



FACULTAD DE CIENCIAS

SECCIÓN DE FÍSICA

---

**Estudio del cambio de índice de refracción inducido en  $SiO_2$  mediante láser de femtosegundo**

---

Mayo, 2024

Autor: Mario Ríos Jiménez

Supervisado por: Dr. Omar de Varona Ortega

## Abstract

Today's world is undergoing technological transformations at a dizzying pace. Since the 1990s, the development of the Internet and electronic devices has changed the way society views the world. This change was accentuated due to Covid-19, as people in the first world began to telecommute, study online and even socialise over networks. The changes brought about by the pandemic have accelerated society's demand for technology, making the development of communications essential these days.

Photonics is a branch of physics with direct application in industry. Fabricating nanometric structures embedded in materials using femtosecond lasers is of special relevance, as it makes it possible to manufacture all kinds of devices that interact with light in various ways.

This Final Degree Project aims to study silica,  $SiO_2$ , a glass that the scientific community can rely on to continue the development of structural modification with femtosecond lasers in this material. Specifically, the project is about the study of the change of refractive index using femtosecond laser. A detailed study of the operation of the laser and its experimental setup has been carried out. The process consisted of a calibration part and a measurement part. In particular, the object of research was the relationship between the distance at which it is necessary to move the microscope objective, which is responsible of focusing the laser beam inside the sample, and the real depth at which the writing is produced. This calibration provides precision when manufacturing at specific depths within the material. Likewise, the threshold pulse energy at which the refractive index change begins to be seen was determined, as well as studying the threshold values at which effective chemical attack begins to be seen. For this purpose, strong bases such as potassium hydroxide or sodium hydroxide were used. Subsequently, three-dimensional planes with different configurations were fabricated to study the induced index change and to analyse which parameters are relevant for the modification of the index.

In total, 12 planes were produced with three different configurations, taking different energy doses. To characterise them, a collaboration was carried out with the company Woptix S. L, which holds a patent for an algorithm capable of measuring the optical path difference of light using a quantitative phase technique. The observed refractive index changes were both positive and negative, depending on the energy dose, being of the order of  $\sim 10^{-4}$  for the former ones and of the order of  $\sim -10^{-3}$  for the latter ones. After comparing them in terms to the energy dose, it was possible to find a behavioural profile. The innovation of this project lies in the fact that not only has the pulse energy been varied, but also other parameters such as scanning speed and overlap have been modified, demonstrating the relevance of these parameters in photonic fabrication.

## Resumen general

El mundo actual está sufriendo transformaciones tecnológicas a un ritmo vertiginoso. Desde los años 90's, el desarrollo de Internet, así como el de los dispositivos electrónicos, ha cambiado la manera de ver el mundo de la sociedad. Este cambio se acentuó a raíz del Covid-19, pues la población del primer mundo empezó a teletrabajar, a estudiar online, e incluso, a socializar por las redes. Los cambios producidos por la pandemia han acelerado la demanda tecnológica de la sociedad, por lo que el desarrollo de las comunicaciones se hace imprescindible hoy en día.

La fotónica es una rama de la física con aplicación directa en la industria. Fabricar estructuras nanométricas embebidas en materiales empleando láseres de femtosegundo es de especial relevancia, pues permite fabricar todo tipo de dispositivos que interaccionen con la luz de diversas maneras.

Este Trabajo de Final de Grado trata de estudiar Sílice,  $SiO_2$ , un vidrio en el que la comunidad científica puede apoyarse para continuar el desarrollo de la modificación estructural con láser de femtosegundo en este material. En concreto, el trabajo trata del estudio del cambio de índice de refracción mediante láser de femtosegundo. Se ha hecho un estudio detallado del funcionamiento del láser y su configuración experimental. El proceso se compuso de una parte de calibración y otra de medida. Específicamente, se ha estudiado la relación existente entre la distancia a la cuál es necesario desplazar el objetivo del microscopio, responsable de enfocar sobre la muestra el haz láser, con la profundidad real a la que se produce la escritura. Esta calibración aporta precisión a la hora de fabricar en profundidades específicas dentro del material. Asimismo, se determinó la energía del pulso umbral para la cual empieza a apreciarse cambio de índice de refracción, así como estudiar los valores umbrales a los cuales empieza a apreciarse ataque químico efectivo. Para ello se han empleado bases fuertes como hidróxido de potasio o hidróxido de sodio. Posteriormente, se fabricaron planos tridimensionales con diferentes configuraciones para estudiar el cambio de índice inducido y analizar qué parámetros son relevantes para la modificación de este.

En total, se fabricaron 12 planos con tres configuraciones diferentes, tomando distintas dosis de energía por unidad de volumen. Para caracterizarlos, se realizó una colaboración con la empresa Woptix S. L, que posee una patente de un algoritmo capaz de medir la diferencia de camino óptico de la luz mediante una técnica cuantitativa de fase. Los cambios del índice de refracción observados fueron tanto positivos como negativos, dependiendo de la dosis de energía, siendo del orden de  $\sim 10^{-4}$  para los cambios positivos y del orden de  $\sim -10^{-3}$  para los negativos. Tras compararlos respecto a la dosis energética se pudo hallar un perfil de comportamiento. La innovación de este proyecto radica en que no solo se ha variado la energía del pulso, sino que se han modificado otros parámetros como la velocidad de escaneo o el *overlap* evidenciándose la relevancia de estos parámetros en la fabricación fotónica.

## Agradecimientos

A mi padre Mario, por ser mi inspiración, mi motivación y mi guía durante toda mi vida. Gracias por transmitirme tu pasión por la física y tus enseñanzas de vida. Gracias por hacerme ser quien soy.

A mi hermana Yessenia, por ser mi mejor amiga. Papá y tú han sido mis pilares en este camino recorrido.

A mis tíos, Eli y Ayoze, y mis primas, Sheila y Daniela, por todo el cariño y educación recibida.

A Eva, por ser mi apoyo, mi compañera de vida. Gracias por estar en todo momento a mi lado.

A Edelvais, por cambiarme la manera de pensar. Gracias por toda la educación que nos diste a mi hermana y a mí.

A Carlos Cairós y Omar de Varona, sin la ayuda de ustedes realizar este proyecto no hubiera sido posible.

Y por último, a Manuela por toda la ayuda recibida durante el transcurso del proyecto; a todas las personas que han pasado por mi vida aportando un granito de felicidad; al Colegio Mayor San Fernando, por acompañarme en estos años llenos de grandes momentos; y a todos los científicos de los que me he nutrido durante mi educación y a los que tanto admiro.

A todos ellos, muchas gracias de corazón.

*Mario Ríos Jiménez*  
22 de mayo de 2024  
La Laguna

# Índice

<b>Abstract</b>	<b>i</b>
<b>Resumen general</b>	<b>ii</b>
<b>Agradecimientos</b>	<b>iii</b>
<b>Glosario</b>	<b>v</b>
<b>1 Introducción</b>	<b>1</b>
1.1 Objetivos . . . . .	1
<b>Summary: Introduction</b>	<b>2</b>
<b>2 Marco teórico</b>	<b>3</b>
2.1 Fotoionización no lineal . . . . .	3
2.2 Efecto avalancha . . . . .	4
2.3 Cambios en la forma del material . . . . .	4
2.4 Láser . . . . .	6
2.4.1 Haz láser gaussiano . . . . .	6
2.4.2 Parámetros del láser . . . . .	8
2.5 Caracterización del cambio del índice de refracción . . . . .	10
<b>Summary: Theoretical background</b>	<b>11</b>
<b>3 Metodología</b>	<b>12</b>
3.1 Configuración experimental . . . . .	12
3.2 Calibración de la profundidad deseada . . . . .	14
3.3 Umbrales de energía del pulso y del tamaño del poro . . . . .	16
3.4 Fabricación y caracterización de planos . . . . .	16
<b>Summary: Methodology</b>	<b>19</b>
<b>4 Discusión de resultados</b>	<b>20</b>
4.1 Calibración de la profundidad deseada . . . . .	20
4.2 Umbrales de energía del pulso y del tamaño del poro . . . . .	21
4.3 Fabricación y caracterización de planos . . . . .	23
<b>Summary: Discussion of results</b>	<b>32</b>
<b>5 Conclusión</b>	<b>33</b>
<b>Summary: Conclusion</b>	<b>33</b>

## Glosario

$n$	Índice de refracción
$n_0$	Índice de refracción ordinario
$n_e$	Índice de refracción extraordinario
$\Delta n$	Cambio de índice de refracción
$SiO_2$	Dióxido de silicio
$E_{gap}$	Energía de la banda prohibida
$m_f$	Número de fotones
$h$	Constante de Planck ( $\sim 6.626 \cdot 10^{-34} J \cdot s$ )
$c$	Velocidad de la luz en el vacío ( $3 \cdot 10^8 m / s$ )
$\lambda$	Longitud de onda
$\gamma$	Parámetro de Keldish
$\omega_l$	Frecuencia del láser
$e$	Carga del electrón ( $\sim -1.6 \cdot 10^{-19} C$ )
$m$	Masa reducida
$\epsilon_0$	Permitividad eléctrica del vacío ( $\sim 8.85 \cdot 10^{-12} F / m$ )
$I$	Intensidad del láser
$FCA$	Mecanismo de absorción de portadores libres
$NA$	Apertura numérica
$E_p$	Energía del pulso láser
$E_T$	Energía umbral
$\tilde{E}$	Campo eléctrico de un haz gaussiano
$spot$	Mancha o punto sobre el cual se focaliza el haz
$\omega_0$	<i>Waist radius</i> (radio donde se focaliza la mayor densidad de energía del haz)
$\omega$	Tamaño del <i>spot</i> del haz
$r$	Coordenada gaussiana radial
$k$	Número de onda
$\phi$	Fase de Gouy
$M^2$	Factor de calidad del haz láser

$z_R$	Longitud de Rayleigh (mitad de la profundidad del foco)
$R$	Radio de curvatura
$D_{Airy}$	Disco de Airy (tamaño completo del primer anillo del patrón de Airy)
$D_{FWHM}$	Disco de Airy para el ancho completo a la mitad del máximo
$D_{1/e^2}$	Disco de Airy para cuando la intensidad decae un factor $1/e^2$
$PRR$	Frecuencia de repetición del pulso
$P_m$	Potencia media entregada por el láser
$F$	Fluencia del láser
$QPI$	Técnica de fase cuantitativa ( <i>Quantitative Phase Imaging</i> )
$OPD$	Diferencia de camino óptico
$t$	Grosor de la muestra
<i>Overlap</i>	Solape entre dos pulsos consecutivos
$\Delta x$	Desplazamiento entre dos pulsos consecutivos en la dirección $x$
$\Delta y$	Desplazamiento entre dos pulsos consecutivos en la dirección $y$
$\Delta z$	Desplazamiento entre dos pulsos consecutivos en la dirección $z$
$D$	Profundidad en la muestra a la que se produce grabado láser
$Z_{stage}$	Distancia de enfoque del objetivo para escribir a una profundidad deseada
$v$	Velocidad de escaneo
$d_{desenfoque}$	Distancia de desenfoque
$\frac{E_p}{\Delta x \Delta y \Delta z}$	Dosis de energía aplicada por unidad de volumen

# 1 Introducción

Es posible modificar propiedades de materiales en regiones localizadas mediante la aplicación de láseres intensos. El desarrollo de láseres ultrarrápidos ha permitido inducir una fuerte absorción en materiales que son, incluso, transparentes al haz del láser ultrarrápido. El micromecanizado que resulta al incidir con láser de femtosegundo se debe a que la energía del haz se transfiere al material, ionizando una gran cantidad de electrones que transmiten su energía a la red cristalina, provocando modificaciones en el material. Esta transferencia de energía a la red ocurre en un tiempo del orden de los picosegundos. En pocos nanosegundos una onda de choque se separa del volumen focal, que se encuentra denso y a alta temperatura, de modo que existe una difusión de calor fuera del volumen focal [1].

Para realizar procesos de micromecanizados es una mejor estrategia el empleo de láser de femtosegundo frente a los láser de duración mayor de los picosegundos. Esto se debe a que, para pulsos del orden de los subpicosegundos, el tiempo en que los electrones son excitados es menor que el tiempo que se tarda en dispersar la energía. Es decir, un pulso láser de femtosegundo termina antes de que los electrones exciten térmicamente a cualquier ión. Además, la difusión de calor en la región externa del área focal se minimiza, otorgando mayor precisión. El desarrollo y aplicación de esta técnica es prometedora, destacando aplicaciones directas en el desarrollo de guías de onda [2], redes de Bragg [3], canales microfluídicos [4] o almacenamiento de datos [5]. El uso de esta tecnología supone la creación de un campo totalmente innovador en la fabricación de materiales, ya que aprovechando el rápido enfriamiento de un material tras tratamiento láser, es posible optimizar el procesamiento de materiales e incluso inducir transiciones de fase. Otras ramas científicas también se ven beneficiadas del desarrollo de la tecnología del láser de femtosegundo, como la biología o la química pues es posible fabricar estructuras a microescalas que sirvan de herramienta para estudios en dichas ciencias [6].

La sílice es un material abundante en la Tierra, encontrándose en forma de vidrio con la propiedad de que su índice de refracción, para longitud de onda en el infrarrojo cercano, es de  $n = 1.45$ , siendo resistente al choque térmico. Esto le confiere unas características altamente valiosas para aplicaciones ópticas como la fabricación de lentes, ventanas espaciales o satélites, así como aplicaciones electrónicas [7]. El estudio efectuado en este trabajo trata de modificar el índice de refracción en ciertas regiones del mismo para su aplicación en ingeniería fotónica.

## 1.1 Objetivos

La experiencia que se relata en este trabajo ha consistido en crear planos embebidos en un material óptico con un índice de refracción distinto al del resto del vidrio. En este proyecto se ha optado por usar sílice,  $SiO_2$ , pretendiendo inducir un cambio suave en el índice de refracción mediante un láser de femtosegundo. Para ello, es necesario cumplir tres objetivos básicos:

1. **Calibración y determinación de profundidades:** para escribir en el material a una cierta profundidad,  $D$ , hay que mover una distancia,  $Z_{stage}$ , el objetivo del microscopio para desplazar el haz gaussiano. La relación entre la profundidad y la distancia es directa y lineal. No obstante, se calibrará dicha relación experimental-



mente. Conociendo la relación que liga ambas variables es posible escribir a una profundidad arbitraria dentro del material.

2. **Determinación de la energía umbral,  $E_T$**  : para poder modificar el material es necesario aplicar energías de pulso tales que se encuentren por encima de la energía umbral; en caso contrario no se producirá modificación. Escribiendo a varias profundidades, a distintas energías de pulso,  $E_p$ , es posible obtener una estimación cuantitativa de la energía del pulso para inducir cambios en el material para cualquier profundidad. Análogamente, se puede obtener una relación entre el ataque químico (o *etching* en inglés), en función de la profundidad, y la energía del pulso.
3. **Caracterización del cambio de índice de refracción** : tras realizar los objetivos anteriores, será posible escribir con cierto grado de precisión a la profundidad deseada del vidrio. La finalidad de este apartado es la creación de planos con un cambio de índice a la misma profundidad, variando parámetros significativos en su fabricación. Posteriormente, con la colaboración de la empresa Woptix S.L, se estimará el cambio cuantitativo de índice de refracción de los planos respecto al vidrio original.

## Summary: Introduction

It is possible to modify material properties in localised regions by applying intense laser pulses. There are several direct applications, such as the development of waveguides [2], Bragg gratings [3], microfluidic channels [4] or data storage [5]. The study carried out in this project attempts to modify the refractive index in certain  $SiO_2$  regions with the aim of manufacturing planes embedded in the material with different indices. In order to develop such research, it is necessary to know the relationship between the distance at which the microscope objective is focused and the actual writing depth, to find pulse energy thresholds when index change or chemical attack occurs, and to measure the sizes of the affected regions at different energies.

## 2 Marco teórico

Un haz láser de femtosegundo, gracias a la energía suministrada que incide sobre un cierto material, es capaz de crear un plasma de electrones libres. La posterior difusión térmica en torno al volumen focal permite que el material se relaje modificándose estructuralmente. La energía suministrada por fotones en las longitudes de onda del visible y del infrarrojo cercano son insuficientes para producir absorción lineal por parte de un material transparente. El mecanismo para que los electrones sean excitados de la banda de valencia a la banda de conducción<sup>1</sup> se denomina fotoionización no lineal. Esta se divide en dos procesos llamados ionización multifotónica y efecto túnel. Gracias a ello, es posible producir un efecto avalancha con el cual un gran número de electrones promueven hacia la banda de conducción, creándose el plasma de electrones libres [8].

### 2.1 Fotoionización no lineal

La fotoionización no lineal consiste en el paso de un electrón desde la banda de valencia hacia la banda de conducción, dejando un hueco en la banda de valencia. Este proceso involucra dos mecanismos: ionización multifotónica y efecto túnel. La ionización multifotónica se produce como consecuencia de imprimir una frecuencia alta del láser, así como una intensidad reducida. Si se aplica la ecuación de Planck-Einsten es posible hallar una relación del el número de fotones necesarios para provocar una transición de un electrón a la banda de conducción. Esta viene dada por la ecuación 1, donde  $m_f$  es el número de fotones requeridos para excitar al electrón,  $h$  es la constante de planck,  $c$  es la velocidad de la luz en el vacío,  $\lambda$  es la longitud de onda de la luz y  $E_{gap}$  es la banda prohibida que se ha de superar si se quiere promocionar un electrón a la banda de conducción<sup>2</sup>. Con un número de fotones suficientes será posible la excitación de un electrón que pasará a la banda de conducción [9].

$$m_f h \frac{c}{\lambda} \geq E_{gap} \quad (1)$$

En cuanto al efecto túnel, para campos láseres fuertes y frecuencias bajas, el campo eléctrico fuerte del láser suprime al pozo coulombiano que liga al electrón de valencia con su átomo progenitor. Este electrón puede atravesar la barrera y promocionar a la banda de conducción, es decir, el láser es capaz de modificar la estructura de bandas del material reduciendo la separación energética entre las bandas energéticas [8].

Tanto el efecto túnel como la ionización multifotónica son procesos asociados a la fotoionización no lineal. Es posible conocer el régimen en el cual se trabaja mediante el parámetro de Keldysh  $\gamma$  [10].

$$\gamma = \frac{\omega_l}{e} \left[ \frac{m c n \epsilon_0}{I} \right]^{1/2} \quad (2)$$

Dicho parámetro se expresa en la ecuación 2 en función de la frecuencia del láser  $\omega_l$ , de la intensidad focal del pulso  $I$ , de la masa reducida  $m$  y la carga del electrón  $e$ , de la velocidad de la luz  $c$ , del índice de refracción  $n$  del material, de la permitividad del vacío  $\epsilon_0$ , y de la energía del gap  $E_{gap}$ . En función de los valores que pueda tomar dicho se distinguen tres casos [8]:

<sup>1</sup>Se denotará banda de conducción como BC y banda de valencia como BV.

<sup>2</sup>La frecuencia debe estar por debajo de la frecuencia umbral para que no se produzca un salto con un solo fotón, pues entonces sería ionización monofotónica.

- Si  $\gamma \gg 1.5 \Rightarrow$  Régimen de ionización multifotónica.
- Si  $\gamma \ll 1.5 \Rightarrow$  Régimen de efecto túnel.
- Si  $\gamma \sim 1.5 \Rightarrow$  La fotoionización es una mezcla entre los regímenes de ionización multifotónica y efecto túnel.

## 2.2 Efecto avalancha

La ionización por avalancha tiene lugar debido al proceso *free-carrier absorption* o FCA, que consiste en la absorción de un fotón por parte del material, que ocasiona que un portador (electrones o huecos) se excite ocupando un nivel de energía distinto al inicial, dentro de la misma banda. Concretamente, debido a dicho mecanismo, los electrones de la banda de conducción absorben fotones y ocupan niveles de energía más altos sin abandonar dicha banda. Tras esto, el electrón podrá tener una energía que exceda la mínima de la banda de conducción de modo que esta energía sea mayor que la separación energética entre bandas, por lo que si tuviera lugar un impacto de este electrón con otro de la banda de valencia, se lograrían dos electrones en la banda de conducción, ambos con la mínima energía. De nuevo, estos dos electrones podrían absorber secuencialmente nuevos fotones mediante FCA y provocar una ionización de la banda de valencia. Esto genera un crecimiento exponencial de número de electrones en la banda de conducción. A este fenómeno se le denomina efecto avalancha. Teniendo un número mínimo de electrones en la banda de conducción aportados gracias a la fotoionización no lineal, es posible aumentar la densidad de portadores debido al efecto avalancha [11]. Puede ocurrir que la frecuencia del plasma, es decir, la frecuencia de oscilación de los electrones del plasma entorno a un punto de equilibrio [12], se iguale con la frecuencia del láser. Entonces, el plasma empieza a comportarse como un fuerte absorbedor. Cuando se alcanza esta condición se dice que se ha alcanzado la densidad crítica de electrones libres. Al ocurrir esto, el material comienza a sufrir modificaciones [13]. En la figura 1 se ilustran los mecanismos involucrados en el desarrollo expuesto.

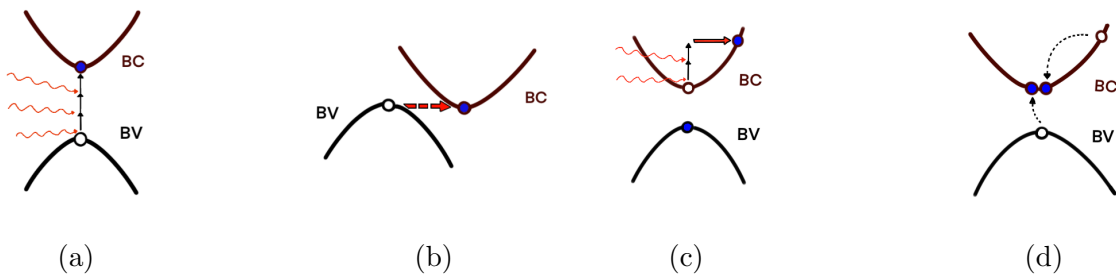


Figura 1: Interacción láser-materia. Los círculos sólidos representan los electrones, los vacíos a los huecos, y las ondas rojas representan fotones. Los procesos son: (a) ionización multifotónica inducida por láser de femtosegundo; (b) ionización por efecto túnel; (c-d) efecto avalancha que se divide en (c) absorción de portadores libres, FCA; (d) e ionización por impacto. Adaptado de [13, 14].

## 2.3 Cambios en la forma del material

Los procesos de fotoionización y el efecto avalancha son capaces de inducir una absorción no lineal de la energía suministrada, que es responsable de crear un plasma de

electrones libres en un cierto volumen. Al transferir la energía de los electrones al material se producen cambios estructurales permanentes. Además, es posible realizar cambios estructurales dentro de la muestra sin afectar a la superficie, permitiéndolo crear estructuras embebidas en la muestra.

Asimismo, parámetros del láser como la energía del pulso, su duración, la frecuencia de repetición, la velocidad de escaneo, la longitud de onda, la polarización, la energía del gap  $E_{gap}$ , la conductividad térmica y la apertura numérica <sup>3</sup>,  $NA$ , del objetivo son relevantes en el cambio de morfología del material [16]. En la literatura se distinguen tres tipos de modificaciones (ver la figura 2):

1. **Tipo 1: cambio isotrópico suave del índice de refracción:** si se incide con una energía cerca del umbral,  $E_p > E_T$ , se observan cambios isotrópicos del índice de refracción, debido a la fusión localizada y la rápida resolidificación del material. En [17] se hizo un estudio de la interacción de un láser de femtosegundo en varios vidrios, llegando a la conclusión de que el daño inducido por el láser es debido a la ionización multifotónica, el calentamiento de Joule, el calentamiento convencional por transición multifotón y a la formación de plasma. En sílice fundida la densidad y el índice de refracción son mayores si el vidrio se enfría rápidamente desde una temperatura más alta. Por lo tanto, si se funde el material en el volumen focal, y se enfría rápidamente, es esperable que el índice de refracción y la densidad sean mayores en la región tratada que la que no ha sido tratada. Se evidencia que la irradiación láser de femtosegundo cercana al umbral es responsable del calentamiento y fusión del vidrio en el volumen focal. La región radiada se enfría rápidamente y adquiere las propiedades del estado de mayor temperatura [16].

También se ha sugerido que los centros de color<sup>4</sup> inducidos por láser pueden ser responsables del cambio en el índice de refracción en cristales, debido a un cambio en la absorción que conduce a cambio del índice de refracción. No obstante, no se tiene certeza de que haya una relación fuerte entre los centros de color y el cambio inducido en el índice de refracción. Actualmente se está investigando cual es el proceso físico por el cual tiene lugar este tipo de modificaciones, pues todavía no se ha podido comprender en su totalidad la interacción entre el material y el láser de femtosegundos. Aún así, es seguro que la densificación y los centros de color son relevantes en la física de estos materiales cristalinos [9].

2. **Tipo 2: Modificación del índice de refracción birrefringente:** si se incide con una energía lo suficientemente grande sin llegar a la rotura del material,  $E_p \gg E_T$ , se tendrá una interacción entre pulsos. Se producirá una interferencia entre el campo del láser y el campo creado por el plasma, reforzando por tanto el acoplamiento, ya que se crea una estructura periódica, resultando en una modulación periódica de la concentración del plasma de electrones y los cambios en la estructura del material. Estas estructuras que modifican el material son los llamados *nanogratings*. Sumando el efecto del estrés al material, resulta un cambio en el índice de refracción

---

<sup>3</sup>La apertura numérica,  $NA$ , de un sistema óptico es una medida de la aceptación angular para luz entrante [15].

<sup>4</sup>Los centros de color son defectos atómicos que existen naturalmente dentro de materiales cristalinos y que además, pueden ser inducidos artificialmente [18].

birrefringente [19]. Es decir, se producirá un fenómeno en el que se distinguen dos rayos emergentes de la muestra. Uno de estos rayos, denominado rayo ordinario, se comportará de acuerdo con la ley de *Snell*. El otro rayo, rayo extraordinario, se comportará de manera inusual. Ambos rayos estarán linealmente polarizados y serán ortogonales entre sí. Por lo tanto, el cambio del índice de refracción birrefringente estará dado por 3, donde  $n_e$ , y  $n_o$  son los índices de refracción ordinario y extraordinario, respectivamente [20].

$$\Delta n = n_e - n_o \tag{3}$$

3. **Tipo 3: Rotura en el material:** si se incide con una energía muy alta,  $E_p \gg \gg E_T$ , se produce una abertura en el material. Al ser tan alta la energía incidente, se supera en gran medida la resistencia del material, provocando grandes ondas de choque. Como resultado, se forma una nanoabertura rodeada por una capa de material afectado por el choque dentro del material no dañado [21].

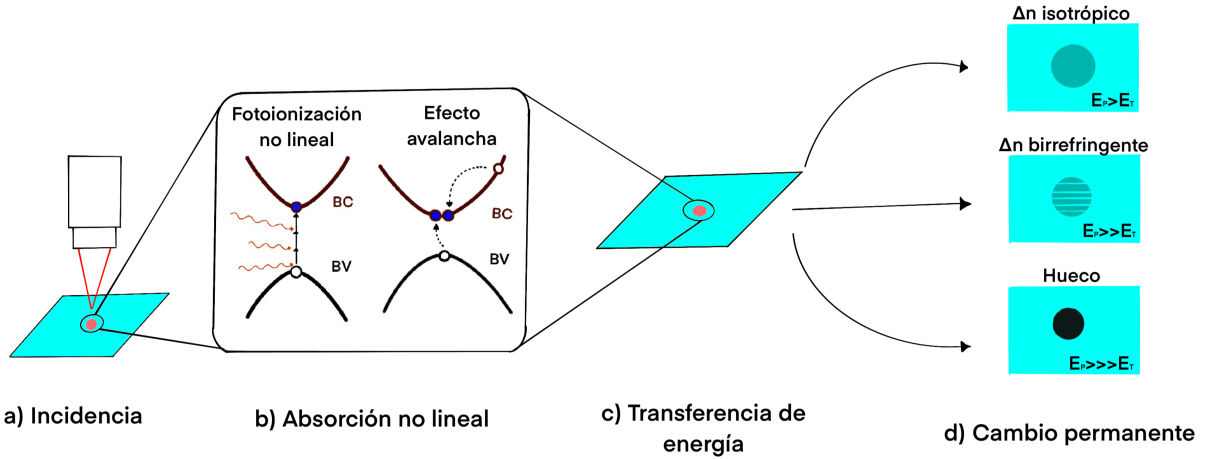


Figura 2: Esquema de los procesos que tienen lugar al modificar las estructuras mediante láser de femtosegundo a materiales transparentes así como sus consecuencias morfológicas: (a) el láser de femtosegundo incide sobre el material transparente produciendo; (b) efecto avalancha y fotoionización no lineal, creando un plasma de electrones libres que; (c) al transferir su energía al material produce: (d) cambios suaves en el índice de refracción para bajas energías; cambio birrefringente en el índice de refracción para energías intermedias; aberturas o roturas en el material para altas energías. Adaptado de [16].

## 2.4 Láser

### 2.4.1 Haz láser gaussiano

En este trabajo se ha considerado la aproximación paraxial de la luz, suponiendo que el haz láser es gaussiano. Si se considera una onda monocromática de longitud de onda  $\lambda$  bajo la aproximación escalar en la que los campos están uniformemente polarizados, resolviendo la ecuación paraxial de Helmholtz [22] se llega a la ecuación del campo eléctrico de un haz gaussiano,

$$\tilde{E}(r, z) = \frac{w_0}{w} \exp\left(-\frac{r^2}{w^2}\right) \exp\left(-jk\frac{r^2}{2R}\right) \exp(j\phi). \tag{4}$$

Téngase en cuenta que en la ecuación<sup>5</sup> 4 se ha tomado  $r^2 = x^2 + y^2$  como la coordenada gaussiana radial;  $R$  es el radio de curvatura del frente de onda gaussiano en  $z$ ;  $w$  es el tamaño del punto o *spot* del haz, en la posición  $z$  considerada, que define la escala transversal del haz donde la amplitud del campo cae  $1/e$ ;  $w_0$  se denomina *waist*, que se define como el radio del foco del haz para  $z=0$  [22]. De hecho, este parámetro es el radio mínimo sobre el cual se puede focalizar un haz. De la distribución, este punto será en el que haya mayor densidad de energía. Es decir, es el radio más pequeño que se puede focalizar sobre un material. Del mismo modo, sabiendo la forma del campo (ver ecuación 4) es posible obtener la intensidad de un haz gaussiano, pues  $I \propto |\tilde{E}|^2$ , es decir,

$$I \propto \exp\left(\frac{-2r^2}{w^2}\right) \quad (5)$$

Por tanto, según la ecuación 5 para el *waist*, es decir, para el punto donde se estrecha más el haz y, por tanto, se aplica mayor densidad de energía, la intensidad caerá con  $1/e^2$ . Como el *waist* se define como el radio en el que el campo cae  $1/e$ , entonces el diámetro del punto focal será  $2w_0$ . Asimismo, cuando un haz gaussiano, colimado, sin aberraciones, se enfoca a través de una lente de apertura numérica  $NA$ , resulta en un *waist* que se puede expresar como:

$$w_0 = \frac{M^2 \lambda}{\pi NA} \quad (6)$$

donde  $M^2$  es el factor de calidad del haz<sup>6</sup> [24]. De la ecuación 6 se puede concluir que un aumento de la apertura numérica conduce a un punto focal espacialmente más pequeño, y viceversa.

Por otro lado, otro parámetro importante es la longitud de Rayleigh [25], siendo  $n$  el índice de refracción del material. El parámetro de la longitud de Rayleigh  $z_R$  (ver ecuación 7) se corresponde con la mitad de la profundidad del foco. Además, este parámetro diferencia el campo lejano ( $z \gg z_R$ ) con el campo cercano ( $z < z_R$ ).

$$z_R = \frac{n\pi w_0^2}{\lambda} = \frac{M^2 n \lambda}{\pi NA^2} \quad (7)$$

Teniendo en cuenta lo anterior, es posible generalizar el radio del haz gaussiano para una cierta posición  $z$ .

$$w^2(z) = w_0^2 \left[ 1 + \left( \frac{z}{z_R} \right)^2 \right] \quad (8)$$

Por tanto, atendiendo a la ecuación 8 si se quisiera conseguir un haz colimado entre dos puntos  $z = \pm z_R$ , es decir, en el volumen focal, entonces el radio del haz resulta  $w = \sqrt{2}w_0$ . En la figura 3 se ilustra la propagación y las características de un haz láser.

Por otra parte, cuando la luz atraviesa una abertura circular se produce un fenómeno de difracción, generando un patrón característico llamado patrón de Airy. Este consiste en una consecución de anillos brillantes y oscuros alternos, cuyo círculo brillante central

<sup>5</sup>Las variables  $x, y, z$  denotan las coordenadas espaciales;  $k$  denota el número de onda;  $j$  denota la unidad imaginaria;  $\phi$  recibe el nombre de fase de Gouy.

<sup>6</sup>El parámetro  $M^2$  se trata de una expresión numérica para conocer la calidad de un haz láser; para haces gaussianos  $M^2 = 1$ [23].

contiene la mayoría de la intensidad total de la luz, llamado disco de Airy.

Un parámetro especialmente relevante es el tamaño del disco de Airy,  $D_A$ , que depende de la fuente de luz, así como del objetivo utilizado, tal y como se aprecia en la ecuación 9, pues se puede considerar el tamaño del *spot* como el tamaño del disco de Airy. Sin embargo, se puede definir como tamaño del *spot* el ancho en el que el patrón de difracción cae a la mitad de intensidad, conocido como ancho completo a la mitad del máximo (*FWHM* por sus siglas en inglés). Por tanto, el tamaño del disco de Airy según esta definición,  $D_{FWHM}$ , se expresa según 10. Existen otras definiciones del tamaño del *spot*, como el tamaño del disco central cuando la intensidad decae un factor  $1/e^2$ ,  $D_{1/e^2}$ , dado por la ecuación 11.

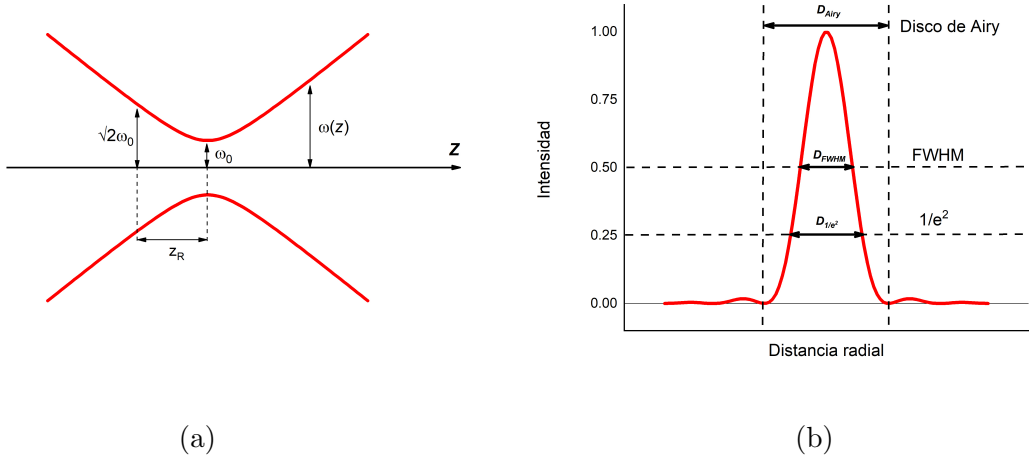


Figura 3: Propagación y características de un haz láser: (a) haz gaussiano propagándose en el eje  $z$  con los parámetros más relevantes que lo describen; (b) simulación del patrón de difracción de Airy de un punto láser, así como las regiones relevantes en la distribución de intensidad normalizada en función de la coordenada radial. Adaptado de [26].

En la figura 3b se ilustra el patrón de difracción de una abertura circular, así como la distribución normalizada de la intensidad frente a la coordenada radial con los tamaños del *spot* mencionados.

$$D_{Airy} = 1.22 \frac{\lambda}{NA} \quad (9)$$

$$D_{FWHM} = 0.51 \frac{\lambda}{NA} \quad (10)$$

$$D_{1/e^2} = 0.82 \frac{\lambda}{NA} \quad (11)$$

#### 2.4.2 Parámetros del láser

Existen otros factores que determinan el daño inducido por un láser de femtosegundo en una muestra. Las cuatro principales variables que dominan el proceso por el cual se modifica el material con láser de femtosegundo son: (1) la velocidad y dirección con la que se mueve la muestra, (2) la tasa de repetición del láser, (3) la fluencia del láser, y (4) la longitud de onda [27].

En primer lugar, se demuestra para materiales ópticos transparentes que, al incrementar el número de pulsos, el calor suministrado debe difundirse a través de un volumen mayor de material calentado. Debido a que la conductividad térmica es menor en esta región, el calor no se disipa tan eficientemente, calentándose los alrededores de la región focal. Por tanto, se logra fundir un volumen mayor, resultando en una estructura más grande. Este hecho permite unas mayores velocidades de escaneo,  $v$  [28]. Además, la escritura longitudinal a la dirección del haz láser crea guías de ondas circulares porque el haz gaussiano enfocado es radialmente simétrico. Sin embargo, las escrituras transversales presentan un perfil elíptico. Esta diferencia se debe a que el tamaño del foco en la dirección perpendicular al eje del haz está determinada por el *waist*, pero en la dirección paralela al eje del haz está determinada por la longitud de Rayleigh, donde típicamente  $z_R > w_0$ . La elongación puede reducirse con objetivos de  $NA$  muy altos.

Asimismo, es posible dominar los procesos térmicos en el material teniendo un control sobre el  $PRR$ , sobre todo en la difusión térmica por los alrededores del volumen focal. Los láseres de alta frecuencia de repetición típicamente aplican baja energía de pulso para generar estructuras como guías de onda simétricas cilíndricas mediante difusión térmica y efectos de acumulación de calor local [29]. Además, la densidad de electrones libres aumenta con el aumento del  $PRR$ , lo que indica que la energía láser puede ser absorbida por la ionización por avalancha, inducida por la ionización multifotónica y por los electrones libres excitados térmicamente [30]. En cambio, los láseres de bajas frecuencias de repetición no llegan a aportar el calor suficiente sobre el volumen focal, por lo que los cambios en las propiedades del material son provocados por efectos de propagación no lineales [29]. Por encima de un valor de  $PRR$  crítico, es posible observar efectos de acumulación dinámica de origen térmica, y se observa un régimen acumulativo [31]. Las altas tasas de repetición aumentan la velocidad de producción de guías de onda, ya que la velocidad de escaneo puede aumentarse.

Por otro lado, de las cuatro variables mencionadas, la más relevante suele ser la fluencia del láser,  $F$  (ver ecuación 13), o la energía suministrada por unidad de superficie. De hecho, ajustar la fluencia del láser en un orden de magnitud puede provocar resultados muy diferentes<sup>7</sup>. Además, es importante señalar que la energía del pulso,  $E_p$ , es la energía total que lleva un pulso láser. En función de su valor se inducirán los tres cambios estructurales mencionados anteriormente. El láser entrega una potencia media,  $P_m$ , que se relaciona con la energía de pulso según la relación 12 [27, 31]:

$$E_p = \frac{P_m}{PRR} \quad (12)$$

$$F = \frac{2E_p PRR}{\pi w_0 v} \quad (13)$$

Téngase en cuenta que  $w_0$  viene dado por la ecuación 6. Se observa claramente que  $E_p \propto w_0$ , así como un aumento del  $PRR$ , produce mayor afectación térmica, lo que conduce a la modificación del material. Asimismo, el *waist* proporciona la dimensión del *spot* láser,  $2w_0$ , cuando una muestra con índice de refracción  $n$  se expone a un láser de longitud de onda  $\lambda$  y un objetivo de apertura numérica  $NA$ . Se tiene en cuenta, además, el factor de calidad del haz  $M^2$ , que define la discrepancia entre la propagación real del haz y la

<sup>7</sup>Desde no haber modificación, hasta modificar controladamente el material.



del haz gaussiano. La profundidad del enfoque es el doble del parámetro de Rayleigh (ver ecuación 7), es decir,  $2z_R$ , que influye en el tamaño y la forma de la modificación láser en el material [32].

Otro parámetro de especial relevancia es el *overlap*, pues con su control se evita dejar zonas sin tratar entre dos pulsos consecutivos y, en consecuencia, es posible crear estructuras continuas con cambio de índice de refracción. Asimismo, otros parámetros a tener en cuenta son: (1) la dirección de escritura, ya que se demostró que la dirección de grabado influía en el grabado láser debido a la inclinación del frente de pulso, llamado *tilt* [33]; y (2) la polarización del láser, que afecta al régimen de ataque químico [34].

## 2.5 Caracterización del cambio del índice de refracción

Es posible caracterizar el cambio del índice de refracción utilizando una técnica de fase cuantitativa (QPI por sus siglas en inglés). Esta técnica de microscopía proporciona mapas bidimensionales de diferencia de camino óptico, *OPD* (*Optical Path Difference*), generados a partir de las diferencias de fase de la luz al cambiar de medio. Es posible clasificar la técnica principalmente en dos grupos: (1) interferométricos, que usan la interferencia producida a partir de la luz láser que atraviesa una muestra y una luz de referencia cuyos parámetros son conocidos para obtener, del patrón de interferencia, la diferencia de fase; y (2) no interferométricos, que no utilizan láser, sino que realizan distintos enfoques mediante cómputo de imágenes de intensidad [35, 36]. En general, la técnica se basa en que la luz, al cambiar de medio, sufre un cambio de fase y un cambio en el camino óptico. La técnica QPI es un método que estudia la relación que existe entre el *OPD*, el cambio de índice de refracción entre dos medios,  $\Delta n = n_1 - n_\emptyset$  (siendo  $n_1$  el índice de refracción resultante y  $n_\emptyset$  el del medio sin modificar) y el grosor de la muestra,  $t$ , dado por la ecuación 14. Esta ecuación tiene en cuenta la aproximación paraxial de la luz, basada en las suposiciones de que los rayos de luz se propagan con un ángulo muy pequeño respecto al eje óptico, en un medio uniforme con un índice de refracción constante. Además, asume la existencia de mínimas variaciones de fase sin cambios bruscos [37].

$$OPD = \Delta n \cdot t \quad (14)$$

Wooptix S.L ha desarrollado un algoritmo propio que tiene el objetivo obtener el *OPD*, utilizando una técnica no interferométrica que consiste en el desenfoco mecánico. Mediante el cálculo de los perfiles promedio en mapas bidimensionales de *OPD*, es posible obtener un *OPD* específico para cada estructura y, conociendo su altura, se logra, mediante la ecuación 14, cuantificar el cambio de índice de refracción [38]. Se trata de una técnica que no necesita marcadores ni tintes como la fluorescencia y que no es destructiva, haciéndola ideal para capturar procesos dinámicos. Su método es capaz de identificar claramente regiones de distinto índice de refracción, ofreciendo un salto de índice cuantitativo promedio. De hecho, ahí reside su cualidad, pues aunque se trata de una técnica difícil de interpretar, Wooptix S.L es capaz de distinguir zonas de diferente índice de refracción en situaciones o regiones experimentales complejas, donde otras técnicas más precisas no sean tan sencillas de aplicar. Los campos en los que está presente esta técnica son amplios, destacando la metrología [39], la oftalmología [40] o la biología [37].

**Summary: Theoretical background**

Thanks to non-linear absorption processes it is possible to induce morphological changes in materials using a femtosecond laser. Depending on the energy delivered, smooth isotropic changes in the refractive index, changes in the birefringent refractive index or breaks in the material can be distinguished. Also, the laser beam is considered as a gaussian wave in which the point where the highest energy density is incident is called waist. The spot that is focused inside the sample is given by the Airy pattern, and the control of parameters such as pulse repetition rate, scanning speed or overlap are especially important when it comes to producing the different changes on the material.

### 3 Metodología

Este proyecto se caracteriza por una gran carga experimental. Se ha tenido que hacer uso de laboratorios, así como de herramientas de terceros para realizar el trabajo. Se ha considerado que el *spot* del haz láser sobre la muestra tiene el tamaño del disco de Airy. Se ha tratado de ajustar el enfoque para conseguir el disco de Airy más brillante posible, de modo que los anillos siguientes apenas destaquen. Además, es importante destacar que existen defectos en el sistema óptico, como aberraciones que pueden afectar al tamaño del disco ideal. En particular, los láseres suelen presentar un diámetro del haz más estrecho que la apertura trasera del objetivo, presentando un perfil gaussiano. Por ello, si se ilumina al objetivo directamente, el tamaño del *spot* no se corresponderá con el tamaño del disco de Airy. Para corregirlo se hace pasar el haz láser por una etapa expansora, con el fin de expandir el haz para que el diámetro del mismo sea mayor que la apertura trasera del objetivo, obteniendo una iluminación más uniforme.

#### 3.1 Configuración experimental

Para realizar las escrituras en el material, se ha empleado un láser de femtosegundo aplicando la técnica de escritura *fs-pulse* 3DLW<sup>8</sup>. Se empleó el modelo Carbide-CB5 caracterizado por unos parámetros sintonizables como la duración del pulso desde 20 *ps* hasta 290 *fs*, la tasa de repetición (disparo único - 1 *MHz*), energía del pulso (de hasta 100  $\mu J$  como máximo) y una potencia de salida (de hasta 6 *W* como máximo). Además, es posible equipar el láser con generadores de armónicos automatizados que proporcionan armónicos fundamentales de salida, en la que, en el caso del presente experimento, se ha usado un haz de una longitud de onda de  $1030 \pm 10$  *nm*, cuya polarización es linealmente vertical. El factor de calidad del haz es  $M^2 < 1.2$ , presentando un diámetro de  $2.1 \pm 0.4$  *mm*, considerando el pulso de energía máximo en la aproximación del tamaño del spot como el disco de Airy al que cae  $1/e^2$  la intensidad. Es un modelo refrigerado por aire con una temperatura operativa que va desde los 17 °C hasta los 27 °C, que puede operar durante un largo periodo de tiempo permitiendo realizar grabados durante horas sin que disminuya el rendimiento [41]. Conjuntamente se ha hecho uso de un *software* para manejar los parámetros del láser, programar los movimientos del soporte donde se encuentra la muestra o enfocar el *spot* del haz láser donde se precise.

Para dirigir el láser hacia la muestra se emplea un sistema óptico con el que se hace pasar el haz linealmente polarizado por unos espejos hasta llegar a un rotador de media onda,  $\frac{\lambda}{2}$ , que retarda la polarización del haz  $\pi$  radianes. A continuación, le sigue un PBS o filtro polarizador que actúa como filtro de potencia. Mediante su control es posible regular la cantidad de luz que lo atraviesa en función de la polarización del haz. La luz bloqueada es desviada hacia un bloqueador de haz, evitando así que las pérdidas causen daño. Luego se coloca un obturador o *shutter*. Antes de este elemento se coloca un sensor PWR de potencia, que hará de indicador de la potencia al inicio del proceso. Tras el *shutter*, se hace pasar al haz por una etapa expansora, así como a través de un sistema de espejos. Con ello se logra que el haz ocupe toda la apertura de la entrada del objetivo. Se utilizó el Olympus M Plan N 20X con una apertura numérica de  $NA = 0.4$ . Antes del mismo se colocó una lámina de cuarto de onda,  $\frac{\lambda}{4}$ , para polarizar circularmente el haz, y un espejo dicróico que permite el paso de luz verde hacia una cámara para visualizar la muestra (ver figura 4).

---

<sup>8</sup>3D Laser Writing en inglés

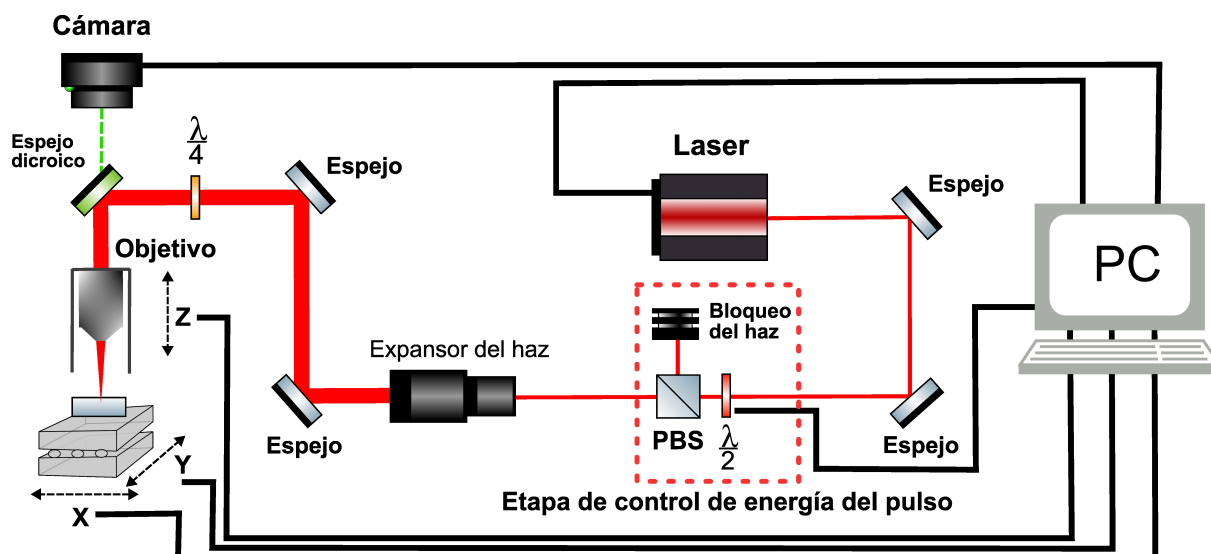


Figura 4: Esquema simplificado del montaje experimental del láser.

Asimismo, para controlar la orientación de la escritura se emplearon plataformas de nanoposicionamiento en  $x$ ,  $y$ ,  $z$ , pues una ligera inclinación puede provocar que se produzca grabado a diferentes profundidades en lugar de la impuesta inicialmente por el usuario. Esto se logró gracias al dispositivo ajustable de *Aerotech Ltd.* También, para observar la muestra *in situ* se enfoca con una luz verde y, mediante transmisión, se puede apreciar el proceso que está teniendo lugar. Esto es posible debido al espejo dicroico que deja pasar la luz verde hacia la cámara mientras que refleja el haz láser infrarrojo hacia la muestra. Con todo ello, teniendo en cuenta que para la creación de estructuras fotónicas en  $x$ ,  $y$  se desplaza el dispositivo que soporta la muestra y que para escribir en profundidad, en  $z$ , se ajusta el objetivo enfocando el *spot* en la profundidad deseada, es posible fabricar microestructuras con diferentes propiedades a las del material sin perturbar. No obstante, para calibrar el nanoposicionamiento y alinear la muestra con el soporte, será necesario ajustar manualmente el *tilt* en dos ejes de rotación. Mientras tanto, los ajustes en los ejes  $x$ ,  $y$ ,  $z$  se realizan computacionalmente. La calibración de este último eje se realiza enfocando sobre la muestra el *spot* del láser, de modo que la mayor cantidad de energía se concentre en el primer disco de Airy. Posteriormente, se desplaza la muestra, en el eje  $x$  y, luego, en  $y$  (no importa el orden), y se vuelve a enfocar hasta el mismo punto que se consiguió previamente con el disco de Airy. Midiendo el desenfoque se obtiene cuanto se ha desviado el láser en el eje  $z$  y, por lo tanto, se podrá alinear el haz de manera precisa.

Por otro lado, al transmitirse el haz por todo el sistema óptico se pierde parte de la energía que lleva consigo. Para estudiar la cantidad de energía perdida se puede modelar todo el montaje como un láser con una potencia  $P_m$  que atraviesa un sistema óptico con un factor de pérdidas dado, para llegar, por último, a la muestra. Antes, se coloca un sensor PWR para comprobar que la potencia introducida en el *software* se corresponde con la que llega al sistema y no existen pérdidas de por medio. El factor de pérdidas se ha calculado previo al experimento siendo este de  $f_{loss} = 4.66$ , es decir, a la muestra no llega toda la potencia sino una fracción de esta por lo que hay que tenerlo en cuenta. Como interesa trabajar con las energías del pulso, se ajusta el valor de esta en función de la ecuación 12, considerando el factor de pérdidas previamente. Por tanto, es posible

trabajar con distintas energías del pulso, residiendo la limitación en la relación entre la potencia y la frecuencia de repetición.

Por otra parte, la variable de la energía del pulso es crítica en los experimentos con láser. Sin embargo, existen otros parámetros relacionados, que se encuentran en el proceso de fabricación, que influyen de manera directa en el tipo de modificación que se produce. Por un lado, se encuentra la velocidad de escaneo que, relacionándola con la frecuencia de repetición, impone el número de pulsos que inciden por unidad de tiempo en una región específica de la muestra. Asimismo, el *overlap* producido entre pulsos es un parámetro crítico, pues su control permite la fabricación de estructuras continuas y/o de estructuras que no se saturan de energía en corto periodo de tiempo y en una superficie reducida. Se tendrá un cierto *overlap* distinto para cada dirección espacial de fabricación, una para cada eje siendo  $\Delta x$ ,  $\Delta y$ , y  $\Delta z$  los desplazamientos del haz en los respectivos ejes.

### 3.2 Calibración de la profundidad deseada

El objetivo de esta sección es determinar la relación que existe entre la profundidad a la que se produce la escritura láser,  $D$ , con la distancia con la que es necesaria mover en el eje  $z$  el objetivo,  $Z_{stage}$ . Como se ha mencionado anteriormente, no se desplaza el láser en el eje  $z$ , sino que el objetivo tiene la capacidad de enfocar a diferentes alturas, de modo que el *spot* se vaya desplazando en la vertical sin cambiar de posición el láser o mover el montaje experimental. En la figura 5 se ilustra el proceso de calibración y de creación de regiones modificadas, donde se aprecia el motivo por el cual la profundidad del *spot* establecido por el láser no se corresponde con la profundidad real a la que tiene lugar el enfoque. Este hecho se debe a que la luz cambia de medio, es decir, la luz pasa de un medio de menor índice de refracción, aire, a otro medio de mayor índice de refracción, sílice. Por tanto, por la ley de *Snell*, la luz se desvía de la dirección incidente, llegando a enfocar en lo que se ha denominado la profundidad real (mirar ilustración 5a).

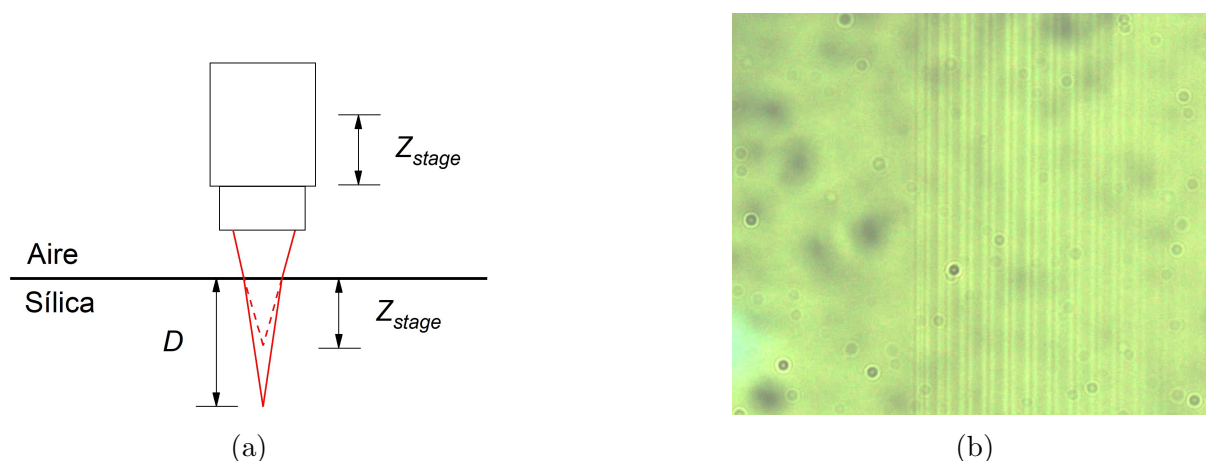


Figura 5: (a) Calibración de la profundidad real vs desplazamiento del láser. El rayo incidente se desvía de su trayectoria original al cambiar de medio. En línea discontinua se representa la proyección del rayo incidente mientras que la línea sólida representa la trayectoria real descrita por el haz láser; (b) se muestra experimentalmente la vista desde arriba del daño que crea un pulso láser dentro del material.

Se procede asumiendo que se produce cambio de índice de refracción en el  $FWHM$ ,

cuyo tamaño, según la expresión 10, resulta de  $D_{FWHM} \sim 1.31 \mu m$ . En esta configuración se incidieron pulsos a diferentes profundidades, variando el  $Z_{stage}$  desde  $200 \mu m$  hasta  $10 \mu m$  con un paso de  $10 \mu m$ , tomando la energía del pulso desde  $10 nJ$  hasta  $200 nJ$  con paso de  $5 nJ$ . Además, se repitió el proceso, de modo que se fabricaron tres bloques idénticos de poros con cambio de índice para poder tener mayor repetibilidad y ganar precisión. Por tanto, se obtuvieron en total 20 profundidades<sup>9</sup> y 39 energías del pulso. El orden de escritura siempre fue de abajo hacia arriba para que las escrituras anteriores no interfirieran con las posteriores. Para que no existieran regiones sin tratar entre pulsos se estableció un *overlap* del 50 %, con una velocidad de escaneo de  $v = 1 mm/s$ . Para lograrlo se necesita una frecuencia de repetición de  $PRR = 1.5 kHz$ . No obstante se utilizó un  $PRR = 2 kHz$  para asegurar que haya *overlap* por si la escritura resultase inferior a la del disco de Airy.

Asimismo, es importante destacar que el *waist* no se sitúa en el centro del poro, sino que está ligeramente desplazado hacia arriba. No obstante, si la densidad de energía es lo suficientemente grande para provocar cambio de índice de refracción no solo se cambiará el punto del *waist*, sino también la zona de alrededor. En la figura 6 se aprecia con más claridad los conceptos explicados. Cuanto mayor sea la energía del pulso aplicada, mayor será la región de cambio de índice de refracción. Entonces, se tendrá una zona con cambio sin que se diferencie la región donde ha incidido el *waist*. Una forma de localizarla es mediante ataque químico, ya que, gracias a una reacción química, es posible realizar *wet etching*<sup>10</sup>. Esto se traduce en que la región que ha sido modificada con mayor densidad de energía será mucho más sensible al ataque químico que la región no modificada. Entonces, con una reacción controlada es posible que se genere un hueco o poro vacío en la zona tratada, cuya posición se corresponde a la de la región donde incidió el *waist* de la onda<sup>11</sup> (ver la ilustración 6a). Para ello, después de la escritura se pulió la muestra con el fin de exponer las estructuras al exterior, así como para obtener calidad óptica.

El ácido fluorhídrico,  $HF$ , es un químico que presenta un alto rendimiento de *wet etching* para el dióxido de silicio [43], pero no se ha querido manejar un ácido tan corrosivo en este proyecto. Por ello, en el presente experimento se realizó ataque químico con hidróxido de sodio,  $NaOH$ , e hidróxido de potasio,  $KOH$ , ambas bases fuertes aplicadas por separado durante una hora y media, a una temperatura de  $\sim 75 ^\circ C$ . Se constató que, para los tiempos empleados, ambos infiltran mal, siendo este tiempo insuficiente para obtener conclusiones de cual químico es mejor para este proceso.

Tras este procedimiento experimental se tomaron imágenes con el microscopio óptico y, mediante el *software ImageJ*, se determinó, para cada profundidad intentada, cuál fue la profundidad real resultante tanto del cambio de índice como del ataque químico. Para ello se tomó como profundidad real la del centro de las zonas claras para el caso del cambio de índice de refracción y el poro negro para el caso del ataque químico (ver la ilustración 6a). Además, se llevó la muestra tratada al microscopio electrónico SEM y se pudo observar la forma de un poro, dada en la figura 6b. Con ello se comprobó que el tamaño del poro

<sup>9</sup>Realmente hay 19 profundidades pues la de  $200 \mu m$  no se escribió, probablemente por un error en el código.

<sup>10</sup>Se trata de un grabado en el material mediante una disolución química.

<sup>11</sup>Para más información sobre el ataque químico consultar [42], donde se explica el proceso químico para cristales de YAG.

presenta las dimensiones del disco de Airy y que los parámetros de distancias establecidos en la fabricación no se han desviado de lo diseñado.

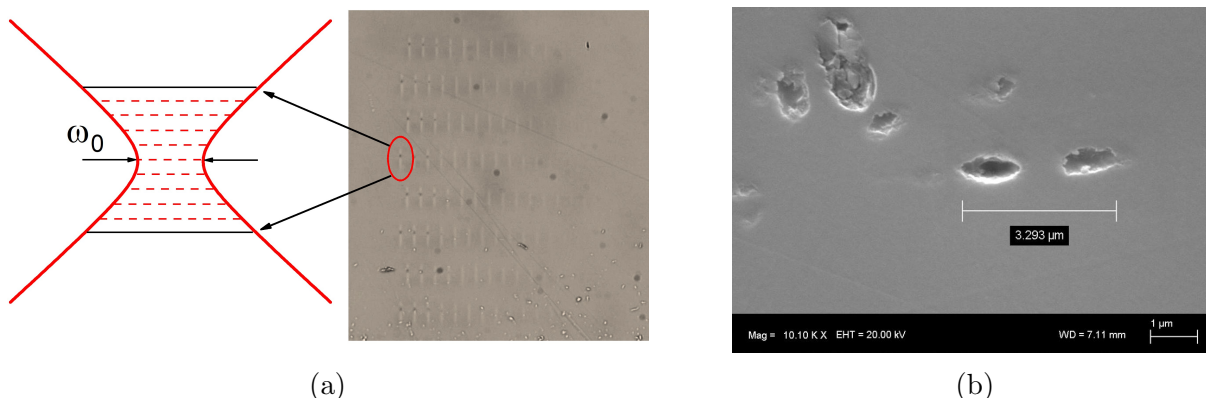


Figura 6: Incidencia del láser en la muestra: (a) vista de frente del vidrio con poros huecos. Los puntos negros se corresponden con zonas atacadas químicamente, mientras que las regiones más claras corresponden con zonas con cambio de índice de refracción. Además, se ilustra la forma real que tiene cada poro debido a la distribución de la energía en el haz gaussiano. La región donde incide el waist presenta mayor densidad de energía, aunque la zona roja discontinua presenta energía suficiente para provocar cambios en el material, resultando en la forma aparente que se muestra en la imagen del microscopio óptico; (b) imagen tomada del microscopio electrónico SEM que muestra el tamaño real de un poro.

### 3.3 Umbrales de energía del pulso y del tamaño del poro

Como se aprecia en la figura 6a, no todas las energías de pulso son capaces de cambiar el índice o activar ataque químico. Se pretende determinar qué energías inducen dichos cambios en función de la profundidad. Con ello se podrá hacer una estimación de las energías de pulso umbrales para cada profundidad. Esto se hará en la siguiente sección.

Por otra parte, es necesario medir el tamaño en vertical de la zona con cambio de índice para cada energía de pulso con el fin de establecer una relación entre el tamaño del poro con la energía de fabricación. Este paso es importante para el ajuste del *overlap*, de cara a crear los planos posteriormente.

### 3.4 Fabricación y caracterización de planos

El objetivo principal de este apartado es la creación de planos a diferentes energías del pulso, a la misma profundidad. Para ello, si se realiza el cociente entre la frecuencia de repetición,  $PRR$ , y la velocidad de escaneo,  $v$ , resulta el número de pulsos incidentes por unidad de tiempo. Entonces, si en un segundo inciden sobre el material un cierto número de pulsos, en una cierta longitud incidirán el mismo número de pulsos. Sabiendo el tamaño pulso, es decir, del *spot* efectivo dado por la región  $FWHM$  del disco de Airy, y el *overlap* que se quiere, seleccionado por el usuario, es posible hallar la frecuencia de repetición necesaria.

Para que no existieran regiones sin tratar entre pulsos se estableció un *overlap* en la dirección longitudinal de 50%, con una velocidad de escaneo de  $v = 1 \text{ mm/s}$ . Se necesita

una frecuencia de repetición de  $PRR = 1.5 \text{ kHz}$  para estas condiciones. No obstante, se empleó un  $PRR = 2 \text{ kHz}$  para asegurar que haya *overlap* por si el diámetro de modificación resultase inferior a la del disco de Airy. En esta configuración se asegura que no hayan regiones sin modificar entre dos pulsos consecutivos. En términos del desplazamiento se traduce en que si en  $1 \text{ s}$  inciden 2000 pulsos, entonces 1 pulso incidirá en un tiempo de  $5 \times 10^{-4} \text{ s}$ . Por lo tanto, sabiendo que el láser se desplaza de modo que en  $1 \text{ s}$  recorre  $1 \text{ mm}$ , resulta que en el tiempo en el que incide un pulso existe un desplazamiento de  $0.5 \mu\text{m}$ . Este es el valor del desplazamiento en el eje  $x$ , es decir,  $\Delta x = 0.5 \mu\text{m}$  en esta configuración. Del mismo modo, se estableció un *overlap* en las direcciones  $y, z$  de modo que las distancias entre poros sean de  $\Delta y = 1 \mu\text{m}$ , y  $\Delta z = 3 \mu\text{m}$ . Ver figura 7 donde se muestra el procedimiento de grabado láser 7a y el *overlap* establecido 7b. Posteriormente se discutirá la elección y modificación de estos parámetros.

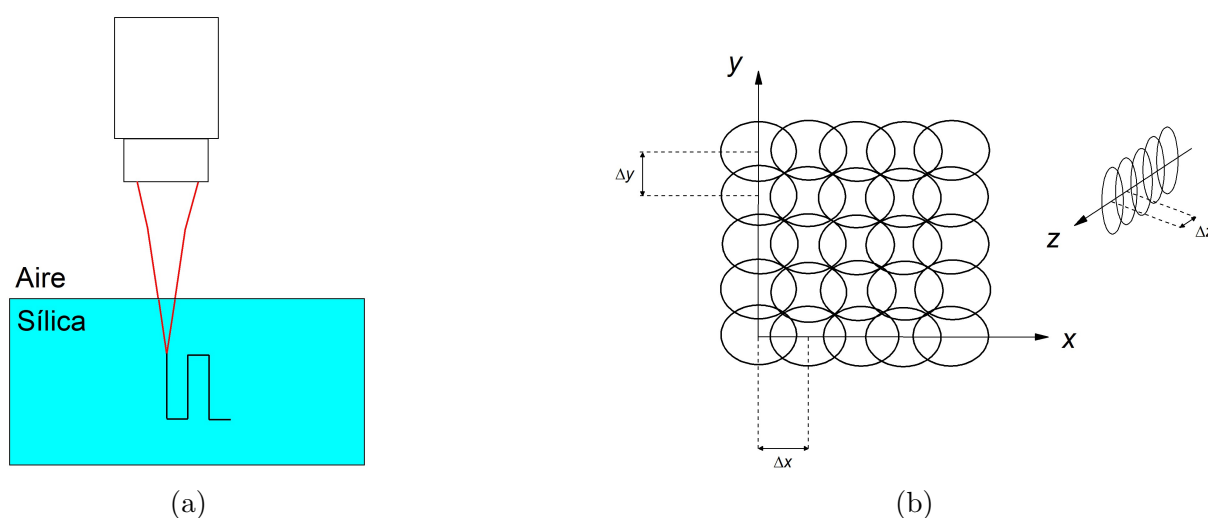


Figura 7: Incidencia del láser en la muestra: (a) vista desde arriba del grabado láser, donde el sentido de escritura es de izquierda a derecha. La escala aparece aumentada para ilustrar debidamente la forma del grabado. Para crear un plano se repite el procedimiento, con solape entre escrituras, de modo que para obtener una estructura tridimensional se mueve el objetivo del láser en profundidad con lo que se logran planos en 3D; (b) mapa ilustrativo del *overlap* producido en las direcciones espaciales  $x, y, z$ . Téngase en cuenta que se va incidiendo pulsos láser a una cierta profundidad por lo que aunque se muestre este esquema bidimensional, realmente el proceso de grabado tiene naturaleza tridimensional, existiendo cierto *overlap* en la dirección  $z$ . Las distancias  $\Delta x, \Delta y$ , y  $\Delta z$  se corresponden a la distancia de separación entre pulsos consecutivos para cada dirección de los ejes espaciales.

En primer lugar se fabricaron cuatro planos a  $300 \text{ nJ}$ ,  $250 \text{ nJ}$ ,  $200 \text{ nJ}$  y  $150 \text{ nJ}$ , con  $100 \mu\text{m}$  de espesor de profundidad (desde  $50 \mu\text{m}$  hasta  $150 \mu\text{m}$  de profundidad respecto a la superficie),  $30 \mu\text{m}$  de ancho y  $1500 \mu\text{m}$  de largo. La segunda tanda fueron cuatro planos a  $60 \text{ nJ}$ ,  $90 \text{ nJ}$ ,  $120 \text{ nJ}$  y  $150 \text{ nJ}$ , con las dimensiones de  $90 \mu\text{m}$  de espesor (desde  $60 \mu\text{m}$  hasta  $150 \mu\text{m}$  de profundidad respecto a la superficie),  $30 \mu\text{m}$  de ancho y  $1000 \mu\text{m}$  de largo. La tercera tanda se dividió en dos: (1) dos planos de  $200 \text{ nJ}$  y  $250 \text{ nJ}$  respectivamente, con los parámetros iguales que los planos de la primera tanda pero variando el *overlap* en el eje  $y, z$  a la mitad, es decir, se estableció  $\Delta y = 0.5 \mu\text{m}$  y  $\Delta z = 1.5 \mu\text{m}$  con un largo de  $800 \mu\text{m}$ ; (2) y dos planos con los mismos parámetros que la primera tanda pero con



velocidad de escaneo a la mitad,  $v = 0.5 \text{ mm/s}$ , de  $600 \mu\text{m}$  de largo. Estos últimos cuatro planos fueron fabricados con un espesor de profundidad de  $90 \mu\text{m}$  (desde  $60 \mu\text{m}$  hasta  $150 \mu\text{m}$  de profundidad respecto a la superficie). Los planos de cada tanda fueron separados entre sí por  $20 \mu\text{m}$ . Para diferenciar el método de fabricación se denotará la configuración empleada en las tandas 1 y 2 como configuración (a); en la tanda 3 se diferencian dos tipos de configuraciones, siendo (b) la del cambio directo en los parámetros del *overlap* en las direcciones  $y$ ,  $z$ , y la configuración (c) en la que se mantienen los parámetros iguales que en la configuración (a), salvo que se disminuye a la mitad la velocidad de escaneo y, por lo tanto, se disminuye el desplazamiento a la mitad en el eje  $x$  duplicando el *overlap* en esta dirección,  $\Delta x = 0.25 \mu\text{m}$ .

Tras haber fabricado los planos, se procedió a caracterizarlos. Para ello se ha colaborado con la empresa Woptix S.L, que tiene una técnica de imagen de fase de frente de onda, WFPI, que permite cuantificar el cambio del índice de refracción inducido por la técnica *fs-pulse* 3DLW. Como se observa en la figura 8, el procedimiento consiste en capturar dos imágenes de intensidad alrededor de un plano de muestra conjugado utilizando sensores de imagen estándar como un dispositivo de carga acoplada (CDD). La salida del sensor devuelve los gradientes de diferencia de camino óptico, *OPD*, a lo largo de dos direcciones ortogonales gracias a las distribuciones de intensidad capturadas, realizándose una integración numérica para obtener el *OPD*. Experimentalmente se expone a la muestra con un haz de luz monocromático colimado, que es refractado al cambiar de medio. Tras esto, alrededor del plano conjugado de la muestra se capturan dos imágenes  $I_1$ ,  $I_2$ , que se encuentran en posiciones simétricas a los lados respecto de la muestra [39, 40].

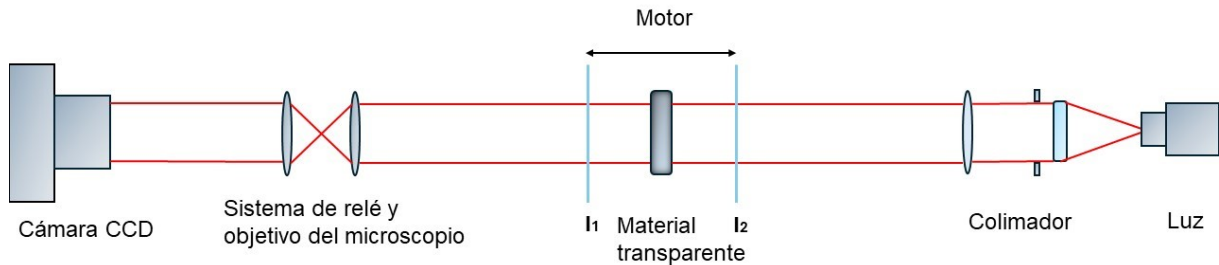


Figura 8: Montaje experimental del sistema QPI de Woptix S.L. Adaptado de [37].

Para ello, instrumentalmente se dispuso de un microscopio Olympus CKX53 invertido (objetivo seco Plan C Achromat de 60X como máximo, con una  $NA = 0.8$ ) presentando un sistema de enfoque motorizado capaz de desplazarse en la vertical con una precisión de  $500 \text{ nm}$ , y una fuente de iluminación LED azul de  $\lambda = 470 \text{ nm}$  (ver la figura 9). La distancia de desenfoque entre los planos que registran las imágenes se optimizó buscando un compromiso entre la resolución lateral y la relación entre la señal y el ruido, tomándose la mejor como  $d_{desenfoque} = 52.5 \mu\text{m}$ , donde la resolución lateral del microscopio vendrá dada en función de la distancia de propagación que se seleccione y del objetivo empleado, siendo de aproximadamente  $2 \mu\text{m}$  en  $x$ ,  $y$ . Para capturar imágenes de intensidad se usó la cámara ASI1600-ZWO, que lleva incorporada un sensor CMOS de alta resolución con un tamaño de píxel de  $3.8 \mu\text{m}$ . Al mismo tiempo, la cámara se conectó a un ordenador con una CPU i5, 8GB de RAM y con el sistema operativo Windows 10, que es el responsable de controlar el movimiento del motor y la captura de imágenes, así como de procesar el algoritmo.

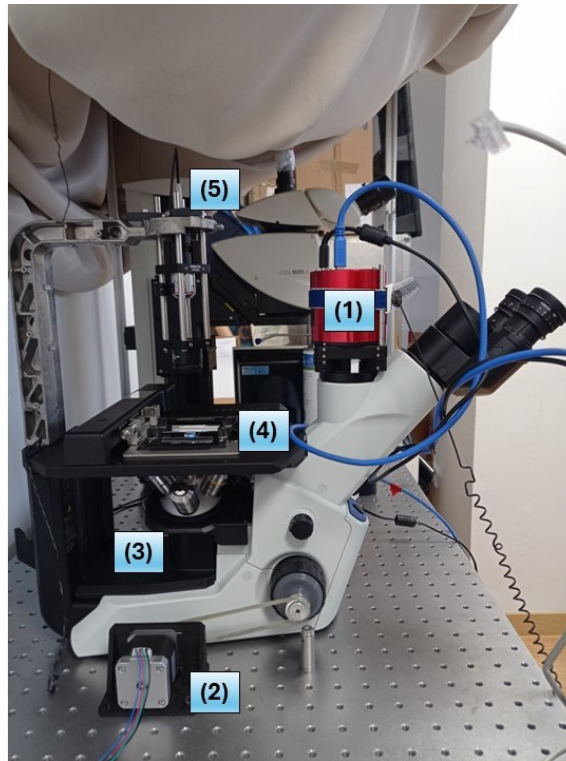


Figura 9: Montaje de la empresa de Woptix S.L del microscopio Olympus CKX53 invertido cuyos componentes son: (1) cámara CCD; (2) motor; (3) objetivos de 10X, 20X, 40X, y 60X; (4) muestra; (5) ycColimador.

## Summary: Methodology

A Carbide-CB5 femtosecond laser operating at a wavelength of  $1030 \text{ nm}$  was used to write inside a glass sample. First, three identical blocks were made, which allowed a regression to be found in order to engrave to a desired depth, thanks to the fact that measurements could be made between damage using ImageJ software. With the information obtained, it was possible to make planes with different refractive indices which, with the help of Woptix S.L, could be characterised. This step was made possible thanks to the company's own technique based on Quantitative phase imaging, which records the difference in the optical path of light when changing the medium.

## 4 Discusión de resultados

### 4.1 Calibración de la profundidad deseada

Tras realizar la calibración del desplazamiento del objetivo para incidir con el haz en una profundidad deseada, es decir  $Z_{stage}$  vs  $D$ , se obtuvieron dos ajustes lineales dados en la figura 10, donde en negro se representa la regresión para el cambio de índice,  $\Delta n$ , y en cian para cuando se produce ataque químico. Asimismo, se aprecia que ambos ajustes son muy parecidos entre sí, por lo que es posible incidir con un haz láser a la profundidad que se desee con precisión.

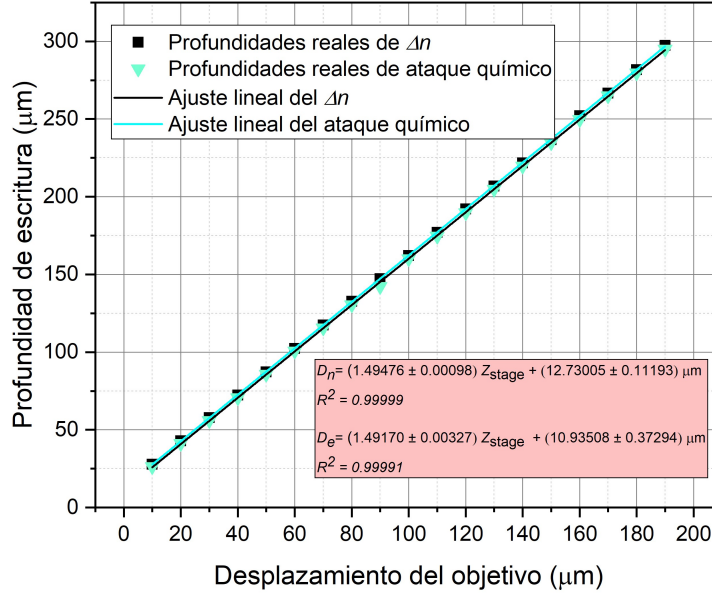


Figura 10: Gráfica de las profundidades reales a las que se produjo cambio de índice de refracción,  $D_n$ , y ataque químico,  $D_e$ , así como sus ajustes en función del desplazamiento del láser. No se incluyen las barras de error ya que presentan un valor muy pequeño en comparación con el valor experimental, sin aportar información relevante en el gráfico.

Asimismo, como interesa grabar a una cierta profundidad concreta  $D$ , a partir de un desplazamiento del objetivo desconocido es posible hacer el ajuste a la inversa y obtener la ecuación 15. A partir de esta será posible escribir a cualquier profundidad arbitraria que se desee.

$$Z_{stage} = (0.6692 \pm 0.0004)D + (-8.5298 \pm 0.0677) \mu m \quad (15)$$

En relación a las rectas de calibración, tanto la recta del cambio de índice como la de ataque químico se parecen bastante. Además, presentan un coeficiente  $R^2$  muy cercano a la unidad, lo que es un claro indicador de la correlación lineal existente entre los datos experimentales. El coeficiente es idéntico para los dos ajustes en las primeras 4 cifras decimales, existiendo una diferencia a partir de la cienmilésima, mostrando que los datos del cambio de índice presentan mayor tendencia lineal que los datos del ataque químico, aunque esta diferencia no es significativa. Por tanto, es posible asumir la ecuación 15 como la relación que liga las variables del desplazamiento del objetivo y la profundidad de escritura.

## 4.2 Umbrales de energía del pulso y del tamaño del poro

Tras realizar la escritura variando la energía del pulso, se observa que no todos los pulsos son capaces de inducir cambio de índice. Además, para determinar con precisión la ubicación exacta donde incide el *waist* del haz y, por tanto, donde se concentra la mayor densidad de energía, se procedió a realizar ataque químico. Como resultado se generó un poro que corresponde a la región que ha sido modificada con mayor energía. Del mismo modo que para el cambio de índice, no todas las regiones tratadas presentan el poro resultante del ataque químico. Se podrá distinguir pues, casos límites o umbrales tanto para el cambio de índice como para la activación del ataque químico, así como casos donde se distinga claramente y casos en los que no se distinga claramente el cambio de índice o ataque químico. En la tabla 1 se ilustran los resultados obtenidos.

Profundidad ( $\mu m$ )	Energía del pulso ( $nJ$ )																
	200	195	190	185	180	175	...	155	150	145	140	135	130	125	...	10	
27.77	X	X	X	O			...									...	
42.83	X	X	X	O			...									...	
57.76	X	X	X	O			...									...	
72.33	X	X	X	X	O		...									...	
87.34	X	X	X	X	O		...									...	
102.27	X	X	X	X	O		...									...	
117.34	X	X	X	X	O		...									...	
132.63	X	X	X	X	O		...									...	
147.19	X	X	X	X			...									...	
162.21	X	X	X	X			...									...	
177.05	X	X	X	X	O		...									...	
192.11	X	X	X	X	O		...									...	
206.88	X	X	X	X	X		...									...	
221.72	X	X	X	X	O		...									...	
236.65	X	X	X	X	O		...									...	
252.14	X	X	X	X	O		...									...	
266.64	X	X	X	X	O		...									...	
281.75	X	X	X	X	O		...									...	
297.33	X	X	X	X	X	O	...									...	

Tabla 1: Tabla de colores donde en la primera columna se muestran las profundidades reales grabadas y en la primera fila las energías del pulso suministradas: (1) el color rojo indica que no se observa cambio de índice de refracción ni de ataque químico; (2) el color azul indica un posible valor umbral a partir del cual empieza a haber cambio de índice de refracción; (3) el color verde indica que se observa claramente cambio de índice; (4) el símbolo **O** indica un posible valor umbral a partir del cual empieza a haber ataque químico; (5) y el símbolo **X** indica que se observa claramente ataque químico. Se empleó una frecuencia de repetición de  $PRR = 2 \text{ kHz}$ , y velocidad de escaneo de  $v = 1 \text{ mm/s}$ .

En las condiciones en las que se ha efectuado el trabajo experimental se observa un umbral de cambio de índice de refracción  $\sim 150 \text{ (nJ)}$ , mientras que para el umbral de activación de ataque químico se encuentra  $\sim 185 \text{ (nJ)}$ . Además, se evidencia que apenas existe variación de estos parámetros con la profundidad, por lo que no parece ser una variable significativa en el proceso de fabricación de estructuras fotónicas a pequeña escala.

Por otra parte, se midió la extensión vertical de la zona con cambio de índice para cada energía del pulso. Esta acción se llevó a cabo con el propósito de entender la correlación entre el tamaño de la región con cambio de índice y la energía del pulso, pues se trata de un parámetro relevante en relación al *overlap*.

Energía del pulso (nJ)	Tamaño ( $\mu m$ )
200	$7.29 \pm 0.29$
195	$6.42 \pm 0.36$
190	$5.74 \pm 0.25$
185	$5.26 \pm 0.39$
180	$4.82 \pm 0.52$
175	$4.11 \pm 0.35$
170	$3.82 \pm 0.49$
165	$3.35 \pm 0.31$
160	$2.90 \pm 0.42$

Tabla 2: Tamaño de la región con cambio de índice en función de la energía del pulso.

En la tabla 2 se recogen los valores medidos, observándose que, a medida que disminuye la energía del pulso, la región con cambio de índice va reduciéndose. Si se grafican los valores y se realiza un ajuste lineal, se obtiene que existe una correlación lineal entre el tamaño de las regiones modificadas y las energías del pulso (ver figura 11). La relación que existe entre ambas variables, recogida en el ajuste 16, presenta un coeficiente  $R^2 = 0.98$ , lo cual es un buen indicador de la correlación entre ambas variables.

$$\text{Tamaño} = (0.10728 \pm 0.0051)E_p + (-14.46183 \pm 0.93319) \mu m \quad (16)$$

Por lo tanto, finalizados los objetivos para determinar la relación entre el desplazamiento del objetivo y la profundidad real de la escritura, identificar los umbrales de cambio de índice de refracción y de activación de ataque químico, y comprender relación entre el tamaño de la región con cambio de índice en función de la energía del pulso, ya es posible fabricar estructuras con unas dimensiones precisas en las que se produzca cambio de índice y que, posteriormente, pueda ser atacado químicamente. Con ello se podrá fabricar huecos vacíos llenos de aire embebidos dentro de la muestra de  $SiO_2$  con la forma que se desee.

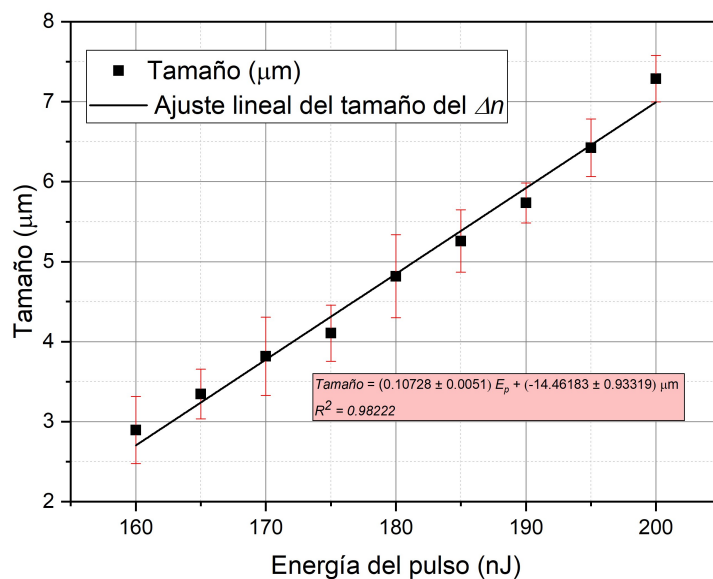


Figura 11: Gráfica del ajuste lineal del tamaño del cambio de índice frente a la energía del pulso. Las líneas verticales rojas se corresponden con la desviación estándar.

### 4.3 Fabricación y caracterización de planos

En este proyecto se han fabricado planos variando parámetros significativos en la propia escritura láser <sup>12</sup>. En la figura 12 se muestran los planos fabricados con una vista desde arriba (ver figura 12a), así como una vista desde el frente (ver figura 12b). Parece evidente que se ha modificado la estructura radiada, pues las imágenes de la figura 12 están tomadas por el microscopio óptico en transmisión, observándose que los planos presentan una tonalidad oscura en comparación al resto del vidrio, que es un material transparente. Por tanto, la modificación inducida por el láser de femtosegundo ha provocado que menos rayos de luz atraviesen la región tratada. Además, es preciso destacar la gran diferencia existente entre los planos 7 y 8, pues aunque estén fabricados en las mismas condiciones y solo disten de 50  $nJ$  de diferencia de energía, sus modificaciones son particularmente diferentes. Es decir, el plano 5, fabricado con la configuración (a) a 120  $nJ$ , ha sufrido una ligera modificación, pero sigue conservando la condición de región transparente casi en su totalidad. No es de extrañar que en este intervalo de energías de 90-120  $nJ$  se encuentre el umbral de energía del pulso del cambio de índice, ya que según se analizó en la sección anterior, este se encontraba en  $\sim 150$   $nJ$ , por lo que parece un valor verosímil. La diferencia que existe entre ambos valores umbrales se debe a la limitación de la resolución óptica del propio microscopio. Del mismo modo, el plano 8, fabricado en las mismas condiciones y a 150  $nJ$ , presenta una tonalidad oscura apreciable, perdiendo en gran medida su condición de región transparente.

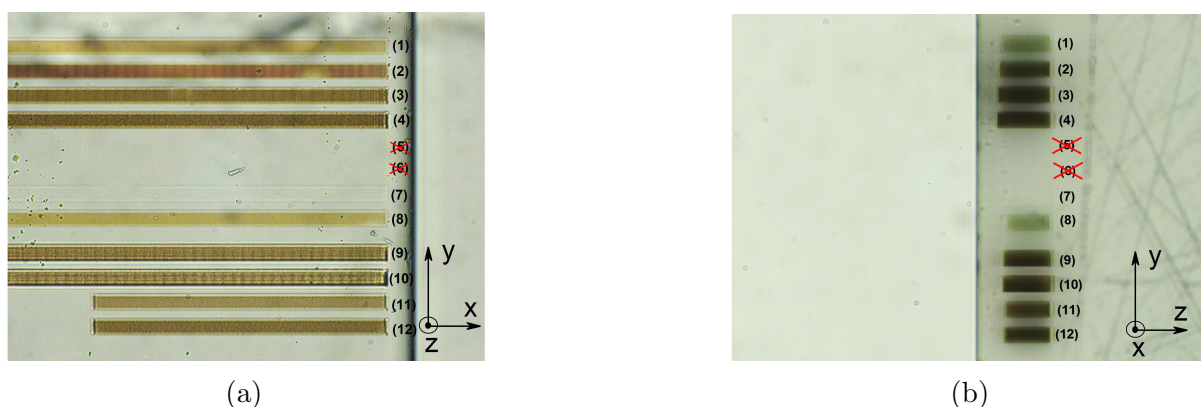


Figura 12: Fabricación de planos observada con el microscopio óptico mediante el objetivo de 10X, junto con las etiquetas (1-12) de cada plano y sus respectivos ejes espaciales: (a) vista desde arriba de los planos fabricados observada en transmisión; (b) vista de frente de los planos fabricados en transmisión. Los planos (1-4) van desde 150  $nJ$  hasta 300  $nJ$ , los planos (5-8) son van desde 60  $nJ$  a 150  $nJ$  en pasos de 30  $nJ$  respectivamente, mientras que los planos (9-12) se alternan entre 200  $nJ$  y 250  $nJ$  correspondientemente.

Así pues, se constata que, con una energía del pulso de 90  $nJ$  no se induce cambio de índice, que a 120  $nJ$  se empieza a apreciar modificación en el material, encontrándose el umbral entre estos valores, y que a 150  $nJ$  la modificación es evidente, cambiando las propiedades ópticas del material en dicha región tratada. Por ende, se deja entrever que existe un gran salto entre la energía umbral y la energía a la que se aprecia claramente el cambio de índice.

<sup>12</sup>En el apartado de Metodología se detalla las dimensiones, así como los parámetros a los que han sido fabricados dichos planos.



No obstante, las primeras conclusiones obtenidas son, en gran parte, superficiales, y se han basado en la microscopía óptica. Aunque los planos manifiesten su modificación en el rango electromagnético visible, es interesante estudiar propiedades y características mediante el uso de otras técnicas más precisas. Woptix S.L es capaz de cuantificar el cambio de índice de refracción a partir de una técnica de fase cuantitativa, QPI. Obtener dicho cambio es posible aplicando la ecuación 14, que relaciona linealmente la diferencia de camino óptico con el cambio de índice y el grosor de la estructura. A partir de una imagen en intensidad (ver figura 13), el algoritmo obtiene la fase de la luz que atraviesa una muestra, es decir, transforma una imagen en intensidad a imagen de fase (ver figura 13a). La luz, al cambiar de medio, sufre un cambio de fase, por lo que las zonas que en esta imagen de fase presenten tonalidades diferentes, serán regiones distintas o, al menos, regiones en las que la luz se comporta de manera desigual. Este algoritmo es capaz de obtener un mapa en el que cada píxel representa un valor de  $OPD$ . Midiendo las diferencias de altura en la imagen de fase es posible obtener el valor del  $OPD$  de la luz al cambiar de región (mirar la figura 13b). Haciendo uso del *software Gwyddion* se miden dichas alturas para los planos fabricados, así como se construye una imagen de fase tridimensional de la muestra analizada (ver figura 13c). Para analizar dichas imágenes hay que tener en cuenta los efectos a los que se somete la luz cuando interacciona con otros cuerpos; por ejemplo en la figura 13c se aprecia un hoyo de tamaño considerable en el centro de la imagen, entre los planos. Observando la figura 12 es evidente que en esa región no existe ningún obstáculo para que la luz se haya transmitido de manera diferente al resto de la imagen, por lo que no se trata de un efecto físico. Esto podría ser una rayadura, una mota de polvo o cualquier tipo de suciedad que modifique el camino óptico de la luz.

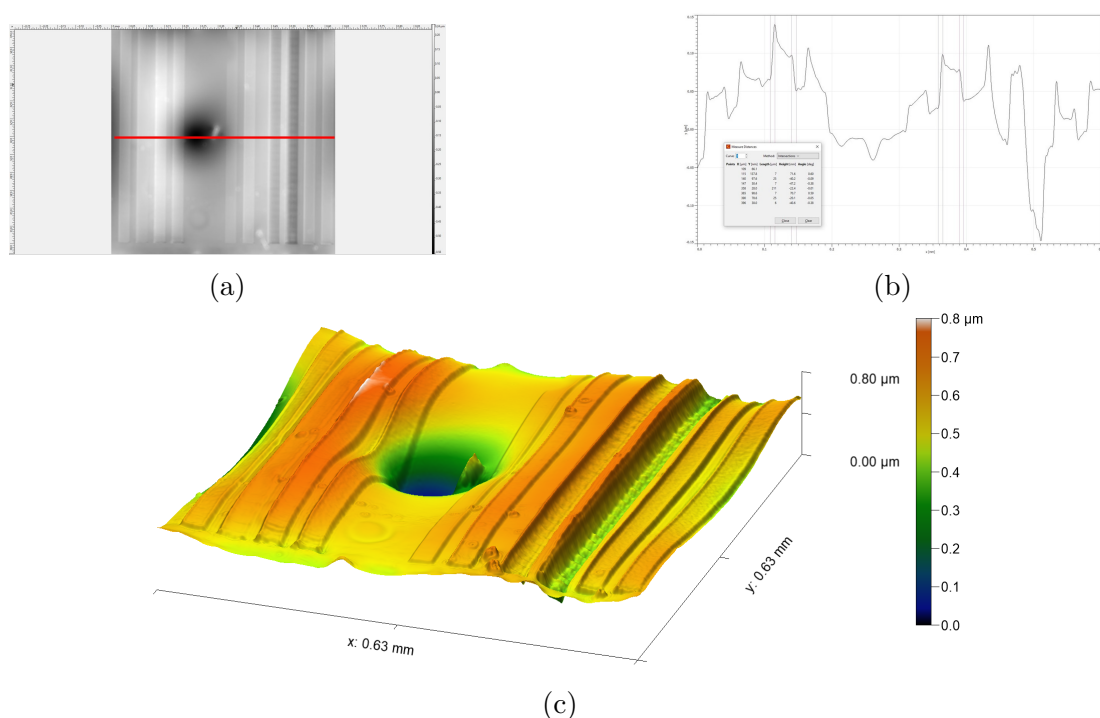


Figura 13: Planos obtenidos con objetivo de 10X: (a) imagen de los planos en fase; (b) perfil de  $OPD$  de la recta roja que atraviesa 13a donde las líneas verticales se usan para medir alturas; (c) Mapa tridimensional de los planos. Las distancias en  $x$ , e  $y$  son longitudes espaciales, mientras que en  $z$  son valores de  $OPD$ .

Como se aprecia en la figura 12, la tonalidad de los planos es la misma para cada plano, es decir, no se aprecia un gradiente de tonalidades dentro de los planos, al menos de manera general. Por lo tanto, es posible asumir que el cambio de índice de refracción que se produce en cada plano es constante. Del mismo modo, se asume también que el grosor del plano es el mismo, pues la técnica de QPI requiere que lo sea, debido a la relación 14. Se han valorado dos métodos para determinar el grosor de cada plano, considerándose: (1) la profundidad calculada del plano a partir de la recta de calibración (ver ecuación 15); y (2) la medición directa del grosor con el *software ImageJ*. Finalmente, se optó por la segunda opción, constatando que ambas medidas se aproximaban bastante, por lo que se vuelve a corroborar la recta de calibración obtenida. Por lo tanto, tomando 10 valores de *OPD* para un mismo plano y haciendo la media aritmética, es posible obtener el *OPD* promedio de cada plano. Repitiendo dicho proceso sistemáticamente para todos los planos es posible obtener la cuantificación del cambio del índice de refracción de cada plano.

Asimismo, es necesario analizar bien las imágenes tomadas para cada distancia de desenfoque y elegir aquella que optimice la medición de *OPD*. En el proceso de medida algunos perfiles de planos no presentaban una forma rectangular como era de esperar, sino que presentaban forma de picos. No obstante, se comprobó que los planos que presentaban dicho perfil en unas imágenes para un cierto desenfoque, para otras imágenes con un desenfoque diferente presentaban una forma rectangular, en otras palabras, que la forma de pico en el perfil de *OPD* no representa una realidad física, sino que son artefactos de la medida. Esto evidencia la sensibilidad de la técnica, por lo que se necesita ser preciso para medir con fiabilidad el *OPD* de cada plano.

Otro factor relevante es la separación entre planos consecutivos, que fue de  $20\ \mu\text{m}$ . Se manifiestan efectos de difracción, absorción y dispersión de la luz al interactuar con los bordes de los planos, haciendo que las medidas de los planos contiguos se vieran alteradas por estos fenómenos ópticos.

Además, es necesario comentar que la técnica de Woptix S.L es capaz de medir el *OPD* de la luz al cambiar de medio, por ejemplo del aire al vidrio. No obstante, la técnica es válida para cuerpos transparentes, por lo que un objeto que se desvíe de esta condición no podrá ser medido con la misma fiabilidad. Woptix S.L se basa en la suposición de que la intensidad de la luz que llega a la muestra es igual a la intensidad de luz que sale de ella, es decir, se basa en la conservación de la energía y, por lo tanto, en que la muestra sea totalmente transparente. Sin embargo, en la práctica, una parte de la intensidad se pierde en forma de difracción, absorción o dispersión, por lo que la técnica se encuentra limitada en tanto en cuanto sean grandes los valores de la intensidad de la difracción, absorción o dispersión en relación a la intensidad incidente. Los detalles de la técnica, así como sus limitaciones están descritos detalladamente en [37, 39, 40].

Observando la figura 13 se manifiesta que, salvo en el plano 7, una parte importante de la luz que incide sobre planos no consigue ser transmitida, por lo que no es captada por la cámara que mide la imagen en intensidad. Esto supone una dificultad añadida, ya que la técnica de Woptix S.L solo podrá dar un valor cuantitativo del cambio de índice con cierta fiabilidad del plano 7. De todos modos, se han calculado los cambios de índices para el resto de planos con el objetivo de estudiar tendencias en función de los parámetros modificados en la fabricación. En la tabla 3 se adjuntan los resultados obtenidos.



Como se comentó en la sección de Metodología, los diferentes planos que se encuentran inscritos en el vidrio han sido fabricados en diferentes configuraciones. Brevemente, las configuraciones en las que se han fabricado los planos se han denominado como (a) para los planos (1-8), (b) para los planos (9-10) y (c) para los planos (11-12). A continuación se adjunta la tabla con los valores encontrados:

Planos fabricados	Grosor ( $\mu m$ )	$OPD_{exp}$ (nm)	$(\Delta n \pm \delta(\Delta n)) \times 10^{-4}$	Energía del pulso (nJ)	Configuración
Plano 1	100.0 $\pm$ 0.1	59.6 $\pm$ 2.9	5.97 $\pm$ 0.62	150	(a)
Plano 2	105.8 $\pm$ 0.1	60.0 $\pm$ 0.6	5.67 $\pm$ 0.65	200	(a)
Plano 3	109.9 $\pm$ 0.1	63.4 $\pm$ 12.0	5.75 $\pm$ 1.76	250	(a)
Plano 4	113.3 $\pm$ 0.1	66.9 $\pm$ 6.1	5.91 $\pm$ 0.73	300	(a)
Plano 5	-	-	-	60	(a)
Plano 6	-	-	-	90	(a)
Plano 7	90.4 $\pm$ 0.1	25.89 $\pm$ 5.9	2.86 $\pm$ 0.85	120	(a)
Plano 8	84.4 $\pm$ 0.1	54.0 $\pm$ 1.0	6.40 $\pm$ 0.43	150	(a)
Plano 9	95.9 $\pm$ 0.1	-102.5 $\pm$ 5.3	-10.07 $\pm$ 1.14	200	(b)
Plano 10	100.2 $\pm$ 0.1	-158.3 $\pm$ 23.1	-15.80 $\pm$ 2.50	250	(b)
Plano 11 (10X)	98.1 $\pm$ 0.1	64.26 $\pm$ 3.8	6.77 $\pm$ 0.61	200	(c)
Plano 11 (20X)	98.1 $\pm$ 0.1	-49.0 $\pm$ 0.4	-4.99 $\pm$ 0.04	200	(c)
Plano 12 (10X)	99.1 $\pm$ 0.1	48.0 $\pm$ 4.1	4.85 $\pm$ 0.03	250	(c)
Plano 12 (20X)	99.1 $\pm$ 0.1	-42.0 $\pm$ 5.0	-4.33 $\pm$ 0.04	250	(c)

Tabla 3: Valores cuantitativos del cambio de índice de refracción de los planos fabricados a distintas energías de pulso, en diferentes configuraciones; (a) los planos (1-8) se fabricaron con una frecuencia de repetición de  $PRR = 2$  kHz, una velocidad de escaneo de  $v = 1$  m/s, un overlap en la dirección del grabado láser del 50 % y una distancia entre poros de  $\Delta y = 1 \mu m$ , y  $\Delta z = 3 \mu m$  en la dirección  $y$ , y la dirección  $z$ , respectivamente; (b) los planos (9-10) se fabricaron con los mismos parámetros, salvo que se redujo el overlap en las direcciones  $y$ ,  $z$  tal que  $\Delta y = 0.5 \mu m$ , y  $\Delta z = 1.5 \mu m$ ; (c) y por último, los planos (11-12) fueron creados como la primera tanda (1-8) pero a la mitad de la velocidad de escaneo, es decir,  $v = 0.5$  m/s aumentando el overlap. Asimismo, se adjuntan los valores del grosor experimental de cada plano, así como el  $OPD_{exp}$  experimental medido.

La figura 13 evidencia que modificar las configuraciones de fabricación induce cambios distintos aunque se empleen los mismos rangos de energía. Los valores arrojados por la tabla 3 muestran un cambio del índice de refracción positivo del orden de  $\sim 10^{-4}$  para los planos (1-8), mientras que para los planos 9 y 10 el cambio es significativamente diferente en comparación con los otros planos. De hecho, se trata de un cambio de índice negativo del orden de  $\sim -10^{-3}$ . No obstante, con los últimos planos ha ocurrido que, al analizarlos con el objetivo de 10X, el cambio de índice era positivo y del orden de  $\sim 10^{-4}$ , mientras que observados con el objetivo de 20X, resultaba un cambio de índice negativo y del mismo orden de  $\sim -10^{-4}$ . Con este último objetivo se obtiene una mayor resolución que con el 10X, puesto que se pueden apreciar detalles más finos en la imagen. Entonces, existe una clara sospecha de que la resolución limitada del objetivo del 10X ha interpretado que los planos (11-12) han sufrido un cambio de índice positivo. Esto puede deberse a los fenómenos que ocurren dentro del plano, como los citados anteriormente de difracción, absorción o dispersión, ya que se pierde parte de la luz incidente observando en transmisión. Además, parece físicamente posible que el cambio real producido sea negativo, dado que al disminuir la velocidad de escaneo se ha aumentado el *overlap* en la dirección  $x$ , y con ello ha aumentado la cantidad de la energía incidente total en una misma región. En concreto, se ha modificado el desplazamiento en esta dirección a la mitad de su valor, es decir, se ha establecido un  $\Delta x = 0.25 \mu m$ . Si se compara la gráfica de  $OPD$  (mirar figura 14) de estos planos, con el objetivo de 20X, con los

que presentan cambio de índice negativo claramente, es decir, con los planos (9-10), se observa un perfil de forma similar entre ambos, aunque con amplitudes diferentes. En el perfil de la *OPD* representado en la figura 13, se aprecia como los planos (9-10) producen una gran diferencia de *OPD* respecto del vidrio no tratado, reflejando que el cambio del índice es negativo. Un comportamiento similar, aunque no tan acentuado, se observa en los planos (11-12), evidenciando la naturaleza negativa de la modificación. Asimismo, la figura tridimensional 14a verifica lo recién comentado, observando como los últimos cuatro planos se hunden hacia el fondo de la figura. Esto último queda comprobado al emplear el objetivo de 40X, ya que el *OPD* medido refleja un claro cambio negativo del índice, tal y como se muestra en la figura 14d. Del mismo modo, se aprecia en la correspondiente figura tridimensional 14c que, para los planos (11-12), existe una gran depresión en relación al medio que les rodea, volviendo a confirmar el cambio negativo del índice. Asimismo, es reseñable destacar en esta última imagen el ruido existente en la rugosidad que presentan los planos. Por ello, para tomar valores cuantitativos de *OPD* no se consideraron los objetivos de 40X y de 60X, pues presentaron mucho ruido que podría haber influido en la medida real. Las causas de este ruido ya han sido comentadas, dividiéndose en dos grupos: (1) fenómenos ópticos como difracción, absorción o dispersión; y (2) ruido debido a la configuración del montaje experimental.

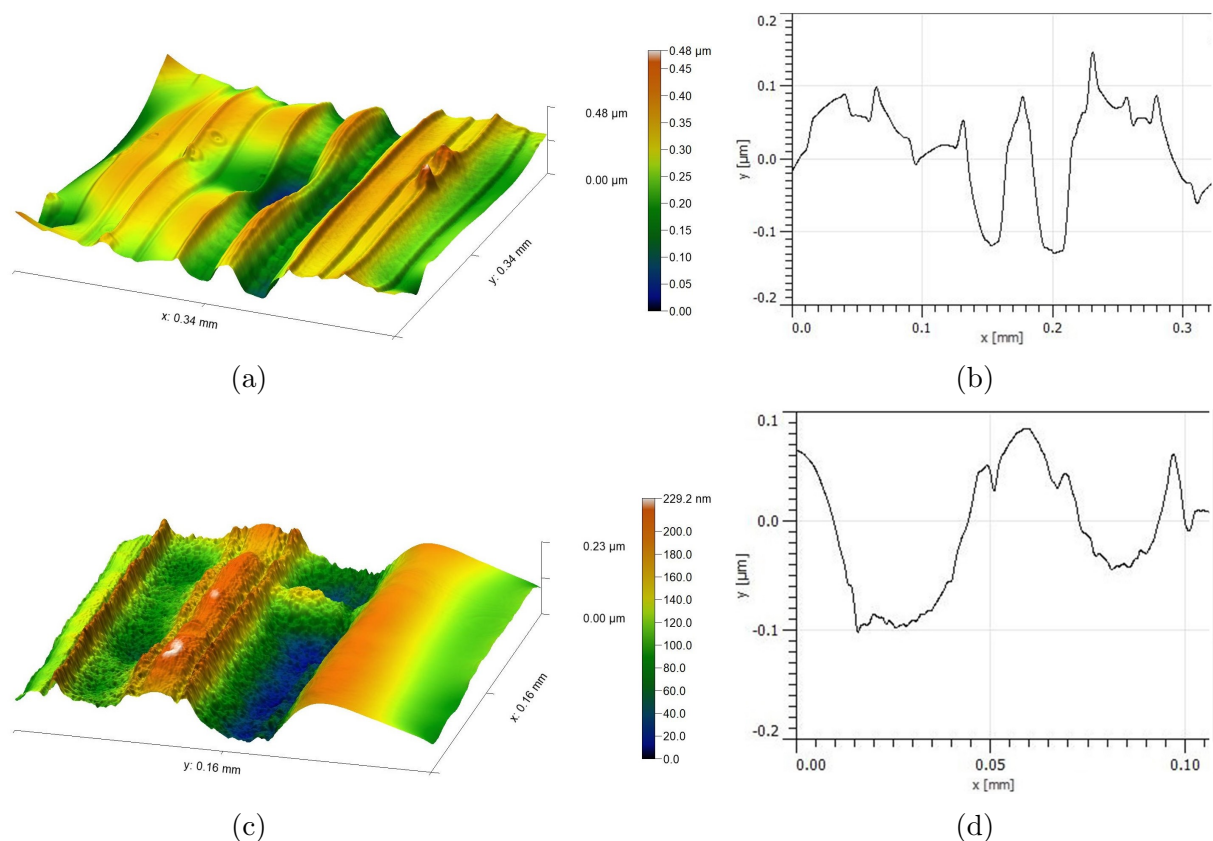


Figura 14: Imágenes de fase de los planos : (a) mapa de *OPD* tridimensional de los planos (9-12) con objetivo de 20X. Las distancias en los ejes  $x$ , e  $y$  se corresponden con distancias espaciales mientras que en  $z$  se refiere al valor del *OPD*; (b) perfil de *OPD* de los planos (9-12) con objetivo de 20X; (c) mapa de *OPD* tridimensional de los planos (11-12) con objetivo de 40X; (d) y perfil de *OPD* de los planos (11-12) con objetivo de 40X.

Para tener una visión clara del comportamiento del cambio del índice de refracción en

$\text{SiO}_2$ , se establece una métrica que permita comparar los cambios producidos en todos los planos en función de la energía aplicada. Para ello, se ha considerado la dosis de energía entregada a un cierto volumen, es decir, se considera la magnitud

$$\frac{E_p}{\Delta x \Delta y \Delta z},$$

donde  $E_p$  es la energía del pulso, y  $\Delta x \Delta y \Delta z$  es el producto de los desplazamientos en las tres direcciones espaciales. Este parámetro, por lo tanto, es una medida de la dosis por volumen. En la gráfica 15 se representa el cambio de índice en función de la dosis de este parámetro realizada en este proyecto (ver figura 15a), así como la tendencia de cambio de índice obtenida en [44] (ver figura 15b).

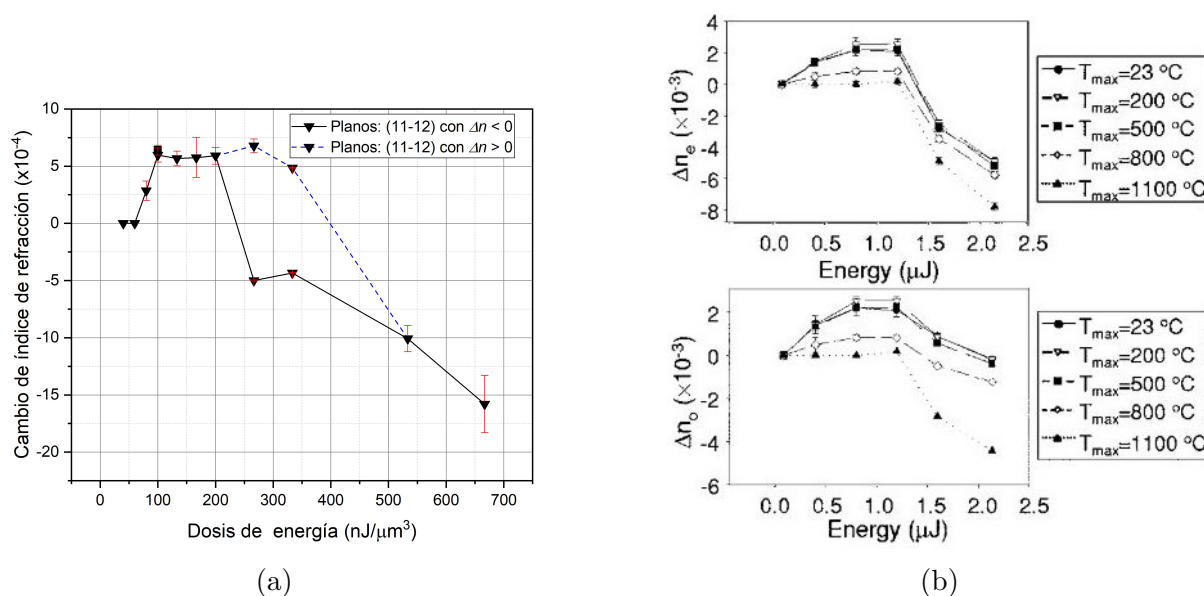


Figura 15: (a) Gráfica que ilustra la tendencia del cambio del índice de refracción en función de la dosis de energía por unidad de volumen. La línea discontinua azul representa la tendencia del cambio de índice cuando se consideran los valores obtenidos para los planos (11-12) con el objetivo de 10X. En rojo se representan las barras de error para cada cambio de índice de refracción; (b) medida del cambio de índice de refracción frente a la energía del pulso aplicada, para diferentes temperaturas. La gráfica superior ilustra el comportamiento del índice de refracción extraordinario,  $\Delta n_e$ , mientras que la inferior el del índice de refracción ordinario,  $\Delta n_o$ . Imagen extraída de [44].

En 15a se observa que para dosis de energías por debajo de los  $80 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  no se produce cambio de índice de refracción. No se observa con microscopía óptica modificación del material ni mediante la técnica de fase. En el valor de  $80 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  se puede establecer el valor umbral de dosis energética para la cual empieza a apreciarse una modificación en el material. Mediante microscopía óptica resulta poco apreciable dicho cambio, como ilustra la figura 12b. Sin embargo, mediante la técnica QPI se puede observar un cambio de refracción positivo, por lo que este umbral es de especial importancia para la técnica desarrollada por Woptix S.L. De hecho, para una dosis de energía de  $60 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  la técnica no es capaz de resolver cambio alguno, mientras que para una dosis de  $100 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  el cambio producido presenta pérdidas de intensidad, por lo que el resultado cuantitativo de la técnica de fase pierde fiabilidad. Por tal razón, el valor de dosis umbral de  $80 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  permite caracterizar las limitaciones de la técnica tanto por arriba

como por abajo. Se propone para futuras investigaciones comprobar si es reproducible este plano con una dosis de energía de  $80 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$ , así como analizar si es diferenciable de sus valores inmediatamente por debajo y por encima, es decir, de  $(70-75) \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  y  $(85-90) \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$ . Con ello se podrá comprobar si se tiene un espacio experimental para poder hacer fabricaciones y estudiar sus comportamientos o, si por el contrario, se trata de un solo punto muy estrecho. Este estudio puede ser novedoso e innovador, ya que uno de los usos que se plantea de la tecnología *fs-pulse* 3DLW es la fabricación de guías de onda. El plano fabricado alrededor de estos valores de dosis umbral es el que, a priori, se comporta más transparente de los fabricados, y por consiguiente, se le presupone que los efectos de difracción, absorción o dispersión no sean significativos siendo el ideal para guiar luz.

Asimismo, tras superar el umbral de dosis existe un rápido aumento de cambio de índice donde se aprecia el doble de cambio respecto al valor umbral, aún cuando existe  $20 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  de diferencia entre ambos planos. Tras esto, parece existir una meseta desde una dosis de  $100 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  hasta  $200 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$ , tratándose este último de un valor crítico, puesto que a partir de dicha dosis se aprecia una rápida disminución del cambio de índice, tomando valores negativos en apenas una diferencia desde  $200 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  a  $266 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$ . Los planos (11-12) que se fabricaron con mayor *overlap* en la dirección  $x$  son los que presentan dicho cambio de índice de refracción del mismo orden de magnitud que el resto de planos (1-8) pero con valor negativo. Entre los valores de ambos, (11-12), parece que existe una ligera tendencia a aumentar de cambio de índice al pasar de  $266 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  a  $333 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$ . No obstante, para dosis de energía mayores, la disminución de cambio de índice es clara y significativa, por lo que la tendencia comentada no parece reflejar con fiabilidad la física del problema. Además, ambos planos presentan un cambio cuantitativo muy parecido entre ambos, por lo que es probable que se hayan producido efectos de difracción, absorción o dispersión responsables de este repentino aumento. Por lo tanto, todo ello parece sugerir que en esta región de dosis energética se disminuye el ritmo de decrecimiento del cambio del índice de refracción. Asimismo, los valores del cambio de índice tomados para el objetivo del 10X, como se comentó anteriormente, no son del todo fiables debido a la menor resolución en comparación con el objetivo del 20X o 40X. No obstante, es interesante estudiar la tendencia entre estos dos puntos, pues se observa que el plano fabricado a mayor dosis energética presenta un menor cambio de índice, revelando la tendencia de la disminución de cambio de índice a mayor dosis. Además, la tendencia del cambio de índice considerando los valores registrados para los planos (11-12) con el objetivo de 10X se ilustra, en la figura 15a, como una línea discontinua azul. Se observa que la zona de meseta se extiende a mayores dosis por unidad de volumen, desplazando el umbral alrededor de  $330 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$ . A partir de dicho valor, también se aprecia una disminución brusca del cambio de índice. Aunque los valores del cambio de índice tomados con el 10X no sean del todo fiables, reproducen el mismo comportamiento observado con objetivos de magnificación mayor. Sin embargo, al solo tomar dos datos en estas condiciones, hay que tener precaución con su interpretación. Se recomienda la fabricación de planos en este rango de dosis de  $250 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  y  $350 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  con la misma configuración que la de los planos (11-12) y estudiar la tendencia con el objetivo del 10X para comprobar que, aunque el algoritmo interprete el cambio de índice como positivo, la tendencia general es la disminución de dicho cambio a medida que se aumenta la dosis. Ello reforzaría la técnica QPI y su gran cualidad que, pese a no ser tan fiable cuantitativamente, es capaz de medir tendencias en el cambio de las propiedades de un material transparente al interaccionar

con la luz. Por último, para dosis de energía mayores como  $533 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  y  $666 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$ , se observan grandes cambios de índice de refracción negativos, aumentando un orden de magnitud respecto de todas las fabricaciones anteriores. Ya con el objetivo de 10X se aprecian claramente las grandes depresiones de *OPD*, tanto en la foto del perfil promedio como en la reconstrucción tridimensional (ver figura 13), reflejando la naturaleza negativa del cambio de índice efectuado en los planos (9-10). Asimismo, aunque no se tratan de los únicos con esta condición, estos dos planos son los que más difieren cuantitativamente de los otros planos, presentando un cambio del índice tanto negativo como de un orden de magnitud superior,  $\sim -10^{-3}$ . Esto se debe a la mayor dosis energética suministrada respecto a los restantes. Además, si se observa el comportamiento de los planos (9-12) se aprecia una tendencia de rápido decrecimiento del cambio de índice a mayor dosis entregada. Por lo tanto, se distinguen dos comportamientos dominantes en la gráfica 15a: el correspondiente a los planos fabricados a dosis energéticas menores del umbral de  $200 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  y el de los planos fabricados a partir de dicho valor.

Investigaciones previas en el contexto de escritura láser en  $\text{SiO}_2$  publicadas en la literatura han reportado que la formación de estructuras con cambio de índice de refracción es causada por rotura de enlaces o desplazamientos atómicos debido a los cambios en la densidad, la acumulación de estrés y la formación de centros de color. Además, el efecto de la acción del láser es propio para cada material, así como de las características de propagación responsables de modificaciones electrónicas y estructurales que definen el sentido negativo o positivo del cambio del índice [45].

En relación al cambio positivo de índice se han reportado valores de  $\Delta n \sim (10^{-4} - 10^{-2})$  ([27, 29]), lo que parece concondar con los valores obtenidos en este proyecto. Asimismo, las modificaciones efectuadas para los planos (1-8) corresponden a cambios suaves isotrópicos del índice de refracción, cuyo comportamiento en función de la dosis de energía suministrada ya ha sido comentado. Los valores medidos de dichas modificaciones se encuentran en el orden de  $\sim 10^{-4}$ . Asimismo, se observa que la disminución del cambio de índice en sílice fundida se asocia a una gran exposición a la radiación láser incidente durante un espacio de tiempo prolongado [45]. Cada material presenta un cierto umbral de intensidad (que depende de las características del mismo, la longitud de onda incidente y la duración del pulso) a partir del cuál las estructuras modificadas con láser de femtosegundo comienzan a presentar fenómenos de dispersión anisotrópica, reflexión anisotrópica, fuerte birrefringencia y cambio negativo del índice de refracción, debido a la presencia de *nanogratings*. Los cambios de índice anotados pueden llegar a ser realmente significativos, registrándose cambios del orden hasta de  $\sim -0.1$  en [46] localmente o del  $-(1.8 \pm 0.2) \%$  en [47] en el índice de refracción efectivo, aunque también se encuentran cambios tanto negativos como positivos del orden de  $\sim 10^{-3}$  [44]. De hecho, este último estudio reporta una serie de fabricaciones variando la energía del pulso, para diferentes temperaturas<sup>13</sup>. Las fabricaciones fueron matrices de seis zonas cuadradas de lado  $100 \mu\text{m}$ . En total analizaron 6 estructuras diferentes, variando la energía del pulso desde  $80 \text{ nJ}$  hasta  $2.14 \mu\text{J}$ . Se comparó el cambio de índice de las estructuras frente a la energía del pulso, obteniendo una gráfica que describe dicho comportamiento (ver figura 15b). En dicha figura se representa tanto el cambio de índice del rayo ordinario,  $\Delta n_o$ , como del rayo extraordinario,  $\Delta n_e$ . La primera fabricación no generó ningún cambio de índice, pero a partir de la segunda estruc-

<sup>13</sup>Aunque el estudio [44] analiza el comportamiento de las estructuras fabricadas en función de la temperatura, este proyecto no incluye dicho objetivo.

tura se observó un incremento positivo monótono en el índice de refracción, alcanzando un valor máximo de  $\Delta n = +2.2 \times 10^{-3}$ . A partir de la estructura fabricada con  $1.6 \mu J$ , se comenzó a notar un fenómeno de birrefringencia significativo, con un cambio de índice extraordinario negativo mínimo de  $\Delta n_0 = -4.9 \times 10^{-3}$ . En contraste, solo la última estructura (estructura 6) creada con mayor energía del pulso que las demás, registró un cambio de índice de refracción ordinario negativo, con un valor mínimo de  $\Delta n_0 = -0.2 \times 10^{-3}$ , mientras que el cambio ordinario para el resto fue positivo. Se confirmó experimentalmente que en las primeras cuatro fabricaciones se observó la zona de cambio tipo 1, mientras que para las dos últimas fabricaciones se midió una birrefringencia importante, es decir, cambio de tipo 2. Asimismo, destaca un cambio abrupto en el cambio de índice inducido por el láser, cuyo cambio se encontró en el umbral en el que se producía birrefringencia.

El estudio publicado en [44] y el presente trabajo convergen en una serie de aspectos. En primer lugar, en la gráfica 15a se aprecia como, para dosis de energía menores que  $60 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$ , no se registra ningún tipo de modificación en el material, ni con microscopía óptica ni de fase. Las estructuras fabricadas a partir dicha dosis empezaban a presentar un cambio de índice positivo con una tendencia monótona creciente en función de la dosis, alcanzando una zona de casi cambio constante o de meseta hasta llegar a un valor máximo de  $\Delta n = (5.91 \pm) \times 10^{-4}$ . A partir de este valor efectuado a  $200 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  se observa un cambio brusco en el cambio de índice de refracción, ya que para una dosis  $266 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  se observó un cambio de índice negativo de  $\Delta n = -(4.99 \pm 0.04) \times 10^{-4}$ . Por lo tanto, se puede establecer un valor umbral en torno a  $200 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  que distingue ambas regiones claramente diferenciadas. En la gráfica 15a parece que entre  $266 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  y  $333 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  existe una ligera tendencia de cambio de índice positiva, pero como se explicó anteriormente, esto se debe a las limitaciones de la técnica de Woptix S.L para caracterizar cuantitativamente una estructura que presente pérdidas de intensidad, por lo que este ligero cambio puede representar una disminución del ritmo de decrecimiento del cambio de índice. Para dosis de energía superiores se observó como el cambio se acentúa en aumento, habiéndose registrado un cambio de  $-(15.80 \pm 2.50) \times 10^{-4}$ , significativamente mayor que el resto. Es importante señalar que se han empleado diferentes configuraciones en ambos proyectos, resultando en diferencias cuantitativas en los cambios de índice reportados. En el presente trabajo se utilizó un haz circularmente polarizado, mientras que en [44] se empleó un haz linealmente polarizado. Es por ello que existe discrepancia cuantitativa entre ambos estudios.

Como resultado, se aprecian claras similitudes entre ambos estudios, por lo que se puede inferir, a falta de comprobación experimental rigurosa, que las fabricaciones de los planos (1-8) presentan un cambio isotrópico suave de índice, mientras que los planos (9-12) presentan fenómeno de birrefringencia y sufren un cambio de índice birrefringente de tipo 2 debido a la formación de *nanogratings*. Además, el umbral entre ambos tipos de modificaciones se encontraría entre  $200 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$  y  $265 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$ , coincidiendo con el umbral de birrefringencia. Esta hipótesis parece verosímil, ya que, según la literatura consultada, al superar cierta intensidad del láser umbral característica de cada material, así como exponer a mayor tiempo de radiación láser, se alcanza la zona de cambio de tipo 2. Los planos (9-12) han sido fabricados con mayor dosis de energía que el resto, pues para los planos (9-10) se cuadruplicó la dosis de energía suministrada y para los planos (11-12) se duplicó, ambos mediante mayor *overlap*. Para futuros trabajos se propone verificar la hipótesis planteada, así como encontrar la región umbral entre los comportamientos de

tipo 1 y 2 y estudiar si existe un campo de experimentación en dicha región o si se trata de un valor umbral bien definido. La creación de estructuras en dicha región se plantea como muy interesante para lograr una mayor comprensión en los fenómenos de tipo 1 y tipo 2.

## Summary: Discussion of results

The study focused on the fabrication of planes, which was made possible by knowledge of the depth calibration and threshold energies required to produce a refractive index change. A uniform change in each plane was considered and characterised using Wooptix S.L's technique. However, due to intensity losses, the technique was not completely reliable. Positive index changes were observed for a 10X objective, and negative changes for a 20X objective and 40X magnification (considered the most reliable). We compared the index changes for different energy doses per unit volume, finding a smooth change for small doses in the order of  $\sim 10^{-4}$ , and a negative change from a threshold dose of around  $200 \text{ nJ}/\mu\text{m}^3$ . From this threshold, negative changes of the order of  $\sim (10^{-4} - 10^{-3})$  were observed. These planes, produced from the threshold dose, were classified as type 2 modifications. The findings of this study are in good agreement with the available literature.

## 5 Conclusión

El desarrollo de los láseres de femtosegundo ha supuesto un gran impacto referente a la modificación estructural con interés en la industria fotónica. Es posible crear estructuras estables embebidas en materiales con aplicación directa en la industria tecnológica. En el presente trabajo se ha hecho un estudio en dióxido de silicio, que abre la puerta a trabajar con este material en futuras investigaciones.

En primer lugar se obtuvo una calibración entre la distancia que había que desplazar el objetivo empleado para controlar el enfoque del haz láser gaussiano y la profundidad real a la que se producía la escritura. Además, se han estudiado los valores umbrales de la energía del pulso a los que se produce tanto el cambio de índice como ataque químico, permitiendo trabajar en rangos energéticos óptimos para estudios futuros. Por último, se ha hecho uso de los resultados anteriores para fabricar planos embebidos en sílice con el objetivo de caracterizar el cambio de índice de refracción, con ayuda de Woptix S.L. Se fabricaron planos obteniéndose cambios de índice del orden de  $\Delta n \sim (10^{-4} - 10^{-3})$ , tanto positivos como negativos. Se obtuvo la tendencia del cambio de índice en función de la dosis energética (ver figura 15a) y se comparó con literatura ([44]), permitiendo inferir a falta de comprobación experimental, que los planos fabricados se encuentran en la región de cambio de tipo 1, así como en la región de tipo 2. En los resultados se contempla la frontera entre estos dos tipos de cambio, haciendo que este estudio sea especialmente interesante tanto para la futura fabricación en sílice como para mejorar la técnica desarrollada por Woptix S.L.

Por otro lado, el Trabajo de Fin de Grado ha sido un reto apasionante en el que se han podido poner a prueba los conocimientos adquiridos a lo largo de todo el Grado de Física. Se pudo desarrollar la capacidad crítica científica a la par que entender, comprender y formar parte de los grupos de investigación actuales en los campos tanto de la microscopía como de la fotónica. Trabajos de esta índole abren la puerta a la exploración de la creación de microestructuras como guías de onda, que sientan las bases de futuras investigaciones en el campo de la fotónica que puedan resultar transformadoras.

### Summary: Conclusion

The development of femtosecond lasers has had a great impact in terms of structural modification with interest in the photonics industry. First of all, the calibration for writing at a desired depth has been found. In addition, the energy thresholds at which morphological changes occur in the material were studied. Finally, planes were fabricated obtaining index changes of the order of  $\Delta n \sim (10^{-4} - 10^{-3})$ , both positive and negative. The tendency of the index change as a function of energy dose was obtained (see figure 15a) and compared with literature ([44]), allowing to infer in the absence of experimental verification that the fabricated planes are in the region of type 1 change, as well as in the region of type 2. The obtained results allow research groups to conduct photonic microfabrications in  $SiO_2$  with high precision. The study has also been of great use to the company Woptix S.L for the improvement of its technique. Studies of this nature open the door to exploring the creation of microstructures as waveguides, laying the foundations for future transformative research in the field of photonics.



## Referencias

- <sup>1</sup>K. Sugioka e Y. Cheng, “Ultrafast lasers—reliable tools for advanced materials processing”, *Light: Science & Applications* **3**, e149-e149 (2014).
- <sup>2</sup>K. M. Davis, K. Miura, N. Sugimoto y K. Hirao, “Writing waveguides in glass with a femtosecond laser”, *Optics Letters* **21**, 1729-1731 (1996).
- <sup>3</sup>Y. Kondo, K. Nouchi, T. Mitsuyu, M. Watanabe, P. G. Kazansky y K. Hirao, “Fabrication of long-period fiber gratings by focused irradiation of infrared femtosecond laser pulses”, *Optics Letters* **24**, 646-648 (1999).
- <sup>4</sup>C. Hnatovsky, R. S. Taylor, E. Simova, V. R. Bhardwaj, D. M. Rayner y P. B. Corkum, “Polarization-selective etching in femtosecond laser-assisted microfluidic channel fabrication in fused silica”, *Optics Letters* **30**, 1867-1869 (2005).
- <sup>5</sup>E. N. Glezer, M. Milosavljevic, L. Huang, R. J. Finlay, T. H. Her, J. P. Callan y E. Mazur, “Three-dimensional optical storage inside transparent materials”, *Optics Letters* **21**, 2023-2025 (1996).
- <sup>6</sup>R. R. Gattass y E. Mazur, “Femtosecond laser micromachining in transparent materials”, *Nature Photonics* **2**, 219-225 (2008).
- <sup>7</sup>M. N. Polyanskiy, “Refractiveindex.info database of optical constants”, *Sci. Data* **11**, 94 (2024).
- <sup>8</sup>C. B. Schaffer, A. Brodeur y E. Mazur, “Laser-induced breakdown and damage in bulk transparent materials induced by tightly focused femtosecond laser pulses”, *Measurement Science and Technology* **12**, 1784 (2001).
- <sup>9</sup>R. Osellame, G. Cerullo y R. Ramponi, eds., *Femtosecond Laser Micromachining: Photonic and Microfluidic Devices in Transparent Materials*, vol. 123 (Springer, Berlin, 2012).
- <sup>10</sup>L. V. Keldysh y others., “Ionization in the field of a strong electromagnetic wave”, *Sov. Phys. JETP* **20**, 1307-1314 (1965).
- <sup>11</sup>D. Du, X. Liu, G. Korn, J. Squier y G. Mourou, “Laser-induced breakdown by impact ionization in SiO<sub>2</sub> with pulse widths from 7 ns to 150 fs”, *Applied Physics Letters* **64**, 3071-3073 (1994).
- <sup>12</sup>J. P. Nadales, “Estudio del plasma generado por un láser ultraintenso de femtosegundos mediante el análisis de rayos X”, Tesis de mtría. (Universidad Complutense de Madrid, 2017).
- <sup>13</sup>P. Roldán Varona, “Post-procesado de fibras ópticas mediante láseres de femtosegundo”, (2019).
- <sup>14</sup>M. Ams, G. D. Marshall, P. Dekker, M. Dubov, V. K. Mezentsev, I. Bennion y M. J. Withford, “Investigation of ultrafast laser–photonic material interactions: challenges for directly written glass photonics”, *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics* **14**, 1370-1381 (2008).
- <sup>15</sup>R. Paschotta, *Numerical Aperture in the RP Photonics Encyclopedia*, Retrieved 2024-03-14, 2024.
- <sup>16</sup>K. Itoh, W. Watanabe, S. Nolte y C. B. Schaffer, “Ultrafast processes for bulk modification of transparent materials”, *MRS Bulletin* **31**, 620-625 (2006).

- <sup>17</sup>K. Miura, J. Qiu, H. Inouye, T. Mitsuyu y K. Hirao, “Photowritten optical waveguides in various glasses with ultrashort pulse laser”, *Applied Physics Letters* **71**, 3329-3331 (1997).
- <sup>18</sup>X. J. Wang, H. H. Fang, F. W. Sun y H. B. Sun, “Laser writing of color centers”, *Laser & Photonics Reviews* **16**, 2100029 (2022).
- <sup>19</sup>Y. Shimotsuma, P. G. Kazansky, J. Qiu y K. Hirao, “Self-organized nanogratings in glass irradiated by ultrashort light pulses”, *Physical Review Letters* **91**, 247405 (2003).
- <sup>20</sup>E. Hecht, *Óptica*, spa, 3<sup>a</sup> ed.. (Addison Wesley, Madrid, 2000).
- <sup>21</sup>S. Juodkazis, K. Nishimura, S. Tanaka, H. Misawa, E. G. Gamaly, B. Luther-Davies y V. T. Tikhonchuk, “Laser-induced microexplosion confined in the bulk of a sapphire crystal: evidence of multimegabar pressures”, *Physical Review Letters* **96**, 166101 (2006).
- <sup>22</sup>O. Svelto, *Principles of Lasers*, 5th (2010) cap. 4, Ray and Wave Propagation Through Optical Media, págs. 150-157.
- <sup>23</sup>R. Cortés, R. Villagómez, V. Coello y R. López, “Laser beam quality factor ( $M^2$ ) measured by distorted fresnel zone plates”, *Revista mexicana de física* **54**, 279-283 (2008).
- <sup>24</sup>A. Szameit, F. Dreisow, T. Pertsch, S. Nolte y A. Tünnermann, “Control of directional evanescent coupling in fs laser written waveguides”, *Optics Express* **15**, 1579-1587 (2007).
- <sup>25</sup>A. Ferrer, V. Diez-Blanco, A. Ruiz, J. Siegel y J. Solis, “Deep subsurface optical waveguides produced by direct writing with femtosecond laser pulses in fused silica and phosphate glass”, *Applied Surface Science* **254**, 1121-1125 (2007).
- <sup>26</sup>Edinburgh Instruments Ltd., “Laser Spot Size in a Microscope”, (s.f.).
- <sup>27</sup>D. M. Krol, “Femtosecond laser modification of glass”, *Journal of Non-Crystalline Solids* **354**, 416-424 (2008).
- <sup>28</sup>C. B. Schaffer, J. F. García y E. Mazur, “Bulk heating of transparent materials using a high-repetition-rate femtosecond laser”, *Applied Physics A* **76**, 351-354 (2003).
- <sup>29</sup>H. Zhang, S. M. Eaton y P. R. Herman, “Low-loss Type II waveguide writing in fused silica with single picosecond laser pulses”, *Optics Express* **14**, 4826-4834 (2006).
- <sup>30</sup>I. Miyamoto, K. Cvecek y M. Schmidt, “Evaluation of nonlinear absorptivity in internal modification of bulk glass by ultrashort laser pulses”, *Optics Express* **19**, 10714-10727 (2011).
- <sup>31</sup>S. Rajesh e Y. Bellouard, “Towards fast femtosecond laser micromachining of fused silica: The effect of deposited energy”, *Optics Express* **18**, 21490-21497 (2010).
- <sup>32</sup>J. Thomas, C. Voigtlaender, R. G. Becker, D. Richter, A. Tünnermann y S. Nolte, “Femtosecond pulse written fiber gratings: a new avenue to integrated fiber technology”, *Laser & Photonics Reviews* **6**, 709-723 (2012).
- <sup>33</sup>W. Yang, P. G. Kazansky, Y. Shimotsuma, M. Sakakura, K. Miura y K. Hirao, “Ultrashort-pulse laser calligraphy”, *Applied Physics Letters* **93** (2008).
- <sup>34</sup>C. Hnatovsky, R. S. Taylor, E. Simova, V. R. Bhardwaj, D. M. Rayner y P. B. Corkum, “Polarization-selective etching in femtosecond laser-assisted microfluidic channel fabrication in fused silica”, *Optics Letters* **30**, 1867-1869 (2005).

- <sup>35</sup>C. Zuo, J. Li, J. Sun, Y. Fan, J. Zhang, L. Lu y Q. Chen, “Transport of intensity equation: a tutorial”, *Optics and Lasers in Engineering* **135**, 106187 (2020).
- <sup>36</sup>Y. Park, C. Depeursinge y G. Popescu, “Quantitative phase imaging in biomedicine”, *Nature Photonics* **12**, 578-589 (2018).
- <sup>37</sup>C. Cairós, R. Oliva-García, G. Siverio, J. M. Trujillo-Sevilla, J. M. Rodríguez-Ramos y A. Acebes, “Refractive index estimation in biological tissues by quantitative phase imaging”, *Optical Materials* **142**, 114087 (2023).
- <sup>38</sup>F. Paz-Buclatin, M. Esquivel-González, A. Casanovas-Melián, O. De Varona, C. Cairós, J. M. Trujillo-Sevilla y A. Ródenas, “Circularly symmetric nanopores in 3D femtosecond laser nanolithography with burst control and the role of energy dose”, *Nanophotonics* **12**, 1511-1525 (2023).
- <sup>39</sup>J. M. Trujillo-Sevilla, M. Velasco-Ocaña, S. Bonaque-González, C. Belda-Para y J. M. Rodríguez-Ramos, “Wavefront phase measurement of striae in optical glass”, *Applied Optics* **61**, 3912-3918 (2022).
- <sup>40</sup>S. Bonaque-González, J. Trujillo-Sevilla, M. Velasco-Ocaña et al., “The optics of the human eye at 8.6  $\mu$  m resolution”, *Sci Rep* **11**, 23334 (2021).
- <sup>41</sup>L. C. Company, *CARBIDE CB5-H + CBM04-2H Harmonics module User Manual* (s.f.).
- <sup>42</sup>A. Rodenas, M. Gu, G. Corrielli, P. Paiè, S. John, A. K. Kar y R. Osellame, “Three-dimensional femtosecond laser nanolithography of crystals”, *Nature Photonics* **13**, 105-109 (2019).
- <sup>43</sup>Microchemicals GmbH, *Wet-Chemical etching of silicon and SiO<sub>2</sub>* (s.f.).
- <sup>44</sup>E. Bricchi y P. G. Kazansky, “Extraordinary stability of anisotropic femtosecond direct-written structures embedded in silica glass”, *Applied Physics Letters* **88** (2006).
- <sup>45</sup>I. M. Burakov, N. M. Bulgakova, R. Stoian, A. Mermillod-Blondin, E. Audouard, A. Rosenfeld e I. V. Hertel, “Spatial distribution of refractive index variations induced in bulk fused silica by single ultrashort and short laser pulses”, *Journal of Applied Physics* **101** (2007).
- <sup>46</sup>E. Bricchi, B. G. Klappauf y P. G. Kazansky, “Form birefringence and negative index change created by femtosecond direct writing in transparent materials”, *Optics Letters* **29**, 119-121 (2004).
- <sup>47</sup>T. Barillot, D. Grojo, M. Gertsvolf, S. Lei, D. M. Rayner y P. B. Corkum, “High refractive index modification of SiO<sub>2</sub> created by femtosecond laser nanostructuring”, *Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics* **43**, 125401 (2010).