

VILNIAUS UNIVERSITETAS

Mindaugas Maciulevičius

OPTINIŲ DANGŲ IR LAZERINIŲ ELEMENTŲ ŠVIESOS
SKLAIDOS TYRIMAI PLAČIAME SPEKTRO RUIOŽE

Daktaro disertacija

Fiziniai mokslai, fizika (02 P)

Vilnius, 2009

Disertacija rengta 2004 – 2008 metais Vilniaus universitete

Mokslinis vadovas:

prof. habil. dr. Valdas Sirutkaitis (Vilniaus universitetas, fiziniai mokslai,
fizika–02 P)

Turinys

| | |
|---|-----------|
| Pagrindiniai žymėjimai | 5 |
| Įvadas | 6 |
| <i>Darbo tikslai.....</i> | 9 |
| <i>Darbo uždaviniai.....</i> | 9 |
| <i>Darbo naujumas.....</i> | 10 |
| <i>Praktinė nauda.....</i> | 10 |
| <i>Ginamieji teiginiai.....</i> | 11 |
| <i>Darbo aprobavimas.....</i> | 12 |
| <i>Straipsniai tarptautiniuose mokslo leidiniuose:.....</i> | 13 |
| <i>Konferencijų pranešimų tezės:.....</i> | 14 |
| <i>Autoriaus indėlis.....</i> | 16 |
| I SKYRIUS. Literatūros apžvalga | 18 |
| 1.1. Optinių elementų sklaidos nuostoliai..... | 18 |
| 1.1.1. <i>Paviršiaus sklaida.....</i> | 18 |
| 1.1.2. <i>Optinėmis dangomis padengto bandinio sklaidos nuostoliai.....</i> | 23 |
| 1.1.3. <i>Tūrinė sklaida optinėse dangose.....</i> | 26 |
| 1.1.4. <i>Sklaida optiniuose stikluose.....</i> | 27 |
| 1.2. Defektai optinėse dielektrinėse dangose..... | 28 |
| 1.3. Optinių dangų paviršiaus šiurkštumas..... | 31 |
| 1.4. Optinių kristalų defektai..... | 32 |
| 1.5. Sklaidos centrai KDP kristaluose..... | 36 |
| 1.6. Sklaidos tyrimo būdai..... | 37 |
| 1.6.1. <i>Visuminės sklaidos metodas.....</i> | 37 |
| 1.6.2. <i>Kampinės sklaidos metodas.....</i> | 39 |
| 1.6.3. <i>Koherentinės sklaidos tomografijos metodas.....</i> | 41 |
| 1.6.4. <i>Sklaidos matavimų eksperimentų apžvalga.....</i> | 44 |
| II SKYRIUS. Tyrimų metodika | 47 |
| 2.1. Derinamojo bangos ilgio spinduliuotės generacija ir jos taikymai optinių elementų sklaidos tyrimams | 47 |
| 2.1.1. <i>Parametriniai šviesos generatoriai.....</i> | 47 |
| 2.1.2. <i>POLN PŠG, kaupinamas Nd:IAG spinduliuote.....</i> | 52 |
| 2.1.3. <i>Antrosios ir trečiosios harmonikų generatoriai.....</i> | 55 |
| 2.1.4. <i>POLN PŠG, kaupinamas Nd:YVO spinduliuote.....</i> | 59 |
| 2.1.5. <i>1062 nm bangos ilgio Nd:LBS sistema.....</i> | 62 |
| 2.2. Visuminės sklaidos sistema..... | 64 |
| 2.3. Koherentinės sklaidos tomografijos sistema..... | 69 |
| III SKYRIUS. Optinių dangų šviesos sklaidos nuostolių tyrimai plačioje spektro srityje | 73 |
| 3.1. Įvadas..... | 73 |
| 3.2. Optinių padėklų sklaidos tyrimas..... | 74 |

| | |
|--|------------|
| 3.3. Vakuuminio garinimo būdų dengtų dangų sklaidos tyrimas | 75 |
| 3.3.1. Įvadas | 75 |
| 3.3.2. Didelio atspindžio SiO ₂ /TiO ₂ dangų sklaida 1064 nm ruože | 76 |
| 3.3.3. Dangų ant ZnSe optinio padėklo sklaida artimojoje IR srityje..... | 78 |
| 3.3.4. Dangų ant CaF ₂ padėklo sklaidos nuostoliai..... | 79 |
| 3.4. Zolių-gelių metodu gautų dangų sklaidos tyrimas | 82 |
| 3.4.1. Įvadas | 82 |
| 3.4.2. Įmerkimo būdu gautų dangų tyrimai | 90 |
| 3.4.3. Besisukančiu įtaisu gautų zolių-gelių dangų sklaidos tyrimai..... | 95 |
| 3.5. PMMA banginių plokštelių sklaidos tyrimai..... | 97 |
| 3.5.1. Įvadas | 97 |
| 3.5.2. PMMA achromatinių plokštelių tyrimai | 98 |
| 3.6. Skyriaus pagrindiniai rezultatai | 100 |
| IV SKYRIUS. Optinių kristalų kokybės tyrimai | 102 |
| 4.1. Įvadas..... | 102 |
| 4.2. Netiesinių LiInS₂ ir LiInSe₂ kristalų sklaidos tyrimai | 104 |
| 4.3. KDP kristalų paviršinių ir tūrinių sklaidos centrų tyrimai..... | 106 |
| 4.3.1. Lėto auginimo KDP kristalo tyrimai | 106 |
| 4.3.2. Greito auginimo KDP kristalo tyrimai | 108 |
| 4.3.3. Greito ir lėto auginimo KDP kristalų kokybinis palyginimas..... | 110 |
| Pagrindiniai rezultatai ir išvados | 112 |
| Literatūra | 113 |
| Padėka | 128 |

Pagrindiniai žymėjimai

AHG – antrosios harmonikos generavimas

AJM – atominių jėgų mikroskopas

BBO – Bario beta borato (BaB_2O_4) kristalas

DKDP – Kalio dideuterio fosfato (KD_2PO_4) kristalas

IR – infraraudonoji spinduliuotė

KDP – Kalio divandenilio fosfato (KH_2PO_4) kristalas

KST – koherentinės sklaidos tomografija

Nd:IAG – neodimiu legiruotas itrio aliuminio granato ($\text{Nd:Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) kristalas

Nd:YVO – neodimiu legiruotas itrio vanadato (Nd:YVO_4) kristalas

Nd:LSB – neodimiu legiruotas lantano skandžio borato ($\text{Nd:LaSc}_3(\text{BO}_3)_4$) kristalas

POLN – periodiškai orientuotas ličio niobato (LiNbO_3) darinys

PŠG – parametrinis šviesos generatorius

UV – ultravioletinė spinduliuotė

Įvadas

Lazerinių sistemų charakteristikos tiesiogiai priklauso nuo jose naudojamų optinių elementų kokybės. Todėl lazerinių sistemų komponentai turi atitikti daugelį griežtų reikalavimų, kurie gali būti tenkinami, tik naudojant naujausias gamybos technologijas, derinant jas su šiuolaikiška parametru charakterizavimo įranga. Lazerinė technologija yra neatsiejama nuo optinių komponentų gamybos kokybės, kuri ir lemia pagrindines optines elementų savybes. Apskritai lazerinės spinduliuotės sklidimui per optinį elementą charakterizuoti reikia žinoti elemento atspindį, pralaidumą, sugertį ir sklaidą. Visiems išvardytiems parametrams matuoti yra priimti tarptautiniai standartai. Kaip ir optinė sugertis, optinė sklaida yra pirmo svarbumo nuostolių optiniuose komponentuose mechanizmas. Sklaida blogina vaizdo kokybę, arba skyrą, ir mažina optinės sistemos efektyvumą. Ypač tai svarbu ultravioletinėje srityje, kur išsklaidytos spinduliuotės galia dėl mažo bangos ilgio yra didesnė. Taikant didelės galios lazerius, turi būti įvertinami saugumo aspektai, nes netgi maža optinė sklaida gali sąlygoti išsklaidytos šviesos lygį, kuris atitinka antrąją ar aukštesnę lazerio galios pavojingumo klasę ir gali kelti grėsmę. Sklaida priklauso nuo paviršiaus kokybės. Dabartiniu metu standartizacija apsiriboja lazerio komponentų sklaida. ISO 13696 [1] standarto metmenys buvo parengti per pastarąjį dešimtmetį ir priimti kaip tarptautinis standartas. Bendroji sklaida šiame standarte apibūdinama kaip bendras optinio komponento išsklaidytos spinduliuotės kiekis 4π kampu.

Visuminės sklaidos matavimai suteikia daug informacijos apie gaminamo ar jau pagaminto optinio elemento paviršiaus kokybę ir leidžia nustatyti optinio elemento viso paviršiaus šiurkštumą [2-7]. Jais gana greitai galima gauti informaciją apie visą elemento paviršių, nes zonduojančio šviesos pluošto skersmenį paprastai galima keisti nuo milimetro dalių iki kelių milimetrų. Medžiagų paviršiaus kokybę tiesiogiai galima charakterizuoti ir atominių jėgų bei elektroniniais mikroskopais, bet šių metodų taikymas reikalauja daug laiko

ir suteikia informacijos tik apie labai mažą (kelių dešimčių mikronų) paviršiaus plotą [2-5]. Kartu taikant mikroskopijos ir šviesos sklaidos metodus, greitai ir efektyviai galima pasiekti itin aukštą viso tiriamų bandinių pavyzdėlių paviršiaus optinės kokybės įvertinimo tikslumą [2, 3].

Optinių dangų sklaida yra vienas iš nuostolių mechanizmų, ribojančių maksimalius tokių dangų atspindžio koeficientus, mažinančių paviršiaus pažeidimo slenkstį [2]. Tiriant optinių dangų sklaidos savybes, turi būti naudojama tokio bangos ilgio ar tokios srities spinduliuotė, kuriai danga buvo suprojektuota [3]. Ankstesniuose šviesos sklaidos darbuose pagrindinai buvo naudojama nuolatinės veikos He-Ne lazerio spinduliuotė ir fotonų skaičiavimo įranga. Todėl sklaidos ypatumai bei optinių dangų gamybos technologijų įtaka sklaidos nuostoliams pagrindinai buvo modeliuojama 632 nm bangos ilgio spinduliuotei. Pagrindinai su He-Ne lazerio spinduliuote atlikti tyrimai inicijavo ISO 13696 standarto sukūrimą ir jo tikrinimą tarpvalstyvinių vienalaikių matavimų metu. Kadangi pirmi lazerio spinduliuotės sklaidos tyrimų optinėse medžiagose ir optinėse dangose buvo pradėti 1961 metais, o ypač jie suintensyvėjo po 1978 metų, tai dauguma sklaidos ypatumų yra gana gerai iširti. Nuo 2000 metų vis daugiau tyrimų mokslinėse institutų ir kompanijų laboratorijose atliekama norint nustatyti pagal tam tikrą technologiją pagamintų medžiagų sklaidos nuostolių dydį. Taip sprendžiamos konkrečioms lazeriniams taikymams reikalingų optinių medžiagų kūrimo problemos. Dabartiniu metu dauguma sklaidos darbų atliekama su 193 nm ar 157 nm spinduliuote, nes šių bangos ilgių eksimeriniai lazeriai plačiai naudojami optinėje litografijoje ir tam turi būti sukurtos optinės medžiagos ir dangos, turinčios mažus sugerties ir sklaidos nuostolius. Sklaidos ypatumų bei sklaidos nuostolių tyrimai gana plačiai vystomi Vokietijoje, Prancūzijoje, JAV, Japonijoje, Kinijoje ir kitose šalyse, kurios atlieka paieškinius naujų optinių ir lazerinių medžiagų kūrimo darbus.

Lietuvoje lazerinių komponentų ir optinių dangų sklaidos nuostolių tyrimai nebuvo vykdomi iki 1999 metų, kada Vilniaus universitete buvo pradėtas NATO programos „Mokslas Taikai“ projektas „Koherentinis spektrometras“ (vadovas prof. V. Sirutkaitis). Vienas iš jo uždavinių buvo standartizuotų sklaidos nuostolių matavimų plačioje spektro srityje sistemos sukūrimas ir jos pritaikymas Lietuvos lazerinių bendrovių gaminamiems ir lazerių kūrime naudojamiems lazeriniams elementams apibūdinti. Visumoje pagal šį projektą kuriamas spektrometras turėjo užtikrinti standartizuotus atspindžio, sugerties ir sklaidos nuostolių bei lazerio sukulto pažeidimo slenksčio matavimus plačioje spektro srityje. Vienu lazeriu naudojant sistemoje harmonikų generatorius, tokius matavimus paprastai galima atlikti tik esant vienam ar keliems fiksuotiems bangos ilgiams. Platesniam optinių dangų ir komponentų charakterizavimui yra reikalingi derinamojo bangos ilgio, intesyvios koherentinės spinduliuotės šaltiniai. Realus darbas, kuriant pirminę standartizuotą sklaidos nuostolių matavimo sistemą pagal šį projektą, buvo pradėti 2002-2003 metais ir man dar tada studentui teko į juos įsijungti. Šiame projekte pasiūlytas lazerinių elementų apibūdinimas plačioje spektro srityje, naudojant derinamą parametrinių šviesos generatorių spinduliuotę buvo originalus ir kaip vėliau pasirodė efektyvus metodas. Parametriniai šviesos generatoriai (PŠG) išsiskiria plačiausia bangų ilgių derinimo sritimi iš visų esamų derinamosios koherentinės spinduliuotės šaltinių (dažų lazerių, spalvinių centrų ar titano safyro lazerių) [2, 3]. PŠG šiuo metu yra geriausi derinamieji šaltiniai kuriant lazerinius spektrofotometrus optiniams komponentams ir optinėms dangoms charakterizuoti. Norint gauti plačią derinimo bangų sritį ir didelį efektyvumą, reikia trumpų kaupinimo impulsų, kurių trukmės siekia nuo nanosekundžių iki femtosekundžių. Tačiau trumpesnių impulsų lazerinės sistemos paprastai yra sudėtingesnės ir brangesnės, todėl ekonomiškai optimalu tokiems taikymams rinktis didelio pasikartojimo dažnio moduluotos kokybės lazerius. Vykdamas šį uždavinį teko pradėti nuo stabilų parametrinių šviesos generatorių ir aukštesnių harmonikų

generatorių, žadinamų diodinio kaupinimo kietojo kūno lazerio impulsų su dideliu pasikartojimo dažniu (1 kHz) kūrimo. Vėliau buvo sukonstruota sklaidos nuostolių testavimo stotis, vėliau ji buvo automatizuota ir pradėta naudoti Lietuvos lazerinių bendrovių gaminamų ar naudojamų lazerinių elementų sklaidos nuostolių matavimams. Kadangi Lietuvos lazerinės bendrovės gamina ir naudoja lazerinius elementus įvairioms spektro sritims tai jos buvo suinteresuotos tokiais matavimais spektrinėje srityje nuo 266 nm iki 4000 nm. Vėliau šie darbai išsiplėtė, nes buvo pradėti tarptautinio bendradarbiavimo darbai vykdomi pagal 6 BP projektą „Laserlab_Europe“, CEA/CESTA (Prancūzija) agentūros užsakymą bei tarptautinis bendradarbiavimas pagal 5 BP projektą tiriant LiInS_2 ir LiInSe_2 kristalus. 2003-2008 metais dalis vykdytų sklaidos nuostolių tyrimų buvo atliekami pagal VMSF finansuojamus projektus „Soptdangos“ ir „Lada“, kuriuose dalyvavo ir Lietuvos lazerinės bendrovės Optida, Ekspla bei Optolita.

Visumoje, šio darbo tikslus ir uždavinius galima apibūdinti sekančiais.

Darbo tikslai

Visuminės integruotos sklaidos matavimo sistemos, naudojančios nanosekundinės trukmės derinamojo bangos ilgio impulsus, sukūrimas ir jos pritaikymas:

- sklaidos nuostoliams įvertinti įvairiose optinėse dangose bei netiesiniuose kristaluose;
- defektų tyrimui netiesiniuose optiniuose kristaluose, naudojant koherentinės sklaidos metodą.

Darbo uždaviniai

1. Naudojant parametrinius šviesos generatorius ir harmonikų generatorius, kaupinamus didelio dažnio nanosekundinės trukmės impulsais, sukurti

visuminės integruotos sklaidos matavimo sistemą, tinkamą matavimams plačioje spektro srityje.

2. Ištirti įvairiais metodais užgarintų didelio atspindžio optinių dangų sklaidos nuostolius ir rasti sklaidos dydžio ryšį su optinės dangos technologijomis.
3. Ištirti sklaidos nuostolius skaidrinamosiose zolių–gelių dangose.
4. Ištirti LiInS_2 ir LiInSe_2 netiesinių kristalų sklaidos nuostolius infraraudonojoje srityje.
5. Ištirti defektus greito auginimo kalio divandenilio fosfato (KDP) kristaluose, naudojant koherentinės sklaidos metodą.

Darbo naujumas

1. Pirmą kartą sklaidos tyrimams panaudota derinamojo bangos ilgio parametrinių šviesos generatorių, kaupinamų nanosekundinės trukmės impulsais, spinduliuotė.
2. Didelio atspindžio ir skaidrinamųjų dangų, pagamintų vakuuminio garinimo, vakuuminio garinimo su jonų asistavimu ir zolių-gelių dengimo būdais, visuminės sklaidos nuostoliai buvo ištirti esant charakteringiems bangų ilgiams.
3. Pirmą kartą buvo ištirti naujų netiesinėje optikoje perspektyvių LiInS_2 ir LiInSe_2 kristalų sklaidos nuostoliai infraraudonojoje srityje.
4. Parodyta, kad koherentinės sklaidos tomografijos metodas, anksčiau taikytas puslaidininkinių kristalų tūriniams defektams tirti, yra tinkamas ir netiesinėje optikoje naudojamų kristalų kokybės tyrimams.

Praktinė nauda

Šiuo metu Lietuvoje yra apie dešimt smulkių arba vidutinio dydžio bendrovių, kuriančių ir gaminančių lazerines sistemas ir lazerinius komponentus. Pagrindinė jų produkcija – moduluotos kokybės, sinchronizuotų modų kietojo kūno lempinio ir diodinio kaupinimo lazeriai; parametriniai

šviesos generatoriai; optinių harmonikų generatoriai; vienablyksniai ir skenuojantys autokoreliatoriai; netiesiniai kristalai; optiniai komponentai ir optomechaniniai mazgai. Daugiau kaip 95 % šios produkcijos yra eksportuojama į Vakarų Europą, JAV, Japoniją ir kitas išsivysčiusias šalis. Netiesiniai kristalai ir kiti optiniai komponentai, kuriuose naudojamos optinės dangos, sudaro didelę Lietuvos lazerinės pramonės dalį. Šie produktai kartais gaminami Lietuvoje, tačiau dažniau tam tikrose gamybos stadijose yra panaudojami Rusijos ar Baltarusijos organizacijų pajėgumai. Kristalai ir komponentai su optinėmis dangomis yra parduodami tiek atskirai, tiek naudojami gaminant lazerines sistemas Lietuvoje. Abiem atvejais yra labai svarbu žinoti kristalų ir lazerinių elementų optinių dangų visas charakteristikas. Tačiau iki šiol kristalų ir optinių komponentų charakterizavimui buvo atliekami tik paprasčiausi spektrofotometriniai matavimai, kurie neleidžia visapusiškai charakterizuoti optinių dangų ir optinių komponentų. Todėl sukurta sklaidos nuostolių matavimo stotis, naudojant nanosekundinės trukmės impulsų lazerius ir parametrinius šviesos generatorius, suteikia naujų galimybių. Atlikto darbo praktinę naudą galima apibūdinti šiais teiginiais:

1. Suprojektuota ir sukonstruota automatizuota sistema, leidžianti plačioje spektro srityje standartizuotai matuoti visuminius sklaidos nuostolius dielektrinėse ir zolių-gelių optinėse dangose bei netiesiniuose kristaluose.
2. Suprojektuota ir sukonstruota koherentinės sklaidos tomografijos sistema, leidžianti stebėti optinių kristalų tūrinius defektus.
3. Abi sistemos yra taikomos Lietuvos lazerinių bendrovių optinių dangų ir kristalų sklaidos nuostoliams ir sklaidos defektams įvertinti bei gaminamų lazerinių komponentų kokybei kontroliuoti.

Ginamieji teiginiai

1. Parametrinių šviesos generatorių, kaupinamų nanosekundinės trukmės impulsais, spinduliuotė yra tinkama visuminės sklaidos nuostolių

- tyrimams; be to, leidžia keisti bangos ilgį, ko neįmanoma atlikti tradiciškai naudojamais nuolatinės veikos lazeriais.
2. Didelio atspindžio koeficiento optinių dangų sklaidos nuostoliai didėja, didinant optinių plėvelių skaičių, ir tai koreliuoja su dangos šiurkštumo didėjimu. Optinių dangų, užgarintų nenaudojant joninio asistavimo, sklaida yra didesnė negu dangų, gautų papildomai naudojant joninį sutankinimą, ir koreliuoja su didesniu šių dangų šiurkštumu.
 3. Tiek pavienės zolių-gelių skaidrinamosios dangos, tiek vakuume elektronų pluoštu garintos didelio atspindžio dangos padidina sklaidos nuostolius, palyginti su optinės kokybės padėklų sklaidos nuostoliais. Tai rodo, kad šiais būdais dengiamose dangose yra neatkartojamas padėklų profilis, bet nelygumai yra padidinami.
 4. Tūriniai sklaidos nuostoliai LiInS_2 ir LiInSe_2 monokristaluose 1–2 μm spektrinėje srityje yra dideli (5–10 % 1 cm ilgyje) ir turi būti įskaitomi nagrinėjant lazerinės spinduliuotės sklaidimą bei netiesinių sąveikų efektyvumą.
 5. Lazerinė sklaidos tomografija yra tinkama sklaidos centrų identifikavimui tokiuose netiesiniuose kristaluose kaip KDP ir leidžia nustatyti sklaidos centrus, kurie paprastai yra ir priemaišinės sugerties centrai, ir inicijuoja lazerio sukeltą pažeidimą.

Darbo apibavimas

Pagrindiniai disertacijos rezultatai pateikti 22 publikacijose, 14 iš jų yra konferencijų tezes, 1 straipsnis Lietuvos mokslo leidinyje įtrauktame į tarptautines duomenų bazes (S8) ir 7 straipsniai pripažintuose tarptautiniuose mokslo leidiniuose (S1–S7). Darbo rezultatai buvo pristatyti 13 tarptautinių ir 1 nacionalinėje konferencijoje.

Straipsniai tarptautiniuose mokslo leidiniuose:

[S1]. Balachninaite O., Eckardt R.C., Maciulevičius M., Grigonis R., Sirutkaitis V., *A coherent spectrophotometer based on a periodically poled lithium niobate optical parametric oscillator for optical characterization*. Proc. of SPIE. **5647**, p.385-393 (2005).

[S2]. Melninkaitis A., Maciulevičius M., Rakickas T., Miksys D., Grigonis R., Sirutkaitis V., Skrebutenas A., Buzelis R., Drazdys R., Abromavičius G., *Comparison of optical resistance of ion assisted deposition and standard electron beam deposition methods for high reflectance dielectric coatings*. Proc. of SPIE. **5963**, p. 429-437 (2005).

[S3]. Balachninaite, O., R.C. Eckardt, M. Maciulevičius, M. Sinkevicius, V. Sirutkaitis, *Absorptance and scattering losses measurements in IR range by high average power tunable radiation of optical parametric oscillator based on a periodically poled lithium niobate*. Proc. of SPIE. **6101**, p. 61011K-10, (2006).

[S4]. Balachninaite O., Petraviciute L., Maciulevičius M., Sirutkaitis V., Isaenko L., Lobanov S., Yelissejev A., Zondy J.-J., *Characterization of the mid-infrared nonlinear crystals LiInSe2 and LiInS2 in the IR range*. Proc. of SPIE. **6403**, p. 64031Y (2006).

[S5]. Melninkaitis A., Juškevičius K., Maciulevičius M., Sirutkaitis V., Beganskiene A., Kazadojev I., Kareiva A., and Perednis D., *Optical characterization of antireflective sol-gel coatings fabricated using dip coating method*. Proc. of SPIE. **6403**, p. 64031C (2006).

[S6]. Melninkaitis A., Mikšys D., Maciulevičius M., Sirutkaitis V., Šlekys G., Samoylov A. V., *Laser-induced damage thresholds of starched PMMA waveplates*, Proc. of SPIE. **6403**, p. 640325 (2006).

[S7]. Balachninaite O., Petravičiūtė L., Maciulevičius M., Sirutkaitis V., Isaenko L., Lobanov S., Yelissejev A., Zondy J.-J., *Optical characterization of the LiInS₂ and LiInSe₂ crystals*. Proc. of SPIE, **6596**, 65961J-1, (2007).

Straipsniai Lietuvos mokslo leidiniuose:

[S8]. Balachninaite O., Petravičiūtė L., Maciulevičius M., Sirutkaitis V., Isaenko L., Lobanov S., Yelissejev A., Zondy J.-J., *Absorptance and scattering losses measurements of the mid-infrared nonlinear crystals LiInSe₂ and LiInS₂ in the IR range*. ISSN 1392-2114 ULTRAGARSAS, **3**(60), p.7-10 (2006).

Konferencijų pranešimų tezės:

[P1]. Maciulevičius M., Vaičaitis V., Sirutkaitis V., Measurements of scattering losses of optical elements and thin films at 1064 and 1550 nm. International workshop, Parametric processes and periodical structures. 26-29 September, 2004, Vilnius, Lithuania, p. 101-102.

[P2]. Balachninaite O., Maciulevičius M., Melninkaitis A., Grigonis R., Sirutkaitis V., Eckardt R.C., A coherent spectrophotometer based on a periodically poled lithium niobate optical parametric oscillator for optical characterization. International workshop, Parametric processes and periodical structures. 26-29 September, 2004, Vilnius, Lithuania, p. 71-73.

[P3]. Maciulevičius M., Vaicaitis V., Sirutkaitis V., Registration of scattering losses of optical elements and optical thin films at 1064 and 1550 nm XVI Lithuanian – Belarussian seminar “Lasers and Optical Nonlinearity” Vilnius, Lithuania on 27-29 of October 2004.

[P4]. Balachninaite O., Maciulevičius M., Grigonis R., Sirutkaitis V., Coherent spectrophotometer based on a periodically poled lithium niobate optical parametric oscillator for optical characterization // In Book of Abstracts

XXXVI Annual Symposium on Optical materials for High Power Lasers: Boulder Damage Symposium, NIST, Boulder, Colorado, USA, 20-22 September, 2004, document 5647- 52, p. 64-65.

[P5]. Maciulevičius M., Vaičaitis V., Sirutkaitis V., Measurements of scattering losses on the surface of optical components. Beyond Einstein Physics for the 21st Century, 13th General Conference of the European Physical Society, Conference I: Photons, Lasers and Quantum Statistics, University of Bern, Switzerland 11-15, July, 2005.

[P6]. Maciulevičius M., Balachninaite O., Sirutkaitis V. Characterization of the Optical Coatings Using Total Light Scattering Technique in Infrared Spectral Range. 7-th International Conference - School "Advanced Materials and Technologies" Palanga, Lithuania on 27th - 31st of August, 2005.

[P7]. Sirutkaitis V., Balachninaite O., Maciulevičius M., Melninkaitis A., Grigonis R., Eckardt R.C., Optical characterization in wide spectral and temporal range. Proceedings of the Symposium on Photonics Technologies for 7th Framework Program. Wroclaw 12-14 October 2006. 78-87p.

[P8]. Balachninaite O., Eckardt R.C., Maciulevičius M., Sinkevicius M., Sirutkaitis V., Absorptance and scattering losses measurements in IR range by high average power tunable radiation of optical parametric oscillator based on a periodically poled lithium niobate 8th International Conference on Laser Beam Control and Applications San Jose, CA, JAN 22-26, 2006.

[P9]. Balachninaite O., Petraviciute L., Maciulevičius M., Sirutkaitis V., Isaenko L., Lobanov S., Yelissejev A., Zondy J.-J., Absorptance and scattering losses measurements of the mid-infrared nonlinear crystals LiInSe_2 and LiInS_2 in the IR range // International conference "Non-destructive Testing and Diagnostics-2006", Vilnius.

[P10]. Maciulevicius M., Sirutkaitis V., Scattering measurements of novel optical materials at visible and near infrared spectral range // XII Conference on Laser Optics 2006, III International Conference for Young Scientists on Laser Optics (LOYS 2006), St. Petersburg, 26-30 June 2006.

[P11]. Balachninaite O., Petraviciute L., Maciulevicius M., Sirutkaitis V., Isaenko L., Lobanov S., Yelissejev A., Optical characterization of the LiInS₂ and LiInSe₂ crystals // The International Conference "Advanced Optical Materials and Devices" (AOMD-5), Vilnius 27-30 August, 2006.

[P12]. Maciulevicius M., Balachninaite O., Petraviciute L., Sirutkaitis V., Isaenko L., Lobanov S., Yelissejev A., Zondy J.-J., Standardized Absorbance and Scattering Losses Measurements of the Nonlinear Crystals in the IR Range // XVII Belorussian-Lithuanian Workshop "Lasers and Optical Nonlinearity", Grodno 25-29 September, 2006.

[P13]. Melninkaitis A., Juskevicius K., Maciulevicius M., Sirutkaitis V., Beganskiene A., Kazadojev I., Kareiva A., Perednis D., Optical characterization of antireflective sol-gel coatings fabricated using dip coating method, Boulder Damage Symposium XXXVIII "Optical Materials for High Power Lasers" Boulder, Colorado 25–27 September 2006.

[P14]. Balachninaite O., Petraviciute L., Maciulevicius M., Sirutkaitis V., Isaenko L., Lobanov S., Yelissejev A., Characterization of the mid-infrared nonlinear crystals LiInSe₂ and LiInS₂ in the IR range, Boulder Damage Symposium XXXVIII "Optical Materials for High Power Lasers" Boulder, Colorado 25–27 September 2006.

Autoriaus indėlis

Autorius, konsultuodamasis su moksliniu vadovu, sukonstravo automatizuotą sistemą, leidžiančią plačioje spektro srityje atlikti

standartizuotus visuminės sklaidos nuostolių matavimus, ir lazerinės sklaidos tomografijos sistemą, tinkamą sklaidos centrus identifikuoti netiesiniuose kristaluose. Pasinaudojęs sukonstruotomis sistemomis, jis atliko įvairių optinių dangų ir kai kurių netiesinių kristalų sklaidos nuostolių eksperimentinius matavimus. Jam taip pat priklauso sklaidos nuostolių ir sklaidos centrų identifikavimo rezultatų apdorojimas bei jų pateikimas publikacijoms, kurias rengė kartu su moksliniu vadovu. Kiti publikacijų bendra autoriai prisidėjo matuojant optines dangas kitais metodais (optinio pažeidimo, sugerties, atspindžio) arba pasiūlė kai kurių matavimuose naudotų lazerinės sistemos dalių optimizavimo idėjų.

I SKYRIUS. Literatūros apžvalga

1.1. Optinių elementų sklaidos nuostoliai

1.1.1. Paviršiaus sklaida

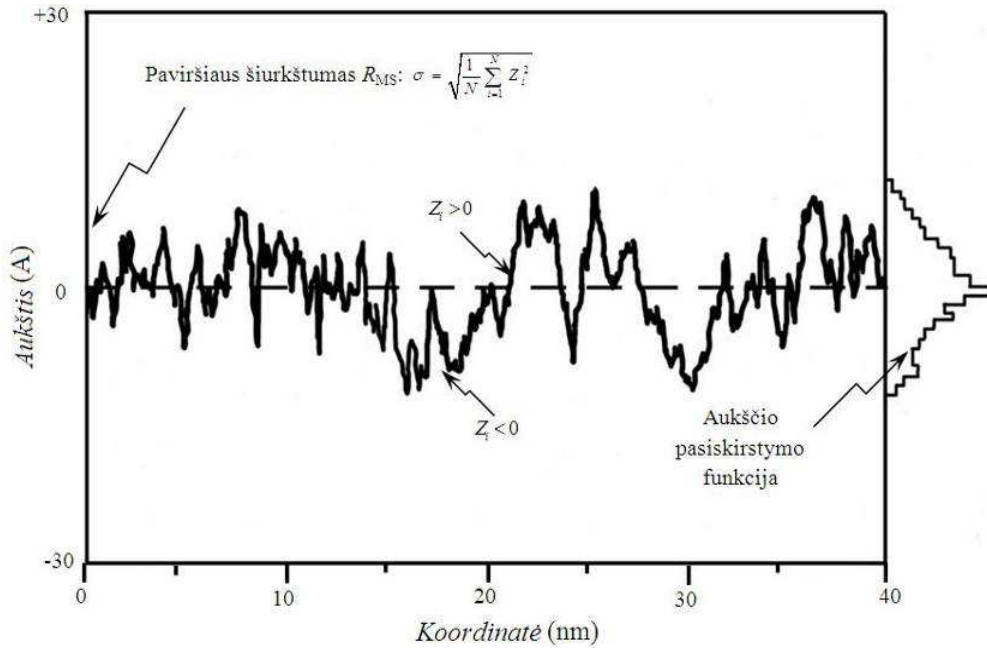
Paprasčiausiu atveju optinis elementas gali turėti tik vieną paviršių. Tai gali būti jokiomis dangomis nepadengtas bandinys. Šiuo atveju šviesos sklaidą galima aprašyti naudojant tiek vektorine, tiek ir skaliarine sklaidos teorijas.

Skaliarinė sklaidos teorija remiasi Kirchofo difrakcijos integralu ir jos pakanka susieti visuminės sklaidos nuostolius S ir optinio elemento paviršiaus šiurkštumą σ [4]. Esant sklaidos nuostoliams, realus paviršiaus atspindžio koeficientas R_s yra mažesnis negu idealiu atveju R_0 . Jų sąryšis gali būti aprašomas tokia išraiška [3, 4]:

$$R_s = R_0 \exp \left[- \left(\frac{4\pi\sigma}{\lambda} \right)^2 \right], \quad (1)$$

$$\text{čia } \sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (Z_i - \bar{Z})^2}. \quad (2)$$

Čia \bar{Z} – paviršiaus aukščio vidurkis, Z_i – i -ojo paviršiaus taško aukštis (nukrypimas nuo vidurkio), o N – matavimų skaičius, kaip parodyta 1 paveiksle. Tokia paviršiaus šiurkštumo išraiška susijusi su mechaniniais paviršiaus nelygumo nustatymo būdais, panaudojant atominių jėgų mikroskopus.



1 pav. Optinio elemento paviršiaus profilis [5].

Išsklaidytos šviesos kampinė priklausomybė aprašoma ne tik paviršiaus šiurkštumo verte, bet ir autokoreliacijos ilgiu a . Statmeno šviesos kritimo atveju:

$$r_d(\theta)d\theta = R_0 2\pi^4 (a/\lambda)^2 (\sigma/\lambda)^2 (\cos\theta + 1) \sin\theta \times \exp[-(\pi a \sin\theta)^2 / \lambda^2] d\theta, \quad (3)$$

čia $r_d(\theta)d\theta$ aprašo dalį šviesos, išsklaidytos kampų intervale nuo θ iki $\theta + d\theta$, kampas θ matuojamas nuo paviršiaus normalės. Jei m yra vidutinis kvadratinis posvyris išreiškiamas formule:

$$m = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left(\frac{(Z_{i+1} - Z_i)}{\tau_0} \right)^2}, \quad (4)$$

τ_0 yra atstumas tarp taškų i ir $i+1$. Tada autokoreliacijos ilgis a yra lygus [6]:

$$a = \sqrt{2}\sigma / m. \quad (5)$$

Jei atspindys matuojamas prietaisu, kurio priėmimo kampas $\Delta\theta$, išsklaidytos šviesos įnašas bus lygus:

$$\int_0^{\Delta\theta} r_d(\theta) d\theta = R_0 \frac{2^5 \pi^4}{m^2} (\sigma / \lambda)^4 (\Delta\theta)^2. \quad (6)$$

Bendras registruojamas atspindžio koeficientas R yra lygus:

$$R = R_0 \exp\left[-(4\pi\sigma)^2 / \lambda^2\right] + R_0 \frac{2^5 \pi^4}{m^2} (\sigma / \lambda)^4 (\Delta\theta)^2. \quad (7)$$

Antrasis (7) išraiškos narys greitai mažėja, didėjant bangos ilgiui, todėl pakankamai ilgų bangų srityje antrasis (7) išraiškos narys gali būti atmestas. Šiuo atveju prietaisu išmatuotas atspindžio koeficientas iš esmės yra išreiškiamas (1) išraiška, ir jo vertė priklauso tik nuo vidutinės kvadratinės šiurkštumo vertės σ ir nepriklauso nuo vidutinio kvadratinio posvyrio m . Tai galima įsivaizduoti, kad paviršius sudarytas iš daugelio atsitiktinai orientuotų nelygumų. Jei jų matmenys pakankamai dideli palyginus su bangos ilgiu, tada galima naudoti geometrinės optikos artinį ir paviršiaus atspindys tam tikra kryptimi priklausys tik nuo iškilimų polinkio kampo. Mažinant iškilimų matmenys vis didesnę įtaką turi difrakcija. Kai nelygumų matmenys daug mažesni už bangos ilgį, difrakcija tampa pagrindiniu reiškiniu aprašančiu sklaidą, todėl šiuo atveju paviršiaus šiurkštumas σ yra vienintelis svarbus parametras.

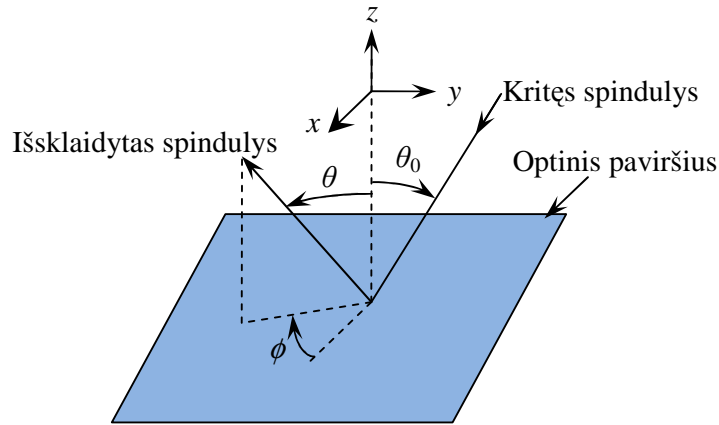
Difuziškai išsklaidyta šviesa, taip pat, gali būti aprašyta iš viso atspindėto spinduliuotės intensyvumo, atėmus (7) išraiškos pirmąjį narį. Pakankamai ilgų bangų srityje ir atsižvelgus tik į spinduliuotę išsklaidyta nuo 2° iki 85° laipsniu kampu, visuminės sklaidos vertė S gali būti užrašyta [7-12]:

$$S = R_0 - R_0 \exp\left[-(4\pi\sigma / \lambda)^2\right] \approx R_0 \left(\frac{4\pi\sigma}{\lambda}\right)^2. \quad (8)$$

Jei vidutinis kvadratinis paviršiaus detalių aukščio nuokrypis daug mažesnis už bangos ilgį, išsklaidytos šviesos intensyvumas atvirkščiai proporcingas λ^2 . Remiantis šia formule ir žinant S , lengvai galima rasti ir paviršiaus šiurkštumą:

$$\sigma = \frac{\lambda}{4\pi} \sqrt{\frac{S}{R_0}}. \quad (9)$$

Vektorinė sklaidos teorija (2 pav.) yra pirmos eilės perturbacijų teorijos artinys ir galioja kai $\sigma \ll \lambda$ [13-18].



2 pav. Koordinačių sistema naudojama vektorinėje sklaidos teorijoje.

Lyginant su anksčiau nagrinėta skaliarine teorija, vektorinė sklaidos teorija suteikia daugiau informacijos, nes aprašo sklaidos kampus, taip pat išsklaidytos spinduliuotės poliarizacines savybes. Kampinė sklaida apibrėžiama [11, 19-21]:

$$\frac{dP}{P_0 d\Omega} = Fg(\mathbf{k} - \mathbf{k}_0), \quad (10)$$

čia, $dP/d\Omega$ – galia išsklaidyta erdviniame kampe $d\Omega = \sin \theta \cdot d\theta \cdot d\Phi$. Pirmasis dešinės pusės narys F yra vadinamas optiniu daugikliu, jo išraiška:

$$F = \frac{(\omega/c)^4}{\pi^2} \cos \vartheta_0 \cos^2 \vartheta |1 - \varepsilon|^2 \times \left(\frac{|\chi_0|^2}{|q' + q\varepsilon|^2} + \frac{|\chi_\Phi|^2}{|q' + q_0|^2} \right), \quad (11)$$

$$\text{čia } \chi_0 = \frac{(q'q_0 \cos \phi - kk_0 \varepsilon) \cos \phi'}{q_0 + q\varepsilon} + \frac{(\omega/c)q' \sin \phi \sin \phi'}{q_0 + q_0}, \quad (12)$$

$$\chi_\Phi = \left(\frac{\omega}{c} \right) \left[\frac{q_0 \sin \phi \cos \phi'}{q_0 + q\varepsilon} - \frac{(\omega/c) \cos \phi \sin \phi'}{q_0 + q_0} \right]. \quad (13)$$

Čia ε – sklaidančio paviršiaus dielektrinė konstanta; $\omega/c = 2\pi/\lambda$, kur λ – krentančios spinduliuotės bangos ilgis; $q = (\omega/c)\cos\theta$, $q_0 = (\omega/c)\cos\theta_0$, $k = (\omega/c)\sin\theta$,

$$k_0 = (\omega/c)\sin\theta_0, \quad q' = \left[\varepsilon(\omega/c)^2 - k^2 \right]^{1/2}, \quad q_0' = \left[\varepsilon(\omega/c)^2 - k_0^2 \right]^{1/2}. \quad (14)$$

Antroji (10) išraiškos funkcija $g(\mathbf{k} - \mathbf{k}_0)$ aprašo paviršiaus šiurkštumą. Čia \mathbf{k} ir \mathbf{k}_0 – yra atitinkamai kritusios ir išsklaidytos bangų banginiai vektoriai. Funkcija g yra autokovariacijos funkcijos $G(\tau) = \langle \xi(\mathbf{r}) \xi(\mathbf{r} + \tau) \rangle$ Furjė transformacija. $\xi(\mathbf{r})$ čia išreiškia paviršiaus aukščio profilį. Kai $\tau = 0$ funkcija G išreiškia paviršiaus šiurkštumą:

$$G(0) = \sigma. \quad (15)$$

Dažniausiai analizinės autokovariacijos funkcijos formos naudojamos numatyti sklaidos nuostolius arba pagal sklaidos duomenis apskaičiuojant paviršiaus šiurkštumo parametrus. Eksperimentinius rezultatus geriausiai aprašo tokia autokovariacijos funkcijos išraiška:

$$G(\tau) = \sigma_{\text{il}}^2 \exp\left(-\left|\frac{\tau}{\tau_{\text{c,il}}}\right|\right) + \sigma_{\text{tr}}^2 \exp\left(-\left(\frac{\tau}{\tau_{\text{c,tr}}}\right)^2\right), \quad (16)$$

čia $\tau_{\text{c,il}}$ ir $\tau_{\text{c,tr}}$ yra koreliacijos ilgiai.

Vektorinėje sklaidos teorijoje sklaida randama integruojant (10) išraišką. Izotropinio paviršiaus nelygumų atveju gauname:

$$S = 2\pi \int_0^{\frac{\pi}{2}} \left(\frac{dP}{P_0 d\Omega} \right) \sin \theta d\theta. \quad (17)$$

Čia galima išskirti du atvejus:

- Kai paviršiaus nelygumų koreliacijos ilgis yra daug didesnis už kritusios spinduliuotės bangos ilgį $\tau_c \gg \lambda$:

$$S = \left(\frac{4\pi\sigma}{\lambda} \right)^2, \quad (18)$$

kuri atitinka skaliariniu metodu gauta (8) išraišką.

- Kai koreliacijos ilgis daug mažesnis už spinduliuotės bangos ilgį $\tau_c \ll \lambda$:

$$S = \frac{64}{3} \pi^4 \frac{\sigma^2 \tau_c^2}{\lambda^4}. \quad (19)$$

1.1.2. Optinėmis dangomis padengto bandinio sklaidos nuostoliai

Dielektrinės optinės dangos naudojamos, norint pakeisti optinių paviršių atspindį, pralaidumą, ar kritusios spinduliuotės poliarizaciją. Jos gali būti gaminamos iš metalų, dielektrikų, ar puslaidininkių. Dažniausiai naudojami dielektrikai yra įvairūs oksidai, fluoridai arba sulfidai. Dažniausiai optinės dangos ant pagrindo nusodinamos aukštame vakuume, zolių-gelių ar cheminio nusodinamo būdu. Vakuume dangų dengimui gali būti panaudoti įvairūs procesai, pvz.: terminis garinimas, bombardavimas jonais arba elektronų pluoštu [8]. Šio proceso metu medžiaga iš kietos fazinės būsenos paverčiama į dujinę ir kondensuojasi ant pagrindo paviršiaus.

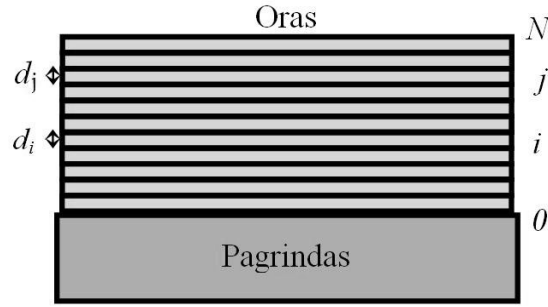
Daugiasluoksnių dielektrinių dangų sklaidos nuostolių nagrinėjimas yra dar sudėtingesnė problema, nes šiuo atveju visuminiai integruoti nuostoliai yra visų sluoksnių įnašų kryžminė koreliacija [22]. Daugelyje teorinių darbų neatsižvelgiama į daugkartinę sklaidą pačiuose dangos sluoksniuose, norint palengvinti tokių dangų sklaidos nagrinėjimą. Įskaitoma tik šviesa, išsklaidyta mažesniu negu 90° laipsnių kampu [23-28]. Kaip jau buvo minėta ankstesniame skyriuje, vektorinė sklaidos teorija visapusiškai aprašo paviršiaus šiurkštumo sukeltą sklaidą. Tačiau kai kuriais atvejais skaliarinis modelis tam taip pat yra tinkamas. Tuo atveju, kai užgarintos dielektrinės dangos visiškai koreliuoja tarpusavyje, t. y., kai garinamų dielektrinių sluoksnių nelygumai idealiai atkartoja žemesnių sluoksnių nelygumus, visuminės sklaidos S išraiška sutampa su anksčiau gauta (8) išraiška [5, 29-32].

$$S = R \left(\frac{4\pi\sigma}{\lambda} \right)^2. \quad (20)$$

Šioje išraiškoje R yra visos dangos atspindžio koeficientas, o σ pagrindo paviršiaus šiurkštumas. Tuo tarpu visuminė sklaida kritusios spinduliuotės sklaidimo kryptimi (sklaida „į priekį“) išreiškiama:

$$S_{\text{Tr}} = T \left[2\pi \frac{R_{\text{MS}}}{\lambda} (n_s - 1) \right]^2, \quad (21)$$

čia T yra pilnas dangos pralaidumas, n_s – pagrindo lūžio rodiklis. Jei danga yra didelio atspindžio arba skaidrinamoji, šios išraiškos tampa paprastesnės, nes šiuo atveju atspindžio ar pralaidumo vertės yra lygios vienetui. Tačiau prieš naudojant (20) ir (21) išraiškas, reikia atsižvelgti į šių išraiškų galiojimo ribas (paviršiaus šiurkštumo koreliacijos koeficientas turi būti pakankamai didelis palyginus su spinduliuotės bangos ilgiu).



3 pav. Daugiasluoksnis bandinys.

Daugiasluoksnei sistemai (3 pav.) sklaidos intensyvumas į erdvinį kampą užrašomas šitaip:

$$\frac{dP_0}{P_0 d\Omega} = \sum_{i=0}^N \sum_{j=0}^N F_i F_j^* g_{ij}(\mathbf{k}). \quad (22)$$

Čia F_i – i-tojo sluoksnio optinis daugiklis, F_i^* yra F_i kompleksinis jungtinis.

Paviršiaus nelygumo funkcijos g parodo kaip koreliuoja dviejų paviršių šiurkštumai. (22) išraišką galima perrašyti taip:

$$\frac{dP_0}{P_0 d\Omega} = \sum_{i=0}^N |F_i|^2 g_{ii}(\mathbf{k}) + \sum_{i=0}^N \sum_{\substack{j=0 \\ j \neq i}}^N F_i F_j^* g_{ij}(\mathbf{k}). \quad (23)$$

Antrasis šios išraiškos narys nurodo interferenciją tarp skirtingų sluoksnių. Tuo tarpu pirmasis yra paprasta kelių intensyvumų suma. Akivaizdu, kad kai sluoksnių nelygumas visiškai nekoreliuoja, $g_{ij} = 0$. Šiuo atveju antrasis (23) išraiškos narys visiškai išnyksta.

Kitu atveju, kai sluoksniai visiškai atkartoja vienas kitą, funkcijos g_{ij} yra visiškai identiškos. Tuomet sklaidos intensyvumas yra lygus:

$$\frac{dP_0}{P_0 d\Omega} = \left| \sum_{i=0}^N F_i \right|^2 g(\mathbf{k}). \quad (24)$$

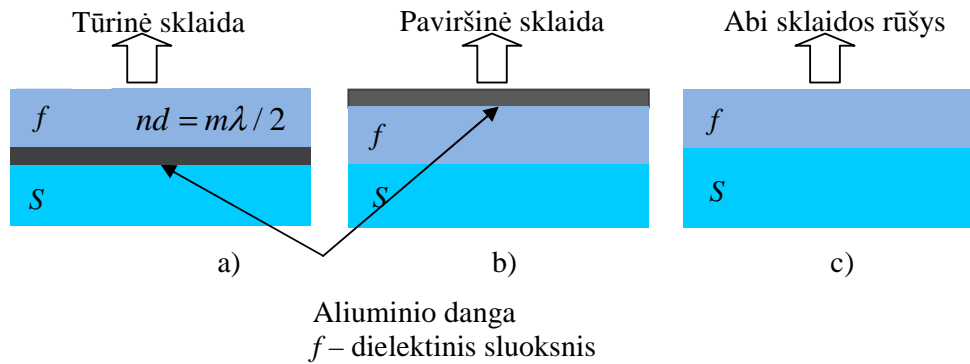
1.1.3. Tūrinė sklaida optinėse dangose

Realiose optinėse dangose sklaida gali atsirasti ne tik dėl paviršiaus nelygumo, bet taip pat spinduliuotė gali būti sklaidoma pačioje dangoje dėl jos optinio netolygumo. Paprastai aukštos kokybės optinėse dangose tūrinės sklaidos intensyvumas yra daug mažesnis negu paviršinės sklaidos. Tūrinė sklaida suteikia daug informacijos nagrinėjant vidinę optinių dangų struktūrą. Apskritai kampinė tūrinės sklaidos priklausomybė aprašoma tokia išraiška:

$$\frac{dP_v}{P_0 d\Omega} = \frac{4\pi^2 \cos^2 \theta}{\lambda^4 \cos \theta_0} \left[|\gamma_p|^2 + |\gamma_s|^2 \right] g_v(\mathbf{k}), \quad (25)$$

čia $g_v(\mathbf{k})$ yra dielektrinės konstantos fliuktuacijų autokovariacijos funkcijos $G_v(\tau) = \langle \Delta\mathcal{E}(r) \Delta\mathcal{E}(r + \tau) \rangle$ Henkelio transformacija. γ_s ir γ_p - optiniai daugikliai, atitinkamai s ir p poliarizacijoms:

Be to taikant šią išraišką eksperimentiniams rezultatams analizuoti, reikia įsitikinti, kad tirtų bandinių sklaidoje dominuoja tūrinės sklaidos įnašas. Tam reikia specialiai pagaminti bandinius. Sumažinti paviršinę sklaidą įmanoma naudojant didelio lūžio rodiklio padėklą. Ant jo užgarinus $\lambda/2$ storio dangos sluoksnį, paviršinės sklaidos įtaka sumažės, bet visiškai neišnyks. Šiuo metu geriausias sprendimas yra naudoti papildomas aliuminio veidrodžio dangas (4 pav.). Tokiu būdu išsklaidyta šviesa paviršiuje ir nuo metalo dangos interferuoja tarpusavyje ir dėl fazių skirtumo viena kita panaikina (4 pav., a). Padengus bandinio paviršių atkartojančia metalo danga, matuojama tik paviršinė sklaida (4 pav., b). Papildomai negarinant metalinės dangos, turėsime tiek tūrinės, tiek ir paviršinės sklaidos įnašus. Šis metodas plačiai taikomas ir leidžia patikimai nustatyti daugiasluoksnių bandinių paviršiaus šiurkštumus [27, 33-36].



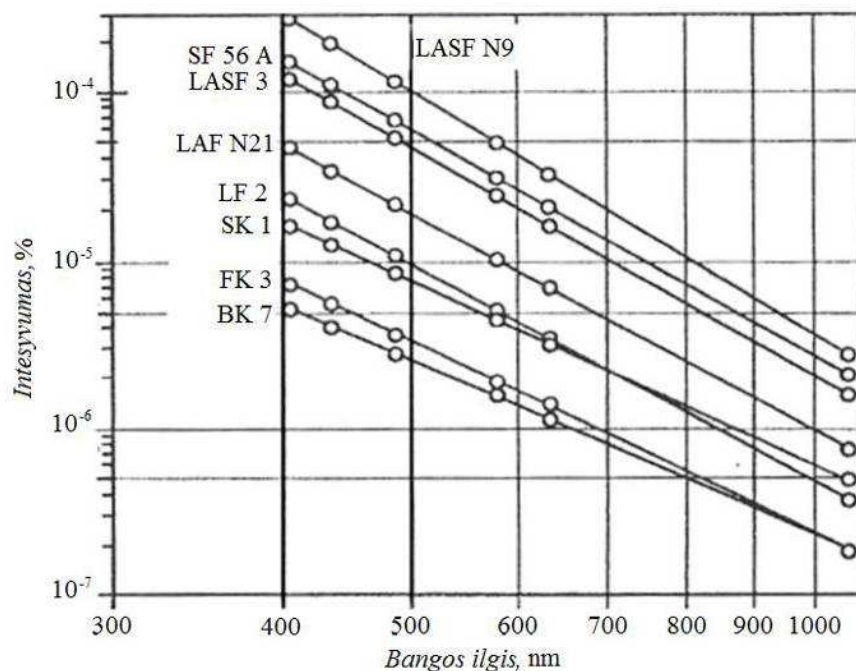
4 pav. Bandinio struktūra matuojant tūrinę sklaidą (a), paviršinę sklaidą (b) ir abi sklaidas (c).

1.1.4. Sklaida optiniuose stikluose

Šviesos sklaida stikluose yra sąlygojama neištirpusiomis dalelėmis (tokiomis kaip akmenys, metalai, kristalai), burbulais, ir tankio fluktuacijomis. Pirmosios trys sklaidos priežastys – neištirpusios dalelės, burbulai ir fazių riba yra susijusios su stiklo lydymo technologijomis. Tankio fluktuacijos yra susijusios su lydalo molekulių Brauno judėjimu. Lengvieji lydalo komponentai (SiO_2 , NaO_2) dėl molekulių šiluminio judėjimo lydale gali atsiskirti nuo sunkiųjų komponentų (pvz., PbO). Šie nedideli lengvųjų ir sunkiųjų komponentų atsiskyrimai sukelia tankio ir lūžio rodiklio fluktuacijas [37-39]. Po lydalo atkaitinimo šios lūžio rodiklio fluktuacijos yra užšaldomos susiformavusiam stikle. Fluktuacijų dydis yra daug mažesnis už šviesos bangos ilgį ir šiam atvejui galioja Reilėjaus nustatyta sklaidos intensyvumo priklausomybė nuo bangos ilgio ($\sim \lambda^{-4}$). Išsklaidytos 90° kampu 546 nm bangos ilgio šviesos intensyvumas įvairiuose stikluose kinta nuo 2×10^{-6} iki 70×10^{-6} . Tyrimai rodo, kad įvairių stiklų sklaida nėra tiksliai aprašoma Reilėjaus priklausomybe, nes sklaidos intensyvumas yra atvirkščiai proporcingas bangos ilgiui:

$$I_{skl} \sim \frac{1}{\lambda^m}, \quad (26)$$

čia m rodiklis įvairiems stiklams kinta nuo 3,5 iki 4,8. Kroniniams stiklams m yra mažesnis, o flintams didesnis. Išsklaidytos 90° kampų šviesos intensyvumo priklausomybė nuo bangos ilgio pavaizduota 5 paveiksle. Jei dalelių matmenys yra sulyginami su bangos ilgiu tai kreivės yra lėkštesnės (m yra mažiau už 4), o tai jau daugiau atitinka Mi sklaidą.



5 pav. Išsklaidytos 90° kampų šviesos intensyvumo priklausomybė nuo bangos ilgio optiniuose stikluose.

1.2. Defektai optinėse dielektrinėse dangose

Optinės dangos garinimo metu ant padėklo nusėdus įvairioms priemaišoms arba net stambesnėms dielektriko dalelėms, susiformuoja įvairūs dangų defektai. Net ir viename sluoksnyje gali susidaryti mazginis defektas. Jis susiformuoja tiek dielektrinių, tiek ir metalinių veidrodžių dangose jas dengiant įvairiais būdais. Šie defektai pradeda formotis nuo mažų, bet didesnių už dielektriko molekules priemaišų arba netgi to paties dielektriko lašelio. Naujoms nusėdančioms dielektriko molekulėms yra šiek tiek didesnė tikimybė nusėsti ant priemaišos arba lašelio, nes šių pagavos skersmuo yra didesnis už

kitų jau nusėdusių molekulių. Taip

formuojasi iškilimas apie pačią priemaišą, o šiek tiek toliau susidaro griovelis, nes dalis tų molekulių, kurios turėjo nusėsti į griovelio vietą, nusėdo ant priemaišos. Jei

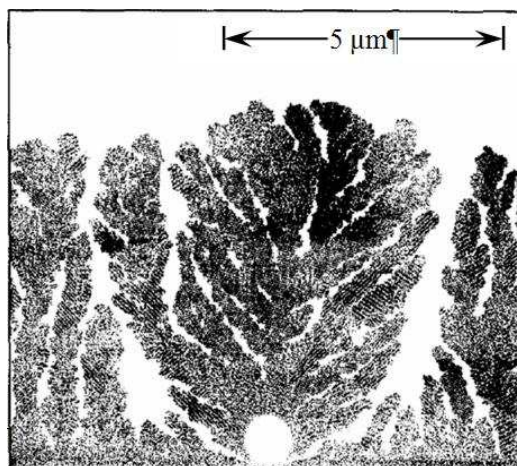
tik ką nusėdusios dielektriko molekulės yra mobilios, t.y. jos gali peršokti per vieną ar dvi vietas, tai jos gali judėti link besiformuojančio griovelio ir taip jį šiek tiek švelninti. Garinamų molekulių mobilumas priklauso nuo pagrindo temperatūros, krintančio srauto kinetinės energijos,

pagrindo paviršiaus lygumo ir molekulės aktyvacijos energijos.

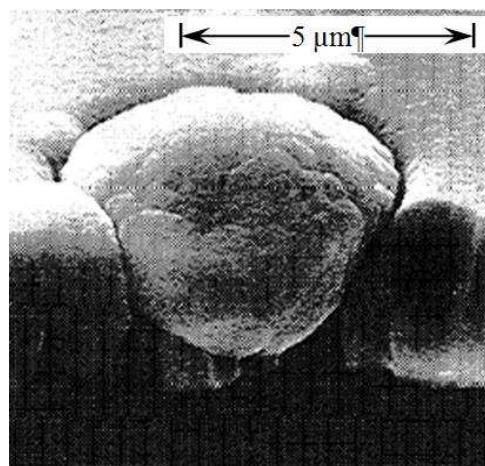
Garinant dangą, mazginio defekto skersmuo didėja,

didėjant sluoksnio storiui. Mazginis defektas dažniausiai būna kūgio formos.

Jo forma priklauso nuo pradinės priemaišos dydžio ir nuo to ar garinimo metu veidrodis buvo sukamas, ar ne. Bei kokių kampu krenta garinamos medžiagos



a)

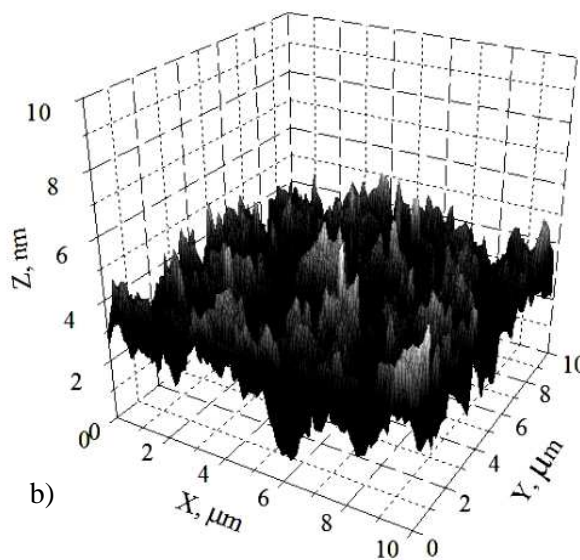
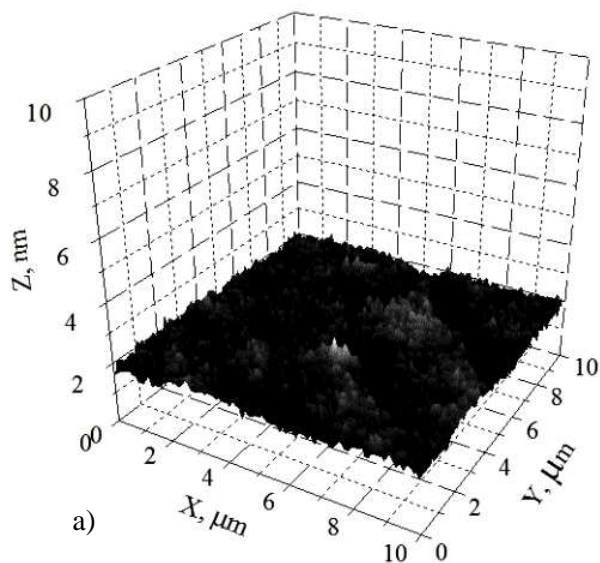


b)

6 pav. Mazginiai defektai optinėse dangose: a) – kompiuteriu modeliuotas defektas suformavęs terminio dengimo metu, b) - mazginio defekto nuotrauka, padaryta mikroskopu.

dalelių srautas. Kai veidrodžiai garinami juos sukant, mazginio defekto kampas būna didesnis, o jo forma ima panašėti į paraboloidą.

Mazginio defekto pavyzdys ir kompiuterinis modelis pateikti 6 paveiksle. Šie defektai susiformuoja jau vienoje dielektrinėje dangoje, todėl garinant kitus vėlesnius sluoksnius, jie gali būti naujo mazginio defekto pradžia, taip pat šie defektai iškraipo dangos paviršių. Todėl garinant naujus sluoksnius, gaunami visų vėlesnių dangų iškraipymai. Dėl šių iškraipymų lazerio spinduliuotė gali būti fokusuojama, jie sustiprina spinduliuotės sklaidą, palengvina drėgmės prasiskverbimą į dangą, sumažina šiluminį laidumą ir sukelia lokalinių įtempimų atsiradimą. Todėl šie defektai apskritai blogina daugumą veidrodžio parametrų. Naudojant jonapluoštį dangų dengimą ar papildomai naudojant jonų asistavimo metodą, šių defektų skaičių galima sumažinti. Šių metodų įtaka gaunamoms dangoms bus aptarta sekančiame skyriuje.



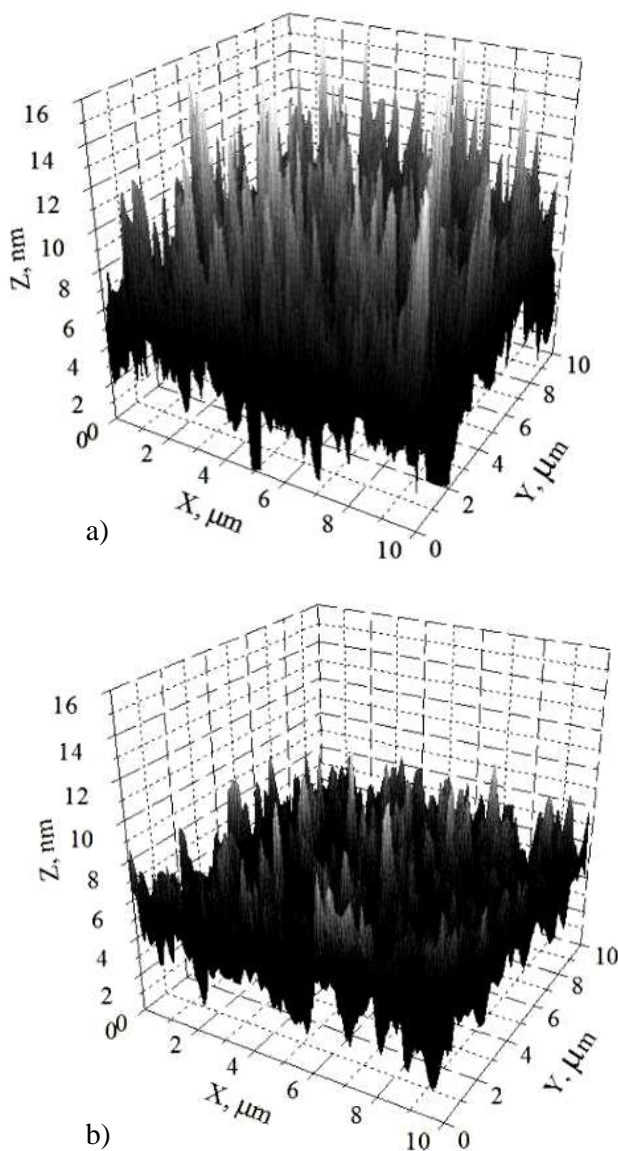
7 pav. Poliruoto stiklo paviršių vaizdai gauti atominių jėgų mikroskopu: a) paviršiaus šiurkštumas 0,16 nm; b) paviršiaus šiurkštumas 0,64 nm.

1.3. Optinių dangų paviršiaus šiurkštumas

Skirtingos poliravimo kokybės stiklo padėklų paviršiaus vaizdai gauti atominių jėgų mikroskopu pavaizduoti 7 paveiksle. Jame nuskenotas tik $10 \times 10 \mu\text{m}$ paviršiaus plotas, kuriame matyti labai daug smulkių įdubimų ir iškilimų. Blogesnės poliravimo kokybės padėklo paviršius yra šiurkštesnis.

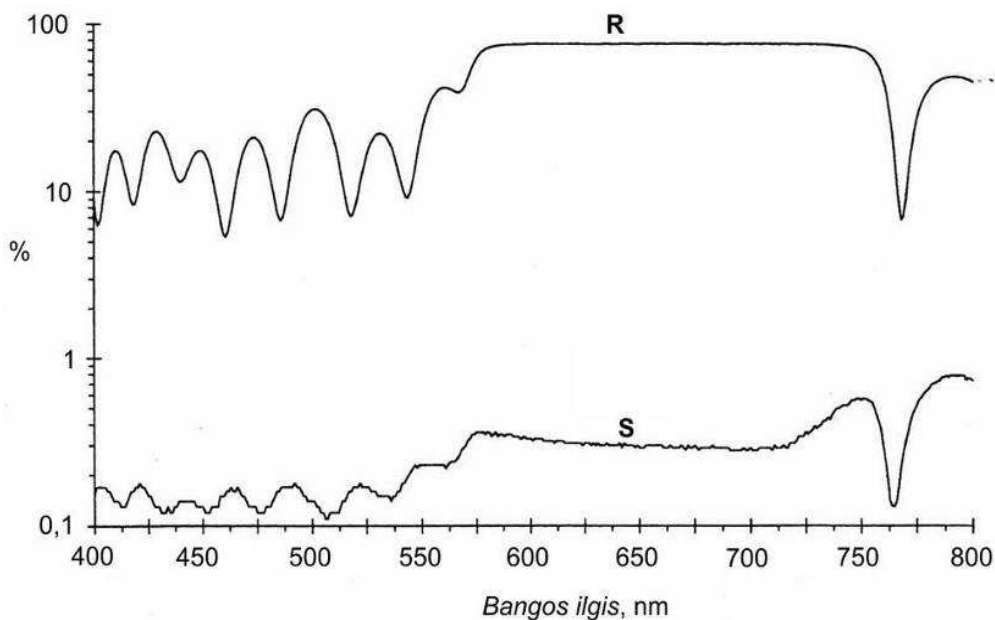
Didelių poliruotų paviršių tyrimas atominių jėgų mikroskopu neįmanomas, dėl didžiulių darbo ir laiko sąnaudų.

Daugiasluoksnių (25-27 sluoksnių) optinių dangų paviršiaus vaizdai gauti atominių jėgų mikroskopu, pavaizduoti 8 paveiksle. Matyti, kad terminio dengimo metodu, naudojant elektronų pluoštą, dengtų dangų šiurkštumas lyginant su naudoto pagrindo šiurkštumu padidėja ~6 kartus. Dengimo metu naudojant jonų asistavimą viršutinės



8 pav. Atominiu jėgų mikroskopu gauti optinių dangų, dengtų elektroninio garinimo metodu paviršiaus vaizdai: a) – be jonų asistavimo; b) su jonų asistavimu.

dangos šiurkštumas yra apie 2 kartus mažesnis.



9 pav. Didelio atspindžio veidrodžio, pagaminto iš SiO_2 ir TiO_2 dangų atgalinės sklaidos (S) ir atspindžio (R) spektrai. Matavimai buvo atlikti LAMDA 19 spektrofotometru kartu su integruojančia sfera.

Veidrodžio su dideliu atspindžio koeficientu 580–750 nm srityje atspindžio koeficiento R ir atgalinės integruotos sklaidos signalo S kitimas plačioje spektro srityje pavaizduotas 9 paveiksle. Matyti, kad atgalinės sklaidos signalas labai išauga toje spektro srityje, kurioje padidėja atspindžio koeficientas.

1.4. Optinių kristalų defektai

Optiniuose kristaluose gali būti priemaišinių arba struktūrinių defektų. Jie gali veikti kaip sklaidos centrai. Netgi naudojantis moderniomis šiuolaikiškoms kristalų auginimo technologijomis, visiškai defektų išvengti nepavyksta [40]. Priklausomai nuo kristalų auginimo metodo, defektų tankis vidutiniškai yra apie 10^4 – 10^6 cm^{-3} [41]. Nustatyta, kad auginant kristalus, temperatūros pokyčiai įtakoja defektų matmenų pokyčiams [42]. Patobulinus

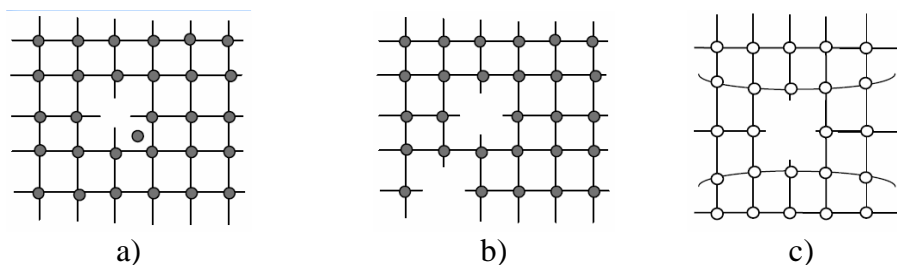
tirpalo ir druskų filtravimo metodus, kristalo auginimo metu, tūrinių defektų itin sumažėjo, tuo pačiu iškilo paviršinių defektų problema [43].

Bet kokie nukrypimai nuo idealaus kristalo vadinami gardelės defektais. Visi gardelės defektai gali būti suskirstyti į:

- 1) taškinius defektus – tarpmazginiai atomai, vakansijos, priemaišos atomai;
- 2) linijinius defektus – ribinės ir sraigtinės dislokacijos;
- 3) dvimačius defektus – išoriniai (nes kristalas yra baigtinio dydžio) ir vidiniai (tai kristalo sričių, pasuktų viena kitos atžvilgiu, ribos);
- 4) tūrinius defektus, arba makroskopinius netobulumus – uždaros ir atviros poros, įtrūkimai, kiaurymės, kitos medžiagos intarpai.

Taškiniai energetiniai defektai dažniausiai susidaro aukštesnėse temperatūrose. Gardelės atomams svyruojant apie pusiausvirąją padėtį, jie nukrypsta nuo jos tai į vieną, tai į kitą pusę ir transliacinė simetrija pažeidžiama. Taškiniai elektroniniai defektai susidaro atskirus gardelės atomus pakeitus kitokio valentingumo atomais. Šie defektai vadinami donorinėmis, arba akceptorinėmis, priemaišomis. Šios priemaišos keičia laisvųjų krūvininkų koncentraciją. Taškiniai atominiai defektai susidaro tuomet, kai atskiruose taškuose pažeidžiama erdvinės gardelės struktūra, nekeičiant elektronų koncentracijos. Jie gali būti įvairių rūšių – pakeitimo, įterpimo defektai ir vakansijos.

Pakeitimo defekto atveju mazge esantis atomas pakeičiamas kitu, nors ir to paties valentingumo atomu. Šis defektas išryškėja, jei naujas atomas yra daug didesnis (arba mažesnis) už gardelės atomus. Toks defektas deformuoja pačią gardelę ir atominės plokštumos arti defekto pasidaro ne plokščios (išgaubtos arba įgaubtos). Įterpimo defektas gaunamas tuomet, jei tarpmazgyje atsiranda atomas (iš to paties kristalo arba svetimas). Vakansija – tai neužimta vieta gardelės mazge (10 pav., a).

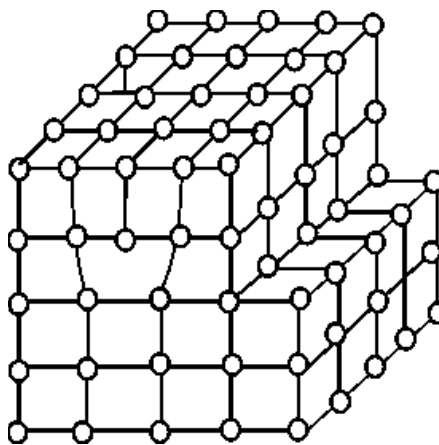


10 pav. Taškiniai defektai: a) Frenkelio; b) Šotkio; c) kristalinės gardelės deformacija esant vakansijai [44].

Joniniuose kristaluose vakansijos gali būti katijoninės ir anijoninės. Vakansijų atsiradimo priežastis yra paprasta: atomų šiluminės energijos yra nevienodos, todėl kai kurie atomai gali įgyti pakankamai energijos ir iš mazgo pereiti į tarpmazgį. Toliau difuzijos dėka susidariusios vakansijos ir įterpimo defektai gali nutolti vienas nuo kito. Tokie defektai, kai susidaro vakansijos ir įterpimo defekto pora, vadinami Frenkelio defektais (10 pav., b). Susidaręs įterpimo defektas gali pasiekti kristalo paviršių ir ten pasilikti (lyg ir pratęsdamas gardelę) arba išgaruoti iš kristalo. Defektai, kai kristale lieka vienos vakansijos (be įterptų atomų), vadinami Šotkio (*W. Schottky*) defektais (10 pav., c) [44].

Ypač greitai defektai susidaro junginiuose, kur viena iš junginio dedamųjų gali turėti įvairius valentingumus – šiuo atveju susidarant vakansijoms gali kisti kristalo stochiometrija. Kristalas vadinamas stochiometriškuoju, jei jo sudėtis tiksliai atitinka jo cheminę sudėtį.

Linijiniai defektai vadinami dislokacijomis. Dislokacijos yra dviejų rūšių: ribinės ir sraigtinės. Ribinė dislokacija atsiranda tuomet, kai kristalo viduje nutrūksta viena kristalografinė plokštuma.



11 pav. Ribinė dislokacija.

Pavaizduotos 11 paveiksle kristalografinės plokštumos defektas yra linija (nebūtinai tiesė), einanti išilgai vidurinės plokštumos ribos kristalo viduje.

Dvimačius defektus sudaro kitaip orientuotų (ar kitokių parametru) kristalo sritys didelio kristalo viduje („grūdai“). Tokios sritys viduje taip pat galioja transliacinė simetrija, todėl dvimatį defektą sudaro paviršius, gaubiantis šią sritį.

Optinio komponento kokybę riboja jame esančių defektų, kaip kad įvairūs paviršiaus įtrūkimai, išmušimai, iškilimai, kiekis. Šie defektai yra labai svarbūs faktoriai, ribojantys tokias optinių komponentų savybes, kaip kad atspindys, pralaidumas, optinis atsparumas ir t. t. Jie sugeria ar išsklaido į komponentą krintančią šviesą [45]. Tai ypač svarbu naudojant šiuos elementus lazeriuose ar lazeriniuose prietaisuose ir sistemose. Nepageidaujama difrakcija ir sklaida, kuri pasireiškia dėl įvairių įtrūkimų ar kitokių defektų, pablogina aparatūros charakteristikas, o esant dideliame lazerio impulsų energijos tankiui ($> 1 \text{ J/cm}^2$), dėl defektų sukeltos sugerties galimi pačių komponentų pažeidimai [46].

Paviršiaus banguotumas yra stambus nuokrypis nuo idealios paviršiaus formos. Šiurkštumas – tai didelio tankio ir ne didesnis kaip keletas mikrometrų nuokrypis nuo idealios paviršiaus formos.

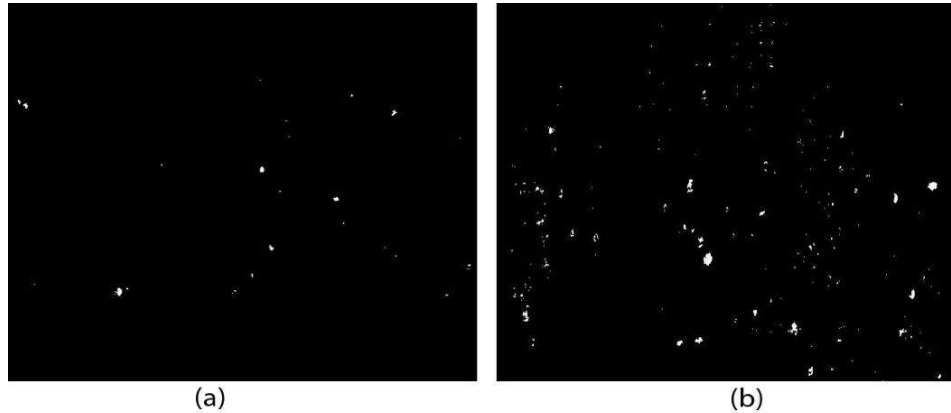
Kiti paviršiaus apdirbimo defektai:

- Įdrėskimai, kurie atsiranda, poliruojant bandinį grūdėtomis kietomis dalelėmis (abrazyvais). Jie apibūdinami ilgiu, gyliu ir pločiu.
- Duobutės, kurios lieka nupoliravus kristalo, turinčio tuštumų, paviršių. Jos nusakomos diametru ir gyliu.
- Įskilimai, atsirandantys poliravimo metu arba dėl įtempimų, sukeltų kristalo nevienalytiškumo ar temperatūros gradientų.
- Dulkės – tai nuosėdos, dažniausiai organinės, kurios nusėda ir lokalizuojasi ant paviršiaus dėl netinkamo įpakavimo, laikymo sąlygų.

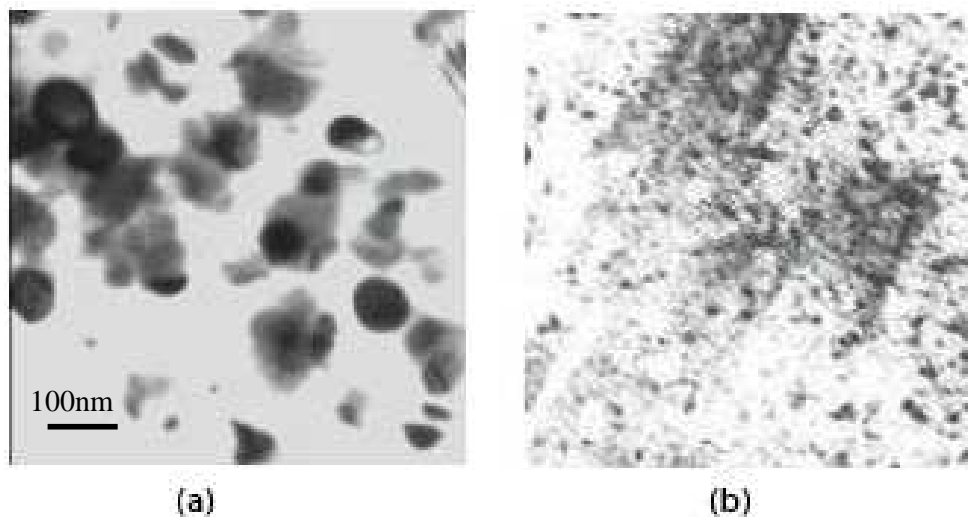
1.5. Sklaidos centrai KDP kristaluose

Atsiradus didelės galios lazeriams, iškilo būtinybė pagerinti netiesinių kristalų pažeidimo slenkstį. Daugelyje mokslinių publikacijų skelbiama, jog kristalo pažeidimo slenkstis priklauso nuo sklaidos centrų tankio šiuose kristaluose: kuo didesnis tankis, tuo mažesnis pažeidimų slenkstis. Taigi, labai svarbu suprasti sklaidos centrų atsiradimo mechanizmą ir rasti būdus jų kiekiui sumažinti arba visiškai pašalinti. Išskiriamos kelios pagrindinės priežastys galinčios įtakoti sklaidos centrų KDP kristaluose atsiradimą. Tai būtų: bakterijos, mikrobai, organinės medžiagos (organinės rūgštys, anijonai) ir skysčio ar kietosios priemaišos [47-51]. Taip pat įtakos turi temperatūros kitimai bei tirpalo persotinimas kristalo auginimo metu [52]. Dažniausiai KDP kristaluose pasitaikančios priemaišos yra metalų jonai (Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+}), tačiau eksperimentų metu įrodyta, jog jie nėra sklaidos centrai [53].

Priemaišos nusėdusios ant augančio kristalo plokštumos, tiesiogiai daro įtaką tolesniam kristalo segmento augimui toje vietoje. Dėl nusėdusios priemaišos sulėtėja kristalo augimas toje vietoje, kai aplinkiniai, neturintys priemaišų, kristalo segmentai kristalizacijos proceso metu auga greičiau. Tai sutrikdo homogeninį kristalo augimą ir dėl to atsiranda defektai – sklaidos centrai. Ultramikroskopija ir prašviečianti elektroninė mikroskopija leidžia tirti šviesos sklaidą sukeliančių defektų tankį ir nustatyti jų matmenis. Sklaidos centrų tankio ir jų matmenų tyrimai KDP kristaluose, išaugintuose greituoju ir tradiciniu būdu, pavaizduoti 12 ir 13 paveiksluose. Kadangi auginant KDP kristalus greituoju metodu yra naudojamas persotintas tirpalas, sąlygojantis didelį augimo greitį, tai gaunamas didesnis sklaidos centrų tankis nei įprastiniu būdu auginamuose KDP kristaluose [51]. Spartus sklaidos centrų formavimasis lemia šių centrų santykinai mažesnius matmenis (vidutinis sklaidos centro diametras ~10 nm) nei tradiciniu būdu auginamuose kristaluose (vidutinis sklaidos centro diametras ~30 nm).



12 pav. KDP kristalų sklaidos centrų vaizdai užfiksuoti ultramikroskopu: a) tradicinio auginimo ir b) greitojo auginimo kristale.



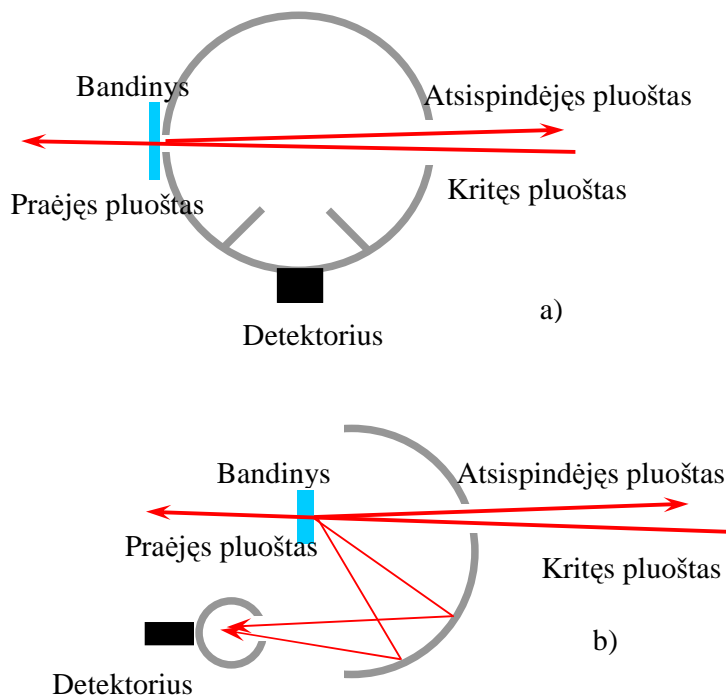
13 pav. Sklaidos centrų vaizdai užfiksuoti TEM elektroniniu mikroskopu: a) tradicinio auginimo; b) greitojo auginimo kristale.

1.6. Sklaidos tyrimo būdai

1.6.1. Visuminės sklaidos metodas

Visuminės sklaidos matavimai pagrįsti optinio paviršiaus išsklaidytos šviesos integravimu. Šių matavimų metu surenkama visa išsklaidyta šviesa,

todėl ši sklaida apibrėžiama, kaip išsklaidytos ir kritusios šviesos intensyvumų santykis. Visuminei sklaidai registruoti naudojamos Ulbrichto arba Koblenco sferos, pavaizduotos 14 paveiksle [1, 54-57].



14 pav. Visuminės sklaidos matavimuose naudojamos sferos: a) Ulbrichto; b) Koblenco.

Ulbrichto sfera naudojama integruoti difuziškai išsklaidytą lazerio spinduliuotę. Šios sferos vidinis paviršius padengiamas didelio atspindžio difuzine danga. Patekusi į sferos vidų spinduliuotė po daugelio atspindžių visoje sferoje sukuria tam tikro lygio homogeninį šviesos foną, kurio intensyvumas priklauso nuo bandinio išsklaidytos spinduliuotės kiekio. Šis fonas registruojamas detektoriumi. Gaminamų Ulbrichto sferų vidinis paviršius dengiamas teflono arba supresuotų BaSO_4 miltelių sluoksniu ir jų atspindžio koeficientas yra optimizuotas spinduliuotei, kurios bangos ilgis yra didesnis negu 250 nm. Jei sferos vidinio paviršiaus atspindžio koeficientas stipriai skiriasi nuo idealaus ($R > 98\%$), detektuojamas signalas yra silpnas ir sunkiai

registruojamas. Ulbrichto sferos yra pigios, jose galima įvairi ir paprasta bandinio geometrija. Dėl to, Ulbrichto sferos dažnai naudojamos industriniame kokybės kontrolėje, kur didelis jautrumas turi būti pasiekiamas mažomis finansinėmis ir eksperimentinėmis sąnaudomis.

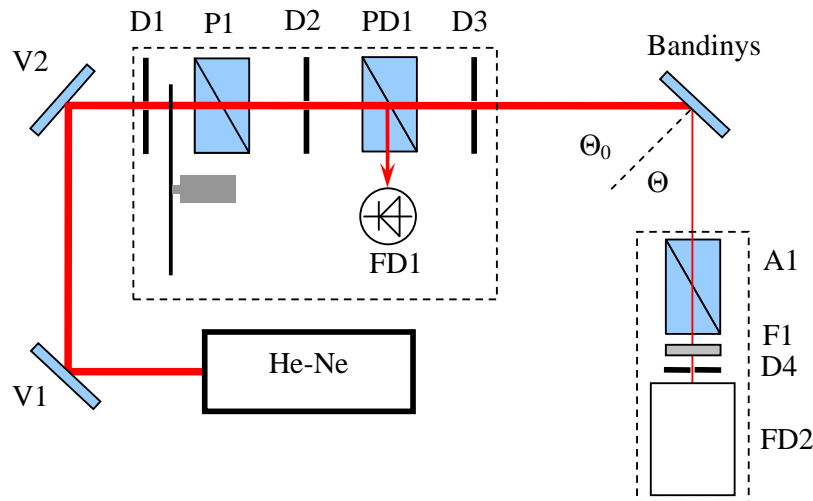
Matavimams, kai bangos ilgis yra mažesnis už 200 nm, nėra tinkamos sklaidančios medžiagos Ulbrichto sferos vidinio paviršiaus padengimui. Todėl Koblenco pusrutuliai, padengti didelio atspindžio koeficiento metalu ir apsauginiu sluoksniu yra naudojami visuminės sklaidos matavimams tolimame ultraviolete. Šioje sferoje įvairiais kampais išsklaidyta spinduliuotė surenkama ir atspindima į detektorių. Koblenco sferos pagalba galima matuoti tiesioginę ir atgalinę sklaidą. Jeigu yra matuojama atgalinė visuminė sklaida, tada sfera statoma prieš bandinį, o jei matuojama tiesioginė – už bandinio.

Pagal ISO 13696, visuminės sklaidos matavimai turi būti atlikti švarioje aplinkoje, nes ore esančios dulkių ir aerozolių dalelės gali žymiai padidinti sklaidos signalą. Kalibravimui reikalingas etalono su žinoma Lamberto sklaidos charakteristika atspindžio signalas. Po kalibravimo pluošto kelyje yra talpinamas bandinys ir yra užrašomas detektoriaus signalas. Priklausomai nuo bandinio padėties sferos atžvilgiu, bendras atgalinės sklaidos signalas arba bendras priešakinės sklaidos signalas yra užrašomi, skenuojant bandinio paviršių įvairiose pozicijose. Bendra sklaida yra išreiškiama atbulinės ir priešakinės sklaidos suma.

1.6.2. Kampinės sklaidos metodas

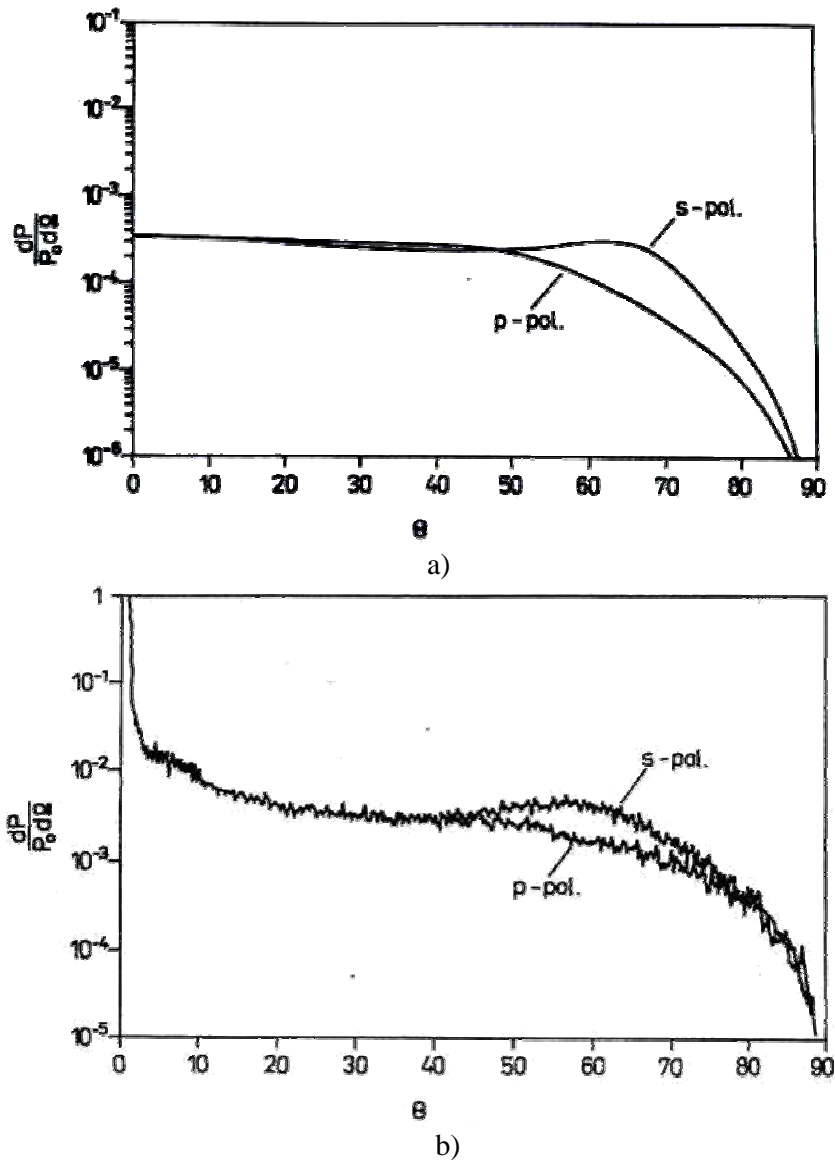
Išsklaidytos šviesos kampinių skirstinių matavimas yra būtinas, norint įvertinti aukštos kokybės dangų paviršinę ir tūrinę sklaidą. Tipinis sklaidos matuoklis sudarytas iš goniometro peties laikančio fotodetektorių. Fotodetektorius gali būti nustatytas tam tikru tiriamu kampu, kuriame matuojamas išsklaidytos šviesos intensyvumas. (15 pav.). Nors iki šiol dauguma matavimų atlikta su He–Ne lazerio spinduliuote (632 nm), kampinės

skyros sklaidos matavimai gali būti atliekami, naudojant spinduliuotę, kurios bangos ilgis derinamas nuo ultravioletinės iki infraraudonosios srities. Detektoriaus signalas, duoda kampinę informaciją apie sklaidą, tenkančią erdviniam kampui $dP / P_0 d\Omega$.



15 pav. Kampinės sklaidos matuoklio schema [8]: V1, V2 – didelio atspindžio veidrodžiai; D1-D4 – diafragmos; P1 – poliarizatorius; PD1 – pluošto daliklis; A1 – analizatorius; F1 – Neutralus filtras; FD1 – fotodiodas; FD2 – fotodaugintuvas.

Dažniausiai sklaida matuojama kritimo plokštumoje bei tik keliuose paviršiaus taškuose, tačiau yra ir darbų, kuriuose sklaida tirta daugelyje paviršiaus taškų bei įvairiais azimutiniais kampais. Mažų kampų intervalas paprastai yra ribojamas mažų kampų srityje ($\geq 0,5^\circ$). Tipinė TiO_2 ir SiO_2 optinės dangos išsklaidytos šviesos intensyvumo priklausomybė nuo sklaidos kampo tūrinei ir paviršinei sklaidai yra pavaizduota 16 pav. Šiuo atveju matavimo intervalas mažų kampų srityje buvo ribotas $\sim 2^\circ$ kampo kitimu. Išsklaidytos nuo optinės dangos paviršiaus šviesos intensyvumo spartus mažėjimas stebimas prie mažų, kelių laipsnių eilės, kampų. Tuo tarpu tūrinė sklaida yra keliomis eilėmis mažesnė už paviršinę ir mažai kinta kampų intervale iki $50-70^\circ$.



16 pav. Tipinė optinės dangos išsklaidytos spinduliuotės intensyvumo kampinė priklausomybė: a) tūrinė sklaida; b) paviršinė sklaida.

1.6.3. Koherentinės sklaidos tomografijos metodas

Norint suprasti kokie faktoriai lemia optinių komponentų panaudojimą impulsiniuose didelių galių lazeriuose, būtina plėtoti metodus, kurie leistų aptikti ir charakterizuoti šviesos sugertį sklaidos centruose ir jų tolesnę elgseną prieš ir po sąveikos su aukštos galios lazerio impulsais. Vienas iš būdų yra koherentinės sklaidos tomografija (KST). Šis metodas leidžia aptikti tūrinius

defektus nepažeidžiant paties kristalo. Tačiau bandiniai turi būti ypač gerai nupoliruoti, kad būtų kiek įmanoma lygesnis paviršius. KST ypač tinka nuosėdų ir jų sukeltiems defektams tirti. Šis metodas jau sėkmingai naudojamas puslaidininkiniams kristalams [58-60].

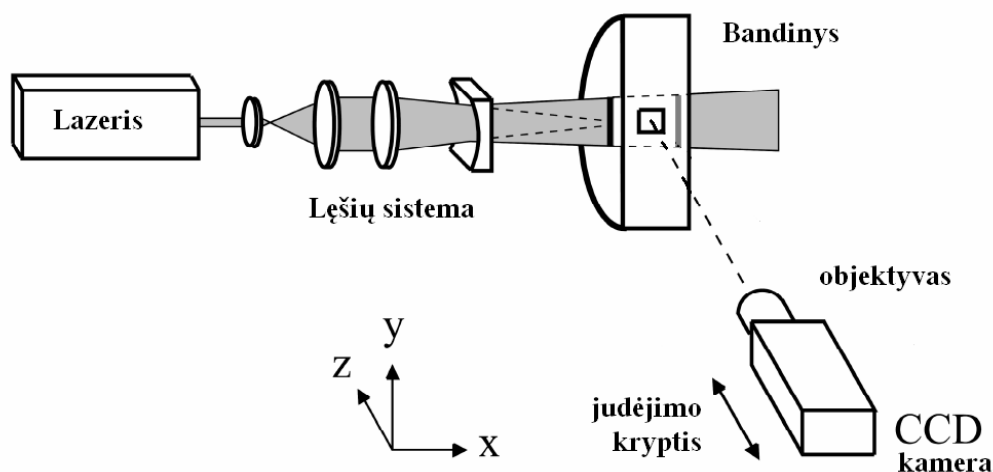
Kristalas apšviečiamas sufokusuotu lazerio pluoštu ir tūrinių defektų išsklaidyta šviesa stebima CCD kamera statmena kryptimi. Paprastai ekspozicijos laikas būna iki 10 sekundžių. Detektorius statomas statmenai lazerio pluošto sklidimo kryptčiai. Tokiu būdu mikroskopu gaunamas išsklaidytos šviesos vaizdas nuo kristalo viduje esančių defektų. KST metodo savybės yra tokios pat, kaip ir tamsaus lauko mikroskopo. Gautuose paveiksluose tamsiame fone matyti ryškios išsklaidytų defektų dėmės, kurios nusako kiekybinę informaciją apie defektų tankį, tūrį ir erdvinį pasiskirstymą kristale.

Pagal sklaidos intensyvumą galima apytiksliai įvertinti defektų tūrinius matmenis ir jų erdvines padėtis kristalo tūryje. Santykinis defektų tūris V apibrėžtas priklauso nuo pluošto, kurį atspindi defektai, intensyvumo I :

$$V = k\sqrt{I}, \quad (27)$$

čia koeficientas k priklauso nuo eksperimento sąlygų, kaip antai: pluošto bangos ilgis ir lūžio rodiklis. Tačiau išlieka daug sunkumų norint kuo tiksliau įvertinti realių defektų matmenis [61], nes išsklaidytosios šviesos intensyvumas priklauso nuo dalelės dydžio, formos, orientacijos bandinyje ir medžiagos sudėties, iš kurios padarytas kristalas [62]. Taip pat aktualios yra kompiuterinio duomenų apdorojimo bei eksperimento automatizavimo problemos.

Šiuo metu labiausiai paplitęs eksperimentinės schemos išdėstymas pavaizduotas 17 paveiksle. Dažniausiai naudojama Nd:YAG lazerio spinduliuotės pirma, antra arba trečia harmonika.



17 pav. KST eksperimentinės schemos išdėstymas [61].

Įvedant spindulį statmenai į bandinį, KST yra universalus metodas tirti defektus, priemaišas bei dislokacijas įvairiuose kristaluose, apimantis palyginti didelį tiriamą plotą. Ypač naudingas tiriant įvairiose temperatūrose, ko praktiškai neįmanoma padaryti kitais metodais. Be to, bandinys visiškai nepažeidžiamas ir gali būti naudojamas tolesniems tyrimams. Tačiau dėl per didelio pluošto intensyvumo neišvengiama sklaida nuo paviršiaus. Todėl norint tirti defektus, esančius netoli paviršiaus, reikia rinktis kitus KST metodo taikymo būdus. Lazerio pluoštą įvedus Briusterio kampu, galima tirti defektus esančius, 0–20 μm gylyje nuo bandinio paviršiaus [63, 64]. Taip pat naudojama visiško atspindžio koherentinės sklaidos tomografija, kai lazario pluoštas į bandinį įvedamas įstrižai, kad nuo vidinės bandinio sienelės įvyktų visiškas atspindys [65]. Šiuo atveju paviršinė sklaida neturi įtakos tūrinių defektų tyrimui.

Toliau plėtojant KST, didelis dėmesys skiriamas defektų, atsirandančių auginant kristalus tyrimams, nes šiuo metodu plačiame temperatūrų intervale galima aptikti priemaišų formuojamus defektus. Pavyzdžiui tam tikrų kristalų defektų dekoracijos atsiranda tarp 1100 ir 800 $^{\circ}\text{C}$ aušinant nuo lydimosi

temperatūros. Kol kas nė vienu metodu esant tokioms sąlygoms nepavyksta aptikti ir charakterizuoti kristalų defektų.

Skaidos intensyvumas taip pat priklauso nuo sklaidančiųjų dalelių tūrio ir struktūros. Ši savybė panaudojama tiriant kristalų defektus, kurie atsiranda po atkaitinimo.

1.6.4. Skaidos matavimų eksperimentų apžvalga

Pirmasis straipsnis sklaidos tyrimų tema pasirodė 1961 m. [6]. Buvo ištirtas įvairaus paviršiaus šiurkštumo metalinių paviršių atspindžio koeficientas ir patvirtinta (1) išraiška. *P. Beckmann* ir *A. Spizzichino* 1963 m. parodė, kad jei optinio elemento paviršiaus šiurkštumas daug mažesnis už bangos ilgį, tai paviršiaus aukščio skirstinys yra gausinis [66]. 1978 m. *H. E. Bennet* aprašė pilnutinės sklaidos matavimus, kuriuose naudojama Koblenco sfera [57]. *J. Detrio* 1985 m. paskelbė standartizuotus pilnutinės sklaidos matavimus [67].

Kitas kristalų kokybės tyrimo būdas – koherentinės sklaidos tomografijos metodas – pirmą kartą pademonstruotas 1976 m. japonų mokslininko *M. Tajima* puslaidininkinių kristalų tyrimui [68]. Beveik po dešimties metų (1983 m.) *K. Moriya* ir *T. Ogawa* pateikė šio metodo pluošto fokusavimo ir duomenų apdorojimo technikas [69]. Vėlesni sklaidos eksperimentai pateikti 1 lentelėje.

1 lentelė. Sklaidos eksperimentų apžvalga

| Nr. | Metodas | Tirti bandiniai | Bangos ilgių sritis | Pastabos | Litera tūra |
|-----|-----------------------------|--|---------------------|---|-------------|
| 1 | Kampinės sklaidos matavimai | Įprasto ir ypač geros poliravimo kokybės padėklai ir didelio atspindžio dangos | 633 nm, 1320 nm | Padėklai tirti naudojant 633 nm spinduliuotę. Dangoms tirti | [70] |

| | | suprojektuotos 633 ir 1320 nm | | – tokio bangos ilgio, kokiai buvo suprojektuota | |
|---|---|--|---------------------|---|------|
| 2 | Pilnutinės sklaidos matavimai paviršiaus šiurkštumui nustatyti | Puslaidininkinis padėklas | 633 nm | | [30] |
| 3 | Visuminės sklaidos matavimai naudojant Ulbrichto ir Koblenco sferas | Didelio atspindžio dangos, pluošto dalikliai, skaidrinamosios dangos, teflono bandiniai | 633 nm | Round Robin eksperimentai pagal ISO 13696 standartą | [56] |
| 4 | Visuminės sklaidos matavimai | Aliuminio, aliuminio-vario dangos | 633 nm | | [71] |
| 5 | Atominių jėgų ir visuminės bei kampinės sklaidos matavimai | LaF ₃ ir LaF ₃ /MgF ₂ /LaF ₃ / MgF ₂ dangos ant RG1000 padėklo | 325 nm | | [72] |
| 6 | Visuminės sklaidos ir AJM matavimai | Didelio atspindžio ir skaidrinančios dangos ant CaF ₂ padėklo | 157 nm ir 193 nm | | [73] |
| 7 | Pilnutinės ir kampinės sklaidos matavimai | Optinės dangos | 157 nm ir 193 nm | Buvo pasiektas visuminės sklaidos dinaminis diapazonas | [74] |

| | | | | 10^6 , o kampinės – 10^9 | |
|----|--|--|--|--|------|
| 8 | Visuminės ir kampinės sklaidos matavimai | Optiniai padėklai | 633 nm | | [75] |
| 9 | Visuminės sklaidos, AJM ir Rentgeno spindulių difrakcijos matavimai | Fluorido dangomis dengti CaF_2 padėklai | 157 nm, 193 nm ir 248 nm | | [76] |
| 10 | Difuzinis atspindys, naudojant Ulbrichto sferą, taip pat AJM matavimai | Silicio padėklai | Nekoherentinis, plataus spektro šaltinis | | [77] |
| 11 | Koherentinė sklaidos tomografija | GaAs kristalai | 1064 nm | 1 W galios spinduliuotė buvo fokusuojama į $300 \times 15 \mu\text{m}$ ir naudojamas 0,08 skaitinės apertūros objektyvas | [78] |
| 12 | Koherentinė sklaidos tomografija | Čiochralskio metodu išauginti silicio sluoksniai | 1064 nm | | [79] |
| 13 | Koherentinė sklaidos tomografija | GaAs kristalai | 1064 nm | | [80] |

II SKYRIUS. Tyrimų metodika

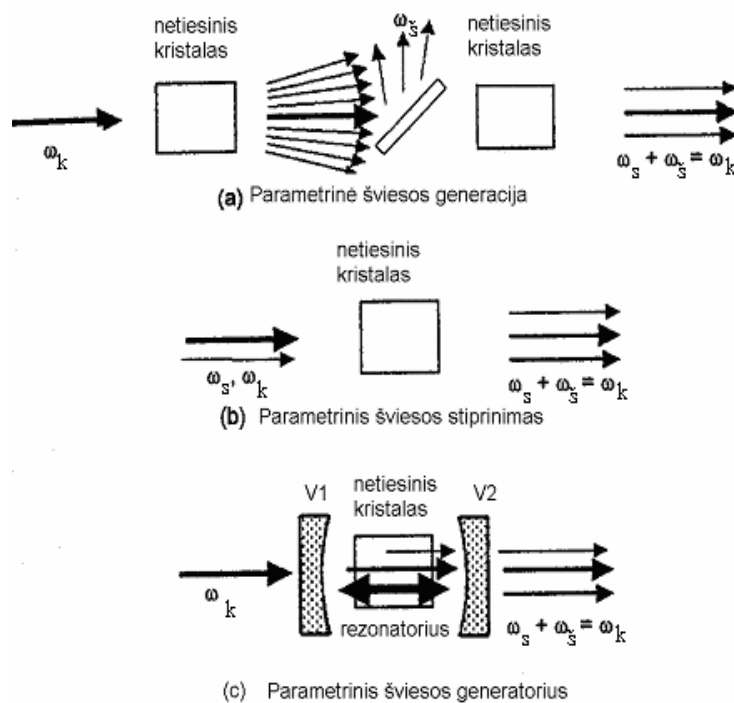
2.1. Derinamojo bangos ilgio spinduliuotės generacija ir jos taikymai optinių elementų sklaidos tyrimams

2.1.1. Parametriniai šviesos generatoriai

Parametrinės šviesos generacijos metu generuojamos dvi bangos, kurių dažnių suma lygi kaupinimo bangos dažniui. Kvadratiškai netiesine terpe, t. y. kristaline terpe, neturinčia inversijos centro, sklindant intensyviai ω_k dažnio lazerio bangai, gali vykti dviejų ω_s ir ω_s dažnio bangų generacija. Šios bangos tenkina sąryšį $\omega_k = \omega_s + \omega_s$ ir vadinamos atitinkamai signaline ir šalutine banga [81, 82].

Kad šis procesas vyktų, turi būti tenkinama fazinio sinchronizmo sąlyga:

$$\Delta k = k_k - k_s - k_s = 0, \quad (28)$$



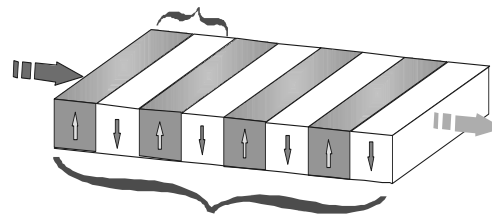
18 pav. Principinės parametrinių šviesos generatorių ir stiprintuvų schemas. V1 ir V2 yra PŠG veidrodžiai.

čia k_k – kaupinimo bangos banginis vektorius, k_s – signalinės bangos banginis vektorius ir $k_{\check{s}}$ – šalutinės bangos banginis vektorius.

Fazinio sinchronizmo sąlyga gali būti tenkinama dvejopai laužiančiuose kristaluose [81, 82]. Šiuo atveju kaupinimo banga yra statmenos poliarizacijos vienai ar dviem naujai generuojamoms bangoms. Dvejopai laužiančiuose kristaluose fazinius sąryšius ir tuo pačiu generuojamų bangų ilgius galima keisti, keičiant kristalo orientavimą ar temperatūrą.

Parametrinei šviesos generacijai gauti naudojama daug įvairių būdų [83, 84]. PŠG gali būti kaupinami didelio intensyvumo femtosekundiniais arba pikosekundiniais impulsais (18 pav., a). Antrasis netiesinis kristalas dažnai yra naudojamas parametrinės šviesos generacijai stiprinti arba spektro ploiui siaurinti. Parametrinis stiprinimas yra naudojamas įvairių trukmių impulsams stiprinti. Kitas kraštinis parametrinių sąveikų atvejis yra mažos galios dvi- arba trirezonatorinis nuolatinės veikos PŠG. Dvirezonatoriniame PŠG yra rezonuojamos signalinė ir šalutinė bangos. Krintančios į PŠG kaupinimo spinduliuotės intensyvumas gali būti padidintas rezonuojant kaupinimo bangą, bet naudoti daugelio rezonansų sistemą tampa sudėtinga. Dažniau naudojami vienrezonatoriniai PŠG, kaupinami moduluotos kokybės lazeriais. Schemiškai parametrinių šviesos sąveikų ir generatorių principai yra pavaizduoti 18 paveiksle.

Kaip alternatyva įprastam faziniam sinchronizmui (kuris remiasi dvejopo lūžimo savybėmis), yra kvazisinchronizmas (KVS) [85, 86], nes nereikalauja tokių medžiagos savybių sutapimo, kad būtų pasiektas tikrasis fazinis



19 pav. Periodiškai orientuota ličio niobato struktūra.

sinchronizmas $\Delta k = 0$. Fazinis synchronizmas, esant pirmos eilės kvazisynchronizmui ir kolinearčiai sąveikai, pasiekiamas, kai $\Delta k_Q = 0$, arba

$$\Delta k_Q = k_k - k_s - k_{\cdot s} - \frac{2\pi}{\Lambda} \equiv 0. \quad (29)$$

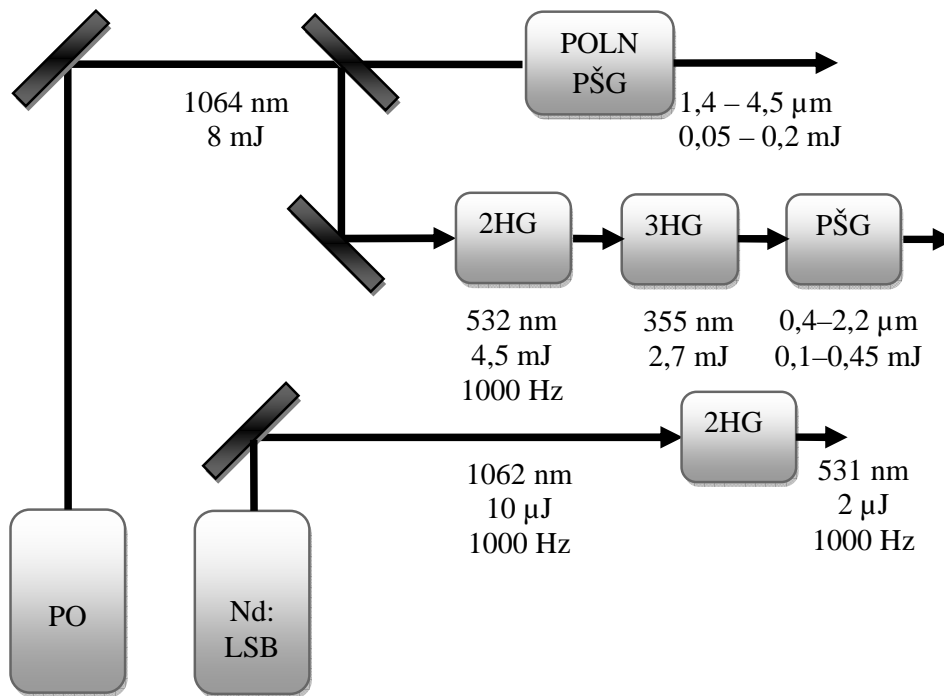
Pirmieji trys šios lygties nariai išreiškia standartinę fazinio synchronizmo sąlygą, kuri gali būti pasiekama, dispersijos kompensavimui naudojant dvejetainę lūžimą kristaluose. Kvazisynchroninės gardelės periodas Λ suteikia galimybę pasiekti fazinį synchronizmą derinant gardelės periodą. Ši galimybė kartu su galimybe parinkti didžiausią netiesiškumo koeficientą suteikia kvazisynchronizmui daug pranašumų. Kvazisynchroninė parametrinė sąveika realizuojama periodiškai orientuotose struktūrose, pavaizduotose 19 paveiksle. Kvazisynchronizmo atveju ties kiekvienu nelyginiu koherentiškumo ilgiu santykinė fazė tarp kaupinimo ir generuojamų bangų yra šuoliškai pakeičiama per π . Tagi fazių skirtumas, susidaręs koherentiškumo ilgyje, yra periodiškai prilyginamas nuliui ir bendriausiu atveju signalinė ir šalutinė bangos auga. Vienas fazės šuoliško keitimo būdų yra netiesiškumo koeficiento ženklų pakeitimas. Praktiškai tai atliekama formuojant priešingos krypties spontaninės poliarizacijos sritis (domenus). Skirtingas gardelės periodas reiškia, kad tai yra išpidoma vis kitiems signalinės ir šalutinės bangos ilgiams.

Vienrezonatorinis impulsinis PŠG su periodiškai orientuota ličio niobato (POLN) struktūra gerai veikia esant mažoms impulsų energijoms, tinkamoms pralaidumo, atspindžio ir poliarizacijos matavimams. Esant dideliame pasikartojimo dažniui ir dideliame keitimo efektyvumui, tokių PŠG vidutinė galia yra pakankama optinių komponentų, naudojamų lazerinėse sistemose ir netiesiniuose optiniuose prietaisuose, sugerties matavimams. Nauja netiesinių kristalų, tokių kaip BBO, KTP ir LBO, karta įgalina padidinti išėjimo energijas. Šiuose PŠG yra pasiekiamas didesnis nei 40 % keitimo efektyvumas ir 50 mJ išėjimo energijos [83, 84]. PŠG yra praktiškai keitikliai didelės

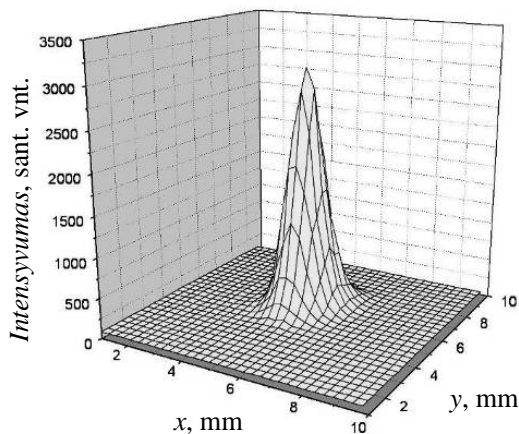
smailinės ir vidutinės galios moduluotos kokybės Nd:IAG lazeriams ir gali būti taikomi nustatant lazeriu sukkelto optinio pažeidimo slenkstį, taip pat ir sklaidos nuostolių tyrimams.

Sklaidos matavimams reikėjo sukurti derinamo bangos ilgio spinduliuotės šaltinį. Geriausiai tam tiko nanosekundinės trukmės lazerinė spinduliuotė, nes registruojamas sklaidos signalas yra proporcingas impulso energijai. Todėl kuo didesnę energiją galime paduoti į fiksuoto ploto dėmę (pavyzdžiui 0,1 mm skersmens) tuo didesnę sklaidos signalą galime gauti. Tačiau maksimali impulso energija sklaidos matavimuose priklauso nuo lazerio sukkelto pažeidimo slenkščio, išreiškiamo energijos tankiu. Tačiau optinės dangos pažeidimo slenkstį atitinkantis energijos tankis yra $\sim 0,3 \text{ J/cm}^2$ 100 fs trukmės impulsams, $\sim 1 \text{ J/cm}^2$ 1 ps trukmės impulsams ir $\sim 20 \text{ J/cm}^2$ 10 ns trukmės impulsams. Todėl didesnę sklaidos signalą, nepažeisdami dangos, galime gauti naudodami nanosekundinės trukmės impulsus. Iš principo kuo ilgesnis impulsas tuo didesnę sklaidos signalą galime gauti, tačiau imant ilgesnius kaip nanosekundinius impulsus netiesinis dažnio keitimas darosi neefektyvus. Todėl didinti impulso trukmę daugiau kaip ~ 30 ns darosi neperspektyvu, nes parametrinis šviesos generatorius neveiks efektyviai. Iš kitos pusės pikosekundiniai impulsai yra stabilesni ir įgalina kaupinti parametrinius šviesos stiprintuvus, kurie gali būti plačiau derinami ir didesnio efektyvumo. Todėl tam tikromis sąlygomis gana optimalūs gali būti ir pikosekundiniai ir femtosekundiniai kaupinimo lazeriai ir parametriniai šviesos stiprintuvai.

Optinė sistema pavaizduota 21 paveiksle leidžia keisti bangos ilgį 0,4–4,5 μm srityje.



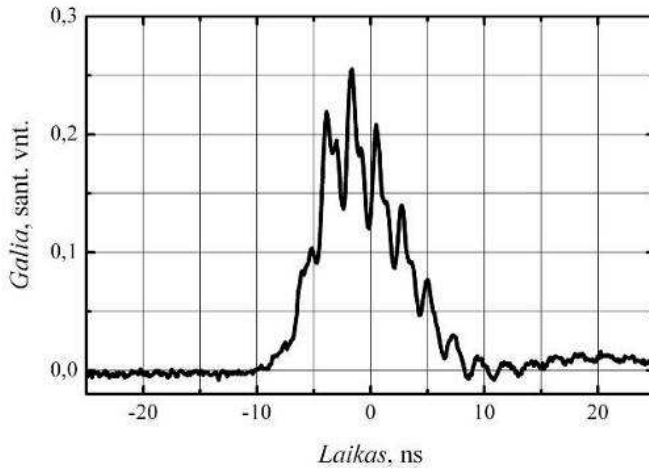
21 pav. Derinamojo bangos ilgio spinduliuotės šaltinių scheminė diagrama: PO – diodinio kaupinimo, moduluotos kokybės pagrindinis osciliatorius „Starline 2030“; POLN PŠG – periodiškai orientuoto ličio niobato parametrinis šviesos generatorius; 2HG – antrosios harmonikos generatorius; 3HG – trečiosios harmonikos generatorius; BBO PŠG – parametrinis šviesos generatorius su BBO kristalu; Nd:LSB – diodinio kaupinimo Nd:LSB mikrolazeris „STA-01“.



20 pav. Pagrindinio osciliatoriaus pluošto erdvinė charakteristika.

Pagrindinis sistemos osciliatorius – moduluotos kokybės impulsinis Nd:IAG lazeris „Starline 2030“. Lazerio parametrai tokie: spinduliavimo bangos ilgis yra 1064 nm, impulso energija – 8 mJ, trukmė 13 ns, išėjime pluošto diametras < 1,5 mm, skėsties

kampas – 1,2 mrad. Impulsų pasikartojimo dažnis siekia nuo 1 Hz iki 1000 Hz. Optiniams elementams charakterizuoti svarbu yra didelis erdvinis ir laikinis (skyra 1 ns) lazerinės spinduliuotės stabilumas. Pagrindinio osciliatoriaus



22 pav. Pagrindinio osciliatoriaus impulso laikinė charakteristika.

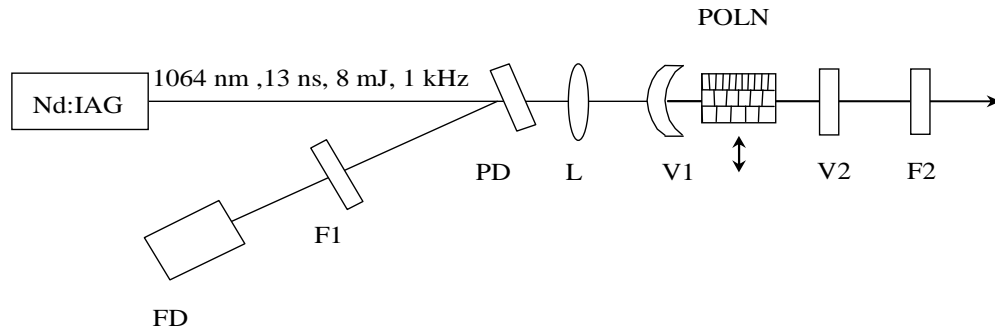
erdvinė ir laikinė charakteristikos pavaizduotos 20 ir 22 paveiksluose. Starline 2030 veikia daugiamodžiu režimu nesistengdamas išrinkti vienos išilginės modos, todėl laikinėje charakteristikoje matyti modų mušimas, sąlygojantis atskirų impulsų gaubtinės iškraipymus, tačiau impulsų trukmė pusės aukštyje beveik nekinta ir išlieka lygi 13 ns.

Šio lazerio spinduliuote kaupinant POLN parametrinį generatorių, įmanoma keisti spinduliuotės bangos ilgį 1,4–4,5 μm srityje. Papildomai panaudojus antrosios ir trečiosios harmonikų generatorius bei trečiąją harmonika kaupinamą BBO parametrinį generatorių įmanoma padengti visą spektrą nuo regimosios iki artimosios IR spinduliuotės (0,4–4,5 μm).

2.1.2. POLN PŠG, kaupinamas Nd:IAG spinduliuote

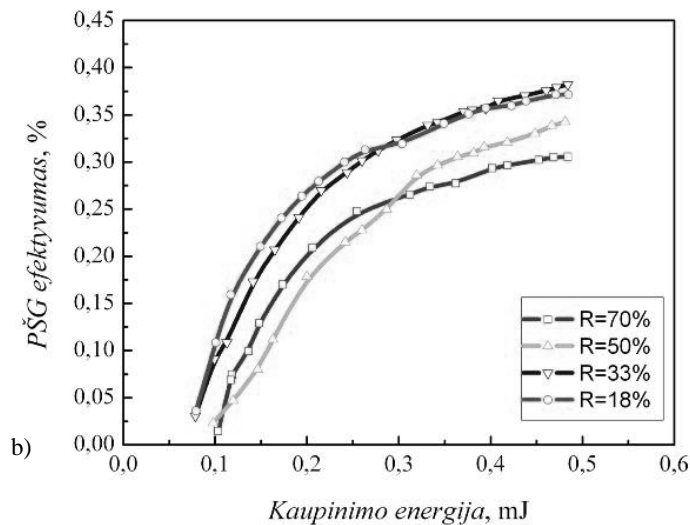
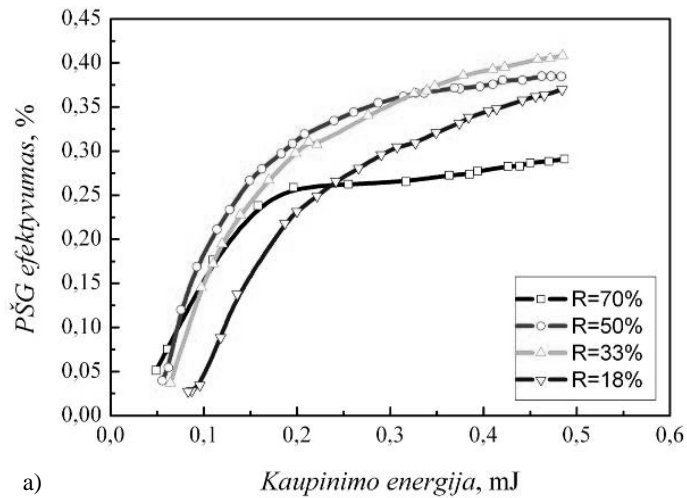
Pastaruojų metu kvazisinchronizmas tapo efektyvia priemone antrosios eilės netiesiškumo taikymuose ir yra naudojamas kaip alternatyva faziniam sinchronizmui, siekiant kompensuoti fazinių greičių dispersiją. Esant pirmosios eilės kvazisinchronizmui ir norint kompensuoti fazių išderinimą, netiesiškumo koeficientas yra moduluojamas periodu, lygiu dvigubam koherentiškumo

ilgiui (koherentiškumo ilgis – tai kristalo ilgis, kuriam esant signalas pasiekia savo pirmąjį maksimumą). Darbe naudoto kvazisinchroninio parametrinio šviesos generatoriaus principinė schema pateikta 23 paveiksle.



23 pav. POLN PŠG eksperimentinė schema. PD – pluošto daliklis; F1 – neutralus filtras; FD – fotodiodas; L – fokusuojantis lęšis; V1 – PŠG įvadinis veidrodis; POLN – krosnelėje įtvirtintas periodiškai orientuotas ličio niobato kristalas; V2 – PŠG išvadinis veidrodis; F2 – filtrai.

PŠG sudarytas iš tiesinio vienbangio 40 mm ilgio rezonatoriaus ir POLN kristalo. Įvadinio veidrodžio V1 kreivumo spindulys – 60 mm, pralaidumas 1064 nm kaupinimo spinduliuotei yra $T > 97\%$, signalinės bangos atspindžio koeficientas $R > 99\%$ ir $R < 15\%$ šalutinės bangos. Signalinės bangos rezonansui gauti PŠG išvadinio veidrodžio V2 atspindžio koeficientas signalinės bangos spektro srityje (1500–2000 nm) buvo 50 % ir veidrodis buvo pralaidus šalutinei bangai (2300–3750 nm). Kaupinimo impulsų energija buvo registruojama atraminiu FD fotodiodu. Tokio tipo generatoriuje generacijai sukelti pakanka jį kaupinti nedidelės energijos impulsais [85, 87]. Periodiškai orientuotas ličio niobato darinys buvo pagamintas iš 0,5 mm storio ir 26 mm ilgio kristalo, kuriame, naudojant elektrinio lauko orientavimo technologiją, buvo suformuoti dvidešimt keturi $0,5 \times 0,5 \text{ mm}^2$ dydžio regionai, atskirti 0,1 mm tarpais. Gardelės periodas darinyje kito kas $0,25 \mu\text{m}$ nuo 26 iki $32 \mu\text{m}$. Keičiant POLN kristalo padėtį rezonatoriuje, kaupinimo banga sąveikauja su skirtingo periodo regionais, todėl galima keisti bangos ilgį.



24 pav. PŠG keitimo į signalinę bangą ($\lambda = 1730 \text{ nm}$) efektyvumas priklausomai nuo kaupinimo energijos įvairiems išvadiniams veidrodžiams: a) su kaupinimo atspindžiu; b) be atspindžio.

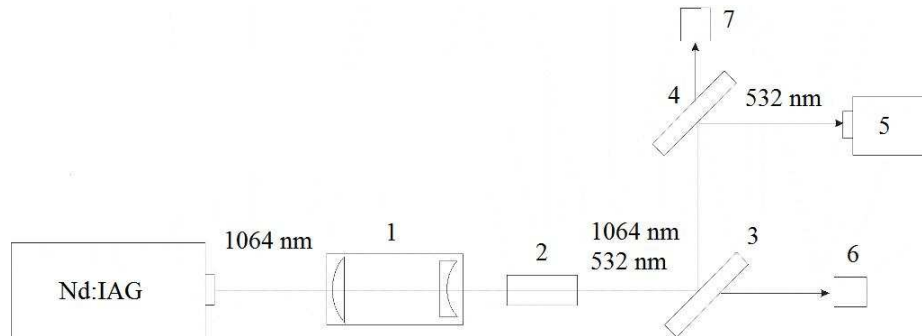
Norint išvengti POLN darinio pažeidimo, kaupinimo energija buvo padidinama iki 0,5 mJ. Parodyta, kad efektyviausias yra $R = 33\%$ atspindžio išvadinis veidrodis. Jo efektyvumas siekia $\sim 41\%$ (24 pav.). Todėl tolesniems eksperimentams tokio atspindžio koeficiento veidrodis ir buvo naudojamas.

Visuminės sklaidos matavimams, kuriuose reikalingas antrosios ar trečiosios harmonikų bangos ilgiai, paprasčiau naudoti šių harmonikų

generatorius, o ne PŠG. Papildomai sukonstruoti optiniai harmonikų generatoriai aptariami sekančiame skyriuje.

2.1.3. Antrosios ir trečiosios harmonikų generatoriai

Antrosios harmonikos generatorius buvo kaupinamas 8 W vidutinės galios „Starline 2030“ 1064 nm bangos ilgio spinduliuote. Antrosios harmonikos generacijai buvo naudojama optinė grandinė, pavaizduota 25 paveiksle.



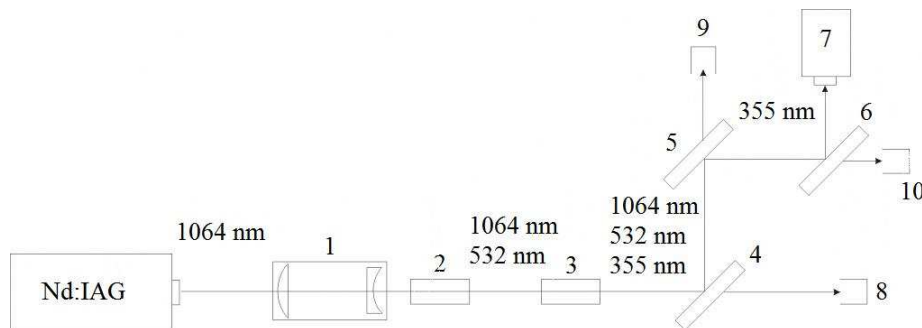
25 pav. Antrosios harmonikos generacijos optinė grandinė.

Išeinanti iš lazerio 1064 nm kaupinimo banga patenka į glaudžiamąją teleskopinę sistemą 1, skirtą bangos intensyvumui padidinti (intensyvumas buvo didinamas iki 120 MW/cm^2), nes tai yra vienas iš esminių harmonikos generavimo parametrų. Toliau banga patenka į netiesinį kristalą 2, kuriame generuojama antrosios harmonikos bangą – 532 nm. Norint antrosios harmonikos bangą atskirti nuo kaupinančios bangos, buvo panaudota dviejų dichroinių veidrodžių 3, 4 schema. Antroji harmonika atsispindi nuo veidrodžių 3, 4 ir, pirmoji nufiltruojama ir sugerama 6, 7 sugėrikliuose, tarp sklaidos matavimų energijos derinimui naudojamas galios ir energijos matuoklis 5.

Antrosios harmonikos generacijai buvo naudojamas LBO netiesinis kristalas, skirtas I tipo skaliariniam *ooe* sinchronizmui ($\theta_0 = 90 \text{ deg}$,

$\varphi_0 = 11,6 \text{ deg}$), kristalo matmenys $3 \times 3 \times 20 \text{ mm}$. Kristalo temperatūrinė stabilizacija nebuvo atliekama.

Trečiosios harmonikos generacija buvo atliekama naudojant optinę grandinę pavaizduotą 26 paveiksle.



26 pav. Trečiosios harmonikos generacijos optinė grandinė.

Trečiosios harmonikos generacija realizuota kaskadiniu būdu dviejuose nuosekliai išdėstytuose LBO kristaluose. Pirmame jau minėtame kristale 2 vyksta kaupinimo bangos, perėjusios per teleskopą 1, dažnio dvigubinimas. Tokiu būdu už kristalo gaunamos dvi skirtingo dažnio ir tarpusavyje statmenų poliarizacijų bangos, kurios patenka į kitą LBO kristalą 3 (matmenys $3 \times 3 \times 20 \text{ mm}$). Jame yra sudaromas II tipo skaljarinis *oeo* fazinis sinchronizmas ($\theta_0 = 42,2 \text{ deg}$, $\varphi_0 = 90 \text{ deg}$) ir vyksta pagrindinės ir antrosios harmonikų dažnių sumavimas – generuojama 355 nm dažnio banga. Trečiosios harmonikos atskirimui buvo panaudota trijų dichroinių veidrodžių 4, 5, 6 schema. Energijos derinimui naudojamas galios ir energijos matuoklis 7.

Trečiosios harmonikos generacijos metu kvantiniu požiūriu vyksta sąveika tarp vieno pagrindinės bangos fotono ir vieno antrosios harmonikos fotono. Tam, kad šis procesas būtų efektyvus, antrosios harmonikos energija turi būti 2 kartus didesnė negu pirmosios. Esant plokščiosioms bangoms, $E_{2\omega} : E_{\omega} = 2 : 1$. Realiųjų pluoštų šis santykis turi būti dar mažesnis.

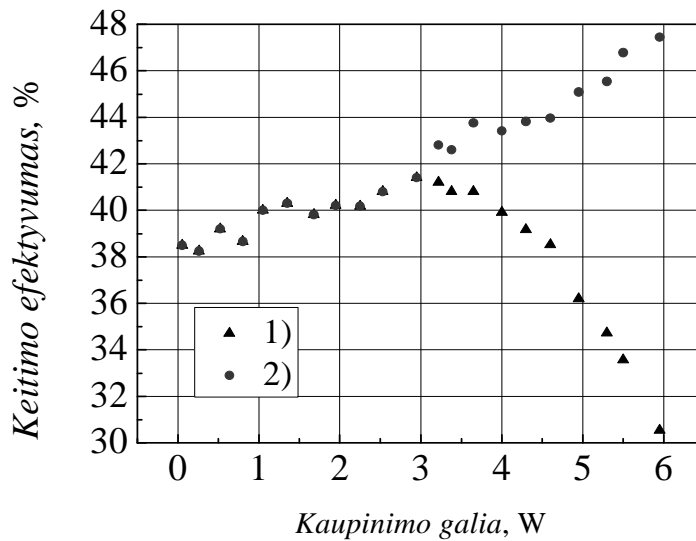
Energijos keitimo efektyvumas buvo skaičiuojamas antrajai ir trečiajai harmonikoms pagal tokias formules:

$$\eta_{2\omega} = \frac{E_{2\omega}}{E_{\omega} + E_{2\omega}}, \quad (30)$$

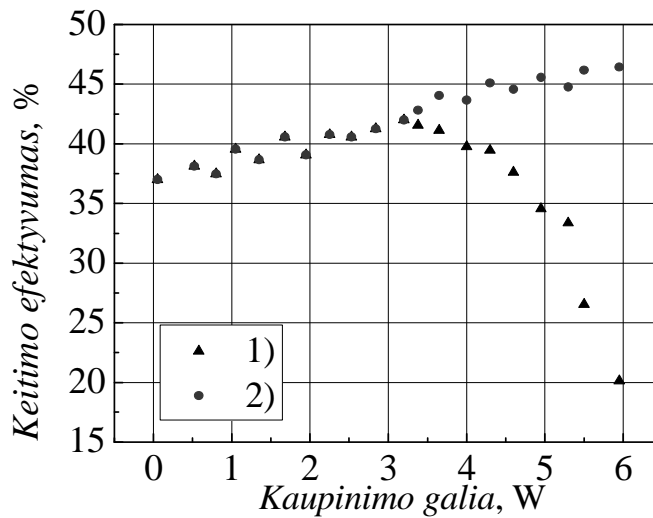
$$\eta_{3\omega} = \frac{E_{3\omega}}{E_{\omega} + E_{2\omega} + E_{3\omega}}. \quad (31)$$

Čia $E_{i\omega}$ – atitinkamo dažnio spinduliuotės energija po netiesinio kristalo. Toks efektyvumo įvertinimas leidžia automatiškai įskaityti nuostolius dėl sugerties kristale ir atspindžių, tuo pačiu galima įvertinti grynąjį keitimo koeficientą, t.y. gauti informaciją tiesiogiai apie dažnio keitimo (dauginimo ar sudėties) procesą.

Antrosios harmonikos generavimo (AHG) atveju, efektyvumo priklausomybės nuo vidutinės spinduliuotės galios pavaizduotos 27 paveiksle. Efektyvumo kitimą esant fiksuotai kristalo padėčiai vaizduoja 1 kreivė (antrosios harmonikos maksimumas – 60 mW). Kaupinimui viršijus $\langle P \rangle = 3$ W, efektyvumas pradeda greitai mažėti. Toks pobūdis aiškiai parodo, kad, esant didelei galiai, kristale pradeda reikštis šiluminiai efektai, sąlygoti spinduliuotės sugerties. Jie pakeičia sinchronizmo sąlygas. Efektyvumo kitimo priklausomybė nuo kaupinimo galios, keičiant kristalo orientaciją vaizduoja 2 kreivė. Matome, kad dėl šiluminių efektų fazinio sinchronizmo kryptis kinta, tačiau tai nemažina efektyvumo. Sinchronizmo kryptis pasikeičia kampu iki 2 mrad kaupiniant 6 W spinduliuote. Šiuo atveju didžiausias AHG efektyvumas yra 47 % ($E_{\omega} + E_{2\omega} = 5,9$ mJ, $E_{2\omega} = 2,8$ mJ).



27 pav. AHG efektyvumo priklausomybė nuo vidutinės kaupinimo galios.

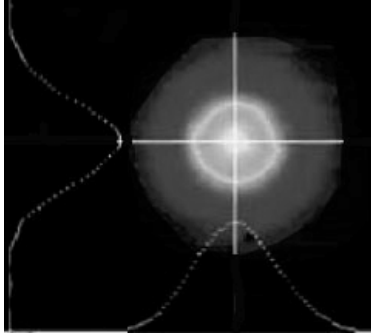


28 pav. THG efektyvumo priklausomybė nuo vidutinės kaupinimo galios.

Trečiosios harmonikos generavimo (THG) atveju (26 pav.) gautos priklausomybės kokybiniu požiūriu yra analogiškos. Matavimai buvo atlikti esant antrosios harmonikos maksimumui. Derinant kristalo sinchronizmo kryptį, didžiausias THG efektyvumas, t. y. 46 % ($E_{\omega} + E_{2\omega} + E_{3\omega} = 5,6 \text{ mJ}$, $E_{3\omega} = 2,6 \text{ mJ}$), gautas esant 6 W kaupinimo galiai.

2.1.4. POLN PŠG, kaupinamas Nd:YVO spinduliuote

Dalis eksperimentų atlikta kaip pagrindinį osciliatorių naudojant moduluotos kokybės, diodinio kaupinimo nanosekundinį Nd:YVO lazerį,



29 pav. Lazerio, kaupinančio POLN PŠG, erdvinė charakteristika.

kurio išvadinė galia buvo 6 W, o pasikartojimo dažnis – 40 kHz. Išmatavus lazerio pluošto erdvines charakteristikas, buvo patvirtintas geras TEM₀₀ modos stabilumas (29 pav.). Pluošto diametras $1/e^2$ lygyje šiuo atveju buvo 0,7 mm, tuo tarpu pluošto skėstis mažesnė negu 2,3 mrad.

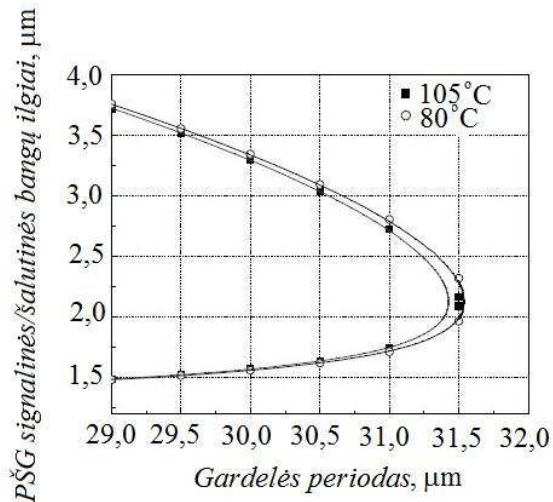
Didžiausia lazerinio impulso energija siekė ~0,6 mJ, kuri mažėja didinant impulsų pasikartojimo dažnį. Kaip spinduliuotės bangos ilgio keitiklis šiuo atveju buvo naudojamas POLN PŠG, kurio periodiškai orientuotas ličio niobato darinys pagamintas iš 1 mm storio ir 17 mm ilgio kristalo. Jame buvo suformuoti septyni $1 \times 1 \text{ mm}^2$ dydžio regionai, atskirti 0,1 mm tarpais. Gardelės periodas darinyje kito kas 0,5 μm nuo 29 iki 32 μm . Efektyvumui padidinti, POLN darinys buvo padengtas daugiasluoksnėmis skaidrinamosiomis dangomis, todėl atspindžio koeficientas buvo maždaug 1 % 1064 nm spinduliuotei, 0,5 % 1,5–1,7 μm srityje, 2,5 % 2,1 μm –2,6 μm srityje, 1 % 2,6–3,5 μm srityje ir 9 % nuo 3,5 μm .

Siekiant išvengti POLN kristalo pažeidimo, kaupinimo energija buvo sumažinta iki ~0,5 mJ, o optimalus impulsų pasikartojimo dažnis parinktas 5 kHz. Lazerio pluoštas lęšiu L buvo fokusuojamas iki 100 μm . Norint išvengti fotorefrakcinių iškraipymų, kristalas buvo įkaitinamas iki 105° C temperatūros. PŠG išėjimo galios kreivė pavaizduota 30 paveiksle.

Matavimams buvo išskirta signalinė banga. Filtrų kombinacija F2 (23 pav.) buvo sudaryta tokia, kad pralaidumas 1370–1950 nm srityje buvo didesnis negu 95 %, tuo tarpu esant kaupinimo spinduliuotei (1064 nm) ir šalutinei bangai (spektro sritis 2200–3000 nm) jis buvo mažesnis nei 0,1 %.

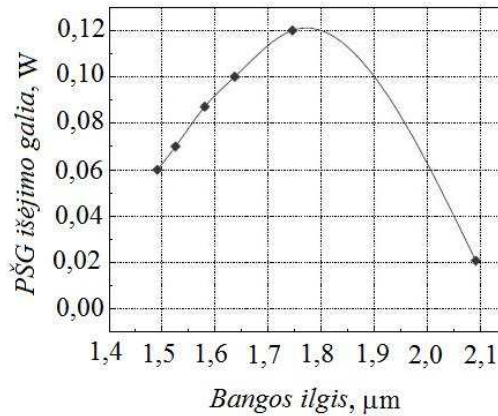
Maksimali parametrinio šviesos

generatoriaus galia siekė 120 mW. Erdvinis kristalo postūmis leidžia keisti generuojamos bangos ilgį nuo 1,5–2,09 μm (signalinė banga) ir 2,17–3,7 μm (šalutinė banga) (31 pav.). Derinimo sritis buvo apribota rezonatoriaus veidrodžių atspindžio koeficiento spektrine charakteristika. Prietaiso



31 pav. POLN PŠG derinimo eksperimentinė (taškai) ir teorinė (išsivadinė) kreivės.

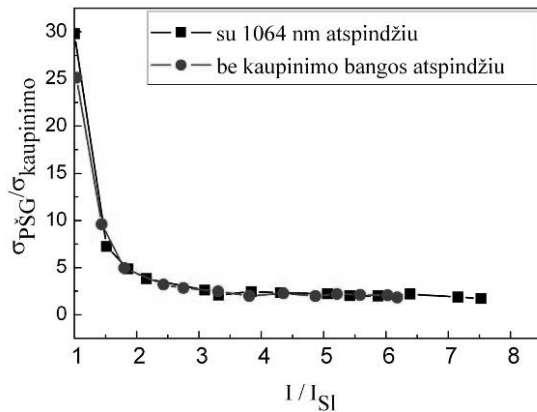
paveiksle palygintas PŠG ir kaupinimo lazerio impulsų stabilumas. Kiekvienai eksperimentinei standartinio nuokrypio vertei apskaičiuoti buvo atliekama 500–700 impulsų energijos matavimų. Tik viršijus generacijos slenkstį, PŠG



30 pav. PŠG išsivadinės galios kreivė esant skirtingiems bangos ilgiams.

generacijos slenkstis išlieka beveik pastovūs visoje derinimo srityje.

Naudojant tokį PŠG optikos charakterizavimui, svarbu ne tik PŠG didelis keitimo efektyvumas, tačiau spinduliuotė turi tenkinti ir aukštas išėjimo galios stabilumo, esant dideliame pasikartojimo dažniui, bei geras erdvines charakteristikas. 32

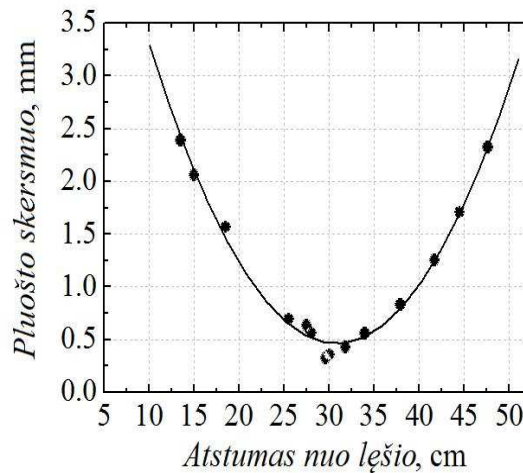


32 pav. PŠG ir kaupinimo lazerio impulsų vidutinių kvadratinų nuokrypų santykio priklausomybė nuo kaupinimo intensyvumo.

impulsų stabilumas yra ~30 kartų prastesnis negu pagrindinio lazerio, tačiau esant didesnėms kaupinimo energijoms PŠG veikia daug stabiliau. Tris kartus viršijus generacijos slenkstį, šis santykis yra ~2,5, o pasiekus $5I_{sl}$ sumažėja iki 1,7.

Erdvinės pluošto charakteristikos buvo išmatuotos „judančiojo

peilio“ metodu. Pagal ISO standartą pluošto kokybės parametro M^2 matavimams reikalaujama naudoti lęšį. Lazerio pluoštas turi sklisti fokusuojančio lęšio ašimi. Tokiu būdu PŠG pluošto kokybė ir kitos charakteristikos turi būti įvertintos atlikus daugybę pluošto skersmens matavimų naudojantis peiliu ir energijos matuokliu esant įvairiems atstumams nuo lęšio židinio plokštumos. Slenkant peilį skersai pluošto, detektoriumi turi būti registruojama perėjusio pluošto energija. Taip buvo išmatuotas pluošto skersmuo mažiausiai 14-oje skirtingų vietų (33 pav.).



33 pav. „Judančiojo peilio metodu“ išmatuotas signalinės bangos pluošto skersmuo esant įvairiems atstumams nuo fokusuojančio lęšio.

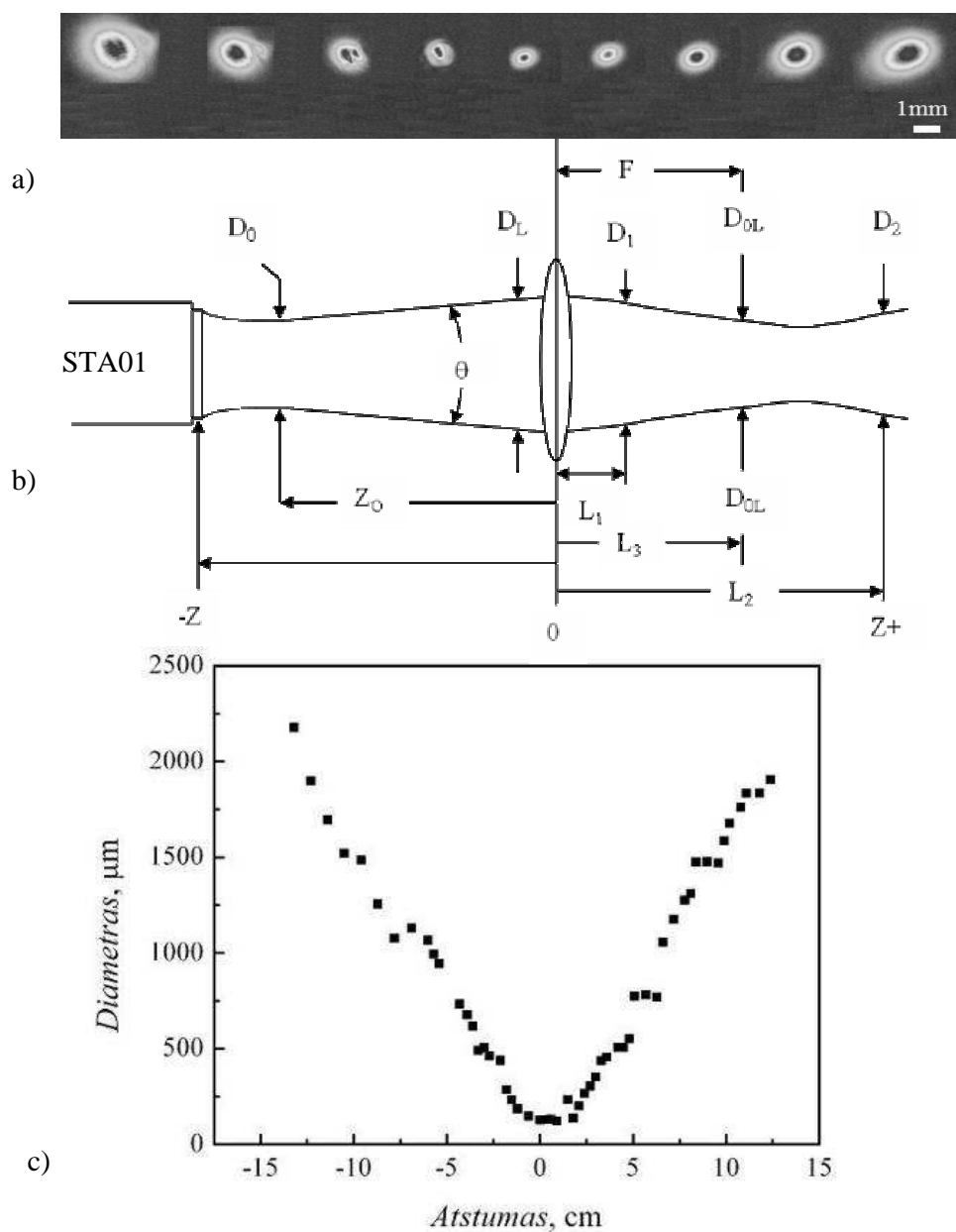
Pagal ISO standartus du pluošto skersmens taškai panaudojami išvadiniam PŠG pluoštui charakterizuoti. Vienas šių taškų buvo pluošto sąsmaukos skersmuo (minimalus diametras) ir kitas – skersmuo taške, kur pluošto diametras padidėja 0,7 karto. Remiantis gautais rezultatais, nustatytas signalinės bangos pluošto kokybės parametras $M^2 = 1,7$.

2.1.5. 1062 nm bangos ilgio Nd:LBS sistema

Zolių-gelių dangų matavimams buvo naudojamas diodinio kaupinimo ND:LSB mikrolazeris „STA-01“, generuojantis vienos išilginės modos spinduliuotę. Lazerio impulso energija yra 10 μJ , trukmė – 0,7 ns, impulsų pasikartojimo dažnis – 1 kHz. Pluošto erdvinės charakteristikos iširtos naudojantis tarptautiniais standartais [88, 89]. Lazerio pluošto kokybės parametro M^2 matavimas pavaizduotas 34 paveiksle. Pluoštas buvo fokusuojamas 125 mm ilgio fokusuojančiu lęšiu ir lazerio pluošto skersmuo matuojamas CCD kamera, esant įvairiems atstumams už lęšio. Remiantis ISO standartu, M^2 parametras apskaičiuojamas pagal tokią išraišką:

$$M^2 = \left[\frac{\pi D_{0L}^2}{2\lambda(L_2 - L_1)} \left(\frac{D_1^2}{D_{0L}^2} - 1 \right)^{1/2} \right], \quad (32)$$

čia D_{0L} – pluošto diametras židinio plokštumoje; D_1 – diametras bet kuriame kitame taške; $L_2 - L_1$ – atstumas tarp šių taškų ir λ – spinduliuotės bangos ilgis.



34 pav. Nd:LSB lazerio pluošto sklaidimo M^2 matavimai: a) – pluošto erdviniai skirstiniai; b) – pluošto diametras įvairiuose atstumuose nuo lęšio (nulinė padėtis atitinka lęšio židinio plokštumą – 125 mm už lęšio); c) – spindulio eiga sistemoje.

Remiantis matavimų rezultatais, apskaičiuota $M^2 = 1,4$. Todėl pluošto aukštesniems erdviniams dažniams nufiltruoti buvo sukonstruotas erdvinis

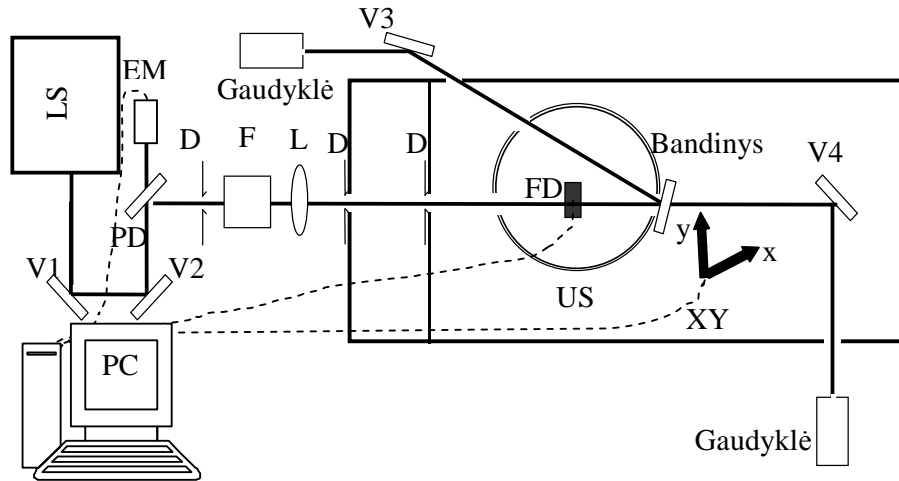
filtras. Mikrolazerio sukolimuoto spindulio diametras $1/e^2$ lygyje – 2 mm. Parinkus erdvinio filtro lęšių židinio nuotolius 125 mm, o diafragmos diametrą – 130 μm , M^2 parametras sumažėjo iki 1,1. Todėl sistemą buvo galima pritaikyti visuminės sklaidos matavimams.

2.2. Visuminės sklaidos sistema

Visuminės sklaidos eksperimentams naudota optinė schema pavaizduota 35 paveiksle. Atliekant šiuos sklaidos matavimus, buvo registruojama atgalinė sklaida, todėl bandinys buvo dedamas už Ulbrichto sferos. Įvairiais kampais bandinyje išsklaidyta lazerio spinduliuotė Ulbrichto sferos viduje integruojama ir išsklaidytos šviesos sukurtas fonas registruojamas fotodetektoriumi. Atsispindėjęs nuo bandinio ir per jį praėjęs šviesos pluoštai buvo nukreipiami į šviesą sugeriančias optines gaudykles, kuriose šviesa praktiškai visiškai sugeriama ir todėl nebetrukdo registruoti išsklaidytos šviesos signalą. Norint kiekybiškai nustatyti kurio nors bandinio visuminės sklaidos dydį, fotodetektoriaus signalas, atsiradęs dėl tiriamojo bandinio, turi būti palygintas su žinomu etalonu. Tam tikslui buvo naudojamas etalonas WS-1 (gamintojas „Ocean optics“), kurio sklaidos koeficientas visoje 400–1500 nm srityje yra daugiau už 0,98. Sklaida nuo tiriamų bandinių buvo keliomis eilėmis mažesnė nei nuo etaloninio, todėl norint ištirti tomis pačiomis sąlygomis abu bandinius reiktų naudoti registracijos sistemą, kuri yra tiesiška labai plačiame (iki šešių eilių) dinaminiam diapazone. Todėl, prieš matuojant etaloninio bandinio sukeltą sklaidą, šviesos šaltinio galia būdavo sumažinama, o matuojant tiriamojo bandinio sukeltą sklaidą – atitinkamai padidinama. Norint padidinti registracijos sistemos jautrumą, sistema buvo įdėta į uždara talpą, o šviesos pluoštas iš lazerio į matavimų kompleksą įvedamas per atitinkamo dydžio diafragmas.

Registruojamo signalo dydis abiem atvejais tiesiškai priklauso nuo šviesos šaltinio galios, todėl, naudojant mažesnio dinaminio diapazono registracijos

sistema, nesunkiai galima rasti absoliutųjį tiriamojo bandinio visuminės sklaidos dydį. Tik reikia tiksliai žinoti abiem atvejais naudojamą lazerio spinduliuotės energiją.



35 pav. Visuminės sklaidos matavimų schema: LS – derinamo bangos ilgio spinduliuotės šaltinių sistema; PD – pluošto daliklis; D – diafragmos; L – lęšis ($f = 1$ m); F – filtrų rinkinys; FD – fotodiodas; US – Ulbrichto sfera; PC – kompiuteris, valdantis sistema; XY – dvimatis mikrometrinio tikslumo pozicionavimo staliukas; V1–V4 – didelio atspindžio veidrodžiai. Ulbrichto sfera patalpinta sandarioje kameroje.

Remiantis tarptautiniu ISO 19696 standartu, tiriamojo bandinio visuminės sklaidos dydžio nustatymo procedūra yra tokia:

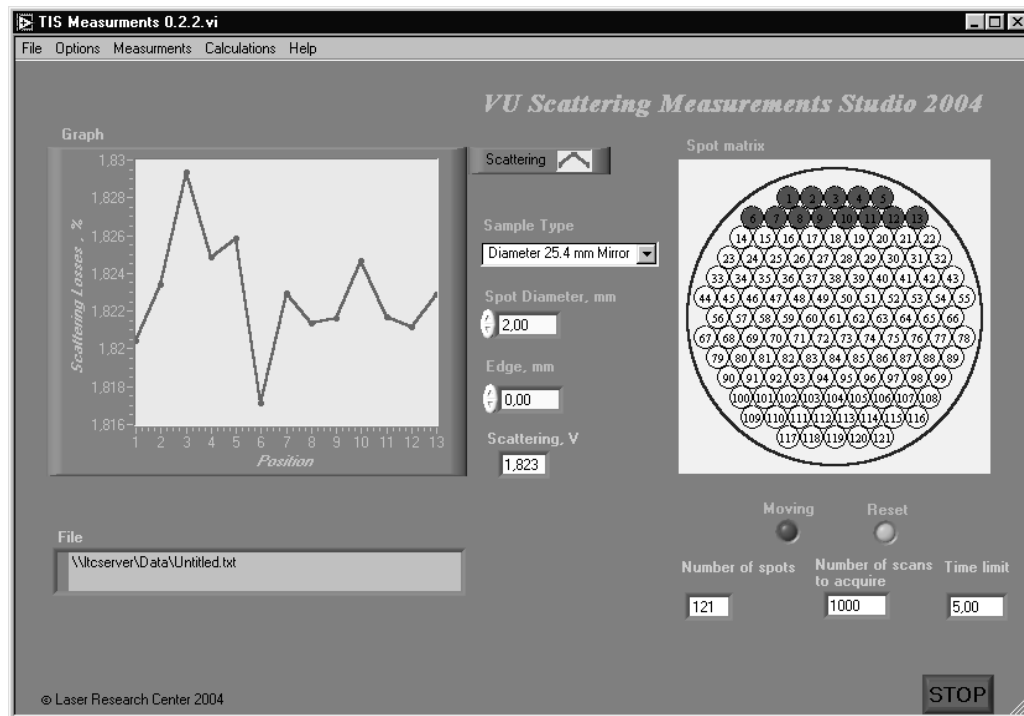
- 1) Išmatuojami bandinio visuminės sklaidos nuostoliai $S(r_i)$ įvairiose bandinio vietose i .
- 2) Apskaičiuojamas sklaidos nuostolių aritmetinis vidurkis

$$M_s = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N S(r_i) \quad \text{ir} \quad \text{vidutinis kvadratinis nuokrypis}$$

$$\sigma_s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (M_s - S(r_i))^2}.$$

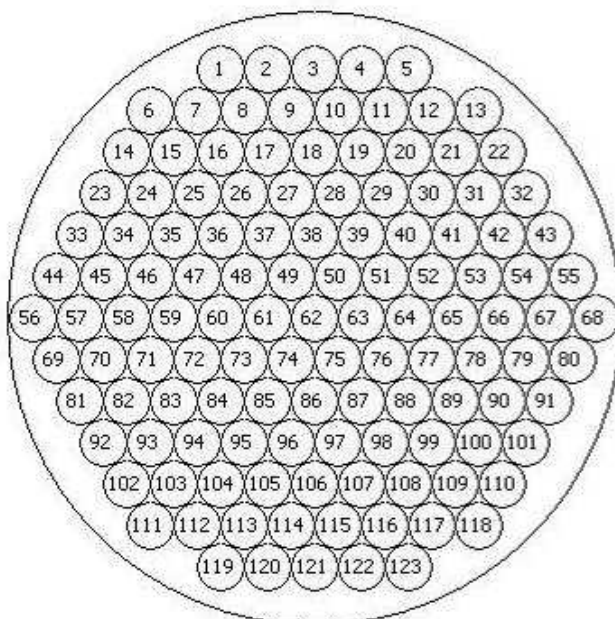
- 3) Iš visų išmatuotų verčių išrenkamos tos, kurios patenka į intervalą $[M_s - 2\sigma_s, M_s + 2\sigma_s]$. Antras punktas kartojamas tol, kol aritmetinis vidurkis pasiekia tam tikrą pastovią vertę.

Ši optimizuota visuminės sklaidos dydžio vertė apibūdina tirtą bandinį. Visuminės sklaidos matavimai trunka ilgą laiką, todėl juos būtina automatizuoti. Taigi buvo parašyta programa, valdanti matavimo procese naudojamų prietaisų darbą, ir atliekanti reikalingus sklaidos nuostolių skaičiavimus (36 pav.).



36 pav. Programos, valdančios sistema, langas.

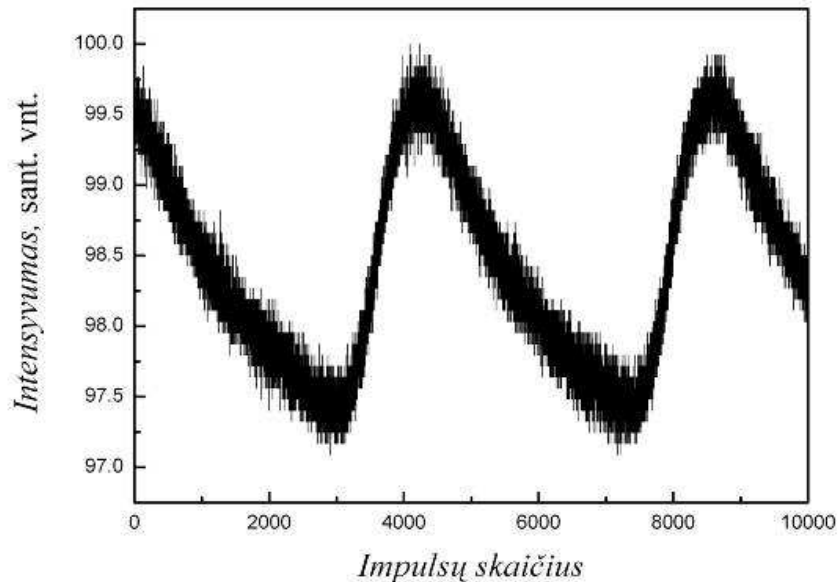
Tiriamąjį bandinį atvaizdas programos lange pavaizduotas 37 paveiksle. Tiriamasis bandinys padalijamas į tam tikrą skaičių taškų. Kiekvienas atvaizdo taškas tiksliai atitinka padėtį ant realaus tiriamojo bandinio paviršiaus ir vaizduoja vietą, kuri skenuojant bandinio paviršių bus apšviečiama lazerio spinduliuote.



37 pav. Eksperimentinių veidrodžių paviršiaus taškų matrica – vaizdas sklaidos nuostolius matuojančioje kompiuterio programoje. Kiekvienas apskritimas vaizduoja vietą ant testuojamo veidrodžio paviršiaus, kuri tam tikru metu apšviečiama lazerio spinduliuote.

Matavimo pradžioje nurodomi tiriamojo bandinio matmenys ir pasirenkamas eksperimento taškų skaičius – heksagoninė matrica. Matavimo metu bandinys automatiškai perstumiamas, kol užpildoma visa heksagoninė matrica. Fotodetektorius atsakas stiprinamas ir registruojamas kompiuteriu, kuriame esančiu 16 bitų analoginiu-skaitmeniniu keitikliu impulsinį fotoelektrinį signalą, galima registruoti 0,3 milivoltų tikslumu ir 10^3 matavimų per sekundę greičiu. Baigus matavimus, automatiškai įvertinami tirto bandinio sklaidos nuostoliai.

Už Ulbrichto sferos nepastatius jokio bandinio, fotodetektorius signalas nebuvo lygus nuliui. Nustatyta, kad nuo etalono atsiradusios sklaidos ir triukšminio signalo santykis naudojant 1064 nm lazerio spinduliuotę yra apie



38 pav. Registruojamo sklaidos signalo priklausomybė viename bandinio taške.

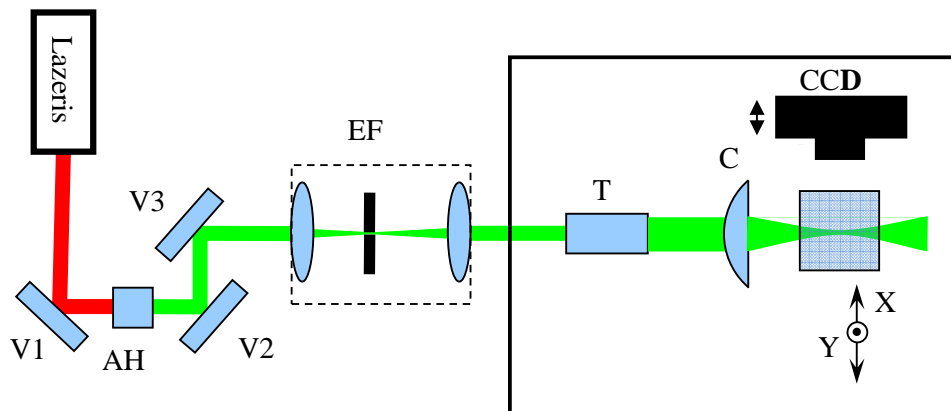
7×10^4 . Vadinasi, šiuo atveju prietaisu galima registruoti optinių elementų sklaidą, kurios dydis yra viršija $1,5 \times 10^{-3}$ % visos šviesos galios. Visame bangos ilgių intervale dinaminis diapazonas kito nuo 10^4 iki 10^5 . Buvo pastebėta, kad didžiausią šio triukšminio signalo dalį sudaro smulkių oro dulkių sukelta spinduliuotės sklaida. Norint padidinti sistemos dinaminį diapazoną, reikėjo valyti patalpoje esantį orą. Kameros, kurioje yra Ulbrichto sfera, esantis oras pakeistas argono dujomis. Prieš kiekvieną matavimą į kamerą buvo prileidžiama argono, kuris išstumdavo dulkėtą orą per tam skirtus specialius vožtuvus, taip eile sumažindamas registruojamo fono lygį.

Sklaidos signalo priklausomybė, matuojant viename bandinio taške skirtingais laiko momentais, pavaizduota 38 paveiksle. Matuojant bandinys buvo fiksuojamas viename taške, tačiau sklaidos signalo vertė periodiškai kito. Atlikus 10000 tokių matavimų, nustatyta, kad matuojant tik sklaidos signalą sistemos matavimo paklaidos siekė 3 %. Toks periodinis kitimas gali būti paaiškintas tik periodiniu lazerio energijos kitimu su periodu ~ 4 s. Norint eliminuoti šį lazerio energijos kitimą buvo papildomai atskeliama dalis

krintančio lazerio pluošto ir papildomai įvedamas sklaidos ir krintančios spinduliuotės energijų santykis. Tai leido padidinti matavimų tikslumą iki 0,3 %.

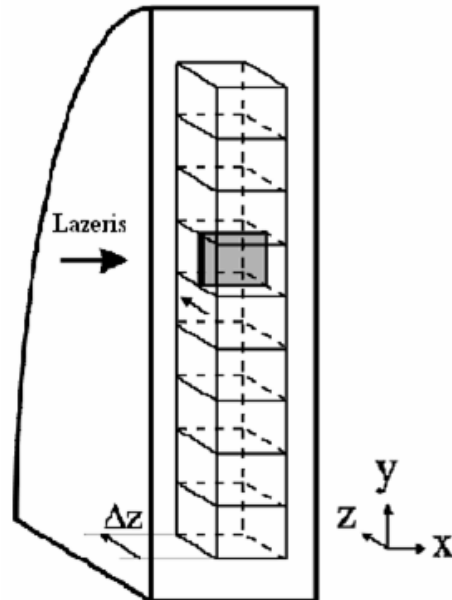
2.3. Koherentinės sklaidos tomografijos sistema

Tūriniam defektams tirti buvo sukonstruota koherentinės sklaidos tomografijos sistema, kuri pavaizduota 39 paveiksle. Joje naudojama moduluotosios kokybės Nd:YVO lazerio antroji harmonika. Lazerio pluoštas didelio atspindžio veidrodžiais nukreipiamas per erdvinį filtrą (EF), kuriame nufiltruojamos aukštesnės erdvinės modos, trukdančios sufokusuoti lazerio pluoštą. Taip išfiltruotas pluoštas išplečiamas teleskopu ir cilindriniais lęšiais sufokusuojamas į kelių mm aukščio y ašies kryptimi ir $30\ \mu\text{m}$ pločio x ašies kryptimi storio juostelę. Taip suformuotu pluoštu apšviečiamas tiriamasis optinis kristalas, kurio tūrinių defektų išsklaidyta spinduliuotė stebima ir registruojama CCD kamera. Sklaidai fiksuoti buvo naudojama 8 bitų, $12,9 \times 9,7\ \text{mm}$ dydžio, 373×490 taškų CCD kamera. Kamera jautri 350–1100 nm spektro srityje.



39 pav. Principinė KST schema: AH – antrosios harmonikos kristalas; V1-V3 – didelio atspindžio veidrodžiai; C – cilindrinis lęšis ($f = 50\ \text{mm}$); CCD – CCD kamera su objektyvu.

CCD kamera ir bandinys valdomi transliacinių stalių, kurie, atsižvelgiant nuo pasirinkto kameros objektyvo bei bandinio lūžio rodiklio, turi būti tarpusavyje suderinti. Tiriamasis optinis kristalas tvirtinamas prie sistemos, judančios x , y , z kryptimis, o kamera – x kryptimi. Kristalo sklaidos centrų išsklaidytas pluoštas patenka į kamerą, kuri gautą informaciją paverčia dvimačiu vaizdu x , y plokštumoje (40 pav.). Stumtelėjus bandinį atstumu, artimu pluošto skersmeniui, vėl yra fiksuojamas



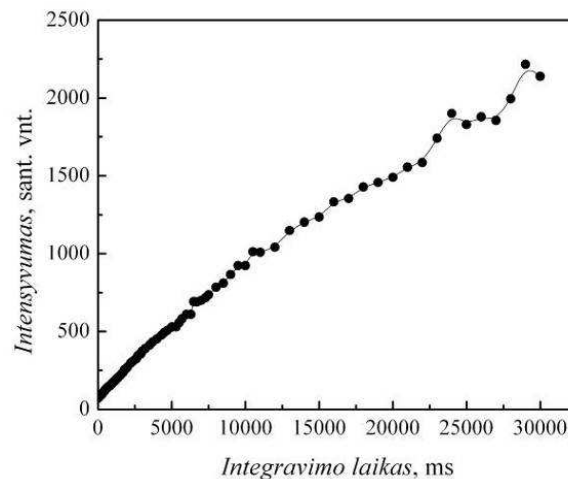
40 pav. Tiriamojo kristalo fragmentas.

vaizdas. Taip nuskenavus tam tikrą kristalo plotą, šie visi vaizdai yra integruojami ir gaunamas z , y plokštumos vaizdas, pagal kurį galima nesunkiai įvertinti kristalo defektų struktūrą bei tūrį. Daugeliu atvejų kristalų tūriniai defektai yra daug mažesni už $1 \mu\text{m}$ horizontaliąją rezoliuciją, todėl paveikslėlyje įvairių dydžių defektai atvaizduojami kaip panašaus dydžio dėmės. Taigi didelis kontrastas yra vienas pagrindinių metodo aspektų, sąlygojančių kuo tikslesnį kristalų defektų matmenų nustatymą. Kiekybinei interpretacijai vien kontrastingumo nepakanka, nes išsklaidytos šviesos intensyvumas priklauso nuo dalelės dydžio, formos, orientacijos bandinyje ir medžiagos, iš kurios padarytas kristalas, sudėties. Pagal sklaidos intensyvumą galima apytiksliai įvertinti defektų tūrinius matmenis ir jų erdvines padėtis kristalo tūryje. Santykinis defektų tūris priklauso nuo pluošto, kurį atspindi defektai, intensyvumo ((27) išraiška). Išraiškos koeficientas k priklauso nuo eksperimento sąlygų: pluošto bangos ilgio, apšviestumo ir tiriamojo kristalo lūžio rodiklio. Tačiau išlieka daug sunkumų norint įvertinti realių defektų

matmenis. Taip pat aktualios yra kompiuterinio duomenų apdorojimo ir eksperimento automatizavimo problemos, nes būtina išlaikyti sąsają tarp kameros ir bandinio padėčių. Tikslus lūžio rodiklis įgalina suderinti transliacinių stalių padėtis taip, kad visuomet būtų žinoma, koku atstumu ir kuria kryptimi pastūmus stalius, galima gauti sufokusuotą vaizdą. Kameros poslinkis lygus $\frac{n-1}{n}$ bandinio poslinkio. Atliekant kiekybinius skaičiavimus, reikia atsižvelgti į kai kuriuos koherentinės sklaidos tomografijos matavimo reikalavimus:

- 1) įvertinti realaus defekto ir gauto vaizdo intensyvumo santykį;
- 2) apskaičiuoti realaus vaizdo intensyvumą, atvaizduotą kelių pikselių kameros taškine matrica;
- 3) statistiškai įvertinti tūrinius matmenis ir erdvines bei kampines priklausomybes.

Siekiant išsiaiškinti detektoriaus sukeltų triukšmų įtaką, buvo ištirta tamsinių srovių priklausomybė nuo ekspozicijos laiko. Visiškai uždengus CCD kamerą, didinant integravimo laiką buvo gaunami duomenys. Atliktų matavimų rezultatai pateikti 41 paveiksle.



41 pav. Tamsinių srovių priklausomybė nuo laiko.

Iš šios priklausomybės matyti, kad tamsinių srovių įtaka vaizdui didėja tiesiškai. Tiriant paviršinius kristalų defektus, ekspozicijos laikas sumažinamas, didžiausia vertė yra apie 500 ms. Tokiu būdu gaunami geresnės kokybės paviršinių defektų vaizdai be didelės detektoriaus triukšmų įtakos. Atliekant eksperimentus pastebėta, kad skenuojant, einant gilyn į bandinį, reikia didinti ekspozicijos laiką nuo 500 iki 10000 ms. Tiriant sklaidos centrus bandinio tūryje, reikia padidinti išsklaidytos šviesos galią, didinant lazerio spinduliuotės dažnį vidutiniškai apie 10 kHz. Taigi, didinant integravimo laiką, didėja ir detektoriaus tamsinių srovių įtaka defektų išsklaidytos šviesos atvaizdavimui.

Esant skirtingiems objektyvo didinimams, apytiksliai nustatyti darbo atstumai (atstumas nuo objektyvo iki bandinio). Kuo daugiau didinama, tuo mažesnis darbo atstumas. Dėl šios priežasties didžiausias matavimuose naudotas objektyvas didino 20 kartų, su kuriuo darbo atstumas buvo apie 0,5 cm.

2 lentelė. KST eksperimentuose naudoti objektyvų didinimai

| Objektyvo didinimas | Pikselio plotas | Kadro dydis |
|---------------------|---------------------|-------------|
| 5 X | 576 μm^2 | 8,9×11,8 mm |
| 10 X | 100 μm^2 | 3,7×4,9 mm |
| 20 X | 25 μm^2 | 1,9×2,4 mm |

Įvertinant defektų matmenis, pirmiausia apskaičiuojamas kameros kadro plotas ir vieno matricos taško (pikselio) plotas, kurį atvaizduoja skirtingo didinimo objektyvai. Iš 2 lentelės matyti naudoti objektyvo didinimai, jais atvaizduojamo CCD matricos pikselio dydis ir viso CCD kameros kadro dydis. Daugeliu atvejų dalelės yra daug mažesnės už CCD kameros skiriamąją gebą, todėl paveikslėlyje įvairių dydžių defektai atvaizduojami kaip panašaus dydžio dėmės. Taigi tikrieji defektų matmenys gali būti tik santykiškai įvertinti naudojantis (27) išraiška.

III SKYRIUS. Optinių dangų šviesos sklaidos nuostolių tyrimai plačioje spektro srityje

3.1. Įvadas

Optinės dangos, t.y. šviesos nesugėriantios dielektrinės plėvelės, kurių storis yra lygus ar mažesnis nei šviesos bangos ilgis ir kurių poveikis yra pagrįstas šviesos interferencijos reiškiniu, dabartiniu metu yra naudojamos beveik kiekviename optiniame prietaise. Dielektrinės optinės dangos naudojamos pakeisti optinių paviršių atspindį ar pralaidumą. Vystantis lazerinei ir optinio ryšio technikai, kyla ir nauji reikalavimai optinėms dangoms: spektriniai parametrai turi atitikti vartotojo keliamus reikalavimus; turi būti kiek galima mažesni sugerties ir sklaidos nuostoliai; aukštesnis lazerio spinduliuote sukkelto pažeidimo slenkstis; didesnis parametų stabilumas veikiant aplinkos faktoriams; mažesnė parametų sklaida didelės apertūros elementams.

Optinių dangų parametrai – atspindžio ir pralaidumo koeficientai esant tam tikram bangos ilgiui ar spektrinei sričiai, sugerties ir sklaidos nuostoliai, lazerio sukkelto pažeidimo slenkstis, parametų stabilumas veikiant aplinkos faktoriams – priklauso nuo dangų mikrostruktūros, jų fazinės sudėties. Didelę įtaką minėtoms dangų savybėms daro tokie jų struktūros parametrai, kaip kad kristalitų dydis, kuris gali kisti nuo 1 iki 3 nanometrų amorfinių dangų atveju iki šimtų nanometrų stambiakristalinėse plėvelėse, mikrodeformacijos, vyraujanti kristalitų kristalografinė orientacija arba tekstūra.

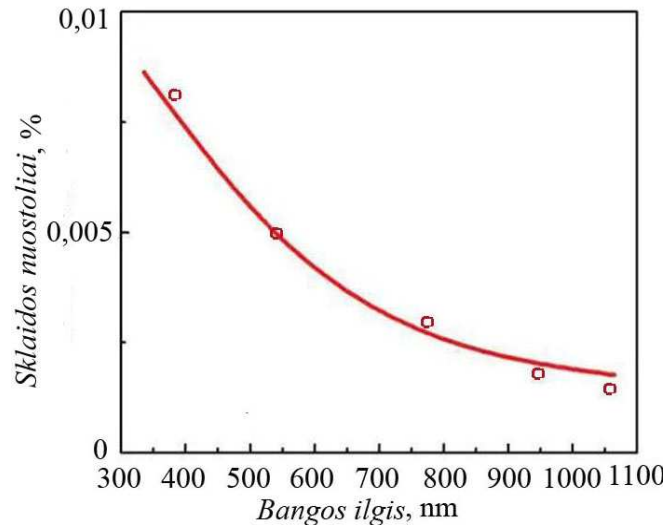
Svarbus optinių dangų spektriniams parametrų yra dangų ir padėklo šiurkštumas [90]. Šiame skyriuje aptariami įvairaus paviršiaus apdirbimo kokybės padėklų sklaidos nuostoliai ir vakuuminio garinimo bei zolių-gelių būdais uždengtų dangų įtaka šiems nuostoliams.

3.2. Optinių padėklų sklaidos tyrimas

Norint gauti geras optinėmis dangomis padengtų optinių elementų charakteristikas, turi būti aukšta padėklo paviršiaus poliravimo kokybė, nes padėklo paviršiaus nelygumai atkartojami optinėse dangose. Todėl visų pirma buvo ištirti optiniai

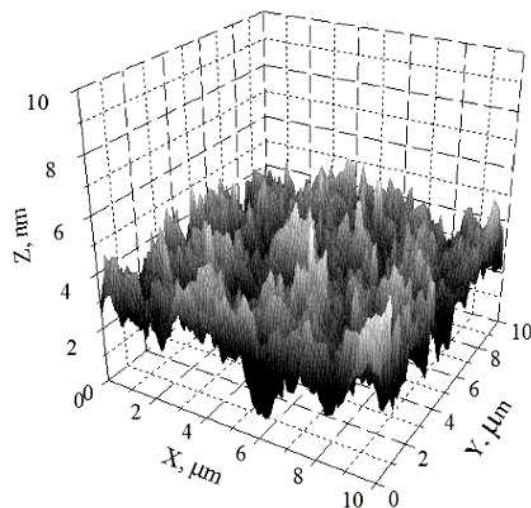
padėklai be dangų.

Optinių padėklų sklaida matuota bangos ilgių intervale nuo 335 iki 1064 nm. Išmatuota sklaidytos šviesos intensyvumo priklausomybė nuo bangos ilgio ir to paties bandinio paviršiaus profilis išmatuotas atominių jėgų mikroskopu (AJM) pavaizduotas 42, 43 paveiksluose. AJM



42 pav. Optinio padėklo sklaidos nuostolių priklausomybė nuo naudojamos spinduliuotės bangos ilgio (paviršiaus šiurkštumas $\sigma = 0,9$ nm).

išmatuotas padėklo paviršiaus šiurkštumas lygus 0,64 nm. Visų tirtų optinių padėklų sklaidos nuostoliai buvo didesni negu skaičiuojant pagal (9) formulę, imant 0,64 nm paviršiaus šiurkštumą. Atsižvelgiant į tai, kad šiuo atveju sklaida vyksta nuo abiejų padėklo paviršių, paviršiaus šiurkštumas skaičiuojant pagal sklaidos nuostolių vertes yra lygus 0,9 nm. Taigi tiesioginiu ir netiesioginiu būdu išmatuotų paviršiaus šiurkštumų vertės skiriasi 1,4 karto. Tai sutampa su kitų tyrėjų matavimais [5], kuriuose nurodomas 1,1–1,7 kartų skirtumas tarp šiurkštumo, išmatuoto pagal visuminės šviesos sklaidos metodą, ir kitais paviršiaus šiurkštumo nustatymo būdais (kontaktiniai ir optiniai profilometrai ir AJM). Konkretus skirtumas priklauso nuo paviršiaus mikrostruktūros. Todėl norint įvertinti konkretų paviršiaus šiurkštumą visuminės sklaidos metodu, reikia atlikti matavimus su etaloniniu bandiniu.

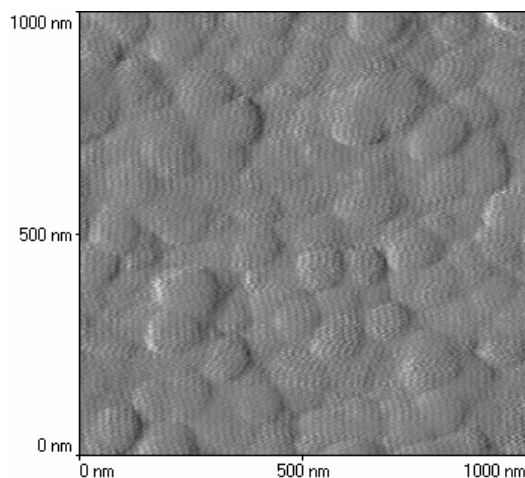


43 pav. To padėklo vaizdas, gautas atominių jėgų mikroskopu (paviršiaus šiurkštumas: $\sigma = 0,64 \text{ nm}$).

3.3. Vakuuminio garinimo būdų dengtų dangų sklaidos tyrimas

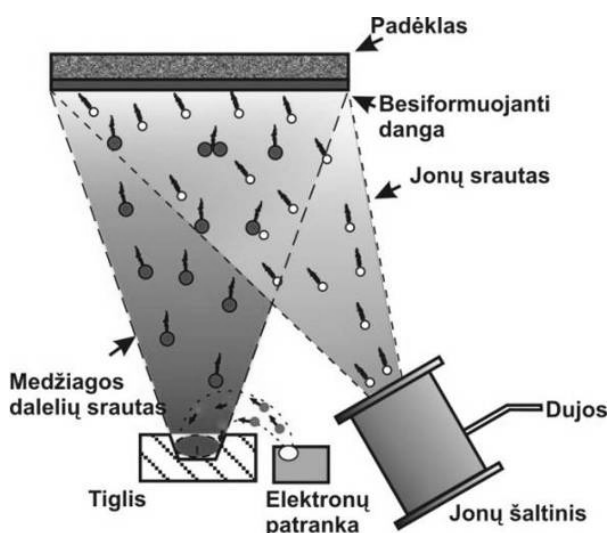
3.3.1. Įvadas

Vakuuminio garinimo metu optinės dangos medžiaga yra kaitinama specialiame inde. Kaitinamuoju indu yra leidžiama elektros srovė, todėl indas, kurio elektrinė varža yra didelė, kaista. Įkaitusi optinės dangos medžiaga garuoja ir nusėda ant padėklo.



44 pav. $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ optinių dangų paviršiaus AJM vaizdas.

Bombarduojant elektronais, optinės dangos medžiaga yra garinama tiesioginiu elektronų pluoštu. Šio būdo pranašumas yra toks, kad medžiagos garai yra labai švarūs (be priemaišų) ir neturi medžiagos, iš kurios pagamintas tiglio, atomų. Kaitinimo plazmoje šis būdas



45 pav. Garinimo kamera su joninio asistavimo šaltiniu.

dažniausiai naudojamas, norint padengti didelio ploto bandinius. Padėklas ir dangos medžiaga yra dedami kartu į plazmos kamerą. Sunkūs plazmos jonai bombarduoja optinės dangos medžiagą ir išmuša medžiagos atomus. Tuo metu pagrindas yra vėsinaamas, todėl išmuštosios dalelės nusėda ant pagrindo ir kondensuojasi.

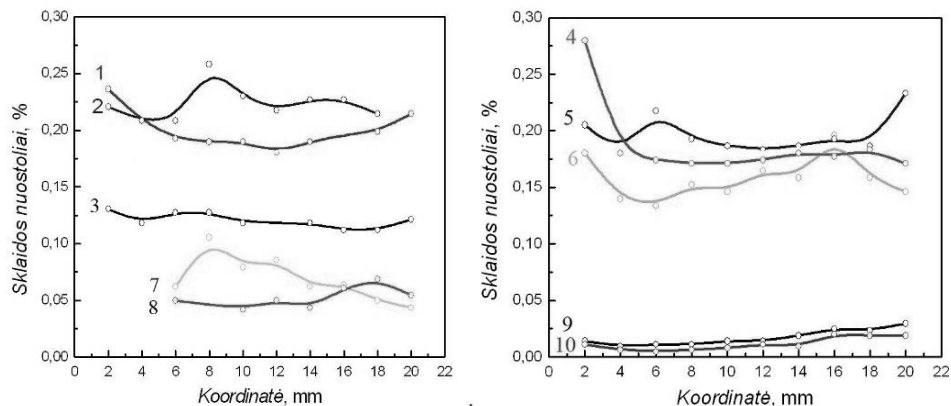
Yra žinoma, kad garinimo būdu auginant dangas formuojasi netolygi porėta struktūra, susiformuoja įvairūs kristalitai ir kiti defektai, kurie padidina dangos sugertį, sklaidą ir sumažina pažeidimo slenkstį. Realios dangos vaizdas atominių jėgų mikroskopu pateiktas 44 paveiksle. Kaip matyti, medžiagos paviršius yra gana nelygus.

Optinių dangų sutankinimui naudojama joninio pluošto asistavimo technologija (45 pav.). Šia technologija pagamintų dangų paviršiaus šiurkštumas yra mažesnis. Garinama danga papildomai bombarduojama didelės energijos jonų pluoštu. Šie atiduoda savo kinetinę energiją dangos sluoksniui, taip suardo besiformuojančius kristalitus ir sutankina dangos sluoksnį. Šitaip sutankintos dangos turi kur kas mažiau netolygumų, dislokacijų ar defektų ir todėl turi geresnes optines ir mechanines savybes.

3.3.2. Didelio atspindžio $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ dangų sklaida 1064 nm ruože

Siekiant ištirti tokių dangų savybių vienalytiškumo ir paviršiaus kokybės charakteristikas buvo išmatuoti jų paviršiaus visuminės sklaidos žemėlapiai. Gauti duomenys pateikti 46 paveiksle. Didelio atspindžio dangos buvo

gamintos 1064 nm spinduliuotei, todėl tiriant sklaidos nuostolius naudota šio bangos ilgio spinduliuotė. Apskaičiuoti visuminės sklaidos nuostolių vidurkiai surašyti 3 lentelėje.



46 pav. Visuminės sklaidos nuostolių priklausomybė nuo koordinatės: 1–6 kreivės, gautos bandiniams, padengtiems įprastine daugelio sluoksnių $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ danga; 7, 8 – padengtiems SiO_2/Ag danga, o 9, 10 – jokia papildoma danga nepadengtų optinių padėklų kreivės.

3 lentelė. Optinėmis dangomis padengtų bandinių sklaidos nuostoliai

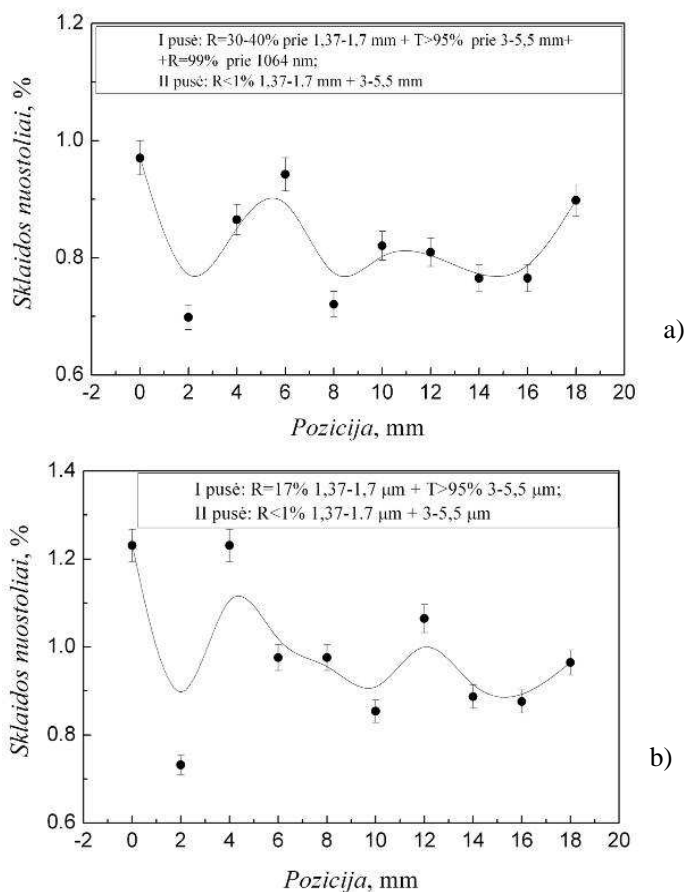
| Bandinio Nr. | Sklaidos nuostoliai, % | Dangų skaičius | Pastabos |
|--------------|------------------------|----------------|-----------------------------------|
| 1 | 0,19 | 21 | Didelio atspindžio (99,6 %) danga |
| 2 | 0,23 | 21 | Didelio atspindžio (99,6 %) danga |
| 3 | 0,12 | 21 | Didelio atspindžio (99,6 %) danga |
| 4 | 0,17 | 21 | Didelio atspindžio (99,6 %) danga |
| 5 | 0,2 | 21 | Didelio atspindžio (99,6 %) danga |
| 6 | 0,15 | 21 | Didelio atspindžio (99,6 %) danga |
| 7 | 0,07 | 2 | Ag ir SiO_2 danga |
| 8 | 0,05 | 2 | Ag ir SiO_2 danga |
| 9 | < 0,016 | 0 | Be dangos |
| 10 | < 0,016 | 0 | Be dangos |

Kaip galima pastebėti, didinant optinių dangų skaičių, didėja viso optinio elemento sklaidos nuostoliai. Tipiškos didelio atspindžio dielektrinių veidrodžių sklaidos nuostolių vertės yra 0,2 %, o metalu ir SiO_2 danga padengtų veidrodžių sklaidos nuostoliai sudaro 0,06 %. Optinių padėklų, ant kurių buvo garinamos dangos, visuminės sklaidos nuostoliai sudaro iki 0,02 %.

Taigi vienoje optinėje dangoje, gautoje garinant vakuuminio būdu ir naudojant joninį asistavimą, prarandama 0,01 % šviesos galios. Vienoje SiO₂ dangoje, užgarintoje nenaudojant joninio asistavimo, prarandama 0,04 % šviesos galios. Vėlesni tyrimai argonu dujomis pripildyta kamera parodė, kad nedengtu, gerai poliruotų pagrindų sklaidos nuostoliai realiai apie 3–5 kartus mažesni, negu reikšmės pateiktos 3 lentelėje.

3.3.3. Dangų ant ZnSe optinio padėklo sklaida artimojoje IR srityje

ZnSe yra puslaidininkinis kristalas, skaidrus plačiame spektro intervale nuo 500 nm iki 14 μm ir todėl yra bene populiariausia optinė medžiaga infraraudonojoje spektro srityje. Tai yra didelio lūžio rodiklio kristalas ($n = 2,4$), kurio sluoksnius derinant su mažo lūžio rodiklio fluoridų sluoksniais įmanoma gauti optinių elementų dangas, skirtas bangos ilgiams, didesniems negu 1,5 μm. Mažo lūžio rodiklio komponentais paprastai naudojami fluoridai (MgF₂, YF₃, YbF₃, ThF₄ ir kt.), be to, dangos sudarytos iš daugelio dielektrinių plėvelių (iki 100 sluoksnių). Šios dangos garinamos nenaudojant joninio asistavimo vakuuminio garinimo būdu. Dangos ant ZnSe yra mažiau atsparios mechaniniams pažeidimams palyginti su SiO₂/TiO₂ dangomis. Pagamintos dangos turi didesnę paviršiaus šiurkštumą, todėl šiuo atveju jų sklaida yra didesnė. Dangose, užgarintose ant ZnSe padėklo, 1,5 μm bangos ilgio spinduliuotės sklaidos rezultatai pavaizduoti 47 paveiksle. Esant 1,37–1,7 μm bangos ilgio spinduliuotei dangos atspindžio koeficientas yra 30–40 % ir ji skaidri 3–5,5 μm srityje (47 pav.,a). Kita bandinio pusė padengta skaidrinančiąja danga 1,37–1,7 μm ir 3–5,5 μm srityse. Kaip matyti, šios dangos sklaidos nuostoliai yra 0,83 %.

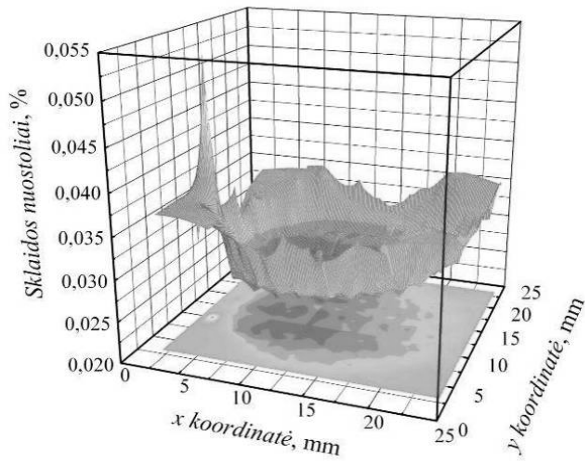


47 pav. ZnSe dangų sklaidos nuostoliai esant 1,5 μm bangos ilgio spinduliutei.

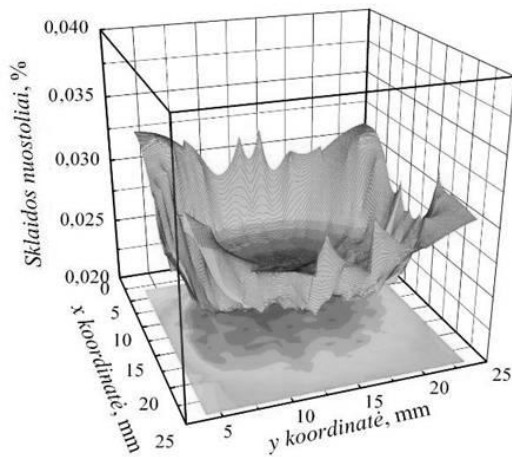
Danga, kurios atspindžio koeficientas 1,37–1,7 μm srityje yra 17 % sklaidos nuostoliai yra 0,98 %. Ji pavaizduota 47 paveiksle, b. Taigi šios dangos paviršiaus šiurkštumas yra didesnis.

3.3.4. Dangų ant CaF₂ padėklo sklaidos nuostoliai

Dangų užgarintų ant CaF₂ padėklo sklaidos nuostolių žemėlapiai pavaizduoti 48, 49, 50 ir 51 paveiksluose. Tyrimai buvo atliekami dangų skaidrumo srityje, naudojant 1650, 1840 ir 1920 nm bangos ilgio spinduliute.



a)

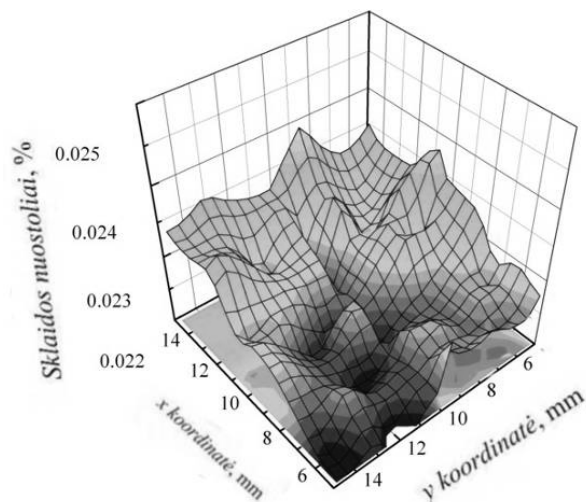


b)

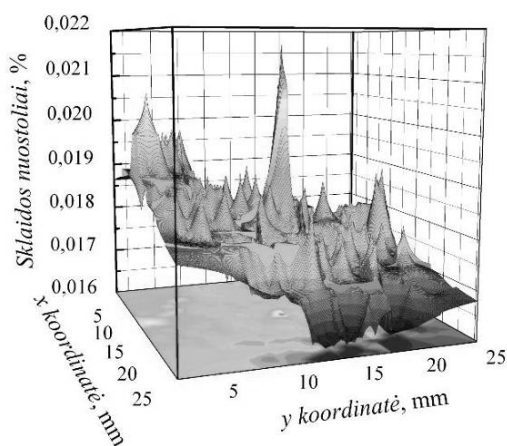
48 pav. CaF₂ veidrodžio ($R > 95$ 800 nm, $T > 95$ 2,0–3,0 μm) sklaidos nuostoliai, išmatuoti įvairiose paviršiaus vietose naudojant 1,84 μm (a) ir 1,65 μm (b) bangos ilgio spinduliuotę.

Galima matyti, kad bandinių sklaida dėl blogesnės paviršiaus apdirbimo kokybės ir lazerio pluošto difrakcijos didėja bandinio kraštuose. Sklaida bandinio centre yra 30 % mažesnė negu bandinio pakraštyje. 49 paveiksle išskirta centrinė 48 pav., b) dalis. Kaip matyti, dangos paviršiuje nėra ryškių sklaidos centrų. Kito CaF₂ bandinio paviršiaus vieta, kurioje aptikti keli sklaidos centrai, pavaizduota 50 ir 51 paveiksluose. Tai patvirtino ir dangos tyrimai elektroniniu mikroskopu (52 pav.). Sklaidos priklausomybė nuo bangos ilgio pavaizduota 53

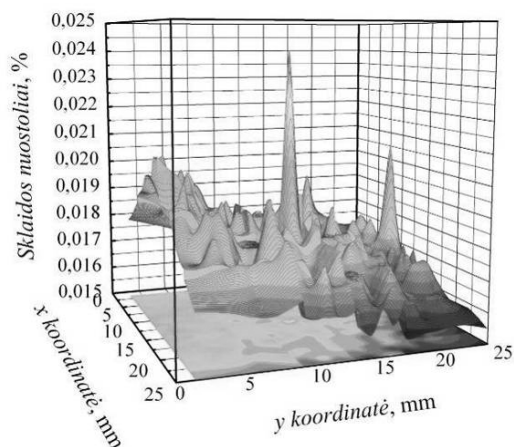
paveiksle. Matyti, kad defekto sklaida didesnė esant visiems bangos ilgiams.



49 pav. 1,65 μm bangos ilgio spinduliuotės sklaida CaF₂ pluošto daliklio centre.

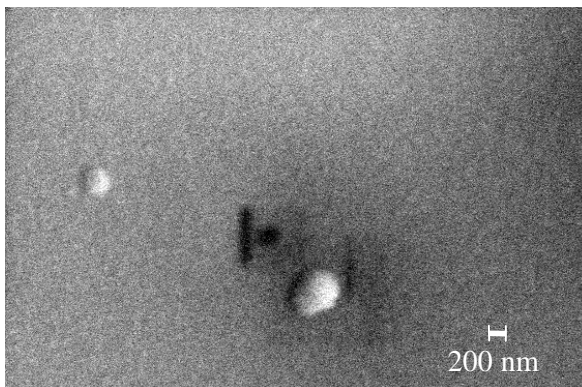


50 pav. CaF₂ veidrodžio ($R > 95$ 700–870 nm, $T > 95$ 1,4–4,5 μm) sklaidos nuostoliai įvairiose paviršiaus vietose, naudojant 1,84 μm bangos ilgio spinduliuotę.

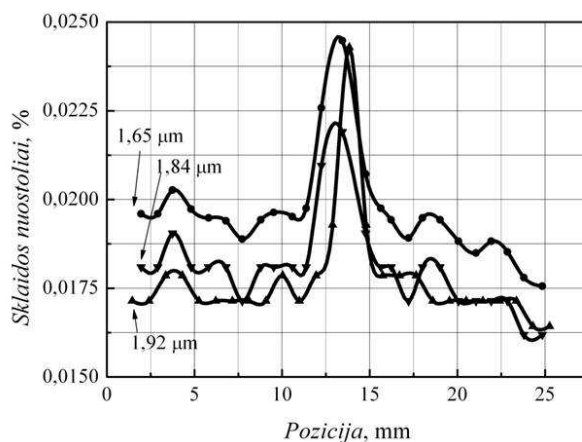


51 pav. CaF₂ veidrodžio ($R > 95$ 700–870 nm, $T > 95$ 1,4–4,5 μm) sklaidos nuostoliai įvairiose paviršiaus vietose, naudojant 1,65 μm bangos ilgio spinduliuotę.

Šviesos bangos ilgis pateko į dangos skaidrumo diapazoną, todėl priklausomybė nuo bangos ilgio nėra tokia ryški, o pats sklaidos dydis palyginamas su optinių padėklų sklaida. Ilgesnio bangos ilgio šviesos sklaida yra didesnė negu trumpesniojo – 1650, 1840 ir 1920 nm sklaida atitinkamai yra 0,017 %, 0,018 % ir 0,02 %.



52 pav. Skanuojančio elektroninio mikroskopo (SEM) užfiksuoti submikroninių matmenų defektai dangų paviršiuje.



53 pav. Dangų, užgarintų ant CaF₂ padėklo, sklaidos nuostoliai įvairiose paviršiaus vietose, esant skirtingam sklaidomos spinduliuotės bangos ilgiui: taškai – eksperimentų duomenys; ištisinė linija – polinominė aproksimacija.

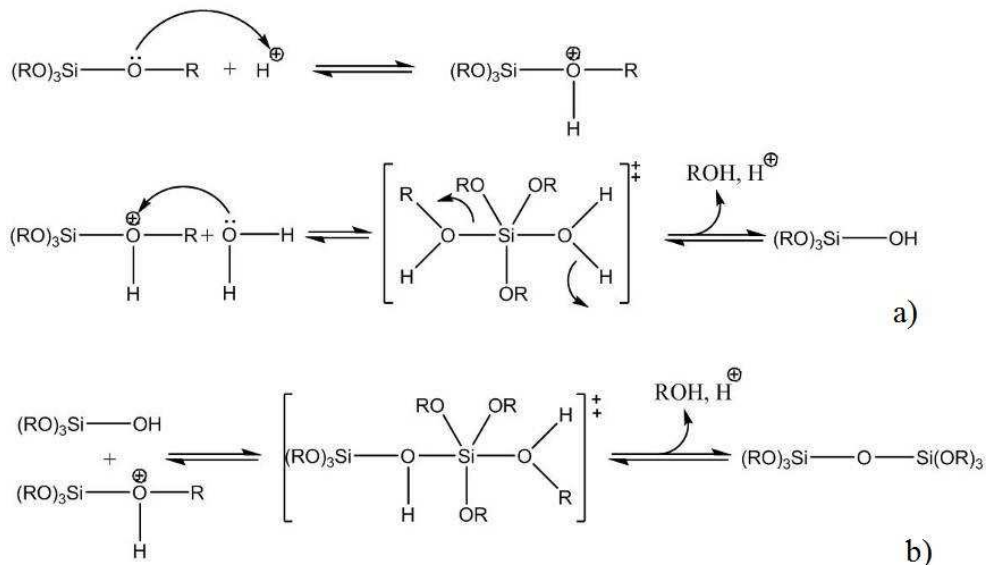
3.4. Zolių-gelių metodu gautų dangų sklaidos tyrimas

3.4.1. Įvadas

Šia technologija sukurtos dangos dažniausiai yra silicio oksidų porėtos plėvelės susintetintos zolių gelio tirpaluose [91]. Zolių-gelių metodas

(tirpinimas-geliacija) naudojamas silicio oksidų junginiams gauti [92]. Pradinėmis medžiagomis silicio dioksido zolio formavimui dažniausiai pasirenkami silicio alkoksidų junginiai $(\text{Si}(\text{OR})_4)$, R = alkil- grupė (pvz., CH_3 -, C_2H_5 -, CF_3 -, ir kt.). Plačiai naudojami silicio alkoksidai: tetra-alkoksisilantai $(\text{Si}[\text{OR}]_4)$ – tetra-etoksisilanas [TEOS], tetra-metoksisilanas [TMOS] ir kt.), taip pat naudojami ir natrio silikatai, tačiau šiuo atveju susidaro nepageidaujami reakcijos produktai (druskos), kuriuos galima pašalinti plovimo būdu, o to išvengiama pirmtaku pasirenkant alkoksidus [92, 93]. Zolių-gelių būdu gautoms dangoms būdingas optinių parametrų stabilumas ir minimalūs šviesos sugerties nuostoliai [94-97]. Šio būdo pranašumai: žema temperatūra, pigi sintezės aparatūra, galima lengvai kontroliuoti vykstančius procesus [98]. Šis naujas, efektyvus ir ekonomišką būdas gali būti taikomas termiškai jautriems kristalams padengti, didelių matmenų optiniams elementams gaminti, hidrofiliųjų dangų paviršiams modifikuoti [99]. Naudojant koloidinius silicio oksido tirpalus, gautus zolių-gelių būdu, galima gaminti įvairaus storio ir skirtingų lūžio rodiklių skaidrinančias dangas. Silicio dangas su skirtingais lūžio rodikliais (1,22-1,44) galima gauti keičiant silicio oksido dangos porėtumą [100-103]. Koloidinių dalelių dydis zolio tirpale priklauso nuo gamybos būdo, pradinių medžiagų, jų molinių santykių, zolio-gelio proceso sąlygų. Šiuo metu vis populiaresnė tampa plonasluoksnių plėvelių sintezė naudojant zolių-gelių tirpalus. Šis metodas leidžia pagaminti dangas žemesnėse temperatūrose nei klasikiniai terminai metodai, tuo žymiai sumažindamas reikalavimus dengiamiems paviršiams. Zolių-gelių metodu galime gauti įvairias dangas, kurių neįmanoma susintetinti įprastiniais metodais dėl jų lakumo, aukštų lydimosi temperatūrų ir t.t. Taip pat šio proceso metu galima keisti sintezės sąlygas ir medžiagų maišymąsi mikro- ar net nanolygmenyje. Zolių-gelių metodas, nereikalauja specialios įrangos ar priedų, bei gali būti atliktas įprastinėse atmosferinėse sąlygose. Silicio junginių sintezė zolių-gelių metodu dažniausiai vykdoma poliniuose tirpikliuose (pvz. alkoholyje, H_2O ir kt.), kurie palengvina hidrolizės ir kondensacijos reakcijas.

Zolių-gelių sintezė taip pat gali būti vykdoma nevandeniniuose tirpaluose. Šiose sistemose halogenidai reaguoja su deguonies (Si-O-) donorine grupe [92, 93, 104].

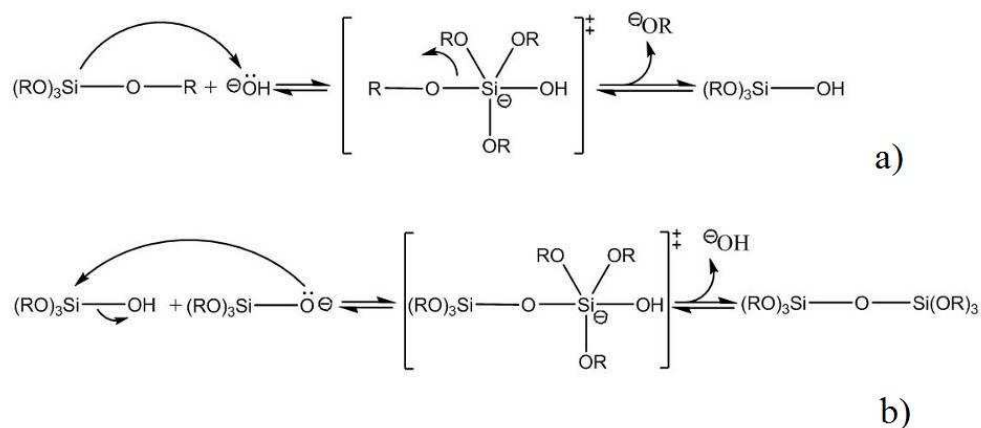


54 pav. Silicio alkoksido rūgštinės katalizės hidrolizė (a) ir kondensacija (b).

Monodispersinės sferinės silicio dioksido dalelės gaunamos hidrolizuojant silicio alkoksidadą organiniuose tirpikliuose, esant rūgštiniais (pvz. HCl, HF) ar baziniams (pvz. KOH, aminai, NH_3) katalizatoriams, kurie įtakoja reakcijos eigą, taip pat galutinio produkto fizikines savybes. Kondensacijos reakcija pradeda vykti nepasibaigus hidrolizės reakcijai. Keičiant tirpalo pH, $[H_2O/Si(OR)_4]$ kiekių santykį ir katalizatoriaus koncentraciją galima kontroliuoti hidrolizės ir kondensacijos reakcijų eigą, tuo pačiu ir galutinio produkto struktūros susidarymą.

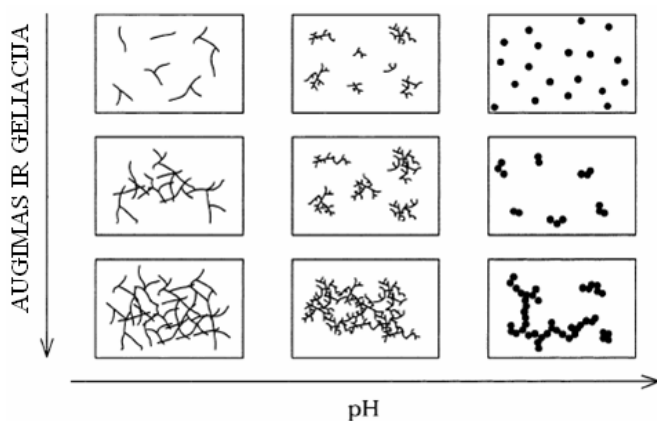
Rūgštinės katalizės mechanizmas pavaizduotas 54 pav. Šios reakcijos metu vyksta alkoksidinės grupės protonizacija ir nukleofilinis vandens prisijungimas. Rūgštinėmis sąlygomis silicio alkoksido hidrolizės reakcija vyksta greičiau nei kondensacijos. Kondensacijos metu silicio atomai su protonizuota alkoksidine grupe atakuoja neutralų $\equiv Si-OH$ nukleofilą (54 pav., b). Bazinės katalizės metu silicio alkoksido kondensacija vyksta deprotonizuotam silanoliui ($\equiv SiO^-$) nukleofiliškai prisijungiant prie neutralios

$\equiv\text{SiOH}$ (55 pav.), ties Si atomu rūgštingumas didėja, kai $-\text{OH}$ arba $-\text{OR}$ grupės yra pakeičiamos $-\text{O}-\text{Si}\equiv$ grupėmis, dėl sumažėjusio elektronų tankio ant Si atomo. Hidrolizės ir kondensacijos reakcijos vyksta tuo pačiu metu. Abiejų rūšių katalizinių reakcijų metu gaunamos Si-O-Si jungtys. Reakciją katalizuojant rūgštimi gaunamos SiO_2 linijinės ar šakotos junginių struktūros, o katalizuojant baze – labai šakotos (56 pav.).



55 pav. Silicio alkoksido bazinės katalizės hidrolizė (a) ir kondensacija (b).

Kondensacijos reakcijos eigoje zolis virsta kietu geliu. Reakcija vykdoma

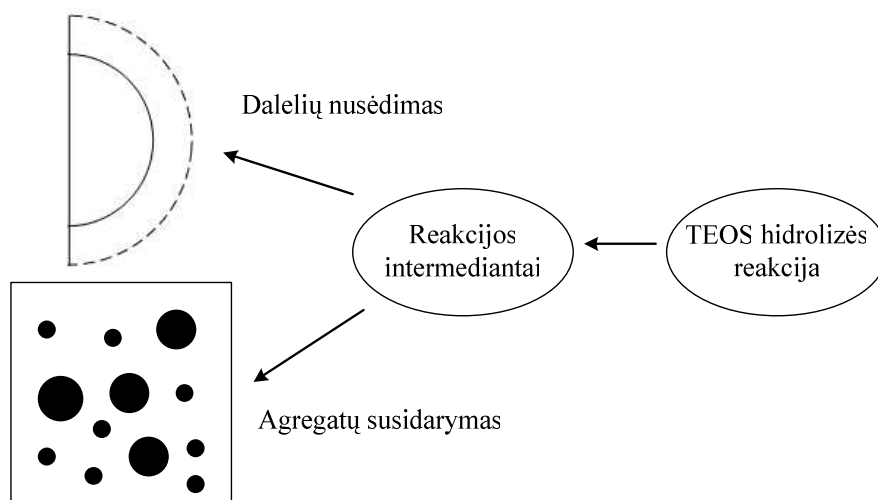


56 pav. Zolių-gelių metodu gautų produktų morfologijos priklausomybė nuo pH.

kondensacijos reakcijos) ar sinerezė.

alkoholiniame tirpiklyje, gaunamas tridimensinis (3D erdvinis) porėtas $[\text{M}-\text{O}-\text{M}]_n$ oksidas, kurio porose yra pasiskirstęs tirpiklis. Toks produktas vadinamas alkogeliu. Toliau vykdomas gelio išlaikymas (dažniausiai daugiau nei 48 valandas, kad pilnai įvyktų hidrolizės ir

Amorfinio koloidinio SiO_2 sintezė dažniausiai atliekama naudojant tetraetoksisilaną (TEOS). TEOS hidrolizės ir kondensacijos reakcijos eigą įtakoja daug faktorių. Norint gauti SiO_2 nanodaleles, reikia parinkti tam tikras reakcijos sąlygas (temperatūrą, pH, TEOS, katalizatoriaus, H_2O ir tirpiklio molinius santykius) [105-108]. Tarpinių dalelių $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_{4-x}(\text{OH})_x]$ susidarymas ir augimas pavaizduotas 57 paveiksle. Jei tarpinių dalelių susidarymo greitis yra mažesnis už augimo greitį, tai turime paprastą SiO_2 susidarymą. Tačiau jei $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_{4-x}(\text{OH})_x]$ susidarymo greitis yra daug didesnis už augimo, tai tarpiniai produktai aglomeruojasi ir sudaro agregatus tam, kad sudarytų naujas daleles, tai suardo produkto monodispersiškumą. Tarpinių dalelių susidarymo greitis daugiausia priklauso nuo TEOS koncentracijos [109].



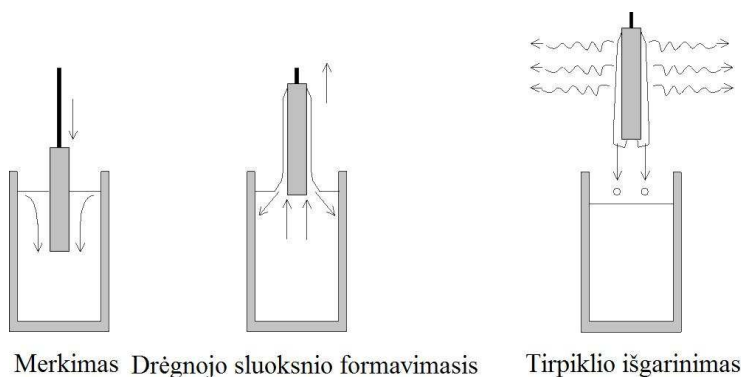
57 pav. $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_{4-x}(\text{OH})_x]$ tarpinių dalelių susidarymas ir augimas.

Egzistuoja daugybė technologijų, skirtų dangoms zolių – gelių metodu ant įvairiausių padėklų gauti: t.y. įmerkimo technika, išsukimo technika, išpurškimo technika ir daugybė kitų. Šiame darbe tirtos dangos buvo pagamintos įmerkimo ir išsukimo technika. Įmerkimo metodas dangoms gauti apibūdinamas kaip dengiamo substrato įmerkimas į skystį ir ištraukimas griežtai apibrėžtu greičiu, pastovioje temperatūroje ir atmosferinėse sąlygose (58 pav.). Tokiu būdu gautos dangos storis priklauso tik nuo ištraukimo

greičio, medžiagos, kuria dengiama, prigimties ir skysčio klampos. Jei ištraukimo greitis yra tolygus, tuomet dangos storis gali būti apskaičiuotas naudojantis Landau-Levich lygtimi [97].

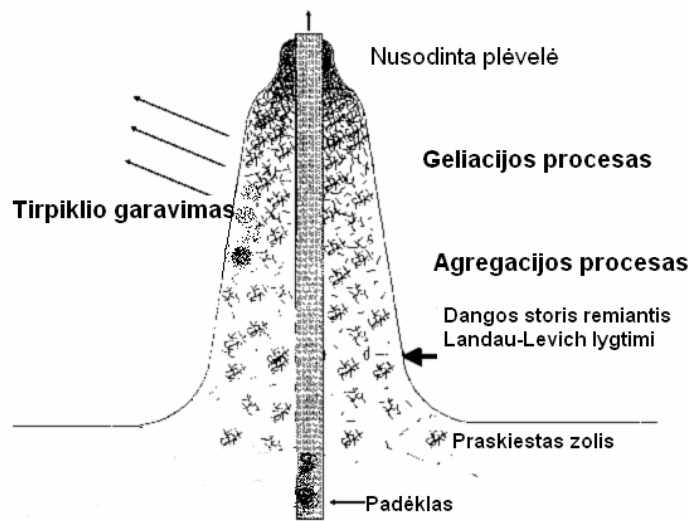
$$h = 0,94 \times \frac{(\eta \cdot v)^{2/3}}{\gamma_{LV}^{1/6} \cdot (\rho \cdot g)^{1/2}}, \quad (33)$$

čia h – dangos storis, η – klampa, γ_{LV} – paviršiaus skystis-garai įtempimas, ρ – tankis, g – laisvojo kritimo pagreitis, v – ištraukimo greitis.



58 pav. Įmerkimo metodo, skirto dangoms gauti, schematinis vaizdas: substrato įmerkimas į tirpalą, drėgnojo sluoksnio formavimasis ištraukimo metu ir sluoksnio geliacija, išgaruojant tirpikliui.

Remiantis Stern'o teorija, zolio dalelės yra stabilizuojamos paviršinių krūvių, kurie, toje pačioje koloidinėje sistemoje visada yra to paties ženklo. Todėl tarp dalelių vyrauja stūma ir jos negali sukibti viena su kita, t.y. koaguluoti [99]. Remiantis šia teorija geliacijos procesas (59 pav.) aiškinamas tuo, kad jo metu zolio dalelės yra suartinamos tokiu atstumu, kuomet tarp jų vietoje stūmos, jau pradeda vyrauti trauka. Šis pasikeitimas sukelia koloidinės sistemos geliaciją.



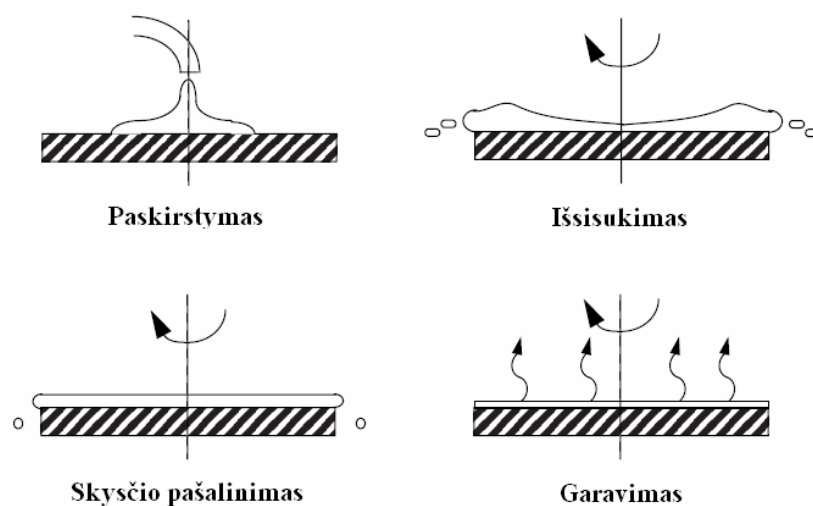
59 pav. Geliacijos procesas ištraukimo metu [99]

Paviršiuje susidaręs gelis turi būti papildomai sutankintas, naudojant džiovinimą ar atkaitinimą tam tikroje temperatūroje. Ši temperatūra daugiausia priklauso nuo nusodintos dangos prigimties ir sudėties. Dėl mažo susidariusio gelio dalelių dydžio (mūsų atveju tai nano- eilės dydžiai) ši temperatūra visuomet yra mažesnė, lyginant su stambiadalelėmis sistemomis.

Įmerkimo metodas labai paplitęs praktikoje dėl savo paprastumo ir nesudėtingumo. Šiuo metodu gautos plonasluoksnės dangos taikomos daugelyje sričių, tačiau labiausiai paplitusios optikoje, skaidrinančiųjų dangų gavimui.

Be įmerkimo metodo dažnai naudojamas dangų formavimo metodas besisukančiu įtaisu metodu. Dangos dengiamos naudojant išcentrinę jėgą. Šis metodas jau keletą dešimtmečių naudojamas plonasluoksnėms dangoms gauti. Procesas, paremtas sukimu aplink ašį, kuri turi būti statmena padengiamam plotui. Dangos formavimo sukimo metodu proceso stadijos pavaizduotos 60 paveiksle: a) zolio tirpalo paskirstymas, b) sukimas, c) zolio skysčio pašalinimas, d) tirpiklio džiovinimas. Iš šių keturių atskirų stadijų paskutinės dvi turi didžiausią įtaką galutiniam dangos storiui. Pirmoji stadija gali būti vykdoma kintančiu arba pastoviu metodu. Pastovus metodas paremtas greitai

padėkliuko, ant kurio užlašintas skysčio lašas, sukimo greičiu. Kintančio metodo metu padėkliuko sukimo greitis yra apie 500 apsukų per minutę. Antros stadijos metu, kuri trunka nuo kelių sekundžių iki keleto minučių, greitis didinamas iki 1500–8000 apsukų per minutę, priklausomai nuo naudojamo zolio tirpalo savybių: klampos, tirpiklio garavimo greičio, paviršiaus drėkinimo savybių. Didelio storio dangoms svarbus ir tirpiklio išgarinimo etapas, kad tirpiklis pilnai išgaruotų. Perteklinis skysčio kiekis reikalingas dangos netolydumo pašalinimui, kuris susijęs su skysčio išdžiūvimu prieš jam pasiekiant padėklo kraštus. Trečioje stadijoje padėklas sukasi pastoviu greičiu ir skysčio klampos jėgos turi didžiausią įtaką skysčio storio mažėjimui. Pakraščio defektas dažnai matomas dėl to, kad skystis priartėjęs prie krašto, turi suformuoti lašą, kuris toliau išstumiamas. Tokiu būdu, priklausomai nuo paviršiaus įtempimo, klampos ir sukimosi greičio, galutinėje dangoje atsiranda žiedas pakraštyje.



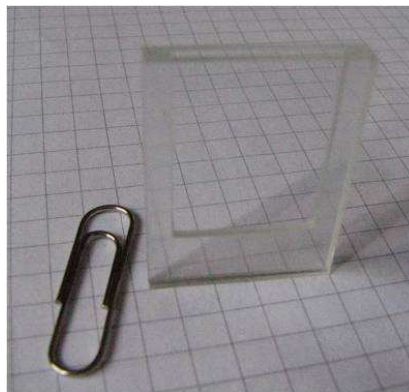
60 pav. Dangos formavimo besisukančiu įtaisu proceso stadijos.

Paskutinėje stadijoje, kai skysčio išstūmimas procesas pasibaigia, prasideda tirpiklio garavimas. Garavimas tai sudėtingas procesas, kurio metu dalis perteklinio tirpiklio absorbuojama į atmosferą. Iš esmės, šioje proceso dalyje danga virsta geliu, kadangi tirpiklis pašalinamas ir likusio tirpalo klampa

ryškiai padidėja. Jeigu garavimas įvyksta per anksti, skysčio paviršiuje susiformuoja plėvelė, kuri trukdo garuoti tirpikliui esančiam po ja ir, veikiant išcentrinei jėgai, galimi dangos defektai.

3.4.2. Įmerkimo būdu gautų dangų tyrimai

Zolių-gelio dangų gamybos technologija iš principo skiriasi nuo garinimo technologijų. Šiuo atveju fiziniai dangos parametrai – lūžio rodiklis ir storis – negali būti kontroliuojami tiesiogiai dangos gamybos proceso metu taip, kaip garinimo atveju. Norint gauti norimo storio ar lūžio rodiklio dangą, reikia žinoti, kaip lūžio rodiklis ir dangos storis priklauso nuo zolių-gelių

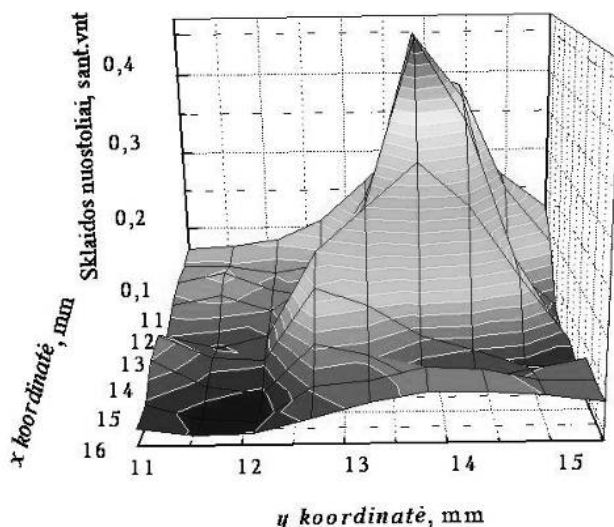


61 pav. Kvarcinė kiuvetė, naudota zolių-gelių tirpalų sklaidos matavimams.

koncentracijos (klampumo). Taip pat svarbūs yra ir fiziniai dangos gamybos parametrai – bandinio įleidimo ir ištraukimo į tirpalą greičiai bei jo laikymo tirpale trukmės. Vadinasi, norint nustatyti šias priklausomybes, reikia turėti daug skirtingomis sąlygomis pagamintų bandinių ir eksperimentiškai nustatyti gautuosius parametrus. Vienas iš būdų charakterizuoti bandinius yra šviesos sklaidos matavimai.

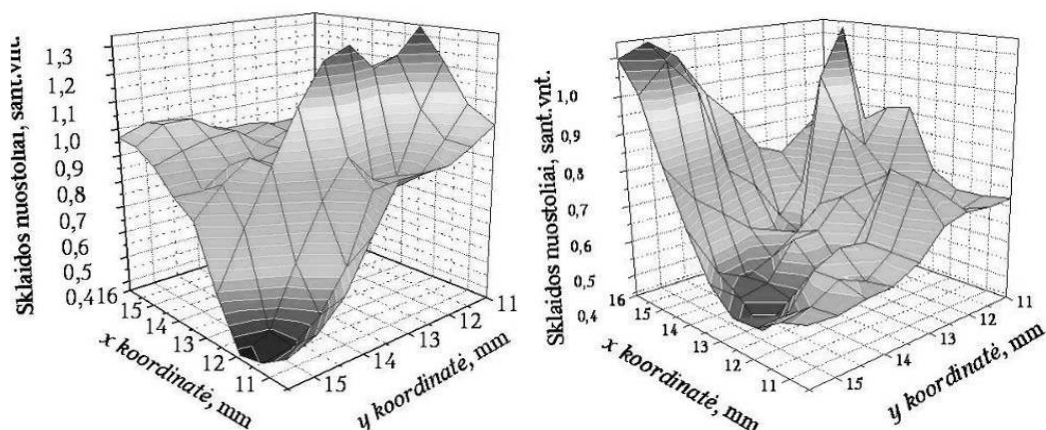
Šiems matavimams buvo naudojama testavimo stotis, pavaizduota 35 paveiksle. Visuminės sklaidos matavimams atlikti buvo naudojama 2.1.5 skyriuje aprašyto diodinio kaupinimo Nd:LSB mikrolazerio spinduliuotė. Šiuo atveju 10 μ J impulso energija buvo fokusuojama į 1 mm skersmens dėmę. Sistemos dinaminis diapazonas siekė $\sim 10^6$. Zolių-gelių tirpalo sklaida buvo tiriama, įpylus jį į kvarcinę 1,7×24×23,9 mm matmenų kiuvetę (61 pav.). Visų pirma buvo ištirta pačios kiuvetės sklaida. Jos žemėlapis pavaizduotas 62

paveiksle. Kaip matyti, viename kiuvetės krašte sklaida padidėja ir viršija 0,4 %. Visos kiuvetės vidutiniai sklaidos nuostoliai yra lygus 0,17 %. Užpildžius kiuvetę tirpalu, sklaidos vaizdas pasikeičia. Siekiant išsiaiškinti filtravimo įtaką, zolių tirpalo sklaida buvo matuojama prieš ir po filtravimo (63 pav.). Visais atvejais nefiltruoto tirpalo sklaida buvo didesnė (0,87 %), tuo tarpu filtruoto tirpalo sklaida buvo pusantro karto mažesnė ir siekė 0,56 %.



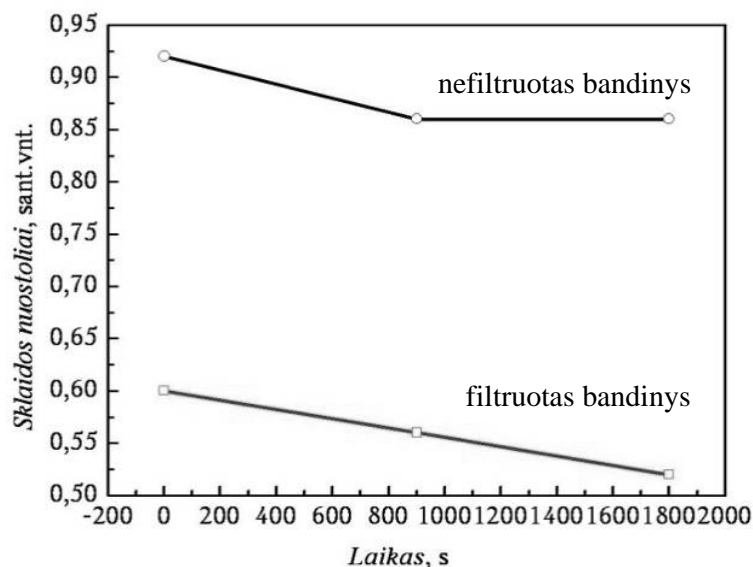
62 pav. Tuščios kiuvetės sklaidos nuostoliai.

Taip pat buvo pastebėta sklaidos intensyvumo priklausomybė nuo laiko, ji pavaizduota 64 paveiksle. Laikui bėgant, zolio tirpalo sklaida nežymiai mažėja. Tai galima paaiškinti didžiausių koloidinių zolio dalelių nusėdimu tirpale.



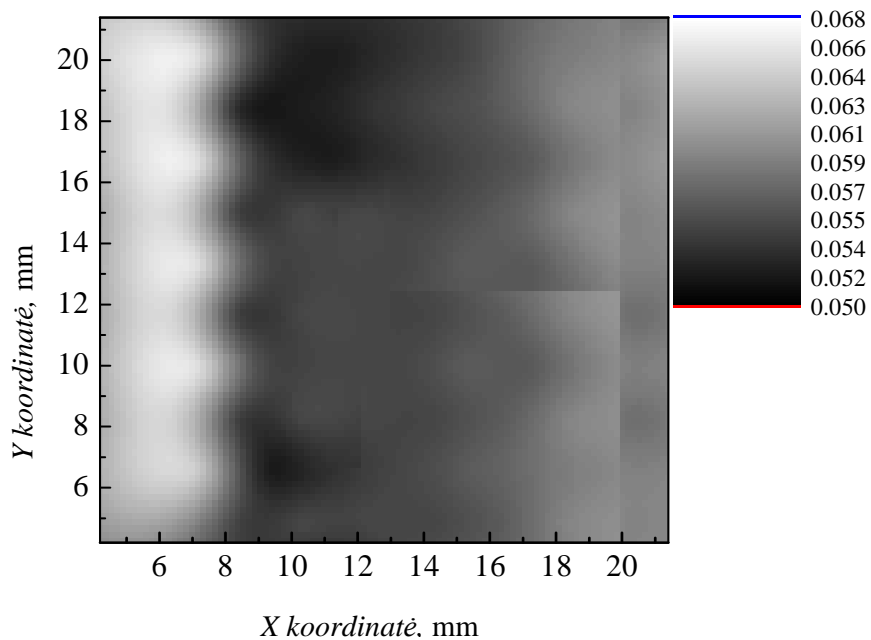
63 pav. Filtruoto (b) ir nefiltruoto (a) zolių-gelių tirpalų sklaidos nuostoliai

Kitas etapas – šio tirpalo įmerkimo būdu suformuotų zolių-gelių dangų sklaidos tyrimas. Matavimų rezultatai pavaizduoti 65 ir 66 paveiksluose. Buvo tirti zolių-gelių dangomis padengti kvarcinio ir BK7 stiklo padėklai.

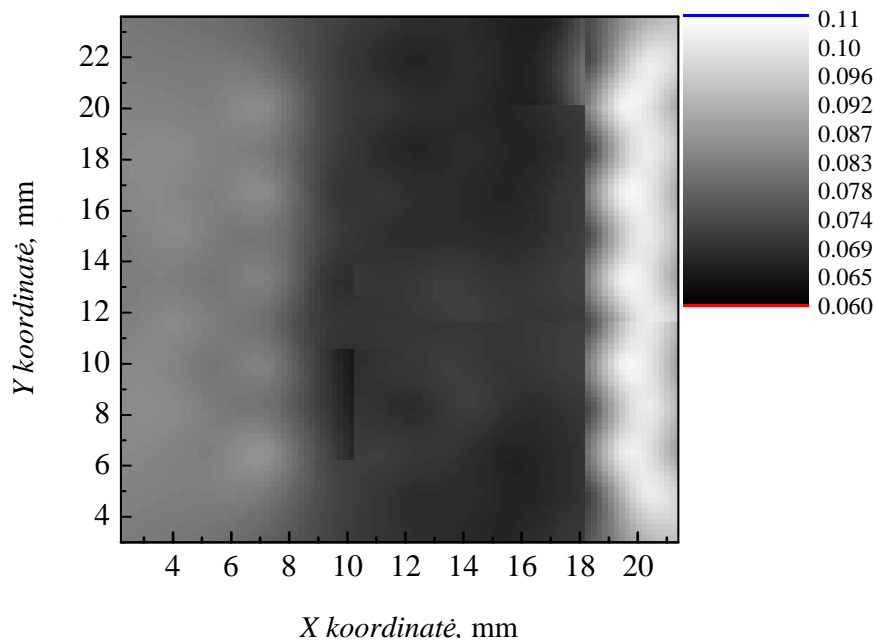


64 pav. Sklaidos nuostolių priklausomybė nuo laiko.

Tiek kvarcinio, tiek stiklinio padėklo sklaidos nuostolių vertės buvo gautos vienodos ir lygios 0,06 %. Kvarcinio stiklo su viena zolių-gelių (LD TM) danga sklaidos nuostoliai siekė 0,07 % (65 pav., b). Paprasto stiklo su viena LD TM danga sklaidos nuostoliai taip pat buvo lygūs 0,07 % (66 pav., b). Taigi galima padaryti išvada, kad vienoje LD TM dangoje dėl sklaidos prarandama 0,01 % visos spinduliuotės energijos. Ši sklaidos nuostolių vertė yra pakankamai nedidelė. Ji palyginama su dangų, dengiamų garinimo būdu vakuume panaudojant joninį asistavimą, sklaidos nuostoliais, kurie mūsų anksčiau tirtuose bandiniuose siekė ~0,01 %.

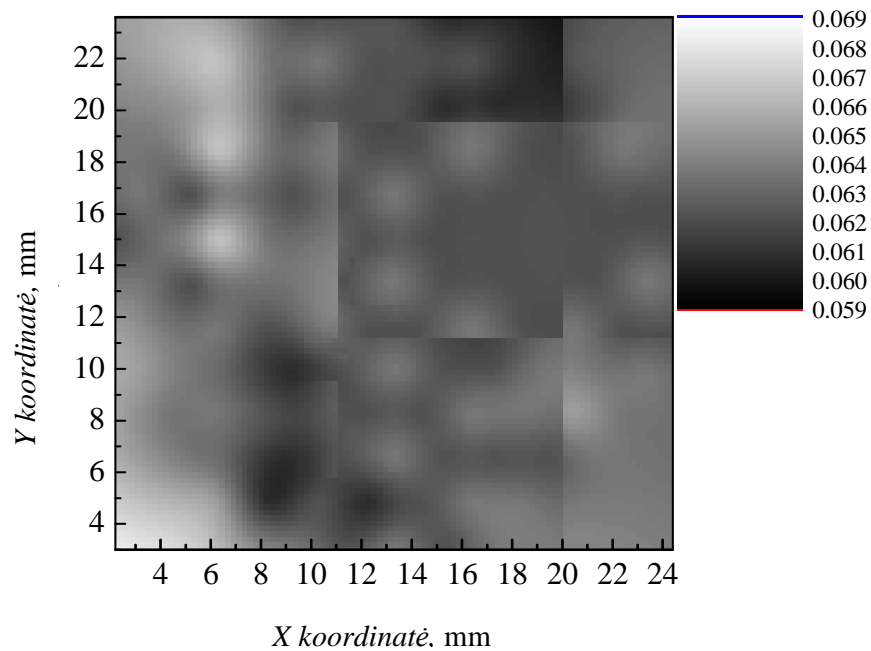


a)

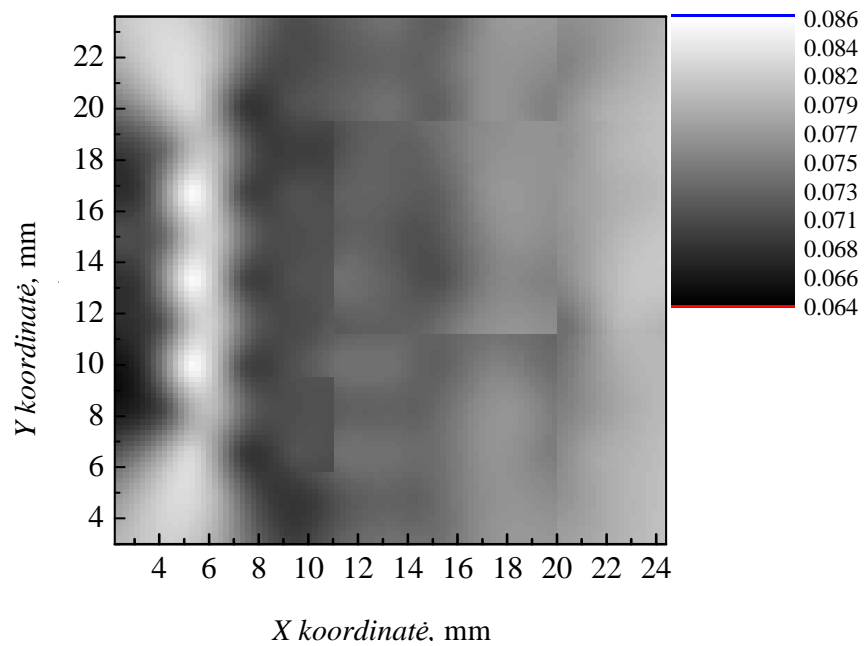


b)

65 pav. Kvarcinio stiklo (a) ir kvarcinio stiklo su LD TM danga (b) sklaidos nuostoliai.



a)



b)

66 pav. Stiklo (a) ir stiklo su LD TM danga (b) sklaidos nuostoliai.

3.4.3. Besisukančiu įtaisu gautų zolių-gelių dangų sklaidos tyrimai

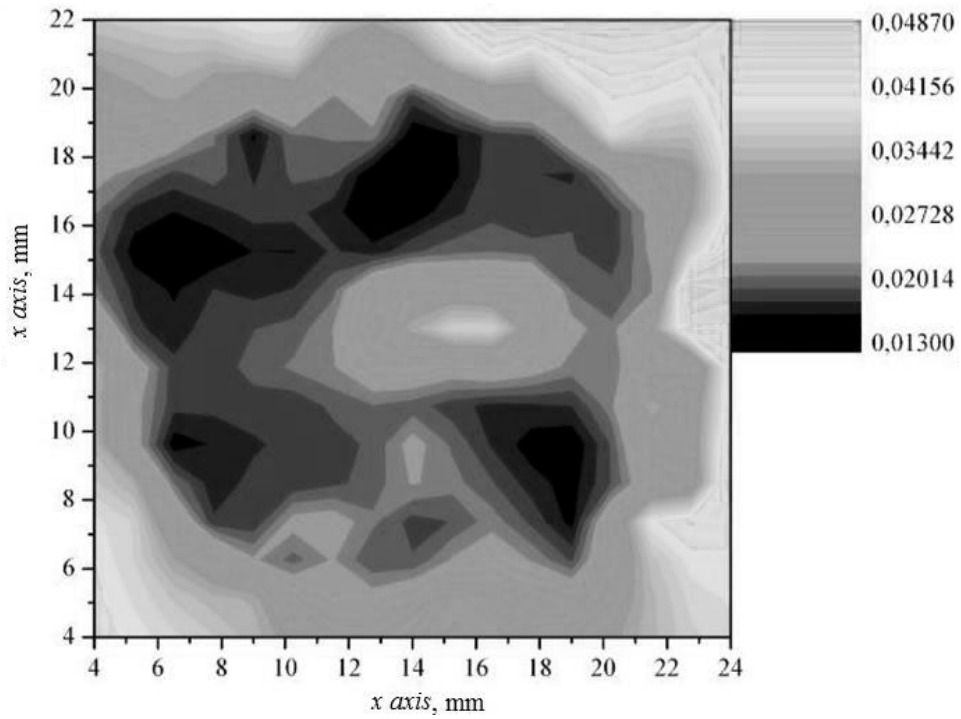
Taip pat buvo atlikti sklaidos matavimai dangų, gautų besisukančio įtaiso metodu iš SiO₂ (5%) zolio ir modifikuoto SiO₂ (5%):HMDS zolio tirpalų. Dangų formavimo programos parametrai pateikti 4 lentelėje. Joje RPM yra apskukų skaičius, RAMP – laikas, per kurį pasiekiamas norimas apskukų skaičius, TIME – sukimo laikas pastoviu greičiu.

4 lentelė. Dangų formavimo parametrai

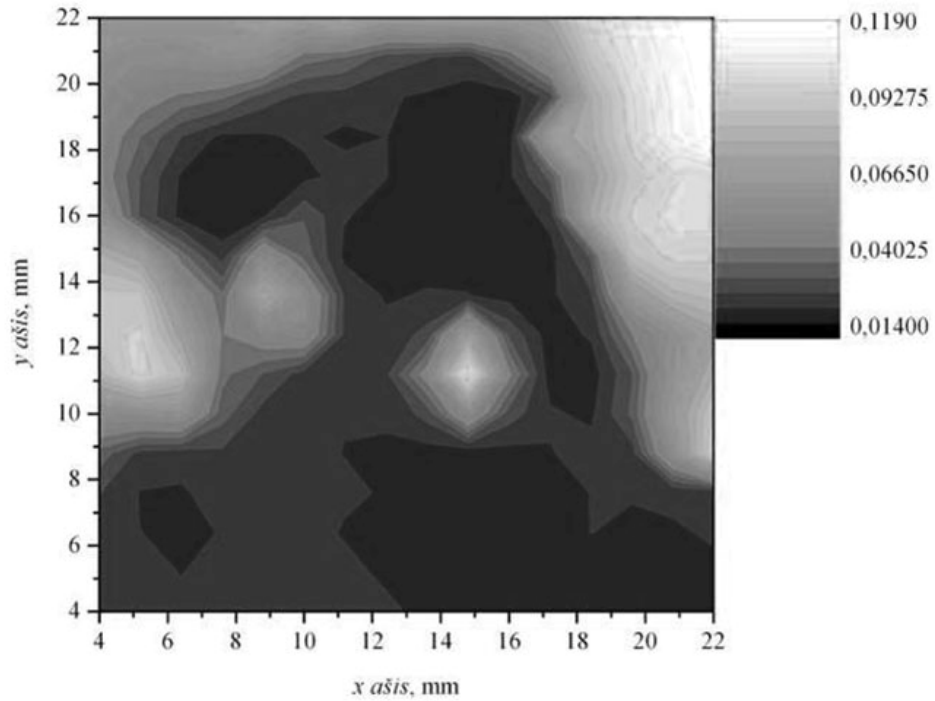
| Stikliuko Nr. | AK01 | AK02 | AK03 | AK04 |
|---------------|-----------------------------|-----------------------------|---------------------------------------|--------------------------------------|
| | 2 programa | 1 programa | 1 programa | 2 programa |
| Tirpalas | 5% SiO ₂ HMDS | 5% SiO ₂ HMDS | 5% SiO ₂ nemodifikuotas | 5% SiO ₂ nemodifikuota |
| RPM1 | 2000 aps/min | 1000 aps/min | 1000 aps/min | 2000 aps/min |
| RAMP1 | 1 s | 1 s | 1 s | 1 s |
| TIME1 | 2 s | 2 s | 2 s | 2 s |
| RPM2 | 3000 aps/min | 2000 aps/min | 2000 aps/min | 3000 aps/min |
| RAMP2 | 1 s | 1 s | 1 s | 1 s |
| RPM3 | 4000 aps/min | 3000 aps/min | 3000 aps/min | 4000 aps/min |
| RAMP3 | 1 s | 1 s | 1 s | 1 s |
| TIME3 | 2 s | 2 s | 2 s | 2 s |
| TIME4 | 5 s | 5 s | 5 s | 5 s |

Suformuotų dangų sklaidos nuostolių pasiskirstymas pateiktas 67 paveiksle. Apskaičiuotos tokios sklaidos nuostolių vertės: AK01 ir AK02 0,02%, AK03 - 0,03%, AK04- 0,04%. Šiuo metodu pagamintų dangų sklaida yra didesnė bandinių kraštuose.

Zolių-gelių danga padengto KDP kristalo sklaidos nuostolių žemėlapis pavaizduotas 68 paveiksle. Kristalo centre nuostoliai siekia 0,06 %, kraštuose sklaida didėja ir siekia 0,085 %. Apskaičiavus pagal tarptautinio standarto (ISO 13696) reikalavimus, kristalo sklaidos nuostoliai lygūs 0,07 %. Ši vertė yra pakankamai artima anksčiau tirtų zolių-gelių dangomis padengtų optinio stiklo bandinių sklaidos nuostoliams.

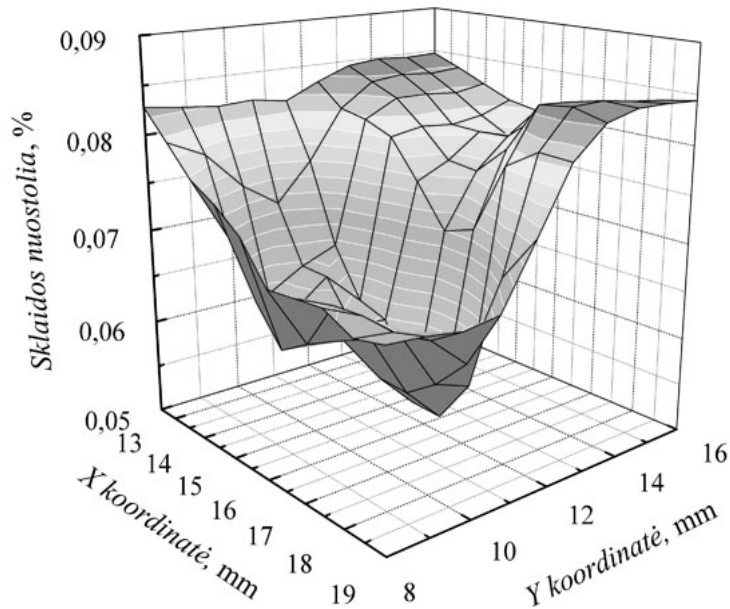


a)



b)

67 pav. Bandinių AK01 (a) ir AK02 (b) sklaidos nuostolių vaizdas.



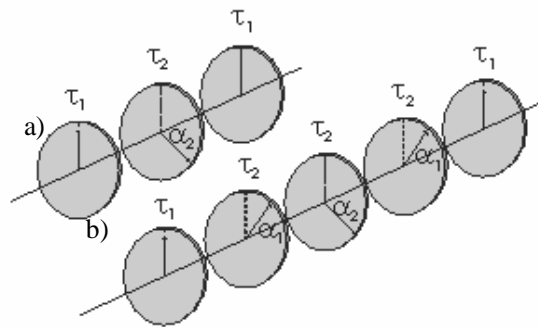
68 pav. KDP kristalo, padengto zolių-gelių danga, sklaidos nuostoliai.

3.5. PMMA banginių plokštelių sklaidos tyrimai

3.5.1. Įvadas

Banginės plokštelės plačiai naudojamos keisti ir valdyti lazerinės spinduliuotės poliarizaciją.

Ketvirčio bangos ilgio plokštelė ($\lambda/4$) tiesiškai poliarizuota bangą transformuoja į apskritimiškai poliarizuotą, ir atvirkščiai, o $\lambda/2$ plokštelė pasuka poliarizacijos plokštumą tam tikru kampu. Tokios plokštelės plačiai taikomos prietaisuose,



69 pav. Achromatinės (a) ir superachromatinės (b) banginių plokštelių sandara.

kuriuose naudojama poliarizuota spinduliuotė. Tačiau naudojant keičiamo bangos ilgio spinduliuotės šaltinius, reikalingos achromatinės banginės plokštelės, gebančios užtikrinti tam tikrą užlaikymą plačioje spektro srityje.

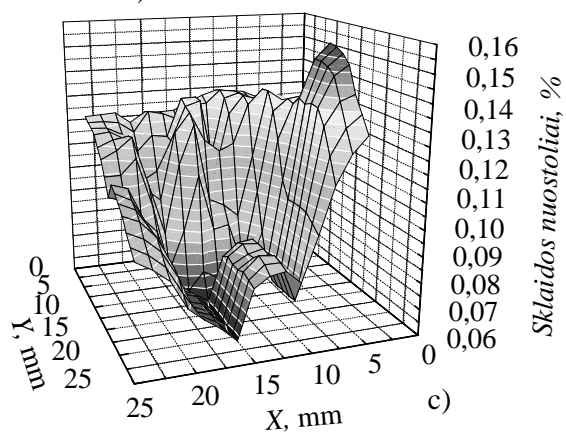
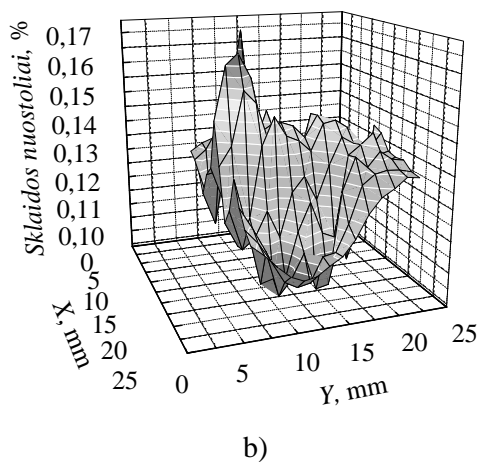
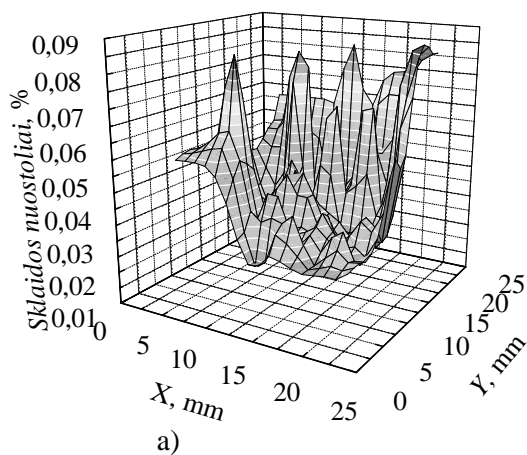
Banginių plokštelių gamybai naudojami anizotropiniai kristalai (kvarcas, MgF_2 ir t.t.), taip pat anizotropinių polimerų dangos ir plėvelės. Atsižvelgiant į anizotropinio sluoksnio storį, banginės plokštelės gali būti naudojamos kaip nulinės ($\tau < 2\pi$) arba aukštesnių eilių ($\tau > 2\pi$). Daugumos netiesinių kristalų nulinės eilės banginės plokštelės storis neviršija 60 μm . Praktikoje tokios banginės plokštelės gaminamos iš kelių pakankamai didelio storio anizotropinių sluoksnių pasukant optinės ašies orientaciją. Sluoksnių storis parenkamas pagal reikiamą bangos užlaikymą, bet tokios banginės plokštelės yra monochromatinės. Achromatinės banginės plokštelės gaminamos, naudojant kelių skirtingų medžiagų su skirtingomis spektrinėmis charakteristikomis kombinacijas. Jos gali būti naudojamos tam tikroje spektro srityje. Dažniausiai naudojama kvarco ir MgF_2 kombinacijos. Tačiau šiuo metu populiarens kitu būdu, pagamintos achromatinės plokštelės. Jos gaminamos skirtingai orientuojamos tos pačios medžiagos plėvelių optinės ašys [110]. Tokios plokštelės sandara pavaizduota 69 paveiksle. Achromatinės banginės plokštelės sudarytos iš trijų dedamųjų, kurių pirmos ir trečios optinės ašys sutampa, o vidurinė komponentė turi fazės poslinkį $\tau_2 = 180^\circ$ ir jos optinė ašis pasukta α_2 kampu (69 pav., a). Superachromatinės plokštelės sudarytos iš penkių dedamųjų (69 pav., b).

3.5.2. PMMA achromatinių plokštelių tyrimai

Tirtų banginių plokštelių fizinės charakteristikos pateiktos 5 lentelėje. Visuminės sklaidos matavimams buvo naudojama kieto kūno mikrolazerio Nd:LSB (STA-01, Standa; Lietuva (21 pav.)) 1062 nm spinduliuotė. Lazero pluoštas buvo fokusuojamas į 1 mm dėmę, o spinduliuotės galia siekė 4 mW.

5. lentelė. Achromatinių ir superachromatinių nulinės eilės PMMA banginių plokštelių techninės charakteristikos

| | | |
|------------------------------|---|--|
| Banginės plokštelės medžiaga | Dvigubai laužiantis polimeras | |
| Padėklo medžiaga | Optinis stiklas | |
| Užlaikymas | $\lambda/4$, $\lambda/2$, $\lambda/2.83$ | |
| Užlaikymo tikslumas | $\pm \lambda/100$ | |
| Paviršiaus apdirbimo kokybė | 40/20 | |
| Spindulio skėstis | <5 arcsec | |
| Temperatūros sritis | -20°C to +50°C | |
| Skaidrinanti danga | Plačiauostė, daugiasluoksnė danga | |
| Dydis | 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60 mm | |
| Apertūra | $\geq 90\%$ dydžio | |
| Pažeidimo slenkstis | 500 W/cm ² (nuolatinėje veikoje) | |
| Valymas | Alkoholis (rekomenduojama) | |
| | Achromatinė | Superachromatinė |
| Storis | 4–8 mm | 5–12 mm |
| Bangos ilgių sritis (nm) | 360–520, 400–580, 500–650, 500–725, 600–870, 700–1000 800–1150, 900–300 | 360–720, 400–800, 450–900 500–1000, 570–1150, 630–1250 |



70 pav. Pilnutinės sklaidos nuostoliai pirmos (a), antros (b) and trečios (c) PMMA banginių plokštelių.

6. lentelė. Tirtų banginių plokštelių sklaidos nuostoliai

| Bandinio Nr. | Sklaidos nuostoliais, % |
|-----------------|-------------------------------|
| 1 | 0,04 |
| 2 | 0,13 |
| 3 | 0,11 |

Sklaidos matavimų rezultatai pateikti 70 paveiksle, o apskaičiuotos sklaidos nuostolių vertės – 6 lentelėje. Iš lentelėje pateiktų rezultatų matyti, kad banginių plokštelių visuminės sklaidos nuostoliai neviršija 0,13 %. Šiais nuostoliais išsiskyrė banginė plokštelė nepadengta skaidrinamąja danga. Kitų bandinių sklaida yra šiek tiek mažesnė. Tai yra pakankamai geri rezultatai banginėms plokštelėms sudarytoms iš penkių skirtingų komponentų.

3.6. Skyriaus pagrindiniai rezultatai

Remiantis tarptautiniu ISO 13696 standartu, buvo ištirtos optinių padėklų ir skirtingomis technologijomis ant šių padėklų padengtų dangų visuminė sklaida. Remiantis gautais ir šiame skyriuje pateiktais rezultatais, galima padaryti tokias išvadas:

1. Mažiausi visuminės sklaidos nuostoliai buvo gauti geros paviršiaus poliravimo kokybės (ne prastesnės negu 20/10) optinių padėklų. Jų sklaidos nuostoliai ištirti spektrinėje srityje nuo UV iki artimojo IR. Vakuume garintos optinės dangos ištirtos artimojoje infraraudonojoje srityje.

2. Zolių-gelių metodu pagamintos dangos turi savybes, kurios nenusileidžia vakuume garintų, papildomai naudojant joninį sutankinimą, dangų savybėms.

3. Bandinį padengus optinėmis dangomis, atsiranda papildomų sklaidos nuostolių tiek vakuume garintoms tiek zolių-gelių metodu padengtoms dangoms. Vadinasi garinama danga ne atkartoja padėklo paviršiaus šiurkštumo, o jį padidina.

4. Vienos optinės plėvelės, gautos tiek zolių-gelių metodu, tiek garinimo būdu su jonų tankinimu, įnešami sklaidos nuostoliai yra 0,01 %.

5. Išmatuota optinių padėklų sklaida yra iki 0,02 %, 21 sluoksnio, didelio atspindžio dangų, pagamintu garinant terminiu būdu ir naudojant jonų tankinimą, sklaida siekia ~ 0,2 %, o skaidrinančių zolių-gelių dangų - ~ 0,05-0,07 %.

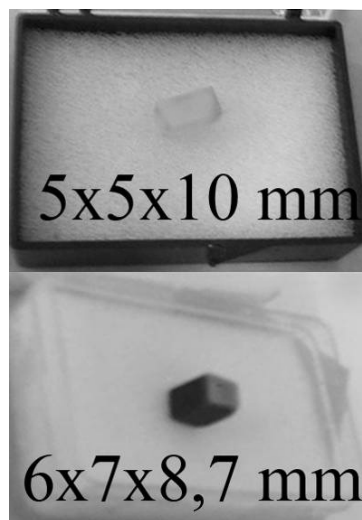
IV SKYRIUS. Optinių kristalų kokybės tyrimai

4.1. Įvadas

LiInS_2 ir LiInSe_2 yra nauji netiesiniai kristalai (71 pav.). Netiesinės šių kristalų charakteristikos yra artimos AgGaS_2 ir AgGaSe_2 , tačiau jų kristalinė struktūra yra visiškai kita [111]. LiInS_2 priklauso $\text{A}^{\text{I}}\text{B}^{\text{III}}\text{C}_2^{\text{VI}}$ chalkogenidų šeimai. Šis kristalas, kaip ir gerai žinomas KTP, yra dviašis, $mm2$ simetrijos. LiInS_2 kristalas yra optiškai pralaidus nuo 0,4 iki 12 μm . Pirmieji šio kristalo optiniai tyrimai prasidėjo dar 1970 m. [111]. Pastaruoju metu dėl savo ypatingų optinių savybių, kaip antai: aukštas pažeidimo slenkstis, didelis šiluminis laidumas, didelė draustinių energijų zona ir santykiškai didelis netiesinis jautris, LiInS_2 vėl sulaukė didelio susidomėjimo [112-118].

Didelis dvejopas ličio selenodato kristalo šviesos laužimas ir optinis pralaidumas plačioje spektro srityje leidžia realizuoti antrosios harmonikos fazinį sinchronizmą visoje vidurinėje infraraudonoje srityje. Jo efektyvumas palyginamas su AgGaS_2 ir yra dvigubai didesnis negu LiInS_2 kristalo [119]. Pagrindinė LiInS_2 ir LiInSe_2 kristalų taikymo sritis yra vidurinės infraraudonosios srities optiniai parametriniai osciliatoriai, kaupinami artimojo IR spektro srities lazeriais [118,

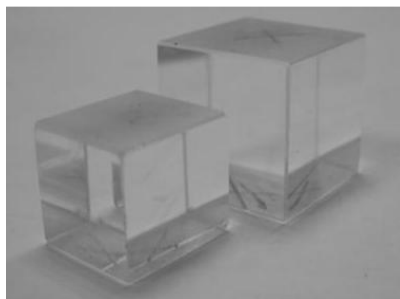
120, 121]. Todėl šių kristalų optinės savybės tiesiogiai susijusios su netiesiniais taikymais, kaip antai: temperatūrinis plėtimasis, termooptiniai koeficientai, gardelės fononų virpesinis spektras, pjezoelektriniai ir elektrooptiniai koeficientai bei kitos savybės šiuo metu yra plačiai tiriamos [122]. Be visų šių



71 pav. LiInS_2 ir LiInSe_2 kristalai, naudoti tyrimams.

savybių, turi būti ištirta kristalų paviršiaus kokybė ir tūriniai defektai, atsiradę kristalo auginimo metu. Tirti LiInS_2 ir LiInSe_2 kristalai buvo išauginti naudojant Bridgman–Stockbarger technologiją Novosibirsko Petrogafijos ir mineralogijos institute.

Be šių kristalų buvo tiriamos KDP kristalų savybės. KH_2PO_4 (KDP) ir KD_2PO_4 (DKDP) kristalai (72 pav.) yra netiesiniai kristalai, kurie gali būti užauginti labai didelių matmenų (kelių dešimčių centimetru). Šie netiesiniai didelių matmenų KDP kristalai yra naudojami branduolinės sintezės sistemose harmonikų generacijai, parametriniuose generatoriuose



72 pav. Lėto auginimo KDP kristalas (17x15x14 mm) ir greito auginimo KDP kristalas (18x19x20 mm).

bei optiniuose modulatoriuose [51, 123]. Auginant tradiciniu metodu, t. y. aušinant persotintą tirpalą, KDP kristalas užauga maždaug per vienerius metus (augimo greitis nuo 1 mm/dieną iki 2 mm/dieną) [45]. Tokia kristalų auginimo technologija reikalauja didelių lėšų, nes būtina ilgą laiką išlaikyti tuos pačius auginimo proceso parametrus. Dėl šių priežasčių pastaruoju metu vis daugiau plėtojama nauja – greitojo auginimo technologija (vidutinis kristalo augimo greitis iki 50 mm per dieną) [124-127]. Nuolat filtruojant tirpalą, galima išauginti KDP kristalus, kurių matmenys siekia 50×50×50 cm [128]. Nuolatinės filtracijos metodu išauginti kristalai turi aukštą pažeidimo slenkstį (64 J/cm² 1064 nm bangos ilgio nanosekundinės trukmės impulsams) [129, 130]. Deja, greito auginimo metodu išaugintų kristalų optinė kokybė yra prastesnė negu augintų tradiciniu būdu [47, 131].

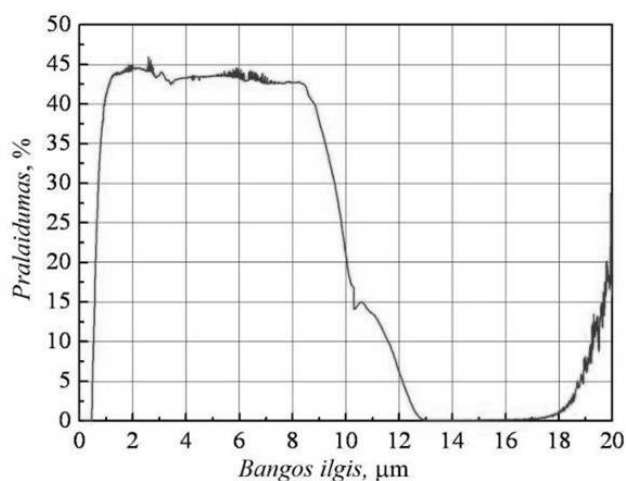
Šioje skyriuje nagrinėjami aukščiau aprašytų naujų netiesinėje optikoje LiInS_2 ir LiInSe_2 kristalų visuminės sklaidos nuostoliai, o taip plačiai naudojamų KDP kristalų, išaugintų greitu ir įprastiniu metodais, paviršinių bei

tūrinių defektų sklaidos dvimačiai vaizdai gauti koherentinės sklaidos tomografijos būdu. Tomografijos metodika buvo įsisavinta jau baigus sklaidos nuostolių matavimus su LiInS_2 ir LiInSe_2 , kadangi tai unikalūs kristalai tai juos naudojo įvairiems tyrimams daug tyrėjų grupių ir po mūsų matavimų juos teko atiduoti kitoms grupėms. Dalyvaujant „Sopdangos“ (2003–2006 m.) ir „LADA“ (2007–2009 m.) projektuose bei bendradarbiaujant su CEA/CESTA (Prancuzija) centru buvo palyginta greitu ir lėtu metodais išaugintų KDP kristalų optinė kokybė. Buvo tirti po du greito ir lėto auginimo KDP kristalai.

4.2. Netiesinių LiInS_2 ir LiInSe_2 kristalų sklaidos tyrimai

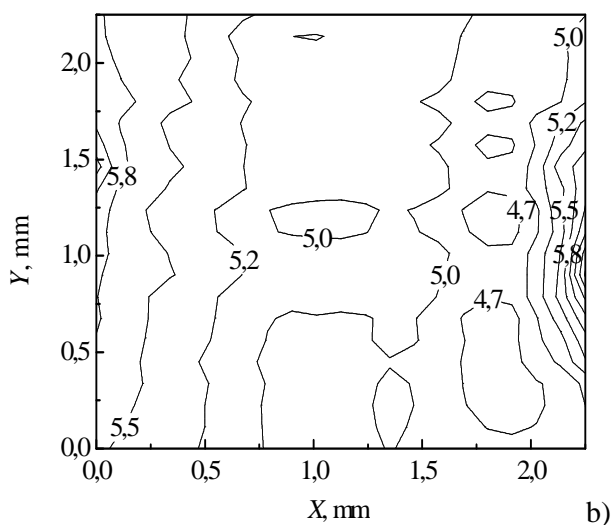
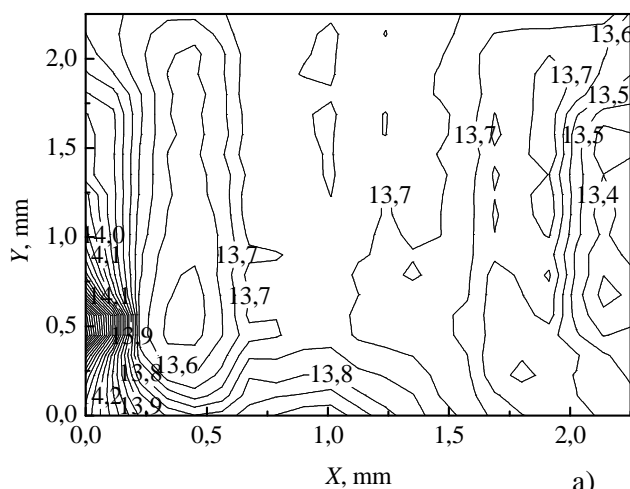
LiSe pralaidumo spektras išmatuotas 200–20000 nm srityje (73 pav.).

Matavimai 200–2000 nm ruože buvo atliekami SHIMADZU[®] UV-3101PC spektrometru, kurio skyra yra 1 nm. Tolesnėje 2000–20000 nm srityje buvo naudojamas Bruker[®] VERTEX 70 spektrometras, kurio azotu šaldomas



73 pav. LiInSe_2 kristalo pralaidumo spektras.

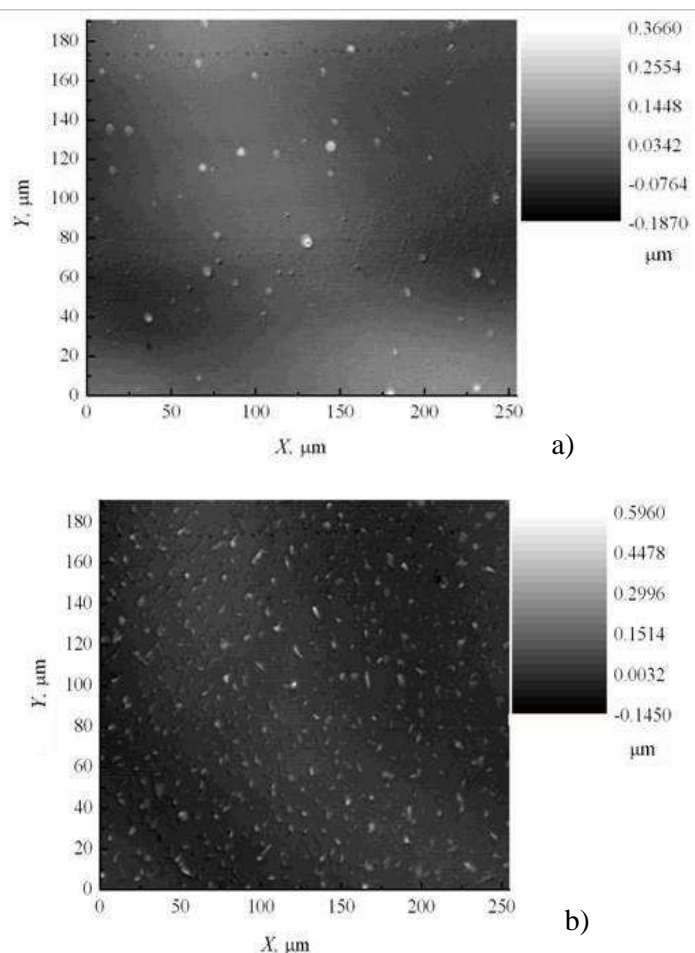
gyvsidabrio kadmio telurido detektorius leido pasiekti 0,4 nm skyrą. Kaip matyti, kristalas pralaidus artimojoje infraraudonojoje spektro srityje maždaug nuo 1 iki 10 μm . Nuo 13 iki 17 μm jo pralaidumas nukrenta iki nulio, vėliau vidutinioje IR srityje pralaidumas vėl padidėja.



74 pav. LiInSe_2 (a) ir LiInS_2 (b) kristalų sklaidos nuostoliai įvairiose paviršiaus vietose.

Sklaidos matavimams buvo naudojama testavimo stotis, leidžianti atlikti visuminės sklaidos matavimus. Jos schema pavaizduota 35 paveiksle. Visuminės sklaidos matavimams buvo naudojama moduluotos kokybės Nd:YVO lazerio 1064 nm bangos ilgio spinduliuotė. Siekiant išvengti tiriamų optinių kristalų pažeidimo buvo naudojama 450 μJ impulso energija, o lazerio pluoštas fokusuojamas į 150 μm skersmens dėmę. Tirtų LiInSe_2 ir LiInS_2 kristalų sklaidos nuostolių žemėlapiai pavaizduoti 74

paveiksle. Kaip matyti iš šio paveikslo kristalų paviršiuje nėra ryškių sklaidos centrų, tai patvirtino ir tyrimai optiniu mikroskopu. Didesnės sklaidos nuostolių vertės kristalų kraštuose gaunamos dėl difrakcijos nuo kristalo laikiklio sienelių. LiInSe_2 kristalo sklaidos nuostolių vertės siekė net 13,7 %. LiInS_2 kristalas išsiskyrė mažesniais sklaidos nuostoliais – 5,0 %. Sklaidos priklausomybė nuo bangos ilgio yra atvirkščiai proporcinga pralaidumo spektro charakteristikoms.



75 pav. LiInSe₂ (a) ir LiInS₂ (b) kristalų topografiniai vaizdai.

Šių kristalų 250×200 μm paviršiaus srities topografiniai vaizdai, išmatuoti PR2000 profilometru pavaizduoti 75 paveiksle. Šios paviršiaus dalies LiInSe₂ šiurkštumas $\sigma = 30$ nm, o LiInS₂ – $\sigma = 20$ nm yra tik keliomis eilėmis didesnis už optinių dielektrinių veidrodžių paviršiaus šiurkštumą. Tokio paviršiaus šiurkštumo LiInS₂ paviršinė sklaida yra 0,8 %, o LiInSe₂ –

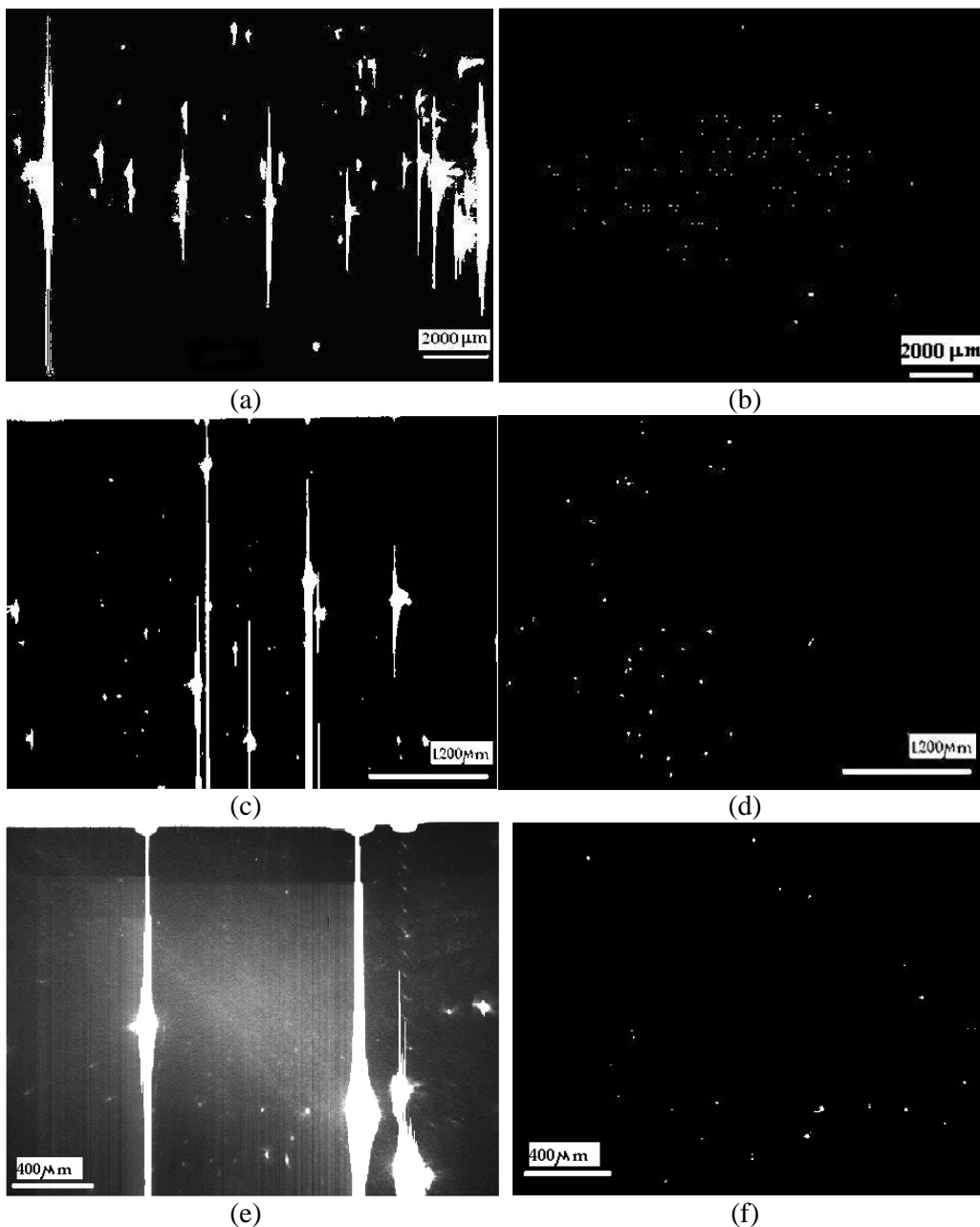
1,9 %. Todėl pagrindinė spinduliuotės dalis sklaidoma kristalų tūryje.

Tūriniai kristalų defektai ir sklaidos centrai yra daug didesnių matmenų ir siekia mikronus. Jų tyrimai aprašyti 5.3 skyrelyje.

4.3. KDP kristalų paviršinių ir tūrinių sklaidos centrų tyrimai

4.3.1. Lėto auginimo KDP kristalo tyrimai

Buvo atlikti lėto auginimo KDP kristalų (72 pav.) tūrinių ir paviršinių defektų tyrimai, keičiant objektyvų didinimą, ekspozicijos laiką ir lazerinės spinduliuotės dažnį.



76 pav. Paviršiniai (a, c, e) ir tūriniai (b, d, f) lėto auginimo KDP kristalo defektų išsklaidytos šviesos intensyvumo vaizdai, gauti naudojant 5 X (a, b), 10 X (c, d) ir 20 X (e, f) objektyvus.

Kristalo defektų išsklaidytos šviesos intensyvumo vaizdai, gauti naudojant 5X, 10X ir 20X didinimo objektyvus, pateikti 76 paveiksle. Pastebėta, kad šia sistema kokybiškiausi sklaidos centrų vaizdai gaunami 3 mm kristalo gilyje. Vaizduose iki 3 mm nuo paviršiaus pastebima paviršinės sklaidos įtaka, kuri mažina viso vaizdo kontrastą. Atliekant matavimus gilesniuose sluoksniuose,

defektų išsklaidytos šviesos intensyvumas yra nepakankamas, todėl būtina didinti CCD kameros integravimo laiką. Dėl to neišvengiamai didėja tamsinės srovės (41 pav.), ir nuo 4 mm defektų vaizdai praktiškai nebeišskiriami.

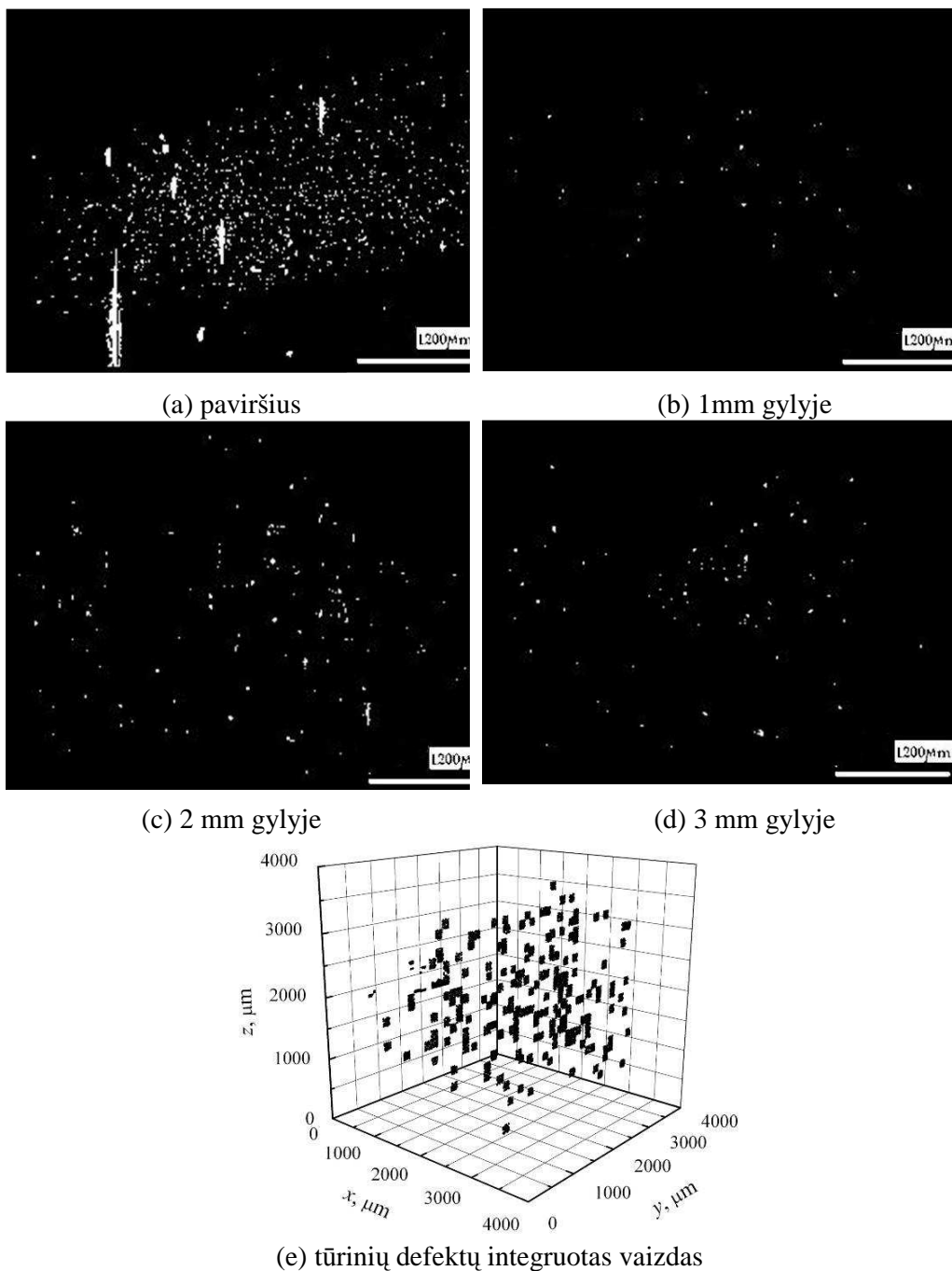
7 lentelė. Tūrinių ir paviršinių defektų lėto auginimo KDP kristalų tyrimo rezultatai

| Objektyvo didinimas | Pikselio plotas | Skaidos centrų dydis | Skaidos centrų pasiskirstymas |
|----------------------|---------------------|---------------------------|-------------------------------|
| Tūriniai defektai | | | |
| 5 X | 576 μm^2 | 1612, 8 μm^2 | 16, 56 cm^{-2} |
| 10 X | 100 μm^2 | 190 μm^2 | 134, 4 cm^{-2} |
| 20 X | 25 μm^2 | 32, 5 μm^2 | 1800, 12 cm^{-2} |
| Paviršiniai defektai | | | |
| 5 X | 576 μm^2 | 59034, 24 μm^2 | 49, 68 cm^{-2} |
| 10 X | 100 μm^2 | 2606 μm^2 | 358, 54 cm^{-2} |
| 20 X | 25 μm^2 | 7084, 75 μm^2 | 552, 88 cm^{-2} |

Remiantis 7 lentelėje pateiktais rezultatais galima teigti, jog vidutinis paviršinių defektų dydis yra eile ar dviem didesnis už tūrinių defektų dydį. Geriausia skiriamoji geba pasiekama esant 20 X objektyvo didinimui, kuris leidžia pasiekti didžiausią erdvinę skyrą. Šio tyrimo metu aptiktas mažiausias tūrinis sklaidos centras yra 25 μm^2 . Siekiant gauti mažesnių matmenų defektų išsklaidytos šviesos intensyvumo vaizdus, būtina gerinti registravimo sistemą – pritaikant geresnių parametrų detektorius, didinti bandinių paviršiaus poliravimo kokybę ir kiek įmanoma šalinti aplinkoje esančias dulkes.

4.3.2. Greito auginimo KDP kristalo tyrimai

Greito auginimo KDP kristalo tūrinių ir paviršinių defektų tyrimas atliktas naudojant 10 X objektyvą. Tiriant tūrinius defektus buvo naudojami 10 kHz dažnio impulsai, ir 5 kHz – tiriant paviršinius defektus. Matavimai buvo atliekami tokiu pačiu principu ir tomis pačiomis sąlygomis, kaip ir lėto auginimo kristalo. Gauti vaizdai pateikiami 77 paveiksle.



77 pav. Greito auginimo KDP kristalo sklaidos centrai: a) – paviršiuje; b) – 1 mm gilyje; c) – 2mm gilyje; d) – 3mm gilyje ir (e) – tūrinis sklaidos centrų išsidėstymas kristale 1–3 mm gilyje.

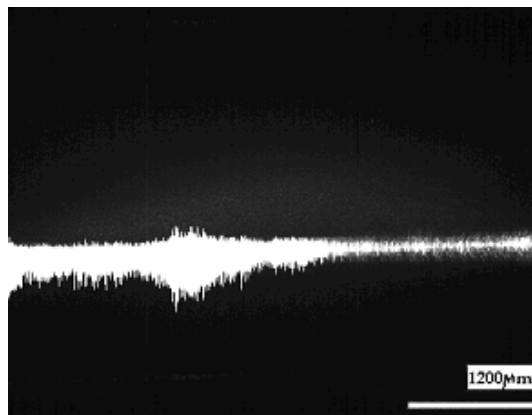
Palyginimui 8 lentelėje pateikti sklaidos centrų pasiskirstymo ir dydžių duomenys, esant įvairiems gyliams.

8 lentelė. Greito auginimo KDP kristalų tyrimo rezultatai

| Gylis | Objektyvo didinimas | 1 pikselio plotas | Vidutinis sklaidos centrų dydis | Defektų pasiskirstymas kameros matymo lauke |
|-----------|---------------------|---------------------|---------------------------------|---|
| Paviršius | 10 X | 100 μm^2 | 6750 μm^2 | 100, 84 cm^{-2} |
| 1 mm | 10 X | 100 μm^2 | 200 μm^2 | 257, 70 cm^{-2} |
| 2 mm | 10 X | 100 μm^2 | 300 μm^2 | 560, 22 cm^{-2} |
| 3 mm | 10 X | 100 μm^2 | 220 μm^2 | 1008, 40 cm^{-2} |

Iš šios lentelės matyti, kad skenuojant bandinį gilyn defektų tankis didėja, tuo tarpu fiksuojamas defektų dydis yra panašus. Tačiau paviršiniai defektai yra didesni nei tūriniai (apie 27 kartus).

Tiriant šį kristalą, taip pat buvo užregistruoti lazerio pažeidimų vaizdai 4 mm gylyje. Keičiant kameros padėtį kompiuteriu valdomu transliaciniu staliu, tirtas tos pačios bandinio vietos pažeidimas fokusuojant 10 X didinimo objektyvu ir vaizdas, gautas židinyje (78 pav.). Siekiant gauti objektyvius rezultatus, sluoksniuose, kuriuose buvo



78 pav. Pažeidimas lazerio spinduliuote greito auginimo KDP kristale, užfiksuotas KST metodu.

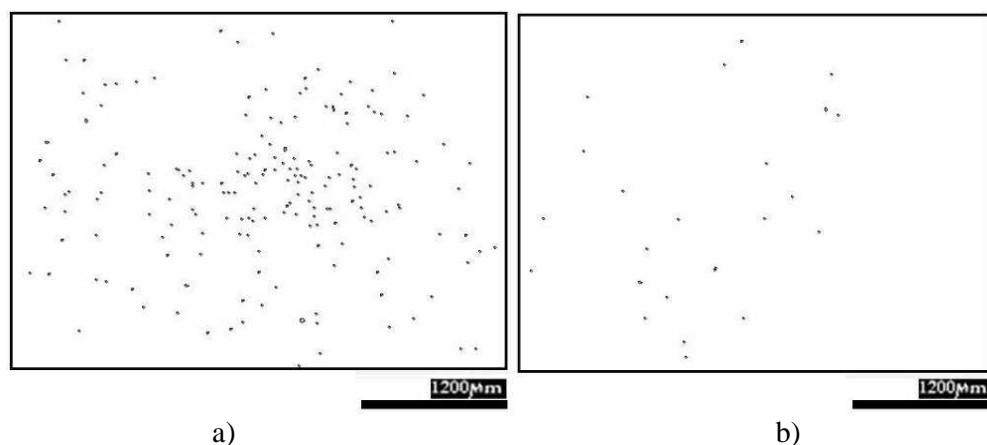
aptinkami lazerio pažeidimai, defektų analizė nebuvo atliekama. Panašūs rezultatai gauti ir kitame tirtame KDP kristale. Greito auginimo kristalai buvo pateikti CEA/CESTA ir atitiko Megadžiauliniame lazeryje naudojamų kristalų kokybę.

4.3.3. Greito ir lėto auginimo KDP kristalų kokybinis palyginimas

Daugelyje mokslinių publikacijų iki šių dienų neprieinama prie vieningos išvados dėl KDP kristalų, išaugintų greito ir lėto auginimo technologijomis

sklaidos centrų tankio. Taikant įvairius tūrinių defektų tyrimo metodus, eksperimentiškai nustatyta, kad greito auginimo KDP kristaluose sklaidos centrų tankis yra didesnis nei lėto auginimo.

Greito ir lėto auginimo KDP kristalų sklaidos centrų pasiskirstymai 3 mm gylyje, naudojant 10 X didinimo objektyvą, pateikti 79 paveiksle. Tirtuose bandiniuose defektų tankis akivaizdžiai skiriasi.



79 pav. Greito (a) ir lėto (b) auginimo KDP kristalų sklaidos centrų palyginimas.

Apskaičiuoti sklaidos centrų matmenys ir pasiskirstymo tankis nurodyti 9 lentelėje.

9 lentelė. Lėto ir greito auginimo KDP kristalų sklaidos centrų palyginimas

| Objektyvo didinimas | 1 pikselio plotas | Vidutinis sklaidos centrų dydis | Defektų pasiskirstymas (tankis) |
|--------------------------------------|---------------------|---------------------------------|------------------------------------|
| <i>Lėto auginimo KDP kristalas</i> | | | |
| 10 X | 100 μm^2 | 190 μm^2 | $1,4 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ |
| <i>Greito auginimo KDP kristalas</i> | | | |
| 10 X | 100 μm^2 | 220 μm^2 | $1,05 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ |

Sklaidos centrų tankis tirtame lėto auginimo kristale yra $1,4 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$, tuo tarpu greito auginimo kristale jis yra 7,5 karto didesnis ir siekia $1,05 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$. Defektų matmenys ir lėto, ir greito auginimo kristaluose yra panašūs.

Pagrindiniai rezultatai ir išvados

1. Sklaidos matavimams naudojant impulsinius nanosekundinius lazerius, įmanoma efektyviai keisti spinduliuotės bangos ilgį 0,4–4,5 μm srityje. Matavimų tikslumas, nenaudojant fotonų skaičiavimo, siekė 0,01 %.
2. Optinės dangos, dengtos naudojant jonų asistavimą, sklaidos nuostoliai didėja 0,01 % vienai plėvelei. Tai lemia paviršiaus šiurkštumo didėjimas garinant optines dangas. Optinių plėvelių, gautų nenaudojant jonų asistavimo, sklaida yra didesnė ir, esant pakankamai dideliame plėvelių skaičiui, gali pasiekti 1 %.
3. Pavienių zolių-gelių skaidrinamųjų dangų, pagamintų įmerkimo būdu, kokybė yra gera ir jų įnešami sklaidos nuostoliai yra tos pačios eilės, kaip ir vakuuminiu garinimu su papildomu jonų asistavimu dengtų plėvelių sklaidos nuostoliai.
4. Optinių padėklų, padengtų skaidrinančia zolių-gelių danga, naudojant išsukimo metodą, sklaida yra 0,02–0,04 % eilės. Šiuo metodu gautos dangos sklaida didėja bandinio kraštuose.
5. 1,06 μm spinduliuotės sklaidos nuostoliai netiesiniuose LiInSe_2 ir LiInS_2 kristaluose yra daug didesni, palyginti su plačiai naudojamais dielektriniais veidrodžiais ir atitinkamai siekia 13,7 % ir 5 % 1 cm ilgyje. Spinduliuotės bangos ilgiui artėjant link 2 μm , sklaidos nuostoliai mažėja. Šių kristalų paviršiaus šiurkštumas yra ne didesnis kaip 30 nm, todėl paviršinės sklaidos įnašas yra kur kas mažesnis negu tūrinės.
6. Lazerinė sklaidos tomografija yra tinkama sklaidos centrų identifikavimui tokiuose netiesiniuose kristaluose kaip KDP ir leidžia nustatyti sklaidos centrus, kurių dydis yra nuo 20 iki 60 000 μm^2 , ir kurie paprastai inicijuoja lazeriu sukeltą pažeidimą.
7. Tirtų sklaidos centrų tankis lėto auginimo KDP kristalo yra 7,5 karto mažesnis negu greito auginimo KDP kristale.

Literatūra

1. Standardization, I.O.f., *International Standard ISO 13696, Optics and optical instruments - Test methods for radiation scattered by optical components*, . 2002: Geneva, Switzerland.
2. Lutter, A., K. Ferencz, *The light scattering of dielectric films*, Thin Solid Films. **57**(1), p. 185-189, (1979).
3. Schroder, S., T. Feigl, A. Duparre, A. Tunnermann, *EUV reflectance and scattering of Mo/Si multilayers on differently polished substrates*, Optics Express. **15**(21), p. 13997-14012, (2007).
4. Lindstrom, T., D. Ronnow, *Total integrated scattering from transparent substrates in the infrared region: validity of scalar theory*, Optical Engineering. **39**(2), p. 478-487, (2000).
5. Bennett, J.M., L. Mattson, *Introduction to Surface Roughness and Scattering*. (Optical Society of America, Washington, D.C., 1999).
6. Bennett, H.E., J. Porteous, *Relation Between Surface Roughness and Specular Reflectance at Normal Incidence*, J. Opt. Soc. Am. **51**p. 9-15, (1961).
7. Seib, M., H. Hofler, *Optical surface and morphology inspection techniques*, in *Optical sensors*, E. Wagner, Editor. 1992. p. 552 - 587.
8. Hummel, R.E., K.H. Guenther, *Handbook of Optical Properties: Thin Films for Optical Coatings, Volume 1*. (CRC Press, 1995).
9. Elson, J.M., J.P. Rahn, J.M. Bennett, *Relationship of the total integrated scattering from multilayer-coated optics to angle of incidence, polarization, correlation length, and roughness cross-correlation properties*, Appl. Opt. **22**(20), p. 3207-3219 (1983).

10. Duparre, A., *Scattering from Surfaces and thin Films*, in *Encyclopedia of modern optics*, R.D. Guenther, Editor. 2005, Elsevier Academic Press: Amsterdam. p. 314-321.
11. Stover, C., *Optical Scattering: Measurement and Analysis* Vol. PM24. (SPIE Press Monograph Bellingham, CA, 1995).
12. Babu Rao, C., R. Baldev, *Study of engineering surfaces using laser-scattering techniques*, *Sadhana*. **28**(3,4), p. 739–761, (2003).
13. Amra, C., *Light scattering from multilayer optics. I. Tools of investigation*, *J. Opt. Soc. Am. A.* . **11**(1), p. 197-210, (1994).
14. Amra, C., *Light scattering from multilayer optics. II. Application to experiment*, *J. Opt. Soc. Am. A.* **11**(1), p. 211-226, (1994).
15. Elson, J.M., J.P. Rahn, J.M. Bennett, *Light scattering from multilayer optics: comparison of theory and experiment*, *Appl. Opt.* **19**(5), p. 669-679 (1980).
16. Amra, C., *First-order vector theory of bulk scattering in optical multilayers*, *J. Opt. Soc. Am. A.* **10**(2), p. 365-374, (1993).
17. Giovannini, H., M. Saillard, A. Sentenac, *Numerical study of scattering from rough inhomogeneous films*, *J. Opt. Soc. Am. A.* **15**(5), p. 1182-1191, (1998).
18. Kassam, S., A. Duparre, K. Hehl, P. Bussemer, J. Neubert, *Light-Scattering from the Volume of Optical Thin-Films - Theory and Experiment*, *Applied Optics.* **31**(9), p. 1304-1313, (1992).
19. Sterligov, V.A., *Angle-resolved light scattering from semiconductors*, *Physica Status Solidi a-Applied Research.* **170**(2), p. 443-450, (1998).
20. Elson, J.M., J.M. Bennett, *Vector scattering theory*, *Opt. Eng.* **18**, p. 116-124, (1979).
21. Elson, J.M., *Theory of light scattering from a rough surface with an inhomogeneous dielectric permittivity*, *Physical Review B.* **30**(10), p. 5460, (1984).

22. Hurt, H.H., J.M. Bennett, *Relation between optical scattering, microstructure, and topography of thin silver films. 2: Microstructure*, Appl. Opt. **24**(16), p. 2712-2720, (1985).
23. Carniglia, C.K., J.P. Black, S.E. Watkins, B.J. Pond, *Direct Observation of Wave-Guided Scattered-Light in Multilayer Dielectric Thin-Films*, Applied Optics. **32**(28), p. 5504-5510, (1993).
24. Elson, J.M., *Infrared light scattering from surfaces covered with multiple dielectric overlays*, Appl. Opt. **16**(11), p. 2872-2881, (1977).
25. Mills, D.L., A.A. Maradudin, *Surface roughness and the optical properties of a semi-infinite material; the effect of a dielectric overlayer*, Physical Review B. **12**(8), p. 2943, (1975).
26. Carniglia, C.K., *Scalar scattering theory for multilayer optical coatings*, Opt. Eng. **18**, p. 104-115, (1979).
27. Amra, C., P. Roche, E. Pelletier, *Interface roughness cross-correlation laws deduced from scattering diagram measurements on optical multilayers: effect of the material grain size*, J. Opt. Soc. Am. B. **4**(7), p. 1087-1093, (1987).
28. Harvey, H.R., *Surface scatter phenomena: a linear, shiftinvariant process*, Proc. of SPIE. **1165**, p. 87-99, (1989).
29. Kadkhoda, M., A. Duparre, N. Reng, *Concepts for Standardisation of Total Scatter Measurements at 633 nm*, Proceedings of the 4th International Workshop of Laser Beam and Optics Characterization, p. 298-313, (1997).
30. Tay, C.J., S.H. Wang, C. Quan, B.L. Ng, K.C. Chan, *Surface roughness investigation of semi-conductor wafers*, Optics & Laser Technology. **36**(7), p. 535-539 (2004).
31. Tay, C.J., S.H. Wang, C. Quan, *Surface roughness investigation of semi-conductor wafers*, Optics & Laser Technology. **35**(p. 1-5, (2003).

32. Bousquet, P., F. Flory, P. Roche, *Scattering from multilayer thin films: theory and experiment*, Opt. Soc. Am. **71**(9), p. 1115-1123 (1981).
33. Duparre, A., R. Dohle, H. Muller, *Relation between Light-Scattering and Morphology of Columnar Structured Optical Thin-Films*, Journal of Modern Optics. **37**(8), p. 1383-1390, (1990).
34. Klinger, R.E., P. Swab, *Evolution of surface roughness and scatter in evaporated zirconia/silica multilayer coatings*, Proc. of SPIE. **678**, p. 41-50, (1986).
35. Roche, P., C. Amra, E. Pelletier, *Measurement of Scattering Distribution for Characterization of the Roughness of Coated or Uncoated Substrates*, Proc. of SPIE. **652**, p. 256-263, (1986).
36. Roche, P., E. Pelletier, *Characterizations of optical surfaces by measurement of scattering distribution*, Appl. Opt. **23**(20), p. 3561-3566, (1984).
37. Schroder, S., M. Kamprath, A. Duparre, A. Tunnermann, B. Kuhn, U. Klett, *Bulk scattering properties of synthetic fused silica at 193 nm*, Optics Express. **14**(22), p. 10537-10549, (2006).
38. Schoeder, J., R. Mohr, P.B. Macedo, C.J. Montrose, *Rayleigh and Brillouin Scattering in K₂O₂-SiO₂ Glasses*, Journal of the American Ceramic Society. **56**(10), p. 510-514, (1973).
39. Pinnow, D.A., T.C. Rich, J.F.W. Ostermayer, J.M. DiDomenico, *Fundamental optical attenuation limits in the liquid and glassy state with application to fiber optical waveguide materials*, Applied Physics Letters. **22**(10), p. 527-529, (1973).
40. Wang, S., Z.M. Gao, Y.J. Fu, X. Sun, J. Zhang, H. Zeng, Y.G. Li, *Scattering centers caused by adding metaphosphate into KDP crystals*, J. Crystal Growth. **223**(3), p. 415-419 (2001).

41. Pritula, I.M., M.I. Kolybayeva, V.I. Salo, V.M. Puzikov, *Defects of large-size KDP single crystals and their influence on degradation of the optical properties*, Optical Materials. **30**(1), p. 98-100, (2007).
42. Kissinger, G., J. Vanhellemont, G. Obermeier, J. Esfandyari, *Denuded zone formation by conventional and rapid thermal anneals*, Materials Science and Engineering B-Solid State Materials for Advanced Technology. **73**(1-3), p. 106-110, (2000).
43. Demos, S.G., M. Staggs, M.R. Kozlowski, *Investigation of processes leading to damage growth in optical materials for large-aperture lasers*, Applied Optics. **41**(18), p. 3628-3633, (2002).
44. Karpus, V., *Kristalinis būvis. Kietųjų kūnų fizika*. (Ciklonas, Vilnius, 2002).
45. Dixit, V.K., B.V. Rodrigues, H.L. Bhat, *Experimental setup for rapid crystallization using favoured chemical potential and hydrodynamic conditions*, Bulletin of Materials Science. **24**(5), p. 455-459, (2001).
46. Smith, D.J., J.F. Anzellotti, S. Papernov, Z.R. Chrzan, *High Laser-Induced-Damage Threshold Polarizer Coatings for 1054 nm*, Proc. of SPIE. **2966**, p. 250-250, (1997).
47. Xun, S., F. Youjun, G. Zhangshou, W. Shenglai, Z. Hong, L. Yiping, *Effects of impurities on growth habit of KDP crystal* Chinese Science Bulletin. **46**(13), p. 1142-1144, (2001).
48. Yokotani, A., T. Sasaki, K. Yoshida, *Improvement of the bulk laser damage threshold of potassium dihydrogen phosphate crystals by ultraviolet irradiation*, Applied Physics Letters. **48**(16), p. 1030-1037, (1986).
49. Singleton, M.F., J.F. Cooper, B.D. Andresen, F.P. Milanovich, *Laser-induced bulk damage in potassium dihydrogen phosphate crystal*, Applied Physics Letters. **52**(11), p. 857-859 (1988).

50. Yan, M.S., D.X. Wu, J.B. Zeng, *Growth of large cross section KDP-type crystals*, J. of Synthetic Crystals. **15**(1), p. 1-10, (1986).
51. Sun, X., X.G. Xu, Z.P. Wang, Q.T. Gu, S.L. Wang, Y.P. Li, C.S. Fang, Z.S. Gao, *Scatter centers in rapidly grown KDP crystals*, Crystal Research and Technology. **37**(11), p. 1208-1214, (2002).
52. Sun, X., X.G. Xu, Z.S. Gao, Y.J. Fu, S.L. Wang, H. Zeng, Y.P. Li, *The reason of causing of light scatter in pyrophosphate doped KDP crystal and its elimination*, Crystal Research and Technology. **36**(4-5), p. 465-470, (2001).
53. Sun, X., X.G. Xu, Y.J. Fu, S.L. Wang, H. Zeng, Y.P. Li, Z.S. Gao, *Effect of pyrophosphate ore the light scatter in KDP crystal*, Chinese Science Bulletin. **46**(5), p. 380-384, (2001).
54. Wang, H., *Measurement of optical waveguide scattering loss: an improved method by the use of a Coblentz mirror*, Appl. Opt. **33**(9), p. 1707-1714, (1994).
55. Kadkhoda, P., C. Amra, J.M. Bennett, *International Round-Robin Experiment on Optical Total Scattering at 633 nm According to ISO/DIS 13696*, Proc. of SPIE. **3739**, p. 548-556, (1999).
56. Kadkhoda, P., A. Muller, D. Ristau, A. Duparre, S. Gliech, H. Lauth, U. Schuhmann, N. Reng, M. Tilsch, R. Schuhmann, C. Amra, C. Deumie, C. Jolie, H. Kessler, T. Lindstrom, C.G. Ribbing, J.M. Bennett, *International round-robin experiment to test the International Organization for Standardization total-scattering draft standard*, Applied Optics. **39**(19), p. 3321-3332, (2000).
57. Bennett, H.E., *Scattering Characteristics of Optical Materials*, Optical Engineering. **17**(5), p. 480-488, (1978).
58. Fillard, J.P., P.C. Montgomery, P. Gall, M. Castagné, J. Bonnafé, *High resolution and sensitivity infrared tomography*, Journal of Crystal Growth. **103**(1-4), p. 109-115, (1990).

-
59. Ogawa, T., *A Comment on Defects in GaAs Crystals Observed by Infrared Light Scattering Tomography and IR Absorption Microscopy*, Japanese Journal of Applied Physics. **25**(Part 2, No. 11), p. L916, (1986).
 60. Sadamitsu, S., S. Umeno, Y. Koike, M. Hourai, S. Sumita, T. Shigematsu, *Dependence of the Grown-in Defect Distribution on Growth Rates in Czochralski Silicon*, Japanese Journal of Applied Physics. **32**(Part 1, No. 9A), p. 3675, (1993).
 61. Donecker, J., M. Naumann, M. Neubert, *Quantitative approaches in laser scattering tomography*, Materials Science and Engineering B-Solid State Materials for Advanced Technology. **80**(1-3), p. 210-214, (2001).
 62. Laczik, Z., G.R. Booker, *Computed light scattering cross sections of oxide particles in silicon*, Applied Physics Letters. **68**(23), p. 3239-3241 (1996).
 63. Furukawa, J., M. Kida, Y. Shimanuki, *Annealing Behavior of Light Scattering Tomography Defect in the Denuded Zone of Si Wafers*, Japanese Journal of Applied Physics. **38**(Part 1, No. 3A), p. 1295, (1999).
 64. Taijing, L., K. Toyoda, N. Nango, T. Ogawa, *Detection and characterization of microdefects and microprecipitates in Si wafers by Brewster angle illumination using an optical fiber system*, Journal of Crystal Growth. **114**(1-2), p. 64-70, (1991).
 65. Furukawa, J., H. Furuya, T. Shingyouji, *Detection of Bulk Microdefects underneath the Surface of Si Wafer Using Infrared Light Scattering Tomography*, Japanese Journal of Applied Physics. **32**(Part 1, No. 11A), p. 5178-5179, (1993).
 66. Beckmann, P., A. Spizzichino, *The Scattering of Electromagnetic Waves from Rough Surfaces* Oxford, 1963).

-
67. Detrio, J.A., S.M. Miner, *Standardized total integrated scatter measurements of optical surfaces*, Optical engineering. **24**(3), p. 419-422, (1985).
 68. Tajima, M., T. Iizuka, *Direct Observation of Dislocations in a LEC-GaP Crystal by Light Scattering Method*, Japanese Journal of Applied Physics. **15**(4), p. 651-654, (1976).
 69. Moriya, K., T. Ogawa, *Observation of Lattice Defects in GaAs and Heat-treated Si Crystals by Infrared Light Scattering Tomography*, Japanese Journal of Applied Physics. **22**(Part 2, No. 4), p. L207-L209, (1983).
 70. Watkins, S.E., J.P. Black, B.J. Pond, *Optical scatter characteristics of high-reflectance dielectric coatings and fused-silica substrates*, Appl. Opt. **32**(28), p. 5511-5518 (1993).
 71. Kylner, C., L. Mattsson, *Enhanced optical performance of aluminum films by copper inclusion*, Thin Solid Films. **348**(1-2), p. 222-226, (1999).
 72. Jakobs, S., A. Duparre, H. Truckenbrodt, *AFM and light scattering measurements of optical thin films for applications in the UV spectral region*, International Journal of Machine Tools & Manufacture. **38**(5-6), p. 733-739, (1998).
 73. Hultaker, A., N. Benkert, S. Gliech, *Characterizing CaF₂ for VUV optical components: roughness, surface scatter, and bulk scatter*, Proc. of SPIE. **4932**, p. 444-451, (2003).
 74. Schroder, S., S. Gliech, A. Duparre, *Measurement system to determine the total and angle-resolved light scattering of optical components in the deep-ultraviolet and vacuum-ultraviolet spectral regions*, Applied Optics. **44**(29), p. 6093-6107, (2005).

-
75. Kienzle, O., J. Staub, T. Tschudi, *Light-Scattering from Transparent Substrates - Theory and Experiment*, Physical Review B. **50**(3), p. 1848-1860, (1994).
 76. Duparre, A., I. Kozhevnikov, S. Gliech, J. Steinert, G. Notni, *Surface characterization of optical components for the DUV, VUV and EUV*, Microelectronic Engineering. **57-8**, p. 65-70, (2001).
 77. Hebb, J.P., K.F. Jensen, J. Thomas, *The effect of surface roughness on the radiative properties of patterned silicon wafers*, Ieee Transactions on Semiconductor Manufacturing. **11**(4), p. 607-614, (1998).
 78. Donecker, J., M. Naumann, *Laser scattering tomography for crystal characterization: Quantitative approaches*, Crystal Research and Technology. **37**(2-3), p. 147-157, (2002).
 79. Steinegger, T., M. Naumann, F. Kirscht, *Laser scattering tomography on magnetic CZ-Si for semiconductor process optimization*, Solid State Phenomena. **108-109**, p. 597-602, (2005).
 80. Naumann, M., P. Rudolph, M. Neubert, J. Donecker, *Dislocation studies in VCz GaAs by laser scattering tomography*, Journal of Crystal Growth. **231**(1), p. 22-30, (2001).
 81. Duarte, F.J., *Tunable Lasers Handbook*. (Academic Press, San Diego 1995).
 82. Byer, R.L., *Quasi-Phasematched Nonlinear Interactions and Devices*, Journal of Nonlinear Optical Physics & Materials **6**(4), p. 549 - 592 (1997).
 83. Byer, R.L., A. Piskarskas, *Optical Parametric Oscillation and Amplification - Introduction*, Journal of the Optical Society of America B-Optical Physics. **10**(9), p. 1656-1656, (1993).
 84. Bosenberg, W.R., R.C. Eckardt, *Optical Parametric Devices - Introduction*, Journal of the Optical Society of America B-Optical Physics. **12**(11), p. 2084-2084, (1995).

-
85. Myers, L.E., R.C. Eckardt, M.M. Fejer, R.L. Byer, W.R. Bosenberg, J.W. Pierce, *Quasi-Phase-Matched Optical Parametric Oscillators in Bulk Periodically Poled Linbo₃*, Journal of the Optical Society of America B-Optical Physics. **12**(11), p. 2102-2116, (1995).
86. Missey, M.J., V. Dominic, P.E. Powers, K.L. Schepler, *Periodically poled lithium niobate monolithic nanosecond optical parametric oscillators and generators*, Optics Letters. **24**(17), p. 1227-1229, (1999).
87. Myers, L.E., W.R. Bosenberg, *Periodically Poled Lithium Niobate and Quasi-Phase-Matched Optical Parametric Oscillators*, IEEE JOURNAL OF QUANTUM ELECTRONICS. **33**(10), p. 1663-1672, (1997).
88. Standardization, I.O.f., *International Standard ISO 11146: Lasers and laser-related equipment. Test methods for laser beam widths, divergence angles and beam propagation ratios*. 2001: Geneva, Switzerland.
89. Wright, D., P. Greve, J. Fleischer, L. Austin, *Laser-Beam Width, Divergence and Beam Propagation Factor - an International Standardization Approach*, Optical and Quantum Electronics. **24**(9), p. S993-S1000, (1992).
90. Koski, K., J. Hölsä, P. Juliet, *Properties of zirconium oxide thin films deposited by pulsed reactive magnetron sputtering*, Surface and Coatings Technology. **120-121**, p. 303-312, (1999).
91. Partlow, D.P., T.W. O'Keeffe, *Thirty-seven layer optical filter from polymerized solgel solutions*, Appl. Opt. **29**(10), p. 1526-1529, (1990).
92. Fahlman, B.D., *Materials Chemistry*. (Central Michigan University, MI, USA., 2007).

-
93. Brian L. Cushing, V.L.K., Charles J. O'Connor., *Recent Advances in the Liquid-Phase Syntheses of Inorganic Nanoparticles*, ChemInform. **35**(47)(2004).
94. Beganskiene, A., V. Sirutkaitis, M. Kurtinaitiene, R. Juskenas, A. Kareiva, *FTIR, TEM and NMR Investigations of Stöber Silica Nanoparticles* Materials Science. **10**(4), p. 287-290, (2004).
95. Nostell, P., A. Roos, B. Karlsson, *Optical and mechanical properties of sol-gel antireflective films for solar energy applications*, Thin Solid Films. **351**(1-2), p. 170-175, (1999).
96. Schmidt, H., M. Menning. Available from: <http://www.solgel.com/Tutorials/tutframe.htm>.
97. Chen, D., *Anti-reflection (AR) coatings made by sol-gel processes: A review.*, Solar Energy Materials and Solar Cells. **68**(3-4), p. 313-336, (2001).
98. Obradors, X., T. Puig, A. Pomar, F. Sandiumenge, S. Pinol, N. Mestres, O. Castano, M. Coll, A. Cavallaro, A. Palau, J. Gazquez, J.C. Gonzalez, J. Gutierrez, N. Roma, S. Ricart, J.M. Moreto, M.D. Rossell, G. van Tendeloo, *Chemical solution deposition: a path towards low cost coated conductors*, Superconductor Science & Technology. **17**(8), p. 1055-1064, (2004).
99. Iler, R.K., *The Chemistry of Silica: Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties and Biochemistry of Silica*. (Wiley-Interscience TX, USA 1979).
100. Brinker, C.J., G.W. Scherer, *The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. (Academic Press Boston, 1990).
101. Bergna, H.E., *Colloid Chemistry of Silica - an Overview*. (An American Chemical Society Publication, 1994).

102. Stöber, W., A. Fink, E. Bohn, *Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range*, Journal of Colloid and Interface Science. **26**(1), p. 62-69, (1968).
103. Walheim, S., E. Schaffer, J. Mlynek, U. Steiner, *Nanophase-separated polymer films as high-performance antireflection coatings*, Science. **283**(5401), p. 520-522, (1999).
104. McCarthy, O., E.M. Yeatman, *Control of Dopant Adsorption from Aqueous Solution into Nanoporous Sol-Gel Films* Journal of Sol-Gel Science and Technology. **13**(1-3), p. 579-584, (1998).
105. Gaydhankar, T.R., V. Samuel, R.K. Jha, R. Kumar, P.N. Joshi, *Room temperature synthesis of Si-MCM-41 using polymeric version of ethyl silicate as a source of silica*, Materials Research Bulletin. **42**(8), p. 1473-1484, (2007).
106. Singh, C.D., M. Ogita, *Particle size effect on porous Sol-Gel doped cladding U-shaped optical fiber critical micelle concentration (CMC) sensor*, Applied Physics B-Lasers and Optics. **79**(3), p. 389-391, (2004).
107. Vollet, D.R., L.M. Nunes, D.A. Donatti, A.I. Ruiz, H. Maceti, *Structural characteristics of silica sonogels prepared with different proportions of TEOS and TMOS*, Journal of Non-Crystalline Solids. **354**(14), p. 1467-1474, (2008).
108. Vossen, D.L.J., M.J.A. de Dood, T. van Dillen, T. Zijlstra, E. van der Drift, A. Polman, A. van Blaaderen, *Novel method for solution growth of thin silica films from tetraethoxysilane*, Advanced Materials. **12**(19), p. 1434-1437, (2000).
109. Chou, K.S., C.C. Chen, *The critical conditions for secondary nucleation of silica colloids in a batch Stober growth process*, Ceramics International. **34**(7), p. 1623-1627, (2008).
110. Serkowski, K., *Methods of experimental physics. Astrophysics. Part A*. (Academic Press, New York:, 1974).

111. Boyd, G.D., H.M. Kasper, J.H. McFee, *Linear and nonlinear optical properties of LiInS₂*, J. Appl. Phys. **44**, p. 2809-2812, (1973).
112. Isaenko, L., I. Vasilyeva, A. Yelisseyev, S. Lobanov, V. Malakhov, L. Dovlitova, J.J. Zondy, I. Kavun, *Growth and characterization of LiInS₂ single crystals*, Journal of Crystal Growth. **218**(2-4), p. 313-322, (2000).
113. Isaenko, L., A. Yelisseyev, S. Lobanov, V. Petrov, F. Rotermund, J.J. Zondy, G.H.M. Knippels, *LiInS₂: A new nonlinear crystal for the mid-IR*, Materials Science in Semiconductor Processing. **4**(6), p. 665-668, (2001).
114. Chen, W.D., E. Pouillet, J. Burie, D. Boucher, M.W. Sigrist, J.J. Zondy, L. Isaenko, A. Yelisseyev, S. Lobanov, *Widely tunable continuous-wave mid-infrared radiation (5.5–11 μm) by difference-frequency generation in LiInS₂ crystal*, Applied Optics. **44**(19), p. 4123-4129, (2005).
115. Zondy, J.J., V. Vedenyapin, A. Yelisseyev, S. Lobanov, L. Isaenko, V. Petrov, *LiInSe₂ nanosecond optical parametric oscillator*, Optics Letters. **30**(18), p. 2460-2462, (2005).
116. Fossier, S., S. Salatin, J. Mangin, O. Bidault, I. Thénot, J.-J. Zondy, W. Chen, F. Rotermund, V. Petrov, P. Petrov, J. Henningsen, A. Yelisseyev, L. Isaenko, S. Lobanov, O. Balachninaite, G. Slekys, V. Sirutkaitis, *Optical, vibrational, thermal, electrical, damage, and phase-matching properties of lithium thioindate*, J. Opt. Soc. Am. B. **21**(11), p. 1981-2007, (2004).
117. Isaenko, L., A. Yelisseyev, S. Lobanov, A. Titov, V. Petrov, J.-J. Zondy, P. Krinitsin, A. Merkulov, V. Vedenyapin, J. Smirnova, *Growth and properties of LiGaX₂(X = S, Se, Te) single crystals for nonlinear optical applications in the mid-IR*, Crystal Research and Technology. **38**(3-5), p. 379-387, (2003).
118. Isaenko, L., A. Yelisseyev, S. Lobanov, V. Petrov, F. Rotermund, G. Slekys, J.J. Zondy, *LiInSe₂: A biaxial ternary chalcogenide crystal for*

- nonlinear optical applications in the midinfrared*, Journal of Applied Physics. **91**(12), p. 9475-9480, (2002).
119. Andreev, Y.M., V.V. Badikov, P.P. Geiko, S.G. Grechin, V.V. Efimenko, T.D. Efimenko, V.L. Panyutin, A.A. Tikhomirov, A.V. Shaiduko, *Second harmonic generation of TEA CO₂ laser radiation in LiInSe₂*, Atmos. Oceanic Opt. **17**(02-03), p. 115-120, (2004).
120. Rotermund, F., V. Petrov, F. Noack, L. Isaenko, A. Yelisseyev, S. Lobanov, *Optical parametric generation of femtosecond pulses up to 9 μm with LiInS₂ pumped at 800 nm*, Applied Physics Letters. **78**(18), p. 2623-2625, (2001).
121. Knippels, G.M.H., A.F.G. van der Meer, A.M. MacLeod, A. Yelisseyev, L. Isaenko, S. Lobanov, I. Thenot, J.J. Zondy, *Mid-infrared (2.75–6.0 μm) second-harmonic generation in LiInS₂*, Optics Letters. **26**(9), p. 617-619, (2001).
122. Yelisseyev, A.P., V.A. Drebuschak, A.S. Titov, L.I. Isaenko, S.I. Lobanov, K.M. Lyapunov, V.A. Gruzdev, S.G. Komarov, V. Petrov, J.J. Zondy, *Thermal properties of the midinfrared nonlinear crystal LiInSe₂*, Journal of Applied Physics. **96**(7), p. 3659-3665, (2004).
123. Guohui, L., H. Youping, S. Genbo, L. Zhengdong, Z. Xinxin, M. Jinbo, H. Xiangjin, *Study on rapid growth of KH₂PO₄ and its characterization*, Cryst. Res. Technol. **40**(3), p. 217-221, (2005).
124. Zaitseva, N., L. Carman, *Rapid growth of KDP-type crystals*, Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials. **43**(1), p. 1-118, (2001).
125. Loiacono, G.M., J.J. Zola, G. Kostecky, *The taper effect in KH₂PO₄ type crystals*, Journal of Crystal Growth. **58**(3), p. 495-499, (1982).
126. Zaitseva, N.P., L.N. Rashkovich, S.V. Bogatyreva, *Stability of KH₂PO₄ and K(H,D)₂PO₄ solutions at fast crystal growth rates*, Journal of Crystal Growth. **148**(3), p. 276-282, (1995).

127. Wang, S.L., Z.S. Gao, Y.J. Fu, A.D. Duan, X. Sun, C.S. Fang, X.Q. Wang, *Study on rapid growth of highly-deuterated DKDP crystals*, Crystal Research and Technology. **38**(11), p. 941-945, (2003).
128. Zaitseva, N., J. Atherton, R. Rozsa, L. Carman, I. Smolsky, M. Runkel, R. Ryon, L. James, *Design and benefits of continuous filtration in rapid growth of large KDP and DKDP crystals*, Journal of Crystal Growth. **197**(4), p. 911-920, (1999).
129. Montgomery, K.E., F.P. Milanovich, *High-Laser-Damage-Threshold Potassium Dihydrogen Phosphate Crystals*, Journal of Applied Physics. **68**(8), p. 3979-3982, (1990).
130. Runkel, M.J., M. Yan, J.J. DeYoreo, N.P. Zaitseva. *Effect of impurities and stress on the damage distributions of rapidly grown KDP crystals*. in *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1997*. 1998. Boulder, CO, USA: SPIE.
131. Wang, K.P., C.S. Fang, J.X. Zhang, X. Sun, S.L. Wang, Q.T. Gu, X.A. Zhao, B. Wang, *Laser-induced damage mechanisms and improvement of optical qualities of bulk potassium dihydrogen phosphate crystals*, Journal of Crystal Growth. **287**(2), p. 478-482, (2006).

Padėka

Ypatingai norėčiau padėkoti savo darbo vadovui profesoriui *Valdui Sirutkaičiui* už jo idėjas, vertingus patarimus lazerių fizikos klausimais, pastabas, skirta laiką bei vadovavimą, o taip pat už suteikta galimybę dirbti jo grupėje.

Taip pat norėčiau padėkoti mano bendradarbiams iš Vilniaus universiteto lazerinių tyrimų centro:

Onai Balachninaitei, Taduui Balčiūnui, Martynui Barkauskui, Eugenijui Gaižauskui, Rimantui Grigoniiui, Viačeslavui Kudriašovui, Andriui Melninkaičiui, Šarūnui Jablonskui, Ritai Gudaitienei, Juozui Krupauskui ir Virgilijui Vaičiaiui.

Esu dėkingas publikacijų bendraautoriams:

Giedriui Abromavičiui, Aldonai Beganskienei, Ryčiui Buzeliui, Ramučiiui Drazdžiui, Kęstutučiui Juškevičiui, Aivarui Kareivai, Dariui Mikšiui, Laurynai Petravičiūtei, Tomui Rakickui.

Dėkoju studentams, atlikusiems kai kuriuos matavimus, kuriant atskiras visuminės sklaidos matavimų sistemos dalis:

Allai Atamalian, Aurimui Valantinui, Raimondai Žilinskaitei

Noriu pareikšti padėka Kvantinės elektronikos katedros vedėjui profesoriui. *Algiui Petruui Piskarskui*, profesoriui *Algirdui Stabiniui* bei kitiems katedros dėstytojams už puikią lazerių fizikos mokyklą.

Taip pat esu dėkingas *Živilei, Augustui* ir kitiems mano šeimos nariams už palaikymą mano studijų metais.