutidos en la literatura como la presión de la radiación, y electrostricción^[15]

II.1.2.1 Ionización por colisiones (avalancha de electrones)

En este mecanismo se considera que la radiación láser es absorbida por los electrones del material, que después de acelerados, colisionan con átomos neutros. Cuando los electrones adquieren energía suficiente, son capaces de ionizar los átomos (M) que conforman la red cristalina del sólido a través de la reacción:



Cada vez que ocurre esta reacción queda un saldo positivo de electrones libres y átomos ionizados.

Esta reacción se repite con frecuencia creciente en forma de una reacción en cadena, provocando el aumento exponencial del número de electrones libres y de la concentración de iones en función del tiempo.

Sin embargo, para que ocurra este proceso es necesario que exista inicialmente al menos un electrón libre en el volumen de focalización y que los electrones adquieran más energía que la mínima energía necesaria para ionizar el gas (o del ancho de la banda prohibida en el caso de los sólidos)

II.1.2.2 Ionización multifotónica

La ionización multifotónica es el mecanismo a través del cual un átomo o molécula M absorbe simultáneamente un número suficiente de fotones que provocan su ionización o, en el caso de sólidos, la emisión de un electrón de valencia para la banda de conducción:



Asumiendo que E_i sea el valor de la energía de ionización (o el ancho de la banda prohibida) y $h\nu$ la energía del fotón incidente, la cantidad de fotones m necesaria para ionizar (o llevar un e^- a la banda de conducción) deberá ser superior a la parte entera de $E_i / h\nu + 1$.

Este efecto ocurre típicamente durante la interacción con pulsos láser con duración de femtosegundos, para los cuales la energía suministrada por el láser es de tal intensidad que los electrones pueden ser arrancados de la red cristalina y elevados a niveles superiores en forma instantánea^[24].

II.1.3 Mecanismo Extrínseco

Con este nombre son discutidos en la literatura todos los fenómenos que pueden desencadenar el LID y que están asociados a centros de absorción presentes en el cristal en forma de impurezas. (*Absorbing inclusions* [Inclusiones absorbentes]).

Los sólidos transparentes pueden contener una variedad de defectos, impurezas, partículas de materiales abrasivos y materiales adsorbidos en la superficie. Estas inclusiones pueden incorporarse al material en cualesquiera de las etapas del proceso de fabricación del material que van desde la fusión (incorporación de átomos del crisol durante la fusión de los componentes de la matriz) hasta el acabado superficial de las muestras (incorporación de átomos del material abrasivo durante el pulido superficial de las muestras).

Todos esos defectos pueden tener coeficientes de absorción muy superiores al del sólido en cuestión lo que puede dar lugar a calentamiento local del material y el consiguiente daño en la vecindad del defecto. Posibles procesos en el material hospedero que rodea el defecto absorbente son: la fusión, el estrés termoplástico que daña el material a través de reacciones mecano-químicas, reacciones termoquímicas, fotoionización debido a la radiación emitida por el defecto calentado y la formación de plasma. La contribución relativa de cada uno de estos procesos en particular al LID dependerá de los parámetros del defecto y de las propiedades físico-químicas del medio hospedero.

Desde hace tiempo es conocido que inclusiones absorbentes ^[25] (partículas de platino metálicas provenientes del crisol) contribuyen al daño producido en cristales utilizados para fabricación de medios activos de láser. Estudios ulteriores mostraron que esos defectos o inclusiones, que siempre están presentes en cierta medida en materiales ópticos, son generalmente la fuente dominante para el daño superficial y en el bulto en componentes y reducen substancialmente la intensidad umbral a la cual comienza el daño óptico.

El mecanismo propuesto para este caso es el siguiente: La fuerte absorción de los centros de absorción (inclusiones) eleva su temperatura hasta producir una explosión térmica. La radiación térmica UV emitida por esta explosión ioniza el material de la matriz que rodea la inclusión

II.1.4 Autoenfoque

Un láser, al propagarse por un medio transparente, induce un incremento del índice de refracción de una manera proporcional a la intensidad del mismo al irradiar dicha zona, en potencias por arriba de determinados valores críticos, la distribución de intensidades se vuelva inestable, lo cual lleva a la generación de un daño.

El proceso tiende normalmente a la electrostricción debido al valor tan pequeño de potencia crítico, donde las contribuciones térmicas y eléctricas para el autoenfoque son muy pequeñas, y por tanto pueden despreciarse.

A determinados valores de potencia una onda electromagnética no experimentará autoenfoque, porque a pesar de que el autoenfoque inducido en el medio por su paso siempre estará presente, la difracción que también siempre estará presente es mayor, lo cual provocará una divergencia del haz, por lo tanto para eliminar el autoenfoque, el haz debe de mantenerse siempre por debajo de cierto valor, y si se desea el autoenfoque se debe de someter el haz a un fuerte enfoque, para alcanzar las intensidades de radiación y densidad de fotones necesarias^[26].

El autoenfoque no es por sí mismo un mecanismo para el LID, sin embargo es un mecanismo para concentrar el haz de manera local a fin de manera que se consigan las densidades de energía necesarias para que procesos no-lineales ocurran que lleven al LID.

II.1.5 Trabajos Iniciales

La aproximación más común hecha por los investigadores al estudiar el daño inducido por láser, es enfocarse en el haz láser y sus características, en el espécimen y sus diversas propiedades, y en la detección del daño producto de la interacción de ambos. La potencia o densidad de energía de la radiación láser la cual causa este daño es denominada como “umbral”; éste está en dependencia de la longitud de onda del haz láser, la energía de pulso, la amplitud de pulso, el diámetro de haz, distancia focal, posición del plano focal, y diversas características del material sobre el que el láser actúa. El primer reporte de LID en el interior fue publicado por Bruma y Hercher en 1964, siendo sus principales conclusiones que la absorción lineal no juega un papel principal dentro de este tipo de daño, que el proceso de daño es altamente no lineal, que puede ser por la avalancha de electrones debida a defectos e impurezas, y que el umbral para el LID y la morfología de éste está en dependencia del tamaño de haz, la idea principal que apuntan a la avalancha de electrones como mecanismo detrás del LID sigue con vida, lo cual se traduce en que todos los modelos de daño intrínseco, desde los primeros años hasta la actualidad, están basados en diferentes concepciones de ionización no lineal como: la excitación multifotónica, la avalancha de electrones o el efecto túnel, los cuales se encargan de proveer los portadores de carga, sin embargo, hay un gran número de trabajos que muestran el impacto de diferentes fenómenos interferenciales, como son el autoenfoco o la presencia de contaminación en el exterior o el interior de las muestras^[27].

Las primeras observaciones del LID incluyen; la abrupta interrupción del haz transmitido a través de la muestra, lo cual es un comportamiento parecido al que se observa cuando se irradia una muestra con pulsos en condiciones de umbral de fractura, acompañado por un plasma muy caliente en la zona de daño. Este tipo de observaciones más el hecho que el ancho de banda prohibida de los materiales transparentes irradiados sea 5 ó 20 veces la energía del fotón láser que lo produjo, llevó a los primeros investigadores a concluir que el LID se debía al efecto de avalancha de electrones, por lo que las primeras controversias y discrepancias se ocasionaron por a la estructura de modos usada en los experimentos y confusión a la hora de citar los campos de voltaje en los experimentos (rms vs pico a pico). Sin embargo, el problema real radicaba en describir los procesos no lineales que ocurren, con suficiente detalle, y la dependencia de los mismos con parámetros del pulso tales como: el ancho de pulso, la longitud de onda y el tamaño del haz.

El daño superficial ocurre por avalancha de electrones, que producen una fractura con generación de plasma en la superficie, cercano a la superficie donde se encuentra un gran cantidad de impurezas y defectos mecánicos, éstos llevan a que el umbral de daño en esas zonas sea mucho menor que el umbral de daño en el interior del material, por estas razones es diferente el daño en la superficie.

Ha sido observada la gran diferencia, entre los valores de umbral de daño, por un solo pulso, en la superficie, obtenidos usando láseres en operación multimodo, y láseres en operación en modo TEM₀₀, para el niobato de litio, ocurriendo a 6 MW/cm^2 en pulsos en operación en modo TEM₀₀, mientras que para láseres en operación multimodo es de 6 W/cm^2 [28].

Para que un electrón en un campo óptico sea acelerado hasta la ionización, debido al fenómeno de avalancha de electrones, es necesario primero un campo eléctrico, además dado que las primeras fases de este fenómeno tienen un comportamiento altamente probabilístico, se tiene que el campo eléctrico aplicado debe ser lo suficientemente grande para que eleve la probabilidad de que las primeras fases de este fenómeno ocurran.

Dado que la dirección de el campo eléctrico está variando constantemente, el electrón sufre colisiones que tienen la capacidad de extraer energía de manera eficiente del campo; a baja energía, colisiones inelásticas con fonones dominan las interacciones con la red de electrones, y en efecto ejercen una fricción en el electrón, lo anterior se traduce en una barrera de fricción para el movimiento del electrón, esta barrera de fricción está determinada por el intervalo de energía en la cual los fonones ópticos dominan las interacciones, a energías mayores, colisiones elásticas con fonones dominan y es mucho más fácil para los electrones acelerarse a energías mayores a la de ionización, por tanto electrones con energía inicial mayor que la barrera de fricción dominarán el proceso de avalancha, la probabilidad de ionización se eleva a mayor energía del electrón, y por tanto se continúa con las siguientes etapas del proceso de avalancha, si por el contrario el exceso de energía es menor que la barrera de fricción, los electrones serán virtualmente indistinguibles del resto de los electrones libres, cada etapa sigue de manera similar requiriendo de un fuerte campo [29].

El efecto acumulativo juega un papel importante el LID, así se puede producir daño, tanto en la superficie como en el interior, del cuerpo de materiales ópticos. El efecto acumulativo decrece a medida que la fluencia del láser decrece también, existiendo una fluencia “segura”, en la cual sin importar el número de disparos que el material reciba, éstos no producirán una concentración crítica de defectos, esta fluencia “segura” caracteriza la resistencia óptica del material con respecto a la irradiación multipulso, separando el intervalo de potencia en el cual la repetida irradiación multipulso está en posibilidad de producir una fractura, del intervalo en el cual el tiempo de vida del material irradiado está limitado solo por el envejecimiento natural bajo estas condiciones.

A una fluencia fija, el número de disparos necesarios para producir un daño, está en dependencia del tamaño del haz en el foco del mismo, y la frecuencia de repetición entre los pulsos.

Es difícil explicar las dependencias, que sugieren el desarrollo de daño a nivel macroscópico, a partir de un daño sencillo localizado pre-originado.

En general, la correlación espacio-tiempo es típica, en los conjuntos de sitios de defectos, donde el papel de los eventos de recombinación e interacción es significativo. Por tanto, a un nivel estructural, la modificación “subumbral” del material debería ser considerada como un proceso cooperativo. Se cree

también que el cambio gradual de resistencia óptica bajo irradiaciones de “subumbral” está esencialmente en correspondencia con la evolución de las propiedades de la red del vidrio, que usualmente es considerada en relación con sus características micro- mecánicas (fuerza de enlace químico, conexión de red)^[30].

II.2 El Láser

El Láser utilizado en el presente trabajo es un láser de Nd:YAG y para su descripción será dividido en 2 partes fundamentales (Figura 1): La fuente de alimentación y el cabezal del láser. Los componentes que conforman cada una de estas partes, así como su principio básico de funcionamiento serán descritos a continuación.

II.2.1 La fuente de alimentación

La fuente de alimentación contiene los componentes eléctricos y electrónicos necesarios para extraer energía de la red eléctrica, adecuarla y transferirla al cabezal del láser donde será utilizada como energía de excitación o bombeo a partir de la cual se generará la radiación láser. Su principio básico de funcionamiento puede ser resumido de la siguiente forma:

- A la orden de un pulso de carga, el transformador de potencia, carga el Capacitor C a través la resistencia R . El capacitor es cargado a un valor de voltaje (V) fijado por el usuario, que a su vez, delimita la energía del pulso láser que será emitido (E_p).

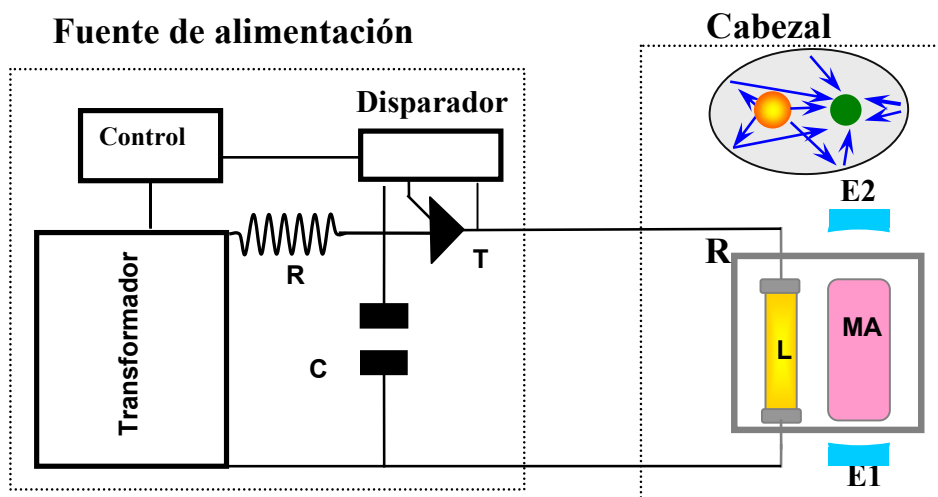


Figura 1: Representación esquemática de la estructura interna del láser utilizado en este trabajo. La fuente de alimentación está compuesta básicamente por el transformador, una resistencia de carga (R) un banco de capacitores (C), un circuito de disparo o "Disparador" y un tiristor (T). Dentro del cabezal del láser están insertados: la lámpara de excitación (L), la barra de Nd:YAG o medio activo (MA), el reflector (R) y los espejos ($E1$ y $E2$). Una sección transversal del Reflector también es presentada.

- Una vez que el voltaje en el capacitor alcanza el valor V , el circuito de control habilita un circuito de disparo o de *Disparador*, que utilizando un Tiristor (T) permite descargar toda la energía almacenada en C a través de la lámpara de excitación (L) ubicada en el cabezal del láser.
- El circuito de control electrónico es el encargado de generar los pulsos de carga y de disparo, garantizar la separación temporal adecuada entre ellos, así como controlar el proceso de carga del banco de capacitores al voltaje prefijado por el usuario.

II.2.2 El cabezal

El cabezal es el bloque que agrupa los componentes ópticos presentes en el equipo y donde la energía eléctrica extraída de la red eléctrica es finalmente transformada en radiación láser.

II.2.2.1 La lámpara de excitación.

La lámpara de excitación es básicamente un tubo de cuarzo lleno de gas a baja presión (p.e. Xenón), que posee un electrodo en cada uno de sus extremos. La lámpara produce un destello luminoso muy intenso (*flash*) cuando a través de ella es descargada la energía almacenada en el banco de capacitores C . Esa energía excita el medio activo (bombeo óptico) y la fracción de ella que es absorbida es transformada en radiación láser. La curva de emisividad típica de la lámpara presente en el láser utilizado se muestra en la Figura 2.

II.2.2.2 El Medio activo

El medio activo presente en el láser es un cristal de Granate Ytrio Aluminio (YAG) dopado con átomos de neodimio (Nd), por lo que se le conoce como Nd:YAG. El cristal YAG (con fórmula química $Y_3Al_5O_{12}$) fue obtenido por primera vez en los años 50 y gracias a sus propiedades ha ganado enorme popularidad como matriz hospedera para medio activo de láseres de estado sólido. El YAG es un compuesto químicamente estable, mecánicamente robusto, físicamente duro, ópticamente isotrópico y transparente desde los 300 nm hasta más allá de los 4 μm . Monocristales de YAG, aceptan además la incorporación a su red cristalina de iones trivalentes tanto de tierras raras (Holmio (Hm^{3+}), Neodimio (Nd^{3+}), Erblio (Er^{3+}), Yterbio(Yb^{3+})) como de metales de transición (Cr^{3+}), permitiendo además su crecimiento con niveles de tensión (*esfuerzo*) extremadamente bajos. En el caso de ser dopado con tierras raras, el ión dopante substituye el Ytrio (Y^{3+}) en la red cristalina mientras que cuando es dopado con metales de transición el ión dopante substituye el Aluminio (Al^{3+}).

Para aplicaciones como medio activo, típicamente el YAG es dopado con Neodimio en concentraciones que oscilan desde 0.2 -1.4%. Su emisión fundamental es en 1064.14 nm. Para aplicaciones como modulador, el cristal de YAG es dopado con Cromo (Cr^{3+})

La Figura 2 muestra la curva de absorción para el ión Nd^{3+} dentro del cristal de YAG. Son evidentes las diferentes bandas de absorción posibles. Las bandas están centradas alrededor de 530 nm, 580 nm 750 nm y 810 nm y cada una de ellas está compuesta por gran cantidad de niveles de energía muy próximos entre sí.

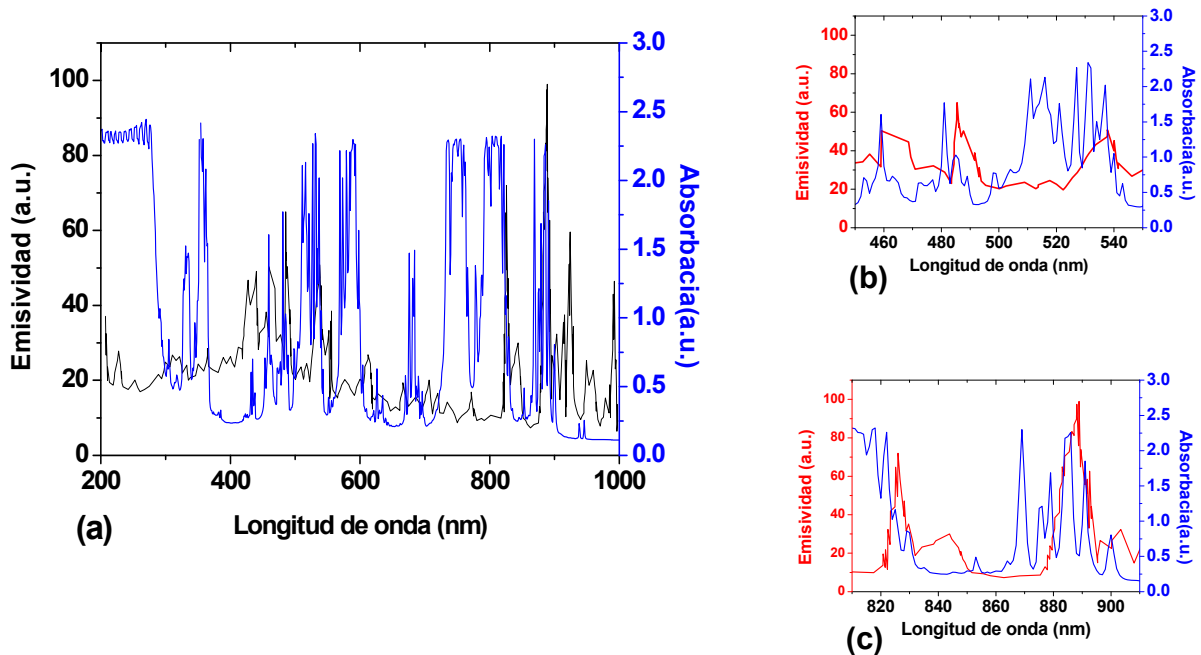


Figura 2: (a) Emisividad típica de una lámpara Xenón y absorbanca de una barra de Nd:YAG de 6 cm de longitud y 6 mm de diámetro en función de la longitud de onda. Ampliación e el intervalo de (b) 450-550nm y de (c) 820-920 nm demuestra que solo una pequeña porción de la energía emitida por la lámpara es absorbida en el medio activo.

Un esquema simplificado de esos niveles de energía se presenta en la Figura 3. Con la emisión de la lámpara, los átomos de Neodimio son bombeados ópticamente desde su nivel básico a niveles superiores. Como consecuencia de transiciones radiativas rápidas estos átomos pueden transitar (relajar) al nivel metaestable $^4F_{3/2}$, también llamado nivel superior láser. Este nivel posee tiempos de vida muy largos (230 μs), lo que permite que durante el tiempo que dura la excitación o bombeo (típicamente 150-200 μs), se acumulen allí gran cantidad de portadores facilitando así la llamada inversión de población, es decir, el hecho de que la cantidad de portadores en ese nivel sea superior a la cantidad de portadores en el nivel $^4I_{11/2}$, también llamado nivel inferior láser. La inversión de población es condición necesaria para que se produzca la radiación láser.

Una comparación entre ambas curvas demuestra que solamente alrededor de $\lambda=460$ nm, $\lambda=535$ nm, $\lambda=825$ nm y $\lambda=890$ nm existe coincidencia entre los picos de emisión de la lámpara y las bandas de absorción del medio activo. Este hecho es la causa fundamental para que la transferencia energética entre la lámpara de excitación y el medio activo (barra de Nd:YAG) sea poco eficiente lo que a su vez conlleva a que la eficiencia de láseres de este tipo sea muy baja, alrededor de un 3% en los mejores casos.

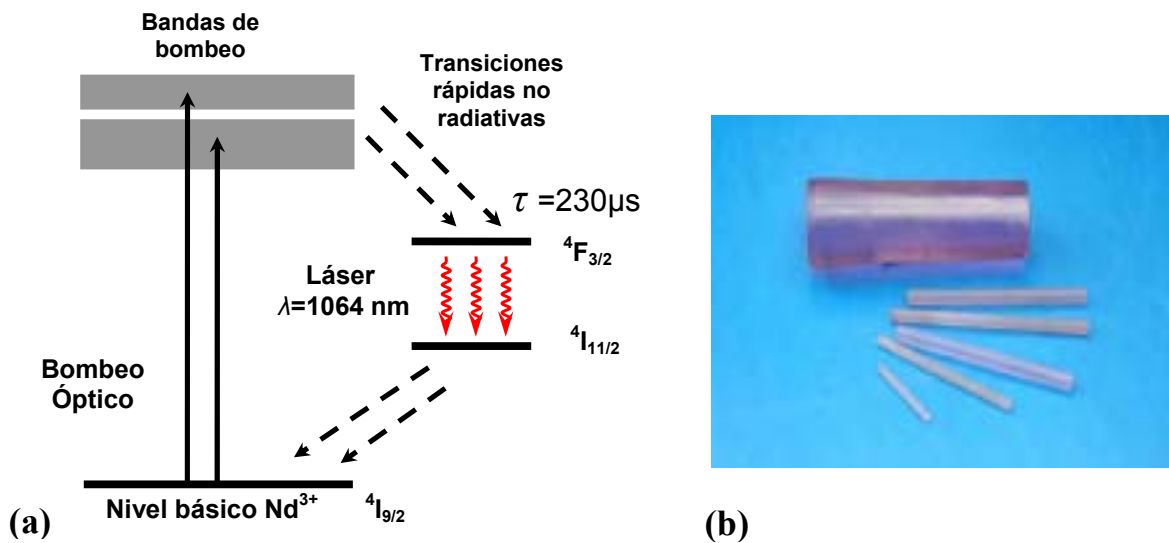


Figura 3: (a) Diagrama simplificado de niveles de energía del ion Nd^{3+} dentro del cristal de YAG. Al nivel ${}^4\text{F}_{3/2}$ o nivel superior láser también se la conoce como nivel metaestable. La emisión fundamental se produce entre los niveles ${}^4\text{F}_{3/2}$ y ${}^4\text{I}_{11/2}$. (b) Barras de Nd:YAG similares al medio activo presente en el láser utilizado

II.2.2.3 La cavidad reflectora o reflector

Tanto la lámpara de excitación como el medio activo se encuentran dentro de un reflector R . Una sección transversal de este componente es presentada en la Figura 1. Generalmente es una cavidad en forma elíptica, fabricada de cerámica o de cuarzo dopado con samario y revestido exteriormente con una capa metálica altamente reflectante. En cada uno de los focos de la elipse están colocadas la lámpara y la barra, respectivamente. El hecho de ser elíptico permite una distribución angular más homogénea de la radiación que llega hasta el medio activo, contribuyendo a una excitación más efectiva del cristal de YAG. Las impurezas de samario dentro del cuarzo, son un factor importante en la absorción de la componente ultravioleta de la emisión de la lámpara de excitación, que contribuye a la degradación del medio activo. Como ya se mencionó, solamente una pequeña porción de la energía producida en la lámpara es absorbida por el medio activo. El resto de la energía es disipada en forma de calor. En láseres de mayor potencia y frecuencia, la cantidad de calor disipada dentro del reflector es elevada, y por consiguiente esta cavidad debe ser sellada herméticamente permitiendo la circulación de agua para refrigerar el sistema, y mantener una temperatura estable dentro del mismo.

II.2.2.4 Los espejos

Los espejos son colocados a cierta distancia de cada extremo del medio activo como se muestra en la Figura 1. Su función elemental es reflejar la radiación láser para que pueda hacer múltiples pases a través del medio activo, permitiendo así la amplificación de la radiación. Los espejos deberán ser

alineados de forma tal que sus superficies reflectoras estén perfectamente paralelas entre sí y a su vez paralelas a las caras del medio activo. Uno de ellos (E1, o espejo final) tiene un valor muy próximo al 100% de reflexión para la longitud de onda de emisión del láser. El segundo espejo (E2, espejo de salida) refleja típicamente alrededor del 30% de la radiación, justamente para permitir que el otro por ciento de la radiación generada, salga de la cavidad en forma del haz láser. La Figura 4, muestra el espectro de reflexión para el espejo de 100% del láser utilizado. Como puede apreciarse, el espejo posee reflectividad máxima entre 1000 y 1100 nm. La curva de reflectividad es típica para espejos fabricados por depósito de pares de capas, donde se alterna un material de bajo índice de refracción (p. ej. SiO₂; n≈1.48), con uno de alto índice de refracción (p. ej. TiO₂; n≈2.35).

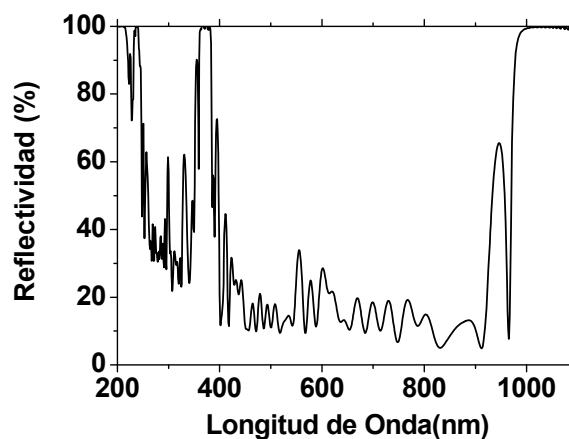


Figura 4: Reflectividad vs longitud de onda para el espejo de 100% (E1) del láser utilizado en este trabajo. El espejo es fabricado para presentar máxima reflectividad en $\lambda=1064$ nm, que es la longitud de onda donde emite el láser. La curva es simétrica con relación a la longitud de onda para la cual fue diseñado, sin embargo no fue posible observar la parte restante por causa de intervalo de trabajo del espectrómetro UV-VIS Lambda 40.

II.2.2.5 Procesos para la generación láser

La Figura 5 representa esquemáticamente los diferentes procesos que acontecen en el interior de la cavidad reflectora y que conducen a la generación de la radiación láser.

Una pequeña porción de la energía luminosa producida por la lámpara, es absorbida por los átomos de Nd presentes en el medio activo, excitándolos desde su nivel básico hasta los múltiples niveles de energía posibles dentro de la red cristalina del YAG. En general, estos niveles de energía excitados, tienen tiempos de vida muy cortos (típicamente algunos ns). A través de diversas transiciones radiativas, de alta probabilidad y que ocurren en tiempos muy cortos (ns), los átomos pierden energía y llegan al nivel superior láser $^4F_{3/2}$. Este nivel tiene un tiempo de vida muy grande en comparación con los niveles de vida de los demás niveles excitados, lo que permite que se acumulen en él gran cantidad de átomos por un periodo prolongado de tiempo. Cuando la cantidad de átomos en este nivel supera el número de

átomos en el nivel inferior ($^4I_{11/2}$), (inversión de población) las condiciones son propicias para la generación de radiación láser.

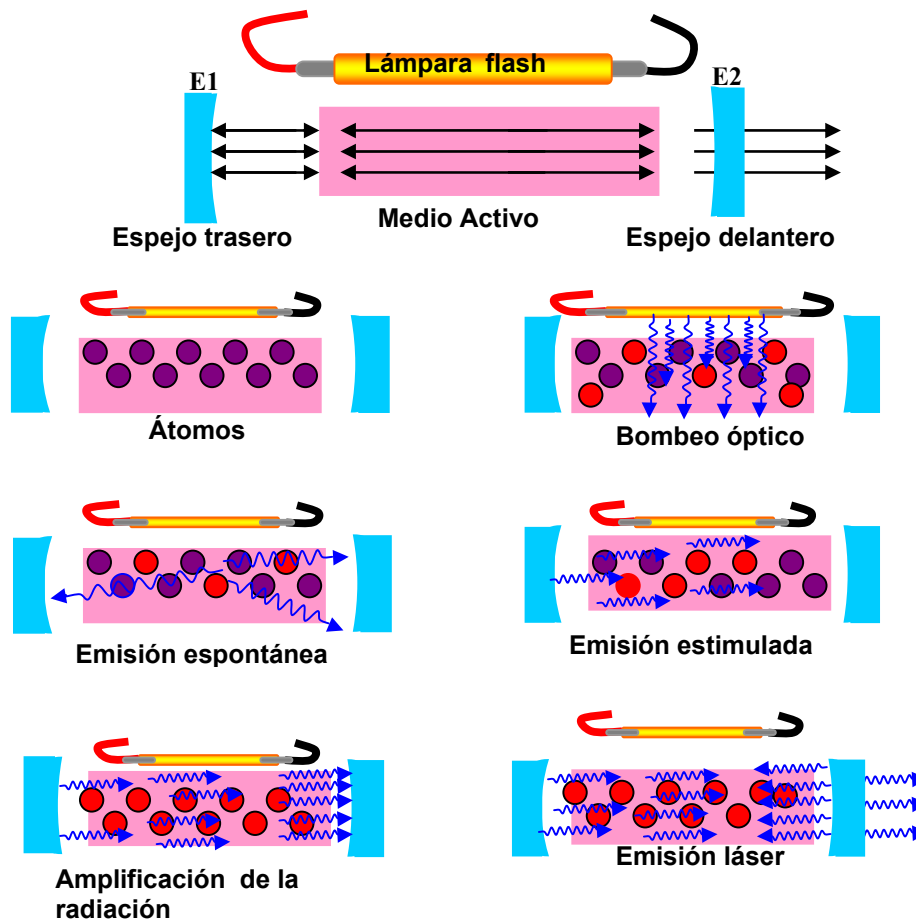


Figura 5: Representación esquemática de la secuencia de procesos que acontecen en la cavidad del láser desde el momento en que se produce la excitación hasta que se genera la radiación láser.

Existe una cierta probabilidad, de que uno de esos átomos emita espontáneamente (emisión espontánea) un fotón con energía igual a la diferencia entre los niveles $^4F_{3/2} \rightarrow ^4I_{11/2}$, $E=1.17\text{eV}$ ($\lambda=1064\text{nm}$) y relaje hasta el nivel inferior láser. Ese fotón puede estimular a otros átomos que se encuentren en el mismo nivel a desexcitarse emitiendo fotones de igual energía y dirección (emisión estimulada).

De todos los fotones emitidos, aquellos que sean emitidos en direcciones muy próximas al eje óptico del medio activo, podrán llegar hasta los espejos y ser reflejados viajando una y otra vez a través del mismo (\ddagger). En cada oscilación (pase a través del medio activo), la radiación se irá amplificando de tal forma que

\ddagger Asumiendo una distancia entre espejos de 50 cm, y una velocidad $c=3 \times 10^8 \text{m/s}$, el tiempo que le toma a un fotón hacer una vuelta completa (tiempo característico) dentro de la cavidad ($E1 \rightarrow E2 \rightarrow E1$) es de 3 ns aproximadamente.

después de algunas oscilaciones habrá radiación suficiente para que por el espejo de salida sea emitido un haz de radiación láser (emisión láser).

Aquellos fotones que sean emitidos en direcciones distantes a la dirección del eje óptico del MA, no podrán amplificarse y se sumarán a las pérdidas del sistema.

La separación entre los espejos es un parámetro físico que define justamente el tipo de radiación (modos) que puede amplificarse en la cavidad láser. Cuanto más próximos estén esos espejos entre sí, tanto mayor cantidad de modos podrá amplificarse en la cavidad, aquella radiación cuya dirección de propagación, forma un ángulo (aún cuando sea muy pequeño) en relación al eje óptico de la cavidad (modos TM_{ij})

Cuanto mayor sea la distancia entre los espejos $E1 \rightarrow E2$, tanto mayor será la limitación impuesta a la radiación que se amplifique en la cavidad. En el caso ideal será amplificada solamente aquella que viaje rigurosamente paralela al eje óptico del medio activo (modo TM_{00}).

II.2.3 Láseres continuos y pulsados

Los láseres de generación continua (CW), el medio activo es excitado continuamente y por consiguiente los procesos descritos en el párrafo anterior incluida la generación de radiación láser acontecen ininterrumpidamente.

En el caso de los láseres pulsados, la excitación se produce en forma de pulsos y consecuentemente la emisión láser también acontece en forma de pulsos. Estos pueden ser catalogados en láseres de generación libre (free-running), o láseres con modulación del factor de calidad Q o Q-Switch (término utilizado en la literatura publicada en inglés).

Para el caso de láseres pulsados, en régimen de generación libre significa, que la emisión de los pulsos láser dura mientras el proceso de bombeo es suficiente para mantener las condiciones de emisión láser. Los anchos de pulso típicos en este tipo de láseres están en el rango de los microsegundos, dependiendo de la fuente de bombeo ^[31].

Los láseres pulsados con Q-switch, la duración de los pulsos está en dependencia de la conmutación (es decir pasando de un estado abierto a uno cerrado) de un interruptor que es introducido a la cavidad láser llamado Q-switch.

II.2.3.1 El Q-switch

El factor de calidad Q (*Quality factor*) es un parámetro adimensional que cuantifica la amortiguación de un oscilador o resonador. Altos valores de Q significan que las pérdidas en el sistema son pequeñas en comparación con la energía almacenada y, por consiguiente, la amplitud de las oscilaciones disminuye lentamente el tiempo. Por el contrario, bajos valores de Q significan que en poco tiempo las oscilaciones del sistema se amortiguan totalmente.

La modulación del factor de calidad Q (*Q-Switch*) es una técnica utilizada para obtener pulsos cortos y de alta energía a partir de la modulación de las pérdidas dentro de la cavidad óptica del láser (resonador). La técnica es principalmente utilizada para la generación de pulsos de nanosegundos de alta energía y potencia pico en láseres de estado sólido.

El principio de funcionamiento de esta técnica puede ser descrito de la forma siguiente (Figura 6):

- Inicialmente, las pérdidas en el resonador son mantenidas a un alto nivel. En estas condiciones la emisión láser no puede ocurrir y la energía suministrada por el mecanismo de bombeo se acumula en el medio activo.
- Después, las pérdidas son disminuidas repentinamente (ya sea por medio activo o por medio pasivo) hasta un nivel pequeño, lo que posibilita que la potencia de la radiación láser crezca rápidamente en el resonador del láser. El proceso comienza con la emisión espontánea de algunos fotones y es amplificado a niveles macroscópicos en el intervalo de algunas oscilaciones completas dentro del resonador.
- Finalmente, la potencia en el interior de la cavidad alcanza su nivel máximo y el medio activo se satura. El pulso láser alcanza su nivel máximo cuando las ganancias igualan a las pérdidas remanentes (pequeñas) en el resonador.

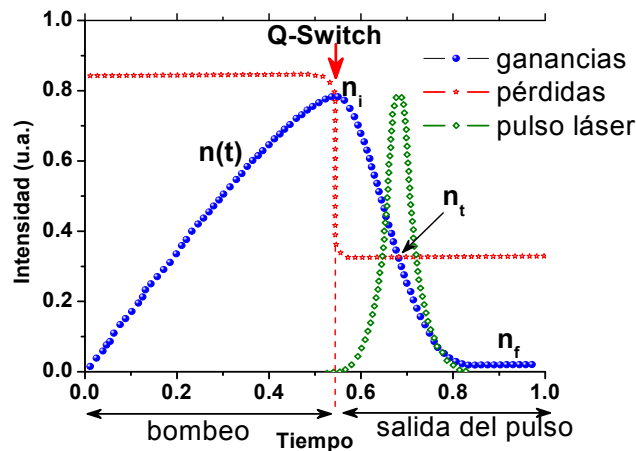


Figura 6: Evolución temporal de las ganancias, las pérdidas y el pulso de salida en un láser con Q-switch activo. El Q-switch es activado en el momento que ya exista inversión de población (n_i). A partir de ese instante la potencia del pulso láser comienza a crecer exponencialmente pero llega a ser máxima cuando las ganancias igualan a las pérdidas remanentes en el sistema.

Existen cuatro tipos de mecanismos que permiten modular las pérdidas en el resonador: el electro-óptico, el acusto-óptico, el mecánico y la absorción pasiva. Los tres primeros mecanismos (de tipo electro-óptico, acusto-óptico y mecánico) son llamados Q-switch activos, pues se basan en una acción externa a la cavidad láser para modular las pérdidas. En el caso del cuarto mecanismo, es la propia energía acumulada dentro de la cavidad que dispara la acción del Q-Switch y por ello recibe el nombre de Q switch pasivo.

II.2.3.1.1 Q- Switch activo

Los QS del tipo electro-óptico (Figura 7) basan su funcionamiento en la propiedad que tienen algunos materiales de transformarse en birrefringentes bajo la acción de un campo eléctrico externo^[32,33,34]. En estas condiciones, el material puede girar el plano de polarización de la radiación láser impidiendo, o permitiendo que se pueda amplificar en la cavidad. Estos dispositivos exhiben un tiempo de modulación muy rápido, limitado básicamente por la complejidad y capacidad de la electrónica de control necesaria para conmutar el pulso de alto voltaje aplicado al material a una frecuencia elevada.

Los ejemplos más populares de estos dispositivos son las celdas de Pockel y las de Kerr. De modo general, las celdas de Pockel son preferidas por dos razones fundamentales: (a) los voltajes utilizados para girar el plano de polarización de la radiación son relativamente menores que en el caso de las celdas de Kerr, lo cual simplifica la electrónica de control. (b) no utilizan el nitrobenzeno (material altamente inflamable) utilizado típicamente en las celdas de Kerr.

El sistema para Q-Switch está compuesto por tres dispositivos ópticos: un polarizador, una placa de cuarto de onda y la celda de Pockel. Su principio de funcionamiento es el siguiente:

- Si no hay voltaje aplicado a la celda de Pockel, la radiación láser emitida en el medio activo atraviesa el polarizador y la celda de Pockel sin sufrir alteración en su estado de polarización. Al atravesar la lámina de cuarto de onda, la dirección polarización es rotada 45° y la radiación llega hasta el espejo de máxima reflexión como luz circularmente polarizada. Es reflejada en el espejo trasero y de regreso, al atravesar la lámina de cuarto de onda, su estado de polarización es rotado nuevamente 45° de forma tal que llega al polarizador P polarizada perpendicularmente al eje de transmisión de P . La radiación es desacoplada hacia el exterior de la cavidad generando una gran cantidad de pérdidas (bajo factor de calidad Q) que impiden la amplificación del haz láser.
- Cuando se aplica un pulso de alto voltaje sobre la celda de Pockel, el cristal se transforma en un material birrefringente que rota el plano de polarización de la radiación en 90° (45° cada vez que el haz láser atraviesa la celda), de forma tal que el haz reflejado llegue al polarizador P con su campo eléctrico oscilando paralelo al eje de transmisión del mismo. Como la radiación atraviesa el polarizador y se acopla dentro de la cavidad, las pérdidas disminuyen abruptamente permitiendo la oscilación del sistema y la consecuente emisión láser.

Típicamente los pulsos de excitación de la lámpara flash duran $200 \mu\text{s}$ aproximadamente, tiempo suficientemente grande para que los iones de Nd sean excitados y se obtenga una inversión de población considerable. El instante en que el pulso de excitación de la lámpara alcanza su intensidad máxima coincide con el máximo valor de la energía acumulada en el medio activo. Este transiente es utilizado como criterio para abrir la celda de Pockel, de forma tal que toda la energía almacenada en el sistema se descargue en algunos nanosegundos.

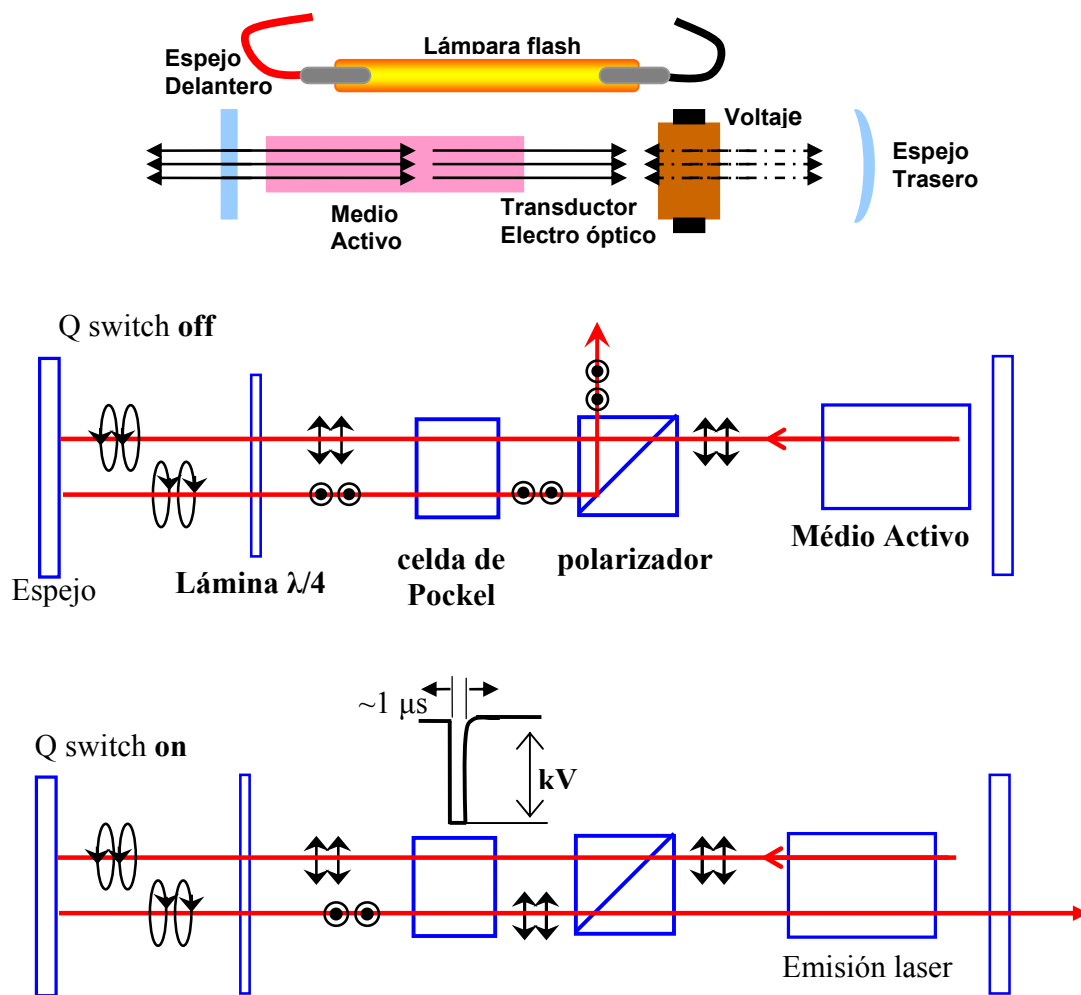


Figura 7: Representación típica de un Q-switch electro-Óptico, mostrando el comportamiento de todos los componentes del mismo (polarizador, celda de Pockel, lamina cuarto de onda), en estado encendido ("on"), y apagado ("off").

Los QS acusto-ópticos utilizan la propiedad que tienen algunos materiales de cambiar su índice de refracción debido a esfuerzo mecánico (la fotoelasticidad). Con ayuda de una onda acústica se puede introducir un esfuerzo mecánico periódico sobre el cristal que generará una variación periódica del índice de refracción a través del cristal. Esta variación del índice de refracción hace que el cristal se comporte como una red de difracción que difracta parte de la radiación hacia fuera de la normal del resonador. En esas condiciones, las pérdidas son tan elevadas que no permiten la oscilación del sistema (Figura 8).

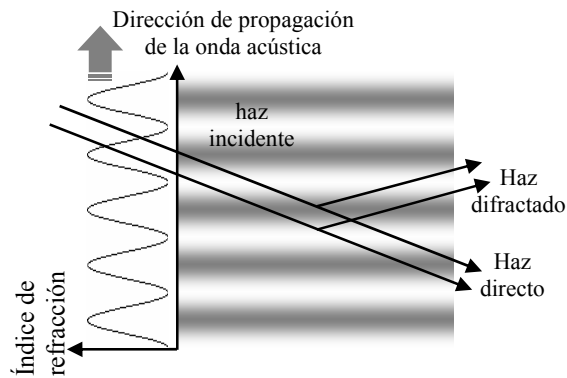


Figura 8: Representación esquemática de un modulador acusto-óptico. La onda acústica que se propaga a través del cristal induce una variación periódica del índice de refracción (n). En estas condiciones, el cristal actúa como una red de difracción y desvía una parte de la radiación hacia el exterior de la cavidad.

Cuando el campo acústico es desconectado, el modulador permite que el haz láser se propague libremente generando un alto factor de calidad. La velocidad de conmutación es menor que en el caso del electro-óptico, limitada fundamentalmente por el tiempo de propagación de la onda acústica a través del cristal.

Existen también los Q-switch mecánicos (Figura 9), los cuales modulan las pérdidas en la cavidad mediante un espejo giratorio. El espejo de salida del láser gira a una cierta frecuencia y solo permite la amplificación del pulso láser en el resonador durante el intervalo de tiempo (típicamente algunos μ s) en que su superficie reflectora está perfectamente alineada con el eje óptico de la cavidad.

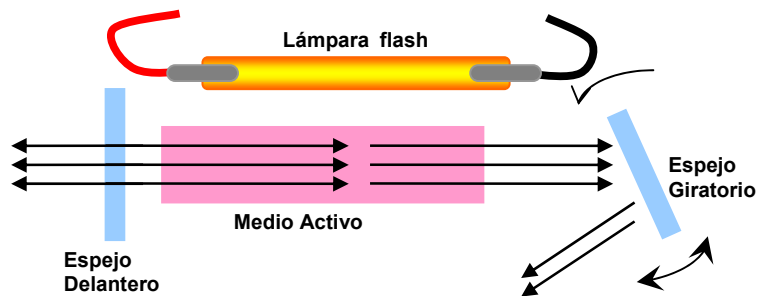


Figura 9: Representación esquemática de un Q-Switch mecánico con espejo giratorio. La amplificación dentro de la cavidad solo es posible en el intervalo de tiempo en que la superficie reflectora del espejo giratorio está perfectamente alineada con el eje óptico de la cavidad.

Este mecanismo relativamente simple produce una excelente modulación del factor Q, ya que introduce pérdida total a bajos valores de Q (espejo no perpendicular al eje óptico) al mismo tiempo que permite transmitancia total para altos valores del factor Q (espejo perfectamente perpendicular al eje óptico).

Q-switches mecánicos han sido utilizados en numerosas aplicaciones debido a su simplicidad, sin embargo, el proceso de modulación que presentan es relativamente lento y por consiguiente solo pueden

trabajar a bajas frecuencias. Por esta razón los QS mecánicos han sido reemplazados mayoritariamente por dispositivos electro-ópticos y acusto-ópticos

II.2.3.1.2 Q Switch pasivo

En el caso de los Q-switch de tipo pasivo (en ocasiones llamados auto-Q-switch) el dispositivo conmuta automáticamente las pérdidas en el resonador como respuesta a la densidad de fotones presentes en la cavidad. El principio de funcionamiento de este tipo de dispositivo, será discutido utilizando como ejemplo el Granate Ytrio aluminio dopado con Cromo (Cr⁴⁺:YAG), un cristal frecuentemente utilizado como Q-switch pasivo en láseres de Nd:YAG. El Cr⁴⁺:YAG presenta un esquema de 4 niveles de energía similar al del cristal Nd:YAG ya descrito anteriormente.

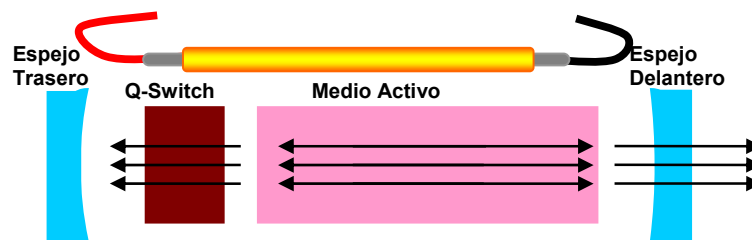


Figura 10: Representación esquemática de un Q Switch pasivo y su colocación en el interior de una cavidad láser

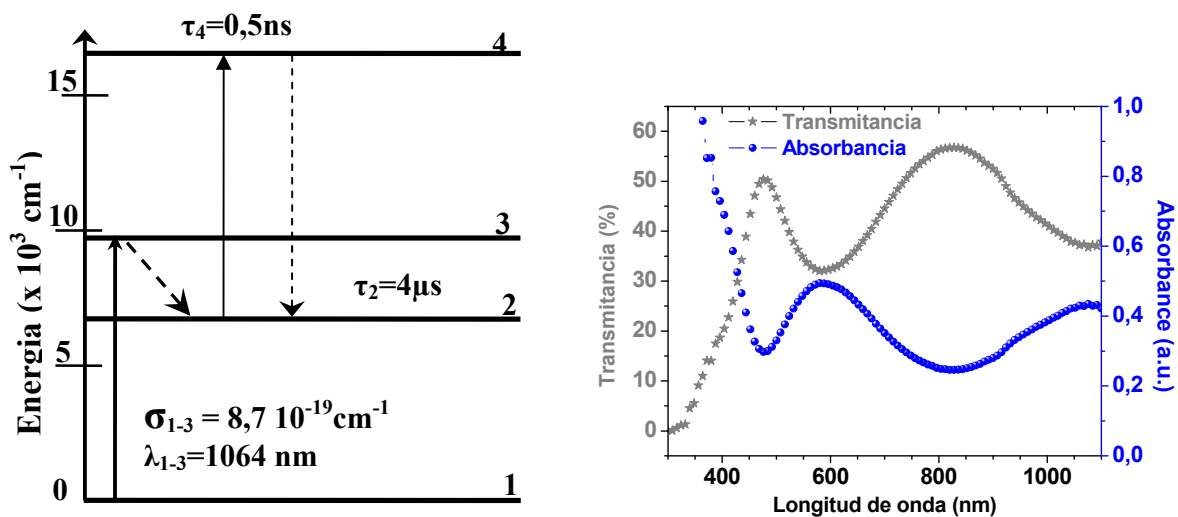


Figura 11: Diagrama de cuatro niveles de energía para el átomo de Cr dentro del cristal de YAG mostrando las transiciones de energía aplicables al Q-switch pasivo. El alto valor de la sección eficaz de la transición 1-3 (σ_{1-3}) demuestra que es una transición muy probable. La energía absorbida por esa transición rápidamente relaja al nivel 2, cuyo tiempo de vida es muy largo (4 μ s) y permite la saturación del dispositivo. La transición 2-4 tiene un tiempo de vida muy corto y no le permite la saturación, no obstante introduce pérdidas en el resonador cuando el Q-Switch se satura.

Como se aprecia en la curva de absorción, el cristal absorbe gran cantidad de radiación de 1064 nm, lo que implica en pérdidas elevadas y por consiguiente evita la amplificación del haz láser. En la medida que aumenta la densidad de fotones que incide sobre el dispositivo, el nivel de energía básico se va desdoblado hasta llegar a un grado en que todos los átomos de Cr se encuentran excitados; el nivel queda vacío y por consiguiente la radiación láser deja de ser absorbida^(§) en el cristal. Agotados los átomos de Cr capaces de absorber la radiación, el cristal se vuelve transparente a esta longitud de onda y permite la oscilación del sistema con la consecuente amplificación de la radiación y la emisión láser.

El mecanismo Q-Switch de tipo pasivo es relativamente sencillo. En primer lugar no se requiere de un *disparador* externo ya que es la propia densidad de radiación láser quien activa al dispositivo. Además, el hecho de que no sean necesarios altos voltajes, ni la compleja electrónica de sincronización, representa una gran ventaja pues simplifica la construcción de láseres de alta potencia compactos. Las ventajas antes mencionadas, el hecho de ser más baratos que los moduladores activos y la posibilidad de su utilización a altas frecuencias han hecho de los absorbedores saturables un mecanismo muy atractivo para diferentes aplicaciones.

Sin embargo el hecho de no poseer un *disparador* externo implica que el sistema no tiene la capacidad de determinar el momento en que será emitido el pulso láser. Esta dificultad debe ser tomada en cuenta en configuraciones donde sea necesario conocer con precisión ese tiempo. En espectroscopia, por ejemplo es recomendada la utilización de un fotodiodo externo.

Debido a que la densidad de fotones es quien satura la absorción en el dispositivo, este proceso se podrá repetir tantas veces como el sistema sea capaz de alcanzar esa densidad “crítica” durante el tiempo que dure el bombeo óptico. Esto implica que el haz emitido no será un único pulso sino una secuencia de pulsos láser. El número de pulsos en la secuencia dependerá, entre otros factores, de la energía de excitación y de las características del cristal que actúa como Q-Switch. En la Figura 12, se presentan ejemplos de secuencias de pulsos emitidos por dos láseres con características similares (medio activo, lámpara de excitación, reflector, espejos y distancia entre ellos, etc) pero con un material diferente en el Q-Switch. Como se puede apreciar, el número total de pulsos láser emitidos así como la duración total de la secuencia de pulsos es diferente en ambos casos.

(§) A este comportamiento de la absorción se le conoce como “absorción saturada” y al cristal que manifiesta esta propiedad comúnmente se le llama de “absorbedor saturable”.

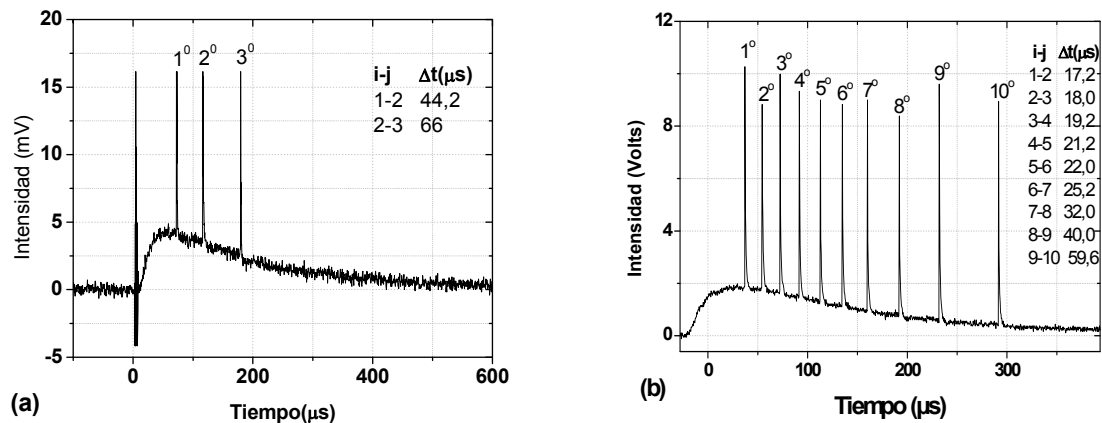


Figura 12: Secuencias de pulsos emitidas por dos láseres, (a) y (b) se diferencian únicamente en el tipo de material utilizado como Q-Switch. Para cada caso se presenta la separación entre pulsos contiguos.

Debido a fluctuaciones en la potencia de bombeo y la energía residual en el medio activo, esta secuencia de pulsos presenta una desviación del comportamiento perfectamente periódico mostrado por un tren de pulsos (comúnmente llamada *timing jitter*). Los valores de tiempo presentados en la Figura 12, demuestran que la separación temporal entre pulsos contiguos de la secuencia difieren para cada láser y además varían dentro de la misma secuencia. Adicionalmente se observa que en muchos casos, tanto la energía como la duración de cada uno de los pulsos de esa secuencia pueden ser diferentes.

II.3 Espectroscopia de plasmas Inducida Por Láser - LIBS

La técnica de –Laser-Induced Breakdown Spectroscopy o LIBS- es conocida como espectroscopia de ruptura inducida por láser y gracias a ella se puede lograr la determinación de la abundancia de un determinado átomo o especie iónica en una muestra, emplea como fuente de excitación a láseres de alta energía, y se aprovecha del hecho de que todos los elementos de la tabla periódica emiten luz al ser excitados de manera adecuada (líneas de emisión atómica) no importando el estado de agregación de la muestra a analizar (sólidos, líquidos, gases, etc.), ésta presenta ventajas sobre otras técnicas de análisis de composición elemental ya que la muestra no necesita ser tratada para su análisis, en esta técnica se usa un pulso láser para generar plasma en la superficie de la muestra, la emisión de este plasma es captada entonces por un espectrómetro/detector el cual se encargará de la detección de los materiales contenidos en la muestra, en la Figura 13 se muestra una instalación típica para la implementación de esta técnica.

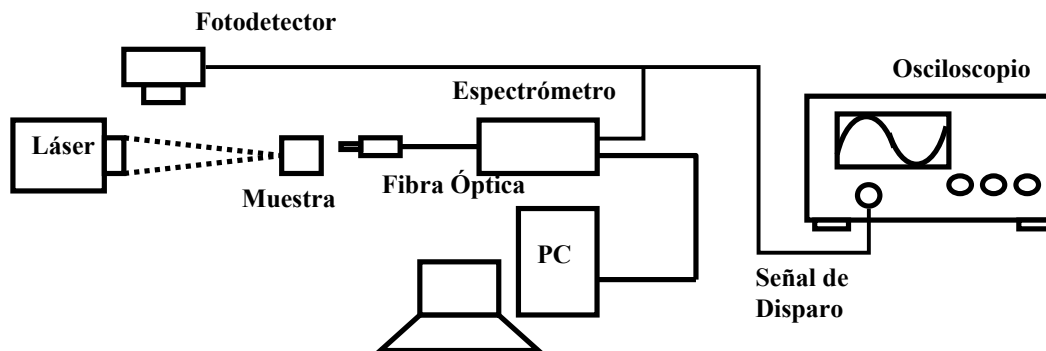


Figura 13: Esquema instalación típica para la implementación de la técnica LIBS, en el se muestra la localización de los componentes empleados para la realización de esta técnica, como lo son el espectrómetro la fibra óptica, el fotodetector, y el láser

II.3.1 Características de los diferentes tipos de láser usados en la técnica de LIBS

El tipo de Láser es un factor determinante en la “calidad” de información que es posible obtener en una instalación LIBS, éstos deben generar pulsos suficientemente potentes para producir plasma, son tres los tipos de láser que más comúnmente se utilizan en la ablación láser.

- El láser en generación libre (Free Running o Non Q-Switched) con valores de energía de varios Joules y una duración de cerca de 1 ms, sin embargo, no es posible conseguir la ablación en materiales poco absorbentes o muy reflectores.
- El Láser con Q-Switch, con duraciones de pulso de 10 a 50 ns y energías de hasta 1 J/Pulso.

II.4 El Fenómeno Fotoacústico

Fue descubierto por A. G. Bell en 1880 descubriendo que cuando un haz de luz solar, periódicamente interrumpido (modulado) iluminaba un sólido en una celda cerrada era posible detectar sonido, a este fenómeno posteriormente se le denominó efecto fotoacústico, pero debido a lo primitivo de los dispositivos de detección de la época, durante muchos años el fenómeno fotoacústico pasó desapercibido, pero fue hasta los años setenta del siglo veinte, cuando ya se contaba con suficientes adelantos técnicos cuando se aplicó el fenómeno para la obtención de espectros de absorción de luz ultravioleta y luz visible en líquidos turbios semisólidos y sólidos, esto supuso un gran avance, ya que hasta ese entonces era muy difícil, debido a problemas que aparecían con la dispersión y reflexión de la radiación, lo cual ha motivado el desarrollo de diversas técnicas de caracterización conocidas como técnicas fototérmicas, es importante mencionar que es también en los años setenta que Allan Roscenaig y Allen Gersho, dos investigadores de la compañía Bell, publicaron un artículo en el cual se da un esquema teórico acerca de la generación del efecto fotoacústico en sólidos.

El efecto fotoacústico depende de la absorción de energía radiante y su conversión en energía acústica, cuando se hace incidir una fuente de luz pulsada (un láser pulsado por ejemplo) sobre la muestra a analizar, parte de este haz pulsado es absorbida por la muestra provocando un aumento de la temperatura de la misma que a su vez provoca una serie de fluctuaciones regulares de la presión del medio circundante a la muestra, produciendo, una señal acústica que puede ser detectada en una celda fotoacústica, la cual puede ser graficada, dando como resultado un espectro proporcional a el espectro de absorción de la muestra. La dependencia que tiene la señal acústica en el coeficiente de absorción de la radiación del material muestra, y de la dependencia de los procesos de transformación de la luz en calor, hace que la técnica pueda ser también usada para obtener información acerca de diversas propiedades de los materiales, tales como la conductividad térmica, que es una propiedad física de los materiales que mide la capacidad de conducción de calor, difusividad térmica, que es la conductividad térmica dividida por el producto del calor específico (propiedad de “almacenamiento” de energía o bien de retención del calor que fluye a través de un material) y la densidad, y la efusividad térmica una propiedad térmica que tiene que ver con las propiedades de intercambio de calor, entre otras.

En la Figura 14 se visualiza de manera general los pasos del fenómeno fotoacústico.

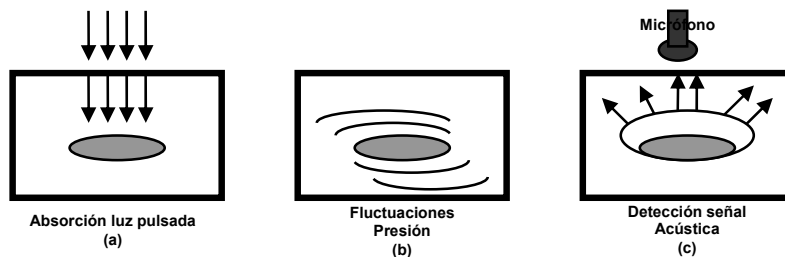


Figura 14: Pasos en la generación de la señal acústica. (a) absorción de radiación por la muestra, la cual produce pequeñas fluctuaciones del volumen en la muestra, (b) que se traducen en fluctuaciones de la presión de la atmósfera circundante a la muestra, (c) las cuales son captadas después como una señal acústica.

II.4.1 Espectroscopia Fotoacústica de celda cerrada

En este tipo de celda, el material a estudiar se encuentra encerrado, siendo iluminado con una fuente modulada de luz, la cual pasa a través de una ventana no absorbente, hasta llegar a la superficie del material, donde parte de esta luz modulada será absorbida, desencadenando los procesos mencionados con anterioridad, lo cual terminará generando ondas térmicas, las cuales se comunican al medio circundante al material (pudiendo ser este medio aire), haciendo que una pequeña capa del medio circundante se caliente y enfríe periódicamente actuando a manera de pistón, la señal acústica así generada será recogida entonces por un micrófono.

En la Figura 15 se muestra una representación esquemática de una celda fotoacústica cerrada.

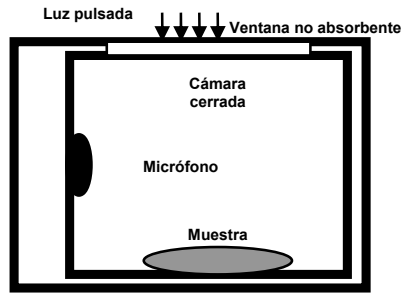


Figura 15: Celda fotoacústica cerrada, se aprecia como la luz modulada entra a la celda por medio de una ventana no absorbente, ésta llega a la muestra donde es absorbida, generando fluctuaciones en la presión circundante, que son captadas por un micrófono como sonido

Las técnicas fototérmicas se han aplicado en campos de estudio tales como la Física, Química, Biología, Medicina, Ingeniería, entre otros.

II.4.2 Espectroscopia Fotoacústica de celda Abierta

En este tipo de celda la muestra es montada directamente sobre el micrófono, y la cámara fotoacústica se forma entre una de las caras de la muestra y la membrana del micrófono, como resultado del calentamiento periódico de la muestra se generan variaciones de presión que son captadas por el diafragma provocando una diferencia de potencial entre el electrodo y el soporte del micrófono.

En la Figura 16 se muestra una representación esquemática de una celda fotoacústica abierta.

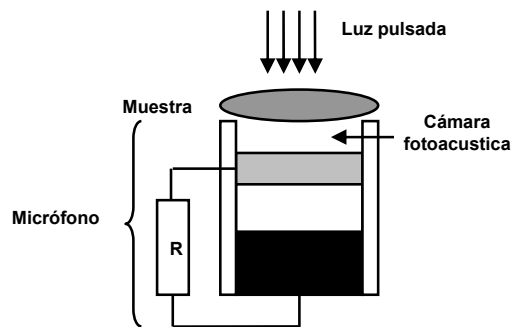


Figura 16: Celda fotoacústica abierta, se aprecia como la luz modulada entra a la celda por medio de una ventana no absorbente, ésta llega a la muestra donde es absorbida, generando fluctuaciones en la presión circundante, que son captadas por un micrófono como sonido.

III. Metodología

III.1 Montaje de la Instalación

En la Figura 17 se presenta una foto del láser utilizado en el presente trabajo. Es un láser de Nd:YAG con Q:Switch de tipo pasivo que genera pulsos de corta duración (decenas de nanosegundos), con una alta energía por pulso (150-300 mJ pulso). El sistema permite una frecuencia máxima de 1 pulso/3 minutos. La instalación cuenta con un sistema de regulación de intensidad de energía del pulso láser que nos permite la determinación precisa de la energía mínima necesaria para alcanzar el umbral de la microfractura, en las fotografías que a continuación se presentan se puede observar el cabezal láser.

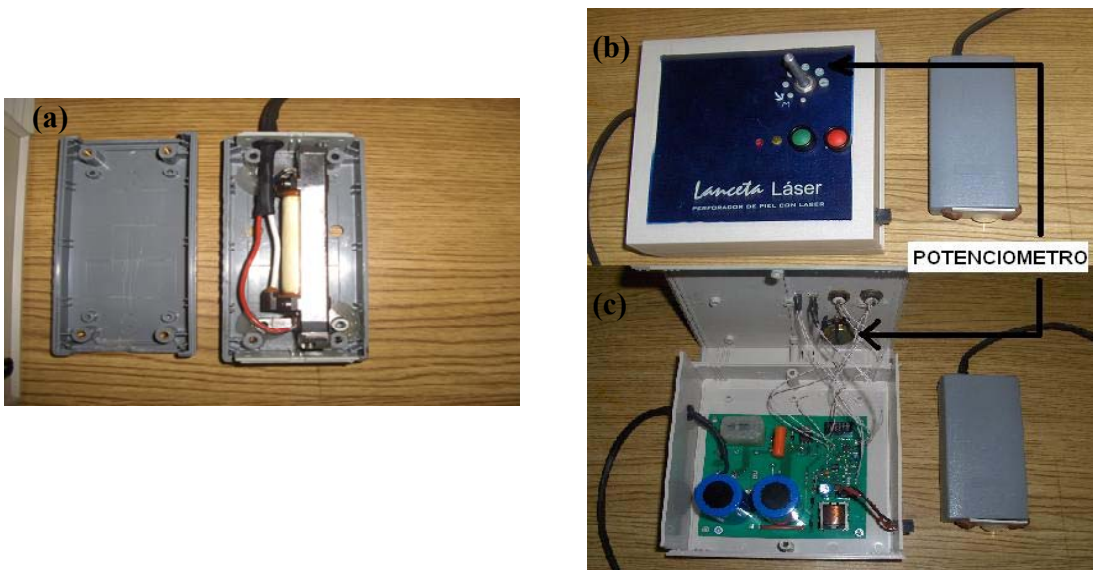


Figura 17: (a) Vista del interior del cabezal láser armado en base a un medio activo de Nd:YAG, excitado ópticamente por una lámpara de Xenón. (b) vista exterior y (c) vista interior de la fuente de alimentación del láser.

III.2 Alineación del Cabezal

Se realizó la alineación del cabezal láser con el fin de lograr hacer más eficiente la generación del haz láser y así poder obtener valores más elevados de energía en los pulsos. La alineación se realizó con la ayuda de un telescopio (Figura 18(a)) con el cual se observaron los planos de los espejos y medio activo presentes en el cabezal. Cada plano se visualizó en el telescopio proyectando una "cruz", las cuales se muestran en la Figura 18(b), se trató de hacer coincidir estas proyecciones en la misma posición una sobre otra, con esto se logró que las caras de los espejos, dentro del cabezal estuvieran lo más paralelas posible, lo que permite que la mayor cantidad de radiación sea captada por los espejos y a su vez ésta sea obligada a pasar por el medio activo, con el fin de obtener la mayor amplificación de la radiación, lo

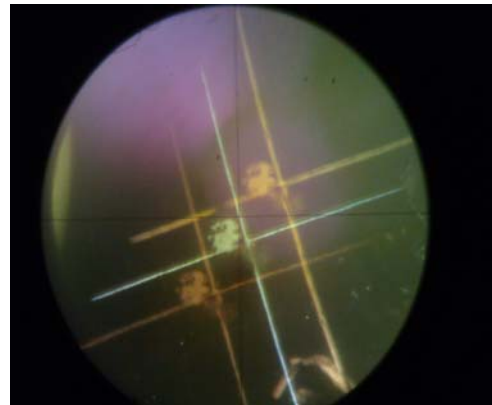
cual dará más energía al pulso de salida, además de lograr con esto la menor aparición de modos transversales no deseados en el haz (Figura 19).

El proceso de alineación es el siguiente:

- Colocación del cabezal en una posición fija, sobre un soporte.
- Liberar uno de los espejos del resonador y tratar de colocar su reflexión sobre la reflexión del medio activo y el otro espejo.
- Para lograr colocar los espejos o el espejo en dicha posición es necesario modificar los soportes en los cuales descansan los espejos, esto puede hacerse colocando algún “calzo” entre los espejos y los soportes, o limando los soportes en los que descansan los espejos.
- Después de haber movido el o los espejos a una posición más “idónea” (para determinar lo anterior uno se puede apoyar de la observación de los planos de los espejos y el medio activo en el telescopio), realizar un disparo sobre alguna superficie para poder tener una marca de la forma del haz y observar si éste presenta algún modo transversal, y así juzgar si es necesario continuar o no con el proceso de alineación.



(a)



(b)

Figura 18: (a)Telescopio usado en el Proceso de Alineación (b)Proyección de los Planos/Cruces producto de las reflexiones de los espejos y medio activo del cabezal láser, el Telescopio

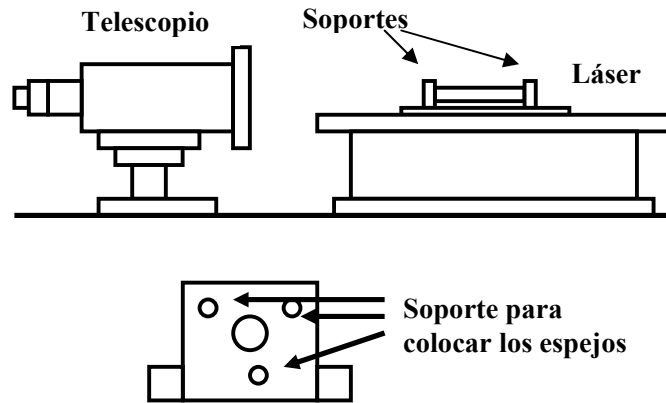


Figura 19: Esquema de alineación del Cabezal Láser, con ayuda de un telescopio, se muestran los soportes sobre los cuales descansan los espejos delantero y trasero del cabezal, los cuales fueron modificados

Después de realizar la alineación por medio del telescopio, se procedió a alinear el cabezal con la ayuda de un láser con emisión en el intervalo del espectro visible (láser de argón, diodo láser), haciendo pasar el haz proveniente de dicho láser por el interior de cabezal, al hacer lo anterior se obtienen proyecciones de los componentes del cabezal: el espejo delantero, el espejo trasero y el medio activo, el proceso a seguir en esta alineación es lograr sobreponer todas las proyecciones, y a su vez llevar esta sobreposición resultante a incidir sobre una pantalla colocada en la salida del láser de alineación (Figura 20).

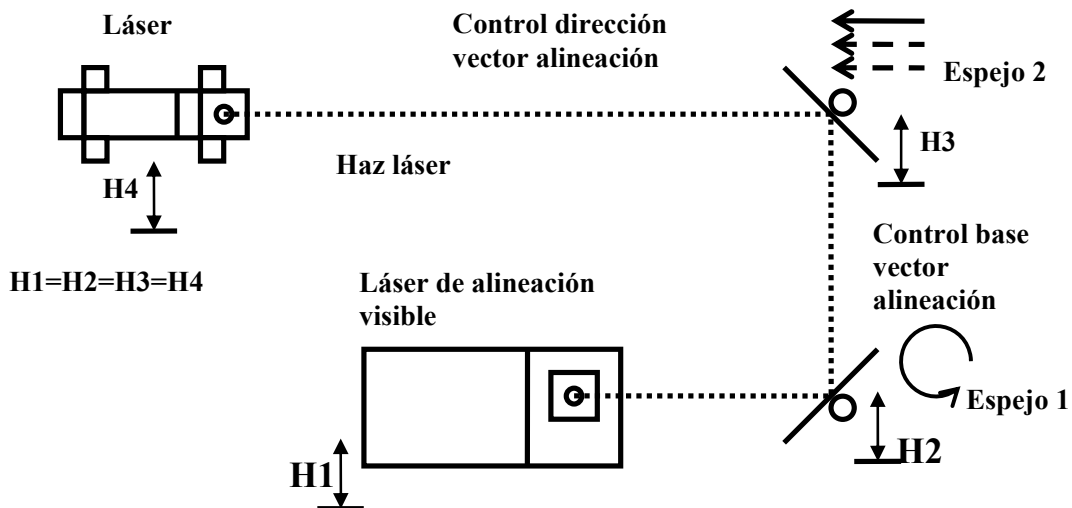


Figura 20: Esquema de Alineación del Cabezal Láser, con ayuda del láser visible (diodo láser, o láser Argon), se muestra los diversos componentes empleados y la disposición de los mismos, indicando la función de cada uno de los espejos, y la importancia de que todos estén a la misma altura (H)

La realización de este proceso ayuda a verificar que las caras de los espejos y el medio se encuentren paralelas unas con otras, lo cual permite que la mayor cantidad de radiación dentro del cabezal pase a través del medio activo produciendo una mayor amplificación, lo cual permite obtener pulsos láser de mayor energía.

III.3 Caracterización del Sistema Láser

Como es conocido el LID depende de parámetros del láser tales como la longitud de onda, la energía y duración del pulso, diámetro y perfil del haz. Por esta razón, se realizó una caracterización detallada de los parámetros fundamentales del láser utilizado y como éstos varían en los diferentes regímenes de trabajo utilizados.

Se usó un láser de Nd:YAG con Q:Switch de tipo pasivo que genera pulsos de corta duración (decenas de nanosegundos), con una alta energía por pulso (50-150 mJ pulso). El láser no tiene un sistema de enfriamiento y, por lo tanto, permite una frecuencia máxima de 1 pulso/3 minutos. Por tener un Q-switch del tipo pasivo, cada disparo del láser, genera una secuencia conteniendo de uno a tres pulsos en dependencia de la energía de excitación utilizada.

Fue estudiada la relación de la energía del pulso láser, la cantidad de pulsos en la secuencia, el tiempo de duración de cada pulso así como la separación entre los pulsos en función de la energía de excitación. También fue caracterizado el perfil del haz láser en para diferentes regímenes de energía, buscando entender la relación de este parámetro con las características de la fractura producida dentro del cristal.

III.3.1 Caracterización de la evolución energético-temporal de los pulsos en función de la energía de excitación

Para la caracterización del sistema láser se utilizó el arreglo experimental presentado en la Figura 21. Para medir la evolución temporal de la secuencia de pulsos emitidos por el láser, así como la duración de cada uno de ellos fue utilizado un fotodetector de silicio "THORLABS (PDA10A) acoplado a un osciloscopio Tektronix (TDS5104B, 500 MHz). Como señal de *disparador* fue utilizado el primer pulso de cada secuencia. Para la medición de la energía del pulso fue utilizado un medidor "Thorlabs" PM300E. Con el cabezal ES220 con un intervalo de 185-2500 nm.

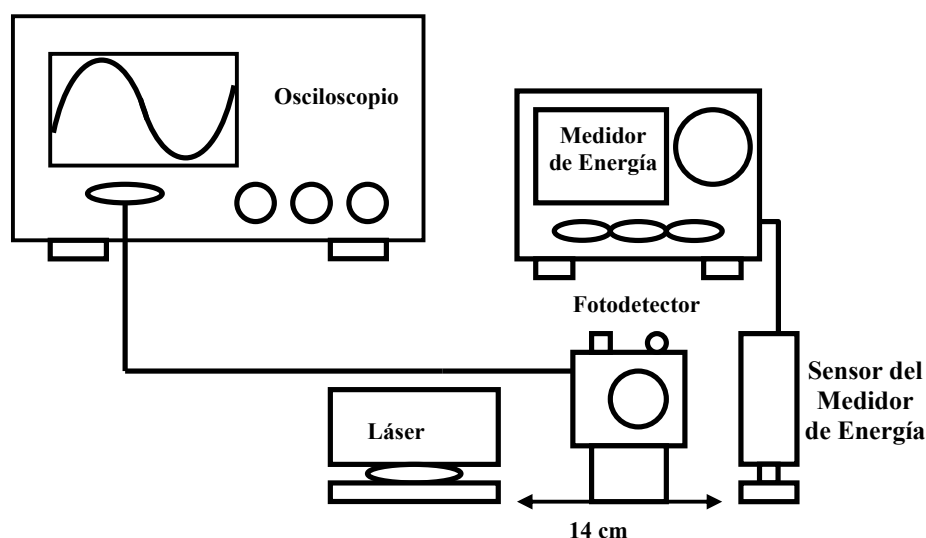


Figura 21: Arreglo experimental utilizado para el estudio de la evolución temporal de la secuencia de pulsos emitida por el láser después de cada disparo, así como la duración de cada uno de ellos.

El intervalo completo de trabajo en el cual se producían micro-fracturas fue dividido en siete niveles correspondientes a siete valores diferentes de la energía de excitación (voltaje de carga de los capacitores). En la Figura 22, se presentan los resultados de este estudio para tres de los niveles de energía antes mencionados. De estos resultados podemos concluir lo siguiente:

- 1.- En la medida que se disminuye la energía de excitación, disminuye el número de pulsos presentes en la secuencia emitida. El número varía desde tres pulsos para el máximo nivel de energía (nivel 1), hasta un pulso para el quinto nivel de energía.
- 2.- Existen ciertos intervalos de energía de excitación dentro de los cuales se genera la misma cantidad de pulsos en la secuencia. Por ejemplo, para los niveles 1 y 2 se generan tres pulsos, para los niveles 3 y 4 se generan dos pulsos y finalmente para los niveles 5 a 7 se genera solamente 1 pulso.
- 3.- La separación entre pulsos consecutivos (Δt_{ij}) aumenta en la medida que la energía de excitación disminuye (niveles diferentes). Medidas realizadas revelaron que Δt_{ij} varía aleatoriamente de 4 a 10 μs en secuencias de pulsos producidas a un mismo nivel de energía.
- 4.- Dentro de una misma secuencia, el ancho de los pulsos permanece aproximadamente constante. Sin embargo, el ancho del pulso aumenta en la medida que disminuye la energía de excitación, es decir cuando se mueve del nivel 1 al nivel 7.
- 5.- La energía total registrada en el medidor es la suma de la energía de los "n" pulsos presentes en la secuencia. Tomando en cuenta que tanto el ancho de pulso, como la intensidad de cada pulso registrada por el osciloscopio son aproximadamente iguales dentro de cada secuencia, se puede asumir que la energía de cada pulso es aproximadamente igual a la energía total dividida entre el número total de pulsos en la secuencia.

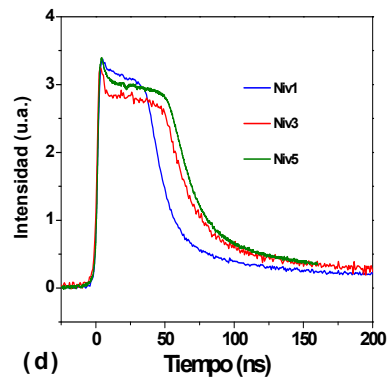
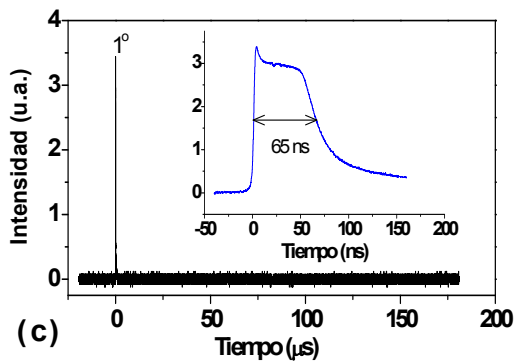
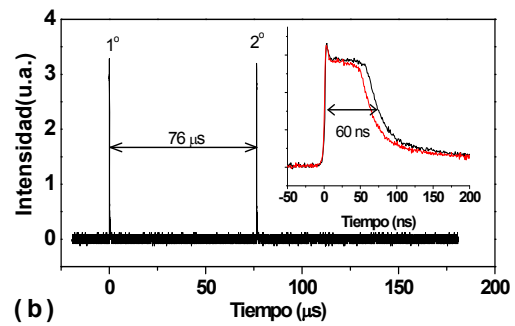
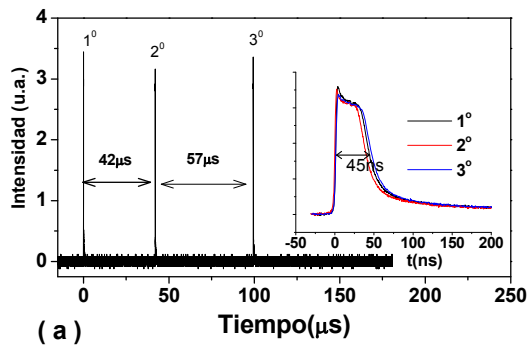
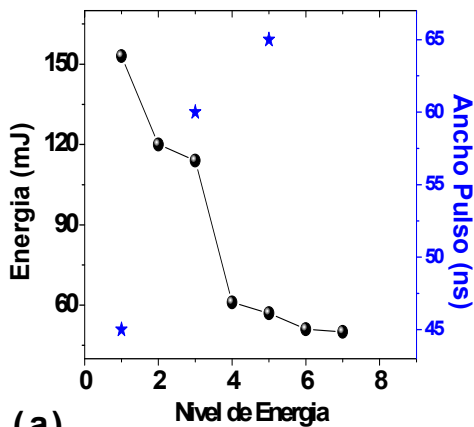


Figura 22: Serie de pulsos emitida por el láser, para tres de los niveles de energía utilizados en el presente trabajo: (a) Nivel 1; (b) Nivel 3; (c) Nivel 5. (d) Ancho de pulso típico en cada nivel.

En la Figura 23, se presenta una relación de los valores de energía emitida por el láser para cada nivel así como una gráfica de la energía y duración del pulso para cada nivel. Como se puede apreciar, la energía disminuye y el ancho de pulso aumenta en la medida que aumenta el nivel de energía.



Nivel	Energía [mJ]	Voltaje [V]	Ancho pulso [ns]	Potencia [10^6 W]
1	153	716	45	3.4
2	120	681		
3	114	653	60	1.9
4	61	55		
5	57	530	65	0.769
6	51	525		
7	50	520		

(a)

(b)

Figura 23: (a) Gráfica en la cual se muestran los valores de energía que es capaz de entregar el láser utilizado, en los diferentes niveles de energía, además de mostrar la evolución del ancho de los pulsos de las series, que emite el mismo a la salida en cada disparo en los diferentes niveles de energía, (b) tabla los valores energía en cada nivel del mismo, además del voltaje presente en los capacitores del circuito de carga en cada nivel, los valores de ancho de pulso por nivel de energía, y la densidad de energía por nivel.

III.3.2 Caracterización del perfil del haz

III.3.2.1 Método de la navaja.

Se procedió a obtener el perfil del haz en las proximidades del cabezal y a una distancia de 55 cm del cabezal; para realizarlo, se montó la instalación experimental mostrada en la Figura 25.

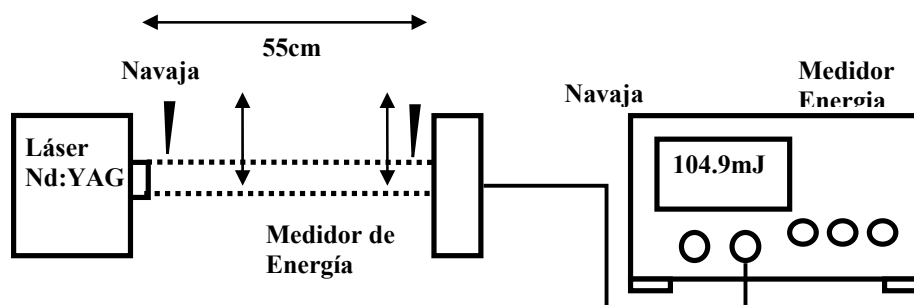


Figura 24: Instalación para la obtención del perfil del haz. Se observan las distancias a las cuales fueron realizadas las mediciones, el haz fue bloqueado con la ayuda de una navaja, que se desplazaba una distancia constante (0.254 mm), hasta lograr tapar por completo el haz.

El procedimiento para la obtención del haz consiste en el bloqueo del haz mediante el desplazamiento de algún objeto, una navaja por ejemplo, que “tape” parte del haz. El desplazamiento debe ser cuidadosamente monitoreado y a intervalos constantes, siendo el intervalo empleado en este experimento de 0.254 mm. Para cada valor de la posición de la navaja se realizaron tres mediciones de la energía y entre cada una de ellas se esperó 3 minutos; a medida que se va sesgando el haz, los modos transversales presentes en el haz son bloqueados. De esta forma, los modos transversales con mayor

energía al ser bloqueados se identifican como grandes pérdidas de energía al ser comparados con mediciones anteriores. Con este experimento también se puede obtener información del tamaño del haz y como se comporta éste a diferentes distancias de donde es emitido en la cavidad, y se puede apreciar la divergencia presente en el haz. Se observó que para medidas muy próximas a la salida de la cavidad el diámetro del haz es de aproximadamente 6 mm, y a una distancia de 55 cm éste tiene un tamaño de aproximadamente 14 mm. Se observa además que el haz no es gaussiano.

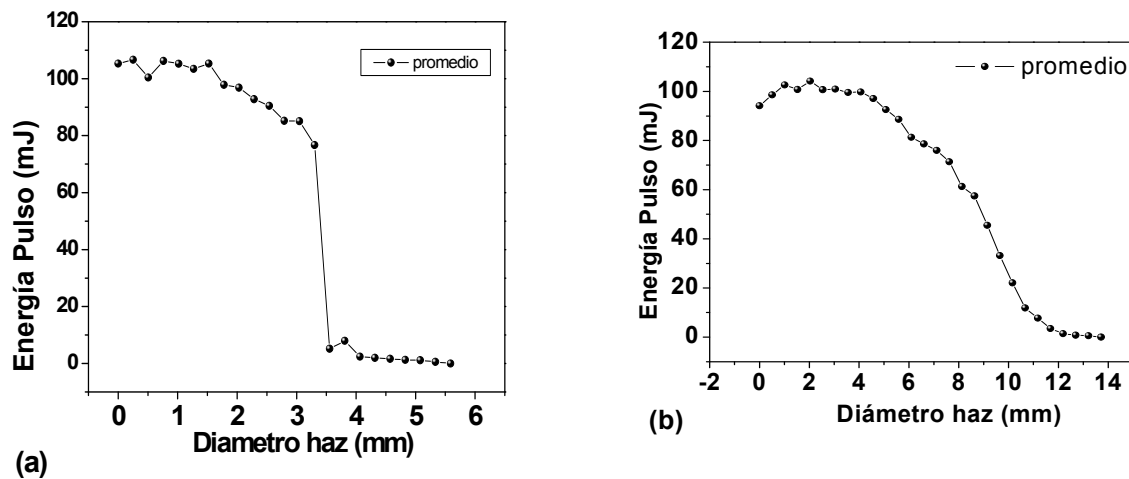


Figura 25: Gráficas donde se aprecia el perfil del haz medido (a) muy próximo a la salida del cabezal láser, y (b) a 55 cm del cabezal. Los valores graficados son valores promediados de las tres repeticiones realizadas para cada posición de la navaja. Se observa que el tamaño del haz en las proximidades del cabezal es de alrededor de los 6 mm.

III.3.2.2 Estudio de la huella producida por el haz (“spot”) a diferentes distancias.

Con el fin de obtener una representación del perfil del haz láser (distribución espacial de modos), se utilizó la instalación experimental presentada en la Figura 26. Se estudiaron las impresiones producidas por el haz láser en pantallas de papel oscuro, a 4.5 cm y a 1 m, de la salida del cabezal y sin ninguna lente de enfoque. Las impresiones fueron realizadas a los mismos valores de energía (aprox. 139.3 mJ). La imagen de estas impresiones fue analizada y digitalizada en el microscopio óptico y son presentadas en la Figura 27.

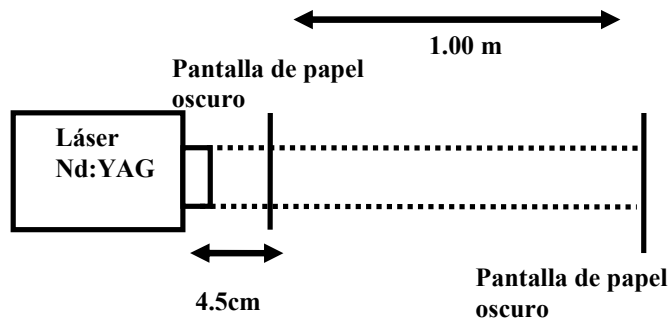


Figura 26: Instalación experimental, se muestra a manera de esquema como se realizó la “impresión del haz producido por el láser, se muestran las distancias a las cuales se realizaron las impresiones.

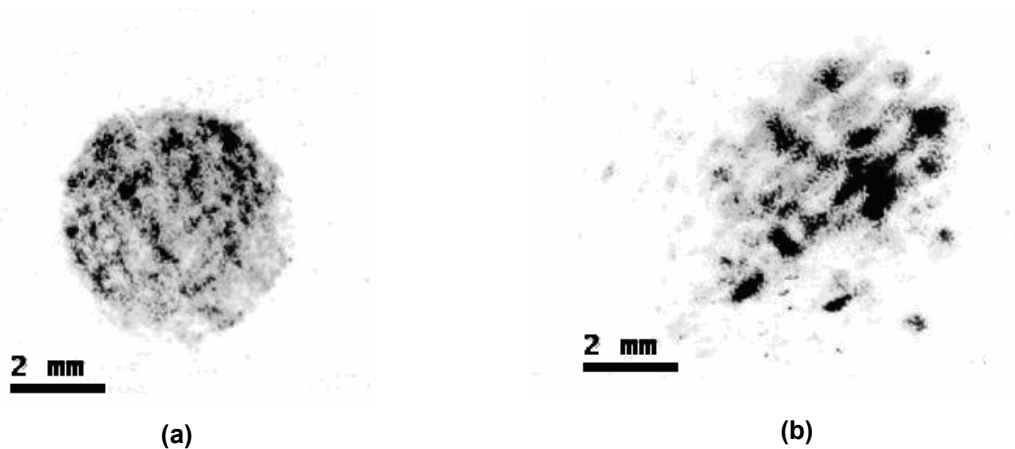


Figura 27: en la figura (a) se muestra la impresión producida por un disparo sobre la pantalla de papel oscuro colocada a 4.5 cm de la salida de nuestro láser, la cual tienen aproximadamente un diámetro de 6 mm, en la figura (b) se muestra la impresión hecha tras diez disparos a la pantalla de papel oscuro, la cual presenta un diámetro aproximado de 1.3 cm. La energía de los disparos fue aproximadamente 139 mJ.

Después de lo anterior se tomó la impresión del haz producido por el láser al colocarle una lente de 5 cm de distancia focal, colocada a 55 cm de la salida del láser las cuales se muestran en la Figura 28.

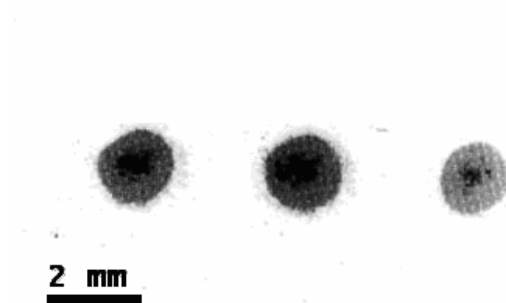


Figura 28: se muestra la impresión dejada por tres diferentes disparos, producidos en tres diferentes lugares, de una pantalla de papel oscuro, todos los disparos realizados a los mismos valores de energía (aprox.139.3 mJ), producidos en el punto de enfoque, de una lente con distancia focal de 5 cm, la cual fue colocada a 55 cm de la salida del láser, se aprecia que el diámetro aproximado del haz es de 1.1 a 1.3 mm.

III.4 Características de las Muestras

Se escogió como muestras con las cuales trabajar en primera instancia a prismas de vidrio BK7 de diferentes dimensiones (muestras con forma de paralelepípedo de 1.5 cm a los 10.0 cm por arista) y en cantidades suficientes ya que después de someter a las muestras a una continua exposición a los pulsos láser, la zona expuesta cambia sus características reflectivas, con lo cual se puede introducir un error al momento de experimentar de nuevo en dicha zona, debido a que las condiciones experimentales iniciales cambian.

El vidrio BK7 es un vidrio de borosilicato con alta homogeneidad, una baja inclusión de burbujas y contenidos extraños, con buenas propiedades químicas y físicas que es ampliamente usado en la mayoría de las ventanas y en componentes ópticos [8].

Propiedades del Vidrio BK7:

- Intervalo de Transmisión 330 nm-2100 nm (Figura 29)
- Coeficiente de Expansión Térmica 7.5×10^{-6} K
- Densidad $2.51 \text{g} / \text{cm}^3$

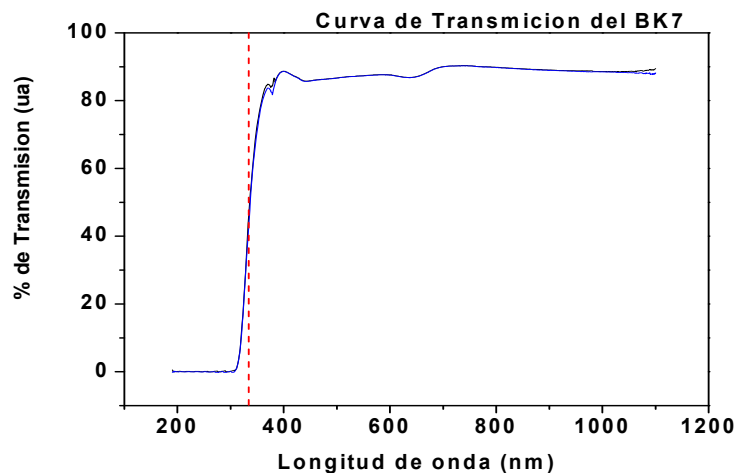


Figura 29: Curva de Transmisión de una de las muestras de BK7 con las que se trabajó, tomada con UV/VIS

IV. Resultados y Discusión

En el presente capítulo se presentan los resultados obtenidos.

IV.1 Medidas Iniciales

La Figura 30 muestra la instalación experimental utilizada en la realización de los experimentos para estudiar la dinámica del plasma generado en el interior del vidrio y la emisión fotoacústica, ambas generadas por la interacción del pulso láser con el material de la muestra. El plasma fue estudiado por la técnica de emisión óptica y por la técnica de fotoacústica.

El haz láser es focalizado en el interior de la muestra (a 0.5 cm de la superficie) con una lente de 5 cm de distancia focal. La radiación emitida desde el interior de la muestra fue captada con una fibra óptica de 600 μm y guiada hasta el espectrómetro USB 4000 que muestra la composición espectral de la misma.

El espectrofotómetro tiene acoplada una CCD (Charged Coupled Device) y es conectado vía USB al PC donde pueden ser adquiridos los espectros. Un software permite el análisis y reconocimiento de las líneas espectrales (Specline Ver. 2.1)

Según las especificaciones del fabricante:

- En dependencia de la red de difracción (Intervalo de λ : 200 nm -850 nm)
- Tiempo de integración 3.8 ms -100 ms

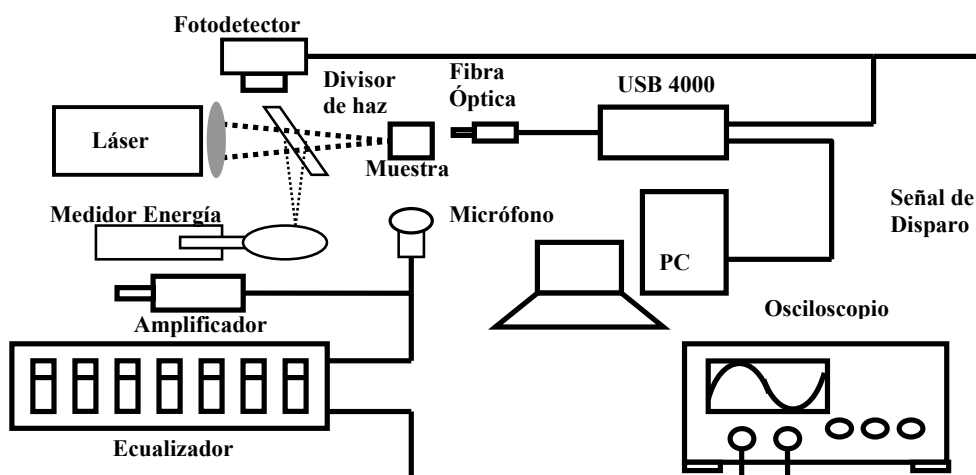


Figura 30: Diagrama Instalación experimental montada para la captura de los espectros LIBS producto de la generación de microfisuras al interior de las muestras de vidrio BK7, mostrando los diversos componentes empleados para la captura (fibra, espectrómetro) y sincronización (fotodetector y osciloscopio)

En forma paralela, un micrófono de electret colecta la onda acústica que se genera por la acción del pulso láser en el punto focal y se propaga desde el interior del cristal hacia su superficie. La onda emerge de la muestra y se propaga por el aire hasta su extinción. El micrófono es colocado muy próximo a la superficie de la muestra para que pueda capturar la señal acústica de forma eficiente.

La señal acústica es amplificada y ecualizada para filtrar frecuencias de 1 Khz hacia abajo.

Para sincronizar todas las medidas se utilizó un fotodetector (THORLABS Si-Amplified Detector PDA10A)

IV.1.1 Estudio del Plasma Generado en la formación de la microfractura

Para realizar el estudio del plasma que se genera durante la formación de las microfracturas en el interior del vidrio, se usó la instalación experimental que se muestra en la Figura 30.

Con ayuda de una lente convergente, el haz láser fue focalizado hacia el interior de la muestra, a 1.5 cm de distancia medidos a partir de la superficie de la muestra. Se realizaron una serie de disparos en muestras de vidrio (BK-7) para todos los niveles de energía en los cuales, en experimentos anteriores, se había identificado que se produce un daño al interior de las muestras.

En cada nivel de energía se realizaron 3 disparos, esperándose un tiempo de 1 minuto entre cada disparo, para evitar el calentamiento del medio activo. Simultáneamente se realizó la captura del espectro emitido por el plasma generado en el interior de las muestras. La radiación emitida por el plasma fue guiada con una fibra óptica de 60 μm (P600-1-SR Ocean Optics) hacia un espectrómetro (USB-4000 Ocean Optics). Como señal de disparador fue utilizado el inicio de la secuencia de pulsos láser registrada por un fotodetector (THORLABS Si-Amplified Detector PDA10A).

Los espectros capturados en este experimento fueron analizados con ayuda del programa "Mikropack SpecLine", en busca de identificar líneas de emisión correspondientes a los elementos constituyentes de las muestras de vidrio: fueron identificadas líneas pertenecientes a Boro (B), Calcio (Ca), y Silicio (Si), entre otros.

En la Figura 32 se presentan espectros típicos obtenidos para tres diferentes niveles de energía. Como se aprecia la intensidad de las líneas espectrales emitidas disminuye en la medida que disminuye la energía del pulso láser, constatándose además mediante el análisis de las líneas de emisión presentes, cómo éstas no siempre siguen el mismo comportamiento. La gran mayoría de las líneas presentaron emisiones correspondientes a los elementos Calcio ionizado una (Ca I), dos (Ca II) o tres (Ca III) veces, y algunas emisiones del elemento Silicio ionizado una (Si I) o dos (Si II) veces.

Se observa cómo la intensidad máxima general de los espectros disminuye a medida que la energía con la que fueron producidos disminuye,

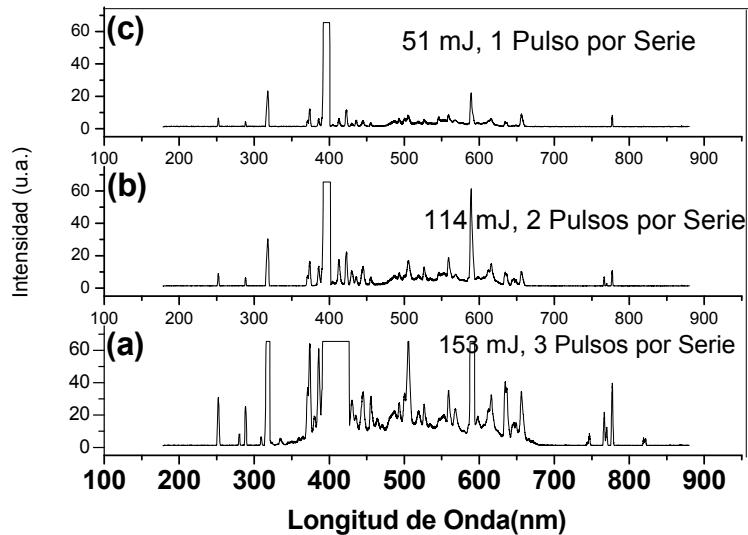


Figura 31: Espectros de emisión obtenidos al irradiar las muestras de vidrio con pulsos de diferentes energías. (a) Espectro de emisión LIBS producto de la irradiación con un disparo de 153 mJ, constituido por una serie de 3 pulsos. (b) el espectro fue producido por un disparo de 114 mJ constituido por una serie de 2 pulsos. (c) Espectro producido por un disparo de 51 mJ constituido de un solo pulso. Se observan las líneas emitidas para diferentes longitudes de onda (251.11 nm, 288.88 nm, 373.94 nm, entre otras).

De los espectros de emisión de plasma, producto de la generación de microfracturas al interior de las muestras, se hizo una selección de los picos que fueran más intensos, y se repitieran en la gran mayoría de los espectros en cada uno de los diferentes niveles de energía de pulso. Los picos de emisión de plasma seleccionados de los espectros fueron ordenados primeramente de acuerdo a la energía con la que fueron producidos, después se acomodaron según el número de pulsos presentes en cada serie. Los resultados de este análisis para series de tres, de dos y de un pulso son presentados la Figura 32, Figura 33 y Figura 34, respectivamente. En cada una de las figuras se muestra la intensidad de los picos seleccionados en función de la energía con la cual se generaron.

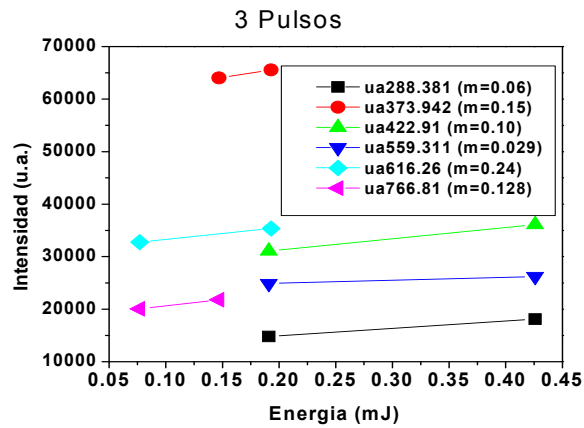


Figura 32: Gráfica con las intensidades de picos de las siguientes longitudes de onda: 288.381 nm, 373.942 nm, 422.91 nm, 559.311 nm, 616.26 nm, 766.81 nm, obtenidas con series de 3 micropulsos, mostrando las diferentes pendientes

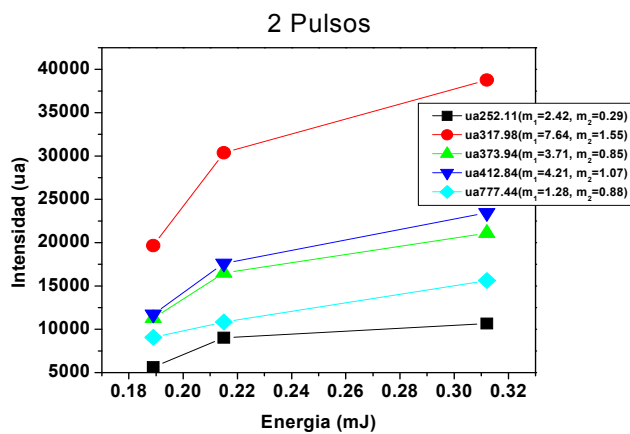


Figura 33: Gráfica con las intensidades de picos de las siguientes longitudes de onda: 252.11 nm, 317.98 nm, 373.94 nm, 412.84 nm, 777.44 nm, obtenidas con series de 2 micropulsos, mostrando las diferentes pendientes

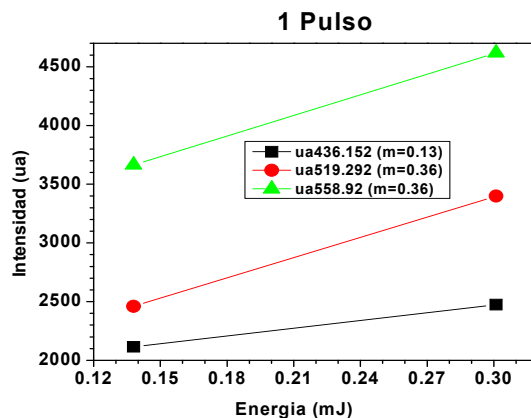


Figura 34: Gráfica con las intensidades de picos de las siguientes longitudes de onda: 436.152 nm, 519.292 nm, 558.92 nm., obtenidas con 1 micropulso, mostrando las diferentes pendientes

IV.2 Estudio del proceso de formación de la microfracturas.

El hecho de estar observando líneas de emisión del plasma en la región del ultravioleta donde el BK7 absorbe fuertemente la radiación, hizo pensar que parte de la información espectral adquirida podía estar viniendo de la superficie de la muestra y no de su interior. Para que esto acontezca, parte del haz láser debía focalizarse sobre la superficie aún cuando el foco de la lente fue ajustado a 1.5 cm hacia el interior de la muestra.

Como fue mencionado en el párrafo III.3.2, el perfil del láser utilizado contiene gran cantidad de modos longitudinales, los cuales pueden focalizarse en posiciones distantes del foco de la lente posibilitando que una parte de la energía se focalice hacia la superficie de la muestra. Líneas de plasma emitidas desde la superficie en la región del ultravioleta sí pueden llegar hasta el espectrómetro pues no son tan fuertemente absorbidas por el aire.

El hecho de que la energía de cada pulso láser presente en la serie no es constante implica que la estructura de modos de cada pulso también variará, y por consiguiente, variará la forma en que el haz se focaliza. Esto explica el hecho que los espectros mostrados en el párrafo anterior no eran obtenidos de forma repetitiva aún cuando se mantenían las mismas condiciones experimentales de excitación y captura. Una representación esquemática de esta situación es presentada en la Figura 35.

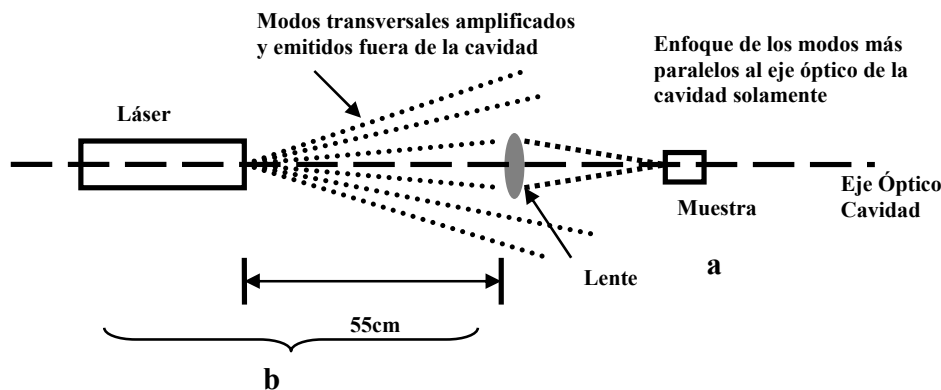


Figura 35: (a) Muestra de como ocurre la amplificación emisión de modos transversales no paralelos al eje óptico de la cavidad en el interior de la misma, (b) Instalación experimental, mostrando la configuración de enfoque, y la disposición de los diversos componentes empleados, se muestra a manera de esquema cómo los modos transversales más alejados del eje óptico de la cavidad logran ser amplificados debido a lo reducido de la cavidad, y por consecuencia, la cercanía de los espejos dentro de la misma, se muestra además como al alejar la lente de enfoque se evita el enfoque de los modos no paralelos al eje óptico de la cavidad.

Para los estudios siguientes se introdujeron algunos cambios tanto en la excitación de la muestra cuanto en la detección de la señal producida (Figura 36).

a) La lente de focalización del haz fue alejada a 55 cm del resonador. Esto con el objetivo de seleccionar los modos que se propagan más próximos al eje de la cavidad y mejorar así el perfil del haz aproximándolo lo más posible a un haz gaussiano^(**). La lente utilizada fue de $f = 5\text{cm}$, y el haz fue focalizado en el interior de la muestra a 5 mm de la superficie.

b) Con el fin mejorar la estructura de modos del haz y variar la energía acoplada a la muestra, fue introducido un iris circular anterior a la lente de focalización.

c) La muestra, la fibra óptica y el micrófono fueron montados en sistemas de desplazamiento xyz para permitir un posicionamiento controlado de cada uno de ellos.

d) Fue introducido en el sistema un láser puntero ($\lambda = 638\text{ nm}$) perfectamente alineado con el láser de Nd:YAG para poder tener información visual y dinámica del volumen de interacción donde se genera la microfractura.

La señal acústica registrada en un micrófono de tipo “electret” fue amplificada, ecualizada y finalmente capturada en el osciloscopio. La señal óptica fue adquirida de la misma forma descrita en la Figura 30. Como señal de disparo para el osciloscopio y para el espectrómetro fue escogida la señal registrada en un fotodiodo colocado a la salida del haz láser, de forma tal que la captura tanto del sonido como de la

^(**) Esta medida, no mejora totalmente la estructura de modos del haz. La solución idónea hubiese sido separar los espejos de láser a una distancia tal que solo el modo TM_{00} se amplifique en la cavidad.

emisión del plasma solo sean posibles cuando se encuentre presente el pulso láser con el que se produce la microfRACTURA,

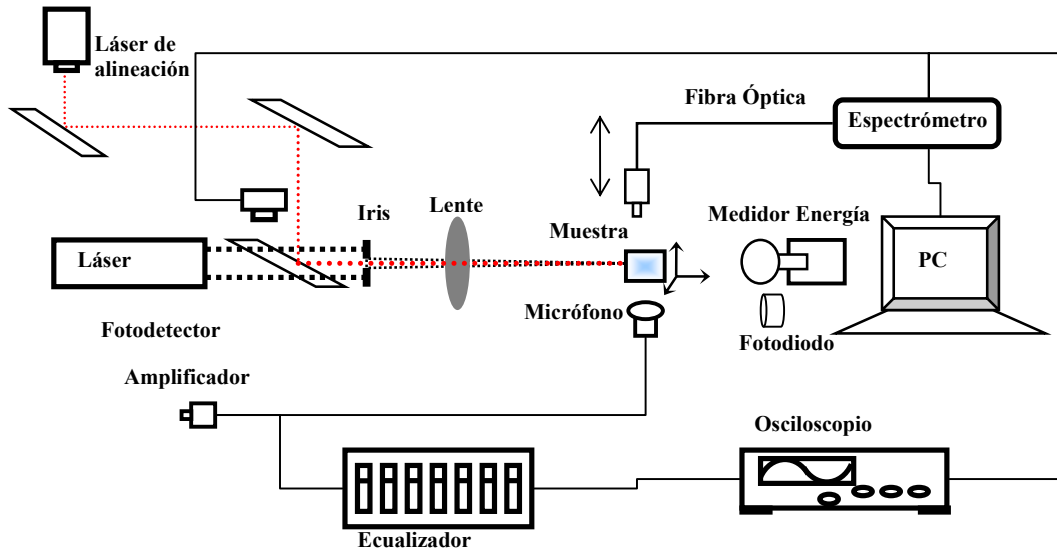


Figura 36: Instalación experimental utilizada para diferentes estudios relacionadas al proceso de formación de las microfRACTURAS.

IV.2.1 Estudio de la emisión acústica.

La señal acústica adquirida para tres niveles diferentes de energía es presentada en la Figura 37. En ella son presentadas tres formas de onda acústicas inducidas en la muestra tras la irradiación con series de pulsos láser de diferentes energías.

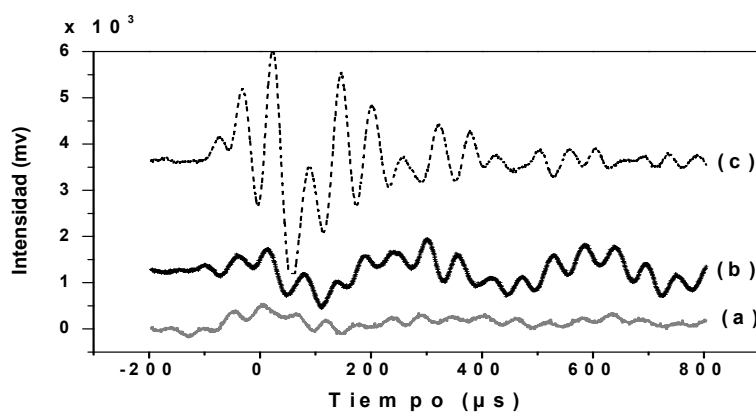


Figura 37: Comparación de la señal acústica producto de irradiaciones a el interior de las muestras de vidrio para tres energías de irradiación diferentes: (a) El pulso láser con una energía $E_P = 0.409$ mJ, no produjo daño. (b) El pulso láser con una energía $E_P = 0.64$ mJ comienza a generar una fractura (fractura incipiente) en el material. (c) Pulsos láser con energía igual o superior a $E_P = 0.95$ mJ generan fracturas evidentes en el material.

En la señal inferior (a), prácticamente no hay señal acústica. Toda la energía aplicada a la muestra pasa a través de ella sin ocasionar daño. El oscilograma central (b) muestra picos de intensidad débiles indicando daño incipiente. La curva superior (c) muestra la forma de onda típica cuando ya se ha formado una microfractura.

IV.2.2 Estudio de la emisión óptica

Con el arreglo experimental presentado en la Figura 36 se realizó nuevamente el estudio del plasma generado en el proceso de formación de la microfractura. Para obtener información del plasma generado durante el proceso, el haz se enfocó en el interior de la muestra a 0.5 cm de la superficie. Las muestras fueron irradiadas con series de tres pulsos láser cuya energía total fue de aproximadamente 140 mJ. El enfoque se realizó en una zona libre de cualquier interacción con algún pulso láser y libre de todo daño previo. Los espectros se capturaron con una fibra óptica conectada a un espectrómetro que a su vez se conecta a una PC. La fibra se colocó sobre la zona en la que se realizó el plasma al interior del vidrio, la instalación experimental usada para la realización de este experimento se muestra en la Figura 36 y los resultados de los espectros de LIBS obtenidos se muestran en la Figura 38.

Los resultados obtenidos en este estudio difieren en gran medida de los presentados en la Figura 31. A diferencia de aquellos, los espectros LIBS obtenidos aquí muestran un espectro continuo cuya intensidad varía con el número de pulsos disparados sobre la muestra. Durante el daño inducido por el láser con pulsos de nanosegundos una onda de ionización se propaga dentro del sólido partiendo del punto inicial donde se inicia la ruptura y generando un volumen esférico o elíptico de plasma^[35]. La región de plasma formada es suficientemente grande como para absorber toda la radiación que se genera en el volumen y evitar que salga al exterior, razón por la cual no se observan líneas espectrales emitidas desde el interior de la muestra, ni aún en la región donde el vidrio es transparente. La línea observada aproximadamente en $\lambda = 638$ nm, para todos los espectros, es debido a la presencia del láser diodo (puntero) utilizado para identificar la formación de las microfracturas. La intensidad aumenta del primer al segundo pulso, debido al aumento del tamaño de la fractura cuando se irradia con dos pulsos consecutivos. Posteriormente, se observa una disminución de la intensidad. Aun cuando la posición del foco de la lente no se mueva, la nueva fractura se produce en una posición diferente a la anterior, desplazada en la dirección del láser debido a la modificación que sufre la región del sólido atravesada por la radiación láser en el pulso anterior. Pulsos sucesivos van generando la fractura en posiciones diferentes (en dirección hacia el láser) y debido a que la posición de la fibra se mantiene constante, la señal que llega al espectrómetro va disminuyendo hasta que finalmente se hace cero.

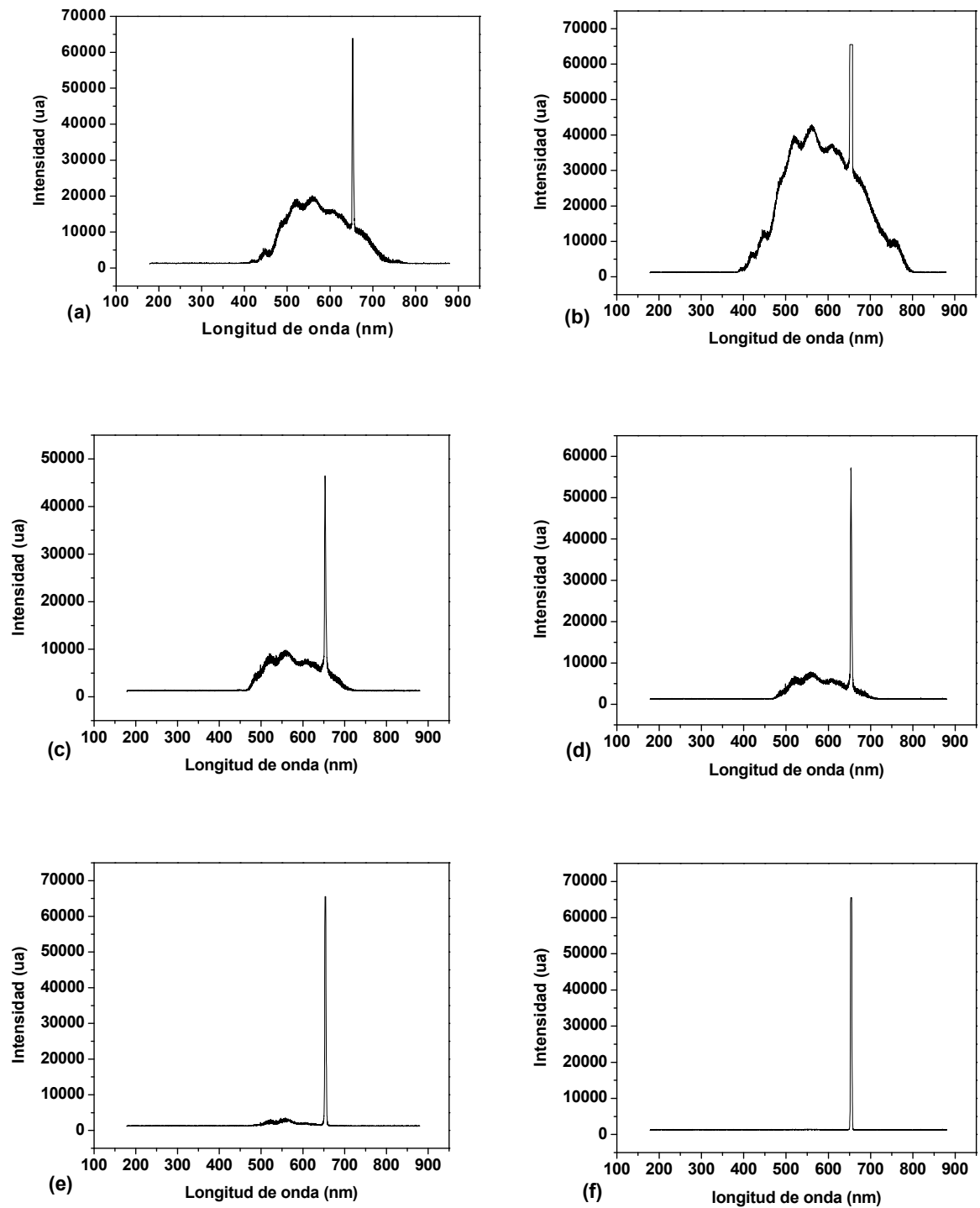


Figura 38: Espectros LIBS obtenidos de la emisión de plasma generada desde el interior de vidrio. (a) Plasma generado al irradiar por primera vez en un área “limpia”. (b) espectro generado por una segunda irradiación en la misma zona, apreciándose como crece la intensidad de la radiación emitida. (c) espectro generado por la quinta irradiación se observa como el espectro casi ha desaparecido por completo, y (d) en el espectro producto de la sexta irradiación ya el espectro ha desaparecido totalmente.

IV.2.3 Medición del cambio de densidad en la región de la microfractura

Para tener información respecto a los cambios ópticos inducidos por el láser de Nd:YAG en el volumen de la muestra donde se genera la microfractura, fue realizado el siguiente experimento.

Fue escogida una región de la muestra sin daño previo. Esa región fue irradiada con series de tres pulsos similares a aquella presentada en la Figura 22 (a). La energía total de la serie de pulsos generada por el láser fue de 150 mJ, sin embargo con ayuda de un iris circular la energía que finalmente fue acoplada hacia el interior de la muestra fue de 1.5 mJ. Paralelamente, con ayuda de un fotodiodo acoplado al osciloscopio, fue monitoreada la intensidad del láser puntero (colimado con el de Nd:YAG) que atraviesa la región de la muestra irradiada. Para evitar la incidencia del haz directo sobre el fotodiodo, este fue cubierto antes de cada disparo y la intensidad del láser puntero fue medida después de cada disparo.

Como puede observarse en la Figura 39, la intensidad del láser puntero que atraviesa la muestra permanece inalterada durante los primeros 5 disparos. A partir de este momento la intensidad disminuye gradualmente desde un valor inicial de 400 mV hasta cero después de aproximadamente 12 disparos. Variaciones en la intensidad del láser puntero indican cambios en la región donde se forma la microfractura.

Asumiendo que la energía total de la serie de pulsos (1.5 mJ), se distribuya equitativamente entre cada uno de los tres pulsos láser presentes en ella (0.5mJ/pulso), entonces se puede decir que la microfractura comenzó a formarse después de haber sido irradiada por 15 pulsos láser con energía de 0.5mJ cada uno, valor ligeramente inferior al valor de energía umbral ($E_p=0.64\text{mJ}$) para la generación de microfracturas, y que fue obtenido de los estudios de foto acústica según se muestra en la Figura 37. El daño óptico en este caso puede ser originado debido al efecto acumulativo de los pulsos precedentes sobre la región irradiada.

Visualmente se comprobó que la fractura tendía a ensancharse, a medida que se realizaban más disparos y además de que los disparos subsecuentes se enfocaban un poco más delante de la zona de enfoque inicial, por lo que la fractura creció en la hacia delante acercándose a la cara del vidrio, que se encuentra delante de la lente de enfoque.

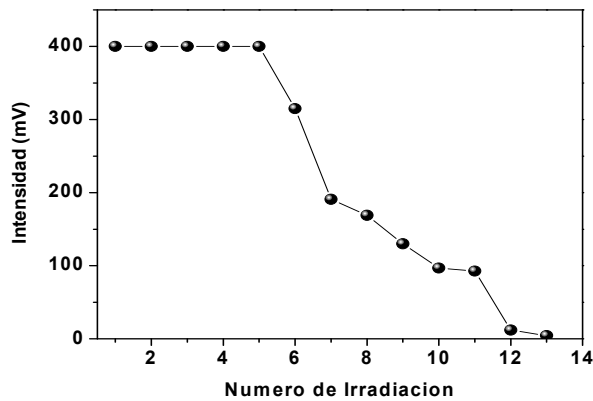
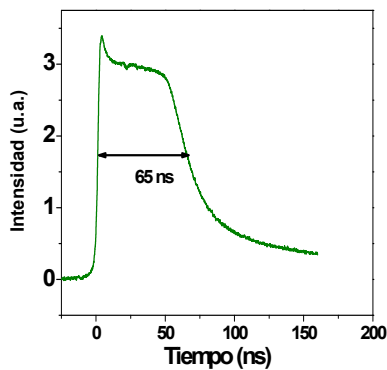


Figura 39: Disminución de la intensidad del láser puntero que atraviesa la muestra de BK7, en dependencia del numero de irradiaciones sucesivas en la misma zona, con pulso de energía similar (1.43 mJ)

IV.2.4 Determinación del umbral de la microfractura.

Utilizando el montaje experimental descrito en la Figura 36 se procedió a estudiar el umbral de daño de las muestras de BK7. Se colocaron las muestras a una distancia tal que el punto de enfoque de nuestro sistema láser quedara en el interior de las muestras de vidrio. Una vez logrado lo anterior y teniendo conocimiento de donde se esperaba que se localizaran las microfracturas, se realizó un disparo partiendo desde la máxima energía de pulso, y se continuaron realizando disparos, teniendo cuidado de que cada disparo que se realizara, en una zona en donde con anterioridad no se hubiera realizado ningún otro disparo, además se tuvo cuidado de que cada disparo fuera con una menor energía, se continuó realizando lo anterior hasta que se llegó a una energía para la cual no se produjo ninguna microfractura en el interior de las muestras de vidrio lo cual indicó que la energía inmediata anterior es la energía mínima necesaria para alcanzar una microfractura en el interior de nuestras muestras de vidrio, a esta energía se le denominó “el umbral de microfractura”, siendo éste encontrado cuando el voltaje de los capacitores de la fuente del cabezal láser tenía un valor alrededor de los 538 Volts, teniendo valores de energía del pulso alrededor de los 51.33 mJ a los 52.04 mJ, y anchos de pulso de de los 65 ns

A continuación se presentan oscilogramas que muestran pulsos capturados cuando el cabezal se encuentra emitiendo en condiciones denominadas de umbral de microfractura.



	Energía [mJ]	Voltaje [V]	Ancho pulso [ns]	Potencia pulso [MW]
a	51.88	538	65	0.798
b	51.53	538	65	0.792
c	52.04	538	65	0.800
d	51.33	538	65	0.789

Figura 40: Oscilograma tomado en condiciones de umbral de microfractura, se aprecia la forma del pulso producido en estas condiciones además de su ancho promedio, se muestra la energía medida en 4 disparos en estas condiciones, además del voltaje del circuito de carga de la lámpara con la que se realizó el bombeo, el ancho de pulso y la densidad de energía obtenida de cada disparo.

Según los resultados de este estudio para valores de energía menores que 51-52mJ/pulso, el láser ya no genera microfracturas. Este valor es mucho mayor que el valor encontrado en el experimento de foto acústica y en los resultados presentados en la Figura 39. Esta discrepancia puede deberse a la estructura de modos del láser utilizado. Aun cuando se este focalizando una energía tan alta como 50 mJ/pulso hacia el interior de la muestra, debido a la estructura de modos del haz, el volumen de interacción puede ser tan grande, que la densidad de energía efectiva sea inferior a la necesaria para generar las microfracturas. Los estudios siguientes tienen, entre otros objetivos, el entender las razones de esta discrepancia. Una discusión mas exhaustiva del tema se encuentra en el capítulo destinado a las caracterizaciones realizadas por microscopia óptica.

IV.2.5 Estudio de la dinámica de formación de la microfractura.

Como se observa en la Figura 22, el láser utilizado en el presente trabajo de tesis genera series de tres, de dos, y de un pulso, cuya duración y separación varía en dependencia del nivel de energía en que se trabaje.

Un objetivo importante de este trabajo es estudiar la contribución individual de cada uno de los pulsos presentes en la serie, a la formación de la microfractura. De estos estudios se debe concluir la factibilidad tecnológica del uso del régimen de múltiples pulsos para el marcado intra-volumétrico de materiales.

Con esta finalidad se realizaron estudios de la dinámica de formación de las microfracturas utilizando para ello un sistema experimental similar al presentado en la Figura 36, al cual se le añadieron algunos cambios que son presentados en la Figura 41.

Fue incluido un láser de prueba ($\lambda = 532 \text{ nm}$) que atraviesa la región de la microfractura perpendicular a la dirección del haz láser de bombeo. El diámetro del haz de prueba se limitó con un iris de $200 \mu\text{m}$, para

conseguir una mayor resolución espacial en la región donde se genera la fractura. Finalmente, el láser fue posicionado con un sistema XYZ, tal que coincidiese perfectamente con el centro de la fractura generada. El láser de prueba y sus variaciones durante el proceso de formación de la fractura, fueron registrados con ayuda de un fotomultiplicador acoplado a un monocromador. La señal registrada del fotomultiplicador fue analizada en un osciloscopio de dos canales utilizando como señal de *disparo*, el pulso emitido por el láser infrarrojo ($\lambda = 1064 \text{ nm}$) medido a la salida de la cavidad óptica.

Los estudios presentados en esta sección fueron realizados para diferentes niveles de energía del láser de bombeo y después de cada disparo la muestra fue posicionada en un lugar sin daño previo

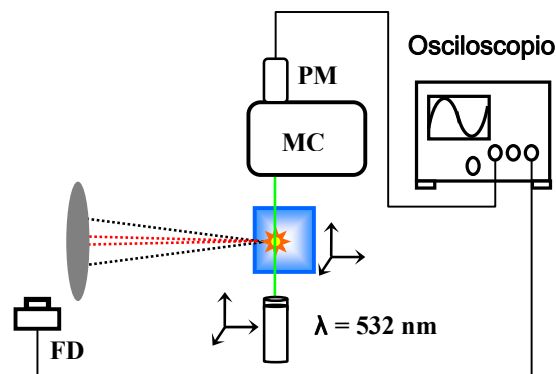


Figura 41 Arreglo experimental utilizado para estudiar la dinámica de formación de la microfatura en régimen de múltiples pulsos. La señal del láser de prueba ($\lambda = 532 \text{ nm}$) es monitoreada con ayuda del fotomultiplicador (PM) acoplado al monocromador (MC). Como señal de disparo para el osciloscopio fue utilizado el pulso láser medido en el fotodiodo(FD)

La variación temporal de la intensidad del láser de prueba ofrece información respecto a la dinámica de la formación de las microfaturas. Una disminución en esta intensidad significa que el láser de prueba esta siendo dispersado en las irregularidades del volumen de interacción y por consiguiente una menor cantidad de radiación alcanza el fotomultiplicador.

Para el nivel 1 el láser genera una serie de tres pulsos con energía total de 153 mJ. Asumiendo que la energía total se distribuya uniformemente entre los pulsos presentes en la serie, cada uno de ellos tendrá una energía de 51 mJ. En estas condiciones experimentales se aprecian diferentes combinaciones de eventos que llevan finalmente a la fractura (Figura 42).

- Los primeros dos pulsos contribuyen poco y es el tercero quien finalmente genera la microfatura
- Cada pulso contribuye aproximadamente igual a la generación de la microfatura
- Solamente el tercer pulso es el encargado de generar la microfatura.

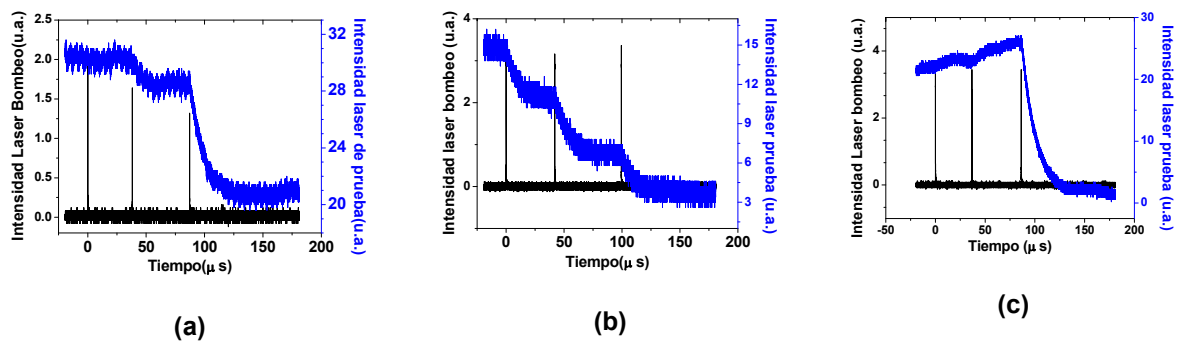


Figura 42 Variación de la intensidad del láser de prueba que llega al foto-multiplicador en función del tiempo para tres disparos conteniendo una serie de tres pulsos láser con energía total de 153 mJ. Cada uno de los tres eventos genera una fractura de forma diferente. (a) La intensidad varía poco después de los dos primeros pulsos y solamente después del tercer pulso de la serie, la intensidad decrece hasta el valor mínimo. (b) La intensidad disminuye gradualmente después de cada pulso láser. (c) Solamente el tercer pulso genera la mayor disminución de intensidad.

Los resultados demuestran que no es posible predecir cual de los tres pulsos generará la microfutura, mas bien existe una serie de posibles combinaciones que finalmente llevan a su formación. En aquellos casos en que el pulso genera solamente una pequeña disminución de la intensidad del láser de prueba y debido a la resolución espacial del sistema de detección que se dispone, podemos conjeturar que esa disminución puede estar asociada a un cambio de índice de refracción de la región irradiada.

De forma similar, se realizaron medidas para el nivel 3 de energía en el cual se generan 2 pulsos láser y la energía total es de 114 mJ. Asumiendo que la intensidad total se divide a parte iguales entre los dos pulsos se tendrán pulsos de 57 mJ cada uno. En estas condiciones se presentan las siguientes combinaciones de eventos (Figura 43).

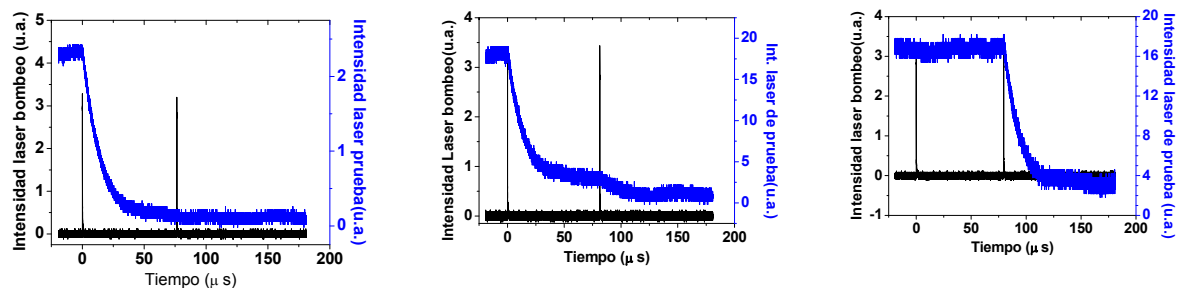


Figura 43 Variación de la intensidad del láser de prueba que llega al foto-multiplicador en función del tiempo para tres disparos conteniendo una serie de dos pulsos láser con energía total de 114 mJ. Cada uno de los tres eventos genera una fractura de forma diferente. (a) La intensidad disminuye al mínimo valor después del primer pulso. (b) La intensidad disminuye substancialmente después del primer pulso láser y alcanza el mínimo valor después del segundo pulso. (c) La intensidad disminuye al mínimo valor después del segundo pulso.

a) El primer pulso produce la disminución completa de la intensidad del láser de prueba.

b) El primer pulso produce una disminución considerable de la intensidad y el segundo contribuye con una pequeña disminución llevando la intensidad hasta el mínimo valor.

c) Solamente el segundo pulso genera la disminución completa de la intensidad del láser de prueba.

Finalmente, se realizaron medidas para el nivel 5 de energía en el cual se genera una serie de 1 pulsos láser y la energía total es de 50 mJ. En estas condiciones, se observó que siempre el primer pulso genera una disminución total de la intensidad del láser de prueba (Figura 44).

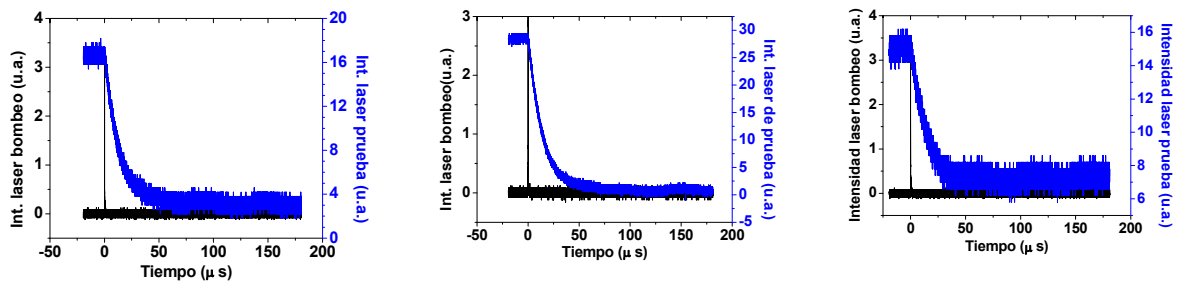


Figura 44 Variación de la intensidad del láser de prueba que llega al foto-multiplicador en función del tiempo para tres disparos conteniendo una serie de un pulso láser con energía total de 50 mJ. En cada uno de los eventos la intensidad del láser de prueba disminuye después del pulso láser.

Debe resaltarse y vale para todos estos experimentos, que si el tamaño del daño producido por el pulso láser es muy pequeño en comparación con las dimensiones (diámetro) del láser de prueba al atravesar el volumen de interacción entre el láser de bombeo y el sólido, entonces la intensidad dispersada por el daño generado sería muy pequeña en comparación con la intensidad del láser de prueba y por consiguiente muy poco probable de ser detectada por el fotomultiplicador. Pulsos que no generen variaciones notables de la intensidad del láser de prueba pueden haber producido un daño muy pequeño o una variación local del índice de refracción del material

IV.3 Caracterización por Microscopia óptica de las fracturas generadas

Con el fin de estudiar la morfología de las fracturas generadas en el interior de las muestras de vidrio, y observar la dependencia de las variaciones en morfología debida a diferentes regímenes de densidad de energía, se usó la instalación experimental mostrada en la Figura 36. Además de la variación del voltaje de carga de los capacitores, que permite directamente disminuir la energía de salida del haz, se utilizó un

iris circular que permite, por un lado, disminuir la cantidad de energía del pulso láser que se focaliza en la muestra, y por otro, seleccionar el área central del haz donde se espera que éste sea más homogéneo.

Las fracturas fueron observadas con ayuda del un microscopio “Digital Blue QX5 Microscope”, y algunas de las imágenes más representativas tomadas se presentan en la Figura 45.

En todos los casos se aprecia cómo la fractura comienza a generarse aproximadamente en la región por donde incide el haz (a 5 mm de la superficie), y cómo ésta empieza a estrecharse en la dirección de propagación del mismo formando una especie de coma, con una extensa área fundida en la región por donde incide la radiación. Es notoria la disminución del tamaño de la microfractura en la medida que disminuye la energía. La menor que fue posible generar (Figura 45 (c)), fue con el iris colocado en la mínima abertura, un solo pulso láser con duración de 65 ns, y una energía total de aproximadamente 2 mJ.

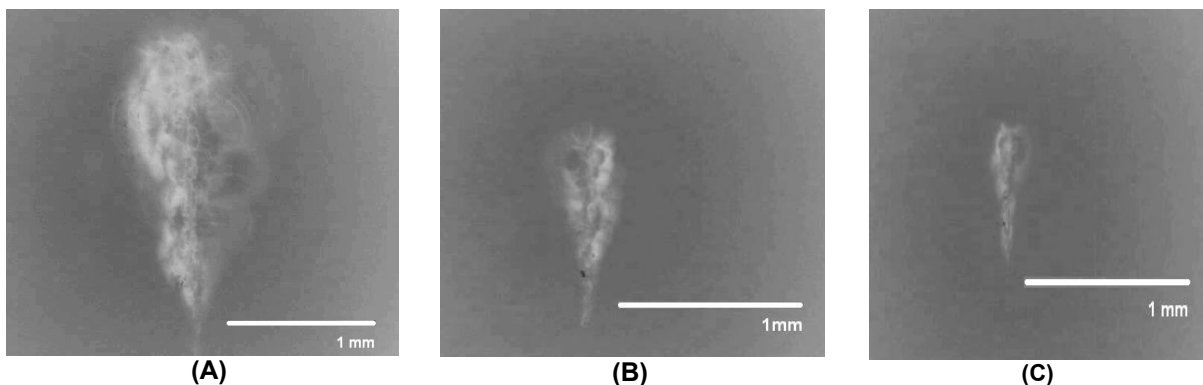


Figura 45: Fracturas creadas para diferentes valores de energía, y diferentes distribución de modos transversales en el haz. (A) Imagen de una microfractura generada por una secuencia de tres pulsos (Nivel 1) de energía con una energía total de 153 mJ y el iris totalmente abierto. (B) Imagen de una fractura generada por un disparo que consiste de un solo pulso láser con energía de 50 mJ y duración de aproximadamente 65 ns y el iris totalmente abierto. (C), Imagen de una fractura producida por un disparo que consiste en un solo pulso láser con el iris colocado en la mínima abertura para la cual se formaba fractura. La energía total después del iris fue de 2 mJ, aproximadamente.

Con el fin de mejorar la distribución de modos del haz láser, y observar las repercusiones de este hecho en la morfología de las microfracturas se colocó un expansor de haz entre la salida del cabezal y el iris. Para este estudio, se utilizaron pulsos de 50 mJ y 65 ns obtenidos en el menor nivel de energía que el láser es capaz de generar. La energía total del pulso fue disminuida hasta 11 mJ utilizando el iris. La fractura así obtenida se observa en la Figura 46 (a). Posteriormente, se antepuso al iris un expansor de haz (3X; 1064 nm), con lo cual se disminuyó la energía que se acopla a la muestra (7-8.4 mJ), y además, se seleccionó la parte del haz más próxima al eje óptico de la cavidad. En estas condiciones se obtuvo la fractura mostrada en la Figura 46 (b) con dimensiones de 200 a 300 micrómetros, aproximadamente.

Como se observa una disminución de la energía, propicia la generación de fracturas de menor tamaño, resultado que ya se habían obtenido anteriormente (Figura 45). Otro resultado interesante es la disminución considerable del tamaño de la microfractura cuando se utiliza un expansor de haz, que al

seleccionar los modos más próximos al eje óptico de la cavidad, permiten que la radiación se enfoque en un volumen más reducido del sólido.

Aun cuando la disminución de la energía contribuye a la disminución del tamaño de la microfractura, se considera que la mayor influencia en la notable disminución del tamaño está relacionada fundamentalmente a la utilización del expansor de haz, ya que la energía varió poco de una a otra fractura (11-8 mJ).

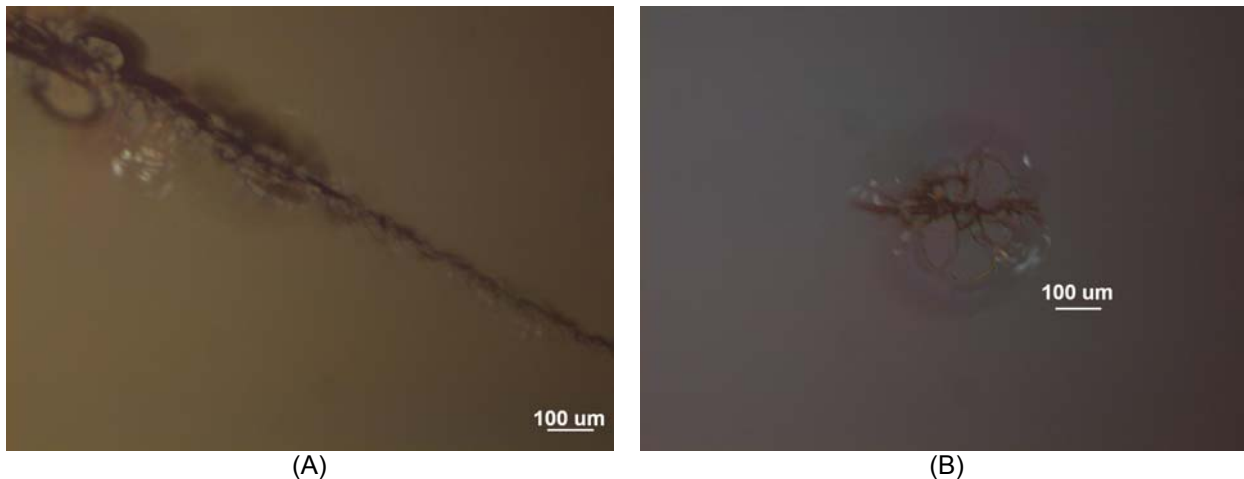


Figura 46: (a) Fractura generada por un pulso láser de 11 mJ obtenido a partir de pulso de 50 mJ reducido con un iris circular. (b) Fractura generada por un pulso de 7 a 8.4 mJ que incluyó además un expansor de haz.

Para poder evaluar la influencia que tiene el perfil del haz sobre la morfología y tamaño de microfracturas fueron comparadas las microfracturas generadas por el láser utilizado mayoritariamente en este trabajo, y que fue caracterizado en el epígrafe III.3, con las producidas por un láser de mejor distribución de modos presente en el CCADET de la UNAM, en México DF (perfil aproximadamente Gaussiano). Se realizaron fracturas utilizando energías de 2 mJ y 1.1 mJ. Se aprecia que, a medida que disminuye la energía, el tamaño de la microfractura también disminuye, resultado ya obtenido anteriormente. Las dimensiones de las fracturas obtenidas son del orden de 200 a 300 micrómetros.

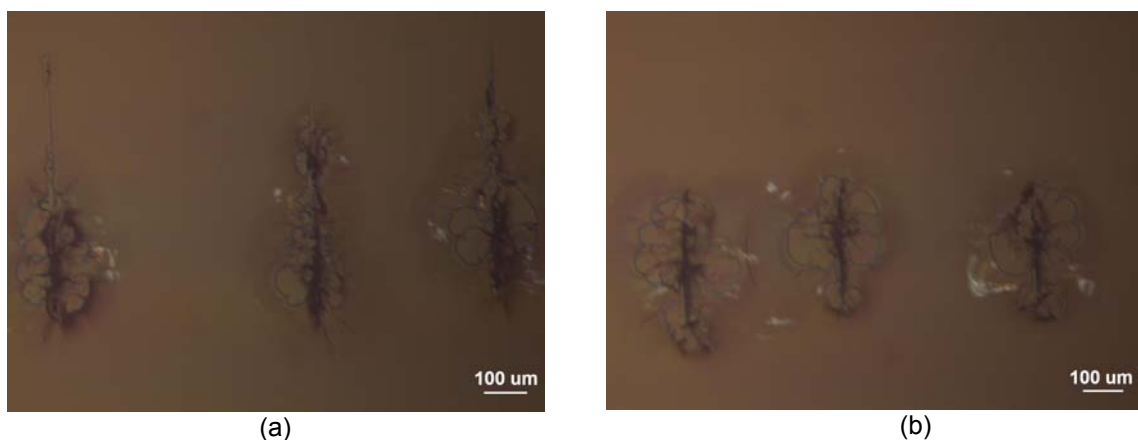


Figura 47: Microfracturas realizadas con una energía (a) 2 mJ y (b) 1.1mJ con un láser de Nd:YAG presente en el CCADET de la UNAM.

Para comparar estos experimentos con grabados intravolumétricos realizados de forma comercial, se presentan, a continuación, imágenes de las menores microfracturas obtenidas en el presente trabajo y de dos grabados intravolumétricos hechos de manera comercial en 2 y 3 dimensiones.

En la Figura 48 (a y b) se presentan imágenes de las menores microfracturas generadas con el láser de perfil Gaussiano descrito anteriormente y una energía total del pulso de 1.1 mJ. Una imagen de perfil o vista lateral es presentada en la Figura 48 (a) y otra tomada en la dirección en que incidió el haz (Figura 48 (b)). Como se puede apreciar en ambos casos, las dimensiones son del orden de los 200-300 micrómetros.

Para comparación final se presentan imágenes de microfracturas practicadas dentro de muestra de vidrio y producidas comercialmente. En la Figura 48 (c) se muestra la imagen de una microfractura adaptada de Navarrete et al^[14] y en la Figura 48 (d) se presenta la imagen de una microfractura producida en un grabado intravolumétrico representando un delfín. Como se puede apreciar, los tamaños y la forma de las fracturas obtenidas en el presente trabajo son comparables con las generadas comercialmente.

Los resultados de la caracterización óptica demuestran que con un haz láser que posea un perfil aproximadamente gaussiano se pueden generar microfracturas con tamaño en el orden de los 100 micrómetros. También fueron obtenidas microfracturas de estas dimensiones utilizando un láser cuyo haz tenía un perfil marcadamente no gaussiano, pero que con ayuda de un iris y un expansor, se seleccionó la parte central del haz. La energía umbral medida en ambos casos fue de alrededor de 1 mJ.

Resultados similares fueron obtenidos de los estudios de la onda foto-acústica emitida por el material al ser irradiado por series de pulsos con energía total de alrededor de 1.5 mJ, experimento en el cual fue seleccionada la parte central del haz utilizando un iris.

Por otro lado los valores obtenidos para la energía umbral de daño y que fue reportada en la Figura 40, revelaron que pulsos de orden de 50 mJ ya no producían microfracturas en el interior del material. Similarmente los resultados presentados en la Figura 42 y Figura 43 revelan que en múltiples ocasiones, pulsos de 50 mJ (es decir con energía 50 veces mayor que la necesaria para producir una microfractura), no producen variaciones apreciables en la señal del láser de prueba y por consiguiente se supone que no hayan generado daño en el interior del material.

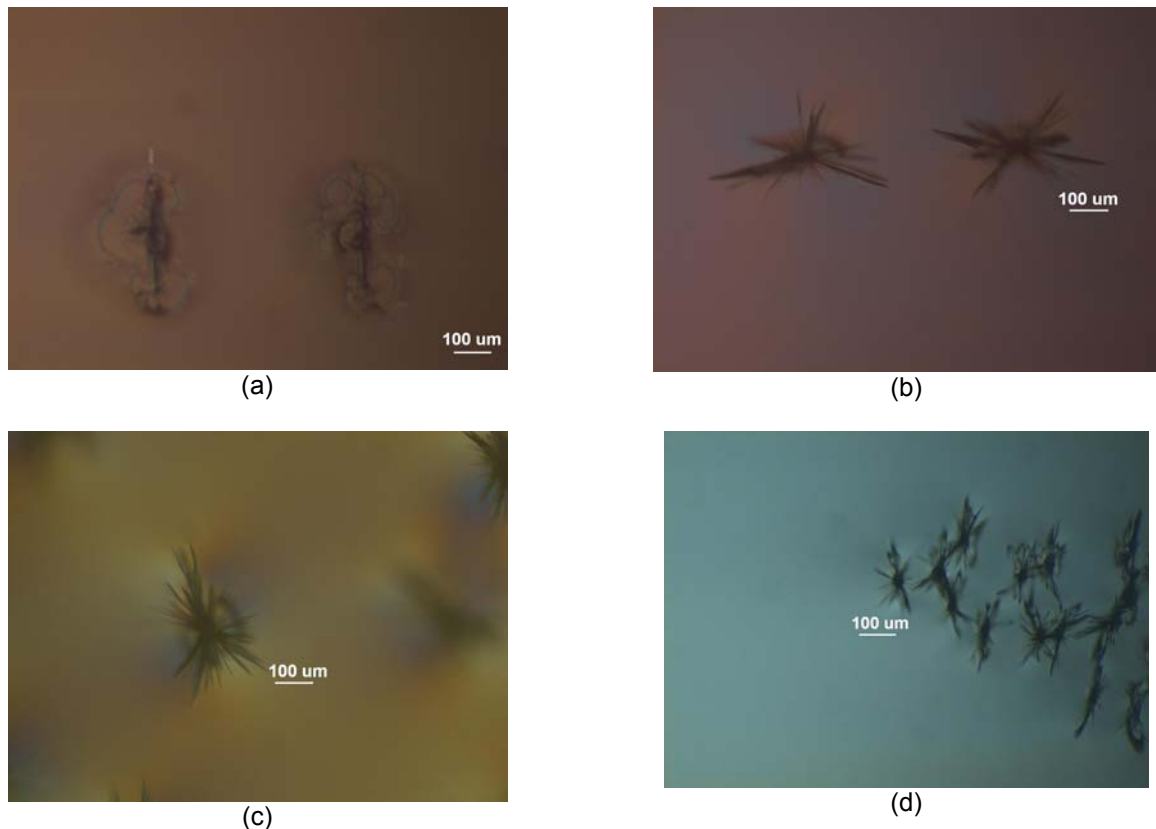


Figura 48: (a) Morfología y tamaño de 2 microfracturas en la dirección de propagación del haz láser en el interior de las muestras de vidrio. (b) Morfología y dimensiones de las mismas 2 microfracturas vistas de frente por la cara de la muestra en donde entró el haz láser a la muestra, éstas fueron generadas con energías medidas de 1.1 mJ. (c) Microfractura que forma parte de un retrato en dos dimensiones, hecho en vidrio del Che Guevara, guerrillero que participó en algunos movimientos independentistas latinoamericanos. (d) se observan varias microfracturas que forman parte de una figura tridimensional (un delfín) hecha de manera comercial.

Una explicación plausible para esta aparente discrepancia es la siguiente:

Cuando se utiliza un haz con perfil marcadamente no gaussiano, sin previa selección de modos, la energía se focaliza en un volumen mucho mayor, y por consiguiente la densidad de energía es menor que la umbral necesaria para la ocurrencia de la microfractura. Sin embargo, si se selecciona la región central del haz, y por consiguiente los modos que se propagan próximos al eje óptico del sistema, entonces la energía se focalizará en un volumen mucho menor observándose una drástica disminución de la energía umbral. Este análisis puede explicar por que pulsos de 50 mJ sin selección de modos no producen microfracturas, sin embargo si se selecciona la parte central de este haz reduciendo la energía del pulso hasta 1mJ entonces si se producen microfracturas.

Conclusiones

De los estudios realizados en el presente trabajo se concluye lo siguiente:

- 1.- Se caracterizó detalladamente el haz utilizado para conocer los parámetros del mismo y cómo éstos influyen en las características de las microfracturas generadas.
- 2.- La disminución de la energía que es focalizada hacia el interior de la muestra disminuye el tamaño de las microfracturas producidas.
- 3.- Para un haz con perfil no Gaussiano, la selección de la sección central del mismo (los modos más próximos al centro) produce una drástica disminución de la energía umbral de daño en el material.
- 4.- El uso de un iris para seleccionar la sección más próxima al eje óptico del haz láser, favorece la disminución de tamaño de la microfracturas, ya que el perfil transversal del haz se aproxima más a una distribución gaussiana de energía, la cual favorece el enfoque en el interior en una zona de menores dimensiones.
- 5.- El uso de un expansor de haz antes de la lente de enfoque, disminuye el tamaño de la microfractura ya que permite seleccionar la sección del haz más próxima al eje óptico de la cavidad láser donde la distribución de energía del haz se aproxima más a una distribución gaussiana.
- 6.- En las condiciones experimentales que se estudió la dinámica de formación de las microfracturas no se puede concluir que el uso del régimen multipulso con Q-switch pasivo contribuya a la disminución de la energía umbral para formación de microfracturas.
- 7.- El uso de un láser en régimen monomodo con un perfil aproximadamente Gaussiano, pulsos de baja energía ($\sim 1\text{mJ}$) y un iris para seleccionar la parte central del haz permite fabricar microfracturas de forma y tamaño comparable con las microfracturas fabricadas comercialmente.

RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS

1.- Para el estudio del proceso de formación de las microfracturas, se recomienda la realización de experimentos utilizando un láser cuya estructura de modos sea lo más próximo a una distribución Gaussiana.

2.- Para mejorar la estructura de modos del láser utilizado en el presente trabajo de tesis se recomienda aumentar las dimensiones de la cavidad óptica (separar los espejos reflectores a una mayor distancia).

3.- Para la realización de los experimentos en un tiempo menor se recomienda la utilización de un láser que pueda trabajar a una mayor frecuencia y que posea una mejor estabilidad energética.

4.- En experimentos relacionados a la dinámica de formación de la microfractura utilizando el régimen de multipulsos se recomienda:

a) La utilización de una fotomultiplicadora con mayor sensibilidad y una disminución de las dimensiones del haz de prueba. Estos cambios permitirán obtener una mejor resolución espacial y temporal de la señal de prueba con lo cual se obtendrá mayor información respecto a los procesos que tienen lugar durante la generación de la microfractura.

b) Mantener el láser en el nivel máximo de excitación (Nivel 1). Utilizando el iris, disminuir la energía de la serie de pulsos (y por tanto la de cada pulso) hasta valores próximos a la energía umbral. En estas condiciones experimentales verificar si el régimen de múltiples pulsos favorece la disminución de la energía umbral para la formación de las microfracturas.

PRODUCTOS RELACIONADOS CON LA TESIS

Artículos en extenso

R. Reynaud, L. V. Ponce, M. A. Arronte, E. de Posada, E. Rodríguez, and T. Flores, Laser induced micro-cracks formation inside the glass, LIBS, and PILA measurements, Proc. SPIE, Vol. 7499, 749918 (2009)

Índice de figuras

Figura 1: Representación esquemática de la estructura interna del láser utilizado en este trabajo. La fuente de alimentación está compuesta básicamente por el transformador, una resistencia de carga (R) un banco de capacitores (C), un circuito de disparo o “Disparador” y un tiristor (T). Dentro del cabezal del láser están insertados: la lámpara de excitación (L), la barra de Nd:YAG o medio activo(MA), el reflector(R) y los espejos ($E1$ y $E2$). Una sección transversal del Reflector también es presentada.....	16
Figura 2: (a) Emisividad típica de una lámpara Xenón y absorbancia de una barra de Nd:YAG de 6 cm de longitud y 6 mm de diámetro en función de la longitud de onda. Ampliación e el intervalo de (b) 450-550nm y de (c) 820-920 nm demuestra que solo una pequeña porción de la energía emitida por la lámpara es absorbida en el medio activo.	18
Figura 3: (a) Diagrama simplificado de niveles de energía del ion Nd^{3+} dentro del cristal de YAG. Al nivel $^4F_{3/2}$ o nivel superior láser también se la conoce como nivel metaestable. La emisión fundamental se produce entre los niveles $^4F_{3/2}$ y $^4I_{11/2}$. (b) Barras de Nd:YAG similares al medio activo presente en el láser utilizado	19
Figura 4: Reflectividad vs longitud de onda para el espejo de 100% ($E1$) del láser utilizado en este trabajo. El espejo es fabricado para presentar máxima reflectividad en $\lambda=1064$ nm, que es la longitud de onda donde emite el láser. La curva es simétrica con relación a la longitud de onda para la cual fue diseñado, sin embargo no fue posible observar la parte restante por causa de intervalo de trabajo del espectrómetro UV-VIS Lamda 40.	20
Figura 5: Representación esquemática de la secuencia de procesos que acontecen en la cavidad del láser desde el momento en que se produce la excitación hasta que se genera la radiación láser.	21
Figura 6: Evolución temporal de las ganancias, las pérdidas y el pulso de salida en un láser con Q-switch activo. El Q-switch es activado en el momento que ya exista inversión de población (n_i). A partir de ese instante la potencia del pulso láser comienza a crecer exponencialmente pero llega a ser máxima cuando las ganancias igualen a las pérdidas remanentes en el sistema.	23
Figura 7: Representación típica de un Q-switch electro-Óptico, mostrando el comportamiento de todos los componentes del mismo (polarizador, celda de Pockel, lamina cuarto de onda), en estado encendido (“on”), y apagado (“off”).	25
Figura 8: Representación esquemática de un modulador acusto-óptico. La onda acústica que se propaga a través del cristal induce una variación periódica del índice de refracción (n). En estas condiciones, el cristal actúa como una red de difracción y desvía una parte de la radiación hacia el exterior de la cavidad.....	26
Figura 9: Representación esquemática de un Q-Switch mecánico con espejo giratorio. La amplificación dentro de la cavidad solo es posible en el intervalo de tiempo en que la superficie reflectora del espejo giratorio está perfectamente alineada con el eje óptico de la cavidad.	26
Figura 10: Representación esquemática de un Q Switch pasivo y su colocación en el interior de una cavidad láser	27
Figura 11: Diagrama de cuatro niveles de energía para el átomo de Cr dentro del cristal de YAG mostrando las transiciones de energía aplicables al Q-switch pasivo. El alto valor de la sección eficaz de la transición 1-3 ($\sigma_{1,3}$) demuestra que es una transición muy probable. La energía absorbida por esa transición rápidamente relaja al nivel 2, cuyo tiempo de vida es muy largo (4 μ s) y permite la saturación del dispositivo. La transición 2-4 tiene un tiempo de vida muy corto y no le permite la saturación, no obstante introduce pérdidas en el resonador cuando el Q-Switch se satura.	27
Figura 12: Secuencias de pulsos emitidas por dos láseres, (a) y (b) se diferencian únicamente en el tipo de material utilizado como Q-Switch. Para cada caso se presenta la separación entre pulsos contiguos.	29
Figura 13: Esquema instalación típica para la implementación de la técnica LIBS, en el se muestra la localización de los componentes empleados para la realización de esta técnica, como lo son el espectrómetro la fibra óptica, el fotodetector, y el láser	30

Figura 14: Pasos en la generación de la señal acústica. (a) absorción de radiación por la muestra, la cual produce pequeñas fluctuaciones del volumen en la muestra, (b) que se traducen en fluctuaciones de la presión de la atmósfera circundante a la muestra, (c) las cuales son captadas después como una señal acústica.	31
Figura 15: Celda fotoacústica cerrada, se aprecia como la luz modulada entra a la celda por medio de una ventana no absorbente, ésta llega a la muestra donde es absorbida, generando fluctuaciones en la presión circundante, que son captadas por un micrófono como sonido.	32
Figura 16: Celda fotoacústica abierta, se aprecia como la luz modulada entra a la celda por medio de una ventana no absorbente, ésta llega a la muestra donde es absorbida, generando fluctuaciones en la presión circundante, que son captadas por un micrófono como sonido.	32
Figura 17: (a) Vista del interior del cabezal láser armado en base a un medio activo de Nd:YAG, excitado ópticamente por una lámpara de Xenón. (b) vista exterior y (c) vista interior de la fuente de alimentación del láser.	33
Figura 18: (a) Telescopio usado en el Proceso de Alineación (b) Proyección de los Planos/Cruces producto de las reflexiones de los espejos y medio activo del cabezal láser, el Telescopio	34
Figura 19: Esquema de alineación del Cabezal Láser, con ayuda de un telescopio, se muestran los soportes sobre los cuales descansan los espejos delantero y trasero del cabezal, los cuales fueron modificados	35
Figura 20: Esquema de Alineación del Cabezal Láser, con ayuda del láser visible (diodo láser, o láser Argon), se muestra los diversos componentes empleados y la disposición de los mismos, indicando la función de cada uno de los espejos, y la importancia de que todos estén a la misma altura (H)	35
Figura 21: Arreglo experimental utilizado para el estudio de la evolución temporal de la secuencia de pulsos emitida por el láser después de cada disparo, así como la duración de cada uno de ellos.	37
Figura 22: Serie de pulsos emitida por el láser, para tres de los niveles de energía utilizados en el presente trabajo: (a) Nivel 1; (b) Nivel 3; (c) Nivel 5. (d) Ancho de pulso típico en cada nivel.	38
Figura 23: (a) Gráfica en la cual se muestran los valores de energía que es capaz de entregar el láser utilizado, en los diferentes niveles de energía, además de mostrar la evolución del ancho de los pulsos de las series, que emite el mismo a la salida en cada disparo en los diferentes niveles de energía, (b) tabla los valores energía en cada nivel del mismo, además del voltaje presente en los capacitores del circuito de carga en cada nivel, los valores de ancho de pulso por nivel de energía, y la densidad de energía por nivel.	39
Figura 24: Instalación para la obtención del perfil del haz. Se observan las distancias a las cuales fueron realizadas las mediciones, el haz fue bloqueado con la ayuda de una navaja, que se desplazaba una distancia constante (0.254 mm), hasta lograr tapar por completo el haz.	39
Figura 25: Gráficas donde se aprecia el perfil del haz medido (a) muy próximo a la salida del cabezal láser, y (b) a 55 cm del cabezal. Los valores graficados son valores promediados de las tres repeticiones realizadas para cada posición de la navaja. Se observa que el tamaño del haz en las proximidades del cabezal es de alrededor de los 6 mm.	40
Figura 26: Instalación experimental, se muestra a manera de esquema como se realizó la “impresión del haz producido por el láser, se muestran las distancias a las cuales se realizaron las impresiones.	41
Figura 27: en la figura (a) se muestra la impresión producida por un disparo sobre la pantalla de papel oscuro colocada a 4.5 cm de la salida de nuestro láser, la cual tienen aproximadamente un diámetro de 6 mm, en la figura (b) se muestra la impresión hecha tras diez disparos a la pantalla de papel oscuro, la cual presenta un diámetro aproximado de 1.3 cm. La energía de los disparos fue aproximadamente 139 mJ.	41
Figura 28: se muestra la impresión dejada por tres diferentes disparos, producidos en tres diferentes lugares, de una pantalla de papel oscuro, todos los disparos realizados a los mismos valores de energía (aprox. 139.3 mJ), producidos en el punto de enfoque, de una lente con distancia focal de 5 cm, la cual fue colocada a 55 cm de la salida del láser, se aprecia que el diámetro aproximado del haz es de 1.1 a 1.3 mm.	41
Figura 29: Curva de Transmisión de una de las muestras de BK7 con las que se trabajo, tomada con UV/VIS.	42
Figura 30: Diagrama Instalación experimental montada para la captura de los espectros LIBS producto de la generación de microfracturas al interior de las muestras de vidrio BK7, mostrando los diversos componentes empleados para la captura (fibra, espectrómetro) y sincronización (fotodetector y osciloscopio).	43

Figura 31: Espectros de emisión obtenidos al irradiar las muestras de vidrio con pulsos de diferentes energías. (a) Espectro de emisión LIBS producto de la irradiación con un disparo de 153 mJ, constituido por una serie de 3 pulsos. (b) el espectro fue producido por un disparo de 114 mJ constituido por una serie de 2 pulsos. (c) Espectro producido por un disparo de 51 mJ constituido de un solo pulso. Se observan las líneas emitidas para diferentes longitudes de onda (251.11 nm, 288.88 nm, 373.94 nm, entre otras).	45
Figura 32: Gráfica con las intensidades de picos de las siguientes longitudes de onda: 288.381 nm, 373.942 nm, 422.91 nm, 559.311 nm, 616.26 nm, 766.81 nm, obtenidas con series de 3 micropulsos, mostrando las diferentes pendientes.....	46
Figura 33: Gráfica con las intensidades de picos de las siguientes longitudes de onda: 252.11 nm, 317.98 nm, 373.94 nm, 412.84 nm, 777.44 nm, obtenidas con series de 2 micropulsos, mostrando las diferentes pendientes.....	46
Figura 34: Gráfica con las intensidades de picos de las siguientes longitudes de onda: 436.152 nm, 519.292 nm, 558.92 nm., obtenidas con 1 micropulso, mostrando las diferentes pendientes.....	47
Figura 35: (a) Muestra de como ocurre la amplificación emisión de modos transversales no paralelos al eje óptico de la cavidad en el interior de la misma, (b) Instalación experimental, mostrando la configuración de enfoque, y la disposición de los diversos componentes empleados, se muestra a manera de esquema cómo los modos transversales más alejados del eje óptico de la cavidad logran ser amplificados debido a lo reducido de la cavidad, y por consecuencia, la cercanía de los espejos dentro de la misma, se muestra además al alejar la lente de enfoque se evita el enfoque de los modos no paralelos al eje óptico de la cavidad.	48
Figura 36: Instalación experimental utilizada para diferentes estudios relacionadas al proceso de formación de las microfracturas.	49
Figura 37: Comparación de la señal acústica producto de irradiaciones a el interior de las muestras de vidrio para tres energías de irradiación diferentes: (a) El pulso láser con una energía $E_p = 0.409$ mJ, no produjo daño. (b) El pulso láser con una energía $E_p = 0.64$ mJ comienza a generar una fractura (fractura incipiente) en el material. (c) Pulsos láser con energía igual o superior a $E_p = 0.95$ mJ generan fracturas evidentes en el material.	49
Figura 38: Espectros LIBS obtenidos de la emisión de plasma generada desde el interior de vidrio. (a) Plasma generado al irradiar por primera vez en un área "limpia". (b) espectro generado por una segunda irradiación en la misma zona, apreciándose como crece la intensidad de la radiación emitida. (c) espectro generado por la quinta irradiación se observa como el espectro casi ha desaparecido por completo, y (d) en el espectro producto de la sexta irradiación ya el espectro ha desaparecido totalmente.	51
Figura 39: Disminución de la intensidad del láser puntero que atraviesa la muestra de BK7, en dependencia del numero de irradiaciones sucesivas en la misma zona, con pulso de energía similar (1.43 mJ).....	53
Figura 40: Oscilograma tomado en condiciones de umbral de microfractura, se aprecia la forma del pulso producido en estas condiciones además de su ancho promedio, se muestra la energía medida en 4 disparos en estas condiciones, además del voltaje del circuito de carga de la lámpara con la que se realizó el bombeo, el ancho de pulso y la densidad de energía obtenida de cada disparo.....	54
Figura 41 Arreglo experimental utilizado para estudiar la dinámica de formación de la microfractura en régimen de múltiples pulsos. La señal del láser de prueba ($\lambda = 532$ nm) es monitoreada con ayuda del fotomultiplicador (PM) acoplado al monocromador (MC). Como señal de disparo para el osciloscopio fue utilizado el pulso láser medido en el fotodiodo(FD).....	55
Figura 42 Variación de la intensidad del láser de prueba que llega al foto-multiplicador en función del tiempo para tres disparos conteniendo una serie de tres pulsos láser con energía total de 153 mJ. Cada uno de los tres eventos genera una fractura de forma diferente. (a) La intensidad varía poco después de los dos primeros pulsos y solamente después del tercer pulso de la serie, la intensidad decrece hasta el valor mínimo. (b) La intensidad disminuye gradualmente después de cada pulso láser. (c) Solamente el tercer pulso genera la mayor disminución de intensidad.	56
Figura 43 Variación de la intensidad del láser de prueba que llega al foto-multiplicador en función del tiempo para tres disparos conteniendo una serie de dos pulsos láser con energía total de 114 mJ. Cada uno de los tres eventos genera una fractura de forma diferente. (a) La intensidad disminuye al mínimo valor después del primer pulso. (b) La intensidad disminuye substancialmente después del	

primer pulso láser y alcanza el mínimo valor después del segundo pulso. (c) La intensidad disminuye al mínimo valor después del segundo pulso.	56
Figura 44 Variación de la intensidad del láser de prueba que llega al foto-multiplicador en función del tiempo para tres disparos conteniendo una serie de un pulso láser con energía total de 50 mJ. En cada uno de los eventos la intensidad del láser de prueba disminuye después del pulso láser.	57
Figura 45: Fracturas creadas para diferentes valores de energía, y diferentes distribución de modos transversales en el haz. (A) Imagen de una microfractura generada por una secuencia de tres pulsos (Nivel 1) de energía con una energía total de 153 mJ y el iris totalmente abierto. (B) Imagen de una fractura generada por un disparo que consiste de un solo pulso láser con energía de 50 mJ y duración de aproximadamente 65 ns y el iris totalmente abierto.	58
Figura 46: (a) Fractura generada por un pulso láser de 11 mJ obtenido a partir de pulso de 50 mJ reducido con un iris circular. (b) Fractura generada por un pulso de 7 a 8.4 mJ que incluyó además un expansor de haz.	59
Figura 47: Microfracturas realizadas con una energía (a) 2 mJ y (b) 1.1mJ con un láser de Nd:YAG presente en el CCADET de la UNAM.	59
Figura 48: (a) Morfología y tamaño de 2 microfracturas en la dirección de propagación del haz láser en el interior de las muestras de vidrio. (b) Morfología y dimensiones de las mismas 2 microfracturas vistas de frente por la cara de la muestra en donde entró el haz láser a la muestra, éstas fueron generadas con energías medidas de 1.1 mJ. (c) Microfractura que forma parte de un retrato en dos dimensiones, hecho en vidrio del Che Guevara, guerrillero que participó en algunos movimientos independentistas latinoamericanos. (d) se observan varias microfracturas que forman parte de una figura tridimensional (un delfín) hecha de manera comercial.	61

Referencias Bibliográficas

-
- [1] C. R. Giuliano, Appl. Phys. Lett. 5, 137 (1964).
- [2] G. H. Cullom and R. W. Waynant, Appl. Opt. 3, 989 (1964).
- [3] Sacchi, Ca. J. Opt. Soc. Am. B, v.8, 337 (1991)
- [4] Joglekar, Ap; Liu, H; SpoonerR, GJ; Meyhofer, E; Mourou, G. & Hunt, A J. Appl. Phys. B, v.77, 25 (2003).
- [5] Markolf, Hn. Laser-Tissue Interactions, 1^a. Ed., Berlin: Springer, 1999.
- [6] C.W. Carr, H. B. Radousky, A. M. Rubenchik, M. D. Feit, and S. G. Demos, *Localized dynamics during laser-induced damage in optical materials*, Physical Review Letters 92, 087401 (2004).
- [7] O. M. Efimov, K. Gabel, S. V. Garnov, L. B. Glebov, S. Grantham, M. Richardson, M. J. Soileau, *Color-center generation in silicate glasses exposed to infrared femtosecond pulses*, Journal of the Optical Society of America B Vol. 15 (1), 196 (1998)
- [8] L. Gallais, J.Y. Natoli, C. Amra, *Statistical study of single and multiple pulse laser-induced damage in glasses - Laser-induced damage creates interior images*, Optics Express, Vol. 10, 1465-1474 (2002)
- [9] CH. Muhling, W. Triebel, S. B. Zollman, D. Grebner, *In situ diagnostics of pulse laser-induced defects in DUV transparent fused silica glasses*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, 698-703 (2000)
- [10] Stavros G. Demos, M. Staggs, K. Minoshima, J. Fujimoto, *Characterization of laser induced damage sites in optical components*, Optics Express Vol. 10 No. 25, 1445-1450 (2002)
- [11] M.H. Kong, K. Sugioka, Y.F. Lu. K. Midorikawa , T. C. Chong, *Laser Microfabrication Of Transparent Hard Materials And Signal Diagnostics*, Applied Surface Science 186, 556-561 (2002)
- [12] Rusell S. Harmon, F. C. Delucia, C. E. Mcmanus, N. J. Mcmillan, T. F. Jenkins, M. E. Walsh, A. Miziolek, *Laser-induced breakdown spectroscopy – An emerging chemical sensor technology for real-time field-portable, geochemical, mineralogical, and environmental applications*, Applied Geochemistry: Exploration, Environment, Analysis February Vol. 5 No. 1, 730-731 (2005)
- [13] S. Sickfoose, P. Scott, *Feasibility Study Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS) As A Glass Melt Monitor*, pp.1
- [14] M. Navarrete, V. Muniz, L Ponce, T Flores, *Photoacoustic Detection Of Microcracks Induced In BK-7 Glass By Focused Laser Pulses*, Optics and Lasers in Engineering, 5-11 (2003)
- [15] A.A Manenkov, A.M.Prokhorov, Uspekhi Fiz. Nauk.,148(1), 179-211 (1986)
- [16] N. Bloembergen, Nonlin.Opt. and Mat.,6(4), 377-385 (1997)
- [17] A.A. Manenkov, Quant.Electron.,33(7), 639-644 (2003)
- [18] http://spiedl.org/browse/vol_level.jsp?type=stia&scode=LST11
- [19] S.C. Jones *et al.*, Opt. Eng. 28, 1039 (1989).
- [20] A. Schmid *et al.*, Phys. Rev. B 16, 4569 (1977).
- [21] M. J. Soileau, *40 year retrospective of fundamental mechanisms*, Proc. SPIE Vol. 7132, 713201 (2008)
- [22] A.A. Manenkov, *Fundamental mechanisms of laser-induced damage in optical materials: understanding after 40 years of research*, Proc. SPIE Vol. 7132, 713202 (2008)
- [23] J. P. Anthes and Michael Bass, Applied Physics letters, Vol. 31, No 7 (1977).
- [24] Roger M. Wood; *Laser-Induced Damage of optical materials*, Institute of Physics Publishing, Bristol
- [25] P. V. Avizomis and T. Farrington, Appl. Phys. Lett. 7, 205 (1965).
- [26] S. A. Akhmanov *et al.*, Usp. Fiz Nauk 93, 19 (1967) [Sov. Phys.-Usp. 10, 609 (1968)].
- [27] Leonid B. Glebov, *Intrinsic laser-induced breakdown of silicate glasses*, School of Optics/CREOL, University of Central Florida Orlando, FL 32816-2700, 1997
- [28] A. J. Glass and A. H. Guenther, *Laser Induced Damage of Optical Elements—a Status Report*, Applied Optics, Vol. 12, Issue 4, pp. 637-649 (1973).
- [29] M. Bass and H. H. Barrett, “*Laser-induced damage probability at 1.06 μm and 0.69 μm*”, Appl. Opt., 12(4):690-699 (1973)
- [30] A.E. Chmel, Critical review: Fatigue laser-induced damage in transparent materials, Department of Fracture Physics, Ioffe Physico-Technical Institute, Russian Academy of Sciences, St. Petersburg 194021, Russia
- [31] IUPAC Compendium of Chemical Terminology 2nd Edition (1997), <http://old.iupac.org/publications/compendium/>
- [32] F. J. McClung and R.W. Hellwarth, Giant optical pulsations from ruby, Journal of Applied Physics, 33(3):828–829 (1962).

-
- [33] R.W. Hellwarth. *Theory of the pulsation of fluorescent light from ruby*, Physical Review Letters, 6:9–12 (1961).
- [34] F.J. McClung and R.W. Hellwarth. *Characteristics of giant optical pulsations from ruby*. Proceedings of the IEEE, 51:46–53 (1963).
- [35] C. W. Carr, M. D. Feit, A. M. Rubenchik, P. Demange, S. Kucheyev, M. D. Shirk, H. B. Radousky, and S. G. Demos, *The Nature of Emission from Optical Breakdown Induced by Pulses of fs and ns Duration*. Proceedings of SPIE Vol. 5647, 494-499 (2005)