

VILNIAUS UNIVERSITETO
FIZIKOS FAKULTETO
LAZERINIŲ TYRIMŲ CENTRAS

Deividas Buinovskis

**SILICIO SLUOKSNIO FORMAVIMO ANT SILICIO
KARBIDO PADĖKLO TYRIMAS**

Magistrantūros studijų baigiamasis darbas

Lazerinės technologijos studijų programa

Studentas

Deividas Buinovskis

Leista ginti
Darbo vadovas

2021-05-21
dr. Alexandr Belosludtsev

Centro direktorius

doc. Aidas Matijošius

Vilnius 2021

Turinys

Įvadas	3
1 Teorijos apžvalga	4
1.1 Optinės dangos struktūros aprašymas	4
1.2 Šviesos sklaidos teorija	6
1.2.1 Ryšys tarp šviesos sklaidos ir paviršiaus šiurkštumo	8
1.3 Optinių dangų nusodinimo technologijos	10
1.3.1 Sluoksnių nusodinimas elektronpluoščiu garinimu	10
1.4 Plonų sluoksnių mikrostruktūros formavimasis	12
1.5 Silicio karbido optiniai elementai	14
1.5.1 Silicio karbido elementų pagrindiniai gamybos ir poliravimo būdai	16
1.5.2 Silicio karbido elemento paviršiaus modifikacija	18
2 Metodika	21
2.1 Elektronopluoščio garinimo įrenginio pagrindiniai parametrai	21
2.2 Cheminio-mechaninio poliravimo pagrindiniai parametrai	23
2.3 Spektrofotometriniai matavimai ir daugiasluoksnės dielektrinės dangos modeliavimas	23
2.4 Paviršiaus analizė atominių jėgų mikroskopu	24
2.5 Visuminės integruotos sklaidos matavimai	25
2.6 Įtempių ir plokštiškumo nustatymas	26
3 Rezultatai	27
3.1 Nedengto SiC elemento paviršiaus analizė	27
3.2 SiC paviršiaus kokybės priklausomybė nuo Si dangos dengimo parametru	29
3.3 Modifikuotas SiC su daugiasluoksne dielektrine danga	34
Pagrindiniai rezultatai ir išvados	36
Padėka	37
Literatūros sąrašas	37
Summary	42

Ivadas

Šiuo metu optinių veidrodžių sistemos yra bene svarbiausias komponentas aukšto tikslumo optinėse sistemose. Lazerinio gręžimo, pjaustymo, mikroapdirbimo ir vaizdavimo sistemose yra plačiai naudojamos galvanometrines veidrodžių skenavimo sistemos [1]. Galvanoskeneriai leidžia pasiekti spartų lazerinio pluošto transliavimą ruošinio plokštumoje, taip padidinami optomechaninės sistemos našumą. Norint pasiekti itin dideles skenavimo spartas, galvanoskenerių veidrodžiai turi pasižymėti atsparumu deformacijoms, kadangi net ir nedidelė veidrodžio deformacija gali sukelti nepageidaujamus pluošto iškreipimus [1]. Didėjant spinduliuotės galiai skenavimo sistemose, galvanoskenerių veidrodžių reikalavimai taip pat auga. Šiuo metu yra pastebimas susidomėjimas Nd:YAG kietakūnio lazerio trečiosios harmonikos (bangos ilgis 355 nm) taikymu skenuojančiose sistemose. Pavyzdžiui, šio bangos ilgio spinduliuotė yra taikoma LIDAR (angl. *light detection and ranging*) skenuojančiose sistemose [2, 3] bei ypač tiksliai ir kruopščiai mikrodarinių apdirbimui [4, 5].

Iki šios dienos yra išvystytos trys galvanoskenerių medžiagų kartos. Pirmoji karta, tai stiklo keramika: lydytas kvarcas, borosilikatas, Zerodur® stiklas [6]. Antroji karta, tai metalai, o pagrindė, berilis ir skirtingi jo lydalai. Trečioji medžiagos karta paremta silicio karbidu (SiC). SiC yra bene geriausia medžiaga skirta veidrodžių sistemoms, kadangi pasižymi unikaliomis mechaninėmis ir fizinėmis savybėmis. SiC pasižymi nepaprastu erdviu stabilumu net ir esant ekstremalioms sąlygoms: sparčiai kintant temperatūrai ir aplinkos drėgmei. SiC pasižymi dideliu standumu, kietumu, dideliu šiluminiu laidumu, mažu šiluminiu plėtimosi koeficientu, bei dideliu fiziniu ir cheminiu inertiškumu [7, 8]. Skenuojančiose sistemose ši medžiaga pakeičia toksišką berilio medžiagą. Dėl savo išskirtinių savybių SiC yra taikomas ne tik skenuojančiose sistemose, bet taip pat ir kosminiuose taikymuose: SiC veidrodžiai yra naudojami *Large Space Optical Systems* sistemose [9] bei *HERSCHEL* astronominiame teleskope [10].

Optiniams taikymams elementų paviršius turi pasižymėti tolygia mikrostruktūra bei mažu paviršiaus šiurkštumu. Dėl savo didelio kietumo elementus pagamintus iš SiC yra itin sudėtinga apdirbti. Poliruojant tokius elementus susidaro mikrostruktūriniai defektai (poros, mikrostruktūrų grudelių pažeidimai, skirtingos medžiagos fazės), kurie prastina elemento paviršiaus kokybę ir didina spinduliuotės sklaidą [11]. Todėl norint pagerinti SiC veidrodžio savybes reikia modifikuoti jo paviršių.

Taigi, šio darbo pagrindinis tikslas yra pagerinti SiC elemento paviršių ir padidinti jo atspindį UV (355 nm bangos ilgyje) spektriniame ruože. Šiam tikslui pasiekti buvo išsikelti uždaviniai:

1. Ištirti nedengto SiC elemento paviršių.
2. Ištirti SiC elemento paviršiaus modifikavimą dengiant silicio sluoksnį elektronpluoščiu gariniame esant skirtingiems dengimo parametrams.
3. Ištirti pilnai modifikuoto SiC elemento paviršių ir jo atspindį UV srityje.

1 Teorijos apžvalga

1.1 Optinės dangos struktūros aprašymas

Optinė danga — medžiagos sluoksnis arba tokių sluoksnių sistema, kurią suformavus ant padėklo paviršiaus, pakeičiamas to paviršiaus poveikis krintančiai spinduliuotei. Optinė danga gali atspindėti, padalinti šviesos pluoštą arba išskirti tam tikrą spektro dalį. Dėl optinės dangos gebėjimo manipuluoti spinduliuote ir jos parametrais optinės dangos yra plačiai taikomos lazerių pramonėje. Optinės dangos naudojamos lazerių pramonėje pasižymi aukštais reikalavimais: tam tikrais atvejais atspindys turi siekti 99.99%, kitu atveju — atspindys turi neviršyti 0.1%. Šiame skyriuje bus plačiau aptartas optinės dangos poveikis šviesos pluoštui.

Norint aprašyti optinės dangos veikimą, t.y jos poveikį sklindančiam šviesos pluoštui, reikia surasti optinės dangos pralaidumo, atspindžio sąryšį su sluoksnių storiais ir jų optinėmis konstantomis (lūžio rodikliu, ekstinkcijos koeficientu). Pradžioje apibrėžkime pagrindines medžiagos sluoksnių optines konstantas: lūžio rodiklį ir ekstinkcijos koeficientą. Lūžio rodiklis N yra kompleksinis dydis ir apibrėžiamas taip:

$$N = n - ik; \quad (1)$$

Realioji lūžio rodiklio dalis nurodo elektromagnetinės spinduliuotės fazinį greitį medžiagoje $n = \frac{c}{v}$, o menamoji jo dalis atitinka ekstinkcijos koeficientą. Ekstinkcijos koeficientas su medžiagos sugertimi α yra susijęs sąryšiu:

$$\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda}; \quad (2)$$

kur λ — elektromagnetinės spinduliuotės bangos ilgis vakuume.

Elektromagnetinė spinduliuotė yra aprašoma elektriniu E ir magnetiniu lauku H :

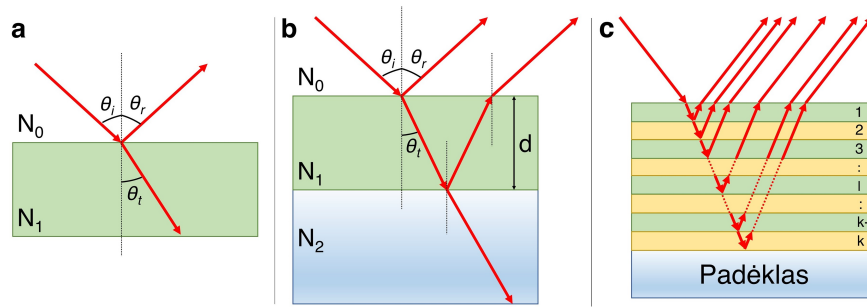
$$E = E_0 \exp[i\omega t - (2\pi N/\lambda)z + \phi]; \quad (3)$$

$$H = H_0 \exp[i\omega t - (2\pi N/\lambda)z + \phi']; \quad (4)$$

E_0 ir H_0 yra elektrinio ir magnetinio lauko amplitudės atitinkamai, z — yra atstumas spinduliuotės sklidimo kryptimi, ϕ — elektromagnetinės bangos fazė. Fazės pokytis bangai pereinant d storio medžiaga yra aprašomas taip:

$$\Delta\phi = -\frac{2\pi Nd}{\lambda} = -\frac{2\pi nd}{\lambda} + i\frac{2\pi kd}{\lambda}; \quad (5)$$

Iš (5) lygties matome, jog ekstinkcijos koeficientas aprašo elektromagnetinės bangos amplitudės silpimą medžiagoje.



1 pav.: Elektromagnetinės spinduliuotės atspindys nuo vieno paviršiaus (a), nuo dviejų paviršių (b) ir nuo k paviršių (c).

Jeigu turime, jog iš „0“ medžiagos, kuri aprašoma kompleksiniu lūžio rodikliu N_0 , elektromagnetinė banga krenta į „1“ medžiagą (N_1), tai turėsime dvi spinduliuotes: praėjusią ir atsispindėjusią (žr. 1 (a) pav.). Tuomet atspindžio (ρ) ir pralaidumo (τ) koeficientus, kai spinduliuotė krenta statmenai į paviršių, galime užrašyti taip:

$$\rho = \frac{E_r}{E_i} = \frac{(n_0 - n_1) - i(k_0 - k_1)}{(n_0 + n_1) - i(k_0 + k_1)}; \quad (6)$$

$$\tau = \frac{E_t}{E_i} = \frac{2(n_0 - ik_0)}{(n_0 + n_1) - i(k_0 + k_1)}; \quad (7)$$

kur E_r , E_t , E_i — atsispindėjusios, praėjusios ir kritusios spinduliuotės elektrinio lauko amplitudės atitinkamai. Jeigu „0“ medžiaga yra nesugerianti, t.y lūžio rodiklis N_0 yra realus dydis, tuomet atspindį R ir pralaidumą T galime užrašyti taip [12]:

$$R = \left(\frac{y_0 - y_1}{y_0 + y_1} \right) \left(\frac{y_0 - y_1}{y_0 + y_1} \right)^* \quad (8)$$

$$T = \frac{4y_0 \Re(y_1)}{(y_0 + y_1)(y_0 + y_1)^*}; \quad (9)$$

kur y yra medžiagos optinis laidumas (angl. *optical admittance*), kuris apibrėžiamas, kaip magnetinio ir elektrinio lauko santykis $y = H/E$, o $*$ reiškia kompleksiskai jungtinį dydį. Jeigu spinduliuotė į paviršių krenta kampu θ_i , tuomet optinis laidumas bus skirtingas s ir p poliarizuotai spinduliuotei ir bus apibrėžiamas taip: $y_s = \frac{y}{\cos \theta_i}$, $y_p = y \cos \theta_i$. Atitinkamai bus skirtingas ir atspindys bei pralaidumas s ir p poliarizuotai spinduliuotei.

Skaičiavimai pasidaro sudėtingi, kai skiriamųjų paviršių yra keletas (žr. 1 (b) pav.). Šviesos atspindį šiuo atveju lemia abudu paviršiai, todėl galime suskaičiuoti efektyvųjį optinį laidumą $Y = C/B$ iš padėklo (y_2) ir plono medžiagos sluoksnio (y_1) laidumų. Kadangi padaugėja skaičiavimų, pravartu pasinaudoti matriciniu formalizmu [12]:

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = M \begin{bmatrix} 1 \\ y_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta & (i \sin \delta)/y_1 \\ iy_1 \sin \delta & \cos \delta \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ y_2 \end{bmatrix} \quad (10)$$

Matrica M vadinama sluoksnio charakteringąja matrica. Parametras δ yra sluoksnio fazės faktorius

suskaičiuotas iš sluoksnio storio (d), kompleksinio lūžio rodiklio (N_1), bangos ilgio (λ) ir lūžio kampo (θ_t) [12]:

$$\delta = \frac{2\pi N_1 d \cos(\theta_t)}{\lambda} \quad (11)$$

Tada pralaidumas ir atspindys apskaičiuojamas taip:

$$R = \left(\frac{y_0 - Y}{y_0 + Y} \right) \left(\frac{y_0 - Y}{y_0 + Y} \right)^* \quad (12)$$

$$T = \frac{4y_0 \Re(y_1)}{(y_0 B + C)(y_0 B + C)^*} \quad (13)$$

Šis skaičiavimo būdas gali būti pritaikomas ir daugiasluoksnei dangai (1 (c) pav.) atitinkamai padauginus charakteringąsias sluoksnio matricas (10) išraiškoje:

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = M_1 M_2 \dots M_l \dots M_{k-1} M_k \begin{bmatrix} 1 \\ y_{pad} \end{bmatrix} \quad (14)$$

kur M_l yra l -ojo sluoksnio charakteringoji matrica:

$$M_l = \begin{bmatrix} \cos \delta_l & (i \sin \delta_l) / y_l \\ i y_l \sin \delta_l & \cos \delta_l \end{bmatrix} \quad (15)$$

Atspindys ir pralaidumas tokiu atveju gali būti suskaičiuoti pagal (8) ir (9) išraiškas atitinkamai. Svarbu nepamiršti, jog šis skaičiavimo būdas yra naudojamas tik tada, kai sluoksnių sugertis yra nykstamai maža [12].

Iš anksčiau aprašytų išraiškų galime padaryti vieną svarbią išvadą. 1 (b) pav. nuo pirmo paviršiaus ir nuo antro paviršiaus atsispindėję spinduliai gali interferuoti konstruktyviai arba destruktvyviai. Destruktyvi interferencija bus tuomet, kai bendra spinduliuotės amplitudė yra lygi atskirų amplitudžių skirtumui, t.y. kai susidaro π fazės poslinkis. Konstruktyvi interferencija yra galima tuomet, kai fazės poslinkis bus 2π kartotinis.

1.2 Šviesos sklaidos teorija

1.1 skyriuje nagrinėjant šviesos reiškinius vykstančius ploname medžiagos sluoksnyje, buvo naudotos tik dvi pagrindinės spektrinės charakteristikos: atspindys ir pralaidumas. Tačiau realiame optiniame elemente egzistuoja taip pat ir nuostoliai (L) ir tuomet energijos tvermės dėsnis yra užrašomas taip:

$$R + T + L = 1 \quad (16)$$

Nuostolių dėmuo yra sudarytas iš dar dviejų pagrindinių komponentų: šviesos sugerties ir sklaidos. Šviesos sugertį gali sukelti tiek pats optinis elementas, tiek ir optinė danga. Kadangi šiame darbe nėra nagrinėjama šviesos sugertis, todėl plačiau apie tai nebus užsiminta. Kita komponentė, šviesos sklaida, yra ne tik papildomas triukšmas optinėse sistemose, bet taip pat veiksnyms mažinantis optinį

pralaidumą ir bloginantis atvaizdo kokybę. Šviesos sklaida yra taip pat nepageidaujamas efektas didelio atspindžio dangose, kadangi įneša papildomų nuostolių ir prastina optinio elemento efektyvumą. Šiame skyriuje bus trumpai aptariama šviesos sklaida ir jos sąryšis su paviršiaus šiurkštumu.

Nagrinėjant šviesos sklaidą yra pravartu apibrėžti parametą x , kuris būtų susijęs su sklaidančių dalelių dydžiu. Sklaidos parametras x yra išreiškiamas šia formule [13]:

$$x = \frac{2\pi r}{\lambda}, \quad (17)$$

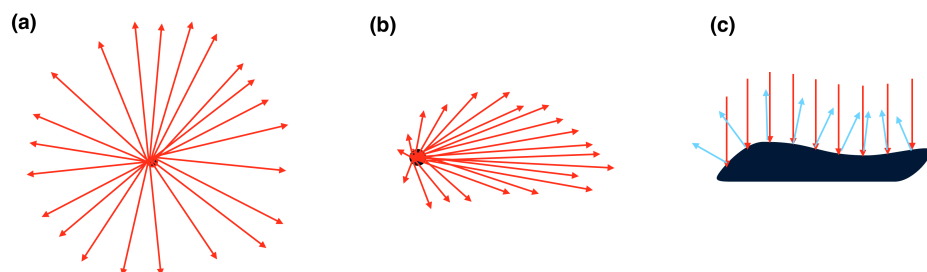
kur r yra sklaidančios dalelės dydis, λ — šviesos bangos ilgis. Jeigu sklaidanti dalelė yra žymiai mažesnė už bangos ilgį ($r \ll \lambda$), tuomet šviesos sklaidą aprašo *Rayleigh* teorija (2 pav. (a)), kur išsklaidytos šviesos intensyvumas yra atvirksčiai proporcingas bangos ilgiui ketvirtuoju laipsniu [13]:

$$I(R, \theta) = I_0 \frac{8\pi^4 N \alpha^2}{\lambda^4 R^2} (1 + \cos^2 \theta), \quad (18)$$

kur N yra dalelių skaičius, I_0 — pradinis šviesos intensyvumas, α — dalelių poliarizuotumas, R — atstumas nuo dalelės iki sklaidos matavimo taško, θ — sklaidos kampas. Dėl išsklaidytos šviesos priklausomybės nuo bangos ilgio kaip $1/\lambda^4$, galima padaryti svarbią išvadą: sklaidos poveikis nuo itin mažų dalelių ($\ll \lambda$) smarkiai didėja esant trumpiems bangos ilgiams. Tai reiškia, jog tokia sklaida daro didžiausią įtaką optiniams elementams naudojamiems UV ($\lambda < 400$ nm) srityje.

Jeigu sklaidančių dalelių dydis yra palyginimas su bangos ilgiu, tuomet naudojama *Mie* sklaidos teorija (2 pav. (b)). Tokiu atveju išsklaidytos šviesos intensyvumas stipriai priklauso nuo dalelių dydžių ir formos ir yra stipresnis priekinėje sklaidoje, nei atgalinėje. *Mie* teorija nepateikia tikslios išsklaidytos šviesos intensyvumo išraiškos. Sklaidos matavimų atveju, kai dalelių, kurios yra bangos ilgio dydžio, kiekis yra gan mažas, tai *Mie* sklaida stebima tik nuo pavienių dalelių, kurios vidurkinant matavimus išsilygina su *Rayleigh* sklaida.

Jeigu sklaidančių dalelių dydis yra žymiai didesnis už bangos ilgį, tuomet tokia sklaida aprašoma remiantis geometrinės optikos principais (2 pav. (c)). Ši teorija naudojama aprašant sklaidą nuo optinių elementų paviršiaus ar tūrio defektų, kai yra žinomos dalelių ar paviršiaus defektų formos ir matmenys.



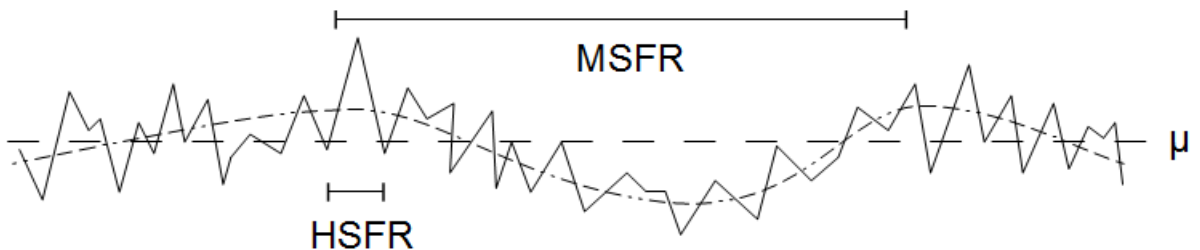
2 pav.: Pagrindiniai sklaidos mechanizmai nuo dalelių: (a) *Rayleigh* sklaida, (b) *Mie* sklaida, (c) sklaida aprašoma geometrinės optikos principais.

1.2.1 Ryšys tarp šviesos sklaidos ir paviršiaus šiurkštumo

Dažniausiai paviršiaus šiurkštumas yra išreiškiamas kvadratinio nuokrypiu (angl. *root mean square, RMS*). RMS šiurkštumas yra puikus parametras analizuojant įvairių optinių elementų šiurkštumą, tačiau nepateikus papildomos informacijos (šiurkštumo matavimo metodikos), šiurkštumas gali būti interpretuojamas klaidingai. Dažniausiai, sąlyginai lygaus paviršiaus aukščių skirtumai pasižymi Gauso skirstiniu [13]. Tuomet RMS šiurkštumas gali būti išreikštas pasinaudojant formule [13]:

$$\sigma_{RMS} = \sqrt{\frac{1}{MN} \sum_{k=0}^{M-1} \sum_{l=0}^{N-1} [H(x_k, y_l) - \mu]^2}, \quad (19)$$

kur M ir N yra H matricos matmenys, o μ yra vidutinis paviršiaus aukštis. σ_{RMS} yra parametras apibūdinantis ant paviršiaus esančių komponentų vidutinį aukštį. Tačiau vien žinoti vidutinį komponentų aukštį nepakanka. Norint pilnai aprašyti šiurkštumo įtaką šviesos sklaidai, reikia žinoti ir komponentų skersinius matmenis. Skersiniai matmenys yra aprašomi remiantis autokoreliacijos funkcija. Ši funkcija aprašo koreliacijos laipsnį tarp dviejų paviršiaus topografijų $H(\vec{r})$ ir $H(\vec{r} + \vec{d})$ (\vec{d} — poslinkio vektorius). Atlikus šios autokoreliacijos funkcijos Furjė transformaciją yra gaunama galios spektrinio tankio funkcija (angl. *power spectral density function*). Remiantis šia funkcija, paviršių galima apibūdinti, kaip skirtingo dažnio periodinių harmoninių funkcijų sumą (3 pav.). Arba galima įsivaizduoti, kaip daugybės skirtingų periodų ir skirtingo gylio difrakcinių gardelių visumą išdėliotą paviršiuje skirtingomis kryptimis.



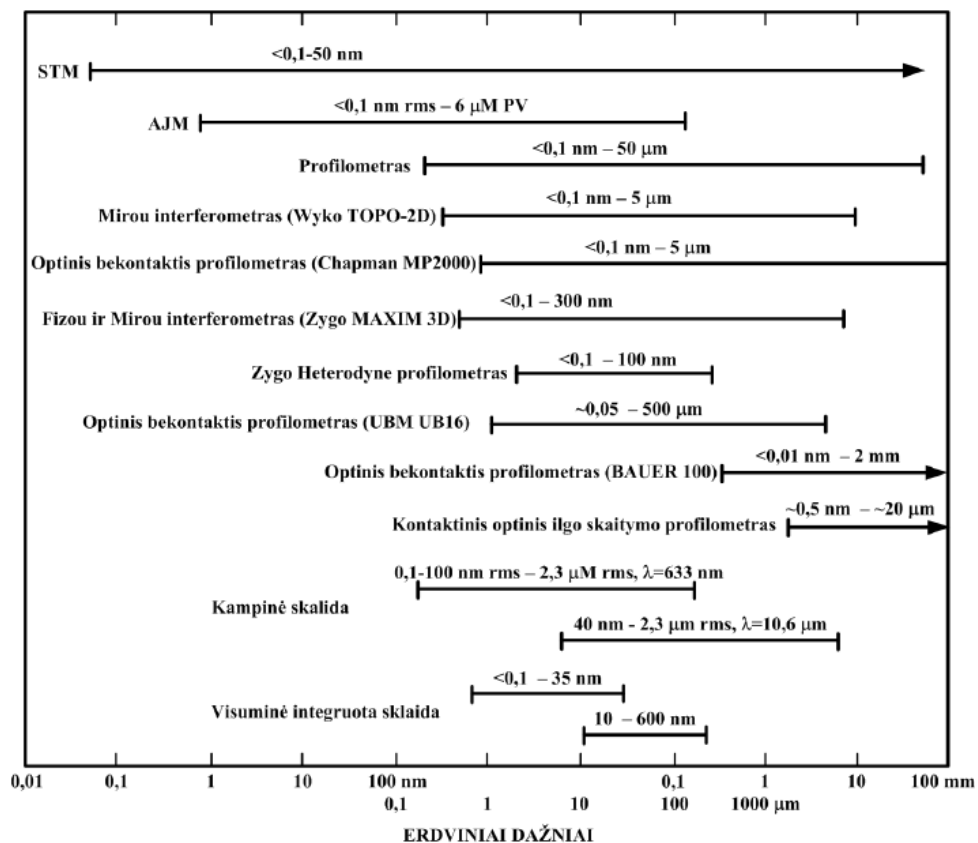
3 pav.: Paviršiaus šiurkštumas — tai skirtingo erdvinio dažnio funkcijų konvoliucija. HSFR — aukšto erdvinio dažnio komponentė, MSFR — vidutinio erdvinio dažnio komponentė. μ yra bendras vidutinis aukštis.

Tuomet RMS šiurkštumas yra išreiškiamas taip:

$$\sigma_{RMS} = 2\pi \int_{f_{min}}^{f_{max}} PSD(f) f df, \quad (20)$$

kur f_{min} ir f_{max} yra erdvinio dažnių juosta, kurioje yra skaičiuojamas RMS šiurkštumas. Jeigu $f_{min} = 0$ ir $f_{max} = \infty$, tuomet σ_{RMS} yra skaičiuojamas visame erdvinio dažnių diapazone ir šiurkštumo rezultatas apskaičiuotas remiantis (19) ir (20) formulėmis yra vienodas. Jeigu (20) formulėje aprašytas σ_{RMS} skaičiuojamas tam tikrame erdvinio dažnių ruože, tuomet rezultatai gali skirtis. Čia yra svarbus aspektas, kadangi skirtingi RMS šiurkštumo matavimo prietaisai matuoja skirtinguose erdvinio dažnio

ruožuose ir jų rezultatai negali būti lyginami tarpusavyje. Skirtingų šiurkštumo matavimo prietaisų veikimo ruožai pateikiami 4 pav.



4 pav.: Paviršiaus šiurkštumo matavimo metodai ir jų matavimo ribos: horizontalioje ašyje atidėti matavimų erdviniai dažniai, rodyklės nurodo matavimo metodą, o virš rodyklių nurodytos šiurkštumo matavimų aukščių ribos [14].

Aukščiau aprašytą paviršiaus šiurkštumą galime susieti su šviesos sklaida apsibrėžus naują dydį — visuminę sklaidą (angl. *total scattering*, *TS*). Visuminė sklaida — išsklaidyta šviesos galia (P_s) sunormuota į krintančios šviesos galią (P_i):

$$TS = \frac{P_s}{P_i} \quad (21)$$

1950 m. *Davies* pristatė teorija, kuri susieja visuminę sklaidą su paviršiaus šiurkštumu [15]. Visuminė sklaida sąlyginai lygiems paviršiams ($\sigma_{RMS} \ll \lambda$) gali būti išreikšta taip:

$$TS = R \left(\frac{4\pi\sigma_{RMS}}{\lambda} \right)^2, \quad (22)$$

kur R yra paviršiaus atspindžio koeficientas, o λ — bangos ilgis.

Taigi, visuminė sklaida yra tiesiogiai proporcinga nuo RMS paviršiaus šiurkštumo antruoju laipsniu ir atvirkščiai proporcinga bangos ilgiui antruoju laipsniu. Tai reiškia, jog tas pats paviršius gali labiau sklaidyti šviesą naudojant trumpus bangos ilgius nei ilgus bangos ilgius. Kadangi RMS šiurkštumas priklauso nuo erdvinio dažnio, tai bendrai skirtingi paviršiaus komponentai gali daryti skirtingą įtaką šviesos sklaidai. Bendrai, erdviniai dažniai yra skirstomi į tris pagrindines kategorijas

(1 lentelė). Analizuojant, kaip PSD keičiasi kintant erdviniam dažniui galima nuspėti, kaip šviesos sklaida priklausys nuo bangos ilgio. MSFR yra svarbus regimojoje ir artimojoje bei viduriniojoje IR srityse. HSFR labiausiai darys įtaką trumpabangėje spektro dalyje [13].

1 lentelė: Pagrindinės erdvinių dažnių kategorijos

Kategorija	Erdvinių dažnių ruožas, μm^{-1}	Bangos ilgių ruožas, μm
Mažo erdvinio dažnio šiurkštumas (LSFR)	0 - 0.001	>3
Vidutinio erdvinio dažnio šiurkštumas (MSFR)	0.001 - 1	0.2 - 5
Didelio erdvinio dažnio šiurkštumas (HSFR)	1 - ∞	<0.4

1.3 Optinių dangų nusodinimo technologijos

Optinės dangos gali būti pagamintos naudojant įvairias technologijas, kurios pagrinde yra skirstomos į dvi grupes: fizinį ir cheminį nusodinimą. Cheminis garų nusodinimo būdas nusako optinių dangų augimą, kurį lemia cheminės reakcijos vykstančios ant padėklo paviršiaus. Fizinis garų nusodinimas yra skirstomas į dar dvi pagrindines kategorijas: garinimą (angl. *evaporation*) ir dulkinimą (angl. *sputtering*). Garinimo metu medžiaga yra įkaitinama iki jos garavimo temperatūros. Garai kondensuojasi ant padėklo, taip suformuodami ploną medžiagos sluoksnį. Medžiaga gali būti įkaitinta tiesioginiu būdu (kaitinimas elektronu pluoštu) arba netiesioginiu (termovaržinis kaitinimas). Tuo tarpu dulkinimo metu atomai yra išmušami iš medžiagos paviršiaus bombarduojant ją didelės energijos jonais. Didelės energijos jonai sukuriama jonizuojant inertines dujas (pvz.: argoną, ksenoną) ir greitinant juos link dulkinimo medžiagos taikinio. Tiek CVD, tiek PVD procesai vyksta aukštame vakuume ($\sim 10^{-4}\text{Pa}$), todėl medžiagos garų dalelių laisvasis lėkio kelias yra keliasdešimt metrų, todėl dalelės link padėklų juda tiesiomis trajektorijomis beveik nesusidurdamos su kitomis dalelėmis. Šiame skyriuje bus aptarta elektronpluoščio garinimo (angl. *electron beam evaporation, EBE*) sluoksnių nusodinimo technologija.

1.3.1 Sluoksnių nusodinimas elektronpluoščiu garinimu

Vienas iš universaliausių, seniausių ir plačiausiai naudojamų optinių dangų gaminimo būdų yra elektronpluoštis garinimas. Sluoksnių formavimas EBE būdu vyksta vakuuminėje kameroje, kurios principinė schema yra pateikta 5 pav. Kaip jau buvo minėta anksčiau, sluoksnio dengimas EBE metodu yra atliekamas aukštame $\sim 10^{-3}\text{Pa}$ vakuume, kuris pasiekiamas kriogeninių arba difuzinių vakuuminių siurblių pagalba. Garinimo medžiaga yra sudedama į vandeniui aušinamą talpą, dažniausiai pagamintą iš aukštą lydymosi temperatūrą turinčios medžiagos (pvz. vario, molibdeno ar grafito [12]), kuri vadinama tigliu. Tiglio aušinimas apsaugo nuo garinamos medžiagos sąveikos su tiglio medžiaga. Elektronų šaltinis yra įkaitintas volframinis siūlelis, įmontuotas konstrukcijoje po tigliu.

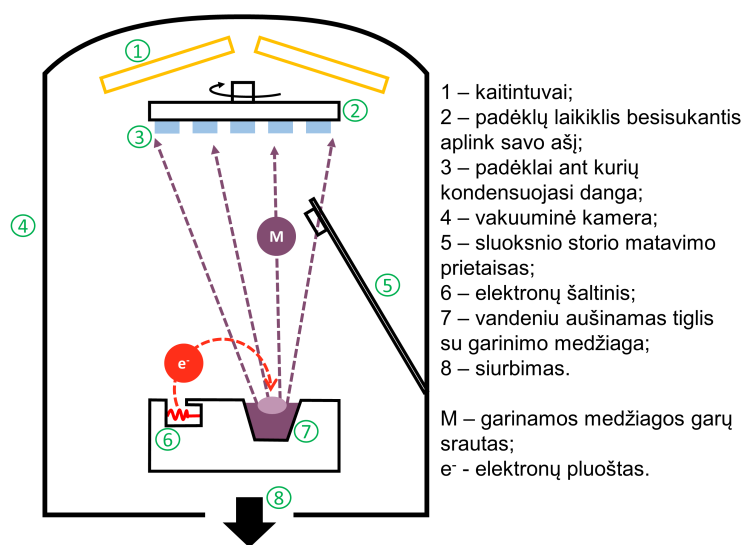
Dėl tokios volframinio siūlelio padėties garinamos medžiagos atomai nenusėda ant siūlelio ir taip išvengiama nepageidaujama reakcija su garinimo medžiaga ir prailginamas siūlelio tarnavimo laikas. Emituoti elektronai yra įgreitinami 5-15 kV stiprio elektriniu lauku, magnetinio lauko pagalba 270° kampu pradinės padėties atžvilgiu nukreipiami ir fokusuojami į garinimo medžiagą. Keičiant *Wehnelt* potencialą, gali būti keičiamas elektronų pluošto fokusuojamo taško dydis [12]. Magnetiniu lauku elektronų pluoštas valdomas x ir y kryptimis. Kai elektronai susiduria su tiglyje esančiais medžiagos atomais, elektronų kinetinė energija yra paverčiama garinamos medžiagos šilumine energija. Šitaip medžiaga esanti tiglyje yra įkaitinama iki garavimo temperatūros. Iš medžiagos išstrūkusių dalelių srautas juda link kameros viršuje esančių optinių padėklų. Siekiant užtikrinti formuojamo sluoksnio storio tolygumą, laikiklis su įtvirtintais optiniais padėklais sukasi aplink savo ašį pastoviu greičiu.

Garinamo sluoksnio storis gali būti kontroliuojamas keliais būdais. Pirmasis būdas yra kontrolė pagal sluoksnio optinį atsaką. Kas tam tikrą laiko intervalą yra fiksuojamas padėklų laikiklyje įtvirtinto optinio elemento, vadinamu liudininku (angl. *witness sample*), atspindžio arba pralaidumo signalas ties tam tikru bangos ilgiu. Toks būdas vaidinamas vienbangė spektrinė kontrolė. Atskirais atvejais gali būti fiksuojamas ir atspindžio ar pralaidumo spektras tam tikrame bangos ilgių ruože — plautas spektro kontrolė (angl. *broadband monitoring, BBM*). Tokiu būdu lyginamas teorinis ir eksperimentinis pralaidumo arba atspindžio spektras ir prognozuojamas to spektro pokytis.

Antrasis būdas, kuriuo kontroliuojamas sluoksnio storis yra pasitelkiant kvarcinio kristalo rezonatoriaus (angl. *quartz crystal microbalance, QCM*) kontrolę. Kvarcinis kristalas pasižymi pjezoelektriniu efektu, t.y suteikus kristalui elektrinį lauką yra stebimi kristalo mechaniniai pokyčiai. Pridėjus prie kristalo sparčiai kintantį elektrinį lauką, kristalas pradeda osciliuoti rezonansiniu dažniu, kuris priklauso nuo kristalo dimensijų. Dėl to, dengimo metu užgaravęs medžiagos sluoksnis pakeičia kristalo storį ir tuo pačiu osciliavimo rezonansinį dažnį. Matuojant šį pokytį nustatomas užgaravęs sluoksnio storis.

Užgarinus reikiamą sluoksnio storį, uždaroma virš garinamos medžiagos esanti sklendė. Dažniausiai vakuuminėje kameroje yra įrengti keli elektronų šaltiniai ir aušinami tigliai, tam kad galima būtų garinti skirtingas medžiagas ir formuoti daugiasluoksnę dangą.

EBE technologija priskiriama prie žemų energijų procesų, kadangi garuojančių dalelių greičiai yra 10^5 cm/s eilės, o jų vidutinė kinetinė energija neviršija 0.1 eV [12]. Dėl šios priežasties šiluminiu garinimu suformuotų dangų struktūra yra porėta, netanki. Porėtas dangos yra mažiau atsparios aplinkos



5 pav.: Garinimo elektronų pluoštu principinė schema.

veiksniams. Pastebimi sluoksnių lūžio rodiklių pokyčiai keičiantis aplinkos drėgmei, kadangi porėtos dangos linkusios absorbuoti atmosferoje esančius vandens garus [12]. Kadangi EBE metu medžiagos garinimas vyksta iš taškinio šaltinio, tai šiuo būdu yra sudėtinga dengti didelio ploto padėklus ir užtikrinti gerą dangos storio tolygumą per visą padėklo paviršių [16]. Kadangi EBE suformuotos dangos pasižymi mažu tankumu, dėl šios priežasties dangos taip pat pasižymi ir sąlyginai mažais (< 400 MPa) įtempiais [17, 18, 19].

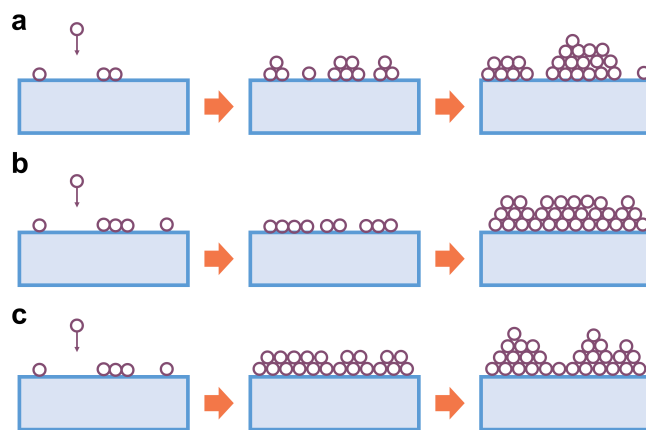
Tačiau EBE technologija turi ir pranašumus lyginant su kitomis PVD technologijomis (pvz.: magnetroniniu dulkinimu, jonapluoščiu dulkinimu). EBE pasižymi sąlyginai didele dengimo sparta: metalus ir metalų oksidus galima dengti 1-10 nm/s sparta, tuo tarpu dulkinimo metu pasiekama sparta yra iki ~1 nm/s [16]. Taip pat šios technologijos garinimo įranga yra žymiai pigesnė ir paprastesnė lyginant su kitomis PVD dengimo įrangomis [12].

Nors EBE būdu suformuotos dangos yra porėtos, tačiau nusėdančių dalelių mobilumą ir sluoksnio tankumą galima padidinti didinant padėklų temperatūrą. Tai yra pasiekama naudojant kaitintuvus, kurie įrengti virš padėklų laikiklio (5 pav.). Dažniausiai metalų oksidai ir metalai yra nusodinami esant 100-300°C padėklų temperatūrai [20]. Taip pat, sutankinti šiluminiu būdu suformuotas dangas galima panaudojant papildomą jonų asistavimą (angl. *ion beam assisted deposition, IBAD*). Tokiu būdu garinamos medžiagos dalelės yra papildomai bombarduojamos aukštos energijos jonais. Susidurdami jonai perduoda dalį savo kinetinės energijos medžiagos garų dalelėms ir jos pasiekia paviršių su didesne energija, nei lyginant su tradiciniu EBE būdu. Tokios dalelės pasižymi didesniu mobilumu, todėl formuojasi tankesnė sluoksnio mikrostruktūra.

1.4 Plonų sluoksnių mikrostruktūros formavimasis

Iš garinimo medžiagos esančios tiglyje atitrūkusios dalelės kondensuojasi ant padėklo taip formuodami ploną medžiagos sluoksnį. Literatūroje yra išskiriami trys pagrindiniai sluoksnių formavimo mechanizmai [21]:

1. *Volmer-Weber* arba salelių augimo modelis (6 (a)) būdingas metaliniams ir dielektriniams sluoksniams suformuotiems ant dielektrinio paviršiaus. Šiuo atveju jėga veikianti tarp medžiagos atomo ir paviršiaus yra mažesnė nei jėga veikianti tarp gretimų nusėdusių atomų. Dėl šios priežasties nusėdę atomai labiau linkę judėti paviršiumi ir prisijungti prie kitų paviršiuje nusėdusių atomų. Tokiu būdu formuojasi atomų sancaupos arba salelės, kurios lemia šiurkštaus sluoksnio augimą. Šis modelis yra plačiausiai taikomas apibūdinant šiluminiu būdu suformuotų sluoksnių augimą.
2. *Frank van der Merwe* arba sluoksnių augimo modelis (6 (b)) būdingas kai kurių metalų ir puslaidininkinių sluoksnių augimui ant metalinių paviršių. Šiuo atveju jėga tarp paviršiaus ir nusėdusių atomų yra didesnė, todėl pastebima paviršinė dalelių difuzija, tačiau atomai nelinkę kauptis. Tokiu būdu formuojasi tolygus atomų sluoksnis.
3. *Stranski-Krastanov* arba mišrus sluoksnių ir salelių augimo modelis (6 (c)). Šiuo atveju, priklausomai nuo paviršinės energijos, padėklo ir medžiagos gardelės parametrų, pradžioje formuojasi atomų sluoksniai, o vėliau pastebimas salelių formavimasis.



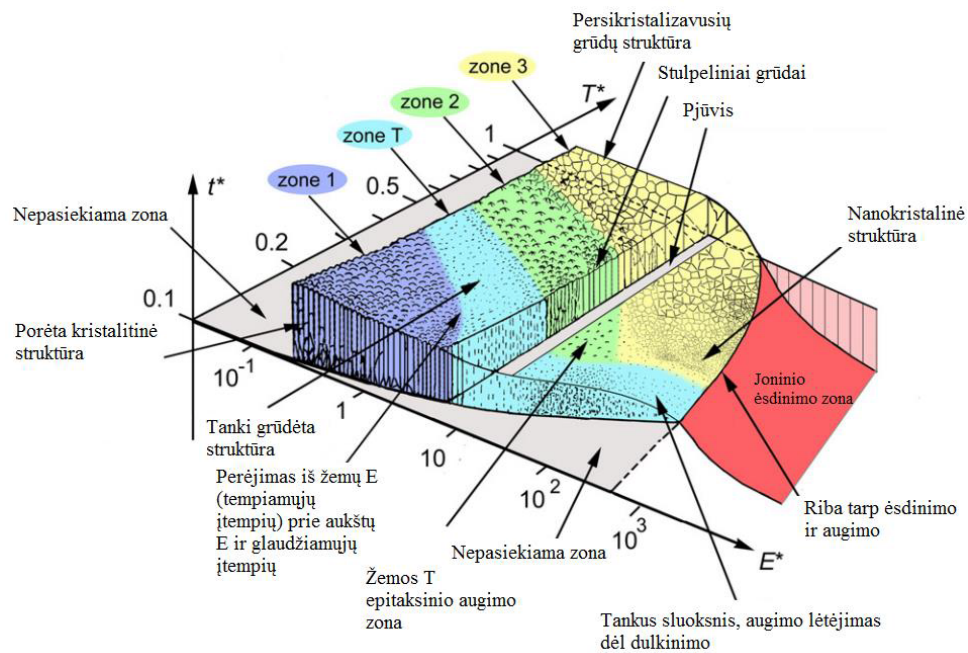
6 pav.: Sluoksnių augimo pagrindiniai mechanizmai: (a) *Volmer-Weber* modelis, (b) *Frank van der Merwe* modelis, (c) *Stranski-Krastanov* modelis.

Nepriklausomai nuo nusodinimo technologijos, plonų sluoksnių ant padėklo paviršiaus formavimui galima išvelgti tam tikrus dėsningumus. Vieni pirmųjų mokslininkų tai aprašę yra *B. A. Movchan* ir *A. V. Demchishin*, kurie savo darbe parodo dangos morfologijos priklausomybę nuo garinimo parametrų, taip įvesdami struktūrų zonų modelį (angl. *structure zone model, SZM*) [22]. Pagrindinis parametras, kuriuo yra skirstomos struktūros zonos [22] darbe, yra santykis tarp padėklo temperatūros (T_s) ir plonojo sluoksnio medžiagos lydymosi temperatūros (T_m), ir vadinamas homologine temperatūra ($T_h = T_s/T_m$). Šis modelis buvo papildytas vėlesnių mokslininkų ir įvestos 4 pagrindinės zonos [23, 24]. Pirmoje zonoje (*Zone 1*), kai $T_h < 0.3$, paviršinės difuzijos galime nepaisyti, todėl pastebima salelių nukleacija. Šios zonos danga sudaryta iš kolonų su kupolo formos viršumi, o tarp kolonų dėl šešėliavimo pastebimos ertmės (defektai). Esant aukštesnėms temperatūroms, $0.2 < T_h < 0.4$, susidaro vadinamoji „T“ zona (angl. *transition zone*). Šioje zonoje jau pradeda pastebėti paviršinę difuziją, tačiau granulių nukleacija yra ribota. Dėl šios priežasties formuojasi V formos salelės, kurių struktūra nėra tolygi per visą sluoksnio storį. Homologinei temperatūrai esant tarp 0.3 ir 0.5 (*Zone 2*), aiškiai stebima paviršinė difuzija, kas lemia vienalytę dangą augimo kryptimi sudarytą iš koloninių kristalų su plokščiomis viršūnėmis. Esant dar didesnei temperatūrai ($T_h > 0.5$) (*Zone 3*) pasireiškia ir tūrinė medžiagos difuzija. Šioje zonoje pastebimas rekristalizacijos reiškinys. Dėl to, izotropinę dangos struktūrą sudaro daugybė kristalų. Tokių dangų optinės bei mechaninės savybės yra panašios į tūrinės medžiagos savybes.

[22, 23, 24] darbuose aprašyta SZM buvo taikoma šiluminiu būdu suformuotiems sluoksniams. Vystantys sluoksnių dengimui dulkinimo būdu bei garinimui su jonų asistavimu, modelis buvo papildytas įtraukiant apibendrintą energiją. *A. Anders* [25] darbe pateikiamas bene išsamiausias SZM, kurio grafinis vaizdas pateikiamas 7 pav. Šiame grafike yra trys pagrindinės ašys:

- Apibendrinta temperatūra T^* , į kurią įeina homologinė temperatūra (T_h) ir temperatūrinis poslinkis dėl atlekiančių dalelių potencinės energijos.
- Normalizuota energija E^* aprašanti šiluminius efektus dėl bombarduojančių dalelių kinetinės energijos.
- Sluoksnio storis t^* , kuris gali būti tiek teigiamas (aprašo fizinį sluoksnio storį), tiek neigiamas

(aprašo bombarduojančių dalelių ęsđinimo gylį).



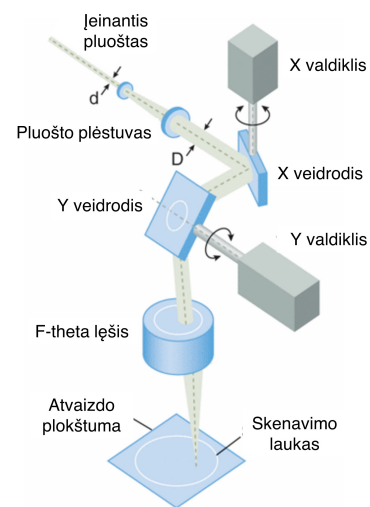
7 pav.: Dangos struktūrų apibendrintas zonų modelis [25].

Iš 7 pav. galima pasakyti, jog joninis sutankinimas leidžia pasiekti panašią morfologiją tik su kitais parametru (temperatūros, energijos) rinkiniais bei konkuravimą tarp vykstančių defektų generacijos, atkaitinimo, granuliu nukleacijos, kristalitu formavimo procesu. Taip pat pastebima, jog toliau didinat E^* prasideda santykinis sluoksnio augimo lėtėjimas dėl dulkinimo proceso.

1.5 Silicio karbido optiniai elementai

Silicio karbidas (SiC) — puslaidininkinė keraminė medžiaga, kuri dėl savo išskirtinių mechaninių savybių yra plačiai naudojama įvairiose optinėse sistemose. SiC pasižymi geru šiluminiu stabilumu ir laidumu, dideliu kietumu bei puikiu masės-standumo stantykiu. Dėl šių savybių iš SiC gali būti pagaminami sąlyginai dideli (1 m skersmens) veidrodžiai, kurie gali būti naudojami ekstremaliomis sąlygomis. SiC veidrodžiai yra plačiai naudojami kosminiuose taikymuose: antžeminiuose ir kosminiuose teleskopuose bei palydovuose [26, 27, 7].

Silicio karbidas taipogi naudojamas kaip galvanoskenerio veidrodis lazerinėse skenavimo sistemose [8, 1]. Lazerinė skenavimo sistema (8



8 pav.: Lazerinės skenavimo sistemos principinė schema [8].

pav.) susideda iš galvanometrinių valdiklių sukiojamų X ir Y veidrodžių, kurie leidžia nukreipti

lazerio pluoštą į bet kurį tašką darbinėje plokštumoje. Tokioje sistemoje net ir mažas galvanoskenerio veidrodžio posūkis gali lemti žymų pluošto poslinkį darbinėje plokštumoje. Dėl šios priežasties, tokiose sistemose svarbi ne tik ypač tiksli galvanoskenerių veidrodžių pozicionavimo sistema, bet ir pačių veidrodžių stabilumas. Skenavimo sistemose veidrodžių pozicija yra keičiama iki milijono kartų per sekundę, todėl gali pasireikšti veidrodžio mechaninės deformacijos. Taip pat galvanoskenerių valdikliai bei kita elektronika veikdama skleidžia šilumą ir sukelia šiluminės deviacijas. Dėl šių išvardintų veiksnių atsiranda nepageidautini pluošto nuokrypiai, todėl yra labai svarbu tinkamai pasirinkti galvanoskenerio veidrodžio medžiagą.

Optiniai elementai, tuo pačiu ir galvanoskeneriai, yra gaminami iš įvairių medžiagų. Pagrindinės šios medžiagos palyginimui su SiC yra pateikiamos 2 lentelėje.

2 lentelė: Medžiagų, naudojamų optinių elementų gamyboje, pagrindinės savybės [1]

Parametras	Matavimo vienetas	Lydytas kvarcas	Silicis	Silicio karbidas	Berilis
Savitasis tankis	g/cm^3	2.2	2.33	3.2	1.85
Šiluminis laidumas	$W/m \cdot K$	1.38	150	120	190
Atsparumas lenkimui	N/mm^2	68	300	500	-
Šiluminis plėtimosi koeficientas (angl. <i>coefficient of thermal expansion, CTE</i>)	ppm/K	0.55	2.5	4.3	12.3
Sugerties koeficientas ties $1\mu m$	cm^{-1}	10^{-5}	46.5	12.5	-
Kietumas HV10	GPa	8.8	13	25.5	1.67

Kaip jau minėta, silicio karbidas yra patraukli medžiaga galvanoskenerių veidrodžių gamyboje. Dėl gero šiluminio laidumo, šie veidrodžiai gali būti efektyviai aušinami. Dėl mažo šiluminio plėtimosi koeficiento SiC veidrodžiai yra atsparūs šilumos sukeltoms deformacijoms. Kadangi SiC pasižymi dideliu stiprumu, įmanoma pagaminti labai plonus elementus, kas leidžia pasiekti mažą svorį, nepaisant didelio SiC savitojo tankio. Itin lengvas veidrodis pasižymės minimaliu inercijos momentu, todėl bus įmanoma pasiekti dideles skenavimo spartas. Dažnai SiC veidrodžiai yra gaminami sudėtingos 3D struktūros, kaip pavaizduota 9 pav. Tokia struktūra leidžia iki 70% sumažinti elemento svorį bei pagerinti standumą ir atsparumą deformacijoms [27, 8].



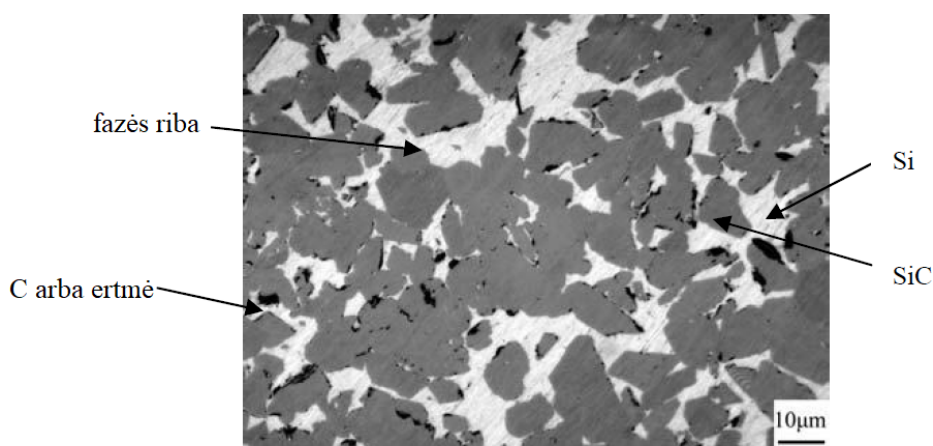
9 pav.: Galvanoskenerio veidrodžio pagaminto iš SiC galinė pusė [28].

1.5.1 Silicio karbido elementų pagrindiniai gamybos ir poliravimo būdai

Šiuo metu yra plačiausiai naudojamos keturios pagrindinės SiC elementų gamybos technologijos: karšto spaudimo būdas (angl. *hot-pressed, HP-SiC*), reakcinis būdas (angl. *reaction-bonded, RB-SiC*), sukepinimo būdas (angl. *sintered, S-SiC*), cheminis garų nusodinimo būdas (angl. *chemical vapour deposition, CVD-SiC*). Pagrindinės šiais būdais pagaminamo SiC elemento savybės pateikiamos 3 lentelėje.

3 lentelė: Skirtingų SiC gamybos metodų savybių palyginimas [29]

Medžiaga	Tankis (g/cm^3)	Si laisvojoje būsenoje	Kaina	Gamybos ciklas	Paviršiaus modifikacija
HP-SiC	3.2	Ne	Didelė	Trumpas	Reikalinga
RB-SiC	3.04	Taip	Maža	Trumpas	Reikalinga
S-SiC	3.1	Taip	Vidutinė	Ilgas	Reikalinga
CVD-SiC	3.21	Ne	Didelė	Ilgas	Nereikalinga



10 pav.: Tipinė RB-SiC elemento paviršiaus mikroskopo nuotrauka [30].

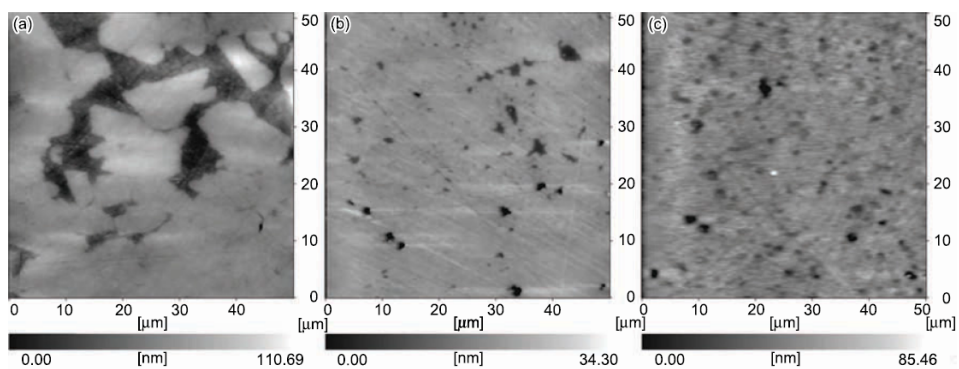
Reakcinio SiC gamybos būdo esmė yra silicio (Si) dalelių įskverbimas į ruošinį, kuris pagamintas iš silicio karbido miltelių ir anglies dalelių ar dervos. Aukštoje temperatūroje išsilydžiusios mišinio Si dalelės reaguoja su anglies dalelėmis taip formuodami SiC junginį. Galutinį RB-SiC elementą sudaro nuo 10% iki 50% nesureagavusio silicio, kuris ir lemia bendras elemento mechanines ir fizines savybes (žr. 10 pav.). Kadangi SiC yra itin kieta medžiaga, o Si yra žymiai minkštesnė (žr. 2 lentelę), dėl to yra sudėtinga vienodai nupoliruoti ir suformuoti lygų elemento paviršių [31].

Kaip jau yra minėta 1.3 skyriuje, CVD būdu medžiagos sluoksnis yra suformuojamas vykstant cheminės reakcijos tarp reagentų (dažniausiai dujinės būsenos) ir substrato (dažniausiai kietosios būsenos). Reagentai dalyvauja reakcijose su substratu, kurių metu nusodinamas itin grynas (>99.999% grynumo) plonas medžiagos sluoksnis. Šiame metode yra naudojamas anksčiau pagamintas SiC elementas arba grafitas kaip substratas. CVD būdu suformuotas SiC elementas pasižymi itin mažu defektų tankiu ir puikia paviršiaus kokybe. Tokie elementai gali būti naudojami ne tik optikoje, tačiau ir puslaidininkių gamyboje [32]. Tačiau pats procesas yra labai brangus ir lėtas: sluoksnis

auga tik 2 mm per dieną greičiu. Dėl to CVD būdas nėra taikomas komercinėje gamyboje.

Karšto spaudimo būdas yra dažniausiai naudojamas SiC gamybos būdas [31]. Iš anksto paruoštas silicio, anglies (grafito) ir SiC miltelių mišinys yra suberiamas į presavimo formą. Tuomet milteliai yra spaudžiami aukštoje temperatūroje tokiu būdu juo sukepinant. Komercinėje gamyboje yra naudojamas vienašis presas, kai milteliai yra spaudžiami iš priešingų pusių. S-SiC formuojamas panašiai: SiC milteliai yra sukepinami inertinių dujų atmosferoje esant aukštai (>2000 °C) temperatūrai [33].

Kadangi komerciškai taikomais gamybos metodais (RB-SiC, HP-SiC ir S-SiC) nėra gaunamas visiškai grynas SiC elementas, o SiC, C ir Si dalelių mišinys, todėl sudėtinga pasiekti optimaliam taikymams reikalingą paviršiaus kokybę. Pagrindiniai SiC elementų poliravimo būdai ir jų privalumai yra pateikiami 4 lentelėje. SiC ir Si dalelės pasižymi skirtingu kietumu, todėl poliruojant yra pašalinamas skirtingi medžiagos kiekiai. Dėl šios priežasties paviršiuje atsiranda mikrostruktūriniai defektai (poros, mikrostruktūrų grudelių pažeidimai, skirtingos medžiagos fazės), kurie prastina elemento paviršiaus kokybę ir didina spinduliuotės sklaidą. Tipinės skirtingais metodais pagamintų SiC elementų paviršiaus atominių jėgų mikroskopo (angl. *atomic force microscopy, AFM*) nuotraukos pateikiamos 11 pav. Dėl šios priežasties, daugeliu atveju yra būtinas SiC paviršiaus modifikavimas, kuris detalčiau aptariamas sekančiame skyriuje.



11 pav.: SiC elemento paviršiaus, poliruoto su 1 μm dydžio abrazyvinėmis dalelėmis, AFM nuotraukos: (a) RB-SiC, (b) HP-SiC, (c) S-SiC [11].

4 lentelė: Skirtingų SiC elementų poliravimų būdų palyginimas [29]

Poliravimo būdas	Principas	Charakteristika	Pasiekiamas rezultatas
Mechaninis poliravimas	Medžiagos pašalinimas dėl mechaninės trinties	Mažas efektyvumas	1 nm RMS šiurkštumas
Šlapias poliravimas (angl. <i>wet polishing</i>)	Poliravimas naudojant skystą poliravimo suspensiją (angl. <i>slurry</i>). Paviršiaus šiurkštumas mažėja mažinant abrazyvinių dalelių dydį.	Didelis paviršiaus formos tikslumas	0.75 RMS šiurkštumas
Lazerio spinduliuotės indukuotas fotocheminis poliravimas	Lazerio spinduliuotės indukuotos cheminės reakcijos	Didelis efektyvumas, tačiau ėsdina	80 nm RMS šiurkštumas
Tribocheminis poliravimas	Tribocheminės reakcijos	Mažas efektyvumas	1 nm RMS šiurkštumas
Chemninis-mechaninis poliravimas	Mechaninio šlifavimo ir cheminio ėsdinimo kombinacija	Gera paviršiaus kokybė	0.5 RMS šiurkštumas
Magnetoreologinis poliravimas	Naudojamo poliravimo skysčio, esančio magnetiniame lauke, klampumas padidina šlyties jėgą, kuri pašalina medžiagą	Mažas efektyvumas	-
Ėsdinimas jonų pluoštu (angl. <i>ion beam milling</i>)	Įgreitinti jonai atsitrenkia į medžiagos paviršių, taip jį ėsdindami	Gera paviršiaus kokybė	3 nm RMS šiurkštumas

1.5.2 Silicio karbido elemento paviršiaus modifikacija

Dažniausiai silicio karbido paviršius modifikuojamas suformuojant ant jo storą ($>1 \mu\text{m}$) medžiagos pasluoksnį, kuris vėliau yra poliruojamas. Tokiu būdu yra pagerinama bendra elemento paviršiaus kokybė. Anksčiau buvo taikomas karštas stiklo spaudimo būdas (angl. *hot pressing glass*), o pastarąjį dešimtmetį vis plačiau naudojami PVD ir CVD būdais suformuoti Si arba SiC pasluoksniai. Šiame skyriuje bus aptariami pagrindiniai SiC paviršiaus modifikavimo būdai.

Bene seniausias metodas yra karšto stiklo spaudimas. Šiuo būdu borosilikatinė plokštelė yra spaudžiama prie SiC elemento paviršiaus, esant stiklo lydymosi temperatūrai. Atvėsus plokštei, ji yra pilnai prisilydžiusi prie SiC elemento. Tokiu būdu yra suformuojamas apie 1 mm storio stiklo sluoksnis, kuris vėliau poliruojamas ir leidžia pasiekti $<1 \text{ nm}$ paviršiaus šiurkštumą. Tačiau dėl naudojamų aukštų temperatūrų bei stiklo ir SiC elementų šiluminių plėtimosi koeficientų nesutapimo yra sukuriami nepageidaujami vidiniai įtempiai. Dėl šios priežasties, tokiu būdu yra sudėtinga dengti didelio diametro ($>50 \text{ cm}$) elementus.

SiC pasluoksniai

Vienas geriausių SiC elemento paviršiaus modifikavimo būdu yra SiC pasluoksnio dengimas. SiC pasluoksnio mechaninės, fizinės savybės puikiai sutampa su SiC elemento savybėmis, todėl šis būdas pritraukia vis didesnį mokslininkų dėmesį [29]. Pagrindė SiC pasluoksnis yra formuojamas CVD arba PVD būdu. CVD būdu vykstant cheminei reakcijai $\text{CH}_3\text{SiCl}_3(\text{g}) \rightarrow \text{SiC}(\text{s}) + 3\text{HCl}(\text{g})$ yra suformuojamas kristalinis kubinis α – SiC sluoksnis, kuris pasižymi geromis fizinėmis savybėmis: mažas tankis, aukšta lydymosi temperatūra bei mažas šiluminis plėtimosi koeficientas. Poliruojant tokį sluoksnį įmanoma pasiekti <0.3 nm paviršiaus šiurkštumą [30]. Toks elementas gali būti naudojamas kaip veidrodis su labai mažais sklaidos nuostoliais.

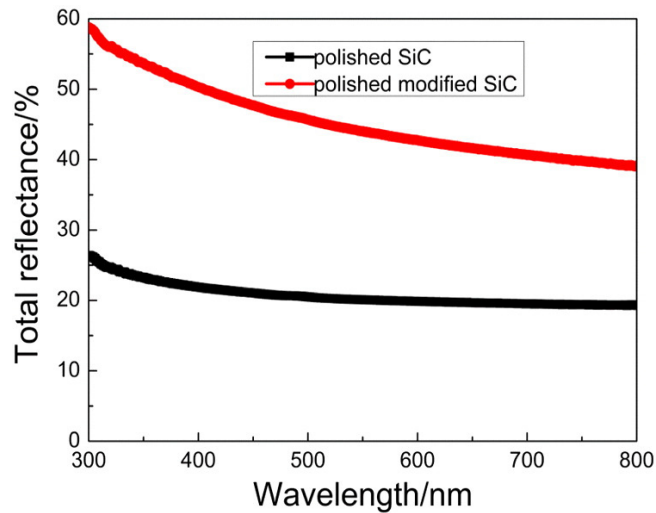
Kadangi CVD reakcijos vyksta aukštoje temperatūroje (~1300 °C), todėl susiformuoja nepageidaujami vidiniai įtempiai dangoje. Kaip jau buvo minėta ir anksčiau, CVD yra lėtas procesas, todėl sunkiai pritaikomas didelių gabaritų elementų dengimui. Tuo tarpu dengiant SiC sluoksnį PVD būdu yra išvengiama ši problema. Vienas iš plačiai taikomu PVD būdu yra elektronpluoštis garinimas su jonų asistavimu. Tokiu būdu suformuota SiC danga pasižymi dideliu pakavimo tankiu, puikia adhezija ir galimybė suformuoti ganėtinai storus (~10-20 μm) sluoksnius. Kontroliuojant dengimo parametrus įmanoma keisti formuojamo sluoksnio įtempius, morfologiją bei stochiometriją. Amorfinė SiC danga gali būti uždengta ant didelio paviršiaus ploto elementų. JAV įmonė „Hughes Danbury Optical Systems“ uždengė RB-SiC elementą su IBAD SiC pasluoksniumi ir nupoliravę pasiekė 0.2 nm RMS paviršiaus šiurkštumą [33]. Magnetronio dulkinimo būdas irgi naudojamas SiC dangos dengimui. Šiuo metodu suformuojama itin tanki danga, kurią nupoliravus galima pasiekti 2 Å RMS šiurkštumą [34].

Si pasluoksniai

Silicio pasluoksnis yra dar vienas būdas, kaip galima modifikuoti SiC elemento paviršių. Si pasluoksnis ne tik lengvai gali būti poliruojamas, tačiau gali būti naudojamas ir kaip atspindinti danga IR srityje. Kaip ir SiC pasluoksnio atveju, pagrindiniai Si pasluoksnio dengimo būdai yra CVD ir PVD. CVD būdu suformuotas Si pasluoksnis ant SiC elemento paviršiaus pasižymi 0.2 nm RMS paviršiaus šiurkštumu [29]. CVD Si būdas nėra plačiai taikomas, dėl to kad formuojasi kolonine sluoksnio mikrostruktūra, kuri nėra atspari aplinkos veiksniams.

PVD būdu suformuotas Si pasluoksnis yra lengvai poliruojamas, kadangi tai yra vienos fazės medžiaga be jokių nevienalyčių fazių poliravimo proceso metu. PVD procesu metu naudojamos žemos temperatūros (<400 °C), todėl formuojasi sąlyginai maži dangos įtempiai (<500 MPa) [30]. Vakuuminiu garinimu (garinimas elektronpluoščiu be ir su jonų asistavimu) gali būti suformuojamas tiek polikristalinis, tiek amorfinis silicio sluoksnis. Keičiant dengimo parametrus (padėklų temperatūrą, dengimo spartą, sluoksnio storį, jonų asistavimo šaltinio parametrus) galima laisvai keisti pačio Si sluoksnio savybes: morfologiją, stochiometriją, įtempius. *G. Liu* su kolegomis ištyrė silicio dengimo parametrų įtaką sluoksnio savybėms. Šiame darbe nustatyta, jog geriausia silicio dangos ant SiC padėklo kokybė (mažiausias šiurkštumas ir defektų kiekis) pasiekama dangą nusodinant elektronpluoščiu garinimu su jonų asistavimu, kai dengimo sparta yra 0.4 nm/s, padėklo temperatūra 200°C ir jonų plazmos galia 6 kW [35]. Kita mokslininkų grupė ant SiC padėklo suformavo daugiasluoksnę

dangą iš silicio sluoksnio porų: vienas silicio sluoksnis garinamas su jonų asistavimu ir pasižymi spaudžiamaisiais įtempiais (angl. *compressive stress*), kitas silicio sluoksnis garinamas be jonų asistavimo ir pasižymi tempiamaisiais įtempiais (angl. *tensile stress*) [36]. Tokiu būdu, parinkus tinkamus jonų asistavimo šaltinio parametrus, garinant sluoksnių poras įmanoma kompensuoti įtempius. Net ir uždengus 22 μm storio dangą yra stebimi tik 0.6 MPa likutiniai įtempiai [36]. Uždengus tokią dangą yra uždengiami SiC paviršiaus defektai, todėl nupoliravus, SiC padėklo atspindys yra padidinamas beveik 2 kartus UV-VIS srityje (žr. 12 pav.).

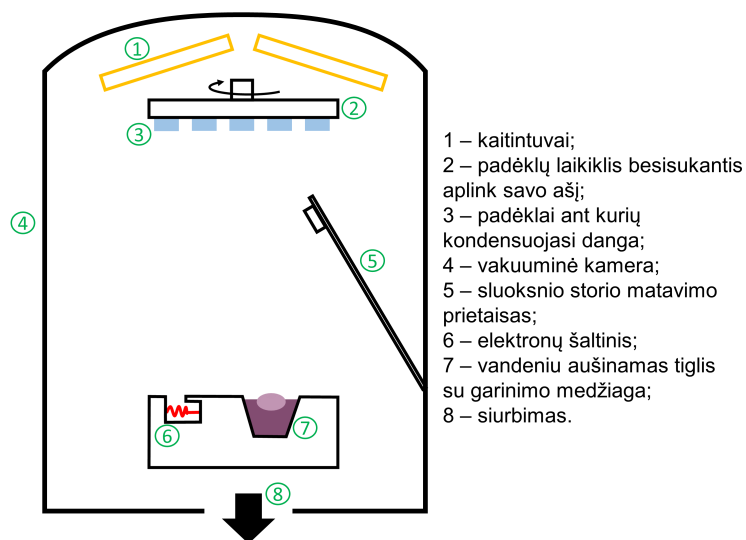


12 pav.: Poliruoto SiC padėklo ir poliruoto SiC padėklo su Si danga atspindžio spektrai [36].

2 Metodika

2.1 Elektronpluoščio garinimo įrenginio pagrindiniai parametrai

Silicio (Si) ir daugiasluoksnių dangų dengimams buvo naudojamas VU-2M elektronpluoščio garinimo įrenginys, kurio principinė schema yra pateikta 13 pav. Įrenginio vakuuminė kamera yra 70 cm diametro ir 70 cm aukščio su sferiniu padėklų laikikliu besisukančiu aplink savo ašį pastoviu 20 aps./min greičiu. Virš padėklų laikiklio yra įmontuoti varžiniai kaitintuvai, kurie leidžia įkaitinti dengiamus padėklus iki 300 °C temperatūros. Prieš kiekvieną garinimo procesą buvo pasiektas $1.5 \cdot 10^{-3}$ Pa liekamųjų dujų slėgis, forvakuuminio rotacinio bei kriogeninio siurblių pagalba. Si-



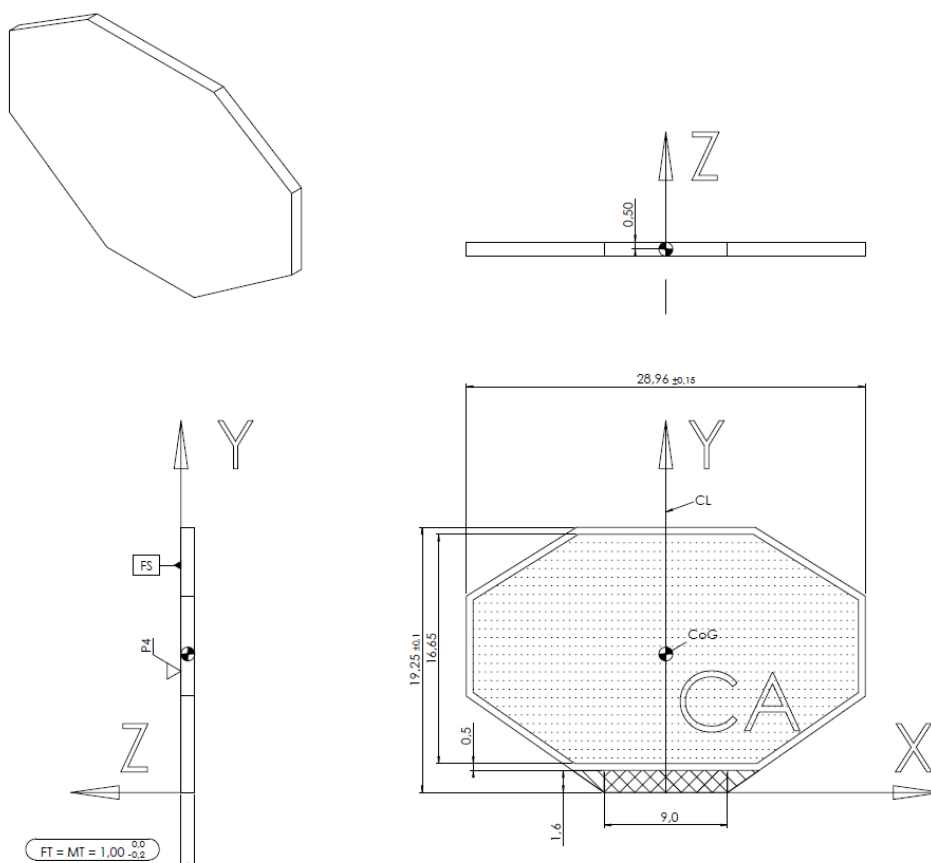
13 pav.: Elektronpluoščio garinimo sistemos principinė schema.

licio dangos buvo garinamos iš anksčiau suformuoto grafitiniame tiglyje silicio (99.999% grynumo) lydalo. Tam kad išvengti garinimo medžiagos sąveikos su grafitu, tiglio buvo papildomai aušinamas vandeniu. Elektronų pluoštui susidaryti buvo naudojama aukšta 6 kV įtampa ir garinta su 120-210 mA emisija, priklausomai nuo dengimo spartos.

Silicio sluoksnio dengimo sparta ir storis buvo kontroliuojamas pasitelkiant įrenginyje įmontuota „Inficon“ kompanijos storio kontroliavimo sistema „XTC/3“. Ši sistema susideda iš kvarcinio pjezoelektrinio kristalo ir jo valdymo bloko. Šis storio kontrolės metodas detaliau aprašytas 1.3.1 skyriuje. Buvo atlikti papildomi eksperimentai norint nustatyti silicio medžiagos garinimo kalibracinį parametą (angl. *tooling factor*).

Daugiasluoksnė dielektrinė danga buvo suformuota iš HfO_2 ir SiO_2 sluoksnių porų. Buvo garinama iš 99.999% grynumo HfO_2 ir SiO_2 medžiagos granuliu. Norint pilnai suformuoti oksidinius sluoksnius garinimas buvo vykdomas reaktyvių (deguonies) dujų fone. Deguonies dujų srautas buvo palaikomas toks, kad liekamųjų dujų slėgis proceso metu būtų $8 \cdot 10^{-3}$ Pa. Garinama buvo 3 Å/s ir 6 Å/s dengimo spartomis HfO_2 ir SiO_2 atitinkamai. Daugiasluoksnė danga buvo formuojama esant 300 °C padėklų temperatūrai.

Norint palyginti Si dangos kokybę ant skirtingų elementų medžiagų, ji buvo formuojama ant nupoliruotų skaidrių 25.4 mm diametro ir 3 mm storio lydyto kvarco (angl. *fused silica, FS*) bei 14 pav. brėžinyje pavaizduotų sukepinimo būdu pagamintų ir nupoliruotų silicio karbido elementų. SiC elemento pagrindiniai parametrai pateikti 5 lentelėje. Prieš visus matavimus ir eksperimentus FS ir SiC elementai buvo plaunami ultragarsinėje automatinėje plovyklėje „Optimal 120 MF Mk2“.

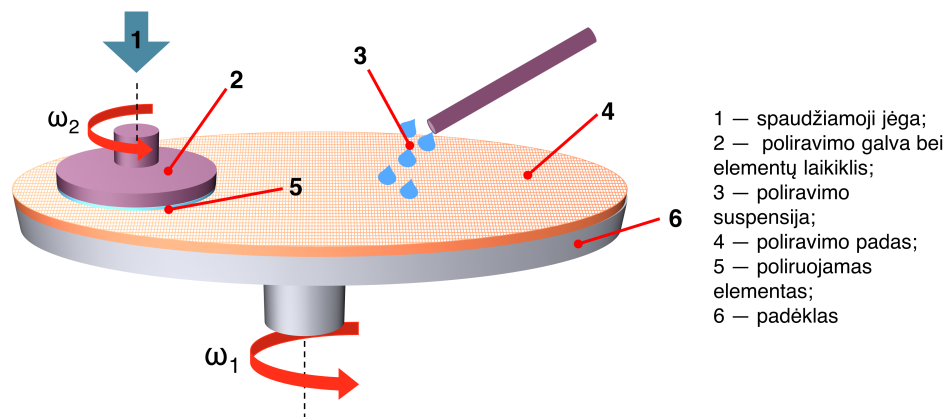


14 pav.: Eksperimentuose naudoto SiC elemento brėžinys

5 lentelė: Eksperimentuose naudotų SiC elementų pagrindiniai parametrai

Parametras	Matavimo vienetas	Vertė
Tankis [ρ]	g/cm^3	>3.16
Vicker kietumas (HV1)	GPa	25.5
Young modulis [E]	GPa	420
Poisson santykis [ν]	-	0.17
CTE [α]	$10^{-6}/\text{K}$ (20-500 °C)	4.1
Šiluminis laidumas [TC]	$\text{kJ/m} \cdot \text{h} \cdot \text{K}$	54

2.2 Cheminio-mechaninio poliravimo pagrindiniai parametrai



15 pav.: Cheminio-mechaninio poliravimo principinė schema

Šiame darbe naudoto cheminio-mechaninio poliravimo prietaiso principinė schema yra pavaizduota 15 pav. Šis prietaisas susideda iš aplink savo ašį pastoviu greičiu besisukančio padėklo ant kurio yra patvirtintas poliuretano poliravimo padas. Optiniai elementai (3 vnt.) yra simetriškai dedami į iš anksto paruoštą šabloną poliruojamu paviršiumi į apačią ir iš viršaus prispaudžiami svareliu. Tokiu būdu kiekvieną elementą veikia vienodas 7355 Pa (arba 75 g/cm^2) slėgis. Poliravimo laikiklis yra pritvirtintas ant itin plokščios besisukančios poliravimo galvos, tokiu būdu užtikrinant, kad elementai bus išdėstyti horizontaliai. Ant pastoviu 15 aps./min greičiu besisukančio poliravimo pado 7 ml/min greičiu yra lašinama poliravimo suspensija. Šiame darbe, kaip poliravimo suspensija, buvo naudotas cerio oksido nanodalelių (70 nm dydžio) ir distiliuoto vandens mišinys. Ši suspensija su abrazyvinėmis dalelėmis patenka tarp poliravimo pado ir elemento paviršiaus. Vykstant mechaniniai trinčiai tarp padėklo, poliravimo suspensijos ir pado yra palaipsniui pašalinamas medžiagos kiekis nuo elemento paviršiaus. Tokiu būdu vyksta poliravimas ir siekiama pasiekti itin tolygų ir lygų paviršių. Nuimamas elemento medžiagos kiekis priklauso nuo poliravimo proceso trukmės. Šiame darbe kiekvienas poliravimo procesas truko 60 min .

2.3 Spektrofotometriniai matavimai ir daugiasluoksnės dielektrinės dangos modeliavimas

Spektrofotometriniai matavimai buvo atliekami „Essent Optics“ kompanijos „Photon RT“ spektrofotometru, galinčiu išmatuoti spektrą nuo 185 nm iki 3500 nm . Silicio karbido elemento atspindžio spektrai prieš ir po kiekvieną eksperimentą, buvo matuojami $300\text{-}950 \text{ nm}$ spektriniame ruože. Bandiniai buvo matuoti esant 8° ir 45° pluošto kampui nuo paviršiaus normalės, matuotas s ir p poliarizacijų vidurkis. Atspindžio spektras buvo matuotas su 2 nm bangos ilgio žingsniu ir su 0.5 nm skyra. Norint tiksliai įsivertinti Si sluoksnių storį po kiekvieno dengimo proceso buvo matuojamas dengto FS elemento pralaidumo ir atspindžio spektras $500\text{-}1600 \text{ nm}$ bangos ilgių ruože, esant 8° pluošto kampui nuo paviršiaus normalės. Tuomet pasinaudojant „OptiChar v12.12“ programiniu paketu [37] buvo

nustatomos Si sluoksnio optinės konstantos (lūžio rodiklis n ir ekstinkcijos koeficientas κ) ir sluoksnio storis. Programos algoritmas lūžio rodiklio nustatymui remiasi *Cauchy* formule, o ekstinkcijos koeficiento nustatymui — eksponentiniu dėsnium:

$$n(\lambda) = A_1 + A_2/\lambda^2 + A_3/\lambda^4, \quad (23)$$

$$\kappa(\lambda) = B_1 \exp\left(\frac{B_2}{\lambda} + B_3\lambda\right) \quad (24)$$

kur λ — bangos ilgis, A_1, A_2, A_3 yra n nuo λ priklausomybės aproksimacijos koeficientai, o B_1, B_2, B_3 — κ nuo λ priklausomybės aproksimacijos koeficientai.

1.1 skyriuje buvo parodyta, jog didelis atspindys yra gaunamas, kuomet atspindėję nuo optinės dangos spinduliai interferuoja konstruktyviai (1 (c) pav.). Paprasčiausiai tai yra pasiekama naudojant $\lambda/4$ optinio storio sluoksnių sistemą, sudarytą iš besikeičiančių aukšto ir žemo lūžio rodiklio medžiagų sluoksnių, kuri vadinama *Bragg* veidrodžiu. Tokios optinės dangos atspindžio koeficientas yra aprašomas formule:

$$R = \left[\frac{1 - n_H^{2p+2}/(n_L^{2p} n_{sub})}{1 + n_H^{2p+2}/(n_L^{2p} n_{sub})} \right]^2, \quad (25)$$

kur n_H ir n_L yra aukšto ir žemo lūžio rodiklio medžiagos lūžio rodikliai, n_{sub} yra padėklo lūžio rodiklis, o $(2p + 1)$ sluoksnių skaičius optinėje dangoje. Šiame darbe ant SiC ir FS elementų buvo suformuotas *Bragg* veidrodis skirtas atspindėti 355 nm bangos ilgio spinduliuotę esant 0° spinduliuotės kritimo kampui. Daugiasluoksnė danga sudaryta iš HfO₂ (aukšto lūžio rodiklio medžiaga $n = 2.07 @ 355$ nm) ir SiO₂ (žemo lūžio rodiklio medžiaga $n = 1.50 @ 355$ nm) dielektrinių sluoksnių, kurių dengimo parametrai buvo nustatyti kituose darbuose [38].

2.4 Paviršiaus analizė atominių jėgų mikroskopu

Atominių jėgų mikroskopas (angl. *atomic force microscopy, AFM*) yra vienas iš pagrindinių prietaisų, skirtų nustatyti optinių elementų paviršiaus šiurkštumą. AFM yra sudarytas iš ypač plonos adatėlės, kuri yra pritvirtinta prie silicio zondo. Zondas turi savo rezonansinį dažnį priklausantį nuo jo ilgio bei storio. Zondas yra prijungtas prie pjezoelektrinio prietaiso, kuris tą zondą virpina jo rezonansiniu dažniu, kurio amplitudė siekia 10-50 nm. Bandinys yra dedamas ant stalelio, kuris yra valdomas x ir y kryptimis. Tada adatėlė yra artinama prie bandinio paviršiaus tol, kol tarp adatėlės ir paviršiaus atomų pasireiškia Van der Valso, elektrostatinės dipolinės ir kitos sąveikos jėgos. Būtent dėl šių jėgų poveikio yra keičiama nustatytu dažniu virpančio zondo amplitudė, kuri yra proporcinga paviršiaus nelygumui. Šis AFM matavimo metodas vadinamas kontaktinis - dinaminis matavimo būdas. Paviršiaus šiurkštumas nusakomas kvadratinu nuokrypiu (angl. *root mean square, RMS*) nuo reljefo vidurkio ir aprašomas išraiška [39]:

$$R_{rms} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum (Z_i - Z_{vid})^2} \quad (26)$$

čia Z_i — i-ojo nelygumo aukštis, Z_{vid} — vidutinis aukštis, N — matavimo sričių skaičius.

Prieš ir po kiekvieno eksperimento SiC elementų paviršiaus šiurkštumo matavimai buvo atliekami „Bruker“ kompanijos AFM „Dimension Edge“. RMS vertės buvo matuojamos *Tapping Mode* režimu penkiose skirtingose kiekvieno bandinio srityse. Lauko plotas buvo pasirinktas $20 \times 20 \mu m$, skenavimo dažnis 0.3 Hz. AFM duomenys buvo apdorojami pasinaudojant „NanoScope Analysis v1.40“ programiniu paketu.

2.5 Visuminės integruotos sklaidos matavimai

Šiame darbe buvo atlikti nedengto SiC elemento ir nedengto FS elemento visuminės integruotos sklaidos (angl. *total integrated scattering, TIS*) matavimai pasinaudojant 355 nm bangos ilgio spinduliuote. Matavimo schema yra pateikiama 16 pav. Integruojanti sfera su detektoriumi ir transliacinis staliukas, ant kurio yra tvirtinamas bandinys yra įstatyti kameroje. Nd:YAG lazerio trečiosios harmonikos (bangos ilgis 355 nm) pluoštas į kamerą yra įvedamas pro Briusterio kampų įstatytą langelį. Pluoštas perėjęs per apertūras patenka ant bandinio paviršiaus nuo kurio yra atspindimas ir išsklaidomas į visas puses. *Ulbricht* sfera dengta atspindinčia danga surenka išsklaidytą spinduliuotę į detektorius ir yra registruojamas sklaidos signalas. Bendrai matavimą sudaro sklaidos etalono, fono ir bandinio sklaidos matavimas. Šioje schemoje naudojamas sklaidos etalonas, kurio sklaidos koeficientas 355 nm bangos ilgio spinduliuotei yra 95%.

Atliekant sklaidos nuostolių įvertinimą fono sklaidos nuostoliai apskaičiuojami pagal formulę:

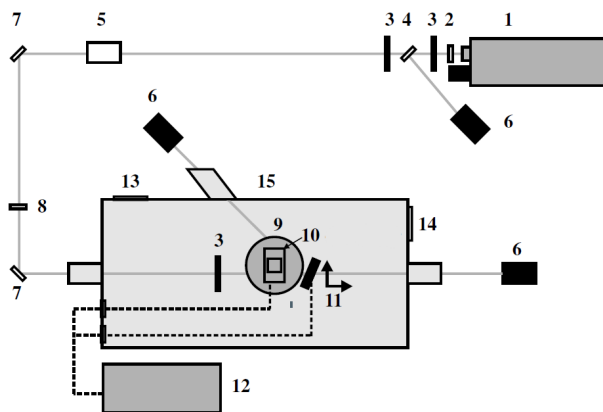
$$S_f = \frac{U_f}{U_e}, \quad (27)$$

čia U_f — sklaidos signalas matuojant tuščią išvalytą kamerą be bandinio, U_e — etalono sklaidos signalas. Atitinkamai įvertinant bandinio sklaidos nuostolius, jie apskaičiuojami pagal lygtį:

$$S_b = \frac{U_b - U_f}{U_e} \cdot 100\%, \quad (28)$$

kur U_b yra sklaidos signalas nuo bandinio.

TIS matavimus atliko dr. Lina Mažulė Vilniaus Universiteto lazerinių tyrimų centre.



16 pav.: TIS matavimo schema [40]. 1 — Nd:YAG lazeris su harmonikų generatoriumi, 2 — fazinė $\lambda/2$ plokštelė, 3 — apertūra, 4 — dielektrinis poliarizatorius, 5 — neutralus sugerties tipo filtrai, 6 — pluošto gaudyklė, 7 — nukreipiantieji veidrodžiai, 8 — lęšis, fokusuojantis lazerio pluoštą į bandinio pirmą paviršių, 9 — integruojanti *Ulbricht* sfera, 10 — detektorius, 11 — transliaciniai staliukai su bandiniu, 12 — kompiuteris, 13 — švaraus oro padavimas, 14 — oro filtravimo anga, 15 — matavimo kamera.

2.6 Įtempių ir plokštiškumo nustatymas

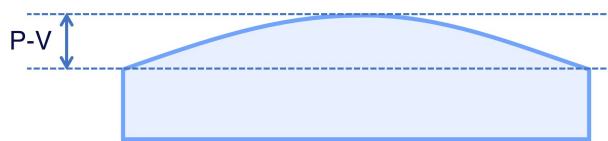
Silicio dangos įtempiai buvo įvertinti išmatavus 25.4 mm diametro ir 3 mm storio nedengto ir dengto FS elemento plokštiškumą (angl. *flatness*) „Trioptics“ kompanijos *Fizeau* interferometru „ μ Phase“, kuris naudoja 633 nm bangos ilgio lazerio spinduliute.

Šis interferometras fiksuoja spinduliuotės atsispindėjusios nuo etalono ir nuo matuojamo bandinio interferencinį vaizdą. Įtempiai buvo apskaičiuoti remiantis *Stoney* išraiška [41]:

$$\sigma = \frac{1}{6} \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right) \frac{E}{(1-\nu)} \frac{t_s^2}{t_f} \quad (29)$$

kur σ — įtempiai, R_1 — elemento kreivumas prieš eksperimentą, R_2 — elemento kreivumas po eksperimento, E — *Young* modulis, ν — *Poisson* santykis, t_s — elemento storis, t_f — suformuotos dangos storis. FS padėklo savybės: $E = 72$ GPa, $\nu = 0.17$. Dangos storis buvo nustatytas iš spektrofotometrinių matavimų pagal metodiką aprašyta 2.3 skyriuje.

SiC padėklo pradinis plokštiškumas bei plokštiškumas po kiekvieno eksperimento buvo įvertintas naudojant tą patį „ μ Phase“ interferometrą. Interferencinis vaizdas yra analizuojamas „IntelliWave“ programiniu paketu ir nustatomas matuojamo padėklo absoliutus skirtumas tarp aukščiausio ir žemiausio taško (angl. *peak-to-valley*, *P-V*) (17 pav.) ir išreiškiamas 633 nm bangos ilgio dalimis. Pavyzdžiui, užrašymas $P-V \lambda/10$ reiškia, jog skirtumas tarp aukščiausio ir žemiausio taško yra lygus $633 \text{ nm} \cdot 0.1 = 63.3 \text{ nm}$.

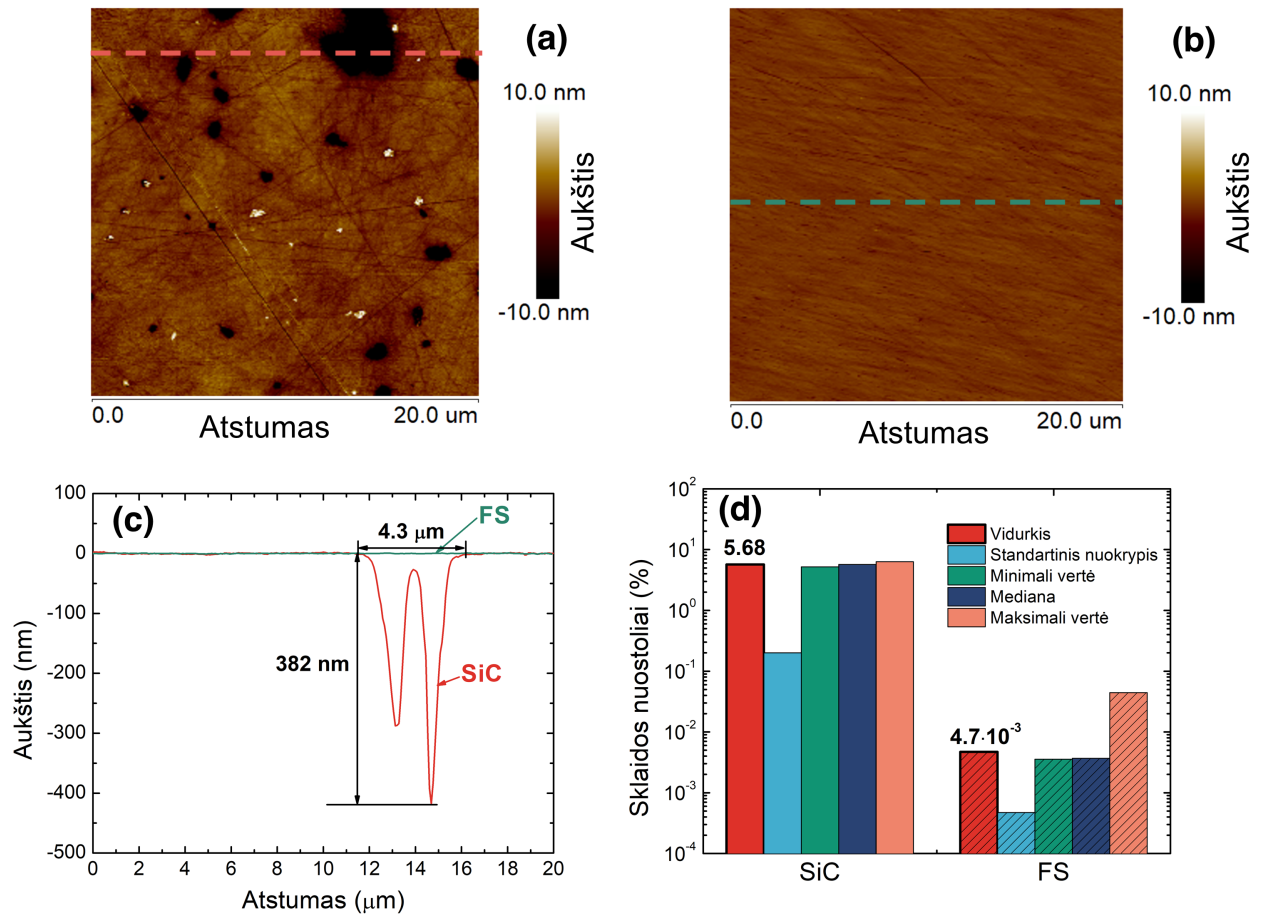


17 pav.: P-V skaičiavimo principinė schema.

3 Rezultatai

3.1 Nedengto SiC elemento paviršiaus analizė

Šiame darbe visuose eksperimentuose buvo naudojami sukepinimo būdu pagaminti SiC elementai bei komerciškai poliruoti FS elementai (žr. 2.1 skyrių). Šiame skyriuje pateikiamas jų paviršiaus mikrostruktūros palyginimas.

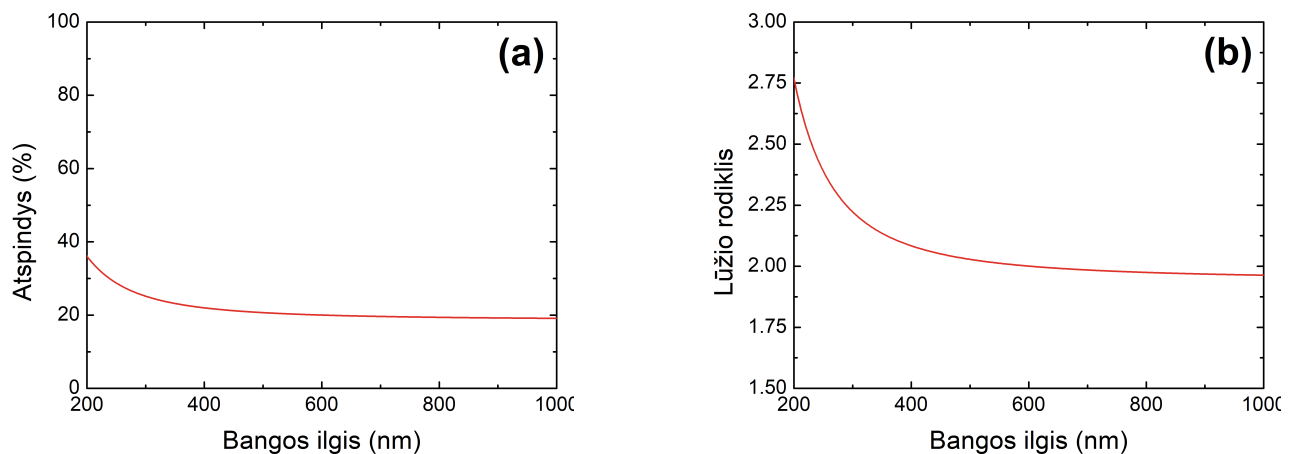


18 pav.: Nedengto SiC elemento (a) ir nedengto FS elemento (b) AFM nuotraukos ir visuminės integruotos sklaidos nuostoliai esant 355 nm bangos ilgiui (d). (c) pavaizduoti SiC ir FS paviršiaus skerspjūviai.

18 pav. yra pateikiamos nedengto SiC ir nedengto FS elementų paviršiaus AFM nuotraukos bei jų paviršių skerspjūviai. Iš 18 (b) ir (c) matome, jog FS elemento paviršius yra tolygus ir lygus per visą matuojamą lauką ir pasižymi mažu RMS šiurkštumu lygiu 0.3 nm. FS paviršiuje yra matomi tik neryškus kryptingi poliravimo rėžiai. Toks paviršius su mažu RMS šiurkštumu gali būti naudojamas optiniams taikymams, nes pasižymės mažais sklaidos nuostoliais. Tą patvirtina ir visuminės integruotos sklaidos matavimai esant 355 nm bangos ilgiui (18 (d) pav.). Nedengto FS elemento nuostolių vidurkis yra lygus 47 ppm¹. Tačiau pažvelgus į 18 (a) pav. matome, jog SiC paviršiuje yra atsitiktinai pasiskirsčiusios įvairaus dydžio ertmės, kurių didžiausias gylis siekia net 382 nm, o dydis

¹ milijoninė dalis (angl. *parts-per-million*, ppm)

iki $4.3 \mu\text{m}$. Tokios ertmės SiC paviršiuje atsiranda dėl SiC elemento mechaninių savybių. Kaip jau buvo minėta 1.5.1 skyriuje, šiame darbe yra naudojamas sukepinimo būdu paruoštas ir nupoliruotas SiC elementas. Tokiu būdu pagamintame elemente yra iki 30% nesureagavusių silicio dalelių, kurios yra pasiskirsčiusios paviršiuje atsitiktinai [42]. Iš 2 lentelės matome, jog Si ir SiC kietumas HV10 skiriasi beveik 2 kartus. Tai reiškia, jog poliruojant sukepinimo būdu pagamintą SiC elementą, dėl skirtingų Si ir SiC kietumo per tą patį laiką yra pašalinamas skirtingas šių medžiagų kiekis elemento paviršiuje. Dėl to matome ertmes, kuriose prieš poliravimą buvo nesureagavusio Si, kuris poliruojant buvo pašalintas. Tuo tarpu, FS yra vienalytis elementas, todėl jį galima lengvai nupoliruoti. Taip pat, jeigu SiC paviršiaus poliravimas yra atliekamas naudojant itin smulkias abrazyvines daleles, tuomet šitos dalelės gali prasiskverbti į nesureagavusio Si ir SiC sandūrą ir sukelti popaviršinius trūkius [42]. Taip pat, SiC paviršiuje matome ir ryškesnius poliravimo režius nei FS paviršiuje. Ertmės SiC paviršiuje blogina paviršiaus RMS šiurkštumą, kuris šiuo atveju yra lygus 30.9 nm (~62 kartus didesnis nei FS elemento). Toks elemento paviršius nėra tinkamas naudoti optiniams taikymams, nes gali sukelti nepageidautiną šviesos sklaidą, ką galime matyti iš 18 (d) pav. Vidutiniai SiC paviršiaus sklaidos nuostoliai yra 5.68%, ir tai yra ~1200 kartų daugiau išsklaidoma šviesa nei FS atveju.



19 pav.: Nedengto SiC atspindžio spektras (a) ir iš atspindžio spektro sumodeliuota SiC lūžio rodiklio dispersija (b).

19 pav. yra pateikiamas SiC elemento atspindžio spektras ir iš jo sumodeliuota lūžio rodiklio dispersija. Matome, jog nedengtas SiC elementas UV sirtyje (355 nm bangos ilgis) atspindi tik ~23% kritusios spinduliuotės. Kita spinduliuotės dalis yra sugerama dėl medžiagos elektroninės struktūros arba išsklaidoma dėl paviršiuje esančių nelygumų (poliravimo režių, ertmių). Tokia atspindžio koeficiento vertė nėra tinkama lazeriniams taikymams, kur veidrodžiai pasižymi >99.5% atspindžiu [12]. Iš 19 (b) pav. matome, jog SiC lūžio rodiklio dispersija yra normali: didėjant bangos ilgiui, lūžio rodiklis mažėja. Ties 355 nm bangos ilgiu lūžio rodiklis yra lygus 2.13. Ši sucharakterizuota SiC dispersija yra naudojama tolimesniame optinės dangos modeliavime.

3.2 SiC paviršiaus kokybės priklausomybė nuo Si dangos dengimo parametrų

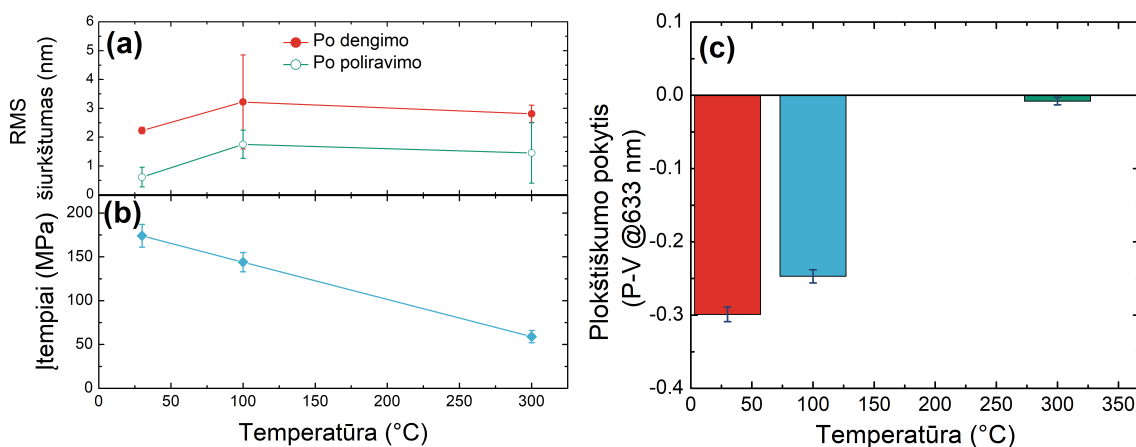
Kaip jau išsiaiškinta 3.1 skyriuje, norint SiC elementą naudoti, kaip galvanoskenerį yra būtina gerinti jo paviršiaus kokybę bei mažinti šviesos sklaidą. 1.5.2 skyriuje yra parodyta, jog vienas geriausių būdų, tai pasiekti yra PVD būdu dengti storą ($> 1 \mu\text{m}$) Si sluoksnį, kuris po dengimo yra poliruojamas, taip uždengiant SiC paviršiuje esančias ertmes ir pagerinant šiurkštumą. Todėl šiame darbe ant SiC elemento buvo suformuoti Si sluoksniai skirtingais dengimo parametrais (6 lentelė). Šiame skyriuje yra pateikiama modifikuoto SiC paviršiaus kokybės (RMS šiurkštumo, įtempių ir plokštiškumo pokyčio) priklausomybė nuo Si dengimo parametrų (dangos storio, padėklų temperatūros, dengimo spartos). Plokštiškumo pokytis (FLT) išreiškiamas formule:

$$FLT = PV_u - PV_p, \quad (30)$$

čia PV_u — nedengto SiC elemento P-V plokštiškumas, PV_p — SiC elemento su Si sluoksniu P-V plokštiškumas po poliravimo. Jeigu $FLT > 0$, tai turime, jog plokštiškumas po poliravimo yra geresnis, nei pradinis, jeigu $FLT < 0$ — turime plokštiškumo suprastėjimą po poliravimo.

6 lentelė: Šiame darbe suformuotų Si sluoksnių pagrindiniai dengimo parametrai

Eksperimento Nr.	Si dangos storis (nm)	Elementų temperatūra (°C)	Dengimo sparta (Å/s)
1	1294	100	2
2	1694	100	2
3	2123	100	2
4	1353	30	2
5	1160	300	2
6	1274	300	1
7	1212	300	4



20 pav.: SiC paviršiaus su Si sluoksniu (sluoksnio storis 1300 nm, dengimo sparta 2 Å/s) šiurkštumo po dengimo ir po poliravimo (a), įtempių (b) ir plokštiškumo pokyčio (c) priklausomybė nuo padėklų temperatūros. „-“ plokštiškumo pokyčio grafike reiškia plokštiškumo suprastėjimą lyginant su pradiniu plokštiškumu.

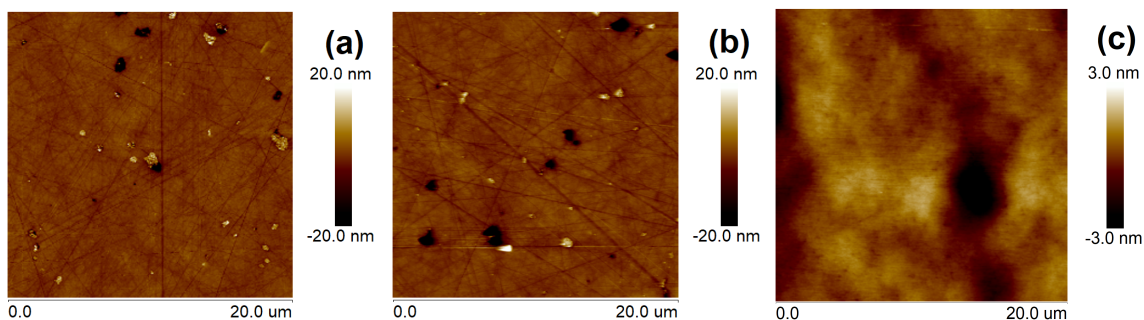
20 pav. (a) yra pateikiama šiurkštumo po dengimo ir po poliravimo priklausomybė nuo padėklų temperatūros. Aiškios Si dangos RMS šiurkštumo priklausomybės nuo padėklų temperatūros nepastebime. Taip yra todėl, kad pradinis SiC elementų šiurkštumas priklauso nuo ertmių pasiskirstymo ant elemento paviršiaus. Kiekvienam skirtingos temperatūros dengimui buvo naudojami skirtingi SiC elementai su skirtingais pradiniais šiurkštumais ir ertmių pasiskirstymu. Tačiau iš 20 (a) pav. galime pasakyti, jog nupoliravus SiC elementą su Si sluoksniu dengtu skirtingomis temperatūromis, RMS šiurkštumas yra ženkliai sumažinamas (~2 kartus). Taigi, šiame darbe naudojamas tradicinis cheminis-mechaninis poliravimas su 70 nm cerio oksido dalelėmis gali efektyviai pagerinti SiC elemento paviršiaus RMS šiurkštumą.

20 pav. (b) yra pateikiama Si sluoksnio įtempių priklausomybė nuo padėklų temperatūros. Šiame darbe tirti Si sluoksniai pasižymėjo spaudžiamaisiais įtempiais. Įtempiai dangose susideda iš trijų pagrindinių dėmenų: išorinių, šiluminių ir vidinių įtempių [43]. Išorinius įtempius sukuria dangą ir elementą veikiančios išorinės jėgos. Šiluminiai įtempiai (σ_s) dangose susidaro dėl elemento ir dangos medžiagų šiluminio plėtimosi koeficientų skirtumo ir yra aprašomi formule:

$$\sigma_s = E_f(\alpha_f - \alpha_s)(T_p - T_m), \quad (31)$$

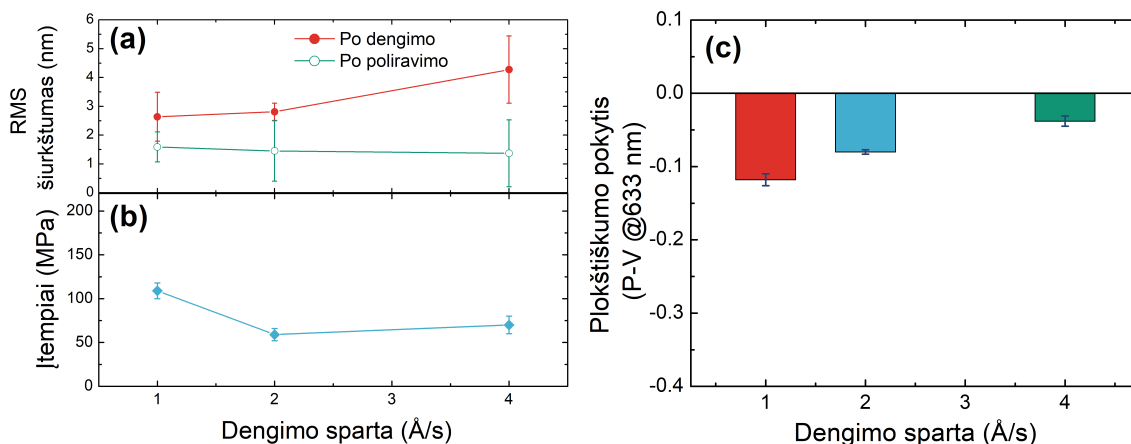
čia E_f — dangos *Young* modulis, α_f , α_s — dangos ir elemento šiluminiai plėtimosi koeficientai atitinkamai, T_p , T_m — proceso metu ir matavimo metu esanti temperatūra atitinkamai. Šiluminiai įtempiai susidaro po dengimo proceso dangai vėstant iki kambario temperatūros, kai elementas ir medžiaga patiria skirtingą traukimąsi. Tačiau didžiąją dalį įtempių būtent sudaro vidiniai dangos įtempiai, kuriuos sukelia dangos mikrostruktūra ir nehomogeniškumas, įvairūs kristalinės gardelės defektai, kitos medžiagos priemaišos [43]. Iš 20 pav. (b) priklausomybės nuo padėklų temperatūros matome, jog Si dangos įtempiai mažėja didėjant temperatūrai. Esant 30° elementų temperatūrai dangoje pagrinde dominuoja vidiniai spaudžiamieji įtempiai, kurių vertė yra 174 MPa. Didėjant padėklų temperatūrai papildomai atsiranda šiluminiai tempiamieji įtempiai. Vidiniai spaudžiamieji įtempiai ir šiluminiai tempiamieji įtempiai kompensuoja vienas kitą ir turime likutinius mažus spaudžiamuosius įtempius (59 MPa) esant 300°C elementų temperatūrai.

Iš 20 pav. (c) matome analogišką priklausomybę: kuo didesni įtempiai susiformuoja po dengimo proceso, tuo labiau yra deformuojamas elemento paviršius (prastėja plokštiškumas) ir tuo sudėtingiau tam elementui poliruojant grąžinti pradinį plokštiškumą. Taigi, kadangi formuojant Si dangą esant 300°C temperatūrai susidaro tik 59 MPa likutiniai įtempiai, kurie neženkliai deformuoja elementą, tai po poliravimo yra beveik išsaugomas pradinis plokštiškumas.



21 pav.: Nedengto SiC paviršiaus (a) ir SiC paviršiaus su Si sluoksniu (sluoksnio storis 1160 nm, dengimo sparta 2 Å/s, padėklų temperatūra 300°C) AFM nuotraukos po dengimo (b) ir po poliravimo (c).

21 pav. yra pateikiamos kiekvieno etapo (po dengimo (b), po poliravimo (c)) SiC paviršiaus AFM nuotraukos. Iš 21 (b) pav. matome, jog uždengus 1160 nm storio Si sluoksnį vis dar yra pastebimos ertmės paviršiuje. Tačiau po dengimo ertmių gylis yra ženkliai sumažinamas: giliausios išmatuotos ertmės gylis siekia iki 40 nm, tuo tarpu, kai prieš dengimą, ant šio elemento buvo stebimos 140 nm gylio ertmės. Taigi, 1160 nm storio Si sluoksnis, suformuotas esant 300°C padėklų temperatūrai ir 2 Å/s dengimo spartai, dalinai atkartoja SiC paviršiaus mikrostruktūrą. Po poliravimo proceso (21 pav. (c)) stebimas lygesnis paviršius, kurio RMS šiurkštumas yra 1.45 nm, tačiau vis dėlto dar stebimos negilios (<20 nm) ertmės.



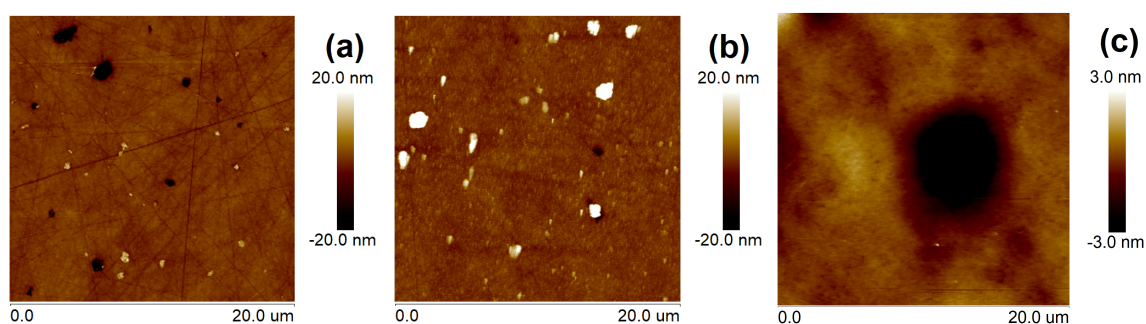
22 pav.: SiC paviršiaus su Si sluoksniu (sluoksnio storis 1300 nm, padėklų temperatūra 300°C) šiurkštumo po dengimo ir po poliravimo (a), įtempių (b), plokštiškumo pokyčio (c) priklausomybė nuo dengimo spartos. „-“ plokštiškumo pokyčio grafike reiškia plokštiškumo suprastėjimą lyginant su pradiniu plokštiškumu.

Iš 22 (a) pav. matome, jog SiC paviršiaus RMS šiurkštumas uždengus 1300 nm storio Si danga nežymiai didėja didinant dengimo spartą. Tai susiję su tuo, jog garinant su didesne sparta, medžiagos garų dalelės nusėdusios ant elemento paviršiaus nespėja užimti optimalią padėtį, kai ant paviršiaus nusėda kitą dalelę. Tokiu būdu formuojasi ne visai taisyklinga, šiluminiu garinimo būdu suformuotiems sluoksniams būdinga, kolonine struktūra (žr. 1.4 skyrių). Tokie sluoksniai pasižymi mažesniu pakavimo tankiu, nei sluoksniai suformuoti didesne dengimo sparta. Tai galime pastebėti ir iš 22 (b)

pav., kur 1 \AA/s dengimo sparta suformuotas Si sluoksnis pasižymi didesniais įtempiais nei sluoksnis suformuotas 2 \AA/s ar 3 \AA/s dengimo sparta. Didesnis Si sluoksnio pakavimo tankis lemia didesnius vidinius spaudžiamuosius įtempius [43, 12].

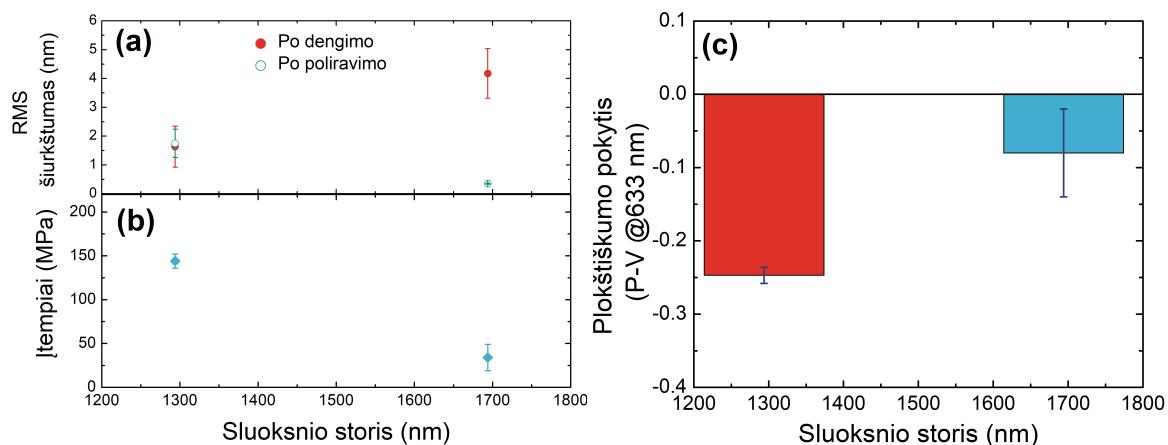
Po poliravimo yra sumažinamas RMS šiurkštumas, kuris aiškios priklausomybės nuo dengimo spartos neturi ir visais atvejais yra mažesnis už 2 nm (22 (a) pav.). Plokštiškumo pokyčio po poliravimo proceso priklausomybė yra panaši kaip ir 20 (c) pav. atveju. Didesni įtempiai po dengimo lems didesnę SiC elemento paviršiaus deformavimą ir nukrypimą nuo pradinės plokštiškumo vertės.

Taigi, aiškios paviršiaus šiurkštumo ir įtempių nuo dengimo spartos nėra. Tačiau komercinėje gamyboje, dengimas 4 \AA/s sparta yra pranašesnis, nes tokiu būdu yra sutrumpinamas proceso laikas bei patiriama mažiau gamybos kaštų.

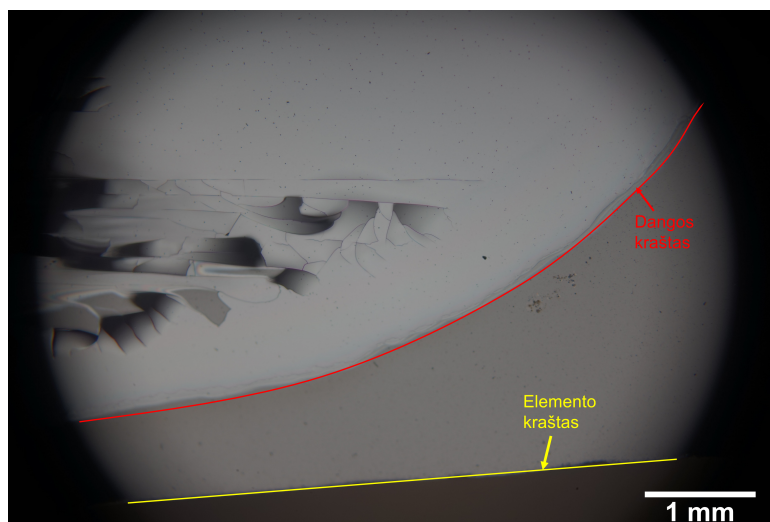


23 pav.: Nendengto SiC paviršiaus (a) ir SiC paviršiaus su Si sluoksniu (sluoksnio storis 1212 nm , dengimo sparta 4 \AA/s , padėklų temperatūra 300°C) AFM nuotraukos po dengimo (b) ir po poliravimo (c).

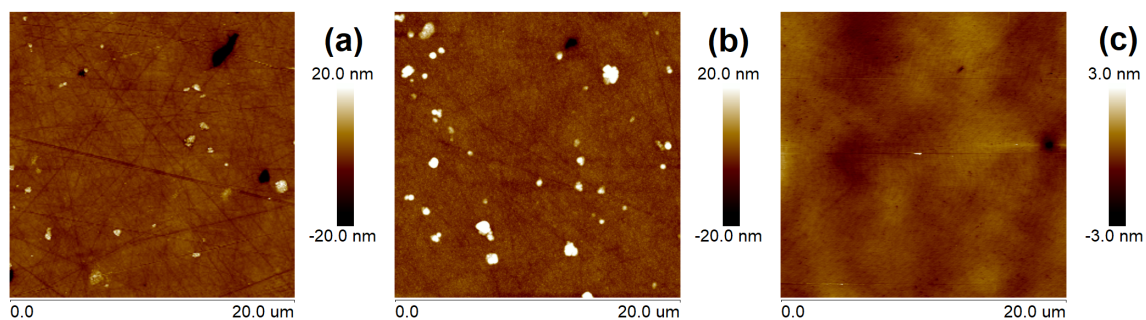
23 (b) pav. pateikiama SiC paviršiaus AFM nuotrauką uždengus 1212 nm storio Si sluoksnį esant 300°C padėklų temperatūrai ir 4 \AA/s dengimo spartai. Palyginus 23 (a) ir (b) pav. matome, jog ant SiC paviršiaus yra susiformavusi koloninė, porėta mikrostruktūra (formavimosi mechanizmas yra detaliau aprašytas 1.4 skyriuje) kuri yra būdinga šiluminiu būdu suformuotam Si sluoksniui [44, 45, 46]. Taip pat, ant SiC paviršiaus pastebime iškilimus ir dalelių sankaupas. Šios dalelių sankaupos gali atsirasti dėl didelės (4 \AA/s) dengimo spartos. Norint pasiekti tokią dengimo spartą, garinimo medžiaga turi būti kaitinama intensyviu elektronų pluoštu. Šiame darbe norint pasiekti 4 \AA/s dengimo spartą buvo reikalinga $190\text{-}200 \text{ mA}$ elektronų emisija. Esant tokiai didelei emisijai yra tikimybė, jog garuoti pradės ne pavienės dalelės, o dalelių klasteriai [12]. Tokie dalelių klasteriai nusėdę ant elemento paviršiaus ilgainiui formuoja iškilimus, kuriuos ir stebime AFM nuotraukose. Tačiau norint pilnai patvirtinti arba paneigti šį teiginį reikia atlikti papildomus tyrimus, siekiant išsiaiškinti iškilimų cheminę sudėtį. Kadangi tikėtina, jog iškilimai yra sudaryti iš tos paties Si medžiagos, tai po poliravimo šie iškilimai yra sulyginami ir gaunamas sąlyginai lygus paviršius su 1.37 nm RMS šiurkštumu (23 (c) pav.).



24 pav.: SiC paviršiaus su Si sluoksniu (dengimo sparta 2 \AA/s , padėklų temperatūra 100°C) šiurkštumo po dengimo ir po poliravimo (a), įtempių (b), plokštiškumo pokyčio (c) priklausomybė nuo sluoksnio storio. „-“ plokštiškumo pokyčio grafike reiškia plokštiškumo suprastėjimą lyginant su pradiniu plokštiškumu.



25 pav.: Sutrūkusios 2000 nm storio Si dangos (padėklų temperatūra 100°C , dengimo sparta 2 \AA/s) ant SiC elemento mikroskopu daryta nuotrauka.



26 pav.: Nededgto SiC paviršiaus (a) ir SiC paviršiaus su Si sluoksniu (sluoksnio storis 1694 nm, dengimo sparta 2 \AA/s , padėklų temperatūra 100°C) AFM nuotraukos po dengimo (b) ir po poliravimo (c).

Iš 24 (a) pav. matome, jog Si sluoksnio, kurio storis 1694 nm, RMS šiurkštumas po dengimo yra beveik 2 kartus didesnis nei Si sluoksnio, kurio storis yra 1294 nm. Tokį šiurkštumo padidėjimą galima paaiškinti pažvelgus į 1694 nm storio Si sluoksnio AFM nuotrauką (26 (b) pav.). AFM nuotraukoje, matome tas pačias dalelių sankaupas kaip ir 23 (b) pav. atveju. Šiuo atveju, dengiant 1694 nm storio Si sluoksnį yra didesnė tikimybė susiformuoti įvairiems dangos defektams (garinamos medžiagos dalelių klasteriams, dulkėms, kitų medžiagų dalelėms), kadangi dengimo procesas vyksta ilgiau nei dengiant 1294 nm storio sluoksnį. Tačiau, kaip jau buvo minėta anksčiau, šie paviršiaus iškilimai galimai yra sudaryti iš Si ir po poliravimo yra sulyginami. Dėl to po poliravimo yra pasiekiamas itin lygus paviršius (26 (c) pav.), kurio RMS šiurkštumas (0.35 nm) yra artimas nedengto FS RMS šiurkštumui (0.3 nm).

Iš 24 (b) pav. matome, jog 1694 nm storio Si sluoksnis pasižymi mažesniais likutiniais spaudžiamaisiais įtempiais nei 1294 nm storio sluoksnis. Tačiau, 25 pav. matome, jog 2000 nm storio Si danga sutrūksta ant SiC paviršiaus. Viena iš galimų priežasčių yra, jog esant 2000 nm sluoksnio storiui Si dangoje susiformuoja tempiamieji įtempiai. Esant tam tikrai kritinei Si sluoksnio storio vertei, atsiranda įtrūkimai dangos paviršiuje, taip sukaupti įtempiai relaksuoja [47]. Ertmės esančios SiC paviršiuje veikia kaip židiniai, kuriuose prasideda dangos trūkimas.

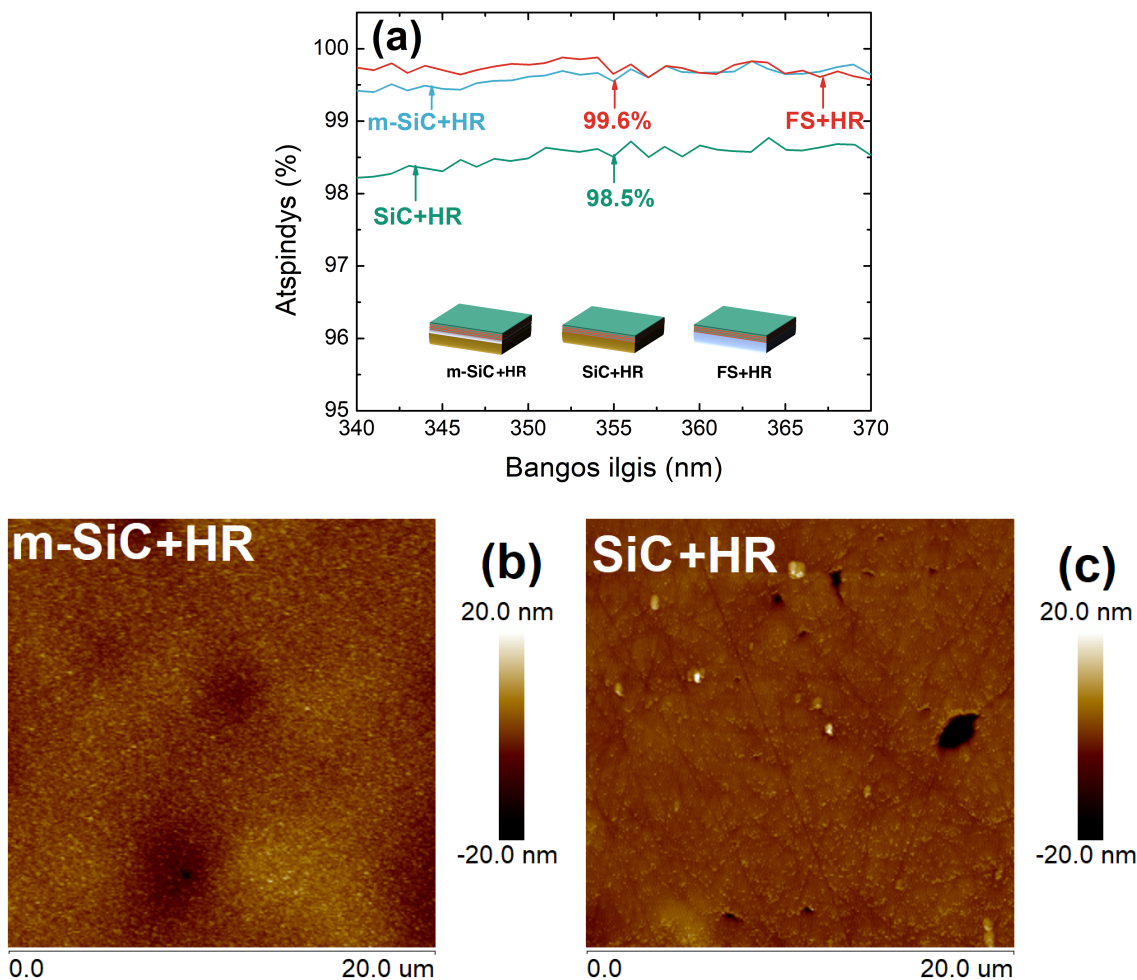
Apibendrinus šio skyriaus rezultatus galima sakyti, kad mažiausiu šiurkštumu po poliravimo ir mažiausiais įtempiais bei plokštiškumo pokyčiu pasižymi 1300 nm storio Si sluoksnis suformuotas ant SiC elemento esant 300° temperatūrai ir 4 Å/s dengimo spartai.

3.3 Modifikuotas SiC su daugiasluoksne dielektrine danga

3.2 skyriuje ištyrus SiC paviršiaus kokybės priklausomybę nuo Si dengimo parametrų buvo nustatyti optimalūs sluoksnio dengimo parametrai. Tuomet SiC elementas su šiuo Si sluoksniu buvo nupoliruotas ir ant jo viršaus EBE būdu suformuota daugiasluoksnė dielektrinė danga skirta atspindėti 355 nm bangos ilgio spinduliuotę 0° pluošto kritimo kampui (toliau sutrumpintai vadinama HR danga) — taip gaunamas pilnai modifikuotas SiC elementas. Šio metodo struktūrinė schema pateikiama 27 pav. Šiame skyriuje pateikiami pilnai modifikuoto SiC elemento rezultatai.



27 pav.: SiC elemento atspindžio padidinimo UV srityje (355 bangos ilgis) struktūrinė schema.



28 pav.: Modifikuoto SiC (m-SiC+HR) ir nemodifikuoto SiC (SiC+HR) atspindžio spektrai (a) ir AFM nuotraukos ((b) ir (c) atitinkamai) uždengus daugiasluoksnę dielektrinę dangą

28 (a) pav. pateikiamas dengto pilnai modifikuoto (m-SiC+HR), nemodifikuoto SiC su HR danga (SiC+HR) ir FS elemento su HR danga (FS+HR) atspindžio spektrai UV srityje. Matome, jog modifikavus SiC paviršių pagal 27 pav. pateiktą schemą, įmanoma pasiekti atspindį artimą HR dangos atspindžiui ant FS elemento ir lygu 99.6% ties 355 nm bangos ilgiu. Tuo tarpu nemodifikuotas SiC elementas pasižymi tik 98.5% atspindžiu ties 355 bangos ilgiu. Iš 28 (c) pav. matome, jog nemodifikuotame SiC paviršiuje vis dar yra matomos ertmės, kurios didina paviršiaus šiurkštumą ($\sigma_{RMS} = 4.72$ nm) ir galimai įneša papildomus šviesos sklaidos nuostolius. Tuo tarpu, pilnai modifikuotas ir dengtas SiC (28 (b) pav.) pasižymi lygia mikrostruktūra be ertmių ir paviršiaus šiurkštumu lygiu 2.28 nm. Šis SiC elementas prieš visus dengimus pasižymėjo plokštiškumu P-V lygiu 0.15λ , o po visų modifikacijų ir HR dangos dengimo — 0.11λ . Tokios atspindžio ir plokštiškumo vertės yra tinkamos šį SiC elementą naudoti kaip veidrodį lazerinėse skenuojančiose sistemose.

Pagrindiniai rezultatai ir išvados

1. Nedengtas sukepinimo būdu pagamintas SiC elementas pasižymi gyliais (>300 nm) ertmėmis paviršiuje, kurios prastina paviršiaus RMS šiurkštumą ($\sigma_{RMS} = 30.9$ nm) ir išsklaido ~1200 kartų daugiau 355 nm bangos ilgio spinduliuotės nei poliruotas FS elementas, kuris pasižymi $\sigma_{RMS} = 0.3$ nm šiurkštumu.
2. Si sluoksnis suformuotas ant SiC elemento paviršiaus pasižymi spaudžiamaisiais įtempiais, kuriuos sukelia elemento ir sluoksnio medžiagos šiluminio plėtimosi koeficientų skirtumas bei vidiniai įtempiai dėl sluoksnio mikrostruktūros. Šie spaudžiamieji įtempiai mažėja didinant padėklų temperatūrą ir sluoksnio storį, o aiškios priklausomybės, nuo degimo spartos tirtame dengimo spartų diapazone, neturi. Pasiekus kritinę tempiamųjų įtempių vertę yra stebimas Si sluoksnio trūkimas ir lupimasis.
3. Si sluoksnio suformuoto ant SiC elemento paviršiaus šiurkštumas aiškios priklausomybės nuo elementų temperatūros ir dengimo spartos neturi. Tačiau, šiame darbe naudotas Si sluoksnio cheminis-mechaninis poliravimas su 70 nm dydžio cerio oksido dalelių poliravimo suspensija sugeba sumažinti SiC elemento paviršiaus šiurkštumą iki 2 kartų.
4. Nustatyta, jog mažiausiu šiurkštumu ir įtempiais pasižymi 1300 nm storio Si sluoksnis suformuotas ant SiC elemento esant 300°C padėklų temperatūrai ir 4 Å/s dengimo sparta.
5. Pilnai modifikavus SiC elementą yra pasiektas $\sigma_{RMS} = 2.28$ nm šiurkštumas ir 99.6% atspindys esant 355 nm bangos ilgio spinduliuotei ir 0° pluošto kritimo kampui.

Padėka

Dėkoju optinių dangų laboratorijai (FTMC) ir UAB „Altechna Coatings“, kur buvo atlikti visi eksperimentai ir matavimai. Dalis šio darbo rezultatų yra publikuoti moksliniame straipsnyje [48].

Literatūros sąrašas

- [1] P. von Jan and M. Axtner. Mirror technology is the key: using scanner heads for high speed, high accuracy and high power. *Laser Technik Journal*, 8(3):20–23, 2011.
- [2] B. M. Gentry, H. Chen, and S. X. Li. Wind measurements with 355-nm molecular Doppler lidar. *Optics Letters*, 25(17):1231, 2000.
- [3] M. Radlach, A. Behrendt, and V. Wulfmeyer. Scanning rotational Raman lidar at 355 nm for the measurement of tropospheric temperature fields. *Atmospheric Chemistry and Physics*, 8(2):159–169, 2008.
- [4] H. J. Booth, Ch. E. Abbott, R. M. Allott, K. L. Boehlen, J. Fieret, J. Greuters, P. Trimble, and J. Pedder. Laser micromachining techniques for industrial MEMS applications. In *Photon Processing in Microelectronics and Photonics IV*. SPIE, 2005.
- [5] X. C. Wang, Z. L. Li, T. Chen, B. K. Lok, and D. K. Y. Low. 355nm DPSS UV laser cutting of FR4 and BT/epoxy-based PCB substrates. *Optics and Lasers in Engineering*, 46(5):404–409, 2008.
- [6] A. Esmaeilzare and A. Rahimi and S.M. Rezaei. Investigation of subsurface damages and surface roughness in grinding process of Zerodur® glass–ceramic. *Applied Surface Science*, 313:67–75, sep 2014.
- [7] R. Geyl and M. Cayrel. Low CTE glass, SiC & Beryllium for lightweight mirror substrates. In *Optical Fabrication, Testing, and Metrology II*. SPIE, 2005.
- [8] K. F. Carr. Silicon carbide mirrors benefit high-speed laser scanning. *Laser focus world*, 44(4):102–104, 2008.
- [9] Takashi Onaka, Hidehiro Kaneda, Mitsunobu Kawada, Keigo Enya, and Takao Nakagawa. Cryogenic silicon carbide mirrors for infrared astronomical telescopes: lessons learnt from AKARI for SPICA. In *Material Technologies and Applications to Optics, Structures, Components, and Sub-Systems*, 2013.
- [10] Yves Toulemont, Thomas Passvogel, Goran L. Pilbratt, Daniel de Chambure, Dominique Pierot, and Didier Castel. The 3.5-m all-SiC telescope for HERSCHEL. In John C. Mather, editor, *Optical, Infrared, and Millimeter Space Telescopes*. SPIE, oct 2004.
- [11] Guiling Liu, Zhengren Huang, Xuejian Liu, and Dongliang Jiang. Removal Behaviors of Different SiC Ceramics during Polishing. *Journal of Materials Science & Technology*, 26:125–130, 2010.
- [12] H. A. Macleod. *Thin Film Optical Filters*. Institute of Physics Publishing, 2001.
- [13] Olaf Stenzel and Miloslav Ohlídal, editors. *Optical Characterization of Thin Solid Films*. Springer International Publishing, 2018.

- [14] Jean Bennett. *Introduction to surface roughness and scattering*. Optical Society of America, Washington, D.C, 1989.
- [15] H. Davies. The reflection of electromagnetic waves from a rough surface. *Proceedings of the IEE - Part IV: Institution Monographs*, 101:209–214, 1954.
- [16] Donald M. Mattox. *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*. WILLIAM ANDREW INC, 2010.
- [17] J. B. Oliver, P. Kupinski, A. L. Rigatti, A. W. Schmid, J. C. Lambropoulos, S. Papernov, A. Kozlov, C. Smith, and R. D. Hand. Stress compensation in hafnia/silica optical coatings by inclusion of alumina layers. *Optics Express*, 20(15):16596, 2012.
- [18] J. F. Anzellotti, Douglas J. Smith, Robert J. Sczupak, and Z. Roman Chrzan. Stress and environmental shift characteristics of HfO₂/SiO₂ multilayer coatings. In *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1996*. SPIE, 1997.
- [19] D. Ristau and T. Gross. Ion beam sputter coatings for laser technology. In *Advances in Optical Thin Films II*, volume 5963, page 596313, 2005.
- [20] H. Pulker and H. K. Pulker. *Coatings On Glass*, volume 20. Elsevier, 1999.
- [21] V. G. Lifshits, Alexander A. Saranin, A. V. Zotov, M. Katayama, and K. Oura. *Surface Science*. Springer-Verlag GmbH, 2003.
- [22] B A Movchan and A V Demchishin. Structure and properties of thick condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminum oxides, and zirconium dioxide in vacuum. *Fiz. Metal. Metalloved.* 28: 653-60 (Oct 1969)., 1969.
- [23] P.B Barna and M Adamik. Fundamental structure forming phenomena of polycrystalline films and the structure zone models. *Thin Solid Films*, 317(1-2):27–33, 1998.
- [24] John A. Thornton. Influence of substrate temperature and deposition rate on structure of thick sputtered Cu coatings. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 12(4):830–835, 1975.
- [25] André Anders. A structure zone diagram including plasma-based deposition and ion etching. *Thin Solid Films*, 518(15):4087–4090, 2010.
- [26] J. Robichaud, J. Schwartz, D. Landry, W. Glenn, B. Rider, and M. Chung. Recent advances in reaction bonded silicon carbide optics and optical systems. In *Optical Materials and Structures Technologies II*. SPIE, 2005.
- [27] J. Robichaud, D. Sampath, C. Wainer, J. Schwartz, C. Peton, S. Mix, and C. Heller. Silicon carbide optics for space and ground based astronomical telescopes. In *Modern Technologies in Space- and Ground-based Telescopes and Instrumentation II*. SPIE, 2012.
- [28] <https://www.mersen.co.uk> (tikrinta 2021-05-19).

- [29] F. Jiang, Y. Liu, Y. Yang, Z.-R. Huang, D. Li, G.-L. Liu, and X.-J. Liu. Research Progress of Optical Fabrication and Surface-Microstructure Modification of SiC. *Journal of Nanomaterials*, 2012:1–9, 2012.
- [30] Huidong Tang, Zhengren Huang, and Shouhong Tan. PVD SiC and PVD Si coatings on RB SiC for surface modification. In *2nd International Symposium on Advanced Optical Manufacturing and Testing Technologies: Advanced Optical Manufacturing Technologies*, 2006.
- [31] C. James Shih and Andris Ezis. Application of hot-pressed silicon carbide to large high-precision optical structures. In Mark A. Ealey, editor, *Silicon Carbide Materials for Optics and Precision Structures*. SPIE, oct 1995.
- [32] Bill Fraley, editor. *Silicon Carbide Devices and Technology*. ML Books International - IPS, 2015.
- [33] Steven G. Johnson. SiC coatings on RB SiC mirrors for ultrasmooth surfaces. In Gary W. Wilkerson, editor, *Passive Materials for Optical Elements II*. SPIE, dec 1993.
- [34] J. B. Kortright and David L. Windt. Amorphous silicon carbide coatings for extreme ultraviolet optics. *Applied Optics*, 27:2841, 1988.
- [35] G.L. Liu, Z.R. Huang, J.H. Wu, and X.J. Liu. Surface morphology evolution and properties of silicon coating on silicon carbide ceramics by advanced plasma source ion plating. *Surface and Coatings Technology*, 207:204–210, 2012.
- [36] Yong Yang, Junwei Zhang, Chaoli Fu, Guiling Liu, Yan Liu, Xiumin Yao, Xuejian Liu, Zhongming Chen, and Zhengren Huang. Deposition of thick si coating with low residual stress on SiC ceramics by fabricating multilayer with compressive/tensile stress layer-pairs. *Materials & Design*, 107:1–6, 2016.
- [37] "OptiChar" optical coating software <https://www.optilayer.com> (Tikrinta 2021-05-19).
- [38] J. B. Oliver, S. Papernov, A. W. Schmid, and J. C. Lambropoulos. Optimization of laser-damage resistance of evaporated hafnia films at 351nm. In *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2008*, 2008.
- [39] P. Eaton. *Atomic Force Microscopy*. Oxford University Press, 2010.
- [40] L Mazule, S Liukaityte, R C Eckardt, A Melninkaitis, O Balachninaite, and V Sirutkaitis. A system for measuring surface roughness by total integrated scattering. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 44(50):505103, dec 2011.
- [41] H. Leplan, B. Geenen, J. Y. Robic, and Y. Pauleau. Residual stresses in evaporated silicon dioxide thin films: Correlation with deposition parameters and aging behavior. *Journal of Applied Physics*, 78:962, 1995.

- [42] Mark A. Ealey and John A. Wellman. Polishability of CERAFORM silicon carbide. In *Advanced Materials for Optical and Precision Structures*, 1996.
- [43] Norbert Kaiser and Hans K. Pulker, editors. *Optical Interference Coatings*. Springer Berlin Heidelberg, 2003.
- [44] Aron Michael, Chee Y. Kwok, Peng Wang, Omaki Kazuo, and Sergey Varlamov. Investigation of e-beam evaporated silicon film properties for MEMS applications. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 24(6):1951–1959, 2015.
- [45] Jose Joseph, Shiv Govind Singh, and Siva Rama Krishna Vanjari. Ultra-smooth e-beam evaporated amorphous silicon thin films – a viable alternative for PECVD amorphous silicon thin films for MEMS applications. *Materials Letters*, 197:52–55, 2017.
- [46] X. Jiao, R. Zhang, J. Yang, H. Zhong, Y. Shi, X. Chen, and J. Shi. Characterizations of evaporated $\bar{1}\pm$ -Si thin films for MEMS application. *Applied Physics A*, 116:621–627, 2013.
- [47] Jinju Chen and S J Bull. Approaches to investigate delamination and interfacial toughness in coated systems: an overview. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 44:034001, 2010.
- [48] Alexandr Belosludtsev and Deividas Buinovskis. Significant increase of UV reflectivity of SiC galvanometer mirror scanners for the high-power laser applications. *Optics & Laser Technology*, 140:107027, 2021.

INVESTIGATION OF SILICON LAYER FORMATION ON THE SILICON CARBIDE SUBSTRATE

Summary

Nowadays, laser cutting, drilling and micromachining devices use mirror systems that make possible the fast translation of the laser beam across the working space. In such systems, scanning mirror changes its position over million times per second. Therefore, a scanning mirror needs to be capable of handling deformation force without compromising on accuracy and moving speed. Different materials, from glass to ceramics and metals, are used as scanning mirrors. Nevertheless, for high-tech application it is used silicon carbide (SiC). It bolsters variety of useful properties making it superior among other materials. Its non-toxicity, stiffness, high radiation hardness, chemical, mechanical and thermal stability makes it very attractive. It is widely used in LIDAR scanning systems and high-rate laser micromachining. However, due to the high hardness of SiC, it is not easy to obtain high surface smoothness by traditionally mechanical polishing process. Microstructure defects, like pores, grain boundary damages are unavoidable. Thus, further SiC surface modification is required.

In this work, the technology of SiC surface quality improve by silicon (Si) layer was developed. Firstly, uncoated sintered SiC substrate surfaces were investigated. From AFM surface topography images, it was seen that microstructure defects, like pores and polishing scratches present on a surface. Such surface defects have a major influence on light scattering at 355 nm wavelength. The SiC substrate with 30.9 nm Root Mean Square (RMS) roughness leads to ~1200 times higher light scattering than bare fused silica substrate with 0.3 nm RMS roughness. From the literature overview, it was found out that one of the best solutions to improve SiC surface quality is to coat thick silicon layer on top and then polish it. Nevertheless, it was not shown detailed coating and polishing parameters. Therefore, evaporated Si layer properties depending on the deposition parameters were studied. It was shown that coated with Si layer SiC substrate's RMS roughness has no significant dependence on substrate temperature or deposition rate. However, chemical-mechanical polishing with 70 nm size cerium oxide particles is capable to reduce coated SiC surface roughness up to 2 times in comparison to initial. Compressive stress up to 200 MPa is observed at low temperature evaporated Si layers. This is caused by the difference in thermal expansion coefficient and intrinsic stress due to layer microstructure. Such compressive stress decreases with substrate temperature increase. With the increase of substrate temperature to 300°C during deposition the compressive stress value was reduced to only 60 MPa. Such stress caused by Si layer has minor impact on SiC substrate flatness. It was found, that a 2000 nm thick Si layer was cracking on a SiC substrate. Layer cracking is caused by high residual tensile stress and SiC surface pores acting as cracking predecessors. The found optimized deposition parameters are: layer thickness of 1300 nm, substrate temperature of 300°C and deposition rate are — 4 Å/s. Finally, modified (coated with Si and then polished) SiC substrate were coated with multilayer dielectric Bragg mirror. It was designed to reflect 355 nm wavelength radiation at zero angle of incidence. In this case, no significant pores or other surface defects were found. Furthermore, relatively

low 2.3 nm RMS roughness and high 99.6% reflectance value at 355 nm wavelength were successfully achieved. The same reflectance level was measured for the fused silica substrate coated in the same deposition process. In contrast, unmodified SiC substrate coated with such multilayer mirror showed only 98.5% reflectance at 355 nm wavelength. In this work, it was developed technology for a significant increase of SiC substrate UV reflectivity. This opens further possibility of effective use of such optical elements in laser scanning systems.