## VILNIAUS UNIVERSITETAS FIZINIŲ IR TECHNOLOGIJOS MOKSLŲ CENTRAS

GINTARĖ BATAVIČIŪTĖ

## NAUJI LAZERINĘ PAŽAIDĄ SUKELIANČIŲ DEFEKTŲ KIEKYBINIO VERTINIMO METODAI

Daktaro disertacijos santrauka Technologijos mokslai, medžiagų inžinerija (08T)

Vilnius, 2015

Disertacija rengta 2011–2015 m. Vilniaus universitete.

#### Mokslinis vadovas – dr. Andrius Melninkaitis

(Vilniaus universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – 08T).

#### Disertacija ginama Vilniaus universiteto Medžiagų inžinerijos mokslo krypties taryboje:

#### Pirmininkas:

prof. Roaldas Gadonas (Vilniaus universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – $08\mathrm{T}).$ 

### Nariai:

dr. Rytis Butkus (Vilniaus universitetas, fiziniai mokslai, fizika – 02P);

dr. Marco Jupé (Hanoverio lazerių centras, Vokietija, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija- 08T);

dr. Gediminas Račiukaitis (Fizinių ir technologinių mokslų centras, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – 08T);

dr. Arūnas Varanavičius (Vilniaus universitetas, fiziniai mokslai, fizika – 02P).

Disertacija bus ginama viešame Technologijos mokslo krypties tarybos posėdyje 2015 m. gruodžio mėn. 4 d. 14 val. Vilniaus universiteto Lazerinių tyrimų centre, 306 auditorijoje. Adresas: Saulėtekio al. 10, LT-10223, Vilnius, Lietuva.

Disertacijos santrauka išsiuntinėta 2015 m. lapkričio mėn. 4 d.

Disertaciją galima peržiūrėti Vilniaus universiteto bibliotekoje, Fizinių ir technologijos mokslų centro bibliotekoje ir VU interneto svetainėje adresu: www.vu.lt/lt/naujienos/ivykiu-kalendorius

## VILNIUS UNIVERSITY CENTER FOR PHYSICAL SCIENCES AND TECHNOLOGY

GINTARĖ BATAVIČIŪTĖ

## NEW METHODS FOR QUANTITATIVE EVALUATION OF LASER DAMAGE PRECURSORS

Summary of doctoral dissertation Technological Sciences, Materials Engineering (08T)

Vilnius, 2015

The research was performed in 2011–2015 at Vilnius University.

#### Scientific supervisor – dr. Andrius Melninkaitis

(Vilnius University, Technological Sciences, Materials Engineering – 08T).

#### Doctoral committee:

#### Chairman – prof. Roaldas Gadonas

(Vilnius University, Technological Sciences, Materials Engineering – 08T).

#### Members:

dr. Rytis Butkus (Vilnius University, Physical Sciences, Physics – 02P);
dr. Marco Jupé (Laser Zentrum Hannover e.V., Germany, Technological Sciences, Materials Engineering – 08T);
dr. Gediminas Račiukaitis (Center for Physical Sciences and Technology, Technological Sciences, Materials Engineering – 08T);
dr. Arūnas Varanavičius (Vilnius University, Physical Sciences, Physics – 02P).

The dissertation will be defended under open consideration in the Council of physics on the 4th of December, 2015, 2 p.m. at the Vilnius University Laser Research Center, room 306. Address: Sauletekio ave. 10, LT–10223, Vilnius, Lithuania.

The summary of the dissertation was distributed on 4th of November, 2015.

The dissertation is available at the Vilnius University Library, at the Center for Physical Sciences and Technology Library and at the Vilnius University website: www.vu.lt/lt/naujienos/ivykiu-kalendorius

# Turinys

Įv	Įvadas 6		
1	Dar	bo metodika ir priemonės	<b>14</b>
	1.1	Optinis medžiagų atsparumas	14
	1.2	Statistiniai pažaidos tikimybės matavimai	16
	1.3	Rastrinio skenavimo matavimai	18
	1.4	Eksperimentinė įranga	19
	1.5	Bandiniai	21
<b>2</b>	Opt	inio atsparumo metrologijos plėtotė	22
	2.1	Pažaidos tikimybės modelis	22
	2.2	Eksperimentinių duomenų aproksimavimo būdai	23
	2.3	Skaitmeninis optinio atsparumo matavimų modelis	25
	2.4	Pažaidos tikimybės modelio pataisa dėl energijos įtėkio neapibrėžties	26
	2.5	Palyginamasis tyrimas	28
	2.6	Išvados	29
3	Laz	erinę pažaidą sukeliančių defektų kiekybinis vertinimas	30
	3.1	Defektų ansamblio nustatymas iš rastrinio skenavimo duomenų . $.$ .	32
	3.2	Defektų ansamblių palyginimas	
	3.3	Rastrinio skenavimo procedūros ribojimai	
	3.4	Išvados	
4	Nau ana	ıji lazerinę pažaidą optiniuose elementuose ribojančių procesų lizės metodai	40
	4.1	Tūrinis pažaidos tikimybės modelis	40
	4.2	Poliravimo ir dengimo defektų identifikavimas	42
		4.2.1 Nedengto lydyto kvarco pagrindukaj	42
		4.2.2 Monosluoksnės dangos	44
		4.2.3 Didelio atspindžio veidrodžiai	45
	4.3	Išvados	46
	1.0		10
$\mathbf{Li}$	terat	Jūra	48

# Įvadas

Saulė turi vienintelį trūkumą: ji negali matyti pati savęs. Sokratas, graikų filosofas.

Vos per 55 metus, nuo pirmojo lazerio šviesos blyksnio, kurį amerikiečių mokslininkas T. H. Mainmanas užfiksavo dar 1960 m. [1], lazeris tapo neatsiejamas nuo šiuolaikinio pasaulio. Šiandien šviesos stiprinimas priverstiniu spinduliavimu (angl. LASER – Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation) pripažistamas vienu svarbiausių atradimų žmonijos istorijoje. Lazerinių technologijų reikšmė pasaulio raidoje prilyginama spausdinimo mašinos, garo variklio ir antibiotikų svarbai. Greitai buvo pastebėta, kad intensyvi lazerio spinduliuotė, sąveikaudama su medžiaga, gali ją pažeisti: išlydyti, išgarinti ar kitaip paveikti medžiagos fizinę ir cheminę būseną [2, 3]. Medžiaga pažeidžiama, kai lazerio spinduliuotė viršija kritinę optinio atsparumo ribą – pažaidos lazerio spinduliuote slenkstį (PLSS) [4]. Darbai apie pirmąsias lazerio spinduliuotės sukeltas pažaidas skaidriuose dielektrikuose ir ore pasirodė praėjus vos keleriems metams nuo paskelbimo apie lazerį [5–8]. Ir nors tokia lazerio savybė galėjo būti itin gerai pritaikoma medžiagų apdirbimo procesuose [9], ji taip pat apribojo ir paties lazerio galimybes. Optiškai pažeistas elementas kelia grėsmę visai lazerinei sistemai, neretai ir visiškai sustabdo jos darbą. Tapo akivaizdu, kad siekiant plėtoti lazerines sistemas svarbu gerai suprasti medžiagos gebėjima priešintis lazerio spinduliuotės poveikiui – **optinį atsparumą**. Per daugiau nei 50 metų tyrimų buvo parodyta, kad optinių elementų pažaidos slenkstis priklauso nuo apšvietos sąlygų [10? –20], medžiagos parametrų [20–24] ir aplinkos [25–30]. Šios žinios neabejotinai tapo vienu svarbiausių veiksnių, leidusių pasiekti itin aukštus lazerio spinduliuotės intensyvumus. Iki šiol pasaulį nenustoja stebinti nauji lazerio spinduliuotės intensyvumo rekordai, pasiekiami vykdant tarptautinius projektus (NIF [31], Laser MegaJoule [32], ELI [33]). Ekstremalios galios lazerinių sistemų kūrėjai jau pademonstravo galį sugeneruoti 500 trilijonų vatų (1.8 MJ) galios impulsą [31]. Kaskart įvykus perversmui optikos gamybos srityje, kartu iškeliami ir nauji reikalavimai bei nubrėžiamos naujos optinio atsparumo ribos, kurias toliau siekiama pagerinti. Todėl optinio atsparumo tyrimai ilgus metus išlieka būtina lazerinių technologijų vystymosi grandis.

Nanosekundiniai didelės galios lazeriai sudaro svarbią pasaulinės lazerių rinkos dalį. Lazerinio medžiagų apdirbimo pramonėje sparčiai auga lazerinių sistemų veikiančių ultravioletinėje – UV (355 nm) spektro dalyje paklausa. Daugelis medžiagų UV spinduliuotę sugeria efektyviau nei infraraudonosios – IR (1064 nm) ar matomos spektro dalies (532 nm). Taip pat, 355 nm spinduliuotę galima sufokusuoti į mažesnę dėmę nei 1064 nm ar 532 nm. Todėl galima tiksliau ir efektyviau apdirbti daugiau medžiagų. Be to, šios UV spinduliuotės savybės itin reikšmingos ir moksliniuose tyrimuose. Vienas svarbiausių veiksnių, ribojančių medžiagų optinį atsparumą nanosekundinių impulsų srityje, yra **defektai**, susidarantys skaidrios terpės paviršiuose ir tūryje optikos gamybos metu [21, 34, 35]. Dauguma defektų yra mažiau atsparūs lazerio spinduliuotei nei medžiaga iš kurios pagamintas optinis elementas. Todėl siekiant pagerinti gaminamos optikos kokybę ir optimizuoti gamybos procesus itin svarbu defektus ne tik identifikuoti, bet ir kiekybiškai įvertinti. Taip pat nustatyti kurio technologinio proceso metu (pvz. poliravimo ar padengimo) sukuriami defektai, ribojantis pagaminto optinio elemento atsparumą lazerio spinduliuotei.

#### Pagrindinis šio darbo tikslas

Lazerinių elementų optinio atsparumo metrologijos plėtojimas gerinant pažaidą sukeliančių defektų kiekybinį įvertinimą.

#### Darbo struktūra

Disertacijos medžiaga suskirstyta į keturis skyrius.

1. Pirmame skyriuje pateikiama optinio atsparumo reiškinio apžvalga. Apibrėžiami svarbiausi fizikiniai dydžiai ir sąvokos, taikomos optinio atsparumo tyrimams: pažaida lazerio spinduliuote, pažaidos lazerio spinduliuote slenkstis ir kt. Apžvelgiama, kaip optinis medžiagų atsparumas kinta nuo apšvietos sąlygų, medžiagos savybių ir aplinkos veiksnių.

2. Antrame skyriuje supažindinama su standartine optinio atsparumo matavimų metrologija ir identifikuojamos dvi pagrindinės problemos: prastas PLSS matavimų rezultatų tikslumas ir atsikartojamumas. Šio skyriaus tikslas yra išsiaiškinti, dėl kokių priežasčių nepavyksta užtikrinti patikimų rezultatų taikant standartinį tyrimo metodą, bei pateikti siūlymus, kurie leistų pagerinti esamą situaciją. 3. Trečiame skyriuje vykdomas defektų, ribojančių optinį medžiagų atsparumą, tyrimas. Defektai charakterizuojami matematiniu modeliu, įvedant defektų ansamblio sąvoką. Defektų ansambliai gali būti įvertinti taikant du šiuo metu plačiai naudojamus metodus: statistinį (pažaidos tikimybės) ir tiesioginį (rastrinio skenavimo), tačiau šie metodai iki šiol nebuvo palyginti tarpusavyje. Pirmą kartą parodyta, kad šiais metodais įvertinti defektų ansambliai nesutampa. Todėl šiame skyriuje, siekiama išsiaiškinti tikrąjį defektų ansamblį ir galimas nesutapimo priežastis.

4. Ketvirtame skyriuje defektų, ribojančių optinį medžiagų atsparumą, tyrimas vykdomas plonasluoksnėse optinėse dangose. Pagrindinis tikslas – sukurti metodiką, leidžiančią identifikuoti, kurio apdirbimo proceso (dengimo ar poliravimo) metu susidaro defektai, ribojantys viso optinio elemento atsparumą lazerio spinduliuotei.

#### Sprendžiami uždaviniai

1. Sukurti Monte-Karlo metodu pagrįstą skaitmeninį 1-į-1 PLSS matavimų modelį, kuris leistų simuliuoti realaus matavimo eksperimentines sąlygas ir analizuoti PLSS įvertinimui taikomų matematinių modelių tinkamumą.

2. Atlikti eksperimentinius 1-į-1 pažaidos slenksčio matavimus optinių pagrindų ir plonasluoksnėmis dangomis dengtų optinių elementų paviršiuose, skirtus išanalizuoti tiriamų bandinių defektų pasiskirstymo ir apšvietos sąlygų (spinduliuotės kritimo kampo ir poliarizacijos) įtaką medžiagų optiniam atsparumui.

 Kiekybiškai įvertinti energijos įtėkio fliuktuacijas kiekvieno impulso metu ir 1-į-1 pažaidos tikimybės matavimuose įvesti pataisas dėl matavimo neapibrėžties.

4. Tiesiogiai palyginti defektų ansamblius, nustatytus taikant dvi tyrimo metodikas: pažaidų tankio ir pažaidos tikimybės matavimus.

5. Išplėsti dabartinį pažaidos tikimybės modelį, įskaitant interferencinius reiškinius ir tūrinę defektų prigimtį daugiasluoksnėse dangose.

#### Ginamieji teiginiai

1 teiginys. Dielektrinių paviršių optinio atsparumo įvertinimui nanosekundinių lazerio impulsų srityje, taikant didžiausiojo tikėtinumo metodą vietoj mažiausiųjų kvadratų metodo, pagerinamas 1-į-1 pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio įvertinimo atsikartojamumas, nekeičiant standartinio duomenų surinkimo protokolo. Pažaidos tikimybės modelio funkcijoje papildomai įskaičius lazerio spinduliuotės nenuostovumą, pagerėja ir pažaidos slenksčio įvertinimo tikslumas.

2 teiginys. Skaitmeniškai apibūdinant efektyvųjį lazerio spinduliuotės erdvinį skirstinį galima tiesiogiai susieti rastrinio skenavimo metodika gautus defektų tankius su pažaidą inicijuojančių defektų ansamblių matematiniais modeliais. Tokiu būdu gaunami defektų ansamblių skirstiniai nesutampa su įprastu pažaidos tikimybės metodu gautais ansamblių įvertinimais.

**3 teiginys.** Lydyto kvarco "Beilby" sluoksnyje esančių popaviršinių poliravimo defektų, ribojančių dielektrinių medžiagų atsparumą 355 nm bangos ilgio nanosekundinių impulsų srityje, pažaidos lazerio spinduliuote slenkstis gali sumažėti iki 4 kartų, padengus šį sluoksnį papildoma danga net ir tais atvejais, kai dangos medžiaga pažaidos slenksčio neriboja.

4 teiginys. Didelio atspindžio koeficiento dangą, skirtą 355 nm bangos ilgio spinduliuotei, sudarantys paviršiniai  $HfO_2$  ir  $SiO_2$  sluoksniai pasižymi aukštesniu optiniu atsparumu negu giliau nei 300 nm esantys sluoksniai. Daugiasluoksnėje atspindinčioje dangoje yra pasiekiamas aukštesnis slenkstinis elektrinis laukas, negu pavienių sluoksnių atveju.

#### Mokslinis naujumas

1. Atlikus Monte-Karlo metodu pagristą skaitmeninį modeliavimą, nustatyta, kad pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio verčių, nustatytų taikant mažiausiųjų kvadratų tiesinės regresijos metodą, santykinė neapibrėžtis yra didelė, nes eksperimentiškai išmatuoti pažaidos skirstiniai yra asimetriniai dėl binominės statistinių įvykių prigimties. Taip pat pademonstruota, kad energijos įtėkio fliuktuacijos lemia registruojamos pažaidos tikimybės kreivės deformaciją, todėl neatsižvelgus į šį reiškinį gaunamos papildomos sisteminės paklaidos. Todėl buvo pasiūlytas alternatyvus pažaidos slenksčio paieškos metodas, veikiantis didžiausiojo tikėtinumo principu ir įskaitantis energijos įtėkio fliuktuacijų įtaką pažaidos tikimybės kreivei. Atlikus palyginamąjį tyrimą, parodyta, kad šis metodas leidžia patikimai nustatyti pažaidos slenksčio ir defektų tankio vertes, kartu įvertinant abiejų dydžių pasikliautinąjį intervalą.

2. Atlikus tiesioginį palyginamąjį tyrimą apie defektų ansamblius, nustatytus taikant dvi tyrimo metodikas: pažaidos tikimybės ir rastrinio skenavimo, parodyta, kad šios metodikos nėra tapačios viena kitai. Identifikuoti trys veiksniai ribojantys eksperimentinius rastrinio skenavimo procedūros rezultatus: paviršiaus tarša dėl abliacijos, kraterių jungimasis į klasterius ir matavimo neapibrėžties įtaka eksperimentiniams duomenims.

3. Atlikus analize, kurios metu taikomas tūrinis pažaidos tikimybės modelis, atsižvelgiantis į elektrinio lauko skirstinį, pasireiškiantį dėl interferencijos daugiasluoksnėse optinėse dangose, parodyta, kad "Beilby" sluoksnio defektų pažaidos slenkstis gali pakisti padengus jį papildomu sluoksniu, kurį sudaranti medžiaga optinio atsparumo neriboja.

4. Parodyta, kad pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio priklausomybė nuo lazerio spinduliuotės kritimo kampo ir poliarizacijos 355 nm bangos ilgiui skirtose daugiasluoksnėse aukšto atspindžio  $HfO_2/SiO_2$  dangose gali būti paaiškinta tūriniu-statistiniu modeliu, esant prielaidai, jog periodiškai erdvėje pasikartojančių  $HfO_2$  ir SiO<sub>2</sub> monosluoksnių tūrinis pažaidos slenkstis kinta einant gilyn į dangą.

#### Praktinė nauda

1. Pasiūlytas alternatyvus pažaidos lazerio spinduliuote tikimybės kreivės eksperimentinių duomenų interpretavimo metodas, taikant didžiausiojo tikėtinumo principą kartu su modelio funkciją parametrizuojančiu algoritmu. Šis metodas leidžia pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio vertes nustatyti tiksliau, o nustatomų verčių sklaidą sumažinti iki 6 kartų, taip didinant rezultatų atsikartojamumą.

2. Pasiūlyta metodika, leidžianti įskaityti matavimo neapibrėžtį nustatant defektų ansamblius. Įvardyti galimi rizikos veiksniai, į kuriuos reiktų atkreipti dėmesį taikant rastrinio skenavimo procedūrą.

3. Sukurta metodika, leidžianti identifikuoti pažaidos lazerio spinduliuote slenkstį

ribojančius optikos gamybos procesus: atskirti dengimo ir poliravimo defektus. Toks įrankis itin naudingas, kuriant optiką, išsiskiriančią dideliu atsparumu lazerio spinduliuotei. Tai leidžia įvertinti, kurie optikos apdirbimo procesai turi būti optimizuojami (tobulinami) pirmiausia.

4. Nustatyta, kad defektų, ribojančių dielektrinių medžiagų atsparumą nanosekundinių impulsų srityje, pažaidos lazerio spinduliuote slenkstis nedengto kvarco pagrindukuose priklauso nuo poliravimo, o daugiasluoksnėse didelio atspindžio  $HfO_2/SiO_2$ dielektrinėse dangose nuo padengimo. Tuo tarpu  $SiO_2$  ir  $HfO_2$  monosluoksniais padengtuose lydyto kvarco paviršiuose stebimas pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio sumažėjimas, nes defektų savybės keičiasi dėl poliravimo ir dengimo procesų sąveikos.

#### Asmeninis autorės ir bendraautorių indėlis

Autorė atliko (ar aktyviai dalyvavo atliekant) visas tiek teorines, tiek eksperimentines šiame darbe pristatomas užduotis: apžvelgė literatūrą, kūrė teorijas, modeliavo, eksperimentavo, analizavo rezultatus, parengė mokslinių straipsnių ir disertaciją. Darbas buvo atliekamas glaudžiant bendradarbiaujant su Vilniaus universiteto Lazerių tyrimų centro Optikos charakterizavimo grupės nariais.

**Dr. Andrius Melninkaitis** inicijavo disertacijos tematiką ir kartu sudarė sąlygas visiems šioje disertacijoje aprašytiems darbams atlikti. Jis dalyvavo formuluojant bendras darbo užduotis, interpretuojant ir pristatant gautus rezultatus.

**Egidijus Pupka** padėjo atlikti eksperimentinius pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio matavimus.

Mindaugas Ščiuka padėjo atlikti eksperimentinius matavimus taikant rastrinio skenavimo procedūrą.

Linas Smalakys aktyviai dalyvavo kuriant teorinį modelį ir modeliuojant rezultatus, pristatomus 4-ame disertacijos skyriuje.

Prie šio darbo sėkmės taip pat daug prisidėjo:

**Povilas Grigas** – konsultavo realizuojant didžiausiojo tikėtinumo metodą pažaidos lazerio spinduliuote matavimų metrologijoje;

**Prof. Marijus Radavičius** – suteikė daug įžvalgų apie statistinių modelių ir netiesinės regresijos taikymą; Simonas Kičas – paruošė eksperimentinius bandinius;

Dr. Kęstutis Juškevičius ir Saulė Abbas – suteikė pagalbą tiriant bandinius atominės jėgos mikroskopu.

#### Darbo aprobacija

Daktaro disertacijos santraukoje pateikiami **tik tiesiogiai su disertacijos tema susiję** straipsniai ir mokslinės konferencijos.

## Straipsniai, paskelbti ISI citavimo indeksą turinčiuose moksliniuose leidiniuose

A1. G. Batavičiūtė, M. Ščiuka, and A. Melninkaitis, Direct comparison of defect ensembles extracted from damage probability and raster scan measurements, J. Appl. Phys., 118, 105306 (2015).

**A2**. L. Smalakys, **G. Batavičiūtė**, E. Pupka, and A. Melninkaitis, Parametric analysis of damage probability: a tool to identify weak layers within multilayer coatings, Appl. Opt., **54**(10), 2953–2962 (2015).

A3. G. Batavičiūtė, P. Grigas, L. Smalakys, and A. Melninkaitis, Revision of laser-induced damage threshold evaluation from damage probability data, Rev. Sci. Instru., 84, 045108 (2013).

#### Kiti moksliniai straipsniai

A4. G. Batavičiūtė, M. Ščiuka, V. Plerpaitė, and A. Melninkaitis, Direct comparison of damage frequency method and raster scan procedure, Proc. SPIE 9632, 963261 (2015).

A5. L. Smalakys, G. Batavičiūtė, E. Pupka, and A. Melninkaitis, Towards separation of bulk and interface defects: damage probability analysis of thin film coatings, Proc. SPIE 9237, 92371Z (2014).

A6. G. Batavičiūtė, P. Grigas, L. Smalakys, and A. Melninkaitis, Bayesian approach of laser-induced damage threshold analysis and determination of error bars, Proc. SPIE 8530, 85301S (2012).

**A7**. S. Liukaitytė, **G. Batavičiūtė**, E. Pupka, M. Ščiuka, I. Kraujalienė, D. Tumosa, A. Skrebutėnas, K. Juškevičius, T. Tolenis, S. Kičas, R. Drazdys, R. Buzelis, and A. Melninkaitis, Effect of conventional fused silica preparation and deposition techniques on surface roughness, scattering, and laser damage resistance, Proc. SPIE **8530**, 853027 (2012).

A8. A. Melninkaitis, G. Batavičiūtė, and V. Sirutkaitis, Numerical analysis of laser-induced damage threshold search algorithms and their uncertainty, Proc. SPIE 7504, 75041D (2009).

#### Pranešimai mokslinėse konferencijose

C1. G. Batavičiūtė, M. Ščiuka, V. Plerpaitė, and A. Melninkaitis, Direct comparison of damage frequency method and raster scan procedure, Boulder Damage Symposium 27–30 September 2015, Boulder, Colorado, USA [9632–61].

C2. L. Smalakys, G. Batavičiūtė, E. Pupka, and A. Melninkaitis, Damage probability analysis in thin film coatings containing bulk and interface defects, Boulder Damage Symposium 14–17 September 2014, Boulder, Colorado, USA [9237–74].

C3. G. Batavičiūtė, P. Grigas, L. Smalakys, and A. Melninkaitis, Bayesian approach of laser-induced damage threshold analysis and determination of error bars, Boulder Damage Symposium 23–26 September 2012, Boulder, Colorado, USA [8530–73].
C4. S. Liukaitytė, G. Batavičiūtė, E. Pupka, M. Ščiuka, I. Kraujalienė, D. Tumosa, K. Juškevičius, A. Skrebutėnas, T. Tolenis, S. Kičas, R. Drazdys, R. Buzelis, and A. Melninkaitis, Effect of conventional fused silica preparation and deposition techniques on surface roughness, scattering, and laser damage resistance, Boulder Damage Symposium 23–26 September 2012, Boulder, Colorado, USA [8530–61].

C5. G. Batavičiūtė, A. Melninkaitis, and V. Sirutkaitis, Numerical analysis of laser-induced damage threshold search algorithms and their uncertainty, Boulder Damage Symposium 21–23 September 2009, Boulder, Colorado USA [8530–67].

C6. G. Batavičiūtė, A. Melninkaitis, and V. Sirutkaitis, Numerical analysis of laser-induced damage threshold search algorithms and their uncertainty, 38th Lithuania National Physics Conference 8–10 June 2009, Vilnius, Lithuania [S2–54].

## 1 Darbo metodika ir priemonės

Moksle ne tiek svarbu gauti naujų faktų, kiek svarbu rasti naujų būdų mąstyti apie juos. Seras Viljamas Henris Bragas, britų mokslininkas.

## 1.1 Optinis medžiagų atsparumas

Intensyvi nanosekundinio lazerio spinduliuotė, sąveikaudama su optiniais elementais, gali sukelti juose įvairius negrįžtamus procesus, dėl kurių elementai pažeidžiami, o jų optinės (atspindžio, pralaidumo, sugerties ir skaidos) savybės pakinta. Bendru atveju lazerio spinduliuotės sukelta pažaida gali atsirasti tiek elemento paviršiuje, tiek tūryje ar pagrinduko ir dangos sandūroje. Tarptautiniame standarte (ISO 21254) [4] optinė pažaida apibrėžiama taip:

...bet koks negrįžtamas lazerio spinduliuotės sukeltas tiriamo objekto paviršiaus charakteristikų pokytis, kurį galima stebėti Nomarskio tipo interferencinio kontrasto mikroskopu, kai optinės sistemos didinimas ne mažesnis negu 100X.

Medžiagų savybė priešintis lazerio spinduliuotės poveikiui – **optinis medžiagų at**sparumas – charakterizuojamas **pažaidos lazerio spinduliuote slenksčiu (PLSS)**, arba trumpiau – pažaidos slenksčiu. Jis apibrėžiamas taip:

...didžiausias lazerio spinduliuotės energijos ar galios tankis, kuriuo eksponuojant optinį paviršių pažaidos tikimybė yra lygi nuliui [4].

Kiekviena medžiaga pasižymi savitu pažaidos slenksčiu, kuris priklauso nuo apšvietos sąlygų (lazerio spinduliuotės bangos ilgio [10–15], impulso trukmės [2, 16? –18], pluošto diametro [36], impulso laikinio pločio [19], pasikartojimo dažnio [20] ir kt.), medžiagos parametrų (draustinės juostos tarpo [15, 20, 24], defektų [21–23] ir kt.) ir aplinkos (oras, vakuumas [27], temperatūra [28–30], išorinė tarša [25, 26] ir kt.).



1.1 pav. Optinio elemento gamybos ir apdirbimo metu susidarančių defektų grupės: vidiniai ir išoriniai (paviršiniai ir popaviršiniai) defektai.

Todėl vystant galingas lazerines sistemas itin svarbu gerai suprasti tokius elementus sudarančių medžiagų optinio atsparumo fiziką ir objektyviai įvertinti PLSS.

Sios disertacijos tyrimo objektas yra dielektrinių medžiagų optinė pažaida nanosekundinių impulsų srityje. Šiuo atveju PLSS dažniausiai riboja ne pati medžiaga, iš kurios pagamintas optinis komponentas, o defektai, atsiradę optinio elemento gamybos metu (1.1 pav.). Skiriami vidiniai ir išoriniai (paviršiniai ir popaviršiniai) defektai. Vidiniai defektai – tai stechiometriniai dariniai, susidare elektroninėje medžiagos sandūroje: eksitoninės būsenos [37], spalviniai centrai [23, 38]. Tokios būsenos gali susidaryti optikos gamybos metu (pvz.: stiklo virimas, šaldymas) arba indukuotis medžiagą paveikus lazerio spinduliuote. Išoriniai defektai (1.1 pav.) – tai įvairios medžiagos struktūros [21, 22]: duobelės, lūžiai, įbrėžimai, įtrūkiai, poros, iskilimai, absorbuojantys intarpai, susidarę optinio elemento apdirbimo procesuose (pjaunant, šlifuojant, poliruojant, valant). Dauguma optinių elementų dengiami optinėmis dangomis. Dengimo procesas sąlygoja papildomų defektų formavimasi: garinimo metu į dangą gali patekti priemaišų, susidaryti struktūrinių gardelės defektų [39, 40] ir fokusuojančių mazgų [41–43]. Praktiškai optinių elementų atsparumą lazerio spinduliuotei dažniausiai riboja paviršinė, o ne tūrinė pažaida. Todėl disertacijoje pagrindinis dėmesys skiriamas būtent išoriniams, optikos apdirbimo procesų metu susidarantiems, defektams charakterizuoti.

Išorinius defektus galima tirti destrukciniais metodais, pvz., juos "atveriant" cheminiu ėsdinimu [44, 45], arba naudoti nedestrukcinius paviršiaus analizės metodus, pvz.: visiško atspindžio mikroskopiją [46, 47], optinę koherentinę tomografiją [48], akustinę mikroskopiją [49] ir kt. Nors abu metodai leidžia identifikuoti defektų egzistavimą ir analizuoti jų fizikines charakteristikas, nė vienas jų nėra tinkamas defektų tankio ar defektų PLSS pasiskirstymui optiniuose elementuose nustatyti. Šie du parametrai itin svarbūs siekiant optimizuoti ir plėtoti optikos gamybos procesus. Defektų tankio pasiskirstymas nuo defektų pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio aprašomas matematiniu modeliu, žinomu kaip **defektų ansamblis**. Pats paprasčiausias defektų ansamblio modelis – **išsigimęs ansamblis**, kai visi defektai turi tą patį pažaidos slenkstį. Toks atvejis matematiškai aprašomas delta funkcija. Bendru atveju defektų ansambliai gali būti apibūdinami ir sudėtingesniais modeliais: laipsniniu [50], Gauso [51] ar mišriais dėsniais [52–54]. Nustatyti tikrąjį defektų ansamblį yra sudėtinga. Jis gali būti įvertintas dviem metodais: netiesiogiai – pasitelkiant statistinius pažaidos tikimybės tyrimus [50–52, 55] ir tiesiogiai – taikant rastrinio skenavimo procedūrą [56–58]. Abu metodai taikomi disertaciniame darbe ir pristatomi plačiau tolesniuose skyriuose.

## 1.2 Statistiniai pažaidos tikimybės matavimai

Pažaidos tikimybės matavimai yra skirti medžiagų PLSS nustatymui. Jie reglamentuoti tarptautiniame ISO 21254 standarte [4]. Norint nustatyti optinio elemento pažaidos slenkstį, pirmiausia atliekamas statistinis matavimas, kurio metu tiriamojo bandinio paviršius suskaidomas į virtualių taškų (ekspozicijos vietų) matricą (1.2 pav. kairėje). Šioje disertacijoje pažaidos lazerio spinduliuote slenkstis tiriamas naudojantis vadinamąja 1-į-1 testavimo procedūra. Šiuo atveju kiekvienas bandinio taškas paveikiamas vienu lazerio spinduliuotės impulsu ir stebima, ar įvyko pažaida, ar ne. Tam tikras taškų skaičius yra testuojamas keičiant energijos įtėkio vertę. Eksponuojamų taškų skaičius, tenkantis vienai energijos įtėkio vertei, pasirenkamas laisvai, atsižvelgiant į atskiro bandinio matmenis ir paviršiaus formą. Atstumas tarp testuojamų taškų turi būti ne mažesnis negu 3 d, kur d – lazerio pluošto diametras  $1/e^2$  maksimalaus intensyvumo lygyje. Tarptautiniame standarte rekomenduojama vienai pasirinktai energijos įtėkio vertei eksponuoti ne mažiau kaip 10 taškų. Lazerio sukeltos pažaidos tikimybė, esant tam tikrai smailinio energijos įtėkio vertei  $F_p$ , ap-



1.2 pav. 1-į-1 PLSS matavimo principai. Kairėje: optinis elementas virtualiai sudalytas į testuojamų taškų matricą; kiekvienas taškas apšviečiamas tam tikro energijos įtėkio lazerio spinduliuote. Dešinėje: pažaidos tikimybės kreivė, kuriai pritaikius tiesinę regresiją, pagrįstą mažiausiųjų kvadratu metodu, nustatomas PLSS.

skaičiuojama pažeistų taškų skaičių  $k_i$  dalijant iš visų, tenkančiai šiai energijos įtėkio vertei, testuojamų taškų skaičiaus  $n_i$ :

$$P(F_{\rm p}) = \frac{k_{\rm i}}{n_{\rm i}}.\tag{1.1}$$

Lazerio sukeltos pažaidos tikimybės priklausomybė nuo energijos įtėkio atvaizduojama grafiškai. Remiantis ISO 21254 standartu, pažaidos slenkstis nustatomas ekstrapoliuojant pažaidos tikimybės kreivės taškus, taikant tiesinę regresiją, pagrįstą mažiausiųjų kvadratų metodu [4] (1.2 pav. dešinėje). Eksperimentinių duomenų analizei naudojant sudėtingesnius statistinius modelius, 1-į-1 pažaidos tikimybės kreivę galima susieti ir su defektų ansambliu. Toks matematinis modelis išsamiai pristatomas 2-ame disertacijos skyriuje.

## 1.3 Rastrinio skenavimo matavimai

Rastrinio skenavimo matavimu metu nustatoma pažaidų tankio priklausomybė nuo smailinio energijos įtėkio. Nanosekundinių impulsų srityje optinė pažaida yra siejama su defektų egzistavimu. Šiame kontekste defektai dažniausiai atpažįstami kaip krateriai, kurie susidarė defektus paveikus lazerio spinduliuote, kurios smailinis energijos įtėkis viršija defektų pažaidos slenkstį (1.3 pav. A). Todėl lokalizuotų pažaidų (kraterių) tankis tiesiogiai atspindi defektų tankį.



1.3 pav. Rastrinio skenavimo procedūros principai: A – optinė rastriškai nuskenuoto nedengto lydyto kvarco bandinuko paviršiaus nuotrauka. Krateriai, susidarę optinės pažaidos metu, interpretuojami kaip defektai; B – bandinys, sudalytas į virtualius sektorius. C – pažaidų tankio priklausomybė nuo kritusio smailinio energijos įtėkio.

Atliekant rastrinio skenavimo procedūrą, testuojamo optinio elemento paviršius virtualiai sudalijamas į sektorius (1.3 pav. B). Kiekvienas sektorius eksponuojamas 80 % Gauso pluošto sanklota. Skenuojant skirtingus sektorius, energijos įtėkis palaipsniui didinamas arba mažinamas, kol surenkama informacija apie dominantį energijos įtėkio verčių intervalą. Po matavimo kiekvienas eksponuotas sektorius inspektuojamas šviesaus lauko arba diferencinio interferencinio kontrasto (Nomarskio) mikroskopu. Tuomet optiniu mikroskopu užregistruojama kiekvieno sektoriaus nuotrauka. Iš užregistruotųjų nuotraukų, taikant skaitmeninius dalelių atpažinimo algoritmus, apskaičiuojamas matomų defektų kiekis  $N(F_p)$ . Eksperimentinis defektų

tankis  $m(F_p)$  įvertinamas naudojantis tokia formule:

$$m(F_{\rm p}) = \frac{N(F_{\rm p})}{A}.$$
(1.2)

Čia A yra eksponuoto sektoriaus plotas. Apskaičiuotas defektų tankis yra smailinio energijos įtėkio funkcija (1.3 pav. C). Aproksimuojant eksperimentinius duomenis, siekiama nustatyti, koks yra defektų ansamblis. Plačiau duomenų aproksimacijos modelis aprašomas 3-ame disertacijos skyriuje.

## 1.4 Eksperimentinė įranga

Disertaciniame tyrime atliekami dviejų tipų eksperimentiniai matavimai: pažaidos tikimybės ir rastrinio skenavimo. Abu matavimai atliekami specialia tam pritaikyta optine sistema (1.4 pav.), kuri sudaryta iš pagrindinės dalies ir dviejų atšakų: A, B. Pagrindinėje sistemos dalyje naudojamas lempomis ir diodais kaupinamas moduliuotos kokybės InnoLas SpitLight Hybrid Nd:YAG lazeris, turintis diodinį lazerinio užkrato šaltini. Lazeris generuoja 1064 nm 8 ns spinduliuote. Impulso laikinis plotis nustatomas pusės amplitudės aukštyje. Darbe naudojama trečioji lazerio harmonika (355 nm, 4 ns), kuri sukuriama naudojant du netiesinius kristalus. Impulsų energija reguliuojama ateniuatoriumi, kurį sudaro žingsniniu varikliu pasukama pusbanginė plokštelė ir du poliarizatoriai, veikiantys atspindžio režimu. Kiekvieno impulso energija matuojama dali (kelis procentus) spinduliuotės nukreipiant i fotodiodą, kuris yra sukalibruotas piroelektriniu galios matuokliu "Ophir". Erdvinis lazerio pluoštas charakterizuojamas prieš matavimą naudojantis kamera su krūvio sąsajos įtaisu ir 10 kartų vaizdą didinančia sistema. Kameros raiška –  $3.75 \ \mu m$ . Sistemoje taip pat yra mechaninė sklendė, kuri leidžia atskirti pavienius impulsus, esant 50 Hz pasikartojimo dažniui. Toliau sistema dalijama i dvi atšakas. Atšakoje A atliekami rastrinio skenavimo matavimai. Lazerio spinduliuotė nukreipiama į veidrodinį galvanometro skeneri su telecentriniu lešiu, kurio židinio nuotolis yra 150 mm. Skeneris sufokusuoja lazerio pluoštą į  $(18,3\pm1,0)$  µm dėmę ties  $1/e^2$  maksimalaus intensyvumo lygiu. Fokusuota lazerio spinduliuotė nukreipiama į fiksuotą laikiklį su tiriamuoju bandiniu. Rastrinio skenavimo procedūra atliekama kraipant lazerio spindulį veidrodiniu galvanometro skeneriu. Atšakoje B atliekami pažaidos tikimybės matavimai. Glaudžiamuoju lęšiu, kurio židinio nuotolis yra 30 cm, lazerio pluoštas fokusuojamas į  $(34,6\pm1,6) \mu$ m dėmę ties  $1/e^2$  maksimalaus intensyvumo lygiu. Mažas pluošto diametras yra pasirinktas siekiant užtikrinti aukštos erdvinės raiškos matavimus ir surinkti pakankamai duomenų pažaidos tikimybės intervale tarp 0 ir 1. Fokusuota lazerio spinduliuotė nukreipiama į žingsniniais varikliais valdomą transliacinę pozicionavimo sistemą su tiriamuoju bandiniu. Pažaidai fiksuoti naudojamas sklaidos kitimas, nes sklaida nuo pažeisto paviršiaus yra didesnė nei nuo nepažeisto. Atgalinė sklaida nuo testuojamo bandinio paviršiaus registruojama fotodiodu. Po matavimų atliekama testuojamų bandinių paviršių analizė diferencinio interferencinio kontrasto (Nomarskio) mikroskopu. Atlikus rastrinio skenavimo matavimus, bandinių paviršius papildomai tiriamas šviesaus lauko mikroskopu ir atominės jėgos mikroskopu.



1.4 pav. Eksperimentinė schema: SHG, THG – atitinkamai antrosios ir trečiosios harmonikų generavimo moduliai,  $\lambda/2$  – pusbangė ploštelė, M1, M2, M3 – nukreipiamieji veidrodžiai, W – pleištas, PD – fotodiodas, S – mechaninė sklendė, L – fokusuojantysis lęšis, FM – nulenkiamas veidrodis, GS – veidrodinio galvanometro skeneris, LT – telecentrinis fokusuojantysis lęšis.

## 1.5 Bandiniai

Disertaciniame darbe matavimai atliekami ant keturių tipų optinių elementų:

- nedengto lydyto kvarco (FS) pagrindukų,
- FS su monosluoksne SiO<sub>2</sub> danga,
- FS su monosluoksne HfO<sub>2</sub> danga,
- FS su daugiasluoksne didelio atspindžio HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> danga.

Bandiniai paruošti Fizinių ir technologijos mokslų centro Optinių dangų laboratorijoje. Dangos užgarintos ant FS pagrindukų naudojant jonapluoščio dulkinimo technologiją. Visi bandiniai yra papildomai kaitinti 300 °C temperatūroje vieną valandą. Detalus testavimui naudojamų bandinių aprašymas pateikiamas 1.1 lentelėje.

1.1 lentelė Disertaciniame darbe tiriamų bandinių charakteristikos. Optinis interferencinių dangų storis – ketvirtis bangos ilgio esant 355 nm bangos ilgio spinduliuotei. L – žemo lūžio rodiklio medžiagą (SiO<sub>2</sub>), H – aukšto lūžio rodiklio medžiaga (HfO<sub>2</sub>). Lūžio rodiklio vertės nurodomos 355 nm lazerio spinduliuotei.

Pagrindukas	Danga	Dangos struktūra	Fizinis dangos storis, nm	Lūžio rodiklis	Žymėjimas
	Nedengtas	_	_	1,477	FS
Lydytas kvarcas,	$SiO_2$	monosluoksnis	361	1,497	$FS + SiO_2$
storis 5 mm.	$HfO_2$	monosluoksnis	299	1,965	$FS + HfO_2$
	$HfO_2/SiO_2$	L(LH) <sup>20</sup>	L - 59,48 H - 45,49	L - 1,492 H - 1,951	HR

# 2 Optinio atsparumo metrologijos plėtotė

Tobulybės pasiekti neįmanoma, tačiau tik bandydami ją pasiekti galime įgyti meistriškumą. Vincas Lombardis, amerikietiškojo futbolo treneris.

Šio skyriaus medžiaga publikuota A3, A6-8 straipsniuose ir skelbta C3-6 mokslinėse konferencijose.

G. Batavičiūtės, P. Grigo, L. Smalakio ir A. Melninkaičio pristatytas pranešimas "Bayesian approach of laser-induced damage threshold analysis and determination of error bars" tarptautinėje konferencijoje SPIE "Laser Damage 2012" (Bolderis, Kolorado valstija, JAV) pelnė geriausio stendinio pranešimo apdovanojimą.

Pastarąjį dešimtmetį pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio metrologija yra viena aktualiausių problemų optinio medžiagų atsparumo srityje. Atlikus tarptautinius "round-robin" tyrimus [59–61] bei pasitelkus Monte-Karlo metodu pagrįstą modeliavimą [62], buvo parodyta, kad taikant ISO 21254 standarte rekomenduojamą PLSS įvertinimo metodiką gaunami rezultatai nėra tikslūs ir prastai atsikartoja. Neatsikartojančios PLSS vertės apsunkina teorinį fizikinių optinio atsparumo reiškinių modeliavimą ir rezultatų, užregistruotų skirtingose įstaigose, palyginimą. Be to, standartinė tyrimo metodika, pagrįsta tiesine regresija, nėra pritaikyta pažaidą sukeliančių defektų kiekybiniam vertinimui. Todėl šis disertacijos skyrius skirtas išsiaiškinti pagrindinius standartinės PLSS metrologijos ribojimus ir pasiūlyti sprendimus.

## 2.1 Pažaidos tikimybės modelis

Tiesine regresija pagrįstas PLSS įvertinimo modelis turi du trūkumus. Pirma, praktiškai naudojant šį metodą, dažnai reikia operatoriaus interpretacijų, kaip iš eksperimentiškai užregistruotų duomenų išskirti tiesinę dalį, kurioje taikoma tiesinė regresija. Skirtingų operatorių sprendimai analizuojant tą patį duomenų rinkinį gali būti nevienodi. Todėl, siekiant sumažinti nustatomų PLSS verčių neatsikartojamumą, būtina matavimo metrologijoje eliminuoti žmogiškąjį faktorių. Antra, taikant tiesinę regresiją, negalima PLSS matavimų susieti su pažaidą sukeliančiais defektais. Todėl pasiūlyta pažaidos kreives aproksimuoti naudojant pažaidos tikimybės modelį. Šis modelis pažaidos tikimybę susieja su į optinį elementą kritusios lazerio spinduliuotės smailiniu energijos įtėkiu  $F_0$  ir pažaidą sukeliančiais defektais išsibarsčiusiais tiriamo bandinio paviršiuje ir tūryje. Defektai charakterizuojami paviršiniu [50] arba tūriniu [51] defektų ansambliu. Tai matematinis modelis, kuris aprašo defektų tankio ploto (arba tūrio) vienete priklausomybę nuo defektų pažaidos slenksčio. Paprasčiausias defektų ansamblis pagrįstas prielaida jog visi defektai turi vienodą pažaidos slenkstį. Tai vadinamasis išsigimęs defektų ansamblis. Jis aprašomas delta funkcija. Taigi, toliau modeliuojant rezultatų atsikartojamumą, dėl paprastumo, buvo pasirinktas būtent šis ansamblis. Tuomet remiantis Puasono statistika [50, 63] galima parodyti, kad pažaidos tikimybė aprašoma taip:

$$P(F_0) = \begin{cases} 0 & \text{kai } F_0 < F_{\mathrm{T}}; \\ 1 - \exp(-M((\pi w^2)/2) \ln F_0/F_{\mathrm{T}}) & \text{kai } F_0 \ge F_{\mathrm{T}}. \end{cases}$$
(2.1)

Čia  $F_0$  – smailinis energijos įtėkis,  $F_T$  – defektų pažaidos slenkstis, w – Gauso pluošto spindulys, užregistruotas ties  $1/e^2$  maksimalaus intensyvumo lygiu, M – defektų tankis. Taikant pažaidos tikimybės modelį naudojamas visas pažaidos tikimybės kreivių intervalas, todėl išvengiama operatoriaus interpretacijų.

## 2.2 Eksperimentinių duomenų aproksimavimo būdai

Mažiausiųjų kvadratų metodas (MKM), kuris rekomenduojamas ISO 21254 standarte pažaidai lazerio spinduliuote nustatyti, tinkamas tik tada, kai kintamųjų skirstiniai yra simetriniai ir pasiskirstę pagal normalųjį dėsnį, kurio standartinis nuokrypis ir amplitudė yra pastovūs dydžiai. Pagrindiniai kintamieji PLSS matavimuose – pažaidos tikimybė ir smailinis energijos įtėkis. Pirmiausia apžvelgsime pažaidos tikimybės skirstinį. Jei pažaidos tikimybės skirstinys normalusis, tai pažaidos tikimybei priartėjus prie ribinių verčių (0 ir 1), ji gali įgyti vertes atitinkamai didesnes už 1 ir mažesnes už 0. Tokia situacija neturi fizikinės prasmės, todėl būtina įvesti papildomus ribojimus [4] arba pažaidos skirstinių aprašymui naudoti kitus modelius. Buvo parodyta, kad pažaidos tikimybės skirstiniai sėkmingai aprašomi binominiu dėsniu [64]. Analizuojant smailinį energijos įtėkį svarbu paminėti, kad nors jo skirstinys simetrinis, aprašomas Gauso funkcija, tačiau didėjant energijos įtėkiui, šio skirstinio standartinio nuokrypio absoliučioji vertė tai pat didėja. Todėl nors skirstinys išlieka simetrinis, jo standartinis nuokrypis ir amplitudė kinta. Dėl šių priežasčių mažiausiųjų kvadratų metodo taikymas, aproksimuojant pažaidos tikimybės kreivę, yra netinkamas ir gali lemti prastą nustatomų verčių PLSS atsikartojamumą. Todėl pasiūlyta naudoti didžiausiojo tikėtinumo metodą (DTM), kuris atsižvelgia į matuojamųjų dydžių skirstinių asimetriškumą.

Taikant DTM pažaidos slenksčiui nustatyti, kiekvienas pažaidos kreivės taškas susiejamas su modelio funkcija, aprašoma [2.1] formule. Tokiu būdu sudaroma didžiausiojo tikėtinumo funkcija L, kuri nusako ieškomųjų parametrų rinkinio verčių tinkamumą matavimo rezultatui. Statistiškai pažaidos slenksčio matavimai yra binominiai. Lazerio spinduliuote eksponavus testuojamą bandinio paviršiaus vietą, įmanomos tiktai dvi įvykio baigtys: pažaida įvyks (sėkmingas įvykis) arba pažaida neįvyks (nesėkmingas įvykis). Todėl pažaidos tikimybės verčių skirstinys gali būti aprašomas binominiu skirstiniu f(k), kuris aprašo k įvykių pasirodymo iš k bandymų tikimybę, jei tikroji įvykio tikimybė yra p.

$$f(k) = \binom{n}{k} p^k (1-p)^{n-k}.$$
 (2.2)

Čia  $\binom{n}{k}$  – binominis koeficientas. Eksperimento metu gauname tam tikras  $k_e$  ir  $n_e$  vertes esant įvairiems energijos įtėkiams F, kurias aproksimuojame pažaidos tikimybės modeliu aprašomu pagal [2.1] formulę. Tuomet tikėtinumo funkcija L, jog aproksimacijos vertė vienam taškui P atitinka eksperimentinius  $k_e$  ir  $n_e$  aprašoma taip:

$$L(P) = \binom{n_e}{k_e} P^{k_e} (1-P)^{n_e - k_e}.$$
 (2.3)

Visai aproksimacijos kreivei iš *i* taškų atskiri tikėtinumai sudauginami.

$$L(P_i) = \binom{n_{e,i}}{k_{e,i}} \prod_i P_i^{k_{e,i}} (1 - P_i)^{n_{e,i} - k_{e,i}}.$$
(2.4)

Šiuo atveju ieškomi parametrai yra tikimybės modelio kintamieji: defektų pažaidos slenkstis  $F_{\rm T}$  ir defektų tankis M, kurių sąsają su P išreiškia [2.1] formulė. Skaitmeniškai varijuojant M ir  $F_{\rm T}$  sudaromas dvimatis paviršius, kurio maksimali vertė atitinka didžiausią L funkcijos vertę (2.1 pav.). Tokiu atveju vertikalioji ir horizontalioji funkcijos L skirstinio dedamosios atitiks M ir  $F_{\rm T}$  parametrų pasiskirstymą. Atitinkamai susumavus dedamąsias, galima nustatyti Mir  $F_{\rm T}$  parametrų skirstinius ir iš jų įvertinti labiausiai tikėtinas defektų tankio ir pažaidos slenksčio vertes bei kiekvieno dydžio neapibrėžties intervalą.



2.1 pav. Dvimatis tikėtinumo funkcijos L paviršius, kuris naudojamas nustatyti M ir  $F_{\rm T}$  skirstiniams ir labiausiai tikėtinoms jų vertėms. PLSS PDF – pažaidos slenksčio skirstinys.

## 2.3 Skaitmeninis optinio atsparumo matavimų modelis

Siekiant patikrinti naujų siūlymų tinkamumą PLSS įvertinimui, svarbu atlikti nešališkus palyginamuosius tyrimus. Todėl naudojant "National Instruments Labview" platformą sukurtas Monte-Karlo metodu pagrįstas skaitmeninis 1-į-1 PLSS matavimų modelis, kuris leidžia simuliuoti realaus matavimo eksperimentines sąlygas, atlikti neribotą kiekį matavimų, tirti matavimo kintamųjų (energijos įtėkio ir pažaidos tikimybės skirstinius), taikyti tiek tiesinės, tiek ir netiesinės regresijos modelius duomenų



2.2 pav. Monte-Karlo metodu pagrįsta PLSS matavimų simuliacija. Pirmiausia sukuriamas virtualus bandinio paviršius su atsitiktinai jame išsibarsčiusiais defektais. Pavienis defektas interpretuojamas kaip taškas, turintis atsitiktines koordinates bandinio plokštumoje. Bandinio paviršius sudalytas į sekcijas, atitinkančias skirtingas testuojamų energijos įtėkių vertes ir taškų, testuojamų ties tais įtėkiais, kiekį. Žalias apskritimas atitinka lazerio pluošta, užregistruotą ties  $1/e^2$  maksimalaus intensyvumo lygiu. Vidinis apskritimas (mėlynas arba raudonas), naudojamas tikrinti, ar į šį plotą patenka bent vienas defektas, vaizduoja plotą virš slenkstinio energijos įtėkio  $F_{\rm T}$ . Raudona spalva žymimas pažeistas, o mėlyna - nepažeistas taškas.

aproksimavimui bei simuliuoti energijos įtėkio nestabilumus, siekiant teorinį modelį priartinti prie realaus matavimo. Pagrindiniai modeliavimo principai pavaizduoti 2.2 pav. Tyrimui pasirinktas išsigimęs defektų ansamblis, kurio defektų slenkstis ir tankis ploto vienete nurodomi iš anksto. Tačiau modelis gali būti pritaikytas ir sudėtingesniems defektų ansambliams tirti.

## 2.4 Pažaidos tikimybės modelio pataisa dėl energijos įtėkio neapibrėžties

Remiantis Monte-Karlo metodu, kiekvienai pasirinktai energijos įtėkio vertei atlikta 1000 matavimų ir nustatytas PLSS verčių pasiskirstymas. Taip užregistruotas dvimatis pažaidos tikimybės skirstinys (2.3 pav. viršutinė eilutė). Parodyta, kad naujasis modelis, paremtas didžiausiojo tikėtinumo metodu ir pažaidos tikimybe, susieta su išsigimusiu defektų ansambliu, gerai aprašo Monte-Karlo duomenis. Siekiant priartinti teorinį modelį prie realaus, buvo įvestas energijos įtėkio nestabilumas. Parodyta, kad eksperimentiniai rezultatai nukrypsta nuo modelio. Todėl atsiranda



2.3 pav. Dvimatis pažaidos tikimybės skirstinys, užregistruotas iš virtualių PLSS matavimų. Spalvų intensyvumas atitinka pasikartojimų skaičių pažaidos tikimybės skirstiniuose. Energijos įtėkio fliuktuacijos charakterizuojamos standartiniu nuokrypiu  $\sigma$ . Viršutinėje eilutėje – išmatuota pažaidos tikimybė po 1000 virtualių matavimų, kai testuojamojo bandinio defektų ansamblis yra išsigimęs. Idealaus eksperimento atveju (neįskaitant matavimo neapibrėžties) tokio bandinio pažaidos tikimybės kreivė atitinka (2.1) formulę (balta kreivė). Apatinėje eilutėje – teoriniai Monte-Karlo eksperimentus prognozuojantys dvimačiai pažaidos tikimybės skirstiniai, sumodeliuoti pagal binominį dėsnį. Šiuo atveju balta kreivė žymi pažaidos tikimybės modelį, į kurį įtraukta pataisa dėl energijos įtėkio svyravimų pagal (2.5) formulę.

sisteminė paklaida, t. y. atsitiktiniai energijos įtėkio svyravimai virsta sistemine matavimo paklaida. Atsižvelgiant į tai, pasiūlyta į pažaidos tikimybės modelį įvesti pataisą dėl matavimo neapibrėžties. Tam pirmiausia reikėjo parametrizuoti energijos įtėkio neapibrėžtį. Energijos įtėkio neapibrėžtis aprašoma kintančio branduolio Gauso funkcija. Todėl pasiūlyta modelio funkcijos "išsikreipimą" charakterizuoti kintančio branduolio Gauso funkcijos ir pažaidos tikimybės modelio funkcijos sąsūka. Tuomet pažaidos tikimybė būtų aprašoma taip:

$$P(F) = P(F_0, F_T, M) \otimes PDF_F(F_0, \sigma_{F_0}).$$

$$(2.5)$$

Čia  $\text{PDF}_F(F_0, \sigma_{F_0})$  – kintančio branduolio Gauso funkcija aprašomas energijos įtėkio skirstinys,  $\sigma_{F_0}$  – kintančio branduolio Gauso funkcijos standartinis nuokrypis. Siekiant patikrinti ar šis modelis tinka, buvo užregistruoti dvimačiai pažaidos tikimybės empiriniai skirstiniai, tarus, kad teoriniai skirstiniai yra binominiai (2.3 pav. apatinė eilutė). Parodyta, kad tokie teoriniai modeliavimai gerai atitinka Monte-Karlo metodu pagrįstus PLSS eksperimentų rezultatus. Šių duomenų aproksimavimui pritaikytas modelis, pataisytas pagal eksperimentinę matavimo neapibrėžtį, naudojant sąsūką (2.3 pav. apatinė eilutė, balta kreivė). Parodyta, kad šiuo atveju modelis atitinka eksperimentinius rezultatus.

## 2.5 Palyginamasis tyrimas

Standartinis ir naujai pasiūlytas metodas buvo palyginti tarpusavyje (2.4 pav.). Monte-Karlo metodu modeliuojamas bandinys, kurio defektų ansamblis išsigimęs. Defektų slenkstis 60 J/cm<sup>2</sup> ir tankis  $2x10^5$  def./cm<sup>2</sup> nurodyti iš anksto. Tariama, kad energijos įtėkio atsitiktinės fliuktuacijos yra 3 %. Tuomet atliekama 1000 pažaidos tikimybės matavimų. Iš užregistruotų duomenų pažaidos lazerio spinduliuote slenkstis pirmiausia įvertinamas taikant standartinį metodą, kuris pagrįstas tiesine regresija, o duomenys aproksimuojami mažiausiųjų kvadratų metodu (MKM). Re-



2.4 pav. Standartinio ir naujojo metodų palyginimas. Nustatytų PLSS verčių skirstiniai užregistruoti atlikus 1000 virtualių matavimų, taikant standartinę ir naujai pasiūlytą PLSS vertinimo metodiką.

miantis tais pačiais duomenimis, PLSS įvertinamas taikant naująjį metodą, pagrįstą pažaidos tikimybės modeliu. Jis įskaito pataisą dėl energijos įtėkio fliuktuacijų, o duomenys aproksimuojami taikant didžiausiojo tikėtinumo metodą. Parodyta, kad naujuoju metodu iki 6 kartų pagerinamas nustatomų PLSS verčių atsikartojamumas.

## 2.6 Išvados

Analizuojant optinio atsparumo metrologija Monte-Karlo metodu, parodyta, kad 1-j-1 pažaidos tikimybės tankio skirstiniai yra binominiai (asimetriniai), o testavimui naudojamo lazerio impulsų smailinio energijos įtėkio neapibrėžtis yra nepastovi – jos amplitudė proporcinga vidutinei įtėkio vertei. Dėl minėtų priežasčių eksperimentinių duomenų interpretavimui naudojant mažiausiųjų kvadratų regresiją atsiranda ženklios pažaidos slenksčio matavimų paklaidos. Todėl eksperimentinių duomenų analizei būtina metodika, atsižvelgianti į binominę duomenų prigimtį. Šiam tikslui geriau tinka didžiausiojo tikėtinumo metodas, kuris leidžia atsižvelgti į matavimo kintamųjų skirstinių formą. Skaitmeniniu modeliu ištirta lazerio impulsų smailinio įtėkio neapibrėžties itaka eksperimentiškai matuojamiems pažaidos tikimybės duomenims. Nustatyta, kad pažaidos lazerio spinduliuote kreivė sistemiškai iškreipiama dėl atsitiktinių energijos įtėkio fliuktuacijų kiekvieno lazerio impulso metu. Dėl atsitiktinės energijos svyravimų neapibrėžties atsiranda sisteminis nuokrypis tarp nustatytosios ir tikrosios pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio vertės. Pasiūlyta sąsūkos algoritmu pagrista modelio pataisa, kuri leidžia parametrizuoti energijos įtėkio fliuktuacijas. Tokiu būdu gaunamas matavimo rezultatas tampa beveik nepriklausomas nuo eksperimentinės irangos ir didėja nustatomų pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio verčių tikslumas.

# 3 Lazerinę pažaidą sukeliančių defektų kiekybinis vertinimas

Kiekvieną problemą svarstant, pravartu suabejoti. Suabejoję imamės tyrimo, o tirdami pažįstame tiesą. Pjeras Abelaras, prancūzų filosofas.

#### Šio skyriaus medžiaga publikuota A1, A4 straipsniuose ir skelbta C1 mokslinėje konferencijoje.

Parodyta, kad 1-į-1 pažaidos slenksčio metrologijoje, pritaikius pažaidos tikimybės modelį, kuriame įvestos pataisos dėl energijos fliuktuacijų ir duomenys aproksimuojami remiantis didžiausiojo tikėtinumo principu, pagerinamas PLSS matavimų tikslumas ir atsikartojamumas. Vienas svarbiausių naujojo modelio parametrų yra defektų ansamblis. Iki šiol taikėme paprasčiausią atvejį – išsigimusį defektų ansamblį. Tačiau tikrasis defektų ansamblis niekada nėra žinomas prieš PLSS matavimą, jis tik numanomas. Egzistuoja keturios pagrindinės prielaidos, kaip gali būti aprašomas defektų pažaidos slenksčių ir tankių pasiskirstymas lazeriniuose elementuose.

- Išsigimęs defektų ansamblis išsamiai aprašytas pirmajame skyriuje. Jis teigia, kad visi defektai ant bandinio paviršiaus turi vienodą pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstį ir matematiškai aprašomas delta funkcija [50]. Šiuo atveju pažaidos lazerio spinduliuote kreivė turi griežtai apibrėžtą slenkstį ir defektų tankį (3.1 pav. A).
- Laipsninis defektų ansamblis aprašomas laipsnine funkcija (3.1 pav. B) [50]. Defektų ansamblio ir pažaidos tikimybės kreivės forma priklauso nuo laipsnio rodiklio p. Jis gali aprašyti tiek laipsniškai didėjantį, tiek mažėjantį pasiskirstymą. Šiuo atveju defektų tankis yra begalinis. Absoliučioji defektų tankio vertė gali būti įvertinta tik tam tikram energijos įtėkio verčių intervalui.
- Gauso defektų ansamblis aprašomas normaliuoju skirstiniu (3.1 pav. C)
   [51]. Gauso skirstinio vidurkis T<sub>0</sub> atitinka vidutinį defektų pažaidos slenkstį. Kitaip tariant, defektų, kurių pažaidos slenkstis T<sub>0</sub>, ant bandinio paviršiaus yra



3.1 pav. Pagrindinės defektų ansamblių prielaidos (apačioje) ir juos atitinkančios pažaidos tikimybės kreivės (viršuje): A – išsigimęs defektų ansamblis, B – laipsninis defektų ansamblis, C – Gauso defektų ansamblis ( $T_0$  – vidutinis defektų pažaidos slenkstis,  $\Delta T$  – vienas standartinis nuokrypis), D – mišrus defektų ansamblis, sudarytas iš laipsninio ir išsigimusio defektų ansamblio.

daugiausia.  $\Delta T$  aprašo vieną Gauso funkcijos standartinį nuokrypį. Pagrindinis šios prielaidos trūkumas – Gauso funkcija griežtai apibrėžia tik vidutinį  $T_0$ , bet ne žemiausią defektų slenkstį. Pažaidos tikimybės kreivė artėja prie 0, bet niekada jo nepasiekia. Todėl šiuo atveju medžiagos PLSS nustatomas esant tam tikram pažaidos tikimybės lygiui. Rekomenduojama pateikti PLSS vertes, kurios atitinka 0,001 pažaidos tikimybę [51].

 Mišrus defektų ansamblis aprašomas sudėtiniais modeliais, kai apjungiami du ar daugiau anksčiau minėtų pasiskirstymų [52, 53] (3.1 pav. D) Paprastai tokios pažaidos tikimybės kreivės yra sudėtingos formos: atskiros pažaidos tikimybės kreivės dalys gali būti siejamos su skirtingais defektų ansambliais. Siuo atveju optinio elemento pažaidos slenkstį galima nustatyti taikant sudėtingą jungtinį modelį arba aproksimuojant tik dalį pažaidos tikimybės kreivės. Praktiškai tokių pažaidos kreivių interpretavimas labai priklauso nuo operatoriaus patirties ir įžvalgos.

Egzistuojant keliems defektų ansamblių modeliams, sunku nuspręsti, kurį modelį geriausia pasirinkti praktiškai aproksimuojant eksperimentines pažaidos tikimybės kreives, o nevienodi PLSS kriterijai įneša sumaišties lyginant skirtingose įstaigose išmatuotus rezultatus. Siekiant nustatyti tikrąjį bandinio defektų ansamblį, šalia pažaidos tikimybės matavimų buvo taikoma papildoma procedūra – rastrinio skenavimo matavimai. Šių matavimų metu nustatoma defektų tankio priklausomybė nuo smailinio energijos įtėkio. Iki šiol rastrinio skenavimo matavimai nebuvo tiesiogiai siejami su defektų ansamblių. Todėl buvo sukurta nauja metodika, kuri leidžia tiesiogiai susieti rastrinio skenavimo metodu gautus defektų tankius su pažaidą inicijuojančių defektų ansamblių matematiniais modeliais. Tuomet ant nedengto lydyto kvarco pagrindukų (FS) ir monosluoksnių SiO<sub>2</sub> dangų atlikti 1-į-1 pažaidos tikimybės ir rastrinio skenavimo metodu susambliai, nustatyti taikant du tyrimo metodus, palyginti tarpusavyje. Buvo tikėtasi, kad tik viena iš visų žinomų defektų ansamblių prielaidų geriausiai atitiks eksperimentinius rezultatus abiem atvejais.

## 3.1 Defektų ansamblio nustatymas iš rastrinio skenavimo duomenų

Rastrinio skenavimo matavimo principai išsamiai aptarti 1.3 skyrelyje. Čia aptarsime kaip eksperimentiškai užregistruotą defektų tankio priklausomybę susieti su matematiniu defektų ansamblio modeliu.

Atliekant rastrinio skenavimo matavimus, siekiama užtikrinti vienodą smailinį energijos įtėkį visame testuojamame plote (sektoriuje), todėl taikoma 80 % Gauso pluošto sanklota. Kiekvieno lazerio spinduliuotės impulso metu kritusios spinduliuotės pluošto diametras ir forma šiek tiek kinta. Todėl praktiškai kiekvienas sektorius vis



3.2 pav. A – efektyvusis skirstinys; B – histograma, atitinkanti smailinio energijos įtėkio verčių pasiskirstymą; C – integruota ir normuota histograma, naudojama kaip smailinio energijos įtėkio tikimybės tankio funkcija.

dėlto apšviečiamas netolygiai. Efektyvusis energijos įtėkio skirstinys, kuriuo iš tiesų eksponuojamas sektorius, gali būti nustatomas prieš matavimą iš jungtinės nuotraukos. Ją sudaro didžiausio intensyvumo taškai iš atskirų pluoštų nuotraukų (3.2 pav. A). Pasiskirstymai kraštuose yra netolygus, todėl tolesnei analizei naudojama tik centrinė skirstinio dalis. Iš jungtinės nuotraukos įvertinamas taškų pasiskirstymas (histograma), kuris atitinka smailinį energijos įtėkių pasiskirstymą. Jis sunormuotas atsižvelgiant į aukščiausią tašką (3.2 pav. B). Tuomet histogramos apibrėžtas plotas sunormuojamas į vienetinį. Taip apdorotas pasiskirstymas gali būti suprantamas kaip empirinė pasirinkto smailinio energijos įtėkio  $F_{\rm p}$  tikimybės tankio funkcija (angl. probability density function – PDF). Ji nusako lokalių energijos įtėkio verčių intervala, ties kuriuo iš tiesų eksponuojamas testuojamas paviršius. Suintegravę PDF, gausime kumuliacinę pasiskirstymo funkciją (angl. cumulative distribution function –  $CDF(F_p)$ ). Ji nusako tikimybę, kad atsitiktinis defektas bus apšviestas energijos įtėkiu, mažesniu nei  $F_{\rm p}$ . Tuomet tikimybė, kad defektas bus apšviestas energijos įtėkiu, didesniu nei  $F_{\rm p}$ , įvertinama taikant papildomą kumuliacinę pasiskirstymo funkciją (angl. complementary cumulative distribution function –  $CCDF(F_p)$ ):

$$CCDF(F_p) = 1 - CDF(F_p).$$
(3.1)

Naudojantis šios funkcijos ir spėjamo defektų ansamblio funkcijos sąsūka, nustatoma modelio kreivė, su kuria reikia aproksimuoti rastrinio skenavimo duomenis.

$$m^*(F_{\rm p}) = \int_0^{F_{\rm p}} \operatorname{CCDF}(F_{\rm p}, F) \cdot D(F) \mathrm{d}F.$$
(3.2)

Čia  $m^*(F_p)$  – defektų tankis nustatytas aproksimuojant eksperimentiškai išmatuotą defektų tankį  $m(F_p)$ , D(F)dF – tikrasis defektų ansamblis. Funkcijos D(F)dF kintamieji varijuojami tol, kol pasiekiamas geriausias  $m^*(F_p)$  atitikimas eksperimentiniams  $m(F_p)$ .

## 3.2 Defektų ansamblių palyginimas

Pažaidos tikimybės ir rastrinio skenavimo matavimų rezultatai testuojant FS bandinį pateikti 3.3 paveikslėlyje. Eksperimentiniai duomenys aproksimuoti taikant tris skirtingus defektų ansamblius: išsigimusį [50], laipsninį [50] ir Gauso [51]. Taikant laipsninį defektų ansamblį, buvo pasirinkti du praktiškai taikomi laipsnio p kitimo intervalai [-1, 1] (I laipsninis) [50, 65] ir [-1, 0] (II laipsninis) [55]. Defektų ansamblio tinkamumas buvo vertinamas pagal tai, kaip modelio kreivė atitinka eksperimentinius rezultatus. Atliekant pažaidos tikimybės matavimus, modelio tinkamumas vertintas pagal absoliučiąją didžiausiojo tikėtinumo funkcijos L vertę, o rastrinio skenavimo matavimuose – pagal vidutinę kvadratinę paklaidą (angl. mean square error – MSE). Parodyta, kad iš pažaidos tikimybės kreivių neįmanoma išskirti, kuris iš defektų ansamblių – laipsninis ar Gauso, geriau paaiškina eksperimentinius duomenis, nes Lsutampa neapibrėžties ribose. Dėl tos pačios priežasties iš rastrinio skenavimo duomenų negalima pasakyti, kuris laipsninio ansamblio modelis tinkamesnis. Panaši tendencija užregistruota ir tiriant SiO<sub>2</sub> monosluoksnius.

Nors ir nepavyko išskirti vieno defektų ansamblio, kuris geriausiai paaiškintų eksperimentinius rezultatus, buvo tikėtasi, kad kažkurie defektų ansambliai nustatyti skirtingais metodais sutaps (3.4 pav.). Tačiau sutapimo nepasiekta nė vienu tirtu atveju. Pirmą kartą parodyta, kad dvi šiuo metu naudojamos defektų charakterizavimo metodai nėra tapatūs vienas kitam. Lyginant defektų ansamblius, akivaizdu,



3.3 pav. Lydyto kvarco pagrindukų rezultatai. A: 1-į-1 pažaidos tikimybės kreivės (kairėje), defektų tankiai užregistruoti iš rastrinio skenavimo matavimų (dešinėje). L1 ir L2 žymi mažiausią defektų tankį, kuri galima užregistruoti darbe naudojama eksperimentine įranga, TR – taršos riba, kuri aptariama 3.3 skyriuje. B: didžiausiojo tikėtinumo funkcija (kairėje) ir vidutinė kvadratinė paklaida (dešinėje), įvertinta esant skirtingiems defektų ansambliams.

kad nustatytos absoliučiosios PLSS vertės ir defektų tankiai skiriasi. Be to, taikant I laipsninį defektų ansamblį FS bandiniui iš pažaidos tikimybės matavimų geriausias atitikmuo eksperimentiniams duomenis rastas, kai defektų pasiskirstymas laipsniškai mažėja, o iš rastrinio skenavimo duomenų – kai laipsniškai didėja. Dėl šių nesutapimų negalima vienareikšmiškai nustatyti koks defektų ansamblis iš tiesų egzistuoja testuojamo optinio bandinio paviršiuje.

## 3.3 Rastrinio skenavimo procedūros ribojimai

Siekiant išsiaiškinti kodėl skirtingais metodais nustatyti defektų ansambliai skiriasi, buvo išsamiai analizuojamas dar nestandartizuotos rastrinio skenavimo matavimų



3.4 pav. Defektų ansambliai, nustatyti taikant pažaidos tikimybės (juoda linija) ir rastrinio skenavimo (raudona linija) matavimus.

procedūros duomenų surinkimo protokolas. Iškelta prielaida, kad eksperimentinis defektų tankis gali būti įvertintas netiksliai dėl dviejų priežasčių: per didelis dėl šalutinių abliacijos produktų arba per mažas dėl dalelių jungimosi į klasterius. Tiriant pirmąją priežastį, bandiniai po rastrinio skenavimo matavimų buvo nuplauti ultragarsinėje vonelėje. Parodyta, kad dalis optiškai matomų dalelių nusiplauna abiejų tipų bandiniuose (3.5 pav. A). Optiniu mikroskopu stebimų dalelių kiekis po plovimo sumažėjo tiek lazerio spinduliuote apšviestame sektoriuje (3.5 pav. A – 1 sritis), tiek lazerio spinduliuotės nepaveiktuose kraštuose (3.5 pav. A – 2 sritis). Tai rodo, kad dalis optiškai stebimų dalelių nėra defektai, o tik paviršinė tarša. Siekiant išsiaiškinti ar visi taršos produktai buvo eliminuoti po plovimo, bandinių paviršius buvo tiriamas atominės jėgos mikroskopu.



3.5 pav. A: FS pagrinduko paviršius, užregistruotas optiniu šviesaus lauko mikroskopu prieš plovimo procedūrą ir po jos. 1 sritis yra bandinio eksponavimo zonoje, 2 sritis yra šalia jos.
B: krateriai, atitinkantys pažaidą dėl defektų, ir paviršinės taršos dalelės identifikuotos FS pagrinduko paviršiuje atominės jėgos mikroskopu.

Pastebėta, kad abiejuose bandiniuose dalis optiškai matomų dalelių yra krateriai, kurie atitinka defektus, o dalis – paviršinės dalelės identifikuotos kaip abliacijos taršos liekanos (3.5 pav. B). Tarša dalelėmis prasideda bandinį eksponuojant ties aukštesnėmis nei defektų pažaidos slenkstis energijos įtėkio vertėmis (3.6 pav.). Lydyto kvarco pagrindukų taršos riba (TR) nustatyta ties 50 J/cm<sup>2</sup>, o SiO<sub>2</sub> monosluoksnių – ties 10 J/cm<sup>2</sup>. Vertinti defektų tankį virš taršos ribos nerekomenduojama, nes krateriai ir abliacijos liekanos optiškai nėra atskiriami. Defektų tankis įvertintas iš AJM duomenų esant dviem kritinėms energijos įtėkio vertėms: žemiau ir aukščiau taršos ribos (3.3 pav.). Parodyta, kad iki taršos ribos, defektų tankiai nustatyti naudojant AJM ir šviesaus lauko mikroskopiją sutampa. Virš taršos ribos, defektų tankis nustatytas naudojant AJM yra mažesnis. Iš šių rezultatų galima spręsti, kad iš optinių nuotraukų įvertintas defektų tankis yra per didelis, nes taršos dalelės nėra atskiriamos nuo kraterių, išmuštų dėl defektų. Vertinant defektų ansamblius aptariamus 3.4 paveikslėlyje, rastrinio skenavimo duomenys virš taršos ribos nebuvo naudojami. Tačiau vis dar nėra žinoma, ar krateriai susiformavo dėl defekto, ar dėl abliacijos liekanos. Todėl tarša dėl abliacijos yra svarbus veiksnys, kuris galėjo lemti nustatytų defektų ansamblių nesutapimą.



3.6 pav. Lydyto kvarco pagrinduko paviršius, užregistruotas atominės jėgos mikroskopu esant skirtingoms smailinio energijos įtėkio vertėms.

Tiriant antrąją priežastį parodyta, kad bandinį eksponuojant ties energijos įtėkio vertėmis, didesnėmis nei defektų pažaidos slenkstis, defektai iš tiesų jungiasi į klasterius (3.7 pav.). Taikant automatinius dalelių atpažinimo algoritmus sunku išskirti, kiek iš tikro defektų yra viename klasteryje. Todėl tikėtina kad įvertintas defektų tankis yra mažesnis nei tikrasis. Šiame tyrime dalelių klasterizacija stebima esant energijos įtėkio vertėms, kurios atitinka taršos ribą. Dėl šios priežasties gali būti stebimas defektų tankio įsisotinimas esant energijos tankio vertėms aukštesnėms už taršos ribą.



3.7 pav. Dalelių klasterizacija lydyto kvarco pagrinduke, eksponuojant ties energijos įtėkio vertėmis, aukštesnėmis nei defektų pažaidos slenkstis.

## 3.4 Išvados

Sukurta metodika, leidžianti tiesiogiai susieti rastrinio skenavimo matavimo duomenis su pažaidą inicijuojančių defektų ansambliu, atsižvelgiant į efektyviojo – erdvinio energijos įtėkio skirstinio įtaką matavimo duomenims. Pirmą kartą atliktas tiesioginis eksperimentinių defektų ansamblių lydyto kvarco paviršiuje palyginimas taikant du tyrimo metodus: pažaidos tikimybės ir rastrinio skenavimo. Paaiškėjo, kad defektų ansambliai, nustatomi taikant abu šiuos metodus, skiriasi. Nustatyta, kad taikant rastrinio skenavimo procedūrą pasireiškia kraterių jungimasis į klasterius ir paviršiaus tarša dėl abliacijos produktų, kurios įtaka naujų kraterių kūrimui nėra iki galo ištirta.

# 4 Nauji lazerinę pažaidą optiniuose elementuose ribojančių procesų analizės metodai

Grandinė yra tiek stipri, kiek yra stipri silpniausioji jos grandis. Liaudies patarlė.

### Šio skyriaus medžiaga publikuota A2, A5 straipsniuose ir skelbta C2 mokslinėje konferencijoje.

Medžiagų optinio atsparumo matavimai suteikia žinių apie optinių elementų PLSS ir defektų pasiskirstymą. Tačiau siekiant plėtoti ir optimizuoti lazerinių elementų gamybos technologijas itin svarbu identifikuoti kuris gamybos procesas yra ribojantis. Kitaip tariant, svarbu ne tik nustatyti kiek stipri silpniausioji grandis, bet ir kur jos vieta grandinėje. Iki šiol modelis, kuris leistų išskirti, kuriame daugiasluoksnės dangos sluoksnyje ar bandinio dalyje (dangoje ar pagrinduke) įvyko optinė pažaida, nėra sukurtas. Todėl šio skyriaus tikslas – identifikuoti viso bandinio pažaidą ribojančius procesus (dengimą ar poliravimą). Tam pirmiausia išplėstas pažaidos tikimybės modelis, įskaičius kritusį lazerio spinduliuotės elektrinio lauko pasiskirstymą optiniame elemente. Metodika, kuri leidžia tyrinėti atskirus dangos sluoksnius, sudaro du etapai. Pirma, keičiant i optini elementą krintančios lazerio spinduliuotės kampą, manipuliuojama elektrinio lauko pasiskirstymu dangoje. Tokiu būdu galima valdyti kaip giliai elektrinis laukas įsiskverbia į medžiagą ir tyrinėti atskirus daugiasluoksnės dangos sluoksnius. Tuomet ties kiekvienu kampu papildomai išmatavus ir optinį medžiagų atsparumą galima nustatyti, kurie daugiasluoksnės dangos sluoksniai ar optinio elemento dalys yra ribojančios.

## 4.1 Tūrinis pažaidos tikimybės modelis

Elektromagnetinės bangos, kritusios į dielektrinį paviršių, gali būti iš dalies atspindėtos, sugertos arba praleistos. Be to, nuo pagrinduko ir dangos ribos arba tarp



4.1 pav. Tūrio  $V(|E_0|^2, |E_T|^2)$ , kuriame elektrinio lauko intensyvumas yra didesnis nei defektų pažaidos slenkstis, nustatymas. Linija erdviniame lazerio pluošte žymi  $1/e^2$  maksimalaus intensyvumo lygį.

daugiasluoksnės dangos sluoksnių gali vykti daugybiniai atspindžiai. Todėl būtina atsižvelgti į interferencinius reiškinius. Iki šiol pažaidos slenkstis buvo suprantamas kaip smailinis kritusios spinduliuotės energijos įtėkis  $F_{\rm p}$ . Tačiau, siekiant pažaidos tikimybės modelį išplėsti tūriniam atvejui, optinės pažaidos įvykis turi būti susietas su kritusios lazerio spinduliuotės elektriniu lauku. Tokia sąsaja randama atsižvelgiant į keturių dydžių proporcingumą. Į optinį elementą kritusios lazerio spinduliuotės smailinis energijos įtėkis  $F_{\rm p}$  yra proporcingas impulso energijai  $E_{\rm p}$ . Impulso energija yra proporcinga kritusiam energijos tankiui,  $ED_{\rm inc}$ , o jis proporcingas kritusio elektrinio lauko amplitudės modulio kvadratui  $|E|^2$  [66].

$$F_{\rm p} \propto E_{\rm p} \propto E D_{\rm inc} \propto |E|^2.$$
 (4.1)

Todėl analizuojant tūrinį atvejį, tarsime, kad pažaida optiniame elemente įvyksta tada, kai viršijamas tam tikras slenkstinis vidinis elektrinis laukas  $|E_{\rm T}|^2$  (arba trumpiau: vidinis laukas) [67]. Norint pritaikyti tikimybinį pažaidos modelį daugiasluoksnėse dangose, reikia apskaičiuoti kritusį elektrinį lauką išilgai bandinio plokščiosioms bangoms – 1D atvejis; kiekviename taške įvertinti erdvinius pluošto matmenis – 2D atvejis; bei suintegruoti juos visoje dangoje – 3D atvejis (4.1 pav.). Tridimensinis elektrinio lauko pasiskirstymas optiniame elemente buvo simuliuojamas skaitmeniniu laisvos prieigos OpenTMM paketu, pagrįstu sklaidos matricos algoritmu [68]. Plėtodami tūrinės pažaidos modelį laikomės prielaidos, kad pažaidą sukeliantys defektai yra taškiniai. Modeliuojant pažaidos tikimybę įvertinamas tūris  $V(|E_0|^2, |E_T|^2)$ , kuriame kritusio lazerio spinduliuotės elektrinio lauko intensyvumas  $|E_0|^2$  viršija defektų pažaidos slenkstį išreikštą elektrinio lauko modulio kvadrato vienetais  $|E_T|^2$ .

$$V(|E_0|^2, |E_{\rm T}|^2) = \int_{z_1}^{z_2} S(|E_0|^2, |E_{\rm T}|^2) \mathrm{d}z.$$
(4.2)

Slenkstinis tūris  $V(|E_0|^2, |E_T|^2)$  priklauso nuo erdvinio pluošto formos ir kritusio elektrinio lauko pasiskirstymo z kryptimi.  $z_1$  ir  $z_2$  nurodo intervalą, kuriame skaičiuojamas slenkstis. Tai gali būti vadinamojo Beilby sluoksnio storis arba dangos storis.

## 4.2 Poliravimo ir dengimo defektų identifikavimas

Matavimams buvo naudoti keturių tipų bandiniai: nedengtas lydyto kvarco bandinys (FS), monosluoksnės SiO<sub>2</sub> ir HfO<sub>2</sub> dangos (FS + SiO<sub>2</sub> ir FS + HfO<sub>2</sub>) bei daugiasluoksnės didelio atspindžio HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> dangos. 1-į-1 pažaidos tikimybės matavimai buvo vykdomi ties dviem elektrinio lauko kritimo kampais (0° ir 45°) ir dviem poliarizacijomis: s ir p. Kiekvienam bandiniui nustatytas elektrinio lauko pasiskirstymas.

### 4.2.1 Nedengto lydyto kvarco pagrindukai

Tyrimas pradėtas nuo nedengtų lydyto kvarco bandinukų. Eksperimentiškai išmatuotų pažaidos lazerio spinduliuote kreivės greitai statėja pažaidos tikimybės intervale nuo 0 iki 1, o užlinkimas kreivės apačioje matomas, dėl energijos įtėkio fliuktuacijų. (4.2 pav.). Toks pažaidos kreivių tipas gerai aprašomas išsigimusiu defektų ansambliu. Todėl būtent šis modelis buvo naudojamas tolesnėje tyrimo eigoje. Pažaidos tikimybės kreivės buvo aproksimuojamos ne po vieną, kaip įprasta taikant



4.2 pav. Pažaidos tikimybės kreivės, išmatuotos nedengto lydyto kvarco bandiniams, monosluoksniams ir didelio atspindžio veidrodžiams.

paviršinį pažaidos tikimybės modelį, o visos kartu. Modelio tinkamumas įvertintas pagal modelių kreivių atitikimą eksperimentiniams duomenims. Parodyta, kad tiriant nedengtą FS bandinį, modelis įskaitantis elektrinio lauko įtaką, buvo pritaikytas sėkmingai. Papildomai įvertintas maksimalus pasiekiamas vidinis laukas  $|E_{\rm T}|^2$ , kai energijos įtėkis yra slenkstinis (4.3 pav.). Parodyta, kad vidinis laukas, atitinkantis defektų pažaidą, išlieka vienodas keičiant kampą ir poliarizaciją. Tai rodo, kad pažaidą sukeliantys defektai yra pagrinduko tūryje. Tokie defektai siejami su poliravimo procesu, nes šiuo atveju danga pažaidos neįtakojo. Šią prielaidą patvirtina ir pažaidos morfologija, sudaryta iš taškelių (4.4 pav.), kurie siejami su poliravimo metu įnešamomis absorbuojančiomis priemaišomis.



4.3 pav. Maksimalus vidinis laukas  $|E_T|^2$ , pasiekiamas esant slenkstinėms energijos įtėkio vertėms visuose tiriamuosiuose bandiniuose.

#### 4.2.2 Monosluoksnės dangos

Toliau buvo tiriamos monosluoksnės dangos. Ir šiuo atveju pažaidos tikimybės kreivės buvo sėkmingai aproksimuotos taikant modelį, įskaitantį kritusio elektrinio lauko įtaką. Parodyta, kad absoliučioji PLSS vertė sumažėja tiek SiO<sub>2</sub>, tiek ir HfO<sub>2</sub> monosluoksnių atveju, lyginant su nedengto paviršiaus PLSS (4.2 pav.). Siekiant išsiaiškinti, kuris iš optikos gamybos procesų (poliravimas ar dengimas) pasižymi atsparumą ribojančiais defektais, vidiniai slenkstiniai vidiniai laukai  $|E_{\rm T}|^2$  įvertinti du kartus, priėmus dvi skirtingas prielaidas. Vienu atveju pažaidą lemia poliravimo defektai, pasiskirstę Beilby sluoksnyje po danga, o kitu – dangos tūryje esantys defektai (4.3 pav.). Palyginus rezultatus matyti, kad abiems monosluoksnėms dangoms visiems kampams bei poliarizacijoms slenkstinis vidinis laukas  $|E_{\rm T}|^2$  yra daug mažesnis nei FS bandinio atveju (4.3 pav.). Toks rezultatas būtų tikėtinas, jei pažaidos lazerio spinduliuote slenkstį apribotų danga, t. y. defektai, išsidėstę dangos tūryje. Tačiau tam tikrų dvejonių sukelia tai, kad monosluoksnių dangų pažaidos morfologija (4.4 pav.) yra pakankamai panaši į nedengtų lydyto kvarco bandinių. Be to, slenkstiniai

vidiniai  $|E_{\rm T}|^2$  abiem monosluoksniams sutampa neapibrėžties ribose (4.3 pav.). Tai reikštų, kad dengiamoji medžiaga neturi įtakos PLSS sumažėjimui, o svarbus tik pats dengimo procesas. Taigi siekiant vienareikšmiškai išsiaiškinti, kuris iš optikos gamybos procesų (poliravimas ar dengimas) riboja optinio elemento atsparumą lazerio spinduliuotei, buvo atlikti papildomi tyrimai daugiasluoksnėse dangose.

### 4.2.3 Didelio atspindžio veidrodžiai

Siekiant išsiaiškinti prieštaringus monosluoksnių dangų rezultatus, toliau buvo tiriamas daugiasluoksnis didelio atspindžio  $HfO_2/SiO_2$  veidrodis. Šiuo atveju elektrinis laukas neįsiskverbia iki pagrinduko ir pažaidą lemia danga. Šią prielaidą patvirtina užregistruota pažaidos morfologija (4.4 pav.). Stebimas dangos atsilupimas, o ne pažaida iš pavienių taškų kaip nedengto lydyto kvarco atveju.



4.4 pav. Tipinės testuotų bandinių pažaidų morfologijos, kuomet lazerio spinduliuotės kritimo kampas lygus 0°.

Jei monosluoksnių dangų atveju pažaida ribojama dengimo proceso, tuomet pažaidos slenkstis veidrodyje ir slenkstiniai vidiniai  $|E_{\rm T}|^2$ , pasiekiami skirtingose veidrodžio sluoksniuose, turėtų sutapti su monosluoksnėmis dangomis. Tačiau užregistruoti rezultatai nepatvirtina šios prielaidos. Pirmiausia PLSS veidrodžiuose yra aukštesnis nei monosluoksniuose (4.2 pav.). Taip pat, jei monosluoksnėje dangoje matomi taškeliai būtų kilę iš dangos tūrio, tą patį stebėtume ir veidrodinės dangos atveju. Tačiau taip nėra (4.4 pav.). Be to,  $|E_{\rm T}|^2$  kitimas priklauso nuo kampo ir poliarizacijos tiek SiO<sub>2</sub>, tiek ir HfO<sub>2</sub> veidrodžio sluoksniuose (4.3 pav.). Kai SiO<sub>2</sub> sluoksnį lazerio pluoštas krinta 0° kampu, slenkstinis vidinis laukas  $|E_{\rm T}|^2$  palyginamas su nedengto kvarco bandiniu ties 0° kampu. Šiuo atveju pažaidos lazerio spinduliuote kreivių aproksimuoti modeliu, įskaitančiu vien tik kritusio elektrinio lauko įtaką, nepavyko.

Atsižvelgus į visus nesutapimus, buvo padaryta prielaida, kad atskirų sluoksnių pažaidos slenkstis veidrodyje gali mažėti einant gilyn į dangą. Pastebėta, kad atskirų veidrodį sudarančių HfO<sub>2</sub> ir SiO<sub>2</sub> sluoksnių, esančių giliau nei 300 nm skaičiuojant nuo dangos paviršiaus, vidiniai slenkstiniai laukai  $|E_{\rm T}|^2$  pradeda sutapti (4.3 pav.). Tuomet į modelį buvo įtraukta pataisa, kad viršutinių sluoksnių PLSS veidrodyje yra aukštesnis nei gilesniųjų. Tokia modelio korekcija leido sėkmingai aproksimuoti veidrodžio pažaidos tikimybės kreives. Fizikinės priežastys kodėl gilesni veidrodžio sluoksniai turi mažesnį PLSS nei viršutiniai yra neaiškios. Jos galėtų būti siejamos su grūdinimo procesu, nevienodais mikro ir makro įtempiais ar lokaliu šilumos kaupimu [69]. Atsižvelgiant į tai, kad viršutinių veidrodžio sluoksnių ir nedengto kvarco vidiniai slenkstiniai laukai yra daug aukštesni nei tie, kurie stebimi monosluoksnių ir gilesnių veidrodžio sluoksnių atvejais, galima daryti prielaidą, jog egzistuoja taip vadinami sąveikos efektai. T. y. pavieniam procesui (dengimui arba poliravimui) optinio elemento PLSS aukštesnis, negu tais atvejais, kai abu procesai taikomi kartu. Tikėtina, kad toks rezultatas susijęs su vadinamuoju matricos efektu [70]. Tyrinėjant dirbtinius defektus, buvo parodyta, kad defektus uždengus danga PLSS sumažėja, nes kritusia lazerio spinduliuote absorbuoja ne vien defektas bet ir defekta supančia matrica sklindantis lazerio spinduliuotės indukuotas sugerties frontas. Tai galėtų paaiškinti poliravimo defektų PLSS sumažėjimą, juos uždengus monosluoksnėmis dangomis, vienodą pažaidų morfologiją ir beveik vienodą pažaidos slenkstį stebimą monosluoksnėms dangoms sudarytoms iš skirtingų medžiagų.

## 4.3 Išvados

Palyginus vidinį maksimalų  $|E|^2$ , pasiekiamą optiniuose elementuose ties slenkstiniu energijos įtėkiu, parodyta, kad pažaidos lazerio spinduliuote slenksčio sumažėjimas, stebimas monosluoksnėse SiO<sub>2</sub> ir HfO<sub>2</sub> dangose, užgarintose ant lydyto kvarco pagrinduko, jas eksponuojant nanosekundine UV (355 nm) spinduliuote, gali būti siejamas su poliravimo defektais, kurių pažaidos lazerio slenkstis sumažėjo dėl ant jų padengtos dangos sluoksnio. Šią prielaidą patvirtina trys faktai: artimas vienas kitam kraterių tankis nedengto lydyto kvarco pagrinduko ir monosluoksnių dangų paviršiuje, bei daug aukštesni toleruojami maksimalūs vidiniai  $|E|^2$  ties slenkstiniu energijos įtėkiu, pasiekiami aukšto atspindžio HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> veidrodžiuose, sudarytuose iš tokių pat medžiagų kaip ir monosluoksnių atveju ir sutampantis vidinis pažaidos slenkstis abiem vienasluoksniams badiniams sudarytiems iš skirtingų medžiagų. Pažaidos slenksčio tendencijos keičiant kritimo kampą ir poliarizaciją, stebimos didelio atspindžio HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> veidrodžiuose, gali būti paaiškintos tarus, kad pažaidos slenkstis ją sudarančiuose sluoksniuose kinta priklausomai nuo dangos sluoksnio pozicijos paviršiaus atžvilgiu (gylio).

## Literatūra

- 1. T. H. Maiman, Stimulated optical radiation in ruby, Nature 187, 493–494 (1960).
- 2. R. M. Wood, Laser damage in optical materials (A. Hilger, Bristol, 1986).
- D. Ristau, Laser-Induced Damage in Optical Materials (CRC press, Taylor & Francis Group, Florida, 2014).
- 21254-1: Determination of laser-induced damage threshold of optical surfaces Part 1: 1-on-1 test, ISO (2011).
- P. D. Maker, R. W. Terhune, and C. M. Savage, Optical third harmonic generation, J. Exp. Theor. Phys.+ 1, 1559 (1964).
- C. R. Giuliano, Laser-induced damage to transparent dielectric materials, Appl. Phys. Lett. 5(7), 137–139 (1964).
- J. H. Cullom and R. W. Waynant, Determination of laser damage threshold for various glasses, Appl. Optics 3(8), 989–990 (1964).
- M. Hercher, Laser-induced damage in transparent media, J. Opt. Soc. Am. 54(4), 563 (1964).
- R. R. Gattass and E. Mazur, Femtosecond laser micromachining in transparent materials, Nat. Photonics 2(4), 219–225 (2008).
- N. Bloembergen, Laser-induced electric breakdown in solids, IEEE J. Quantum Elect. 10(3), 375–386 (1974).
- S. C. Jones, P. Braunlich, R. T. Casper, X. A. Shen, and P. Kelly, Recent progress on laser-induced modifications and intrinsic bulk damage of wide-gap optical materials, Opt. Eng. 28(10), 281039 (1989).
- K. Yoshida, N. Umemura, N. Kuzuu, H. Yoshida, T. Kamimura, and T. Sasaki, Wavelength dependence of laser-induced damage in fused silica and fused quartz, Proc. SPIE **3244**, 164–175 (1998).
- N. Kuzuu, K. Yoshida, H. Yoshida, T. Kamimura, and N. Kamisugi, Laser-induced bulk damage in various types of vitreous silica at 1064, 532, 355, and 266 nm: evidence of different damage mechanisms between 266 nm and longer wavelengths, Appl. Optics 38(12), 2510–2515 (1999).
- 14. C. W. Carr, H. B. Radousky, and S. G. Demos, Wavelength dependence of laser-induced damage: determining the damage initiation mechanisms, Phys.

Rev. Lett. **91**(12), 127402 (2003).

- M. Jupé, L. Jensen, A. Melninkaitis, V. Sirutkaitis, and D. Ristau, Calculations and experimental demonstration of multi-photon absorption governing fs laser-induced damage in titania, Opt. Express 17(15), 12269–12278 (2009).
- E. S. Bliss, Pulse duration dependence of laser damage mechanisms, Opto-Electron. Rev. 3(2), 99–108 (1971).
- D. Du, X. Liu, G. Korn, J. Squier, and G. Mourou, Laser-induced breakdown by impact ionization in SiO<sub>2</sub> with pulse widths from 7 ns to 150 fs, Appl. Phys. Lett. 64(23), 3071–3073 (1994).
- B. C. Stuart, M. D. Feit, S. Herman, A. M. Rubenchik, B. W. Shore, and M. D. Perry, Nanosecond-to-femtosecond laser-induced breakdown in dielectrics, Phys. Rev. B 53(4), 1749 (1996).
- G. Batavičiūtė, E. Pupka, V. Pyragaitė, L. Smalakys, and A. Melninkaitis, Effect of longitudinal laser mode beating in damage probability measurements, Proc. SPIE 8885, 88851M (2013).
- M. Mero, J. Liu, W. Rudolph, D. Ristau, and K. Starke, Scaling laws of femtosecond laser pulse induced breakdown in oxide films, Phys. Rev. B 71(11), 115109 (2005).
- N. Bloembergen, Role of cracks, pores, and absorbing inclusions on laser induced damage threshold at surfaces of transparent dielectrics, Appl. Optics 12(4), 661–664 (1973).
- M. R. Kozlowski and R. Chow, Role of defects in laser damage of multilayer coatings, Proc. SPIE 2114, 640–649 (1994).
- L. Skuja, Optically active oxygen-deficiency-related centers in amorphous silicon dioxide, J. Non-cryst. Solids 239(1), 16–48 (1998).
- 24. L. Gallais, D. Douti, M. Commandré, G. Batavičiūtė, E. Pupka, M. Sčiuka, L. Smalakys, V. Sirutkaitis, and A. Melninkaitis, Wavelength dependence of femtosecond laser-induced damage threshold of optical materials, J. Appl. Phys. **117**(22), 223103 (2015).
- W. Riede, H. Schröder, G. Batavičiūtė, D. Wernham, A. Tighe, F. Pettazzi, and J. Alves, Laser-induced contamination on space optics, Proc. SPIE **8190**, 81901E (2011).

- W. Riede, P. Allenspacher, H. Schröder, D. Wernham, and Y. Lien, Laser-induced hydrocarbon contamination in vacuum, Proc. SPIE 5991, 59910H (2005).
- L. Jensen, M. Jupé, H. Mädebach, H. Ehlers, K. Starke, D. Ristau, W. Riede, P. Allenspacher, and H. Schröder, Damage threshold investigations of high-power laser optics under atmospheric and vacuum conditions, Proc. SPIE 6403, 64030U (2006).
- K. Mikami, S. Motokoshi, M. Fujita, T. Jitsuno, and K. A. Tanaka, Laser-induced damage thresholds of optical coatings at different temperature, Proc. SPIE 8190, 81900A (2011).
- K. Mikami, S. Motokoshi, T. Somekawa, T. Jitsuno, M. Fujita, and K. A. Tanaka, Temperature dependence of laser-induced damage threshold of optical coatings at different pulse widths, Opt. Express 21(23), 28719–28728 (2013).
- 30. L. Yang, X. D. Yuan, H. X. Deng, X. Xiang, W. G. Zheng, S. B. He, Y. Jiang, H. B. Lv, L. Ye, H. J. Wang, et al., Influence of ambient temperature on nanosecond and picosecond laser-induced bulk damage of fused silica, Adv. Cond. Matter Phys. 5 (2014).
- 31. C. A. Haynam, P. J. Wegner, J. M. Auerbach, M. W. Bowers, S. N. Dixit, G. V. Erbert, G. M. Heestand, M. A Henesian, M. R. Hermann, K. S. Jancaitis, et al., National Ignition Facility laser performance status, Appl. Optics 46(16), 3276–3303 (2007).
- N. Fleurot, C. Cavailler, and J. L. Bourgade, The Laser Megajoule Project dedicated to inertial confinement fusion: Development and construction status, Fusion Eng. Des. 74(1), 147–154 (2005).
- 33. J. P. Chambaret, O. Chekhlov, G. Cheriaux, J. Collier, R. Dabu, P. Dombi, A. M. Dunne, K. Ertel, P. Georges, J. Hebling, et al., Extreme light infrastructure: laser architecture and major challenges, Proc. SPIE 7721, 77211D (2010).
- 34. A. M. Rubenchik and M. D. Feit, Initiation, growth, and mitigation of UV-laser-induced damage in fused silica, Proc. SPIE 4679, 79–95 (2002).
- 35. S. Papernov, A. W. Schmid, A. L. Rigatti, and J. Howe, Establishing links between single gold nanoparticles buried inside SiO<sub>2</sub> thin film and 351 nm pulsed-laser damage morphology, Proc. SPIE 4679, 282–292 (2002).
- 36. F. Jansen, The columnar microstructure and nodular growth of  $a-As_2S_3$  films,

Thin Solid Films **78**(1), 15–24 (1981).

- 37. S. S. Mao, F. Quéré, S. Guizard, X. Mao, R. E. Russo, G. Petite, and P. Martin, Dynamics of femtosecond laser interactions with dielectrics, Appl. Phys. A-Mater. 79(7), 1695–1709 (2004).
- 38. L. Courrol, R. Samad, L. Gomez, I. Ranieri, S. Baldochi, A. Zanardi de Freitas, and N. Vieira, Color center production by femtosecond pulse laser irradiation in LiF crystals, Opt. Express 12(2), 288–293 (2004).
- J. DiJon, T. Poiroux, and C. Desrumaux, Nano absorbing centers: a key point in the laser damage of thin films, Proc. SPIE 2966, 315–325 (1997).
- 40. O. Stenzel, S. Wilbrandt, S. Yulin, N. Kaiser, M. Held, A. Tünnermann, J. Biskupek, and U. Kaiser, Plasma ion assisted deposition of hafnium dioxide using argon and xenon as process gases, Opt. Mater. Express 1(2), 278–292 (2011).
- 41. Y. Shan, H. He, C. Wei, S. Li, M. Zhou, D. Li, and Y. Zhao, Geometrical characteristics and damage morphology of nodules grown from artificial seeds in multilayer coating, Appl. Optics 49(22), 4290–4295 (2010).
- 42. C. J. Stolz, F. Y. Génin, and T. V. Pistor, Electric field enhancement by nodular defects in multilayer coatings irradiated at normal and 45 incidence, Proc. SPIE 5273, 41–49 (2004).
- 43. X. Cheng, J. Zhang, T. Ding, Z. Wei, H. Li, and Z. Wang, The effect of an electric field on the thermomechanical damage of nodular defects in dielectric multilayer coatings irradiated by nanosecond laser pulses, Light Sci. Appl. 2(6), e80 (2013).
- 44. P. E. Miller, T. I. Suratwala, L. L. Wong, M. D. Feit, J. A. Menapace, P. J. Davis, and R. A. Steele, The distribution of subsurface damage in fused silica, Proc. SPIE **5991**, 599101 (2005).
- Z. Wang, Y. Wu, Y. Dai, and S. Li, Subsurface damage distribution in the lapping process, Appl. Optics 47(10), 1417–1426 (2008).
- 46. Z. M. Liao, S. J. Cohen, and J. R. Taylor, Total internal reflection microscopy (TIRM) as a nondestructive subsurface damage assessment tool, Proc. SPIE 2428, 43–53 (1995).
- L. M. Sheehan, M. R. Kozlowski, and D. W. Camp, Application of total internal reflection microscopy for laser damage studies on fused silica, Proc. SPIE 3244, 282–295 (1998).

- 48. S. G. Demos, M. Staggs, K. Minoshima, and J. Fujimoto, Characterization of laser-induced damage sites in optical components, Opt. Express 10(25), 1444–1450 (2002).
- D. Rats, J. von Stebut, and F. Augereau, High frequency scanning acoustic microscopy: a novel non-destructive surface analytical tool for assessment of coating-specific elastic moduli and tomographic study of subsurface defects, Thin Solid Films 355, 347–352 (1999).
- J. O. Porteus and S. C. Seitel, Absolute onset of optical surface damage using distributed defect ensembles, Appl. Optics 23(21), 3796–3805 (1984).
- H. Krol, L. Gallais, C. Greezes-Besset, J. Y. Natoli, and M. Commandré, Investigation of nanoprecursors threshold distribution in laser-damage testing, Opt. Commun. 256(1-3), 184–189 (2005).
- 52. A. Melninkaitis, G. Batavičiūtė, and V. Sirutkaitis, Numerical analysis of laser-induced damage threshold search algorithms and their uncertainty, Proc. SPIE 7504, 75041D (2009).
- J. Y. Natoli, L. Gallais, H. Akhouayri, and C. Amra, Laser-induced damage of materials in bulk, thin-film, and liquid forms, Appl. Optics 41(16), 3156–3166 (2002).
- 54. S. Liukaitytė, G. Batavičiūtė, E. Pupka, M. Ščiuka, I. Kraujalienė, D. Tumosa, A. Skrebutėnas, K. Juškevičius, T. Tolenis, S. Kičas, R. Drazdys, R. Buzelis, and A. Melninkaitis, Effect of conventional fused silica preparation and deposition techniques on surface roughness, scattering, and laser damage resistance, Proc. SPIE 8530, 853027 (2012).
- 55. T. A. Laurence, J. D. Bude, S. Ly, N. Shen, and M. D. Feit, Extracting the distribution of laser damage precursors on fused silica surfaces for 351 nm, 3 ns laser pulses at high fluences (20-150 J/cm<sup>2</sup>), Opt. Express **20**(10), 11561–11573 (2012).
- 56. S. Schwartz, M. D. Feit, M. R. Kozlowski, and R. P. Mouser, Current 3-ω large optic test procedures and data analysis for the quality assurance of National Ignition Facility optics, Proc. SPIE **3578**, 314–321 (1999).
- 57. M. D. Feit, A. M. Rubenchik, M. R. Kozlowski, F. Y. Genin, S. Schwartz, and L. M. Sheehan, Extrapolation of damage test data to predict performance of

large-area NIF optics at 355 nm, Proc. SPIE **3578**, 226–234 (1999).

- L. Lamaignère, T. Donval, M. Loiseau, J. C. Poncetta, G. Razé, C. Meslin,
   B. Bertussi, and H. Bercegol, Accurate measurements of laser-induced bulk damage density, Meas. Sci. Technol. 20(9), 095701 (2009).
- A. F. Stewart and A. H. Guenther, Laser-induced damage: an introduction, Appl. Optics 23(21), 3741–3742 (1984).
- W. Riede, U. Willamowski, M. Dieckmann, D. Ristau, U. Broulik, and B. Steiger, Laser-induced damage measurements according to ISO/DIS 11 254-1: results of a national round robin experiment on Nd: YAG laser optics, Proc. SPIE 8147, 96–105 (1998).
- 61. J. W. Arenberg, W. Riede, U. Broulik, B. Steiger, U. Willamowski, and D. Ristau, National round-robin test on laser induced damage at 1.064 μm: Revised data reduction and correlation analysis, Proc. SPIE **2258**, 645–656 (1999).
- G. Batavičiūtė, P. Grigas, L. Smalakys, and A. Melninkaitis, Revision of laser-induced damage threshold evaluation from damage probability data, Rev. Sci. Instru. 84, 045108 (2013).
- S. K. Katti and A. V. Rao, Handbook of the poisson distribution, Technometrics 10(2), 412 (1968).
- 64. A. Hildenbrand, F. R. Wagner, H. Akhouayri, J. Y. Natoli, and M. Commandré, Accurate metrology for laser damage measurements in nonlinear crystals, Opt. Eng. 47(8), 083603 (2008).
- R. M. O'Connell, Onset threshold analysis of defect-driven surface and bulk laser damage, Appl. Optics **31**(21), 4143–4153 (1992).
- 66. L. Smalakys, G. Batavičiūtė, E. Pupka, and A. Melninkaitis, Parametric analysis of damage probability: a tool to identify weak layers within multilayer coatings, Appl. Opt. 54(10), 2953–2962 (2015).
- 67. J. Jasapara, A. V. V. Nampoothiri, W. Rudolph, D. Ristau, and K. Starke, Femtosecond laser pulse induced breakdown in dielectric thin films, Phys. Rev. B 63, 045117 (2001).
- A. J. Yuffa and J. A. Scales, Object-oriented electrodynamic S-matrix code with modern applications, J. Comput. Phys. 231(14), 4823–4835 (2012).
- 69. F. Y. Genin, C. J. Stolz, T. A. Reitter, M. R. Kozlowski, R. P. Bevis, and

M. K. Von Gunten, Effect of electric field distribution on the morphologies of laser-induced damage in hafnia-silica multilayer polarizers, Proc. SPIE **2966**, 342–352 (1997).

 S. Papernov and A. W. Schmid, Correlations between embedded single gold nanoparticles in SiO<sub>2</sub> thin film and nanoscale crater formation induced by pulsed-laser radiation, J. Appl. Phys. **92**(10), 5720–5728 (2002).

# Summary

Intense laser radiation is controlled using optical elements. When it exceeds the optical resistance limit (LIDT - Laser-Induced Damage Threshold) the element is damaged. In developing high-power laser systems, it is, therefore, of crucial importance to accurately assess LIDT of optical elements. In the nanosecond pulse regime, LIDT is determined by laser light-absorbing nano-size defects inherently occurring on the surfaces and in the bulk of transparent materials in the process of manufacturing. Thus, the aim of the thesis is to advance optical resistance metrology towards better quantification of laser damage precursors. By employing Monte Carlo method, it has been shown that maximum likelihood based evaluation procedure, which takes into consideration the binomial nature of damage probability measurement, helps to improve the repeatability of determined LIDT values, as compared with standard approach based on the least squares method. The accuracy of the determined results increases when the fluence fluctuations are taken into account in the damage probability model. These improvements have been tested by 1-on-1 LIDT measurements in the nanosecond pulse regime and at a wavelength of 355 nm. In order to assess the true distributions of defect ensembles of damage precursors, a direct comparison of two methods, i.e. raster scan and damage probability measurements, has been performed for the first time. It has been shown that in order to interpret defect density dependence on peak laser fluence correctly, spatial intensity distribution should be taken into account. The research has shown that extracted defect ensembles do not match. Most likely it is due to surface contamination by ablation particles that takes place during raster scan procedure. In an attempt to understand the role of defects in multilayer coatings better, optical resistance metrology has been expanded to include interference phenomena and volumetric defect ensembles. A new statistical tool for interpreting data on damage probability measurements has been created, which allows for a better understanding of the properties of surface defects occurring in the process of polishing when they are additionally deposited with transparent layers. Also, it has been revealed that the LIDT of identical layers forming multilayer highly reflective  $HfO_2/SiO_2$  mirror coating depends on a specific depth of a layer in respect of the surface.

# Trumpos žinios apie doktorantę

Vardas:	Gintarė
Pavardė:	Batavičiūtė
Gimino data	$1986 \ 09 \ 05$
Gimimo vieta	Klaipėda
Tautybė	Lietuvė
El. paštas	gintare@lidaris.com

### Išsilavinimas:

1993 - 2005	Klaipėdos "Smeltės" vidurinė mokykla.
2003 - 2005	Lietuvos jaunųjų matematikų mokykla.
2005 - 2009	Vilniaus universitetas, Fizikos fakultetas,
	Bakalauro kvalifikacinis laipsnis.
2009 - 2010	Hanoverio universitetas, Fizikos fakultetas,
	Magistro studijos pagal Erasmus mainų programą.
2009 - 2011	Vilniaus universitetas, Fizikos fakultetas,
	Magistro kvalifikacinis laipsnis
	(Magna cum laude diplomas).
2011 - 2015	Vilniaus universitetas, Fizikos fakultetas,
	Kvantinės elektronikos katedra ir
	Lazerinių tyrimų centras,
	$Doktorantar{u}$ ra.

## Mokslinės stažuotės:

2009	Hanoverio lazerių centras,
	Hanoveris, Vokietija.
2011	Nacionalinis Vokietijos aeronautikos ir
	ir kosminės pramonės centras,
	$\check{S}tutgartas, Vokietija.$

# Curriculum Vitae

Name:	Gintarė
Surname:	Batavičiūtė
Date of birth:	$1986 \ 09 \ 05$
Place of birth:	Klaipėda
Nationality:	lithuanian
E. mail	gintare@lidaris.com
Education:	
1993 - 2005	Klaipėda "Smeltės" Secondary School.
2003 - 2005	Lithuanian School for Young Mathematicians.
2005 - 2009	Vilnius University, Faculty of Physics,
	Bachelor degree.
2009 - 2010	University of Hannover, Faculty of Physics,
	Master studies according to Erasmus exchange program.
2009 - 2011	Vilnius University, Faculty of Physics,
	Master degree (Magna cum laude).
2011 - 2015	Vilnius University, Faculty of Physics,
	Department of Quantum Electronics and
	Laser Research Center,
	Ph.D. studies.

### Mokslinės stažuotės:

2009	Laser Zentrum Hannover e.V.,
	Hannover, Germany.
2011	National aeronautics and space research center of the
	Federal Republic of Germany,
	Stuttgart, Germany.