

VILNIAUS UNIVERSITETAS  
FIZIKOS FAKULTETAS  
LAZERINIŲ TYRIMŲ CENTRAS

Ugnius Gimževskis

1–5  $\mu\text{m}$  SPEKTRINIAM DIAPAZONUI SKIRTŲ AUKŠTO ATSPINDŽIO  
DAUGIASLUOKSNIŲ VEIDRODŽIŲ SU KONTROLIUOJAMA DISPERSIJA FORMAVIMAS  
NAUDOJANT Si/SiO<sub>2</sub> MEDŽIAGŲ PORĄ IR JONAPLUOŠČIO DULKINIMO  
TECHNOLOGIJĄ

Magistrantūros studijų baigiamasis darbas

(studijų programa – LAZERINĖ FIZIKA IR OPTINĖS TECHNOLOGIJOS)

Studentas	Ugnius Gimževskis
Darbo vadovas	dr. Simonas Kičas
Konsultantas	prof. dr. Mikas Vengris
Recenzentas	dr. Gintaras Tamošauskas
Lazerinių tyrimų centro direktorius	doc. dr. Aidas Matijošius

Vilnius 2020

# Turinys

1	Įvadas.....	3
2	Literatūros apžvalga .....	5
2.1	MIR spektrinis ruožas .....	5
2.1.1	MIR diapazono spinduliuotės taikymai .....	5
2.1.2	Lazeriniai šaltiniai naudojami MIR diapazone.....	6
2.2	Optinės interferencinės dangos .....	7
2.2.1	Interferencija plonose plėvelėse .....	7
2.2.2	Matricų metodas .....	9
2.2.3	Optinių dangų gamyboje naudojamos medžiagos .....	11
2.2.4	Plonų sluoksnių charakterizavimas .....	13
2.2.5	Dispersiniai veidrodžiai.....	14
2.2.6	Mechaniniai optinių dangų įtempimai.....	15
2.3	Jonapluoščio dulkinimo technologija .....	16
3	Eksperimentinė dalis .....	19
3.1	Eksperimento įranga .....	19
3.1.1	Jonapluoščio dulkinimo įrenginys.....	19
3.1.2	Spektrofotometras.....	20
3.1.3	Sluoksnių įtempių nustatymas.....	20
3.1.4	Atkaitinimas .....	22
3.1.5	Fazinių dangų charakteristikų matavimai.....	22
3.1.6	Impulsų spūdos eksperimentas su dispersiniu veidrodžiu.....	23
3.2	Rezultatai .....	24
3.2.1	Optinėms dangoms formuoti naudojamų medžiagų optinės savybės 1–5 μm diapazone .....	24
3.2.2	Optinėms dangoms formuoti naudojamų medžiagų mechaniniai įtempiai .....	31
3.2.3	Maža dispersija pasižyminčio plačiajuosčio veidrodžio formavimas .....	33
3.2.4	Si/SiO <sub>2</sub> mišinių pritaikymas plataus spektro šviesą atskiriančiam ir maža grupinio vėlinimo dispersija pasižyminčiam dalikliui formuoti .....	36
3.2.5	Dispersinio aukšto atspindžio veidrodžio skirto impulsų spūdai 1–5 μm spektriniame diapazone formavimas.....	41
4	Pagrindiniai rezultatai ir išvados .....	48
	Literatūros sąrašas .....	49

# 1 Įvadas

Vidurinis infraraudonasis (angl. *mid-infrared*, MIR) spektrinis diapazonas (1–8  $\mu\text{m}$ ) pastaraisiais metais pritraukia vis daugiau dėmesio. Šis diapazonas svarbus tuo, jog jame pasireiškia daugelio molekulių virpesinė sugertis, o 3–5  $\mu\text{m}$  bangos ilgių ruožas yra vienas iš atmosferinių langų. Įvairių molekulių sugerties pėdsakai spektruose atveria kelią į daugelį taikymų: biomedicinoje [1], įvairiems jutikliams gaminti [2], karinėje pramonėje [3]. Kita labai svarbi šio optinio diapazono spinduliuotės pritaikymo sritis yra atosekundžių ir stiprių laukų fizika (angl. *strong-field physics*) [4]. Daugelyje iš taikymų naudojami ultratrumpieji impulsai [5], tačiau generuojamų impulsų trukmės ir intensyvumai labai priklauso ir nuo sistemose naudojamų optinių komponentų. Dažnai tokiose sistemose naudojami įvairūs metaliniai veidrodžiai, nes šiuo metu beveik nėra plačiai ir lengvai prieinamų interferencinių plačiajuosčių ir dispersinių veidrodžių skirtų MIR diapazonui. Standartiniai metalų oksidai naudojami optinių dangų gamyboje (pvz.  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{TiO}_2$ ) yra skaidrūs regimajame (angl. *visible*, VIS) ir artimajame infraraudonajame diapazone (angl. *near-infrared*, NIR), tačiau mažai ištyrinėtos jų savybės MIR diapazone. Taip pat šių oksidų lūžio rodikliai yra sąlyginai maži, o tai labai apsunkina plačiajuosčių ir specifinių fazinių charakteristikų reikalaujančių daugiasluoksnių dangų gamybą minėtam diapazonui. Dėl mažo lūžio rodiklių kontrasto tarp aukšto ir žemo lūžio rodiklių medžiagų, MIR diapazonui skirtos dangos, paremtos minėtais oksidais yra labai storos (dešimtys mikronų). Didelis dangos storis lemia keletą problemų, ypač jei danga nusodinama panaudojant jonapluoščio dulkinimo technologiją: 1) dėl didelių jonapluoščio dulkinimo būdu suformuotų sluoksnių mechaninių įtempių tokios dangos gali atsisluoksniuoti; 2) dėl mažų jonapluoščio dulkinimo nusodinimo greičių lyginant su kitomis fizinio nusodinimo technologijomis, tokių dangų gamyba yra labai ilga ir brangi. Tai apriboja šios technologijos pritaikymą MIR diapazonui, nors būtent šia technologija nusodintos dangos pasižymi didžiausiu tankumu ir mažiausiais nuostoliais VIS ir NIR diapazonuose [6]. Šią problemą galima išspręsti kaip aukšto lūžio rodiklio medžiagą daugiasluoksneje dangoje panaudojant puslaidinikinį. Puslaidinikinės medžiagos, tokios kaip Si, Ge, ZnSe pasižymi mažesniu draustinės juostos tarpu lyginant su oksidais, tačiau jų skaidrumo sritis tęsiasi iki tolimesnio infraraudonojo diapazono, o lūžio rodikliai yra kur kas didesni [7, 8]. Mokslinėje literatūroje galima rasti nemažai informacijos apie magnetroninio dulkinimo technologijos pritaikymą puslaidinikiniams sluoksniams nusodinti [9], tačiau informacijos apie jonapluoščio dulkinimo pritaikymą tokioms dangoms nusodinti beveik nėra.

Šio darbo tikslas – ištirti galimybę pritaikyti jonapluoščio dulkinimo technologiją interferencinių dangų su kontroliuojama dispersija formavimui panaudojant Si ir  $\text{SiO}_2$  medžiagas.

Darbo uždaviniai:

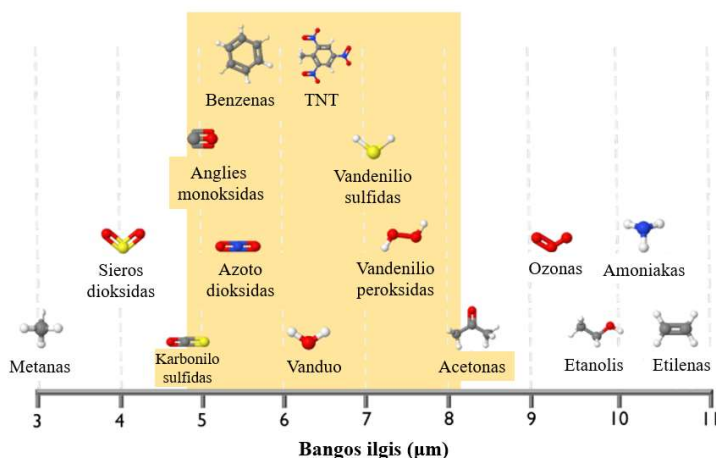
- Ištirti ir palyginti  $Ta_2O_5$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  bei Si ir Si/ $SiO_2$  mišinių optines savybes ir jų priklausomybes nuo atkaitinimo temperatūros 1–5  $\mu m$  spektriniame diapazone. Įvertinti galimybę susiaurinti Si mėlynąjį sugerties kraštą, panaudojant Si/ $SiO_2$  mišinius.
- Ištirti Si ir Si/ $SiO_2$  mišinių mechaninius įtempius ir jų priklausomybes nuo atkaitinimo temperatūros, bei palyginti gautus rezultatus su standartiniais metalų oksidais.
- Suformuoti dvi skirtingo tipo interferencines dangas, paremtas Si ir  $SiO_2$  medžiagomis. Įvertinti nusodinimo proceso tikslumą, dangų nuostolius, mechaninius įtempius.
- Suformuoti plačiajuostį dispersinį veidrodį, skirtą impulsų spūdai 1–5  $\mu m$  spektriniame diapazone ir patikrinti veidrodžio veikimą realiame MIR impulso spūdos eksperimente.

## 2 Literatūros apžvalga

### 2.1 MIR spektrinis ruožas

#### 2.1.1 MIR diapazono spinduliuotės taikymai

Vidurinis infraraudonasis diapazonas (3–8  $\mu\text{m}$ ) patrauklus įvairiems tyrimams ir taikymams dėl to, jog šiame spektriniame ruože pasireiškia molekulių sugertis į vibracinius–rotacinius lygmenis. 1 pav. kokybiškai pavaizduotos svarbiausių molekulių sugerties zonų padėtys spektre - viduriniajame infraraudonajame diapazone.



1 pav. Skirtingų molekulių sugerties juostų padėtys MIR spektriniame diapazone [5]

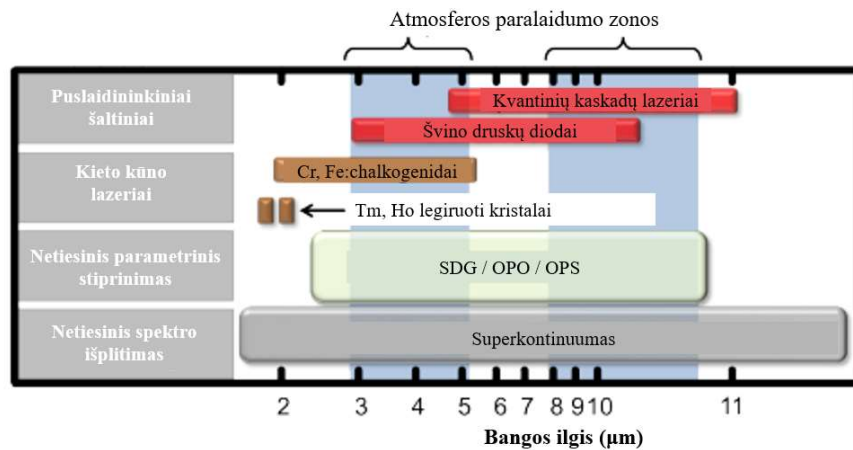
Optiniai stebėjimo metodai nedestruktyviu būdu suteikia informaciją apie stebimas molekules, jose vykstančius procesus ir jų sąveiką su aplinkine terpe ar sąveiką tarp skirtingų molekulių [10]. Tokių taikymų pavyzdžiai: taršos detekcija atmosferos dujose [11, 12] organinės taršos paieška vandenyje [13]. Ypač svarbu, kad šiame spektriniame diapazone sugeria ir biomolekulės – proteinai, lipidai, amidai ir kt. – tai atveria kelią šio spektrinio ruožo optinę spinduliuotę panaudoti ir medicinoje. Medicininių taikymų pavyzdžiai – audinių vaizdinimas, litotripsija (inkstų ir šlapimtakų akmenų gydymas), tikslus lazerinis abliavimas/pjovimas operacijų metu [14]. Lazerinis pjovimas yra labai tikslus (mikrometrų eilės), tad tokios operacijos metu ženkliai mažiau paveikiami aplinkiniai audiniai nei atliekant pjovimą su skalpeliu. Visų minėtų pritaikymų apimtys sparčiai auga, ko pasekoje medicininių lazerių rinka yra viena iš sparčiausiai besivystančių pastaraisiais metais [15]. MIR spektrinis diapazonas neabejotinai svarbus ir kariniams taikymams, kur tokio bangos ilgių diapazono šviesa naudojama atstumams matuoti, kariniams taikiniams identifikuoti [16].

Kita labai svarbi MIR spinduliuotės taikymo sritis – moksliniai tyrimai – atosekundžių, stiprių laukų fizika, aukštų harmonikų generacija (angl. *high-harmonic generation*, HHG). Šiuose eksperimentuose nagrinėjamos fundamentalios šviesos sąveikos su materija. Laisvųjų elektronų

ponderomotorinė energija (angl. *ponderomotive energy*) kvadratiškai priklauso nuo spinduliuotės bangos ilgio  $U_p \sim \lambda^2$ . Dėl šios priežasties NIR spinduliuotės tokiuose eksperimentuose pakeitimas į MIR bangų ilgį leidžia įgreitinti elektronus iki didesnių energijų. HHG šaltiniai leidžia tyrinėti medžiagą su labai aukšta laikine ir erdvine skyra [17, 18].

## 2.1.2 Lazeriniai šaltiniai naudojami MIR diapazone

Visiems taikymams, išvardintiems 2.1.1 skyrelyje, pirmiausia būtina turėti tinkamus šviesos generavimo instrumentus. Yra sukurta nemažai lazerių tipų, galinčių generuoti šviesą MIR diapazone. Pagrindinės MIR spinduliuotei generuoti naudojamų lazerių grupės pateiktos 2 pav.



2 pav. Skirtingų lazerių tipų generuojamos spinduliuotės spektriniai diapazonai [5]

Du populiariausi lazerių tipai naudojami MIR diapazone, kurie tiesiogiai keičia elektrinę energiją į optinę energiją, yra kvantinių kaskadų [19] ir švino druskų lazeriai. Panaudojant modų sinchronizavimą, kvantinių kaskadų lazeriais galima generuoti ps eilės trukmės šviesos impulsus. Švino druskos jau nuo seno naudojamos IR srityje veikiantiems fotodiodams gaminti, nes pasižymi mažu draustinės juostos tarpu. Šių druskų pagalba galima generuoti šviesą nuo 3 iki keliolikos  $\mu\text{m}$  bangos ilgių diapazone. Tokių lazerių trūkumas tas, jog jiems reikia kriogeninio šaldymo tam, kad išvengtų terminio laidumo juosto plitimo.

Tradiciniai kieto kūno ar šviesolaidiniai lazeriai gali generuoti spinduliuotę 2–3  $\mu\text{m}$  bangos ilgių srityje pasinaudojant tulio, holmio ar erbio jonais, o pastaruoju metu populiarėja ir metalų chalkogenidų lazeriai. Vis dėlto kietakūniai lazeriai yra labai ribotai naudojami ilgesnei nei 3  $\mu\text{m}$  spinduliuotei generuoti. Pagrindinės tokių lazerių problemos susijusios su itin trumpa sužadintų lygmenų gyvavimo trukme, dėl ko reikalingas impulsinis kaupinimas ir taip pat kriogeninis šaldymas norint gauti stabilų tokių lazerių veiką. Taip pat kietakūniai lazeriai naudojami kaip kaupinimo lazeriai netiesiniams optiniams parametriniams osciliatoriams.

Netiesiniai reiškiniai, tokie kaip suminio dažnio generacija, optinė parametrinė generacija ir optinis parametrinis stiprinimas, leidžia pagaminti plačiame spektriniame diapazone derinamus lazerinės šviesos šaltinius. Pasinaudojant netiesine tribange sąveika tokie šaltiniai gali perdengti ne

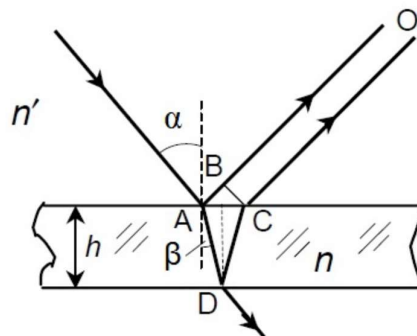
tik MIR, bet ir tolimosios infraraudonosios šviesos spektrinį diapazoną. Parametriniai šviesos šaltiniai plačiai naudojami MIR spinduliuotei generuoti. Panaudojant tokius osciliatorius generuojami vieni iš trumpiausių ir didžiausio intensyvumo impulsai MIR diapazone [20]. Kaip netiesiniai kristalai tokiuose šaltiniuose naudojami kalio titanilo arsenatas (KTA), kalio titanilo fosfatas (KTP), kalio niobatas (KNO), ličio niobatas (LNO), bario boratas (BBO) ir kiti. Pasitelkiant netiesinius reiškinius, kuriami ir nauji spektroskopiniai metodai, kuriuose naudojami MIR ruože veikiantys optiniai parametriniai osciliatoriai. Geras pavyzdys galėtų būti suminio dažnio generacijos mikroskopija, kuri leidžia matyti vaizdą, kurio kontrastas priklauso nuo molekulių IR aktyvumo [21].

## 2.2 Optinės interferencinės dangos

Optinės interferencinės dangos šiandien yra paplitusios daugelyje mokslo ir pramonės šakų. Jos naudojamos astronomijoje, mikroskopijoje, akinių lęšiams skaidrinti ir t.t. Neabejotinai, viena iš svarbiausių optinių dangų pritaikymo sričių yra lazerių ir įvairių lazerinių sistemų gamyba. Be modernių optinių dangų neįmanoma įsivaizduoti ir šiuolaikinės lazerinės technologijos. Šiame skyrelyje apžvelgiamas optinių interferencinių dangų veikimo principas bei optinėms dangoms formuoti naudojamos medžiagos ir jų taikymo ribojimai.

### 2.2.1 Interferencija plonose plėvelėse

Principinis fizikinis reiškinys, kuriuo paremtas optinių dangų veikimas, yra interferencijos pasireiškimas plonose plėvelėse. Medžiagos sluoksnis gali būti vadinamas plona plėvele, kai jo optinis storis yra palyginamas su krintančios šviesos bangos ilgiu.



3 pav. Interferencija plonoje plėvelėje [22]

Tarkime, turime aplinką, kurios lūžio rodiklis yra  $n_0$ , o joje patalpinta gretasienė  $h$  storio plokštelė, kurios lūžio rodiklis yra  $n$ . Dalis į plokštelę krintančios šviesos atsispindės ties pirmuoju paviršiumi, likusi dalis pateks į plokštelę. Pasiekusi antrąją terpes skiriančią ribą, šviesa vėl bus dalinai atsispindėta, o kita dalis grįš į aplinką. Atsispindėjusi šviesa pasieks pirmąją terpių ribą ir procesas kartosis. Tarkime, kad atsispindžio koeficientas terpių sandūroje yra nedidelis ir galime apsiriboti tik pirmaisiais atspindžiais. Kaip matome 3 pav., susidarys dvi ta pačia kryptimi

sklindančios bangos, tarp kurių bus pastovus fazių skirtumas. Taigi šios bangos bus koherentinės ir tarp jų pasireikš interferencija. Fazių skirtumas susidarys dėl dviejų priežasčių: spindulių eigos skirtumo, fazių pokyčių vykstant atspindžiui. Eigos skirtumą galima išreikšti taip:

$$\Delta = 2nh \cos(\beta) \quad (1)$$

Dėl atspindžio (tuo atveju, kai šviesa krenta iš optiškai retesnės terpės į optiškai tankesnę) bangos fazė pakinta dydžiu  $\pi$  ( $\lambda/2$ , čia  $\lambda$  – krintančios šviesos bangos ilgis) ir interferencinis vaizdas pasistumia per  $\lambda/2$ . Šiuo atveju, kai nereikia tiksliai nustatyti interferencinio maksimumo ar minimumo padėties, galima naudotis paprastesne – (1) formule. Interferencija pasireikš, kai spindulių eigos skirtumas bus:

$$2nh \cos(\beta) = m \frac{\lambda}{2}, \quad (2)$$

kur  $m$  – sveikas skaičius. Kai  $m$  lyginis, pasireikš konstruktyvi interferencija, kai nelyginis – destruktivi. Paprasčiausias tokios vienasluoksnės optinės dangos pavyzdys galėtų būti skaidrinanti danga. Tarkime, kad norime praskaidrinti optinį padėklą, kurio lūžio rodiklis  $n_s$ , kai šviesa krinta iš oro, kurio lūžio rodiklis  $n_{oro} = 1$ . Norint pasiekti idealų skaidrinimą krintančios šviesos bangos ilgiui turi būti tenkinamos dvi sąlygos:

$$n_{sl} = \sqrt{n_s} \quad (3)$$

$$d_{sl} = \frac{\lambda}{4n_s}, \quad (4)$$

kur  $n_{sl}$  ir  $d_{sl}$  yra plonos plėvelės lūžio rodiklis ir storis. Pirmoji sąlyga užtikrina lūžio rodiklių ir nuo jų priklausančių atspindžio koeficientų suderinimą, o antroji sąlyga užtikrina, kad tarp nuo konstrukcijos atsispindėjusių spindulių pasireikštų destruktivi interferencija. Naudojant optikos pramonėje populiarių lydyto kvarco padėklą, tokiam idealiam skaidrinimui įgyvendinti reikėtų medžiagos, kurios lūžio rodiklis būtų  $n_{sl} = \sqrt{1.45} = 1.2$ . Vis dėlto, tinkamos medžiagos su tokiu lūžio rodikliu gamtoje nėra ir todėl lydytam kvarcui skaidrinti naudojamos kiek sudėtingesnės antirefleksinės dangos, sudarytos iš 4 ar 6 sluoksnių. Vienasluoksnis skaidrinimas gali būti naudingas, pavyzdžiui, silicio padėklų ( $n = 3.5$ ) skaidrinimui. Panaudojant aliuminio oksidą ( $Al_2O_3$ ), kurio lūžio rodiklis yra  $n_{safyro} = 1.72$  infraraudonajame spektro ruože, galima gauti gana gerą skaidrinimą norimam bangos ilgiui ant silicio padėklų.

Kombinuojant kelis ar keliasdešimt skirtingo lūžio rodiklio ir storio sluoksnius galima sukurti ne tik skaidrinančias dangas, bet ir norimo atspindžio pluošto daliklius, dichroinius veidrodžius, poliarizatorius, interferencinius filtrus, itin didelio atspindžio koeficiento (99,999%) veidrodžius. Tam, kad būtų galima tiksliai suprojektuoti tokias dangas, reikia įskaityti ir aukštesnės eilės



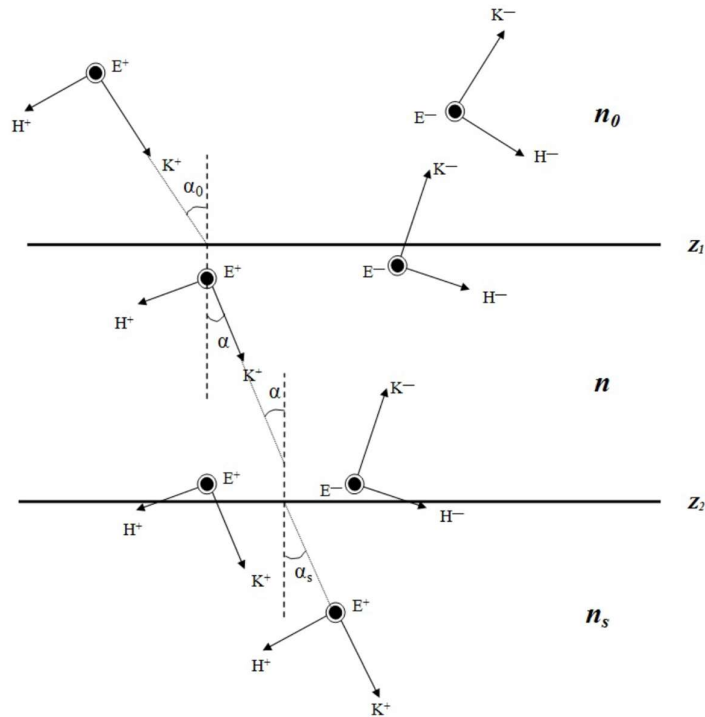
atspindžius plonose plėvelėse. Tokiu atveju, ploną sluoksnį praėjusios šviesos intensyvumo pokytį nusako Erio (angl. Airy) formulė:

$$\frac{I_1}{I_0} = \frac{T^2}{(1-R)^2 + 4R \sin^2\left(\frac{\varphi}{2}\right)}, \quad (5)$$

čia  $I_1$  – praėjusios šviesos intensyvumas,  $I_0$  – kritusios šviesos intensyvumas,  $R$  ir  $T$  – energiniai atspindžio ir pralaidumo koeficientai,  $\varphi$  – fazių skirtumas tarp gretimų interferuojančių pluoštelių. Daugiasluoksnių dangų aprašymas šiame skyrelyje pateiktomis analitinėmis išraiškomis yra labai komplikotas. Net dangoms, sudarytoms iš nedaugelio sluoksnių ( $< 5$ ), gaunamos itin sudėtingos išraiškos ir toks skaičiavimo būdas tampa neefektyvus. Dangas sudarytas iš daugelio sluoksnių daug patogiau aprašyti panaudojant matricų metodą. Šiuo metodu paremtos ir kompiuterinės programos skirtos optinių dangų projektavimui.

### 2.2.2 Matricų metodas

Matricinį daugiasluoksnių dangų aprašymo būdą 1950m. pasiūlė prancūzų mokslininkas F. Abeles [23]. Matricų metodas remiasi iš Maksvelo lygčių išplaukiančiomis kraštinėmis sąlygomis elektrinio lauko stiprio bei magnetinio lauko stiprio vektoriams ( $\vec{E}$ ,  $\vec{H}$ ). Šios sąlygos reikalauja, kad tangentinės minėtų vektorių komponentės būtų lygios abipus skiriančio (ribinio) paviršiaus.



4 pav. Elektromagnetinės bangos vektorių kryptys plonos plėvelės ribose.  $\vec{E}$  statmenas kritimo plokštumai [24]

4 pav. pavaizduota situacija, kai į ploną, homogenišką, izotropinę plėvelę krinta statmenai kritimo plokštumai poliarizuota (s poliarizacijos) šviesa. Plėvelės lūžio rodiklis  $n$ , o ji patalpinta tarp dviejų aplinkų, kurių lūžio rodikliai  $n_0$  ir  $n_s$ . Simboliais  $+$  ir  $-$  pažymėtos priešingomis kryptimis sklindančios bangos. Užrašius kraštines sąlygas pirmajai ir antrajai terpių riboms ( $z = z_1$ ;  $z = z_2$ ) bei jas išsprendus gaunami tokie sąryšiai elektrinio ir magnetinio laukų komponentėms:

$$E(z_1) = E(z_2) \cos(\varphi) + \frac{Z_0 H(z_2) (i \sin(\varphi))}{n \cos(\alpha)} \quad (6)$$

$$Z_0 H(z_1) = E(z_2) i (n \cos(\alpha)) \sin(\varphi) + Z_0 H(z_2) \cos(\varphi), \quad (7)$$

čia  $\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} n d \cos(\alpha)$  – vieną kartą ploną plėvelę praėjusios bangos patirtas fazės pokytis;  $Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\varepsilon_0}}$  – vakuumo varža;  $\alpha$  – kampas, kuriuo banga sklinda plėvelėje. Jei laikome, kad banga krinta  $0^\circ$  kampu, (6) ir (7) išraiškas galima supaprastinti:

$$E(z_1) = E(z_2) \cos(\varphi) + \frac{Z_0 H(z_2) (i \sin(\varphi))}{n} \quad (8)$$

$$Z_0 H(z_1) = E(z_2) i n \sin(\varphi) + Z_0 H(z_2) \cos(\varphi) \quad (9)$$

Lygtis (8) ir (9) galima perrašyti matricine forma:

$$\begin{bmatrix} E(z_1) \\ Z_0 H(z_1) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(\varphi) & \frac{i \sin(\varphi)}{n} \\ i n \sin(\varphi) & \cos(\varphi) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E(z_2) \\ Z_0 H(z_2) \end{bmatrix} \quad (10)$$

Plonos plėvelės poveikį, ją praėjusios bangos elektrinio ir magnetinio lauko komponentėms, nusako matrica:

$$M = \begin{bmatrix} \cos(\varphi) & \frac{i \sin(\varphi)}{n} \\ i n \sin(\varphi) & \cos(\varphi) \end{bmatrix} \quad (11)$$

Ši matrica priklauso tik nuo plonos plėvelės storio ir lūžio rodiklio ir yra vadinama plono sluoksnio arba charakteringąja matrica. Ji susieja elektrinius ir magnetinius laukus ribose  $z_1$  ir  $z_2$  ir nusako kaip šviesa pasikeis perėjusi sluoksnį. Matricos diagonalėje yra realūs skaičiai, o nediagonalūs elementai yra kompleksiniai. Du ypatingi ir dažnai pasitaikantys atvejai yra šie:

- 1)  $\frac{\lambda}{4}$  storio sluoksnis. Tada  $n d \cos(\alpha) = \frac{\lambda_0}{4} \rightarrow \varphi = \frac{\pi}{2}$  ir sluoksnio matrica:

$$M_{\lambda/4} = \begin{bmatrix} 0 & \frac{i}{n} \\ i n & 0 \end{bmatrix} \quad (12)$$

- 2)  $\frac{\lambda}{2}$  storio sluoksnis. Tada  $n d \cos(\alpha) = \frac{\lambda_0}{2} \rightarrow \varphi = \pi$  ir sluoksnio matrica:

$$M_{\lambda/2} = \begin{bmatrix} -1 & 0 \\ 0 & -1 \end{bmatrix} \quad (13)$$

Imant sudėtingesnį atvejį, kai sluoksnių skaičius yra dydis  $m$ , turėsime  $m + 1$  ribų ( $z = z_1 \dots z_{m+1}$ ). Tokiu atveju sąryšį tarp  $z_1$  ir  $z_{m+1}$  galima užrašyti tokiu būdu:

$$\begin{bmatrix} E(z_1) \\ Z_0 H(z_1) \end{bmatrix} = M_1 M_2 \dots M_m \begin{bmatrix} E(z_{m+1}) \\ Z_0 H(z_{m+1}) \end{bmatrix} \quad (14)$$

Iš čia seka, kad daugelį vieną ant kito sudėtų sluoksnių galima aprašyti viena matrica, kuri bus lygi pavienių sluoksnių matricių sandaugai:

$$M = M_1 M_2 \dots M_m \quad (15)$$

Žiūrint iš makroskopinio lygio svarbiausi optiniai dangų parametrai yra ne elektrinio ir magnetinio lauko dydžiai, bet realiai išmatuojami atspindžio ir pralaidumo koeficientai. Juos nesunkiai galima išreikšti žinant aplinkos ir padėklo lūžio rodiklius bei charakteringosios sluoksnių matricos narius. Tokiu atveju struktūros pralaidumą galima nusakyti formule:

$$T = 1 - R = \frac{4n_0 n_s}{(n_0 M_{11} + n_s M_{22})^2 + (n_0 n_s M_{12} + M_{21})^2} \quad (16)$$

(16) formulėje laikoma, jog sluoksniuose nepasireiškia sugertis ir šviesos sklaida, tad  $R + T = 1$ .

Iš šiame skyrelyje pateiktos informacijos matyti, kad matricinis metodas ženkliai supaprastina optinių interferencinių dangų energetinių atspindžio ir pralaidumo koeficientų skaičiavimą ir būtent šis metodas yra naudojamas moderniose optinių dangų dizaino programose.

### 2.2.3 Optinių dangų gamyboje naudojamos medžiagos

Gamtoje yra daugybė įvairių ir labai skirtingų medžiagų, tačiau tik labai maža jų dalis gali būti pritaikytos optinėms dangoms gaminti. Medžiagos tinkamumą ir pritaikomumą optinių dangų technologijoje nulemia keletas pagrindinių kriterijų:

- Spektrinio skaidrumo diapazonas
- Lūžio rodiklis
- Sluoksnių suformavimo sudėtingumas

Visų pirma, medžiaga turi būti skaidri to bangos ilgio spinduliutei, kuria į ją bus šviečiama. Tik tokios medžiagos tinkamos interferencinių dangų gamybai, nes jos leidžia efektyviai interferencijai pasireikšti visoje daugiasluoksneje struktūroje, nepatiriant sugerties nuostolių sluoksniuose. Reikia paminėti, jog egzistuoja ir kitas plačiai paplitęs plonasluoksnių dangų tipas – tai metaliniai veidrodžiai, kurie nėra skaidrūs krintančiai elektromagnetinei spinduliutei. Tokiose dangose elektromagnetinės šviesos atspindys išgaunamas ne dėl interferencijos, bet dėl šviesos

sąveikos su metaline plazma sudaryta iš laisvųjų elektronų ir sunkių branduolių. Toliau kalbėsime tik apie interferencijos reiškiniu paremtas optines dangas.

Medžiagos lūžio rodiklis yra itin svarbus parametras projektuojant optines dangas. Bendra lūžio rodiklio išraiška aprašoma kompleksine forma:

$$\tilde{n} = n + ik, \quad (17)$$

kur  $n$  yra realioji dalis, kuri susijusi su šviesos greičio medžiagoje  $v$  ir vakuume  $c$  santykiu  $n = \frac{c}{v}$ .

Ši realioji lūžio rodiklio dalis nulemia kontrastą daugiasluoksnėse dangose tarp aukšto ir žemo lūžio rodiklių medžiagų. Kuo didesnis šis lūžio rodiklių kontrastas – tuo platesnis Brego veidrodžio aukšto atspindžio diapazonas ir zona, kurioje grupinio vėlinimo dispersija (GVD) artima  $0 \text{ fs}^2$ . Kita vertus, siaurą dažnį blokuojantiems filtrams (angl. *Notch filter*) priešingai – gali būti patogu naudoti medžiagas su artimais lūžio rodikliais taip išgaunant siaurą atspindžio/blokavimo diapazoną. Taigi realioji lūžio rodiklio dalis yra labai svarbus parametras projektuojant daugiasluoksnės dangas ir turi būti parinktas optimaliausias variantas kiekvienu atskiru atveju.

Menamoji dalis  $k$  (17) formulėje yra vadinama ekstinkcijos koeficientu ir yra tiesiogiai susijusi su medžiagos sugerties koeficientu  $\alpha$  [25]:

$$k = \frac{\alpha\lambda}{4\pi} \quad (18)$$

Medžiagos sugerties koeficientas  $\alpha$  apibūdina kokia kritusios spinduliuotės energijos dalis yra sugerama medžiagos ilgio vienetu. Šis koeficientas naudojamas ir Bugerio–Lamberto dėsnyje, kuris aprašo sugeriančią medžiagą praėjusios šviesos intensyvumą  $I$ :

$$I = I_0 e^{-\alpha z}, \quad (19)$$

kur  $I$  – medžiagą praėjusios šviesos intensyvumas,  $I_0$  – kritusios šviesos intensyvumas, o  $z$  – šviesos praeito medžiagoje kelio ilgis. Koeficientas  $k$  apibūdina kritusios į medžiagą spinduliuotės slopimą, tačiau nėra normuotas į jokią ilgio vienetą. Žinant elektrinio lauko pasiskirstymą dangoje ir naudojamų medžiagų  $k$  koeficientus, galima apskaičiuoti dangoje šviesos patiriamus nuostolius. Bendru atveju, eksperimentiškai nustatant ekstinkcijos koeficientą, nėra paprasta įvertinti nuostolių kilmę, todėl  $k$  koeficientas praktiniu požiūriu apibūdina tiek sugerties, tiek sklaidos nuostolius dangoje. Norint formuoti žemais nuostoliais pasižyminčias dangas yra būtina tiksliai žinoti medžiagų  $k$  koeficientus. Tiek  $n$ , tiek  $k$ , yra skirtingi įvairaus dažnio optinei spinduliuotei, todėl dar reikia žinoti ir šių koeficientų dispersijas, t.y. priklausomybes nuo bangos ilgių.

Nusodinimo sudėtingumas taip pat yra svarbus technologinis faktorius lemiantis tam tikros medžiagos panaudojamumą optinių dangų gamybai. Skirtingos medžiagos pasižymi skirtinga struktūra, elektriniu ir šiluminiu laidumu, skiriasi ir jas sudarančių atomų ryšio energijos. Atitinkamai

vienos medžiagos nesunkiai gali būti garinamos tiesiog jas kaitinant iki lydymosi ar sublimacijos temperatūros, o kitas lengviau nusodinti panaudojant dulkinimo technologijas.

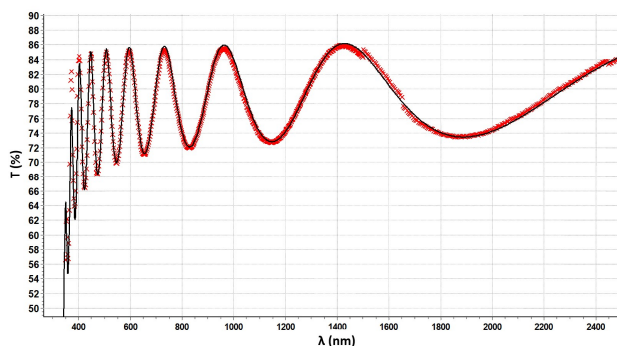
Yra ir daugiau parametrų, kurie gali būti labai svarbūs projektuojant optines dangas ir žinant konkrečias dangos panaudojimo sąlygas:

- Atsparumas lazerinės spinduliuotės indukuotai pažaidai
- Mechaniniai įtempimai
- Kristalinė/amorfinė struktūra

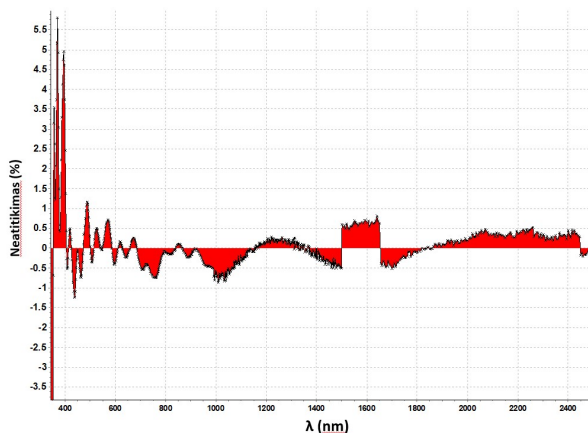
Atsižvelgiant į aptartus kriterijus optinių dangų technologijoje (VIS ir NIR diapazone) labiausiai paplitusios medžiagos yra metalų oksidai arba fluoridai. Dažniausiai naudojami oksidai:  $ZrO_2$ ,  $HfO_2$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $Ta_2O_5$ ,  $TiO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ . Iš fluoridų labiausiai paplitę:  $MgF_2$ ,  $LaF_3$ . Visos šios medžiagos yra plačiai naudojamos įvairaus tipo optinėms dangoms, skirtoms veikti VIS ir NIR diapazonuose, gaminti. Esant dideliame šviesos bangos ilgiui (MIR diapazone), fiziniai sluoksnių storiai naudojant šias medžiagas pasidaro labai dideli – kelių šimtų nm eilės. Suminis Brego veidrodžio storis MIR diapazone naudojant minėtus oksidus yra keliolika ar net kelios dešimtys mikrometrų. Tokio storio danga, ypač suformuota panaudojant dulkinimo technologijas, pasižymi dideliais mechaniniais įtempiais, ko pasekoje ji gali tiesiog sutrūkti ar atsiskuoksnuoti ir nebebūti tinkama naudojimui [26]. Šią problemą galima spręsti, kaip aukšto lūžio rodiklio medžiagą daugiasluoksnėms dangoms formuoti panaudojant puslaidininkines medžiagas, kurios pasižymi mažesniu draustinės juostos tarpu, tuo pačiu ir didesniu lūžio rodikliu bei pralaidumu MIR srityje [27-29]. Vienas iš labiausiai ištirtų, lengvai prieinamų ir sąlyginai didelį draustinės juostos tarpą turinčių puslaidininkinių yra silicis (Si). Šiame darbe ir buvo ištirta galimybė panaudoti būtent šią medžiagą daugiasluoksnėms dangoms, skirtoms MIR diapazonui, formuoti.

## 2.2.4 Plonų sluoksnių charakterizavimas

2.2.3 skyrelyje aptarti  $n$  ir  $k$  koeficientai nėra tiesiogiai išmatuojami dydžiai, o taip pat jie labai priklauso nuo nusodinimui naudojamos technologijos ir įvairių technologinių parametrų [30, 31]. Dėl šių priežasčių minėti koeficientai turi būti nustatomi empiriškai ir tai yra svarbi dalis norint sėkmingai nusodinti daugiasluoksnės struktūras. Plačiausiai naudojamas metodas  $n$  ir  $k$  koeficientams nustatyti paremtas lengvai išmatuojamų charakteristikų – atspindžio  $R$  ir pralaidumo  $T$  spektrų aproksimavimu tam tikromis funkcijomis [32]. 5 pav. ir 6 pav. pateikti pavyzdiniai pralaidumo ir neatitikimo (tarp išmatuotų ir modelio verčių) spektrai gauti aproksimuojant  $Nb_2O_5$  monosluoksnio pralaidumo matavimą naudojant *Sellmeier* dispersijos modelį.



5 pav. Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> monosluoksnio pralaidumo spektras (raudoni kryželiai) ir teorinis aproksimuotas dispersijos modelis (juoda kreivė)

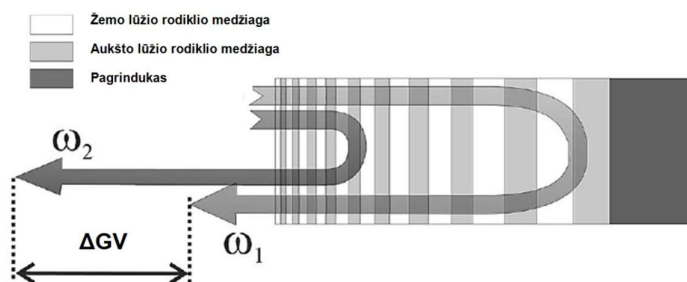


6 pav. Neatitikimas tarp 5 pav. pateikto realaus ir sumodeliuoto pralaidumų spektrų

Detali spektrų aproksimavimo ir optinių konstantų iš jų nustatymo metodologija aprašyta [33] šaltinyje. Šiame darbe naudotas „Optichar” [34] programinis paketas sluoksnių spektrams aproksimuoti ir monosluoksnių savybėms analizuoti.

### 2.2.5 Dispersiniai veidrodžiai

Čirpuotų/dispersinių veidrodžių idėja pirmą kartą buvo pristatyta 1994 metais [35]. Tai dielektriniai veidrodžiai, kurie sumodeliuoti taip, kad sukurtų negiama grupinio vėlinimo dispersiją. Be to, jie pasižymi ir dideliu atspindžio koeficientu plačiame bangos ilgių diapazone.



7 pav. Principinė čirpuoto veidrodžio sluoksnių schema [36]

Standartiniai dielektriniai Brego veidrodžiai yra sudaryti iš daugelio vienodų  $\frac{\lambda}{4}$  optinio storio sluoksnių porų. Šie veidrodžiai turi didelį atspindžio koeficientą siaurame spektro ruože aplink centrinę bangos ilgį  $\lambda$ . Čirpuotame veidrodyje sluoksnių porų (aukšto ir žemo lūžio rodiklių medžiagų) storiai einant nuo pagrinduko mažėja. Toks veidrodis trumpas bangas atspindi viršutiniuose sluoksniuose, o ilgas arti pagrinduko. Pastarosioms tenka nueiti didesnę kelią, todėl tarp mėlynųjų ir raudonųjų impulso komponentų sukuriama fazių skirtumas, kuris atitinka neigiamą grupinio vėlinimo dispersiją. Elementari čirpuoto veidrodžio konstrukcija pavaizduota 7 pav. Pagrindinė tokio čirpuoto veidrodžio problema susijusi su atspindžiais nuo aplinkos–veidrodžio ribos [37]. Dalis į veidrodį krintančios spinduliuotės, bus atspindėta nuo viršutinio dangos sluoksnio atgal į aplinką, o iš kitos pusės atgal į dangą. Kita dalis bus atspindėta veidrodžio struktūros, Tokią struktūrą galima įsivaizduoti kaip rezonatorių sudarytą iš didelio ir mažo atspindžio veidrodžių (angl. *Gires – Tournois interferometer*, GTI [38]). Ji sukuria periodinę fazės kitimą šviesos dažnio atžvilgiu. Kadangi grupinio vėlinimo dispersija yra antra fazės išvestinė, tai dėl šio efekto atsiranda nepageidaujamos grupinio vėlinimo dispersijos osciliacijos dažnio atžvilgiu, kurios gali lemti kritusio šviesos impulso laikiną išdarkymą [37]. Bandant išvengti šio efekto, buvo sukurta daug įvairių tipų čirpuotų veidrodžių: Briusterio kampo, dvigubo kampo ir t.t. Čirpuoti veidrodžiai, kurie panaudoja aprašytuosius rezonansinius efektus neigiamos dispersijos generavimui, vadinami GTI [39]. Šie veidrodžiai pasižymi didelėmis neigiamos GVD vertėmis, tačiau bangos ilgių diapazonas, kuriame šios vertės pasiekiamos, yra siauras.

## 2.2.6 Mechaniniai optinių dangų įtempimai

Įtempiai optinėse dangose yra svarbus mechaninis parametras. Suformuotos dangos įtempiai turi įtakos jos mechaniniam stabilumui, ilgaamžiškumui, taip pat įtempiai lemia padėklo, ant kurio nusodinama danga, deformacijas, o šios savo ruožtu – į optinį elementą krintančios spinduliuotės fronto iškraipymus. Kaip pavyzdį galima pateikti nuo komponento atspindėto fronto distorsijos sąryšį su plokštiškumu:

$$RWE = 2 \times \cos\theta \times \text{plokštiškumas}, \quad (20)$$

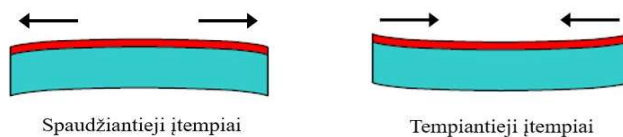
kur  $\cos\theta$  yra į elementą krintančio pluošto kampo kosinusas.

Mechaninį įtempimą dangoje galima aprašyti trimis nariais:

$$\sigma = \sigma_{išor} + \sigma_{vidin} + \sigma_{term}, \quad (21)$$

kur  $\sigma_{išor}$  – tai įtempiai, kuriuos sukuria išoriškai dangą veikiančios jėgos,  $\sigma_{vidin}$  – vidiniai suformuoto sluoksnio įtempiai, kurie labai priklauso nuo nusėdančių dalelių energijos, o tuo pačiu ir nuo nusodinimo naudojamos technologijos ir  $\sigma_{term}$  – įtempiai susidaro dangai vėstant po nusodinimo, dėl skirtingų pagrinduko ir dangos terminio plėtimosi koeficientų. Didžiausią įtaką suminiams dangos įtempimams turi vidiniai įtempimai. Jie tiesiogiai susiję su nusodintų sluoksnių

mikrostruktūra. Mechaniniai įtempiai gali būti dviejų tipų – spaudžiantieji arba tempiantieji ir, kaip minėta, labai priklauso nuo naudojamos nusodinimo technologijos.



8 pav. Optinėse dangose sukuriamų įtempių kokybinis palyginimas

Garinimo būdu (terminio ar elektronų spindulio garinimo) nusodinti sluoksniai dažniausiai pasižymi porėtumu ir tempiančiaisiais įtempiais. Esant didelėms tokių įtempių vertėms – dangos gali sutrūkti. Dulkinimo būdu (jonapluoščio, magnetroninio) suformuotos dangos pasižymi dideliais spaudžiančiaisiais įtempiais (~100 MPa eilės). Tokie įtempiai aiškinami atominio iškalimo modeliu (angl. *Peening model*) [40, 41].

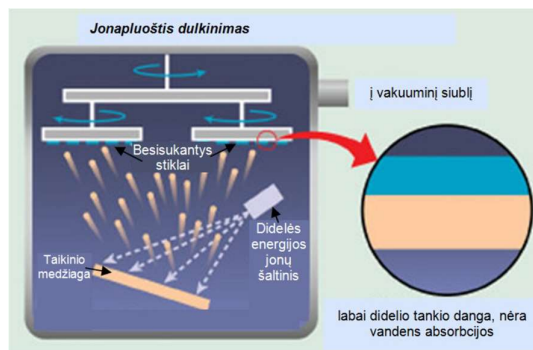
Eksperimentiškai nusodintų sluoksnių įtempimus galima apskaičiuoti panaudojant Stoney formulę [42]:

$$\sigma = \frac{Y_s t_s^2}{6(1-\nu)t_d R}, \quad (22)$$

kur  $Y_s$  ir  $\nu$  atitinkamai yra medžiagos, iš kurios pagamintas pagrindukas, Jungo modulis ir Puasono santykis,  $t_s$  ir  $t_d$  atitinkamai pagrinduko ir dangos storiai, o  $R$  – pagrinduko kreivumo spindulys. Taigi, nežinant jokių dangos elastingumo parametrų, bet žinant dangos įtaką pagrinduko iškreivimui, galima eksperimentiškai apskaičiuoti dangos įtempimus.

## 2.3 Jonapluoščio dulkinimo technologija

Bombarduojant medžiagą didelės energijos įgreitintais jonais galima paveikti kietos medžiagos paviršiuje esančius atomus. Priklausomai nuo įgreitintų jonų energijos (gali kisti nuo 100–ų iki 1000–ių eV) galimi skirtingi poveikiai kieto kūno paviršiui – nuo atominio sutankinimo iki ėsdinimo [43]. Būtent ėsdinimas (dulkinimas) įgreitintais jonais gali būti panaudotas kaip vienas iš fizinio sluoksnių nusodinimo būdų. Tokio proceso metu jonų energijos įprastai yra 1–2 keV ribose. Schematiškai jonapluoščio dulkinimo procesas pavaizduotas 9 pav.



9 pav. Principinė jonapluoščio dulkinimo schema



Jonapluoščio dulkinimo procesą galima išskaidyti į kelis pagrindinius etapus:

- Vakuumo atsiurbimas kameroje

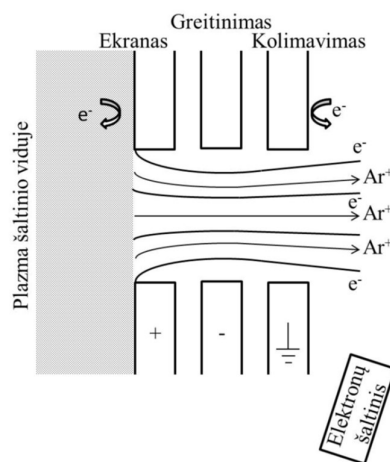
Kaip ir kituose fizinio nusodinimo metoduose, taip ir jonapluoščio dulkinimo procesui vykti reikalingas aukštas vakuumas ( $< 1 \times 10^{-4}$  Pa). Kameroje vakuumas dažniausiai pasiekiamas dviejų pakopų siurbimo sistema sudaryta iš sauso mechaninio siurblio pirminiam vakuumui pasiekti ir aukšto vakuumo siurblio, kuris gali būti tiek kriogeninis, tiek turbomolekulinis.

- Plazmos generavimas

Dujų plazma generuojama specialiame radiodažniniame šaltinyje, kuris įmontuotas vienoje iš kameros sienų. Į specialią keraminę šaltinio talpą tiekiamos dujos, kurios radijo dažniu kintančiame elektromagnetiniame lauke jonizuojasi taip virsdamos į dujų plazmą. Skirtingo tipo dujos, turi skirtingas atomines mases, o tai turi didelę įtaką ir ęsdinimo procesui. Dažniausiai jonapluoščio dulkinimo metu naudojamos inertinės dujos (Ar, Xe).

- Spindulio generavimas ir neutralizavimas

Viena iš kertinių jonapluoščio dulkinimo technologijos dalių yra speciali gardelė, dar vadinama jonų optika (angl. *ion-optics*). Šis elementas buvo tobulinimas kaip viena iš jonų variklio dalių dar 20 amžiaus viduryje, o po to greitai pritaikytas ir fizinio nusodinimo procesuose. Principinė gardelės schema pateikta 10 pav.



10 pav. Principinė jonų šaltinio gardelių sistema

Jonų optika dažniausiai yra sudaryta iš 3 atskirų gardelių, kurios atlieka tris pagrindines funkcijas: nustato reikiamą pradinį plazmos potencialą, įgreitina jonus ir kolimuoja juos. Tai pasiekama prijungiant skirtingas įtampas skirtingoms gardelėms. Dėka gardelės iš jonų šaltinio išeina kolimuotas tam tikro diametro įgreitintas jonų pluoštas. Papildomai kameroje naudojamas elektronų šaltinis, kuris neutralizuoja jonų

pluoštą. Tai padeda išvengti krūvių nusėdimo ant substrato, taikinio ar kitų paviršių, taip pat neleidžia išsifokusuoti spinduliui dėl kuloninės stūmos tarp jonų.

- Dulkinimas/ėsdinimas

Įgreitinti ir neutralizuoti jonai bombarduoja reikiamos medžiagos taikinį suteikdami taikinio atomams pakankamai energijos, kad šie galėtų nutraukti ryšius su savo aplinka ir palikti taikinį.

- Oksidacija ir kondensacija ant padėklų

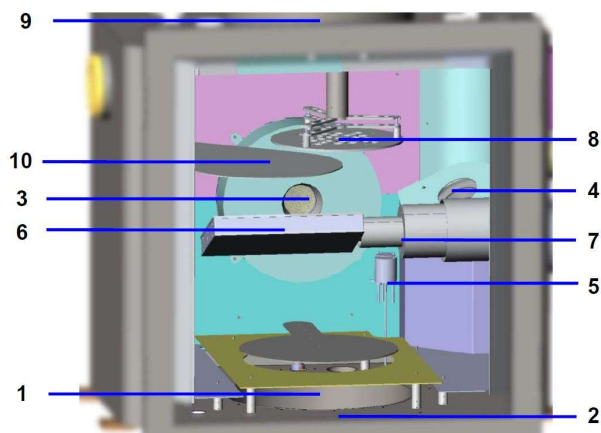
Dažniausiai jonapluoščio dulkinimo metu naudojamas reaktyvus procesas, kai taikinio medžiaga yra metalas, o metalo atomai oksiduojami sudarant kameroje dalinį deguonies slėgį. Oksiduotos molekulės sėda ant padėkliukų. Dėl didelės sėdančių dalelių energijos formuojasi tanki ir neporėta struktūra.

## 3 Eksperimentinė dalis

### 3.1 Eksperimento įranga

#### 3.1.1 Jonapluoščio dulkinimo įrenginys

Eksperimentams atlikti naudotas *Cutting Edge Coatings GmbH* jonapluoščio dulkinimo įrenginys. Tipinė tokio įrenginio schema su pagrindinėmis įrenginio dalimis pateikta 11 pav.



11 pav. Jonapluoščio dulkinimo įrenginio principinė schema. Svarbiausios dalys: 1 – kriogeninis siurblys, 3 – pirminis jonų šaltinis, 5 – neutralizatorius, 6 – keturių zonų taikinytis, 7 – taikinio pozicionavimo sistema, 8 – pagrindukų kupolas, 10 – sklendė.

Įrenginyje instaliuotas radijo dažniu plazmą žadinantis pirminis šaltinis su trijų gardelių sistema spindulio valdymui. Plazmai generuoti naudotos argono (Ar) dujos. Aukštas vakuumas kameroje pasiekiamas naudojant dviejų pakopų siurbimo sistema, kurios pirmą dalį sudaro sraigtinis forvakuuminis siurblys, o aukštam vakuumui pasiekti naudojamas kriogeninis siurblys. Visų eksperimentų metu kupolas su pagrindukais buvo sukamas 40 apsisukimų per minutę greičiu – taip užtikrinant tolygų medžiagos nusodinimą. Papildomas kaitinimas kameroje proceso metu nenaudotas. Pradinis vakuumas visais atvejais buvo  $4 \times 10^{-6}$  mbar. Tiek nusodinant oksidus, tiek Si puslaidininkį kameroje buvo vykdomas reaktyvus procesas, t.y. visi naudoti taikiniai yra metaliniai arba puslaidininkiniai, o oksidai buvo formuojami kameroje sudarant dalinį deguonies slėgį. Nusodinant Si ir Si/SiO<sub>2</sub> mišinių sluoksnius proceso metu O<sub>2</sub> fonas kameroje nebuvo sukuriamas, o Si/SiO<sub>2</sub> mišiniai formuoti keičiant tik išdinančios plazmos sudėtį – maišant Ar ir O<sub>2</sub> dujas. Visais atvejais taikinio kampas jonų pluošto atžvilgiu – 55°. Nusodinant oksidus sluoksnių storių kontrolei naudotas plačiajuostis optinis monitoringas (angl. *broadband optical monitoring*, BBM). Įrenginyje naudojama monitoringo sistema veikia 400–1000 nm bangos ilgių diapazone, tad Si ir Si/SiO<sub>2</sub> mišinių nusodinimui ji nebuvo tinkama, dėl šių medžiagų sugerties minėtame diapazone. Nusodinant Si ir Si/SiO<sub>2</sub> mišinius buvo naudojamas laikinės kontrolės metodas, šie monosluoksniai garinti po 2500 sek. Kiti pagrindiniai įrenginio parametrai naudoti skirtingų medžiagų monosluoksniams nusodinti

pateikti 1 lentelėje. Daugiasluoksnių dangų gamybai naudoti tie patys parametrai, priklausomai nuo nusodinamos medžiagos. Dujų kiekiai pateikiami standartinių kubinių centimetrų per minutę (angl. *standard cubic centimeters per minute*, sccm) vienetais.

1 lentelė. Pagrindiniai įrenginio parametrai skirtingoms medžiagoms

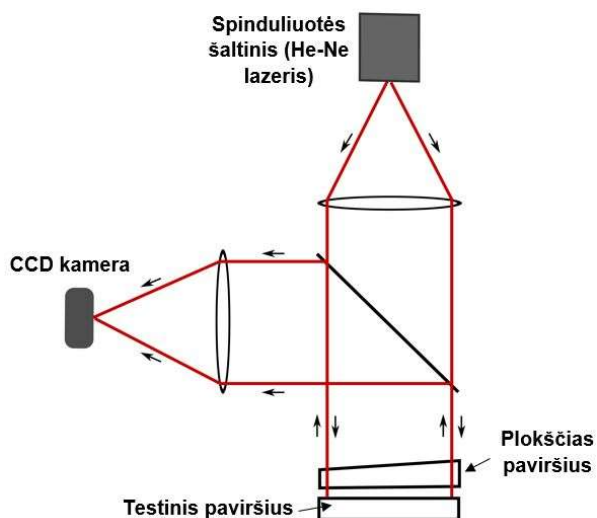
Medžiaga	RF galia, W	Jonų srovė, mA	Greitinanti įtampa, V	Dujos į šaltinį (Ar), sccm	Dujos į šaltinį (O <sub>2</sub> ), sccm	Fono dujos (O <sub>2</sub> ), sccm
SiO <sub>2</sub>	150	230	1700	12	0	75
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	150	230	1650	12	0	40
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	150	230	1650	12	0	75
TiO <sub>2</sub>	150	230	1690	12	0	75
Si	130	200	1800	12	0	0
Si/SiO <sub>2</sub> 10 sccm Ar + 2 sccm O <sub>2</sub>	130	200	1800	10	2	0
Si/SiO <sub>2</sub> 8 sccm Ar + 4 sccm O <sub>2</sub>	130	200	1800	8	4	0

### 3.1.2 Spektrofotometras

Bandinių atspindžio ir pralaidumo spektrai matuoti *Essent Optics Photon RT* spektrofotometru. Šis prietaisas paremtas *Czerny–Turner* monochromatoriaus principu. Šviesos šaltiniai – deuterio lempa generuojanti UV bangos ilgus (iki 380 nm) ir halogeninė lempa generuojanti optinį signalą VIS ir IR srityse. Naudotas įrenginys turi keturias difracines gardeles, o šviesos detekcijai naudojami 2 detektoriai: Si – 185–990 nm diapazonui ir švino selenido (PbSe) – 990–4900 nm diapazonui. Kiti parametrai – plyšio dydis, vidurkinamų spektrų skaičius - buvo keičiami skirtingiems diapazonams taip, kad išgauti kuo geresnį signalo/triukšmo santykį.

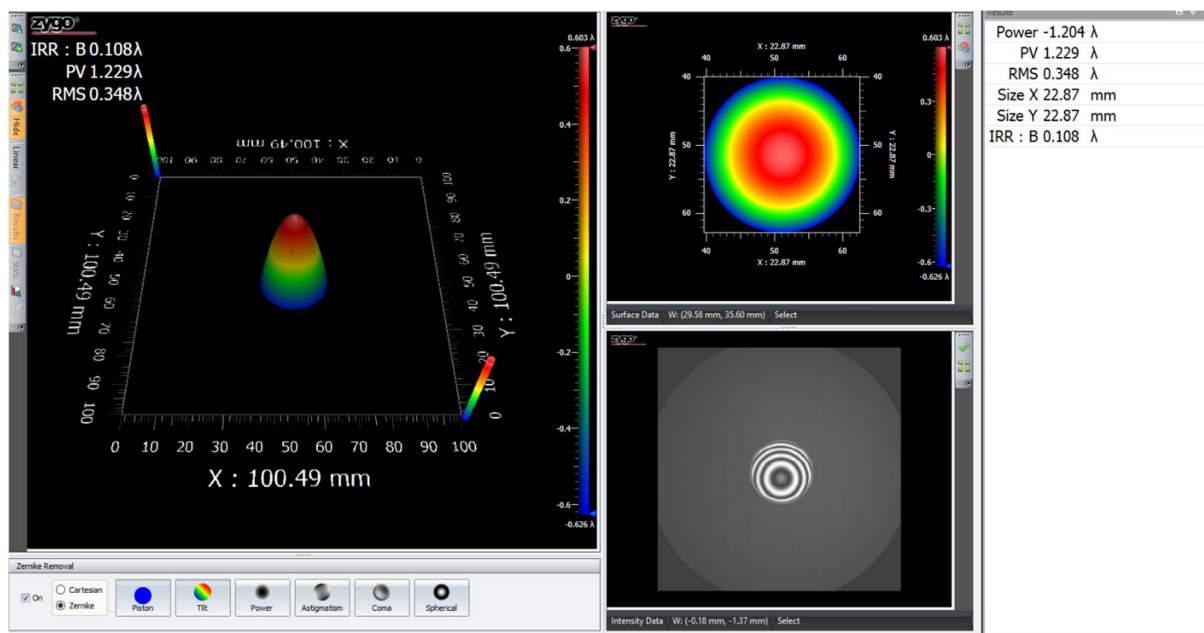
### 3.1.3 Sluoksnių įtempių nustatymas

Nusodintų sluoksnių įtempiai buvo apskaičiuojami pagal Stoney formulę (žr. 22 formulę) pamatavus bandinio su ir be dangos plokštiškumus. Šiems matavimams atlikti naudotas *Fizeau* tipo *ZYGO Verifire* interferometras. Principinė tokio interferometro schema pateikta 12 pav.



12 pav. Fizeau interferometro principinė schema

Aukšto koherentiškumo 633 nm bangos ilgio spinduliuotė atsispindėjusi nuo etaloninio ir tiriamo paviršių interferuoja taip sudarydama interferencinių minimumų ir maksimumų vaizdą. Šių minimumų ir maksimumų tankumą ir formą lemia tiriamo bandinio paviršiaus nelygumai. Iš tokio interferencinio vaizdo programos pagalba išskaičiuojamas ir atvaizduojamas tiriamo paviršiaus netolygumų žemėlapis. Tipinis tokio matavimo rezultatas pateiktas 13 pav.



13 pav. Tipinė paviršiaus plokštiškumo matavimo ataskaita

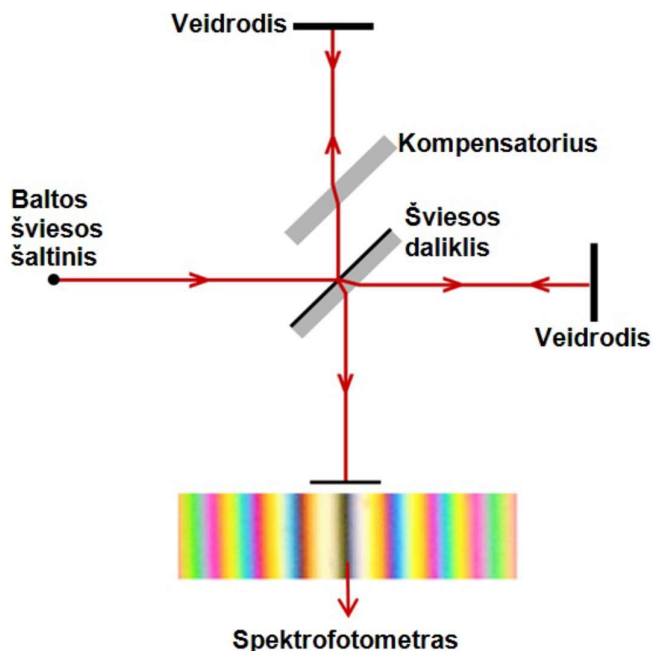
Iš plokštiškumo matavimo ataskaitos buvo naudojama tik išmatuota paviršiaus *Power* vertė, kuri nusako sferinį paviršiaus netolygumą narį. Laikyta, jog mechaniniai įtempiai dėl nusodintos dangos neturį įtakos nereguliams paviršiaus netolygumams. *Power* narys buvo padauginamas iš 633 nm – taip gaunant paviršiaus sferinį išsigaubimą nanometrais.

### 3.1.4 Atkaitinimas

Bandinių atkaitinimui naudotos SNOL 58/350 ir SNOL 13/1100 elektroniškai valdomos krosnys. Pirmojoje krosnyje bandiniai buvo kaitinami iki 350 °C temperatūros, o antrojoje kaitinami visose didesnėse nei 350 °C temperatūrose. Abejose krosnyse naudotas toks pat atkaitinimo algoritmas. Atkaitinimo procedūra sudaryta iš trijų dalių: kaitinimo, išlaikymo, vėsinimo. Kaitinimo ir vėsinimo fazėse temperatūros keitimosi sparta buvo 100 °C per 1 valandą. Pakėlus temperatūrą iki reikiamos – joje bandiniai buvo išlaikomi 1 val.

### 3.1.5 Fazinių dangų charakteristikų matavimai

Darbe buvo atlikti dviejų daugiasluoksnių dangų fazinių charakteristikų matavimai. 3.2.3 skyrelyje aptariamo plačiajuosčio veidrodžio grupinio vėlinimo dispersijos matavimai buvo atlikti baltos šviesos interferometru Vienos universiteto (Austrija) MIR spektroskopijos ir puslaidininkių optikos laboratorijoje (angl. *Christian–Doppler Laboratory for Mid-IR Spectroscopy and Semiconductor Optics*). Principinė baltos šviesos Maikelsono tipo interferometro schema pateikta 14 pav.



14 pav. Baltos šviesos Maikelsono interferometras

Vienoje interferometro šakoje dedamas metalinis mažos dispersijos veidrodis, o kitoje – testinis veidrodis. Kompensatorius užtikrina, kad šviesa abiejose šakose nueitų vienodą kelią. Grįžusi iš abiejų šakų šviesa interferuoja ir patenka į spektrofotometrą. Jis matuoja šviesos intensyvumo spektrinį skirstinį. Duomenys perduodami į kompiuteri. Metalinio veidrodžio padėtis reguliuojama žingsniniu varikliu. Jo pagalba praskenuojama interferencinio maksimumo aplinka. Kiekviename

žingsnyje kompiuteryje išsaugomas suinterferavusios šviesos spektras. Šiuose spektruose ir yra informacija apie bangų fazių skirtumus. Dėl matuojamo veidrodžio dispersijos, interferenciniai maksimumai skirtingo bangos ilgio spinduliuotei susidaro staliukui su metaliniu veidrodžiu nuėjus skirtingus atstumus  $\Delta x$ . Kompiuterinis algoritmas aproksimuoja šiuos maksimumus Gauso funkcijomis ir taip suskaičiuoja grupinį vėlinimą, kaip bangos ilgio funkcija. Po to atliekamas skaitmeninis diferencijavimas ir suskaičiuojama GVD vertė.

3.2.5 skyrelyje aptariamo dispersinio veidrodžio grupinio vėlinimo matavimai buvo atlikti *ELI-ALPS* institute Vengrijoje (angl. *Mid-infrared Laser Group, Laser Infrastructure Division, ELI-ALPS Research Institute*). Matavimai atlikti *Mach-Zehnder* tipo interferometru, matavimo metodika artimiausiu metu bus publikuota, todėl čia neaptariama.

### **3.1.6 Impulsų spūdos eksperimentas su dispersiniu veidrodžiu**

3.2.5 skyrelyje aptariamas dispersinis veidrodis buvo ištestuotas realiame impulsų spūdos eksperimente *ELI-ALPS* institute. Eksperimente buvo naudotas parametrinis šviesos šaltinis, kuris generavo  $\sim 50$  fs trukmės ir ties  $3,1 \mu\text{m}$  bangos ilgiu centruotus šviesos impulsus. Šio impulso spektras buvo išplėstas panaudojant netiesinius savimoduliacijos reiškinius ir tada spaustas iki minimalios trukmės panaudojant  $\text{CaF}_2$  langelius ir šiame darbe pademonstruotą dispersinį veidrodį. Detalesnis eksperimente naudotos lazerinės schemos aprašymas pateikiamas [44] publikacijoje.

## 3.2 Rezultatai

### 3.2.1 Optinėms dangoms formuoti naudojamų medžiagų optinės savybės 1–5 μm diapazone

Norint panaudoti medžiagas optinių dangų formavimui 1–5 μm diapazone, pirmiausia reikia žinoti tikslias jų optines konstantas šiame diapazone. Pirmoje darbo dalyje buvo tiriami skirtingų medžiagų monosluoksniai. Buvo nusodinti dažniausiai VIS ir NIR srityje optinėms dangoms formuoti naudojamų oksidų – Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub> – monosluoksniai ir Si bei dviejų Si/SiO<sub>2</sub> mišinių monosluoksniai. Visi monosluoksniai buvo dengiami ant 3 mm storio Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pagrindukų, kurie pasižymi skaidrumo diapazonu iki 4 μm. Tiksliai susicharakterizavus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pagrinduko sugertį 4–4,9 μm diapazone, buvo galima nustatyti ant jo nusodintų sluoksnių optines savybes iki 4,9 μm bangos ilgio. Nusodinus monosluoksnius, matuotos jų atspindžio ir pralaidumo charakteristikos 200–4900 nm optiniame diapazone. Panaudojant programų paketo „OptiLayer“ įrankį „Optichar“, sumodeliuotos ir nustatytos monosluoksnių lūžio rodiklių ir ekstinkcijos koeficientų dispersinės charakteristikos. Kadangi monosluoksnių charakteristikos buvo tiriamos plačiame optiniame diapazone, *Cauchy* aproksimacija [45] nebetiksliai aprašo medžiagų dispersines savybes, todėl darbe buvo naudojamas *Sellmeier* modelis lūžio rodiklio dispersijai aprašyti:

$$n^2(\lambda) = A_0 + \frac{A_1\lambda^2}{(\lambda^2 - A_2)} + \frac{A_3\lambda^2}{(\lambda^2 - A_4)} \quad (23)$$

Medžiagų elektroninė sugertis (mėlynoje spektro dalyje) buvo modeliuojama panaudojant eksponentinį modelį:

$$k(\lambda) = B_1 e^{(B_2\lambda^{-1} + B_3\lambda)} \quad (24)$$

Sugertis infraraudonajame diapazone buvo modeliuojama ne standartizuotu parametriniu modeliu. Tiksliai sumodeliavus lūžio rodiklio dispersiją ir sugertį UV srityje, buvo nustatomas ekstinkcijos koeficientas IR dalyje su unikalio  $k(\lambda)$  charakteristika, aproksimuojant pralaidumo sumažėjimą kaip sugertį dangoje.

Sluoksnių nuostoliai buvo apskaičiuoti pagal formulę:

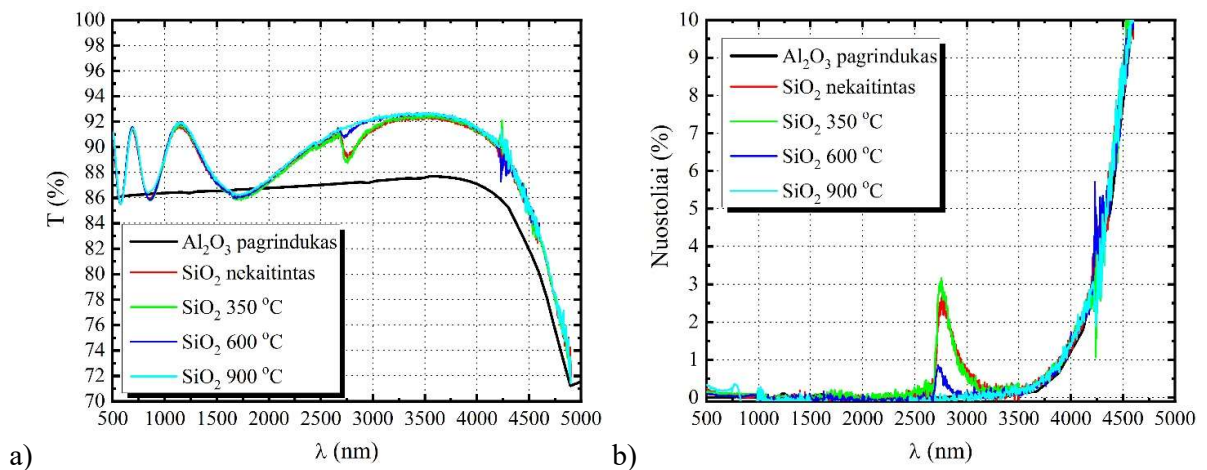
$$A = 100\% - T - R, \quad (25)$$

kur  $T$  yra pralaidumo, o  $R$  – atspindžio koeficientai.

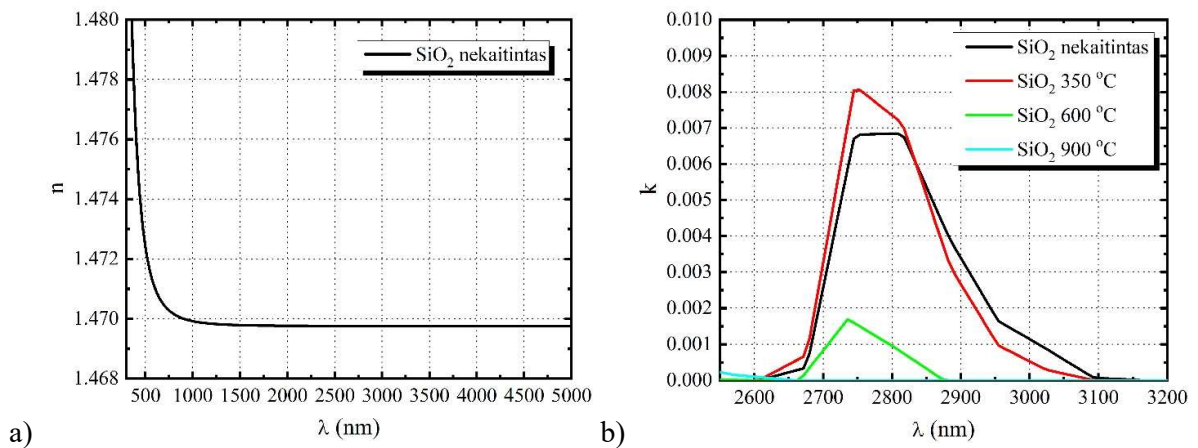
- **SiO<sub>2</sub> monosluoksnis**

15 pav. pateiktos SiO<sub>2</sub> monosluoksnio pralaidumo ir nuostolių charakteristikos. 16 pav. pavaizduotos sumodeliuotos lūžio rodiklio ir ekstinkcijos koeficiento dispersijos.





15 pav. SiO<sub>2</sub> monosluoksnio (storis – 600 nm) pralaidumo (a) ir nuostolių (b) spektrai 8 laipsnių kampu



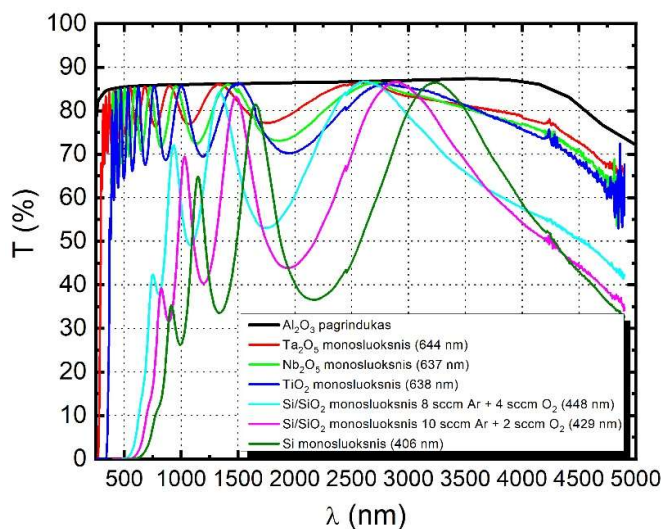
16 pav. SiO<sub>2</sub> monosluoksnio (storis – 600 nm) lūžio rodiklis (a) ir ekstinkcijos koeficientas ties 2750 nm bangos ilgiu (b)

Iš pateiktų grafikų matyti, kad SiO<sub>2</sub> medžiaga pasižymi stipriu sugerties maksimumu ties 2750 nm bangos ilgiu. Ši sugertis gali būti paaiškinama hidroksilo (OH) grupės buvimu nusodintame sluoksnyje [46, 47]. Kaitinant ši sugertis mažėja ir po atkaitinimo 600°C temperatūroje ekstinkcijos koeficientas  $k$  pasiekia vertę, artimą 0,001, o po atkaitinimo 900°C  $k$  tampa toks mažas, kad pralaidume sugerties nebesimato ir  $k$  sumodeliuoti neišeina. Toks pats efektas (tik kaitinant žemesnėse temperatūrose) buvo stebėtas ir [46] publikacijoje. Jį galima aiškinti OH grupės jungties su Si atomais (Si-OH) silpnėjimu ir nutrūkimu. Atkaitinus sluoksnį aukštoje temperatūroje, šių jungčių beveik nebelieka, todėl išnyksta ir sluoksnio sugertis aptartame bangos ilgių diapazone. Daugiasluoksnių dangų, kuriose naudojamas SiO<sub>2</sub>, atkaitinimas didesnėje nei 600°C temperatūroje leistų išvengti nuostolių 2,7–2,9 μm diapazone, tačiau kaitinimas tokioje aukštoje temperatūroje keičia beveik visų aukšto lūžio rodiklio medžiagų mikrostruktūrą, dėl ko ir didėja nuostoliai jose. Todėl šis metodas SiO<sub>2</sub> sūgerčiai sumažinti gali būti naudojamas tik išskirtiniais atvejais. Lūžio

rodiklio dispersija kaitinant beveik nekinta. Tai galima matyti ir iš 15 pav. pavaizduotų pralaidumo kreivių sutapimo po skirtingų atkaitinimo temperatūrų.

- **Aukšto lūžio rodiklio medžiagos**

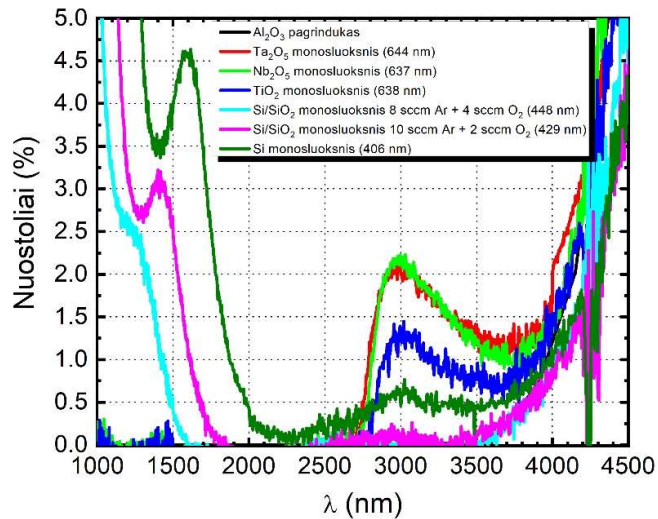
Literatūroje plačiai aptarta amorfinio Si plati sugerties juosta. Ji atsiranda dėl puslaidininkio netiesiatarpiškumo bei netvarkingos amorfinio Si mikrostruktūros, o taip pat labai priklauso ir nuo sluoksnio nusodinimo režimų [48, 49]. Plačiai naudojamas metodas amorfinio Si sugerčiai mažinti yra hidrogenizuoto Si gamyba (a-Si:H) [48, 49]. Tokio nusodinimo proceso metu Si nusodinamas vandenilio atmosferoje. Vandenilis prisijungia prie likusių laisvų jungčių amorfiniame Si sluoksnyje ir taip stipriai sumažėja atvirų Si jungčių (angl. *dangling bonds*), dėl ko siaurėja Si sugerties juosta. Pagrindinis metodo trūkumas yra tas, kad toks nusodinimas reikalauja specializuotos įrangos ir papildomų saugos priemonių, nes H reaguojant su O<sub>2</sub> gaunamas sprogus mišinys. Šiame darbe buvo iškelta idėja, kad nusodinant Si dalinėje O<sub>2</sub> atmosferoje galima suformuoti Si/SiO<sub>2</sub> medžiagų mišinius, kurie pasižymėtų panašiomis optinėmis savybėmis kaip a-Si:H. Taip pat galima numanyti, kad tokie mišiniai pasižymėtų ir geresniu atsparumu lazerinei pažaidai, dėl SiO<sub>2</sub> dalies mišinyje, nei gryno Si sluoksniai. Tačiau atsparumas lazerinei spinduliutei šiame darbe nenagrinėtas. 17 pav. pateikiami išmatuoti monosluoksnių pralaidumo spektrai.



17 pav. Išmatuoti monosluoksnių pralaidumo spektrai 8 laipsnių kampū

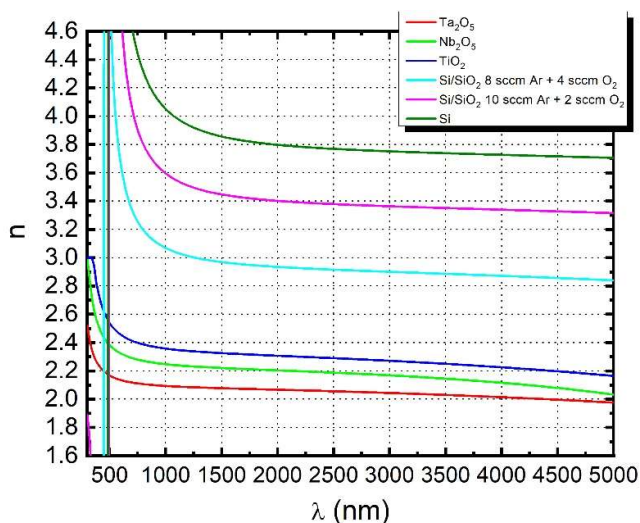
Iš pralaidumo spektrų matyti, kad interferencinių minimumų lygis kinta dideliame diapazone nuo 35 % iki 76 % skirtingoms medžiagoms (1000-1500 nm bangos ilgių ruože). Tai indikuoja apie didelius lūžio rodiklių skirtumus tarp monosluoksnių. Taip pat matyti, kad Si ir Si/SiO<sub>2</sub> mišinių mėlynasis sugerties kraštas nėra toks status, kaip metalų oksidų ir yra išplitęs ~1,5 μm spektriniame ruože. Tai, kaip jau minėta skyrelio pradžioje, gali būti siejama su netiesiatarpiška Si prigimtimi ir

netvarkinga sluoksnio mikrostruktūra. Iš pralaidumo spektrų matyti, kad Si/SiO<sub>2</sub> mišiniams sugerties juosta siaurėja proporcingai didinant SiO<sub>2</sub> kiekį mišinyje.



18 pav. Apskaičiuoti monosluoksnių nuostoliai. Sluoksnių storai nurodyti legendoje

18 pav. pavaizduoti aukšto lūžio rodiklio medžiagų sluoksnių nuostoliai. Matyti, kad visi monosluoksniai, išskyrus Si/SiO<sub>2</sub> mišinius pasižymi nuostoliais 2,8–4 μm diapazone. Šie nuostoliai susijusę su hidroksilo grupės (OH) buvimu sluoksniuose ir šios grupės sugertimi [47, 50]. Matyti, kad mažiausiais nuostoliais šiame diapazone pasižymi Si/SiO<sub>2</sub> mišiniai, apie 0,5% nuostoliai būdingi Si monosluoksniui, o didžiausiais nuostoliais pasižymi Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ir Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. TiO<sub>2</sub> pasižymi tarpiniais nuostoliais. Mažiausi nuostoliai aptariamame diapazone yra Si/SiO<sub>2</sub> mišinių pranašumas prieš kitas medžiagas, kalbant apie daugiasluoksnių dangų, kurios skirtos MIR diapazonui, formavimą. Remiantis šiais duomenimis galima daryti prielaidą, kad nuostoliai 2,8–4 μm spektriniame diapazone labai priklauso nuo susiformavusio sluoksnio mikrostruktūros. Skirtingos medžiagos formuoja skirtingo tankumo amorfinės struktūras – į labiau porėtas struktūras patenka daugiau vandens ir tai atspindi didesniais spektriniais nuostoliais nagrinėjamame diapazone. Ši prielaida eksperimentiškai nebuvo įrodyta, tačiau rezultatai gerai koreliuoja ir su monosluoksnių įtempimais (žr. 3.2.2 skyrelyje). Akivaizdu, kad ši sugertis riboja tradicinių oksidų taikymo galimybes MIR diapazone veikiančioms dangoms formuoti. 19 pav. ir 20 pav. pateiktos sumodeliuotos monosluoksnių optinės savybės – lūžio rodiklių ir ekstinkcijos koeficientų dispersijos.

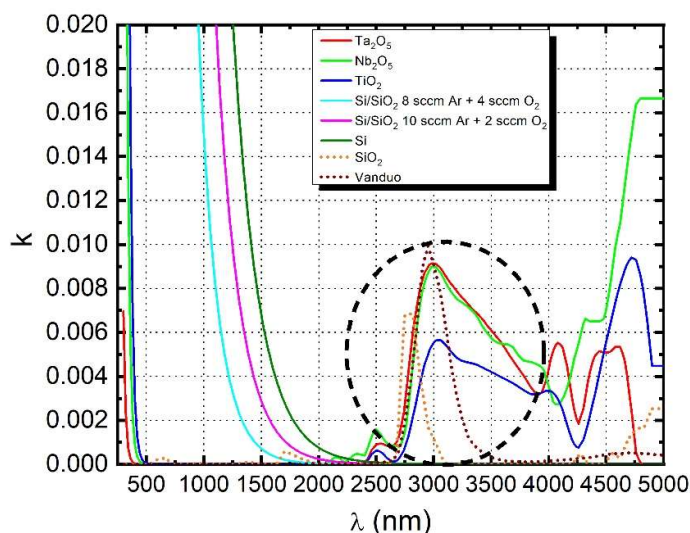


19 pav. Aukšto lūžio rodiklio monosluoksnių lūžio rodiklių dispersijos

Remiantis pateiktomis lūžio rodiklių dispersijų kreivėmis galima įvardinti antrąjį Si ir Si/SiO<sub>2</sub> mišinių pranašumą dangų, skirtų 1–5 μm diapazonui, formavime – tai didelis tokių sluoksnių lūžio rodiklis. Pavyzdžiui, Si sluoksnio lūžio rodiklis ties 3000 nm bangos ilgiu yra 64 % didesnis nei didžiausią lūžio rodiklį iš tradicinių metalų oksidų turinčio TiO<sub>2</sub> ( $n=3,75@3000\text{ nm} - \text{Si}$ ;  $n=2,28@3000\text{ nm} - \text{TiO}_2$ ) arba net 84 % didesnis nei Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, kuris plačiai naudojamas dėl savo mažų nuostolių ir didesnio atsparumo lazerinei spinduliutei nei TiO<sub>2</sub> ( $n=2,04@3000\text{ nm} - \text{Ta}_2\text{O}_5$ ). Taip pat iš 19 pav. matyti, kad keičiant SiO<sub>2</sub> dalį Si/SiO<sub>2</sub> mišiniuose sąlyginai nesunkiai galima keisti tokio sluoksnio lūžio rodiklį plačiose ribose. Didinant deguonies kiekį taikiniį esdinančioje plazmoje nusodinamo sluoksnio lūžio rodiklis mažėja. Tai gali būti paaiškinama SiO<sub>2</sub> procentinės dalies didėjimu nusodintame sluoksnyje. Pakeitus 2 sccm Ar į O<sub>2</sub> dujų, lūžio rodiklis ( $n=3,36@3000\text{ nm}$ ) sumažėja ~10,5 % lyginant su gryno Si sluoksniu ( $n=3,75@3000\text{ nm}$ ), o pakeitus 4 sccm Ar į O<sub>2</sub> dujų lūžio rodiklis ( $n=2,9@3000\text{ nm}$ ) sumažėja ~22,7 % lyginant su gryno Si sluoksniu. Taip pat tikėtina, kad tokie mišiniai turėtų pasižymėti didesniu atsparumu optinei pažaidai nei gryno Si sluoksniai. Panaudojant *Bruggeman* modelį [51], buvo nustatytos Si/SiO<sub>2</sub> mišinių tūrinės frakcijos. Jos pateiktos 2 lentelėje.

2 lentelė. Si/SiO<sub>2</sub> mišinių tūrinės frakcijos

Monosluoksnis	Si procentinė dalis	SiO <sub>2</sub> procentinė dalis
<u>Si/SiO<sub>2</sub></u> 10 sccm Ar + 2 sccm O <sub>2</sub>	79 %	21 %
<u>Si/SiO<sub>2</sub></u> 8 sccm Ar + 4 sccm O <sub>2</sub>	60 %	40 %



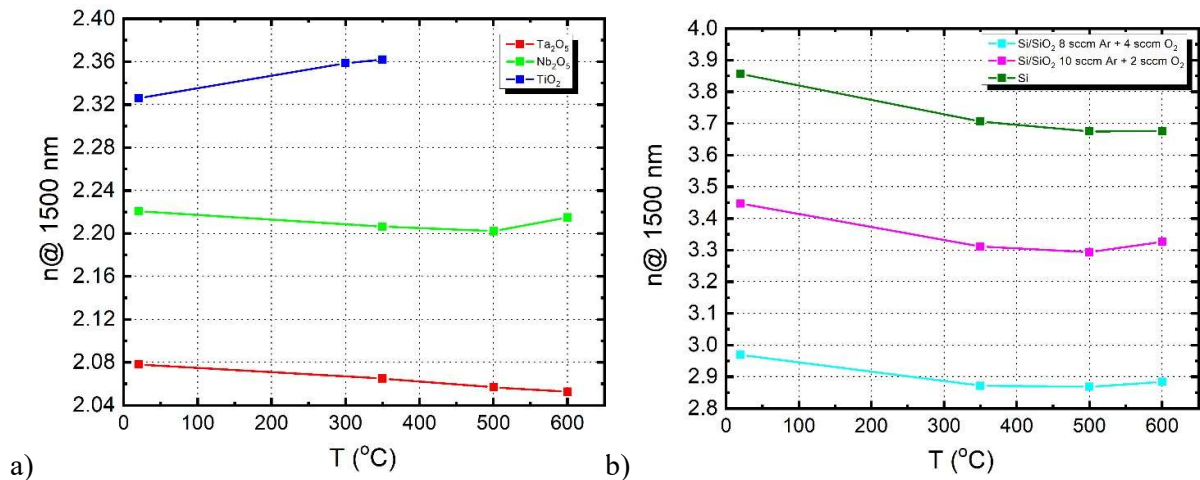
20 pav. Aukšto lūžio rodiklio monosluoksnių ekstinkcijos koeficientai 500-5000 nm diapazone

20 pav. pateikti sumodeliuoti nusodintų medžiagų ekstinkcijos koeficientai. Tipinių oksidų ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{TiO}_2$ ) elektroninių sugerčių kraštas yra UV srityje, tad šiame darbe pagrindinis dėmesys buvos skirtas Si ir Si/SiO<sub>2</sub> mišinių mėlynajam sugerties kraštui ir medžiagų sugerčiai ties ~3 μm bangos ilgiu analizei. Lyginant Si ir Si/SiO<sub>2</sub> mišinių sugerties kraštą matyti, kad didinant SiO<sub>2</sub> tūrinę frakciją mišinyje sugerties kraštas slenkasi į mėlynąją pusę. Nors iš 18 pav. pateikto grafiko matyti, jog Si taip pat turi nuostolių 2,8–4 μm diapazone, jie yra sąlyginai maži ir jų nepavyko korektiškai aproksimuoti, kaip sugerties dangoje iš pralaidumo ir atspindžio spektrų. Ekstinkcijos koeficientus iš pralaidumo ir atspindžio spektrų pavyko nustatyti Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ir TiO<sub>2</sub> medžiagoms. Koeficiento  $k$  vertės didesniems nei 4000 nm bangos ilgiams yra aproksimavimo paklaidos ir į jas nereikėtų kreipti dėmesio. Gauti duomenys rodo, kad ekstinkcijos koeficientai 2,8–4 μm diapazone minėtiems oksidams yra per dideli, kad būtų tinkami mažų nuostolių daugiasluoksnių dangų formavimui ( $k \gg 0,0005$ ). Kaip jau minėta, nuostoliai sluoksniuose atsiranda dėl OH grupės vibracinės sugerties [47, 50]. Vienas iš charakteringų OH sugerties parametrų yra status ir siauras sugerties šlaitas mėlynojoje pusėje, ties 2800 nm [47]. Hidroksilo grupė į sluoksnius gali patekti vandens garų pavidalu ir tai gali įvykti tiek nusodinimo proceso metu, tiek jau suformuotam sluoksniui reaguojant su atmosfera, ištraukus jį iš vakuuminio įrenginio. 20 pav. taip pat pavaizduotas normuotas vandens ekstinkcijos koeficientas [52]. Matyti, kad vandens smailės ir monosluoksniuose sumodeliuotos sugerties padėtys  $x$  ašyje gerai sutampa, tačiau vandens sugerties zonos plotis yra siauresnis. Hidroksilo grupė sluoksniuose, sąveikaudama su oksido molekulėmis, gali sudaryti kiek skirtingos konfigūracijos junginius. Šie junginiai turi skirtingus atstumus tarp atomų – o tai lemia vibracinio sugerties lygmens išplitimą [47]. Taip galima paaikškinti 20 pav. matomą vandens ir monosluoksnių  $k$  koeficiento kreivių nesutapimą. Įdomu, jog [50] šaltinyje aptariamuose Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

monosluoksniuose 2700-3850 nm spektriniame diapazone matoma labai panašiai išplitusi sugerties juosta.

Kita išvada iš 20 pav. yra ta, kad Si/SiO<sub>2</sub> mišiniuose sugerties 2,8–4 μm diapazone neaptinkama. Tai reiškia, jog Si/SiO<sub>2</sub> sluoksniuose susiformuoja kitokia mikrostruktūra, dėl kurios gesinami OH grupės virpesiai. Ši savybė leidžia pritaikyti Si/SiO<sub>2</sub> mišinius mažų nuostolių daugiasluoksnių dangų, skirtų viduriniam infraraudonajam diapazonui, formavimui.

Šiame darbe ištirtos ir monosluoksnių lūžio rodiklių bei sugerties koeficientų priklausomybės nuo atkaitinimo temperatūros. 21 pav. matoma bendra tendencija, kad didinant atkaitinimo temperatūrą sluoksnių lūžio rodiklis mažėja (išskyrus TiO<sub>2</sub>). Atkaitinant sluoksnius aukštose temperatūrose molekulės įgyja energijos, dėl ko vyksta jų tūrinė difuzija, dar ne oksiduotų metalo atomų oksidacija [53, 54], įtempių relaksacija [55, 56], o lūžio rodiklis dėl to sumažėja. Pasiekus tam tikrą ribinę temperatūrą, kuri priklauso nuo medžiagos (TiO<sub>2</sub> ~300 °C; Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ~600 °C) lūžio rodiklis staigiai pradeda didėti – tai susiję su sluoksnių struktūros keitimusi iš amorfinės į kristalinę ar polikristalinę būseną [57, 58]. Panašus efektas pastebimas ir Si/SiO<sub>2</sub> mišiniams atkaitinus juos 600 °C temperatūroje.



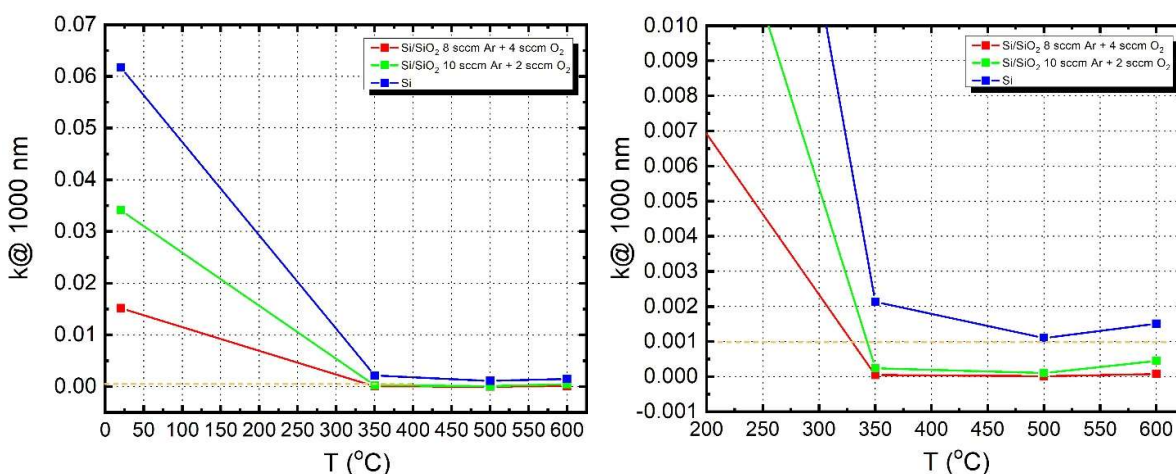
21 pav. Lūžio rodiklio priklausomybė nuo atkaitinimo temperatūros ties 1500 nm bangos ilgiu.

Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ir TiO<sub>2</sub> (a) ir Si bei Si/SiO<sub>2</sub> mišinių (b)

3 lentelėje pateiktos absoliutinės ir santykinės lūžio rodiklio pokyčio kaitinant vertės skirtingoms medžiagoms. Rausva langelio spalva reiškia, jog lūžio rodiklis sumažėjo lyginant su prieš tai buvusia atkaitinimo temperatūra, o žalia – jog padidėjo. Svarbiausia išvada iš šių duomenų yra ta, jog Si ir Si/SiO<sub>2</sub> mišinių lūžio rodiklio pokytis kaitinant yra 3–4 % didesnis nei įprastų oksidų (Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ar Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). Tai svarbus faktas, kurį reikia įskaityti projektuojant ir gaminant tikslias daugiasluoksnes dangas, kuriose naudojamos šios medžiagos.

3 lentelė. Lūžio rodiklių pokyčiai kaitinant

Medžiaga	350 °C		500 °C		600 °C	
	Absoliutinis pokytis	Santykinis pokytis (%)	Absoliutinis pokytis	Santykinis pokytis (%)	Absoliutinis pokytis	Santykinis pokytis (%)
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-0,013	-0,6 %	-0.021	-1 %	-0.026	-1.3 %
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-0.015	-0.68 %	-0.019	-0.86 %	-0.006	-0.27 %
TiO <sub>2</sub>	+0.036	+1.5 %	—	—	—	—
Si/SiO <sub>2</sub> 8 sccm Ar + 4 sccm O <sub>2</sub>	-0.097	-3.27 %	-0.101	-3.4 %	-0.085	-2.86 %
Si/SiO <sub>2</sub> 10 sccm Ar + 2 sccm O <sub>2</sub>	-0.136	-3.95 %	-0.153	-4.44 %	-0.122	-3.54 %
Si	-0.15	-3.89 %	-0.182	-4.72 %	-0.181	-4.69 %

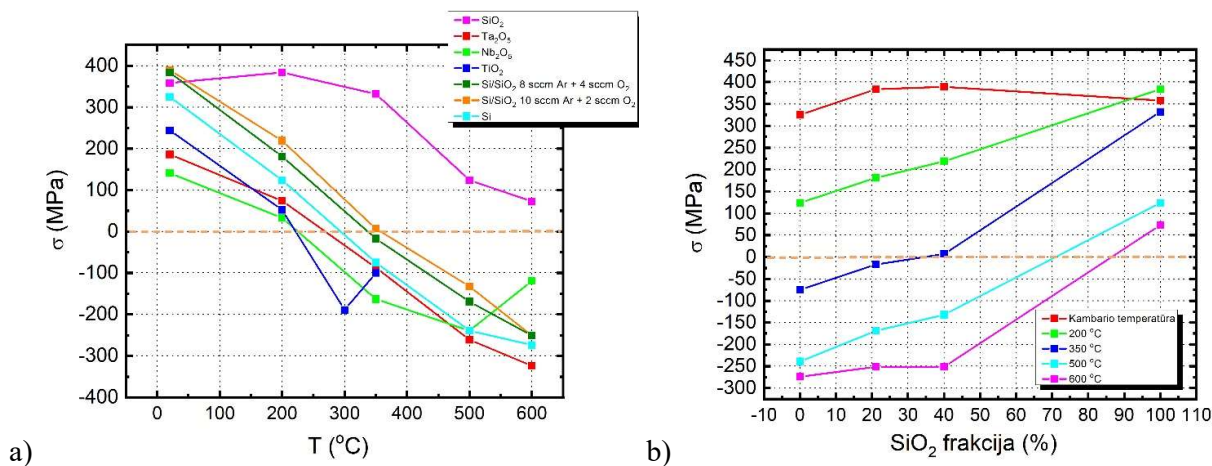


22 pav. Si bei Si/SiO<sub>2</sub> mišinių ekstinkcijos koeficientų priklausomybės nuo atkaitinimo temperatūros ties 1000 nm bangos ilgiu. Dešinėje pateikiama išdidinta mažų nuostolių sritis

Iš 22 pav. matyti, kad Si bei Si/SiO<sub>2</sub> mišinių ekstinkcijos koeficientas  $k$  kaitinant mažėja. Grafikuose pavaizduotos  $k$  vertės ties 1000 nm bangos ilgiu. Matyti, kad gryno Si sluoksnio  $k$  koeficientas net ir po atkaitinimo aukštose temperatūrose (500 °C, 600 °C) yra gan didelis ir viršija 0,001. Tuo tarpu, abu mišiniai jau po atkaitinimo 350°C temperatūroje įgyja mažas  $k$  vertes ties 1000 nm bangos ilgiu ( $k \sim 10^{-4}$ ). Tai didelis mišinių privalumas lyginant su gynu Si, nes tokios mažos sugerties vertės jau leidžia pritaikyti medžiagas daugiasluoksnių dangų, kurios gali veikti nuo 1  $\mu\text{m}$  bangos ilgio, gamybai.

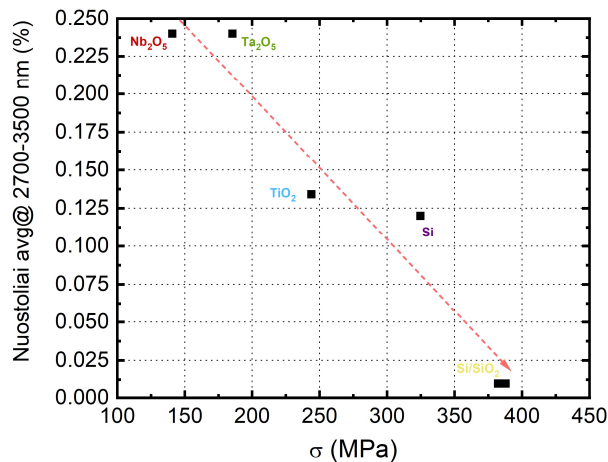
### 3.2.2 Optinėms dangoms formuoti naudojamų medžiagų mechaniniai įtempiai

Panaudojant Stoney formulę (žr. 22 formulę) buvo apskaičiuoti visų tirtų monosluoksnių mechaniniai įtempiai ir jų priklausomybės nuo atkaitinimo temperatūros. Rezultatai pateikti 23 pav.



23 pav. Visų tirtų medžiagų įtempių priklausomybė nuo atkaitinimo temperatūros (a) ir Si bei Si/SiO<sub>2</sub> mišinių įtempių priklausomybė nuo atkaitinimo temperatūros ir SiO<sub>2</sub> tūrinės frakcijos mišinyje (b)

Visų nekaitintų medžiagų įtempiai yra teigiami (spaudžiamieji) ir tai yra gerai žinoma jonapluošio dulkinimo būdu nusodintų sluoksnių savybė, aiškinama atominio iškalimo modeliu [40]. Pirmą įdomi išvada – kuo didesni sluoksnio įtempiai – tuo mažesni nuostoliai 2,8–4  $\mu\text{m}$  diapazone. Galima daryti prielaidą, kad didesni spaudžiamieji įtempiai rodo tankesnę molekulių išsidėstymą, o dėl to į sluoksnį patenka mažiau vandens, kuris ir lemia sugerties nuostolius aptariamame diapazone. Daugiausiai nuostolių turėjo Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ir Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> medžiagos, šiek tiek mažiau TiO<sub>2</sub>, dar mažiau Si, o mažiausiai Si/SiO<sub>2</sub> mišiniai, tai koreliuoja ir su įtempių vertėmis. Vidutinių nuostolių 2700–3500 nm diapazone priklausomybė nuo medžiagos mechaninių įtempių pateikta 24 pav. Visų sluoksnių nuostoliai yra sunormuoti į 100 nm fizinio storio sluoksnio vidutinius nuostolius.



24 pav. Vidutinių nuostolių 2700–3500 nm diapazone, tenkančių 100 nm sluoksnio storiui, priklausomybė nuo medžiagos mechaninių įtempių. Esant didesniems įtempiams fiksuojami mažesni sluoksnio nuostoliai

Visos aukšto lūžio rodiklio medžiagos demonstruoja tokią pačią tendenciją, jog kaitinant bandinius vis didesnėje temperatūroje įtempiai mažėja maždaug tiesiškai iki kol pasiekama temperatūra prie kurios jau pasireiškia medžiagų mikrostruktūros pokyčiai (iš amorfinės pereinama į

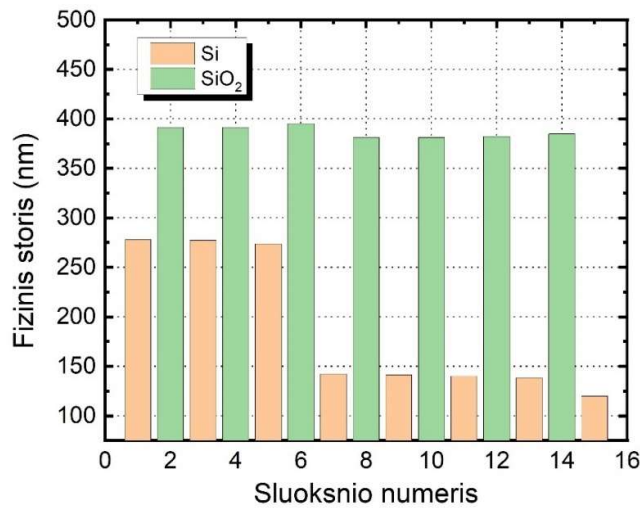


kirstalinę ar polikristalinę ir pan.). Prie tam tikros atkaitinimo temperatūros, kuri priklauso nuo medžiagos, spaudžiamieji įtempiai pakinta į tempiančiuosius (neigiamus). Kitas įdomus rezultatas, jog nekaitintų Si/SiO<sub>2</sub> mišinių įtempiai yra didesni nei juos sudarančių Si ir SiO<sub>2</sub> medžiagų. Tai yra priešingas rezultatas nei plačiau ištyrinėtuose metalo oksidų ir SiO<sub>2</sub> mišiniuose, kur neatkaitintų mišinių įtempiai visada yra mažesni nei SiO<sub>2</sub> įtempiai [59]. Taip greičiausiai yra dėl visai kitokių atomų ir molekulių ryšių bei jų sąveikos Si/SiO<sub>2</sub> mišiniuose nei metalo oksidų ir SiO<sub>2</sub> mišiniuose. Kaitinant visgi šie įtempiai mažėja ir tampa mažesni nei SiO<sub>2</sub>. Silicio dioksido įtempiai pasižymi kitokių įtempių kitimo pobūdžiu juos kaitinant – t.y. jie mažėja ženkliai mažiau ir net po atkaitinimo o aukštose temperatūrose (500 °C, 600 °C) vis dar išlieka spaudžiamieji. Tai, jog Si/SiO<sub>2</sub> mišiniai pasižymi didžiausiais teigiamais įtempiais iš aukšto lūžio rodiklių medžiagų yra trūkumas, nes tai apsunkina daugiasluoksnių dangų su mažais įtempiais gamybą panaudojant minėtus mišinius. Kita vertus, įtempių kompensavimas kaitinant vis dar įmanomas, tačiau tam reikalingos didesnės temperatūros (500 °C). Tokios technologijos pritaikymas daugiasluoksnei dangai pateikiamas 3.2.4 skyrelyje.

### **3.2.3 Maža dispersija pasižymintio plačiajuosčio veidrodžio formavimas**

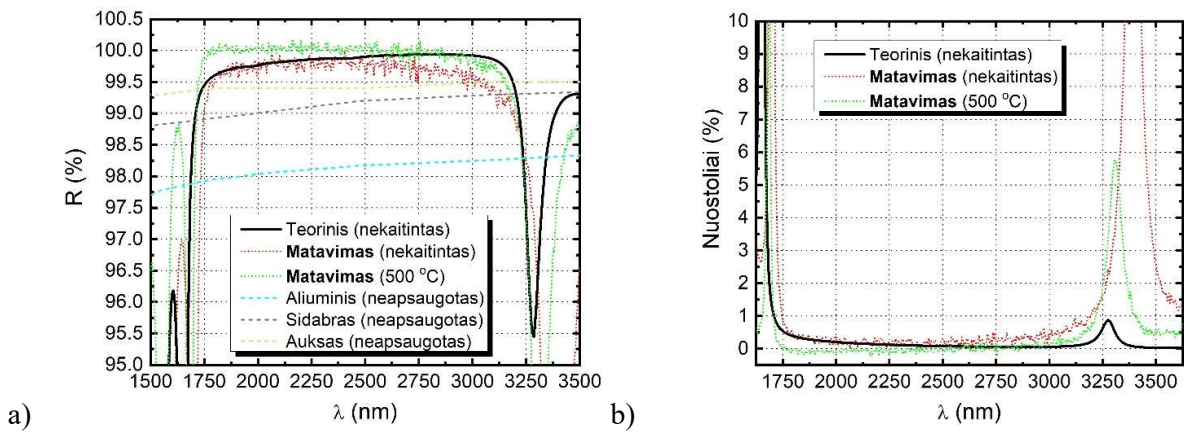
Šiame ir tolesniuose skyreliuose pateikiami skirtingų daugiasluoksnių dangų, skirtų 1–5 μm spektriniam diapazonui, nusodintų panaudojant Si (H medžiaga) ir SiO<sub>2</sub> (L medžiaga) ar Si/SiO<sub>2</sub> mišinį (H medžiaga) ir SiO<sub>2</sub> (L medžiaga) rezultatai. Pagrindinis tikslas – duomenis, gautus tiriant monosluoksnius, pritaikyti daugiasluoksnių dangų formavimui ir išbandyti tokios technologijos tinkamumą skirtingo sudėtingumo interferencinėms dangoms gaminti.

Pirmoji daugiasluoksnė danga – plačiajuostis veidrodis su artima 0 fs<sup>2</sup> grupinio vėlinimo dispersija (GVD). Pagrindinė šio veidrodžio charakteristika – maksimaliai platus aukšto atspindžio diapazonas išlaikant GVD kuo artimesnį 0 fs<sup>2</sup>. Dėl to projektuojant veidrodį buvo pasirinkta Si ir SiO<sub>2</sub> medžiagų pora, kuri užtikrina didžiausią lūžio rodiklių kontrastą iš visų tirtų medžiagų. 25 pav. pateiktas suprojektuoto veidrodžio dizainas. Danga sudaryta iš 15 sluoksnių, ji prasideda ir baigiasi Si sluoksniu – tai užtikrina maksimalų atspindžio koeficientą. Struktūra nuo 6 sluoksnio labai artima Brego veidrodžio struktūrai, o pirmieji trys Si sluoksniai taip pat leidžia išplėsti atspindžio diapazoną, lyginant su įprastu Brego veidrodžiu. Šis veidrodis ir kitos daugiasluoksnės dangos buvo nusodintos panaudojant laikinės fizinio sluoksnių storio kontrolės metodą.

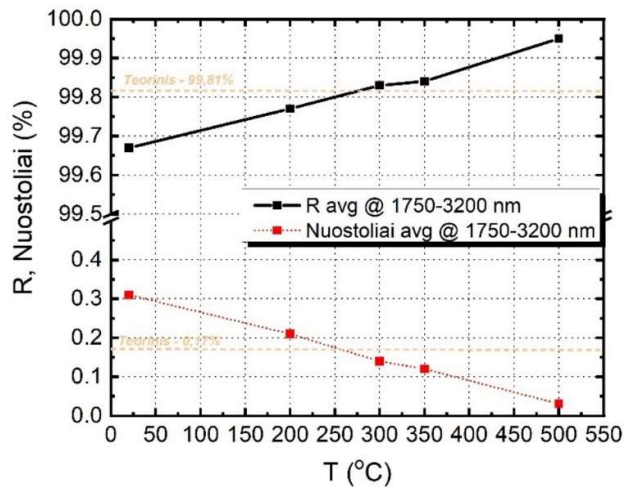


25 pav. Plačiajuosčio veidrodžio sluoksnių struktūra

26 pav. (a) atvaizduotos teorinė ir išmatuotos, jau pagaminto veidrodžio, atspindžio kreivės. Teorinė kreivė apskaičiuota naudojant neatkaitintų monosluoksnių dispersijas. Lyginant teorinę ir neatkaitinto veidrodžio išmatuotą R charakteristikas matomas geras sutapimas, bet galima pastebėti, jog išmatuota kreivė yra pasislinkusi į raudonąją pusę ir atspindžio vertės 2750–3200 nm diapazone yra iki 0,5% mažesnės nei planuota. Po atkaitinimo 500 °C temperatūroje matomas spektro poslinkis į mėlynąją pusę ir ryškus atspindžio verčių padidėjimas. Palyginimui, 26 pav. pateiktos apsauginių sluoksniu nepadengtų metalų atspindžio kreivės [60] nagrinėjamame diapazone. Geriausiu atspindžiu šiame diapazone pasižymi auksas (R ~99,4 %), kiek žemesniu sidabras (R ~99,2 %), o mažiausiu aliuminis (R ~98,2 %). Būtent tokie metaliniai veidrodžiai yra plačiai naudojami viduriniame infraraudonajame diapazone veikiančiose lazerinėse sistemose. Kaip matyti, interferencinis veidrodis pasižymi nuo 0,5 % iki 1,5 % geresniu atspindžio koeficientu (avg > 99,9 % @ 1750–3200 nm), lyginant su metalų atspindžiu. Taip pat svarbu paminėti, kad realiomis sąlygomis metalinės dangos beveik visada dengiamos apsauginiais sluoksniais – kurie leidžia izoliuoti metalą nuo aplinkos poveikio ir prailginti tokių komponentų gyvavimo trukmę. Apsauginiais sluoksniais padengtos Au ar Ag metalinės dangos nagrinėjamame diapazone pasižymi ~98% atspindžio koeficientu. Lyginant su tokiais komponentais, šiame darbe pagamintas interferencinis veidrodis turi ~2% didesnę atspindžio koeficientą, o tai gali būti labai svarbu realiose sistemose, kai naudojami keletas atspindžių nuo veidrodžio ir stengiamasi išlaikyti kuo aukštesnę impulsų energiją.



26 pav. Metalų ir plačiajuosčio veidrodžio teorinis atspindys bei eksperimentiškai išmatuotas atspindys 8 laipsnių kampu prieš atkaitinimą ir po jo (a). Plačiajuosčio veidrodžio nuostoliai ir eksperimentiškai apskaičiuoti nuostoliai prieš atkaitinimą ir po jo (b)

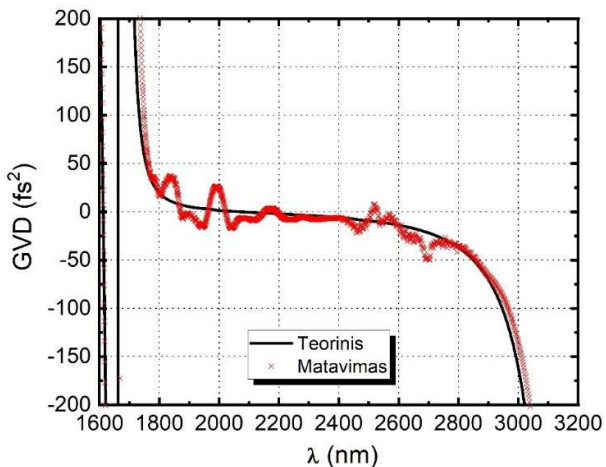


27 pav. Plačiajuosčio veidrodžio vidutinių atspindžio ir nuostolių priklausomybės (1750-3200 nm diapazone) nuo atkaitinimo temperatūros

26 pav. (b) pateiktos teorinės ir išmatuotos nuostolių kreivės. Svarbiausia išvada iš šių kreivių – Si ir SiO<sub>2</sub> monosluoksniuose matyti nuostoliai 2,8–4 μm diapazone neaptinkami šiame daugiasluksnyje veidrodyje. Greičiausiai tai susiję su mažo intensyvumo elektrinio lauko skirstiniu dangoje, kuris būdingas Brego tipo struktūroms. Esant tokiai dangos struktūrai, kaip pavaizduota 25 pav. kiek didesnis el. lauko intensyvumas tenka tik pirmajam išoriniam sluoksniui, o toliau dangos struktūroje labai sparčiai užgęsta. Tipinis el. lauko skirstinys dangoje tokiam veidrodžiui bus pateiktas 3.2.4 skyrelyje. 27 pav. pateiktos suvidurkintos atspindžio ir pralaidumo vertės 1750–3200 nm diapazone ir jų priklausomybės nuo atkaitinimo temperatūros (20–500 °C diapazone). Matyti, kad šios charakteristikos nuo atkaitinimo temperatūros priklauso tiesiškai. Nors nekaitinto veidrodžio suvidurkinti nuostoliai yra didesni nei turėtų būti lyginant su teoriniu dizainu, po atkaitinimo 300 °C

temperatūroje jie jau tampa mažesni nei prognozuota, o kaitinant aukštesnėse temperatūrose tik toliau mažėja.

Viena iš pagrindinių šios dangos funkcijų yra atspindėti plataus spektro impulsą neiškraipant jo fazinės charakteristikos. 28 pav. pateikta teorinė ir išmatuota šio veidrodžio grupinio vėlinimo dispersijos charakteristika. Teorinė ir išmatuotos kreivės labai artimos viena kitai – pastebimas nedidelis išmatuotos kreivės poslinkis į raudonąją pusę. Osciliacijos matavimuose atsiranda dėl matavimo paklaidų. Veidrodis pasižymi itin maža GVD verte ( $|GVD_r| < 30 \text{ fs}^2$ ) platesniame nei  $1 \mu\text{m}$  spektriniame diapazone ir todėl gali būti naudojamas platiems impulsams atspindėti.



28 pav. Plačiajuosčio veidrodžio teorinė ir išmatuota GVD charakteristika

Būtent šis veidrodis buvo sėkmingai panaudotas Rentgeno spindulių generavimo eksperimente OPCPA sistemoje. Eksperimento metu sugeneruoti šiuo metu didžiausio smailinio intensyvumo ir didelio pasikartojimo dažnio impulsai tarp ilgabangių lazerinių sistemų [61].

### 3.2.4 Si/SiO<sub>2</sub> mišinių pritaikymas plataus spektro šviesą atskiriančiam ir maža grupinio vėlinimo dispersija pasižyminčiam dalikliui formuoti

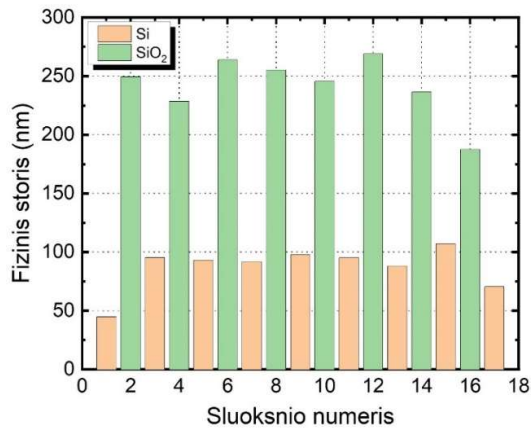
Antra nusodinta daugiasluoksnė danga – plataus spektro šviesą atskiriantis daliklis. Pagrindiniai tikslai gaminant šią dangą buvo:

- Įvertinti galimybę pritaikyti Si medžiaga paremtą dangų technologiją daugiasluoksnėms dangoms veikiančioms nuo  $1 \mu\text{m}$  formuoti;
- Palyginti šia technologija pagaminto daliklio atspindžio ir pralaidumo zonų nuostolius;
- Įvertinti daugiasluoksnės dangos įtempių kompensavimo kaitinant galimybę Si medžiaga paremtoms daugiasluoksnėms dangoms.

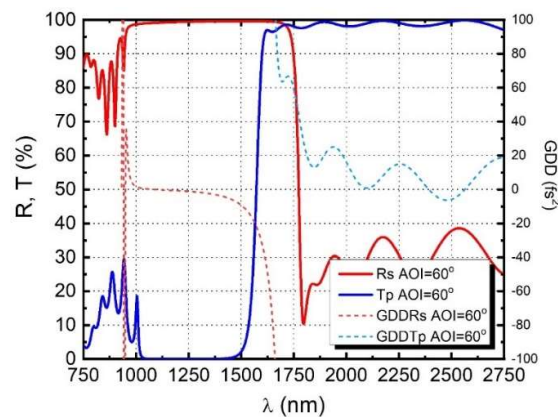
Buvo pasirinktas ir suprojektuotas spektrinis daliklis, skirtas 60 laipsnių kritimo kampui, ir susidedantis iš dviejų dalių:

- Aukšto atspindžio zona 1100–1600 nm spektriniame diapazone s poliarizacijai;
- Aukšto pralaidumo zona 1650–2600 nm spektriniame diapazone p poliarizacijai;

Kadangi reikalinga aukšta atspindžio vertė nuo 1,1  $\mu\text{m}$  ir aukšta pralaidumo vertė nuo 1,6  $\mu\text{m}$  – dangos gamybai kaip H medžiaga pasirinktas Si/SiO<sub>2</sub> mišinys (2 scem O<sub>2</sub>), kuris pasižymi mažesniais nuostoliais nei Si artimajame infraraudonajame diapazone. Danga nusodinta ant dviejų dydžių FS padėkliukų: 25,4 dia. ir 1 mm storio ir 20 dia. ir 5 mm storio. Tiksliam įtempių apskaičiavimui buvo išmatuoti pradiniai pagrindukų plokštiškumai. Dangos dizainas pateiktas 29 pav., o teorinės spektrinės atspindžio ir GVD charakteristikos 30 pav.. Šios kreivės apskaičiuotos naudojant nekaitintų monosluoksnių dispersijas.



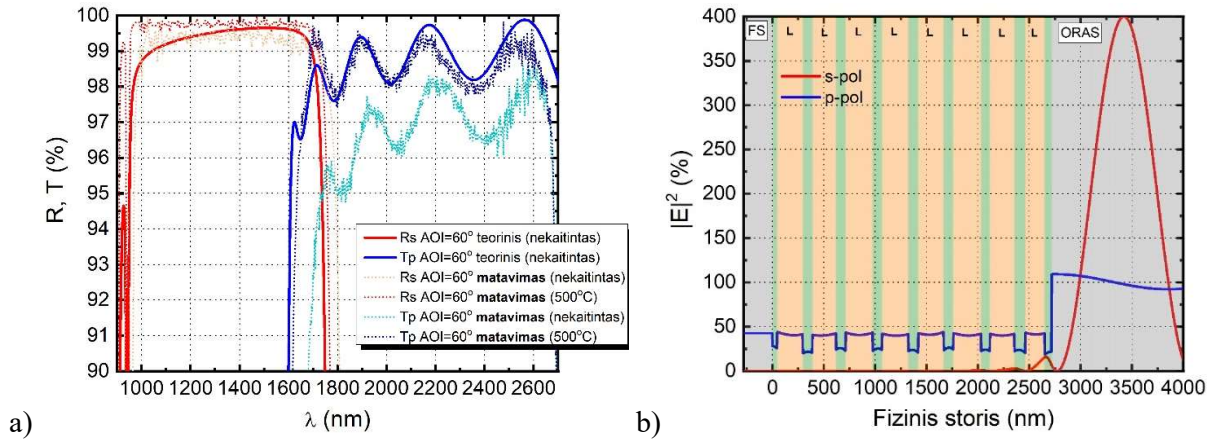
29 pav. Spektrinio daliklio sluoksnių struktūra



30 pav. Spektrinio daliklio teorinės atspindžio ir GVD charakteristikos

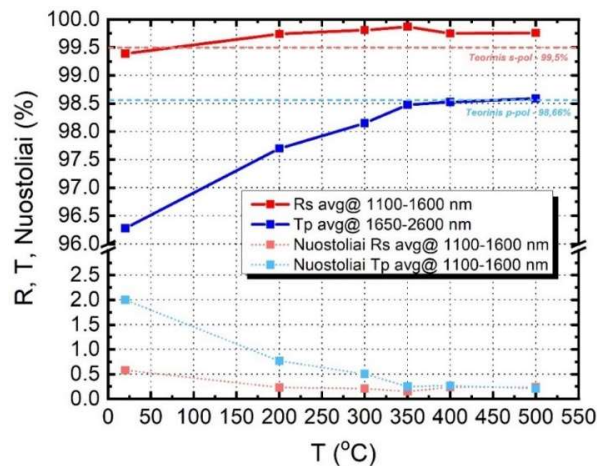
Iš pateiktų teorinių kreivių matyti, kad daliklis pasižymi ne tik plačiomis atspindžio ir pralaidumo zonomis, bet ir artimomis 0 fs<sup>2</sup> GVD vertėmis. 31 pav. (a) pateiktas teorinių ir išmatuotų charakteristikų palyginimas. Iš šio paveikslėlio matyti, jog atspindžio zonoje teorinės ir išmatuotos vertės gerai sutampa, tačiau pralaidumo zona yra keliais procentais žemesniame lygyje nei projektuota. Tai atsispindi ir 32 pav., kuriame pavaizduotos suvidurkintos atspindžio, pralaidumo ir nuostolių vertės dangos veikimo diapazonuose. Nekaitintos dangos suvidurkinta Rs vertė yra 99,4 %

ir labai arti teorinės projektuotos vertės, tačiau suvidurkinta  $T_p$  vertė yra  $\sim 96,3\%$  vietoj teoriškai prognozuotų  $98,66\%$ . Tokia situacija gali susidaryti dėl ne visiškai tiksliai sumodeliuoto monosluoksnių sugerties koeficiento. Elektrinio lauko skirstinys atspindžio zonoje ir pralaidumo zonoje yra skirtingas – į pralaidumo zoną patenkanti spinduliuotė praeina visus dangos sluoksnius dėl to ir sugertis pasireiškia visuose sluoksniuose. Elektrinio lauko intensyvumo skirstinys dangoje abiem poliarizacijoms pateiktas 31 pav. (b) (s-pol ties 1300 nm; p-pol ties 2200 nm).



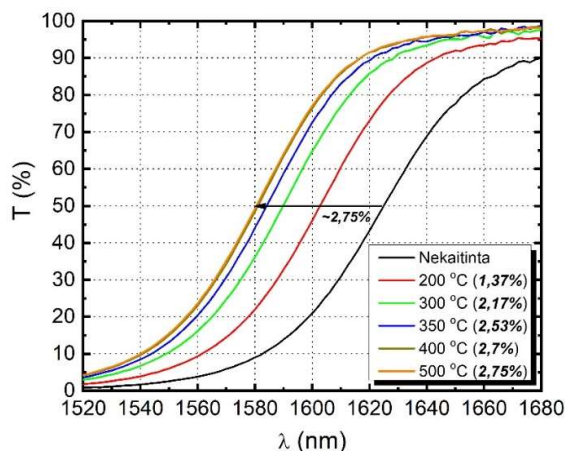
31 pav. Teorinės bei išmatuotos spektrinio daliklio atspindžio ir pralaidumo charakteristikos (a). El. lauko skirstinys spektrinio daliklio struktūroje s (ties 1300 nm) ir p (ties 2200 nm) poliarizacijoms, kai šviesos kritimo kampas -  $60^\circ$

Atkaitinant dangą nuostoliai mažėja, o spektrinės charakteristikos artėja prie teoriškai prognozuotų. Po atkaitinimo 350–400 °C temperatūroje suvidurkintos spektrinės charakteristikos pasiekia teoriškai suprojektuotas vertes. Kaitinant šią dangą aukštesnėje temperatūroje (500 °C) tolesnis spektrinių specifikacijų gerėjimas nebestebimas. Tai gerai sutampa su Si/SiO<sub>2</sub> mišinių monosluoksnių rezultatais, kai jau po atkaitinimo 350 °C jų sugerties koeficientas pasiekia minimalias vertes ir kaitinant aukštesnėje temperatūroje nebesikeičia.



32 pav. Išmatuotos vidutinės atspindžio, pralaidumo ir nuostolių vertės ir jų priklausomybė nuo atkaitinimo temperatūros

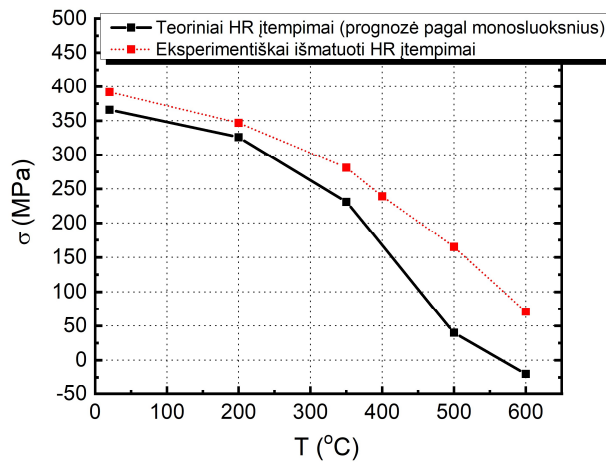
Kitas svarbus pokytis kaitinant šią dangą pastebėtas ties pralaidumo zonos p-pol mėlynoju šlaitu. Priešingai nei įprastai – naudojant standartinius oksidus ir jonapluoščio dulkinimo technologiją – kaitinant šis daliklis slenkasi į mėlynąją pusę didėjant atkaitinimo temperatūrai. Mėlynojo pralaidumo šlaito pozicijos priklausomybė nuo atkaitinimo temperatūros pavaizduota 33 pav..



33 pav. Spektrinio daliklio pralaidumo zonos mėlynojo šlaito (p-pol) pozicijos priklausomybė nuo atkaitinimo temperatūros

Didžiausias pokytis vyksta keliant temperatūrą iki 350 °C ~2,5 %. Kaitinant dar aukštesnėje temperatūroje efektas vis dar yra, tačiau poslinkis labai mažas. Šis rezultatas gerai sutampa su Si/SiO<sub>2</sub> mišinių lūžio rodiklio kitimo kaitinant dinamika. Kaitinant tokį monosluoksnį iki 350 °C temperatūros lūžio rodiklis sumažėja ~4 %, tačiau atkaitinus jį 500 °C n sumažėja tik 0,5 % nuo 350 °C. Kadangi Si/SiO<sub>2</sub> mišinys pasižymi dideliu lūžio rodiklio sumažėjimu kaitinant, tai ir yra pagrindinė priežastis dėl kurios spektrinis daliklis kaitinant slenkasi į mėlynąją pusę. Įprastai kaitinant pasireiškiantis sluoksnių storio didėjimas dėl sluoksnių struktūros persitvarkymo, oksidacijos ir įtempių relaksacijos veikia ir šiuo atveju, tačiau Si/SiO<sub>2</sub> mišinio n kitimas toks didelis (~3,4 % didesnis nei Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), kad jis nulemia bendrą efektą, jog spektras slenkasi į mėlynąją pusę. Šis rezultatas labai svarbus ir į jį būtina atsižvelgti projektuojant spektrinio tikslumo reikalaujančias dangas paremtas Si medžiaga.

Galiausiai buvo ištirti spektrinio daliklio įtempiai ir jų priklausomybė nuo atkaitinimo temperatūros. Teoriškai – pagal monosluoksnių įtempių duomenis – apskaičiuoti prognozuojami daugiasluoksnės dangos įtempiai ir jų kitimas kaitinant. Taip pat buvo eksperimentiškai išmatuoti nusodintos dangos įtempiai ir palyginti su teorine prognoze. Rezultatai pateikti 34 pav.



34 pav. Spektrinio daliklio teoriškai prognozuotų ir eksperimentiškai išmatuotų įtempių priklausomybė nuo atkaitinimo temperatūros

Iš pateiktų kreivių galima daryti dvejopas išvadas. Tiek teoriškai prognozuoti, tiek empiriškai nustatyti įtempiai didinant atkaitinimo temperatūrą mažėja ir įtempių kitimo nuo temperatūros forma gan panaši abiem atvejais. Vis dėlto, išmatuoti įtempiai yra didesni nei prognozuota teoriškai. Taip gali būti dėl dviejų priežasčių. Pirmą - Si/SiO<sub>2</sub> mišinių įtempių tyrimas (žr. 23 pav.) parodė, kad nekaitintų mišinių įtempiai yra didesni nei atskirų Si ar SiO<sub>2</sub> medžiagų. Daugiasluoksniėje dangoje neišvengiamai yra sandūros zonos tarp H ir L medžiagų. Galima daryti prielaidą, kad Si/SiO<sub>2</sub> mišinio ir SiO<sub>2</sub> sąlytyje susidaro kitokia tarp sluoksnių mikrostruktūra, kuri pasižymi didesniais įtempiais nei H ir L medžiagos, o dėl to daugiasluoksniės dangos suminiai įtempiai taip pat padidėja. Vis dėlto, greičiausiai tokiu atveju taip pat būtų aptinkamas dangos spektro neatitikimas teoriškai prognozuotam, dėl tarp sluoksnių nehomogeniškumo, tačiau empiriškai to nebuvo pastebėta. Kita vertus, nesutapimas tarp teorinio ir praktinio rezultato nėra toks didelis (~50 MPa), tad gali būti siejamas ir su monosluoksnių įtempių nustatymo paklaidomis.

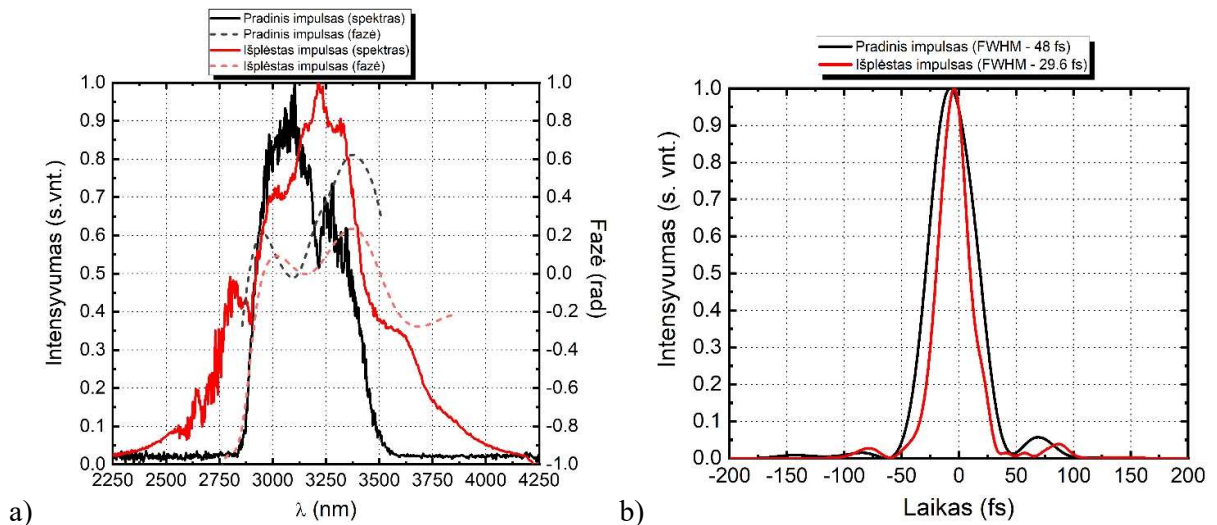
Antras svarbus pastebėjimas iš 34 pav. – net ir teoriniai įtempiai 0 MPa vertę pasiekia tik labai aukštoje (~580 °C) temperatūroje. Pavyzdžiui, [59] šaltinyje aprašytas visiškai daugiasluoksniės dangos įtempių kompensavimas panaudojant Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> ir SiO<sub>2</sub> medžiagų porą bei atkaitinimą 430 °C temperatūroje. Taip yra dėl dviejų priežasčių: 1) Si/SiO<sub>2</sub> mišinio įtempiai yra apytiksliai 2 kartus didesni, nei tradiciškai VIS ir NIR naudojamų H medžiagų; 2) įtempių priklausomybė nuo atkaitinimo temperatūros priklauso ir nuo daugiasluoksniės dangos sudėties. Kadangi Si/SiO<sub>2</sub> mišinys pasižymi didesniu lūžio rodikliu nei Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ar Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, reikalingas mažesnis fizinis storis ketvirčio bangos ilgio optiniam storiui (angl. *QWOT*) sudaryti. Dėl to, šiame skyrelyje aptariamos dangos ~70 % bendro dangos storio sudaro SiO<sub>2</sub> medžiaga, kuri pasižymi silpniausiu įtempių mažėjimo nuo atkaitinimo temperatūros efektu, iš visų tirtų medžiagų (žr. 23 pav.). Palyginimui – standartinio Brego veidrodžio atveju VIS srityje (Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ir SiO<sub>2</sub> medžiagų pora) SiO<sub>2</sub> sudaro tik ~60 % bendro dangos storio.



Nors ir gautos daugiasluoksnės dangos įtempių vertės nėra tokios mažos kaip tikėtasi, tai nebūtinai yra kliūtis pasiekti gerą elemento galutinį plokštiškumą. Kaip ir minėta skyrelio pradžioje, danga buvo nusodinta ant dviejų dydžių pagrindukų: 25,4 dia. ir 1 mm storio ir 20 dia. ir 5 mm storio. Po atkaitinimo 600 °C temperatūroje, 1 mm storio pagrindukas vis dar buvo sferiškai išgaubtas ir šio elemento plokštiškumas per 90 % apertūrą buvo  $1,46 \lambda @ 633 \text{ nm}$ , kur  $\lambda=633 \text{ nm}$ . Tačiau 5 mm storio elementai per 90 % apertūrą jau pasižymėjo geresniu nei  $\lambda/10 @ 633 \text{ nm}$  plokštiškumu. Elementai su tokiu ploštiškumu gali būti naudojami net ir lazerinėse sistemose su dideliu pluošto diametru, nes jie neįneša pluošto aberacijų.

### 3.2.5 Dispersinio aukšto atspindžio veidrodžio skirto impulsų spūdai 1–5 μm spektriniame diapazone formavimas

Užgarinus anksčiau aprašytas dangas buvo įvertinti technologijos privalumai ir trūkumai, bei spektrinių charakteristikų kitimas daugiasluoksnėse dangose jas atkaitinant. Galiausiai buvo suprojektuota ir pagaminta trečioji, didžiausio tikslumo reikalaujanti danga – dispersinis veidrodis su specialia GVD charakteristika, skirtas impulsų spūdai 1–5 μm diapazone. Pagrindinis tikslas formuojant šią dangą – įvertinti technologijos pritaikomumą ypač didelio tikslumo reikalaujančioms optinėms dangoms gaminti bei išbandyti šia technologija pagamintus elementus realiuose taikymuose. Pradinis impulsas iš OPCPA sistemos buvo ~48 fs trukmės (pusės maksimumo aukštyje, angl. *full width at half maximum*, FWHM) ir centruotas ties 3,1 μm centriniu bangos ilgiu. Šis impulsas buvo įvedamas į spektro plėtiklį, kur dėl netiesinių efektų impulso spektras išplinta. Plėtiklyje buvo naudojami 3 mm storio BaF<sub>2</sub> ir 1 mm storio Si langeliai. Spektriškai riboto impulso trukmė su išplėstu spektru – 17,4 fs, bet realus impulsas turi teigiamą čirpą ir jo trukmė buvo ~30 fs. Pradinio ir išplėsto impulsų spektrinės ir fazinės charakteristikos bei impulsų laikinės gaubtinės pateiktos 35 paveiksle.

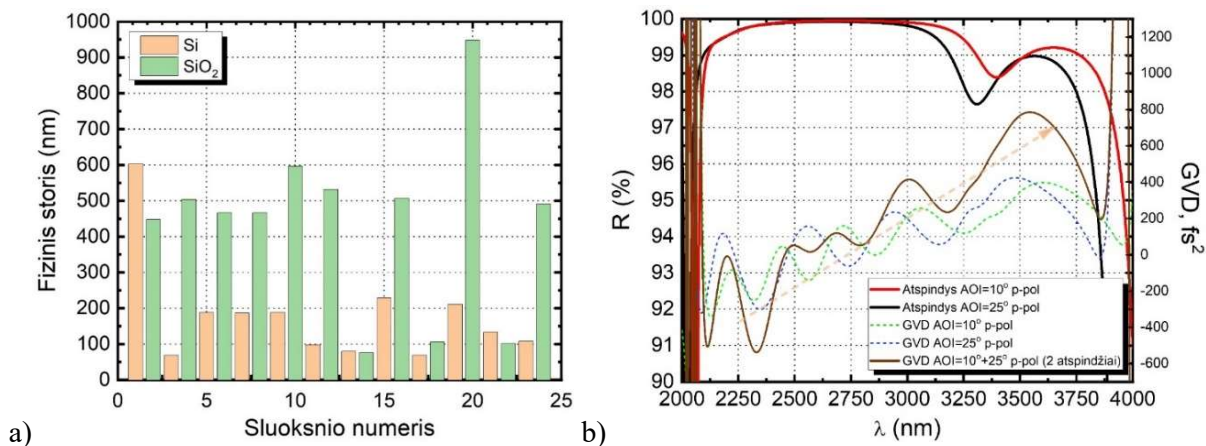


35 pav. Pradinio ir išplėsto impulsų spektrinės ir fazinės charakteristikos (a) bei pradinio ir išplėsto impulsų laikinės gaubtinės (b)

Ekspimento tikslas buvo suspausti šį impulsą iki kuo mažesnės trukmės. Tam naudoti įvairaus storio CaF<sub>2</sub> langeliai, pasižymintys priešinga impulsui dispersija šiame diapazone ir CaF<sub>2</sub> kombinacija su atspindžiais nuo čirpuoto veidrodžio. Atsižvelgiant į aptartus kriterijus buvo iškelti tokie reikalavimai dispersiniam veidrodžiui:

- Atspindys p poliarizacijai >98 %@ 2150–3700 nm (suvidurkintas visame diapazone);
- GVD atspindyje p poliarizacijai kintanti nuo –300 fs<sup>2</sup>@ 2150 nm iki +300 fs<sup>2</sup>@ 3700 nm;
- Kritimo kampų diapazonas: 0–25°.

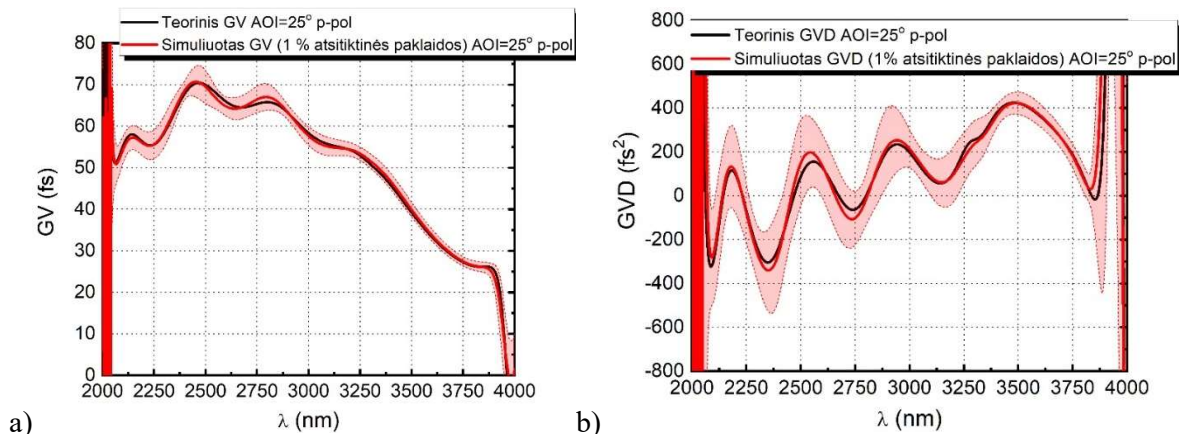
Dangos projektavimas atliktas „Optilayer“ programiniu paketu ir pasinaudojant jame įdiegtais galingais optimizavimo įrankiais – plonų sluoksnių optimizacija (angl. *needle optimization* [62]) ir laipsninė evoliucija (angl. *gradual evolution* [63]). Norint minimizuoti sluoksnių skaičių, projektuojant veidrodį buvo pasirinktos Si (H) ir SiO<sub>2</sub> (L) medžiagos, nes jos užtikrina didžiausią lūžio rodiklių kontrastą. Tokiu būdu buvo sugeneruoti keli dizainai ir atliekama kiekvieno iš jų jautrumo medžiagų lūžio rodiklių ir storių paklaidoms analizė. Taip pat pastebėta, kad nepavyksta pilnai išvengti GVD osciliacijų, kylančių dėl rezonansinių efektų dangos struktūroje [37]. Galiausiai buvo sugeneruotas mažiausiai proceso paklaidoms jautrus dizainas ir jis papildomai optimizuotas (angl. *refinement*) taip, kad esant 10° ir 25° kritimo į veidrodį kampams, GVD osciliacijos būtų kuo labiau priešingos viena kitai. Tokiu būdu, naudojant 2 atspindžius nuo veidrodžio skirtingais kampais, gaunama tolygesnė GVD charakteristika. Veidrodžio sluoksnių struktūra ir teorinės atspindžio ir GVD charakteristikos pateiktos 36 pav. Projektuojant buvo numatyta, jog veidrodį reikės atkaitinti 350 °C temperatūroje taip sumažinant sluoksnių sugerties nuostolius.



36 pav. Dispersinio veidrodžio sluoksnių struktūra (a) ir teorinės atspindžio bei GVD charakteristikos esant 10° ir 25° kritimo į veidrodį kampams

Iš 36 paveiksle pateiktos dangos sluoksnių struktūros matyti, kad veidrodis neturi labai aiškios struktūros, kuri generuoja GVD, t.y. veidrodis turi tiek čirpuoto veidrodžio, tiek GTI bruožų. 37 paveiksle pateikta šio dizaino paklaidų analizė. Buvo svarbu įsivertinti veidrodžio GV ir GVD

charakteristikų jautrumą proceso metu atsirandančioms paklaidoms, nes įprastai tokios dangos yra labai jautrios paklaidoms. Laikyta, jog sluoksnių storiai ir lūžio rodikliai gali atsitiktinai kisti 1 % ribose nuo projektuojant suskaičiuotų verčių. Raudona kreivė pavaizduota grafikuose gauta suvidurkinant 20 tokių atsitiktinių dizainų su paklaidomis rezultatus, o raudonas plotas aplink kreivę rodo standartinę nuokrypį gautą iš simuliacijos rezultatų.



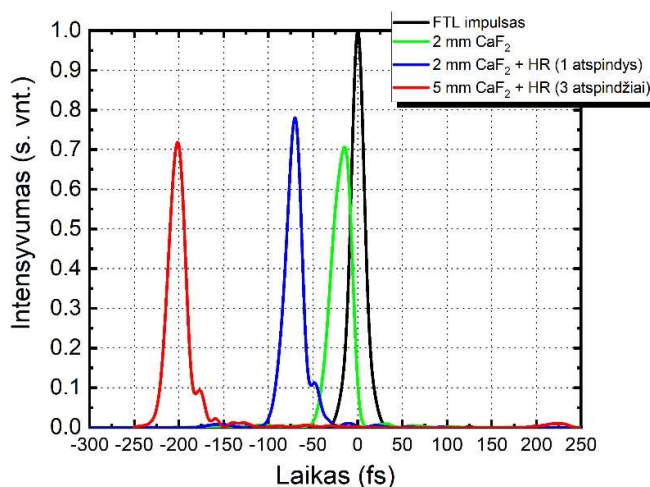
37 pav. Dispersinio veidrodžio GV ir GVD paklaidų simuliacijos

Matyti, kad GV ir GVD charakteristikos mažai jautrios sluoksnių storių paklaidoms. Standartinis nuokrypis rodo galimus GVD osciliacijų pokyčius, tačiau matyti, jog vidutinė GVD vertė ir jos didėjimas einant nuo 1,2  $\mu\text{m}$  link 3,7  $\mu\text{m}$  išsilaiko. Tai yra geras rezultatas, kuris rodo, kad net ir esant didesnėms paklaidoms galima tikėtis, jog veidrodis atliks pagrindinę savo funkciją ir galės spausti impulsą. Tai ypač svarbu, nes veidrodis nusodinamas panaudojant tik laikinę kontrolę ir nėra galimybės matyti spektro MIR srityje proceso metu.

Taip pat, panaudojant „Optilayer“ programiniame pakete įdiegtą funkciją, buvo atliktas ir teorinis impulso spūdos modeliavimas. Simuliacijai buvo naudojamos spektriškai išplėsto impulso spektrinės ir fazinės charakteristikos (žr. 35 pav.). Modeliuotos kelios skirtingos kombinacijos, keičiant  $\text{CaF}_2$  langelių storį ir atspindžių nuo dispersinio veidrodžio skaičių, siekiant gauti kuo trumpesnį impulsą. Rezultatai pateikti 38 pav. ir 4 lentelėje. Palyginimui taip pat pateiktos spektriškai riboto (angl. *Fourier transform limited*, FTL) impulso charakteristikos.

4 lentelė. Spektriškai riboto ir teoriškai suspaustų impulsų trukmės pusės aukštyje ir laikiniai Strehl faktoriai

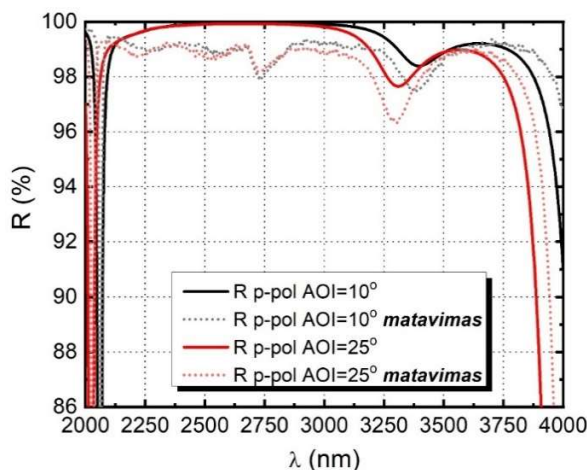
	Trukmė FWHM, fs	Laikinis Strehl faktorius, %
FTL	17,4	—
<b>CaF<sub>2</sub> (2mm)</b>	26,4	70,5
<b>CaF<sub>2</sub> (2mm) + HR (1 atspindys)</b>	20,4	78
<b>CaF<sub>2</sub> (5mm) + HR (3 atspindžiai)</b>	21,89	71,8



38 pav. Spektriškai riboto ir teoriškai suspaustų impulsų laikinės gaubtinės

Iš simuliacijų matyti, kad mažiausios trukmės impulsas gautas panaudojant 2 mm storio  $\text{CaF}_2$  elementą ir 1 atspindį nuo dispersinio veidrodžio. Šiomis sąlygomis gauta 20,4 fs suspausto impulso trukmė ir didžiausias – 78 % laikinis Strehl faktorius, apibūdinantis energetinę suspaudimo kokybę. Trumpiausia impulso trukmė, gauta naudojant tik  $\text{CaF}_2$  elementą impulso spaudimui buvo 26,4 fs. Tai įrodo, jog dispersinis veidrodis padeda pasiekti trumpesnę impulso trukmę nei tai būtų galima padaryti naudojant tik vienalytes medžiagas.

Aptartas ir išnagrinėtas dizainas buvo nusodintas ant FS pagrindukų, panaudojant pilnai laikinę kontrolę. Kaip ir planuota, veidrodis buvo atkaitintas 350 °C temperatūroje. Teorinio ir praktiškai išmatuoto veidrodžio atspindžio kreivės pateiktos 39 pav.

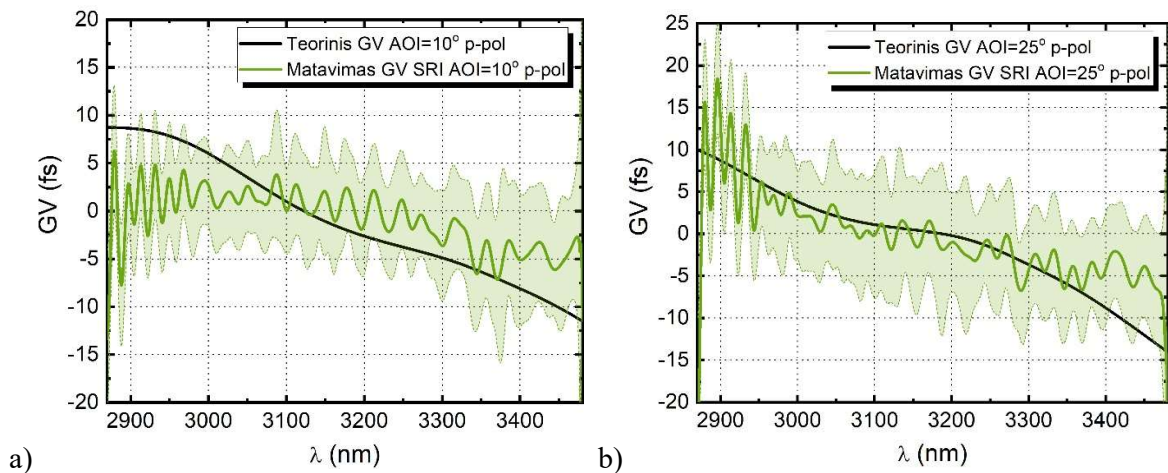


39 pav. Dispersinio veidrodžio teorinės ir išmatuotos atspindžio charakteristikos

Iš pateiktų rezultatų matyti, kad išmatuotos atspindžio charakteristikos 10 °C ir 25 °C kampais pasižymi kiek mažesniu nei prognozuota atspindžiu ( $R_{\text{avg}} \sim 99\%$ ). Tai gali būti susiję su proceso metu atsiradusiomis paklaidomis ir didesniais nei teoriškai apskaičiuota nuostoliais. Veidrodžio struktūra kur kas kompleksiškesnė nei prieš tai pademonstruotų dangų – elektrinio lauko skirstinys

dangoje yra gan sudėtingas ir su ryškiais maksimumais rezonansiniuose sluoksniuose. Dėl to, net ir nedidelės paklaidos/nesutapimai modeliuojant monosluoksnių sugertis 2–4  $\mu\text{m}$  spektriniame diapazone gali lemti tai, jog esant dideliems intensyvumams realūs dangoje šviesos patiriami nuostoliai yra kur kas didesni. Vis dėlto, nors ir nuostoliai didesni nei planuota, veidrodis pasižymi nemažu vidutiniu 98–99 % atspindžiu visame diapazone. Taip pat įdomu, kad iš atspindžio kreivių ties 2,75  $\mu\text{m}$  bangos ilgiu matomas  $\text{SiO}_2$  sąlygojamas nuostolių pikas. Šis pikas buvo matomas tyrinėjant monosluoksnius, tačiau neišryškėdavo daugiasluoksniuose dangose, kur elektrinio lauko intensyvumai ant  $\text{SiO}_2$  būdavo maži.

Dispersinių veidrodžių fazinės charakteristikos buvo patikrintos panaudojant spektrinės interferometrijos metodą. Panaudojant *Mach–Zender* interferometrą buvo išmatuotos dispersinio veidrodžio GV charakteristikos 2860–3480 nm bangos ilgių diapazone. Rezultatai pateikti 40 pav.



40 pav. Teorinės ir išmatuotos veidrodžio GV kreivės 10° (a) ir 25° (b) kampais

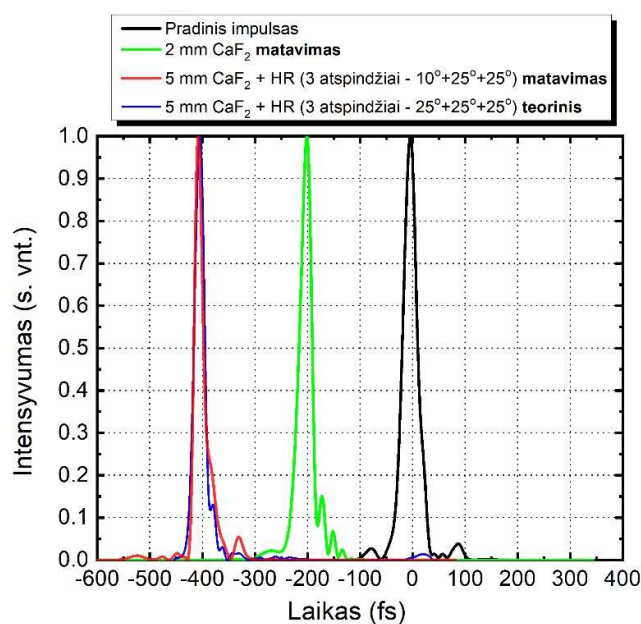
Juodos kreivės vaizduoja teorines GV vertes, jos gautos iš suskaičiuotų GV kreivių atėmus statinį GV tam, kad būtų galima tiksliau palyginti su išmatuotomis interferometru vertėmis. Žalios kreivės vaizduoja suvidurkintą 100-o išmatuotų charakteristikų rezultatą, o žaliai nuspalvintas plotas standartinį nuokrypį, kuris apibūdina matavimo paklaidas. Matyti, kad teorinė GV kreivė 25° kampu geriau sutampa su išmatuota verte, tačiau gan neblogas atitikimas stebimas ir 10° kampu, t.y. beveik visa teorinė kreivė patenka į matavimo paklaidas.

Galiausiai buvo atliktas impulsų spūdos eksperimentas panaudojant šiuos veidrodžius. Kaip ir minėta anksčiau, buvo bandoma suspausti impulsą iki kuo mažesnės trukmės kombinuojant  $\text{CaF}_2$  langelius ir atspindžius nuo dispersinio veidrodžio. Šio eksperimento rezultatai labai gerai sutapo su teoriškai prognozuotais, atliekant impulso spūdos modeliavimą. Geriausi gauti rezultatai pateikiami 41 pav. ir 5 lentelėje. Impulsų padėtis laikinėje skalėje buvo parinkta dirbtinai juo išskiriant taip, jog jie būtų lengviau vizualiai tarpusavyje išskiriami, t.y. impulsų padėtys neatitinka realaus impulso užvėlinimo praeinant spaudimo liniją. Trumpiausias impulsas, kurį pavyko pasiekti naudojant tik

CaF<sub>2</sub> langelius – 25,5 fs. Trumpiausias impulsas apskritai gautas panaudojant 5mm CaF<sub>2</sub> ir 3 atspindžius nuo dispersinio veidrodžio (1–as 10° kampu ir 2 atspindžiai 25° kampu). Tai įrodo, kad dispersinis veidrodis leidžia geriau sukompensuoti plečiant impulsą ir spaudžiant jį su CaF<sub>2</sub> įnešama dispersiją nei naudojant tik CaF<sub>2</sub>. Tokiu būdu eksperimente gauta 18,9 fs impulso trukmė, kuri atitinka sub–2 optinius ciklus (optinis periodas T@ 3200 nm – 10,67 fs).

5 lentelė. Išmatuotos eksperimentiškai suspaustų impulsų trukmės pusės aukštyje

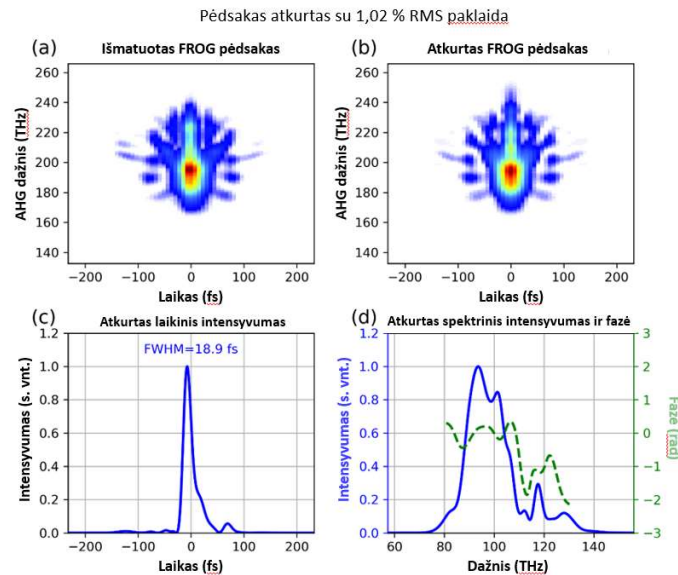
	Trukmė FWHM, fs
<b>Pradinis impulsas</b>	29,6
<b>CaF<sub>2</sub> (2mm)</b>	25,5
<b>CaF<sub>2</sub> (5mm) + HR (3 atspindžiai)</b>	18,9



41 pav. Eksperimentiškai suspaustų impulsų laikinės gaubtinės esant skirtingoms spaudimo linijos konfigūracijoms ir teoriškai suspausto impulso laikinė gaubtinė (mėlyna)

Pastebėtina, kad teoriniai impulso spūdos modeliavimai gerai atitinka realiai išmatuotas suspausto impulso laikines charakteristikas. 41 pav. mėlyna ir raudona kreivės vaizduoja atitinkamai teoriškai sumodeliuotą ir eksperimentiškai gautą laikinę impulso gaubtinę – matomas geras sutapimas. Eksperimentiškai išmatuotas impulso plotis pusės aukštyje yra 2 fs trumpesnis, nei teoriškai prognozuota. Toks nesutapimas gali atsirasti ir dėl nedidelių netikslumų atliekant modeliavimą. Modeliavimo metu laikyta, kad impulsas 3 kartus atsispindi nuo veidrodžio 25° kampu, o eksperimentiškai geriausi rezultatai gauti panaudojant atspindžius skirtingais kampais – 1 atspindys 10° + 2 atspindžiai 25°. Kaip matyti iš teorinių veidrodžio kreivių (žr. 36 pav. (b)) atspindys skirtingais kampais leidžia bent dalinai sukompensuoti GVD osciliacijas. Tai gali būti priežastis,

kodėl realiomis sąlygomis buvo gautas trumpesnis impulsas nei prognozuota teoriškai. 42 pav. pavaizduoti trumpiausio gauto impulso eksperimentiniai duomenys – FROG pėdsakai, atkurtos impulso laikinė ir spektrinė bei fazinė charakteristikos.



42 pav. Trumpiausio suspausto impulso FROG pėdsakai (a,b), atkurtas laikinio intensyvumo profilis (c), atkurtos impulso spektrinė ir fazinė charakteristikos (d)

Atlikus realų impulsų spūdos eksperimentą su dispersiniu veidrodžiu ir įvertinus rezultatus pademonstruota, jog panaudojant Si/SiO<sub>2</sub> medžiagas ir jonapluoščio dulkinimo technologiją galima pagaminti itin tiksliai dangas su specialiomis fazinėmis charakteristikomis skirtas 1–5 μm spektriniam diapazonui. Nusodinimo proceso tikslumą būtų galima dar pagerinti panaudojant tikslesnę monitoringo strategiją. Optinis monitoringas šiam bangos ilgiui diapazonui yra brangus ir sudėtingas. Kitas realusis variantas – pakeisti laikinę sluosnių stabdymo kontrolę į monitoringą panaudojant kvarcinį kristalą [64]. Tokiu būdu, proceso metu realiu laiku būtų stebimas augančio sluosnio storis ir tai galimai leistų užtikrinti mažesnes sluosnių storių paklaidas, o tuo pačiu ir mažesnius nuokrypius nuo teoriškai sumodeliuotų GVD verčių.

## 4 Pagrindiniai rezultatai ir išvados

1. Ištyrus Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, Si ir Si/SiO<sub>2</sub> medžiagų optines charakteristikas 1–5 μm spektriniame diapazone, nustatyta, kad visos medžiagos (išskyrus Si/SiO<sub>2</sub> mišinius) pasižymi nuostoliais 2,7–4 μm spektriniame diapazone, kurie atsiranda dėl hidroksilo grupės (OH) buvimo sluoksniuose.
2. Ištyrus SiO<sub>2</sub> medžiagos ekstinkcijos koeficiento 2,7–3,1 μm spektriniame diapazone priklausomybę nuo atkaitinimo temperatūros, nustatyta, kad ją galima sumažinti nuo 0,007 iki 0,0015 (4,7 karto) atkaitinus bandinį 600 °C temperatūroje, o po atkaitinimo 900 °C temperatūroje sugertis šiame diapazone yra nedetektuojama spektrofotometru.
3. Lyginant Si ir Si/SiO<sub>2</sub> mišinių optines savybes nustatyta, kad po atkaitinimo 350 °C temperatūroje, Si (79 %) / SiO<sub>2</sub> (21 %) mišinys pasižymi 8,7 karto mažesniu ekstinkcijos koeficientu ties 1000 nm bangos ilgiu nei grynas Si, o šio mišinio lūžio rodiklis ( $n=3,36@3000$  nm) yra 1,5 karto didesnis nei aukščiausią lūžio rodiklį iš oksidinių medžiagų turinčio TiO<sub>2</sub> ( $n=2,28@3000$  nm).
4. Panaudojant Si ir SiO<sub>2</sub> medžiagų porą nusodintas artima 0 fs<sup>2</sup> GVD pasižymintis plačiajuostis veidrodis su >99,9 % vidutine atspindžio verte 1750–3200 nm diapazone.
5. Panaudojant Si (79 %) / SiO<sub>2</sub> (21 %) mišinį ir SiO<sub>2</sub> medžiagą, suformuotas plačiajuostis spektrinis daliklis ir pademonstruota, kad panaudojant šią technologiją ir atkaitinimą 600 °C temperatūroje galima formuoti mažais mechaniniais įtempiais (<80 MPa) ir mažais vidutiniais optiniais nuostoliais (<0,25 %) 1-3 μm diapazone pasižyminčias dangas.
6. Panaudojant Si ir SiO<sub>2</sub> medžiagas nusodintas >98,5 % vidutiniu atspindžiu 2150-3700 nm diapazone pasižymintis dispersinis veidrodis su specialia GVD charakteristika. Panaudojus šį veidrodį kartu su CaF<sub>2</sub> langeliais realiame eksperimente, pradinis 29,6 fs trukmės impulsas, centruotas ties 3200 nm bangos ilgiu, suspaustas iki sub-2 optinių ciklų trukmės (18,9 fs).



## Literatūros sąrašas

- [1] A.B. Seddon, A prospective for new mid-infrared medical endoscopy using chalcogenide glasses, *International Journal of Applied Glass Science* **2**(3), 177-191 (2011).
- [2] B.J. Eggleton, B. Luther-Davies and K. Richardson, Chalcogenide photonics, *Nature Photonics* **5**(3), 141 (2011).
- [3] M. Kumar, M.N. Islam, F.L. Terry, M.J. Freeman, A. Chan, M. Neelakandan and T. Manzur, Stand-off detection of solid targets with diffuse reflection spectroscopy using a high-power mid-infrared supercontinuum source, *Appl. Opt.* **51**(15), 2794-2807 (2012).
- [4] B. Wolter, M.G. Pullen, M. Baudisch, M. Sclafani, M. Hemmer, A. Senfleben, C.D. Schröter, J. Ullrich, R. Moshhammer and J. Biegert, Strong-field physics with mid-IR fields, *Physical Review X* **5**(2), 021034 (2015).
- [5] H. Pires, M. Baudisch, D. Sanchez, M. Hemmer and J. Biegert, Ultrashort pulse generation in the mid-IR, *Progress in Quantum Electronics* **43**, 1-30 (2015).
- [6] D.T. Wei, Ion beam interference coating for ultralow optical loss, *Appl. Opt.* **28**(14), 2813-2816 (1989).
- [7] D.F. Edwards and E. Ochoa, Infrared refractive index of silicon, *Appl. Opt.* **19**(24), 4130-4131 (1980).
- [8] T. Amotchkina, M. Trubetskov, D. Hahner and V. Pervak, Characterization of e-beam evaporated Ge, YbF<sub>3</sub>, ZnS, and LaF<sub>3</sub> thin films for laser-oriented coatings, *Appl. Opt.* **59**(5), A40-A47 (2020).
- [9] F. Gourbilleau, X. Portier, C. Ternon, P. Voivenel, R. Madelon and R. Rizk, Si-rich/SiO<sub>2</sub> nanostructured multilayers by reactive magnetron sputtering, *Appl. Phys. Lett.* **78**(20), 3058-3060 (2001).
- [10] B.J. Bjork, T.Q. Bui, O.H. Heckl, P.B. Changala, B. Spaun, P. Heu, D. Follman, C. Deutsch, G.D. Cole and M. Aspelmeyer, Direct frequency comb measurement of OD CO → DOCO kinetics, *Science* **354**(6311), 444-448 (2016).
- [11] D.G. Lancaster, D. Richter, R.F. Curl and F.K. Tittel, Real-time measurements of trace gases using a compact difference-frequency-based sensor operating at 3.5 μm. *Applied Physics B: Lasers & Optics* **67**(3), (1998).
- [12] B. Mizaikoff, Infrared optical sensors for water quality monitoring, *Water Science and Technology* **47**(2), 35-42 (2003).
- [13] J. Koch, A. Zybin and K. Niemax, Element-selective trace detection of toxic species in environmental samples using chromatographic techniques and derivative diode laser absorption spectrometry, *Applied Physics B* **67**(4), 475-479 (1998).
- [14] Y. Xiao, M. Guo, K. Parker and M.S. Hutson, Wavelength-dependent collagen fragmentation during mid-IR laser ablation, *Biophys. J.* **91**(4), 1424-1432 (2006).
- [15] J. Pozo, The Worldwide Market for Lasers: Market Review and Forecast 2018, *Laser Technik Journal* **15**(3), 24-25 (2018).
- [16] T. Bae, B. Kim, Y. Kim and S. Ahn, Jamming effect analysis of infrared reticle seeker for directed infrared countermeasures, *Infrared Phys. Technol.* **55**(5), 431-441 (2012).
- [17] P.H. Bucksbaum, Ultrafast control, *Nature* **421**(6923), 593-594 (2003).
- [18] T. Popmintchev, M. Chen, D. Popmintchev, P. Arpin, S. Brown, S. Ališauskas, G. Andriukaitis, T. Balčiūnas, O.D. Mücke and A. Pugzlys, Bright coherent ultrahigh harmonics in the keV X-ray regime from mid-infrared femtosecond lasers, *Science* **336**(6086), 1287-1291 (2012).
- [19] J. Faist, F. Capasso, D.L. Sivco, C. Sirtori, A.L. Hutchinson and A.Y. Cho, Quantum cascade laser, *Science* **264**(5158), 553-556 (1994).
- [20] K. Zhong, J.Q. Yao, D.G. Xu, J.L. Wang, J.S. Li and P. Wang, High-pulse-energy high-efficiency mid-infrared generation based on KTA optical parametric oscillator, *Applied Physics B* **100**(4), 749-753 (2010).
- [21] A.M. Hanninen, R.C. Prince, R. Ramos, M.V. Plikus and E.O. Potma, High-resolution infrared imaging of biological samples with third-order sum-frequency generation microscopy, *Biomedical Optics Express* **9**(10), 4807-4817 (2018).
- [22] V.A. Šalna, *Optika*, (Enciklopedija, Vilnius, 2004).

- [23] F. Abelès, La théorie générale des couches minces, *Journal De Physique Et Le Radium* **11**(7), 307-309 (1950).
- [24] Alfred Thelen, *Design of optical interference coatings*, (McGraw-Hill Companies, 1989).
- [25] M. Fox, *Optical Properties of Solids*, (Oxford University Press, 2010).
- [26] G. Gioia and M. Ortiz, Delamination of compressed thin films, *Adv. Appl. Mech.* **33**(08), 119-192 (1997).
- [27] K. Miyake and T. Tokuyama, Germanium and silicon ion beam deposition, *Thin Solid Films* **92**(1-2), 123-129 (1982).
- [28] S.A. Kumar, C.L. Nagendra, H.G. Shanbhogue and G.K. Thutupalli, Near-infrared bandpass filters from Si/SiO<sub>2</sub> multilayer coatings, *OptEn* **38**, 368-380 (1999).
- [29] V. Pervak, T. Amotchkina, Q. Wang, O. Pronin, K.F. Mak and M. Trubetskov, 2/3 octave Si/SiO<sub>2</sub> infrared dispersive mirrors open new horizons in ultrafast multilayer optics, *Optics Express* **27**(1), 55-62 (2019).
- [30] B.T. Sullivan and J.A. Dobrowolski, Deposition error compensation for optical multilayer coatings. I. Theoretical description, *Appl. Opt.* **31**(19), 3821-3835 (1992).
- [31] Martin Friz and F. Waibel, Coating materials, in: *Optical interference coatings*, (Springer, 2003) pp. 105-130.
- [32] D. Poelman and P.F. Smet, Methods for the determination of the optical constants of thin films from single transmission measurements: a critical review, *J. Phys. D* **36**(15), 1850 (2003).
- [33] A.V. Tikhonravov, M.K. Trubetskov, T.V. Amotchkina, G. DeBell, V. Pervak, A.K. Sytchkova, M.L. Grilli and D. Ristau, Optical parameters of oxide films typically used in optical coating production, *Appl. Opt.* **50**(9), C75-C85 (2011).
- [35] R. Szipöcs, K. Ferencz, C. Spielmann and F. Krausz, Chirped multilayer coatings for broadband dispersion control in femtosecond lasers, *Opt. Lett.* **19**(3), 201-203 (1994).
- [36] G. Steinmeyer, Femtosecond dispersion compensation with multilayer coatings: toward the optical octave, *Appl. Opt.* **45**(7), 1484-1490 (2006).
- [37] G. Steinmeyer, Dispersion oscillations in ultrafast phase-correction devices, *IEEE J. Quant. Electron.* **39**(8), 1027-1034 (2003).
- [38] F. Gires and P. Tournois, Interferometre utilisable pour la compression d'impulsions lumineuses modulees en frequence, *Comptes Rendus Hebdomadaires Des Seances De L Academie Des Sciences* **258**(25), 6112-& (1964).
- [39] J. Heppner and J. Kuhl, Intracavity chirp compensation in a colliding pulse mode-locked laser using thin-film interferometers, *Applied Physics Letters* **47**(5), 453-455 (1985).
- [40] P. Sigmund, Sputtering by ion bombardment theoretical concepts, in: *Sputtering by particle bombardment I*, (Springer, Berlin, 1981) pp. 9-71.
- [41] H. Windischmann, An intrinsic stress scaling law for polycrystalline thin films prepared by ion beam sputtering, *J. Appl. Phys.* **62**(5), 1800-1807 (1987).
- [42] G.G. Stoney, The tension of metallic films deposited by electrolysis, *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* **82**(553), 172-175 (1909).
- [43] P.J. Martin, Ion-based methods for optical thin film deposition, *J. Mater. Sci.* **21**(1), 1-25 (1986).
- [44] M. Kurucz, R. Flender, L. Haizer, R.S. Nagymihaly, W. Cho, K.T. Kim, S. Toth, E. Cormier and B. Kiss, 2.3-cycle mid-infrared pulses from hybrid thin-plate post-compression at 7 W average power, *Opt. Commun.*, 126035 (2020).
- [45] A.V. Tikhonravov, M.K. Trubetskov, T.V. Amotchkina, G. DeBell, V. Pervak, A.K. Sytchkova, M.L. Grilli and D. Ristau, Optical parameters of oxide films typically used in optical coating production, *Appl. Opt.* **50**(9), C75-C85 (2011).
- [46] Z. Yin, D.V. Tsu, G. Lucovsky and F.W. Smith, Annealing study of the infrared absorption in an amorphous silicon dioxide film, *J. Non Cryst. Solids* **114**, 459-461 (1989).
- [47] J.A. Theil, D.V. Tsu, M.W. Watkins, S.S. Kim and G. Lucovsky, Local bonding environments of Si-OH groups in SiO<sub>2</sub> deposited by remote plasma-enhanced chemical vapor deposition and incorporated by

- postdeposition exposure to water vapor, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* **8**(3), 1374-1381 (1990).
- [48] G.D. Cody, Urbach edge of crystalline and amorphous silicon: a personal review, *J. Non Cryst. Solids* **141**, 3-15 (1992).
- [49] G. D. Cody, The optical absorption edge of a-Si: H, in: *Semiconductors and semimetals*, Vol. 21, (Elsevier, 1984) pp. 11-82.
- [50] C. Mannequin, T. Tsuruoka, T. Hasegawa and M. Aono, Identification and roles of nonstoichiometric oxygen in amorphous Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> thin films deposited by electron beam and sputtering processes, *Appl. Surf. Sci.* **385**, 426-435 (2016).
- [51] V.D. Bruggeman, Berechnung verschiedener physikalischer Konstanten von heterogenen Substanzen. I. Dielektrizitätskonstanten und Leitfähigkeiten der Mischkörper aus isotropen Substanzen, *Annalen Der Physik* **416**(7), 636-664 (1935).
- [52] G.M. Hale and M.R. Querry, Optical constants of water in the 200-nm to 200- $\mu$ m wavelength region, *Appl. Opt.* **12**(3), 555-563 (1973).
- [53] S. Shuzhen, C. Lei, H. Haihong, Y. Kui, F. Zhengxiu and S. Jianda, Annealing effects on electron-beam evaporated Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films, *Appl. Surf. Sci.* **242**(3-4), 437-442 (2005).
- [54] S. Jena, R.B. Tokas, K.D. Rao, S. Thakur and N.K. Sahoo, Annealing effects on microstructure and laser-induced damage threshold of HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer mirrors, *Appl. Opt.* **55**(22), 6108-6114 (2016).
- [55] J.T. Brown, Center wavelength shift dependence on substrate coefficient of thermal expansion for optical thin-film interference filters deposited by ion-beam sputtering, *Appl. Opt.* **43**(23), 4506-4511 (2004).
- [56] S. Sakaguchi, Temperature dependence of transmission characteristics of multilayer film narrow bandpass filters, *Japanese Journal of Applied Physics* **38**(11R), 6362 (1999).
- [57] W. Wang and S. Chao, Annealing effect on ion-beam-sputtered titanium dioxide film, *Opt. Lett.* **23**(18), 1417-1419 (1998).
- [58] L. Nichtová, R. Kužel, Z. Matěj, J. Šícha and J. Musil, Time and thickness dependence of crystallization of amorphous magnetron deposited TiO<sub>2</sub> thin films, *Z.Kristallogr.Suppl* **30**, 235-240 (2009).
- [59] S. Kičas, U. Gimževskis and S. Melnikas, Post deposition annealing of IBS mixture coatings for compensation of film induced stress, *Optical Materials Express* **6**(7), 2236-2243 (2016).
- [60] William M. Haynes, *CRC handbook of chemistry and physics*, (CRC press, 2014).
- [61] J. Pupeikis, P. Chevreuil, N. Bigler, L. Gallmann, C.R. Phillips and U. Keller, Water window soft x-ray source enabled by a 25 W few-cycle 2.2  $\mu$ m OPCPA at 100 kHz, *Optica* **7**(2), 168-171 (2020).
- [62] A.V. Tikhonravov, Synthesis of optical coatings using optimality conditions, *Vestnik MGU, Physics and Astronomy Series* **23**(6), 91-93 (1982).
- [63] A.V. Tikhonravov, M.K. Trubetskov and G.W. DeBell, Optical coating design approaches based on the needle optimization technique, *Appl. Opt.* **46**(5), 704-710 (2007).
- [64] O. Stenzel, S. Wilbrandt, D. Fasold and N. Kaiser, A hybrid in situ monitoring strategy for optical coating deposition: application to the preparation of chirped dielectric mirrors, *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics* **10**(8), 085305 (2008).

FORMATION OF HIGH-REFLECTIVITY Si/SiO<sub>2</sub> MULTILAYER MIRRORS  
WITH CONTROLLED DISPERSION FOR 1–5 μm SPECTRAL RANGE  
USING ION BEAM SPUTTERING TECHNOLOGY

**Summary**

The main goal of this research was to examine the possibility of applying ion beam sputtering method for the production of multilayer mirrors for the mid-IR spectral range. The work mainly focused on low GDD and dispersive mirrors since availability of such components currently is very limited.

In the first part of the research, monolayers of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, Si and Si/SiO<sub>2</sub> mixtures were deposited. Refractive indices, extinction coefficients and mechanical stresses of the materials were examined. Modelled optical features of the materials in the 1–5 μm range revealed that all oxide materials have absorption losses in the 2.7–4 μm range. The nature of the losses was attributed to water presence in the layers for Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, TiO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub>. It was found that by ex-situ annealing at high temperatures (> 600 °C), SiO<sub>2</sub> absorption can be removed in this range. Si and Si/SiO<sub>2</sub> mixture layers incurred the lowest losses in this spectral range and yet exhibited the highest refractive indices (Si → n=3.75@ 3000 nm; Si/SiO<sub>2</sub> 2 sccm O<sub>2</sub> → n =3.36@ 3000 nm; TiO<sub>2</sub> → n=2.28@ 3000 nm), making them the suitable option for multilayers. All materials showed compressive stress as deposited, which was decreased by increasing annealing temperature.

Broadband highly reflecting multilayer was successfully deposited using the Si and SiO<sub>2</sub> material pair. After ex-situ annealing, the mirror yielded > 99.9% average reflectivity in the 1750–3200 nm wavelength range and its low GDD performance (<30 fs<sup>2</sup>@ 1800–2800 nm) was confirmed by interferometric measurements.

Finally, a dispersive mirror for pulse compression in the 1–5 μm range was deposited using the Si and SiO<sub>2</sub> material pair. The mirror exhibited an average reflectivity of 98.5% in the 2150–3750 nm range. This multilayer had a specially designed GDD curve (from -300 fs<sup>2</sup>@ 2150 nm to +300 fs<sup>2</sup>@ 3700 nm) and was intended for pulse compression in combination with CaF<sub>2</sub> bulk material. Real-life test in a pulse compression setup was performed and 30 fs initial spectrally broadened pulse, centered at 3.2 μm, was successfully compressed to sub-2 optical cycle pulse (18.9 fs).