

Vilniaus universiteto  
Fizikos fakulteto  
Lazerinių tyrimų centras

Karolis Galvanauskas

**AUKŠTO PRAL AidUMO 3D MIKROOPTINIAI KOMPONENTAI,  
PAGAMINTI APJUNGIANT DAUGIAFOTONINĖS  
LITOGRAFIJOS, KALCINACIJOS IR ATOMINIŲ SLUOKSNIŲ  
NUSODINIMO TECHNIKAS**

Magistrantūros studijų baigiamasis darbas

Lazerinės technologijos  
studijų programa

Leista ginti

2023-05-26

Studentas

Karolis Galvanauskas

Vadovas

prof. M. Malinauskas

Konsultantas

dr. D. Gailevičius

Recenzentas

dr. M. Gedvilas

Centro direktorius

dr. D. Kaškelytė

# **TURINYS**

ĮVADAS .....	4
1 Literatūros apžvalga .....	6
1.1 Mikrooptiniai komponentai rinkoje.....	6
1.2 Daugiafotonės polimerizacijos ir litografijos principai .....	7
1.3 3D mikrooptikos adityvi gamyba .....	9
1.4 DFL naudojamos medžiagos .....	10
1.7 DFL polimerizuotų darinių kalcinacija.....	13
1.5 Dangos ant mikrooptinių komponentų .....	13
1.6 Atominių sluoksnių nusodinimo principai .....	14
2 Tyrimo metodas.....	16
2.1 Kompiuterinis modeliavimas.....	16
2.2 Gamybos ciklas .....	17
2.3 Charakterizavimas .....	20
2.3.1 Įvertinimas optiniu ir skenuojamų elektronų mikroskopais .....	20
2.3.2 Topologijos tyrimas.....	23
2.3.3 Plokščio paviršiaus darinių pralaidumo tyrimas.....	23
2.4 AR dangos dengimas ALD.....	25
2.5 SZ2080™ sudėtinų darinių kalcinavimas.....	26
3 Rezultatai .....	28
3.1 AR dangos suderinamumo su SZ2080™ tyrimas .....	28
3.2 Sferinių ir asferinių lęšių palyginimas.....	29
3.3 Storos dangos įtaka SZ2080™ .....	31
3.4 Plokščių darinių pralaidumo matavimas.....	33
3.5 Singletų pralaidumo bei atvaizdavimo kokybės palyginimas prieš ir po dengimo AR danga	35
3.6 Tripletų pralaidumo bei atvaizdavimo kokybės palyginimas prieš ir po dengimo AR danga	36
3.7 Kalcinuotų tripletų palyginimas prieš ir po dengimo AR danga .....	40
4 Aptarimas .....	45
5 Išvados.....	47
LITERATŪROS SĄRAŠAS.....	48
Padėka.....	52
Priedai.....	53
1 priedas. Femtika Nanofactory detali schema.....	53
2 priedas. Įvairių objektų atvaizdai stebinti optiniu mikroskopu. ....	54
3 priedas. Alternatyvus tripleto modelis.....	55

4 priedas. Tripletų gamybos bei optiniai defektai. ....	56
5 priedas. Nekeistas AR dengto ir nedengto kalcinuoto tripleto kuriamas atvaizdas.....	58
Summary.....	59

## ***IVADAS***

Mikrooptika – labai svarbi ir itin sparčiai tobulėjanti technologijų sritis. Mikrooptiniai komponentai plačiai naudojami komunikacijoje, jutiklių matricose, smulkiuose optinėse bei lazerinėse sistemose[1-4]. Šios technologijos plėtra leistų gaminti didelio informacijos tankio šviesolaidžius, tikslus mikrolazerius, integruotas elektrooptines sistemas bei kitus šiuo metu rinkoje paklausius įrenginius. Tolesnė miniatiūrizacija ir sudėtingų daugiakomponenčių elementų kūrimas atvertų platesnes perspektyvas mikrooptikoje.

Šiuo metu rinkoje naudojami mikrooptikos gamybos metodai yra sunkiai pritaikomi kuriant sudėtingus darinius ir unikalius prototipus [1, 4]. Todėl vystomi nauji metodai, tokie kaip adityvi gamyba, taip pat vadinama 3D spausdinimu, yra vienas praktiškiausių metodų gaminant laisvos formos darinius [5-6]. Daugiafotoninė litografija [15, 16] – tiksliausias adityvios gamybos metodas, pasižymintis mažesne nei 100 nm raiška. Ši technologija paremta laisvos formos darinių polimerizacija pirmtako (monomero) tūryje. Tam būtina stipriai fokusuota didelio pasikartojimo dažnio impulsinio lazerio spinduliuotė ir itin tikslios skenavimo sistemos leidžia gaminti funkcionalius sudėtinius 10 μm eilės mikrooptinius darinius iš plataus spektro medžiagų. Viena perspektyviausių – SZ2080™ – itin atspari intensyviai spinduliuotei, turi platų pralaidumo spektrą, mažą sugertį ir gali būti kalcinuota aukštoje temperatūroje į neorganinį silicio-cirkonio stiklą [16, 22-25].

Optinės dangos – bene plačiausiai naudojamas optinių elementų funkcionalizavimo metodas, leidžiantis valdyti atspindį ir sugertį pasirinktame spektro diapazone. Dangos pasižymi dideliu potencialu gerinti efektyvumą, tikslumą bei specializaciją įvairiose optinėse sistemose. Nepaisant to, kad funkcinės dangos neatsiejamos nuo klasikinės optikos, jų suderinamumas ir pritaikomumas kompleksinėje mikrooptikoje – kol kas mažai tirta sritis.

Šio darbo tikslas – **ištirti AR dangos suderinamumą su polimeriniais ir stikliškais mikrooptiniais komponentais iš SZ2080™, pagamintais daugiafotoninės litografijos ir kalcinacijos metodais.**

Darbo uždaviniai:

- I) Sumodeliuoti ir pagaminti daugiafotoninės litografijos metodu polimerinius sudėtingos geometrijos modelinius ruošinius (mikrolęšius, daugiakomponentes platformas bei tripletinius objektyvus) atominių sluoksnių nusodinimo metodo testavimui mikroskalėje.
- II) Naudojant kalcinaciją apdoroti polimerinius darinius į silicio-zirkonio stiklą.
- III) Padengti polimerinius ir stikliškus mikrooptinius elementus antirefleksine danga atominių sluoksniu nusodinimo metodu.
- IV) Atlikti kokybinę ir kiekybinę 10  $\mu\text{m}$  eilės mikrodarinių optinių savybių charakterizaciją prieš ir po dengimo skaidrinančia danga.

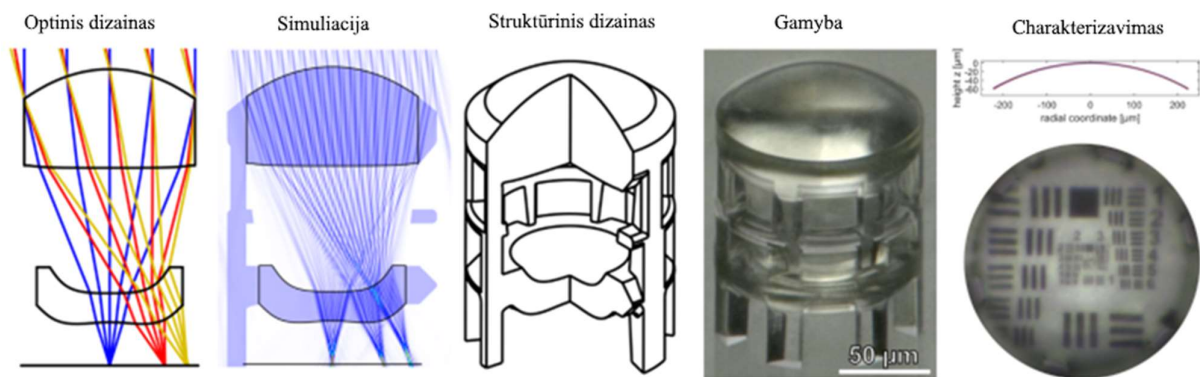
# 1 Literatūros apžvalga

## 1.1 Mikrooptiniai komponentai rinkoje

Mikrooptikos sritis apima įvairius optinius komponentus, kurių dydis siekia nuo kelių milimetrų iki mikrometro dalių. Mikrooptika naudojama modernių integruotų optoelektroninių sistemų gamyboje, lazerinėms sistemoms, komunikacijoms, duomenų įrašymui, jutikliams, biomedicinai bei kitoms sparčiai tobulėjančioms komercinėms bei mokslinėms rinkoms [1, 2]. Naudojant šiuolaikines technologijas, masiškai gaminami lęšiai, veidrodžiai, prizmės, difrakcinės bei kitos sistemos, jų kompleksinis integravimas ženkliai padidina įrenginio efektyvumą ir sumažina dydį ir kainą. Pavyzdžiui, mikrolęšių masyvai puikiai tinka VCSEL (*Vertical-cavity surface-emitting laser*, vertikalios ertmės paviršiumi spinduliuojantis lazeris) pluošto formavimui ir jų integravimas tiesiai ant matricos substrato pagerintų sistemos tikslumą ir serijinės gamybos efektyvumą [3].

Komercinėje rinkoje naudojami keli mikrooptikos gamybos metodai. Santykinai dideli ir nesudėtingi optiniai komponentai gali būti pagaminti „klasikiniu“ būdu – pjaustant ir poliruojant. Įvairūs optoelektroniniai komponentai integruojami puslaidininkių mikroschemose [1, 4], paprastai naudojamose duomenų perdavimui ir jutikliuose. Mikrolęšiai neretai gaminami fotojautrios medžiagos perlydimo metodu (*photoresist reflow*) – dešimčių mikronų storio sluoksniai pakaitinami iki lydymosi ir dėl skysčio paviršiaus įtempies sudaro sferines struktūras, veikiančias kaip lęšiai. Paviršinių objektų (pvz. gardelių) formavimui naudojama foto, elektronų arba minkštoji litografija. Mikrodarinių replikacija yra kitas santykinai efektyvus metodas, taikomas serijinėje gamyboje [4].

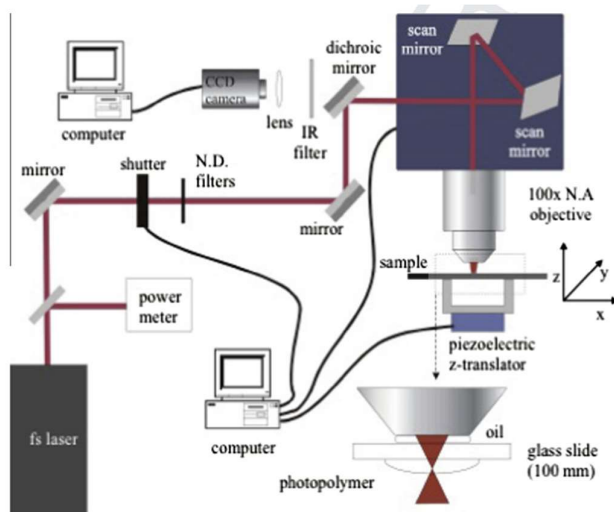
Minėti gamybos būdai nėra optimalūs sudėtingų laisvos formos mikrometrų eilės elementų greitam prototipavimui dėl ribotos formos, greičio arba didelės kainos [5]. Šiam tikslui tinka 3D spausdinimas [6], jo proceso principiniai žingsniai (optinis dizainas, simuliacija, struktūrinis dizainas, spausdinimas ir charakterizavimas) taip pat pateikiami 1 paveiksle.



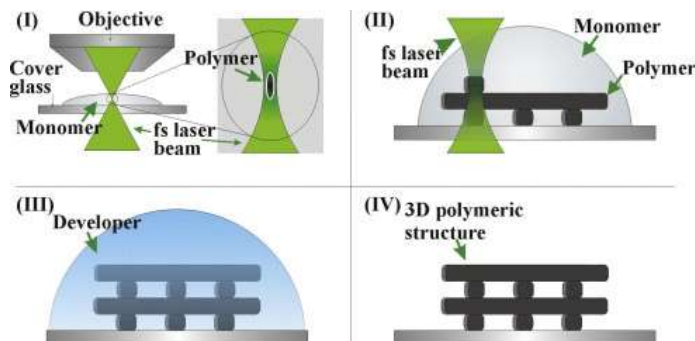
1 pav. Optikos 3D spausdinimo žingsniai [26]. Procesas susideda iš kompiuterinio modeliavimo – optinio dizaino, simuliacijos bei struktūrinio dizaino, gamybos (šiuo atveju – DFL metodu) bei optinio charakterizavimo.

## 1.2 Daugiafotonės polimerizacijos ir litografijos principai

Tiesioginis lazerinis rašymas, arba daugiafotonė litografija (DFL), yra vienas tiksliausių 3D spausdinimo metodų. DFL paremta netiesinės polimerizacijos lango modeliu. Proceso metu į fotojautrią dervą (pvz. SU-8 arba SZ2080; derva privalo būti stipriai pralaidi naudojamam lazerio bangos ilgiui ir gerai sugerti jo antrą harmoniką) aštriai ( $NA > 0,5$ ) fokusuojama lazerio šviesa, kurios vieno fotono energija yra žemiau polimerizacijos slenksčio. Fokuso taške dėl trečios eilės netiesinių procesų ir didelio fotonų tankio vyksta daugiafotonė sugertis, kurią seka polimerizacija ir vokselio sukūrimas [12]. Nepasiekus gamybinio lango darinio polimerizacijos laipsnis bus nepakankamas vientisumui išlaikyti; viršijus – pasireikš terminė pažaida ir mikrosprogimai. Baigus polimerizavimą darinys ryškinamas organiniame tirpiklyje. Pilnas DFL principinis procesas pateikiamas 2-3 paveiksluose.

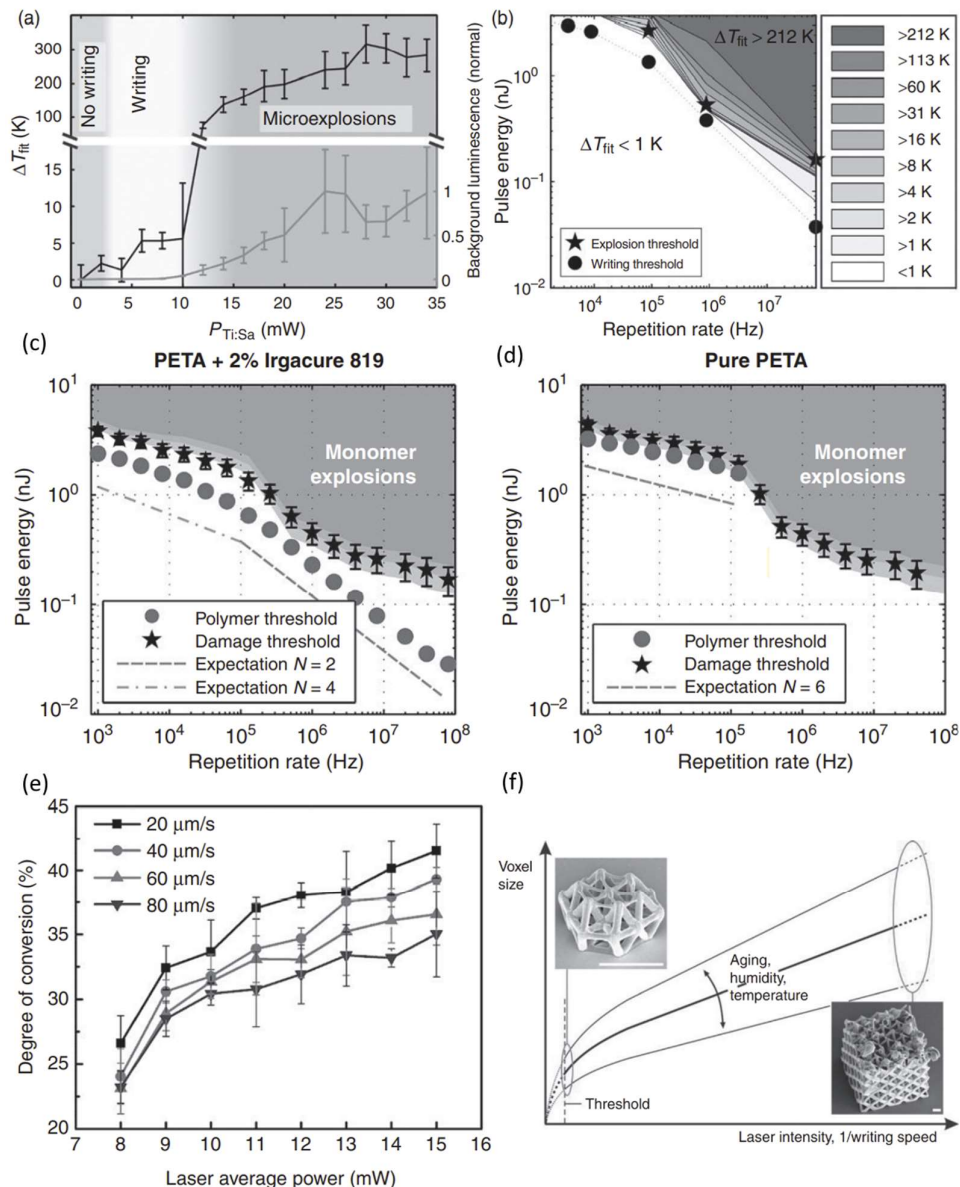


2 pav. Tipinė DFL įrenginio schema su lazeriu, pluošto valdymo optika, galvanometru bei spausdinio paslinkimo ir stebėjimo sistemomis. Femtosekundinio lazerio spinduliuotė skenuojama polimero, uždėto ant stikliuko, laše, pasitelkiant galvoskenėrį, transliacinį staliuką ir sklendę.



3 pav. DFL procesas: pluošto fokusavimas objektyvu (I); rašymas (polimerizavimas) lazeriu (II); ryškinimas organiniame tirpiklyje (III); gautas darinys (IV) [15].

Medžiagos polimerizacijos langą ir laipsnį lemia lazerio galia, impulso trukmė bei dažnis ir skenavimo greitis. Lazerio galia, temperatūra bei gamybos sąlygos taip pat apsprendžia vokselio dydį naudojamoje deroje. Vokselio forma priklauso nuo fokusavimo aštrumo (aukštis) ir poliarizacijos (plotis)[40]. Tipinės priklausomybės pateikiamos 4 paveiksle. Fotoiniatoriaus (FI) naudojimas, nors platina gamybos langą bei gerina struktūrinį stiprumą, nėra suderinamas su mikrooptika dėl padidintos sugerties ir atsiradusios fluorescencijos, be to, didelė dalis komercinių FI yra citotoksiški [40]. FI taip pat mažina spausdinimo raišką.



**4 pav.** Pagrindiniai DFL gamybos veiksniai: a) polimero kaitimas ir darbinė zona naudojant skirtingą gamybos galią; b) polimerizacijos ir pažeidimo slenksčio priklausomybė nuo lazerio impulsų dažnio; polimerizacijos ir pažeidimo slenksčiai PETA su FI (c) ir be (d); e) polimero konversijos laipsnio priklausomybė nuo galios skirtingais skenavimo greičiais; f) vokselio dydį lemiantys veiksniai – šviesos intensyvumas, senumas, drėgmė, temperatūra [16].

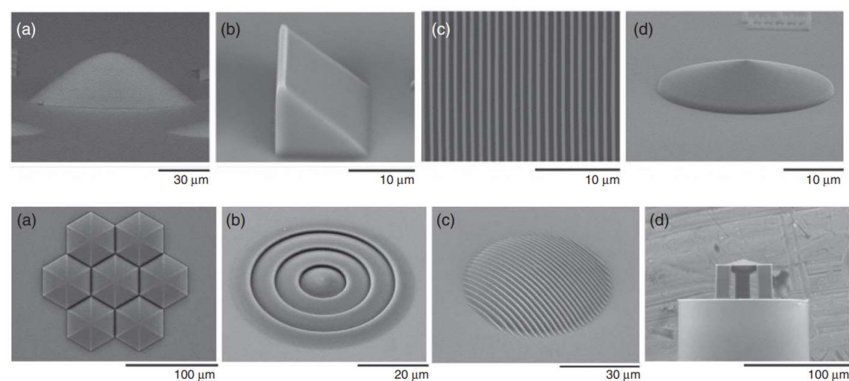


Daugiafotonė radikalinė polimerizacija prasideda fotoiniciatoriui (FI) arba monomerui skilus į radikalus ir terminuojama jiems susijungus arba pasiekus gesinančią molekulę. Fotopolimerizacijos procesas trunka žymiai ilgiau nei lazerio impulsas, bet polimero sutankėjimas ir gesinimas retai leidžia pasiekti 100% konversiją – šie veiksniai lemia savąjį dervos vokselio dydį. Verta paminėti, jog tolesnis terminis apdirbimas leidžia paversti polimerus į stiklo keramiką [13].

Bendrą DFL tikslumą apsprendžia naudojama derva, optinė sistema bei lazerio darbo režimas. Šiuolaikiniai komerciniai sprendimai leidžia pasiekti mažesnę nei 100nm raišką [14]. Šioje srityje išsiskiria ir Lietuva – *Femtika* siūlo plataus naudojimo *Laser NanoFactory* [41] įrenginį, nenusileidžiantį vokiškiems analogams bei itin lanksčią gamybos valdymo programinę įrangą *3DPoli*.

### 1.3 3D mikrooptikos adityvi gamyba

3D spausdinimas yra viena tiksliausių technologijų, tinkamų mikrooptikos gamybai bei vienintelė praktiška dešimčių mikronų skalės elementų prototipavimui [6, 16]. Didelės raiškos polimerinių ir neorganinių mikrooptinių komponentų spausdinimui paprastai naudojami SLA bei DFL metodai [6]. Lyginant su DFL, SLA technologija žymiai paprastesnė ir pigesnė, bet jau minėta, jog raiška gali skirtis keliomis eilėmis, be to, norint pasiekti norimą optinių elementų paviršiaus lygumą reikalingas papildomas apdirbimas [17]. Dėl šių priežasčių DFL yra pati tinkamiausia mikrooptikos spausdinimo technologija, leidžianti aukšta raiška ir gera paviršiaus kokybe atspausdinti daugelį optinių elementų, įskaitant laužiamuosius, GRIN (*GRadient INDEX*, kintamas lūžio rodiklis) [16], asferinius ir Frenelio lęšius [19], bangolaidžius [18], bei jų kompleksinius darinius [20]. Atspausdintų elementų pavyzdžiai pateikiami 5 paveiksle. DFL yra vienintelis metodas, leidžiantis be papildomų žingsnių gaminti laisvos formos daugiakomponentes optines sistemas.



**5 pav.** Viršuje: DFL pagaminti įprasti mikrooptiniai komponentai – asferinis lęšis (a); prizmė (b), difrakcinė gardelė (c), aksikonas (d). Apačioje: kombinuoti komponentai – mikrolęšių matrica (a); aksikoninis Frenelio lęšis (b); asferinis lęšis su gardele (c); aksikonas kombinuotas su asferiniu lęšiu ant šviesolaidžio (d) [16].

## 1.4 DFL naudojamos medžiagos

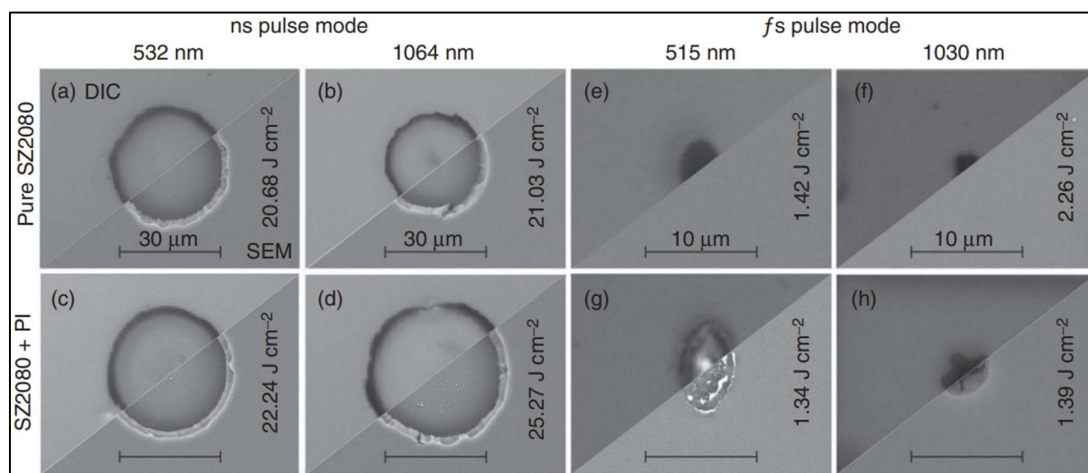
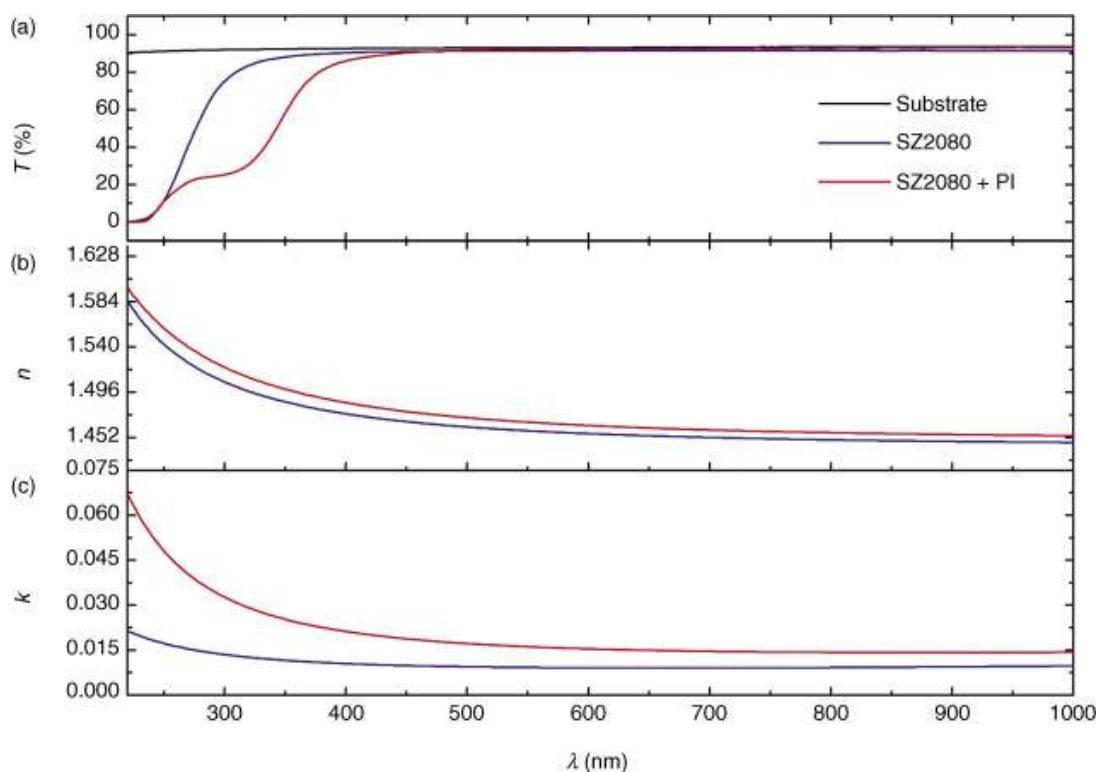
MPL procesui paprastai tinka „klasikinės“ fotolitografijos dervos, neretai sudėtyje turinčios FI bei inhibitorių. FI parenkama atsižvelgiant į naudojamą šviesos bangos ilgį. Dervos skirstomos pagal reakciją į šviesą (neigiamos ir teigiamos) polimerizacijos tipą (radikalinė, fotorūgštis) bei gamybos žingsnių seką, papildomus paruošiamuosius ir baigiamuosius procesus. Dažniausiai naudojami dervų tipai:

- Akrilatai – pasižymi žemesniu polimerizacijos slenksčiu, greitesnėmis reakcijomis ir elastiškais, bet silpnesniais dariniais.
- Metakrilatai – tvirtesni dariniai, didesnė stiklėjimo temperatūra, santykinai mažesnis pailgėjimas bei silpnesnė deguonies gesinimo įtaka. Priklauso plačiai naudojamas PMMA.
- Hibridinės dervos (SZ2080, OrmoComp).
- Kationiniai monomerai – epoksidai. Pavyzdys – „klasikinis“ SU-8 – negatyvus fotorūgštinis oligomeras. Pasižymi cheminiu atsparumu. Galimas raiškos mažėjimas dėl rūgšties naudojimo.
- Hidrogeliai, termopolimerai (PDMS).

Verta paminėti, jog dažniausiai naudojamos „klasikinės“ vieno fotono UV polimerizuojančios medžiagos, pavyzdžiui SU-8, ženkliai mažiau patvarios negu nauji hibridiniai polimerai [21]. Mikrooptikos gamybai itin perspektyvūs radikalinės polimerizacijos negatyvūs hibridiniai metakrilatai dėl didelio atsparumo lazerio spinduliuotei, gero pralaidumo ir santykinai paprasto gamybos metodo.

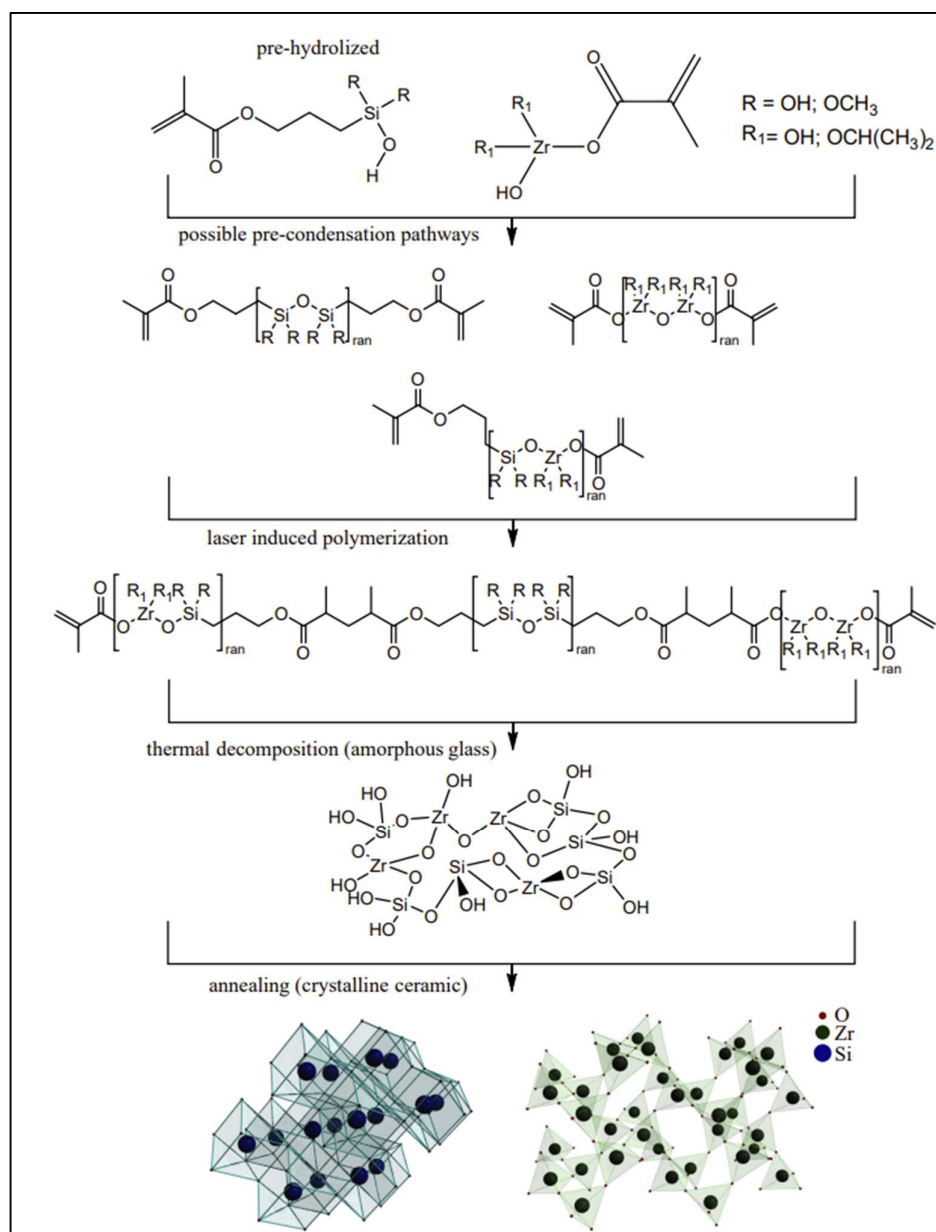
### **SZ2080™**

Organiškai modifikuotų silikatų (ORMOSIL) klasės negatyvi fotojautri derva - oligomeras SZ2080™ yra sukurtas DFL taikymams ir pasižymi išskirtinėmis charakteristikomis [16] – itin mažu susitraukimu spausdinant [22], geromis mechaninėmis savybėmis [23] bei biologiniu tinkamumu [24]. SZ2080™ yra hibridinis polimeras, kurio 20% sudaro cirkonis, 80% - MAPTMS ir MMA, pasižymintis fotopolimerizuojamomis metakrilatinėmis funkcinėmis grupėmis. Šiai dervai nėra būtinas FI.



**6 pav.** Viršuje: gryno ir fotojautrinto SZ2080<sup>TM</sup> polimerio pralaidumo ( $T$ ), lūžio rodiklio ( $n$ ) ir sugerties ( $k$ ) spektrai. Apačioje: SZ2080<sup>TM</sup> ir SZ2080<sup>TM</sup> + FJ LIDT tyrimas. Pateikiamas žalos slenkstis ir pažaidos dydis [16]. Pateikiamas vaizdas, registruotas diferencinio interferencinio kontrasto (DIC) ir skenujamų elektronų mikroskopais.

Sugerties, lūžio rodiklio ir LIDT (*Laser Induced Damage Treshold*, lazerinės žalos slenkstis) tyrimai (pateikti 6 paveiksle) taip pat parodė, jog SZ2080<sup>TM</sup> puikiai tinka optiniams elementams mažos ir didelės galios sistemose regimajame ir NIR diapazone [16, 21]. Taip pat įrodyta, jog grynos SZ2080<sup>TM</sup> (be fotojautrinamųjų priemaišų) naudojimas ženkliai padidina žalos slenkstį ir pakeičia žalos mechanizmą iš fotocheminės į perlydimą.



7 pav. Neorganinių polikristalinių darinių spausdinimas DFL. Pateikiama SZ2080<sup>TM</sup> monomero (be FI) polimerizacijos cheminė diagrama (I-II), polimero struktūra (III). Atlikus pirolizę organinės grupės pašalinamos ir gaunamas Si-Zr-O polikristalas (IV) su kristaline struktūra (V) [25].

Kadangi DFL optikos spausdinimas yra santykinai nauja mokslo sritis, tolesni pasiekimai reikalingi vertinant naujų medžiagų tinkamumą ir pritaikymo diapazoną [16]. SZ2080<sup>TM</sup> yra tik vienas iš didelės perspektyvių ORMOSIL junginių grupės. Šių junginių DFL polimerizacijos dinamikos tyrimai atvertę kelią pilnai komercializacijai ir specializuotų spausdinimo metodų taikymui. Skirtingų pirolizės būdų ir hibridinių polimerų kombinavimas taip pat leistų efektyviau ir tiksliau spausdinti objektus su neorganine ar dalinai organine kristaline struktūra [25].

## 1.7 DFL polimerizuotų darinių kalcinacija

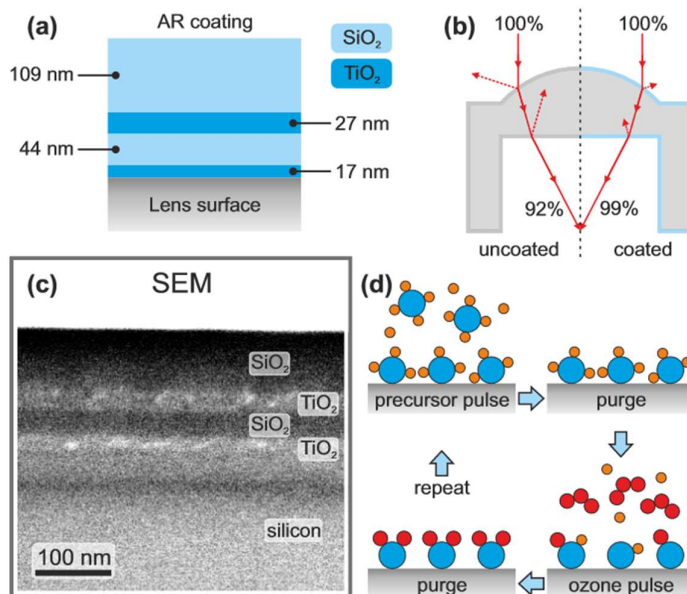
Hibridiniai polimerai, kaip SZ2080, pasižymi išskirtine savybe – galimybe kalcinuoti (atkaitinti) aukštoje temperatūroje į neorganinius junginius. Atspausdintų elementų atkaitinimas oro atmosferoje didesnėje nei 1200°C temperatūroje pašalina organines grupes ir palaipsniui konvertuoja hibridinį polimerą į silicio-cirkonio stiklą, be to matomas itin didelis ~50% izotropinis susitraukimas leidžia pasiekti nanoskalės raišką [25]. Šios savybės pritaikomos gaminant laisvos formos neorganinę mikrooptiką [45]. Kalcinuoti dariniai pasižymi aukštu LIDT [46], taipogi galima tikėtis gerų mechaninių savybių, bei modifikuotos cheminės struktūros – pavyzdžiui, silicio oksikarbido [47]. SZ2080™ polimerizacijos ir pirolizės reakcija pateikta 7 paveiksle.

## 1.5 Dangos ant mikrooptinių komponentų

Optinės dangos yra svarbus komponentas optinėse sistemose, leidžiantis valdyti paviršiaus atspindį ir pralaidumą skirtingiems bangoms ilgiams. Dangos paprastai skirstomos į antirefleksines (AR), atspindinčias (HR) bei filtruojančias (dichroines). Patys paprasčiausi atspindintys paviršiai gaminami metalizuojant aliuminiu, sidabru arba auksu – šiuo atveju atspindį nulemia metalo savybės. Sudėtingesnes dangas sudaro periodiškai (kas ketvirtį darbinio bangos ilgio) kintamo mažo (pvz. SiO<sub>2</sub>;  $n=1,5$ ) ir didelio (TiO<sub>2</sub>;  $n=2,4$ ) lūžio rodiklio sluoksniai. Tokia struktūra lemia konstruktyvią atsispindėjusios bangos interferenciją ir didesnę nei 99,9% atspindį. Norint sumažinti atspindį tarp dviejų terpių galima naudoti vienkomentę tarpinį lūžio rodiklį turinčią dangą ( $n=1,52$  stiklo/oro atveju dangos  $n\sim 1,23$ , ~4% atspindys sumažėja iki ~2%). Panašiai kaip ir HR atveju, destruktivi atsispindėjusios šviesos interferencija pasiekama naudojant ketvirčio bangos ilgio storio sluoksnį ir gali atspindį sumažinti žemiau 1%. Geresni rezultatai gaunami naudojant daugiasluoksnes dangas. Taipogi naudojant sudėtingas dichroines dangas įmanoma gaminti optinius filtrus skirtingiems bangoms ilgiams.

Komercinėje mikrooptikoje [31-34] dažnai naudojamo lydyto kvarco (*Fused Silica*; atspindys ~4% tiesiai krintančiai šviesai) bei akrilo (PMMA; R~8% VIS) atspindį įmanoma sumažinti iki <1%. Tipiniai metodai puikiai tinka nesudėtingų komponentų (pvz. mikrolęšių masyvo) dengimui, bet negali užpildyti smulkių tarpų ir vidinių paviršių. DFL gaminamos sudėtiniai mikrooptiniai dariniai neretai susideda iš komponentų, atskirtų oro tarpu. Šiuo atveju kiekvienas paviršius įneša atspindžio nuostolius – tipinis 4% vieno paviršiaus atspindys tampa 20% trikomponentėje sistemoje, be to šie atspindžiai įneša kenksmingus atvaizdus bei aberacijas. ALD (*Atomic Layer Deposition*, atominio sluoksnio nusodinimas) yra vienas tinkamiausių metodų kuriant itin tikslias daugiakomponentes dangas polimerams, be to dalelių srautas gali pasiekti užstojamus paviršius [36,

37]. Visgi ALD proceso temperatūra negali viršyti polimero stiklėjimo temperatūros, bei tam tikros objekto formos gali suardyti dangą dėl atsiradusių įtempimų. Naudojama danga taip pat turi pasižymėti panašiu temperatūriniu plėtimusi kaip ir polimeras.



**8 pav.** Mikrooptinio komponento skaidrinimas ALD metodu: a) VIS spektro silicio ir titano oksidų AR dangos struktūra ant polimero b) charakterizavimas: modeliuojami atspindžiai dengtame ir nedengtame lęšyje c) dangos vaizdas SEM d) ALD proceso žingsniai [35].

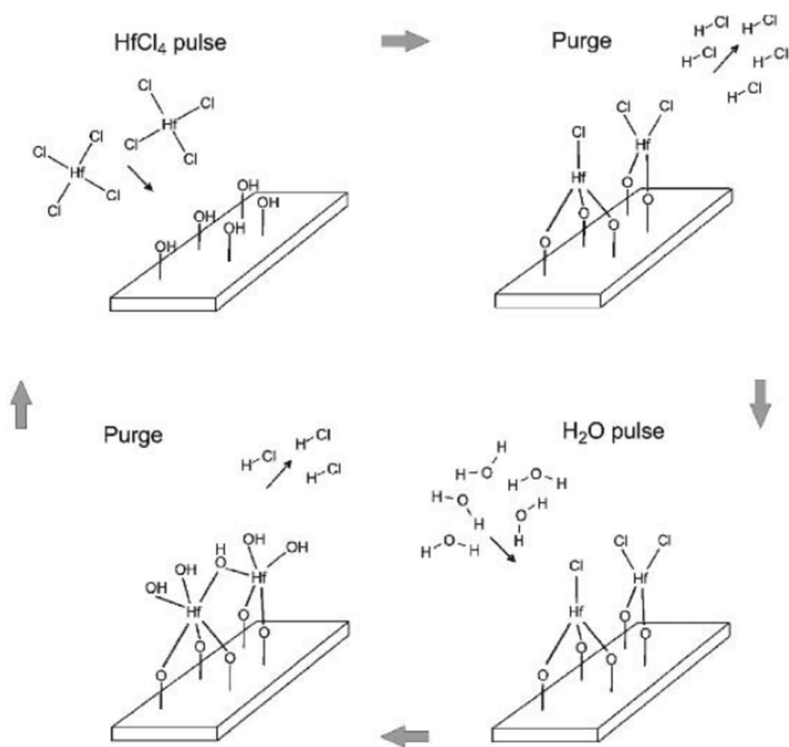
Dangų pritaikymas laisvos formos mikrooptikos gamyboje leistų ženkliai padidinti sistemų efektyvumą bei lankstumą. Tolesni tyrimai ir skirtingų funkcinių dangų naudojimas atskiruose kompleksinės mikrooptikos gamybos etapuose įgalintų sparčią itin sudėtingų optinių sistemų gamybą. Neseniai buvo pademonstruotas keturkomponentės ALD AR dangos dengimas ant Nanoscribe IP-S polimerinio singleto ir duplėto [35], pavaizduotas 8 paveiksle. AR danga sumažino vieno paviršiaus atspindį nuo 4% iki 1%; sėkmingai padengė duplėto paviršius. Visgi IP-S polimeras yra parduodamas tik Nanoscribe klientams, be to, lyginant su šiame darbe tiriamu nemodifikuotu SZ2080™ pasižymi degradacija žemoje temperatūroje ir stipresne sugertimi [39], dėl to SZ2080™ naudojimas mikrooptikoje yra žymiai perspektyvesnis.

## 1.6 Atominių sluoksnių nusodinimo principai

Atominių sluoksnių nusodinimas yra cheminių garų nusodinimo (Chemical Vapour Deposition, CVD) technologijos evoliucija. ALD įgalina aukštos kokybės itin tikslių plonų sluoksnių dengimą ant įvairių plokščių ir erdvinų objektų. Ši technologija sukurta ir plačiai taikoma

puslaidininkinių komponentų gamybai, pasižymi itin plačiu pritaikymo spektru – nuo nanostruktūrų iki metrų eilės dydžio objektų.

ALD paremta paviršiuje vykstančių cheminių reakcijų sekos valdymu alternuojant komponentines bei inertines dujas. Idealiu atveju, augimas vyksta po vieną atominį sluoksnį per ciklą. Prileidus į reaktorių prekursoriaus ant substrato pradeda vykti cheminės reakcijos ir po tam tikro laiko yra užsotinamos. Tada, norint išvengti reakcijos tarp prekursorių, reaktorių vėdinamas įleidžiant inertines dujas. Sekančio ciklo prekursorius jau reaguoja su suformuotu atominiu sluoksniu. Šis procesas kartojamas, kol pasiekiamas norimas dangos sluoksnis. Keičiant prekursorių ciklą kiekį galima dengti įvairaus storio dangas, pasirinkus kitą reagentų kombinaciją galimos daugiakomponentės dangų struktūros. Pagrindinis šio proceso apribojimas – trukmė. Taipogi, realiu atveju per vieną ciklą padengiama tik dalis atominio sluoksnio dėl paviršiaus netobulumų ir riboto reakcijos centrų kiekio. Dangos kokybei daug įtakos turi naudojamų dujų grynumas [44]. Tipinis ALD ciklas pateikiamas 9 paveiksle.



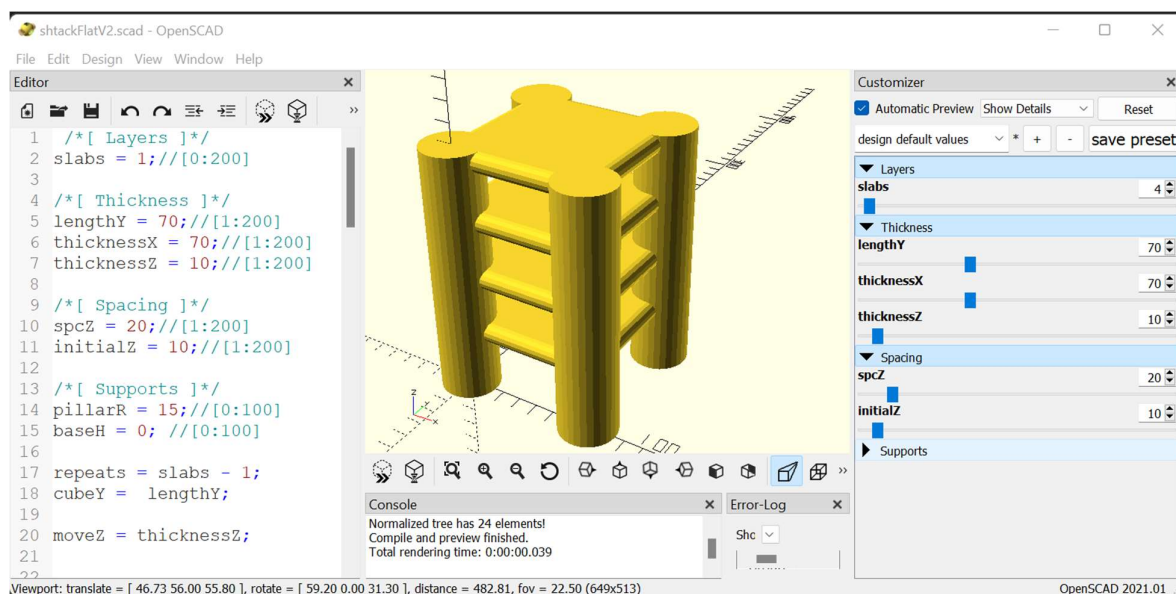
**9 pav.** Supaprastintas HfO<sub>2</sub> sluoksnio formavimas ALD metodu. Pirmas prekursorius ciklas (HfCl<sub>4</sub>) generuoja Hf atominį sluoksnį; antras (H<sub>2</sub>O) – OH. Inertinės dujos padeda išvengti reakcijos tarp jų [44].





Optiniam modeliavimui pasitelktas *Zemax OpticStudio* programų paketas. Naudojantis šia įranga įmanoma modeliuoti įprastų, asferinių, laisvos formos, difraccinių bei daug kitų tipų optinių komponentų sistemas. Gauti modeliai kombinuojami su rėmu gamybai. Šiame darbe aprašytas modeliavimas susideda iš:

- pradinių elementų parinkimo
- krentančios šviesos kampo ir bangos ilgio nustatymo
- optimizavimo parametrų (*merit* funkcijos) aprašymo norimam rezultatui (pvz. mažiausiam fokuso taškui arba didžiausiam kontrastui)
- Optimizavimo vykdymo ir tobulinimo
- Galutinio charakterizavimo ir vertinimo
- Eksportavimo į *.stl* bylą.



11 pav. OpenSCAD [48] darbinis langas modeliuojant elementus. Kairėje – kodas; centre – 3D modelio atvaizdavimas; dešinėje – parametrinis valdymas.

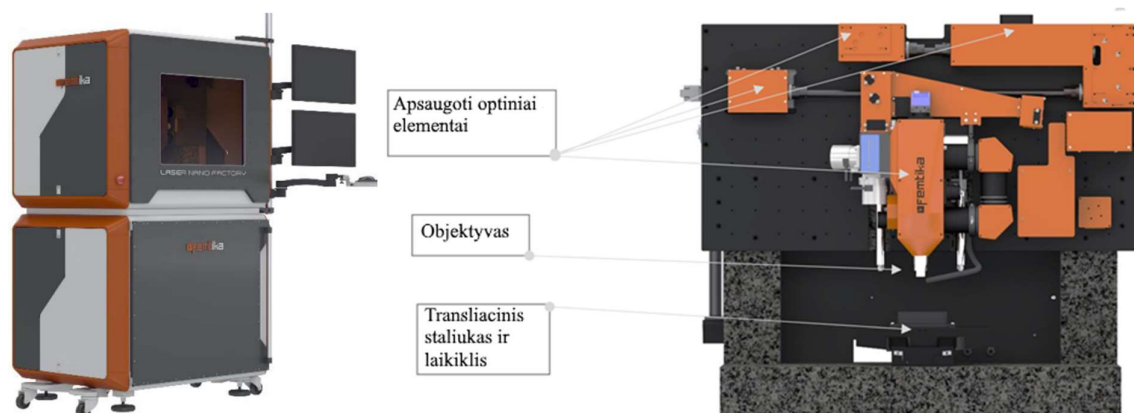
## 2.2 Gamybos ciklas

Darinių gamyba susideda iš mėginio paruošimo, staklių kalibravimo, mašininio kodo kūrimo, darinių formavimo ir ryškinimo.

Mikrodariniai polimerizuojami SZ2080™ pirmtake be FI. Pirmtako lašas paskleidžiamas 5-10mm diametru ant substrato – mikroskopo dengiamojo stikliuko (BK7, storis 130-170um, išmatavimai 24x32mm) arba FS, jei vėlesniuose žingsniuose planuojama pirolizė. Bandiniai prieš polimerizaciją kaitinami programuojamoje kaitlentėje 2h 40-90 °C temperatūroje siekiant pašalinti

kuo daugiau tirpiklio. Norint padidinti sukibimą stikliukai gali būti dengiami plona MAPTMS danga.

Gamyba vykdoma naudojant mikroapdirbimo stakles *Laser Nanofactory* (12 pav.), pagamintas *Femtika*. Šios staklės skirtos daugiafotoninei polimerizacijai, lazerinei abliacijai bei selektyviam graviravimui. Staklės valdomos integruota kompiuterine sistema, įgalinčią nuotolinį prisijungimą. Pagrindiniai komponentai – lazeris, pozicionavimo, pluošto perdavimo bei stebėjimo sistemos. Pluošto šaltinis šiame įrenginyje – femtosekundinis Yb:KGV osciliatorius (didelio dažnio lazeris) *FLINT FL2-SP (Light Conversion)*, generuojantis 1035 nm (I harmonikos) spinduoliuotės ~100 fs trukmės impulsus 76MHz pasikartojimo dažniu. Šaltinyje taip pat integruotas II harmonikos (517 nm) generatorius bei programiškai valdomas pluošto atenuatorius. Pozicionavimas atliekamas galvanometru (*Aerotech AGV-HP(O)*), transliaciniu staliuku (*ANT130XY*) bei linijine Z ašies pavara (*ANT130LZS*), aparatinis valdiklis – *Aerotech A3200*, pritaikytas programiniam (*software*) valdymui. Šių komponentų sinchronizavimas paremtas *Aerotech Infinite Field of View (IFOV)* technologija, skirta pašalinti susiejimo klaidas, kylančias dėl slenkančio galvanometro skenavimo lango, ir sumažinti gamybos trukmę.

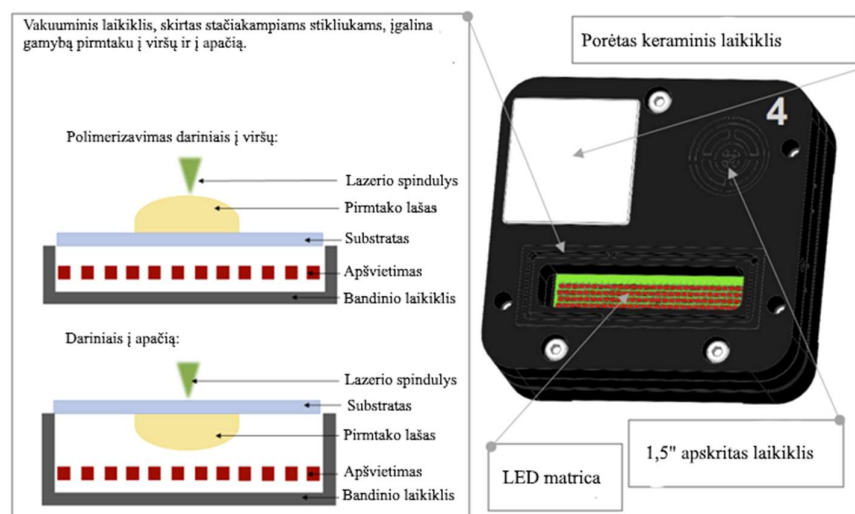


12 pav. *Femtika Nanofactory* staklės (kairėje) ir darbinės erdvės vaizdas bei esminiai elementai (dešinėje).

Pluošto reguliavimas ir skenavimas atliekamas apsaugotais optiniais elementais ir transliaciniu staliuku; fokusavimas – keičiamu objektyvu; mėginys dedamas ant laikiklio.

Gamybai naudojamas pluoštas valdomas staklių optine sistema. Išėjęs iš osciliatoriaus pluoštas veidrodžiais perduodamas per poliarizacijos valdymo elementą, pluošto plėstuvą (teleskopą) ir periskopą į fokusavimo galvą, judančią Z ašyje. Joje tolesnį pluošto kelią sudaro erdvinis šviesos modulatorius (SLM, *Spacial Light Modulator*), autofokusavimo elementas (vamzdžio ir valdomas skystas lęšis *Optotune*), pluošto daliklis į galios matuoklį bei operatoriaus keičiamas objektyvas. Staklės pritaikytos dirbti su 50x 0,75 NA (*Mitutoyo, Plan Apo HR*) arba 63x 1,4 NA (*Zeiss Plan-Apochromat 63x/1.4 Oil M27*) imersiniu objektyvu, tačiau paliekama galimybė

naudoti kitus. Galvoje taip pat integruota CMOS kamera (*mvBlueFOX3-2032aG*), skirta kalibracijai bei polimerizacijos proceso stebėjimui per anksčiau minėtą objektyvą. Diagrama pridedama prieduose.



**13 pav.** Gamybos būdai skirtingai apšviečiant lazeriu pirmtaką (kairėje) bei vakuuminio laikiklio komponentai (dešinėje). Mėginio stebėjimui pasitelkiama LED matrica; stikluokas (substratas) prilaikomas vakuomo. Suderinami stikliuko dydžiai priklauso nuo naudojamos laikiklio zonos. Vakuuminis laikiklis sumontuotas ant XY transliacinio staliuko.

Bandiniai dedami ant vakuuminio laikiklio (13 pav.), pritvirtinto prie transliacinio staliuko. Spinduliuotė fokusuojama tiesiogiai į pirmtako tūrį (dariniais į viršų) arba pro substratą – stikliuką (dariniais į apačią). Pastaruoju atveju paprastai naudojamas imersinis objektyvas ir alyva. Dariniai polimerizuojami iš apačios į viršų (stebėtojo atžvilgiu) arba atvirkščiai (paminėtina, jog šiuo metodu gali pasireikšti šešėliavimas, dėl to jis tinka tik žemiems objektams). Laikiklyje bei galvoje įmontuoti stebėjimo apšvietimo šaltiniai – galima pasirinkti apšvietimą iš viršaus arba apačios.

Visi išvardinti komponentai valdomi jų atitinkama programine įranga arba *Fentika 3DPoli* programų paketu. Darinio planas koduojamas *Compiler* programoje, generuojamas mašininis kodas ir perduodamas vykdymui.

Staklėse periodiškai atliekamas automatinis galios (ateniuatoriaus pozicijos) bei mechaninis plokštumos polinkio kalibravimas. Plokštumos kampas taip pati gali būti kompensuotas programiškai. Prieš kiekvieną gamybos ciklą nustačius minimalią polimerizacijai pakankamą galią randama pagrindo Z pozicija skenuojant rankiniu būdu. Polimerizacijai stengiamasi rasti didžiausią galią, prie kurios dar nepasireiškia terminė pažaida – tai lemia maksimalų konversijos laipsnį su nustatytu skenavimo greičiu.

Šių staklių darbinė erdvė – 110x110x60mm, tikslumas ~300 nm, raiška – 1 nm (XY), 2 nm (Z). Darbinis atstumas (maksimalus objekto aukštis) su imersiniu 1,4 NA objektyvu – apie 200 μm, 0,75 NA – 5,2mm. Vokselio diametras naudojant 1,4 NA objektyvą ir gryną SZ2080™ – 150-200 nm.

Visų darinių gamybai naudota II harmonikos spinduliuotė (517nm) ir 1,4 NA objektyvas. Pasirinktas skenavimo greitis - 1000 μm/s, galios darbinis langas – 2,5 – 5 mW (intensyvumas ~1 TW/cm<sup>2</sup>). Paminėtina, jog tinkama galia ne visada tiesiškai susijusi su skenavimo greičiu, taip pat ji didėja pirmtakui senstant. Polimerizuoti mėginiai 30min ryškinami MIBK (*Methyl isobutyl ketone*) siekiant pašalinti likusį pirmtaką bei itin atsargiai plaunami 2-propanoliu.

## 2.3 Charakterizavimas

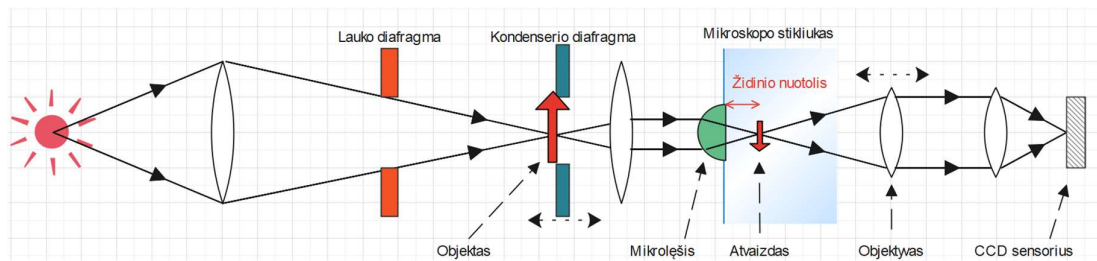
Mėginiai charakterizuoti prieš ir po dengimo. Pirminis charakterizavimas vykdomas optiniu mikroskopu įvertinant išlikusius objektus, jų optines savybes bei tūrinės pažaidos (mikrosprogimų) kiekį. Tolesnis charakterizavimas optiniu profilometru leidžia tiksliai ištirti mikrodarinių paviršiaus kokybę ir tinkamumą dangai. Po dengimo ALD mėginiai charakterizuojamos profilometru, optiniu mikroskopu ir staklėse stebint nekoherentinės šviesos atspindį ir pralaidumą.

Pirmieji mėginiai tirti skenuojančiame elektronų mikroskope siekiant įvertinti mikrodarinių erdvinį vaizdą.

### 2.3.1 Įvertinimas optiniu ir skenuojamų elektronų mikroskopais

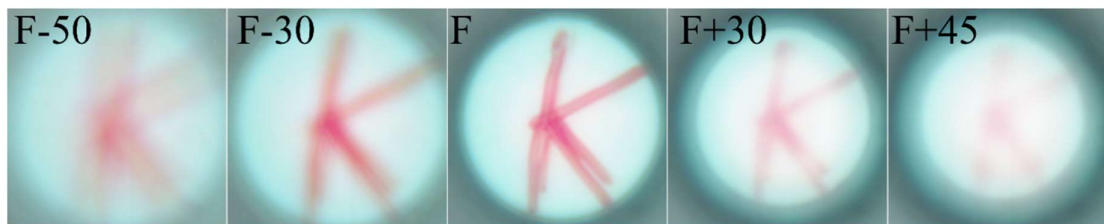
Tyrimui naudotas *Olympus IX73* invertuotas mikroskopas, kombinuotas su *Prior ProScan III* automatizacijos sistema. Elementų masyvas paprastai stebėtas 10x, pavieniai objektai – 20x objektyvais.

Matavimai atlikti naudojant *cellSens Dimension* programinę įrangą. Mikroskopo automatizacija įgalina vertikalaus skenavimo (*Z-Stack*) režimą, kurio pagalba galima tiksliai įvertinti pagrindo ir židinio plokštumos Z poziciją.



14 pav. Židinio nuotolio matavimo schema. Optiniame mikroskope objektas, padėtas ant kondenserio diafragmos, yra atvaizduojamas fokusuojančių darinių jų židinyje.

Lęšio židinio nuotolis nustatytas padedant objektą (pažymėtą stikliuką) ant kondenserio revolverio (supaprastinta schema 14 pav.) ir fokusuojant objektyvą į atvaizdo plokštumą. Kadangi objekto atstumas keliomis eilėmis didesnis už numanomą židinio nuotolį, galima teigti, kad objektas begalybėje, atvaizdas – židinyje, jį stebime per programinę įrangą. Kondenserio padėtis lemia atvaizdo dydį ir yra parenkama, kad simbolis užpildytų visą lęšį, taipogi ji ženkliai įtakos atvaizdo pozicijai neturėjo. Židinio plokštumos vaizdas pateikiamas 15 paveiksle.



15 pav. Objekto atvaizdas skirtingame aukštyje židinio plokštumos atžvilgiu. Skirtumas pateiktas mikrometrais.

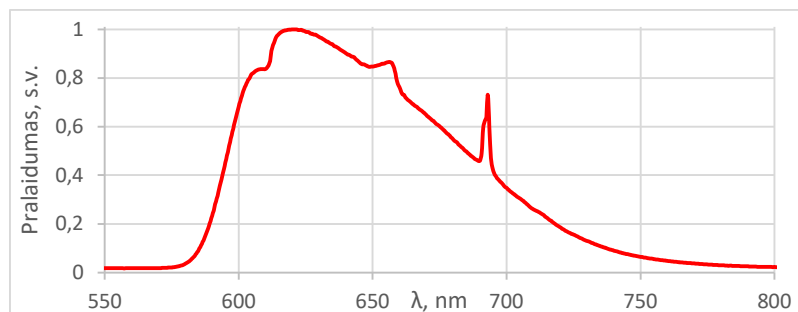
**Atvaizdas sufokusuotu laikomas, kai vaizdo centre matomas geriausias kontrastas.** Atvaizdavimui naudoti skirtingi objektai – *Thor Labs* USAF 1951 taikinys – stikliukas, USAF 1951, bei *Siemens* žvaigždė, atspausdinti ant plono popieriaus lapo, ir tiesiomis linijomis markeriu žymėtas stikliukas su kontrastinga sritimi centre. **Pastebėta, jog gerai fokusuoti markerio žymėjimai tiksliausiai parodo židinio padėtį. Kitų taikinių nuotraukos prieduose.**

**Fokusuojančių elementų pralaidumas apytiksliai** įvertintas objekto vietoje įstačius kvadratinę apertūrą (16 pav.). Apertūros atvaizdas stebimas įstačius raudoną filtrą (spektras 17 pav.), artimą AR dangos spektrui. CCD sensorius veikia *Grayscale* režimu, kvadrato atvaizdas integruojamas ir gaunamas pilkos spalvos skaitinės vertės vidurkis, tiesiškai susijęs su praėjusios šviesos srautu. Visgi šis metodas tinka tik *palyginti* tokios pačios formos elementus – gaunamos santykinės pralaidumo vertės. Šioms vertės taip pat įtaką daro objekto ir židinio pozicija (kadangi lemia atvaizdo dydį) ir mikroskopo darbiniai nustatymai, dėl to vertės gali turėti didelę ir sunkiai nustatomą paklaidą. Matavimo vaizdas 18 paveiksle. *Tiksliam tyrimui reikalingas atskiras tam pritaikytas optinis stendas.*

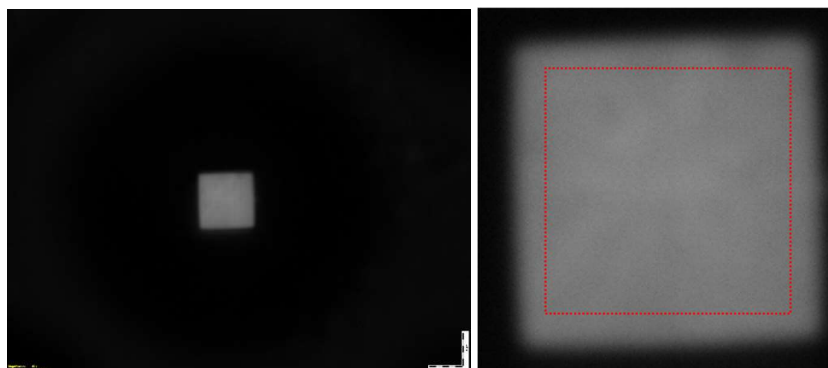


**16 pav.** Thor Labs bei abluotas USAF 1951 taikynys ir kvadratinė apertūra. *Pastaba: etalono modelis sumažintas 4 kartus nekeičiant žymėjimo, dėl to realūs grupių numeriai 2 indeksais didesni.*

Optinė funkcija įvertinta objekto naudojant lazeriu abliuotą USAF 1951 erdvinės skyros etaloną (16 pav.) ir raudoną filtrą. Optiniame mikroskope galima taipogi apytiksliai palyginti skirtingų optinių sistemų atvaizdavimą, aberacijas, kontrastą bei pralaidumą, visgi pasireiškia anksčiau minėtos problemos.



**17 pav.** Mikroskopo apšvietimo filtro, naudojamo charakterizuojant mikrooptinius darinius, pralaidumo spektras. Smailė – 620 nm.



**18 pav.** Kvadratinės apertūros atvaizdas stebimas mikroskope (kairėje) ir atvaizde integruojamos zonos tiriant pralaidumą, pažymėtos raudonai, pavyzdys (dešinėje).



Formaliai lęšių atvaizdavimo raišką galima išmatuoti *Nanofactory* staklėse (19 pav.) fiksuojant *Thor Labs USAF 1951* taikinį bei skenuojant mėginį virš jo, visgi toks metodas sunkiai įvykdomas, kadangi mažiausia turima elementų grupė yra mikrodarinių dydžio eilės.



19 pav. Raiškos matavimas staklėse. Viršuje: matavimo schema; apačioje: taikinio elemento ir mikrodarinių (pažymėta raudonai) dydžio palyginimas.

Erdvinis vaizdas gautas naudojant skenuojamą elektronų mikroskopą *Hitachi TM1000*. Šio įrenginio maksimalus didinimas – 10000x, bandinio storis – 20 mm, diametras – 70 mm [43]. Bandiniai dedami plokštumoje arba kampu, prieš tai nupjaunant stikliuką kuo arčiau stebimų objektų. Jei objekte yra krūvį kaupiančių (smailių arba plonų) elementų, mėginiai dengiami 20 nm storio sidabro danga.

### 2.3.2 Topologijos tyrimas

Bandinių topografija gauta naudojant LTC optinį profilometrą *Sensofar Plμ 2300*. Pavieniai objektai tirti pasirinkus mažiausią skenavimo plotą ir mažiausią sluoksnio aukštį. Šis modelis skirtas tirti atspindinčius paviršius, dėl to tiriant gerai šviesai pralaidžius darinius dažnai pasireiškia artefaktai. Duomenys apdoroti ir atvaizduoti naudojant *Gwyddion* programinę įrangą.

### 2.3.3 Plokščio paviršiaus darinių pralaidumo tyrimas

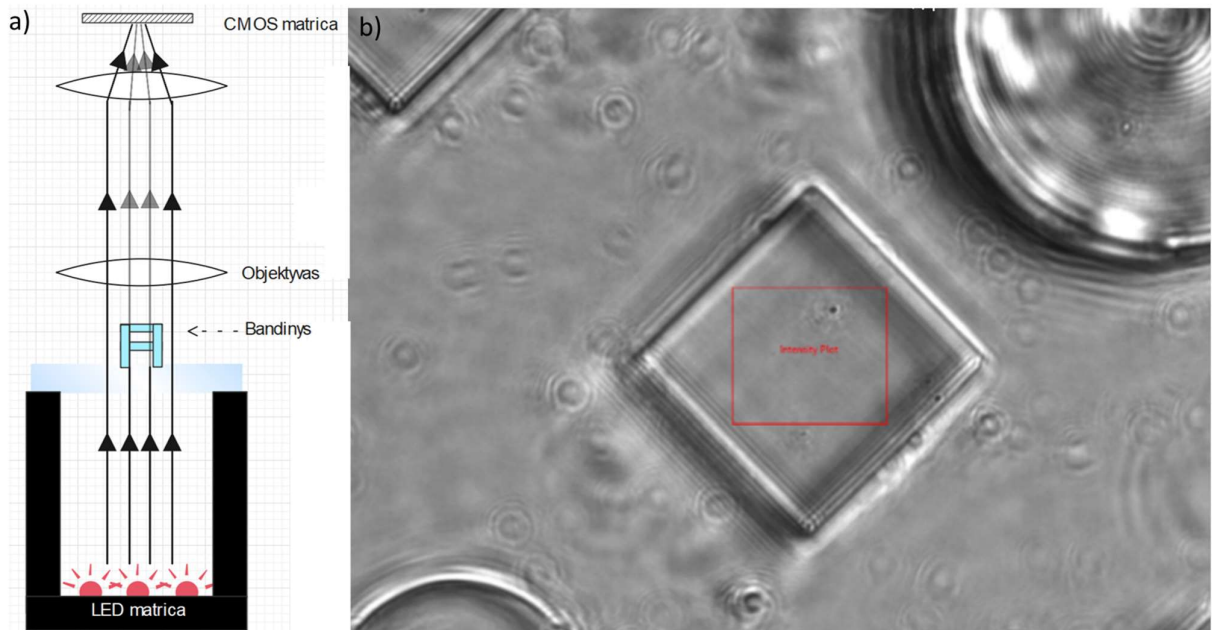
Įstačius į stakles mėginį dariniais į viršų, galima gauti atskirų objektų pralaidumą nekoherentinei (šviesos diodo) spinduliuotei. naudotas 0,75 NA objektyvas, CMOS sensoriaus užlaikymas parinktas darbui dinaminio diapazono centre. Matavimo schema pateikiama 20 paveiksle.

Pralaidumas matuotas nustačius 100% apatinio apšvietimo galią, sensoriaus užlaikymo trukmė – 67 000  $\mu$ s. Objektyvas lazerio pagalba fokusuojamas į tiriamą paviršių, lazeris

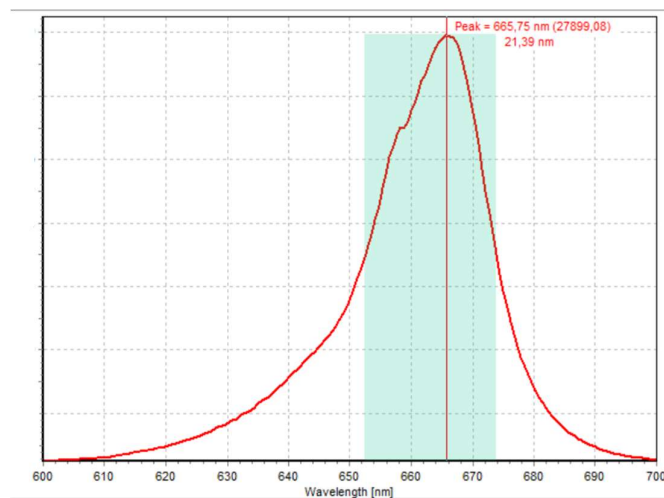
išjungiamas ir stebimas kameros vaizdas. Programinėje įrangoje vidurkinama darinio paviršiaus ploto arba jo dalies vaizdo *grayscale* (0-255) vertė. Išmatavus integruotą  $I$ , maksimalią ( $M$ , be mėginio arba ties stiklu) ir foninę ( $D$ , LED išjungti) vertes pralaidumas gaunamas pagal formulę:

$$T = \frac{I-D}{M-D}$$

Pralaidumo matavimo metodas įvertintas išmatavus žinomo pralaidumo dengiamųjų stikliukų stirtą; atspindžio – skirtingo lūžio rodiklio paviršius. Apšvietimui naudoti 665 nm bangos ilgio ir 21 nm spektro pločio diodai, jų spinduliuotės spektras pateikiamas 21 paveiksle.



20 pav. a) Pralaidumo matavimo *Nanofactory* staklėmis schema ir b) vaizdas, matomas matuojant pralaidumą. Raudonai pažymėtas plotas – tipinė integravimo zona. Mėginys apšviečiamas LED matrica laikiklyje ir stebimas staklių mikroskopą fokusuojant į artimiausią paviršių.



21 pav. *Nanofactory* LED apšvietimo šaltinio spektras. Smailė ties 665 nm, plotis – 21 nm.



Pralaidumas per keletą paviršių įvertinamas darant prielaidą, kad sugertis ploname sluoksnyje nepasireiškia (visais atvejais SZ2080™ polimero sluoksnio storis ~10 μm). Remiamasi formule:

$$T = T1 * T2 * ... * Ti.$$

$T$  – pilnas išmatuotas pralaidumas,  $T_i$  - atskiro paviršiaus pralaidumas,  $i$  – paviršių skaičius.

## 2.4 AR dangos dengimas ALD

Naudota antirefleksinė (AR) danga susideda iš dviejų sluoksnių: 130,8 nm aliuminio oksido ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ir 23 nm titano oksido ( $\text{TiO}_2$ ). Danga parinkta siekiant gauti <0,1% atspindį nuo vieno paviršiaus 633 nm bangos ilgio šviesai.

Sluoksnių nusodinimui naudotas *Veeco Savannah S200* ALD sistema, schema pateikiama 22 paveiksle. Darbinės medžiagos:

- Trimetilaliuminis (TMA, 98 % grynumo; tiekėjas - *Strem Chemicals*);
- Tetrakis(dimetilamino)titanas (TDMAT, 99 %; *Strem Chemicals*);
- Azotas ( $\text{N}_2$ , 99,999%; *Elme Messer Gaas*);
- Argonas (Ar, 99,999%; *Elme Messer Gaas*);
- Deguonis ( $\text{O}_2$ , 99,999%; *Elme Messer Gaas*).

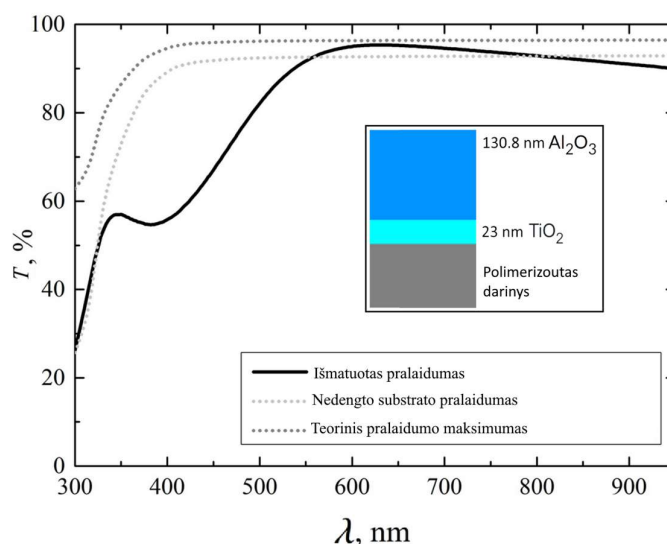


22 pav. *Veeco Savannah S200* ALD sistemos schema: a – reaktorius; b – išėjimas į vakuuminį siurblij; c – pirtakų cilindrai; d – pirtakų impulsų sklendės; e – siurbimo sklendė; f – vakuumo daviklis; g – didelio paviršiaus ploto dujų gaudyklė.

Nusodinimas vykdomas esant 60°C substrato temperatūrai, norint sumažinti poveikį SZ2080™ dariniams. Darbinis slėgis – 10<sup>-2</sup> mbar; nešančių (Ar) dujų srautas – 40 sccm. TiO<sub>2</sub> sintezei naudotas TDMAT, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – TMA, oksidacijai naudojama O<sub>2</sub> plazma. Proceso parametrai pateikiami 1 lentelėje. Išmatuotas dangos pralaidumo spektras 23 paveiksle.

1 lentelė. Vienasluoksnių dangų nusodinimo parametrai.

Vienasluoksniė danga	Pirmtako impulso trukmė, s	Nusiurbimo trukmė, s	Plazmos veikimo trukmė, s	Nusiurbimo trukmė, s
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,02	8	6	8
TiO <sub>2</sub>	0,15	15	6	15



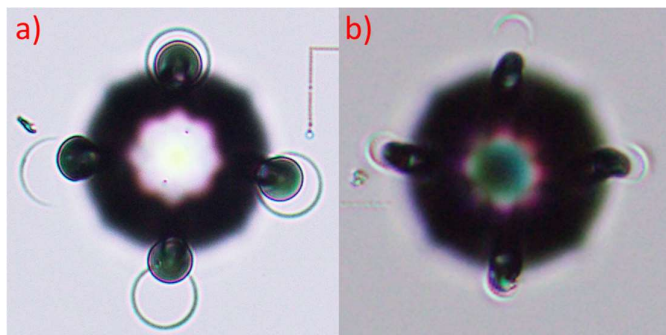
23 pav. Titano ir aliuminio oksidų AR dangos struktūra ant darinio ir pralaidumo spektras. Stebimas pralaidumo maksimumas ties 633 nm bangos ilgiu.

## 2.5 SZ2080™ sudėtinų darinių kalcinavimas

Šiame darbe kalcinacijai naudota *Nabertherm* krosnis. Šio įrenginio valdiklis įgalina laisvą darbinio ciklo programavimą. Maksimali pasiekiamą temperatūra - 1200°C.

Kalcinavimo etapo esmė – oksiduoti polimero grandinėse esančią anglį. Empiriškai pastebėta [45], jog SZ2080™ kalcinavimas aukštesnėje nei 1100°C temperatūroje lemia darinių dalinį lydymąsi; žemesnėje – neskaidrias struktūras dėl išlaisvintos, bet nesuoksiduotos anglies. Oksidavimo efektyvumą lemia deguonies difuzijos į polimerą efektyvumas bei darinio storis. Skaidrus polimeras, pasiekus 500-600 °C pradeda irti ir pajuodėja dėl tarpinių reakcijų, po to, viršijus 1000°C, gaunamos skaidrios struktūros. Visgi, jei reakcijos 500-600 °C tarpe nėra

užbaigiamas, anglis „užstringa“ stikle visam laikui – pakartotinė kalcinacija struktūrų nepraskaidrina. Tarpinis vaizdas pateikiamas 24 paveiksle.



**24 pav.** Nepavykusi kalcinacija. a) Bandinio vaizdas nutrūkus procesui ties  $\sim 700^{\circ}\text{C}$ ; b) pakartotinai kalcinuotas darinys po 12h pirminės kalcinacijos. Abejais atvejais pajuodėjimą lėmė įstrigusi anglis; taipogi matomas šviesos fokusavimas per skaidrius lęšių kraštus, kur darinio storis mažesnis.

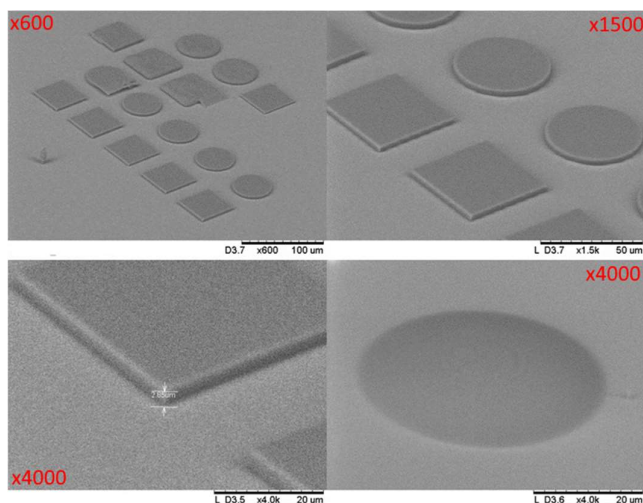
Alternatyvus sprendimas – mėginių mirkymas piranijos tirpale (3:1 sieros rūgštis + 50% vandenilio peroksidas), nuplaunant vandeniu bei izopropanoliu. Šis žingsnis išėsdintų ir galutinai pašalintų likusią nepolimerizuotą (ar silpnai polimerizuotą) dervą, taip pagerinant deguonies difuziją.

### 3 Rezultatai

#### 3.1 AR dangos suderinamumo su SZ2080™ tyrimas

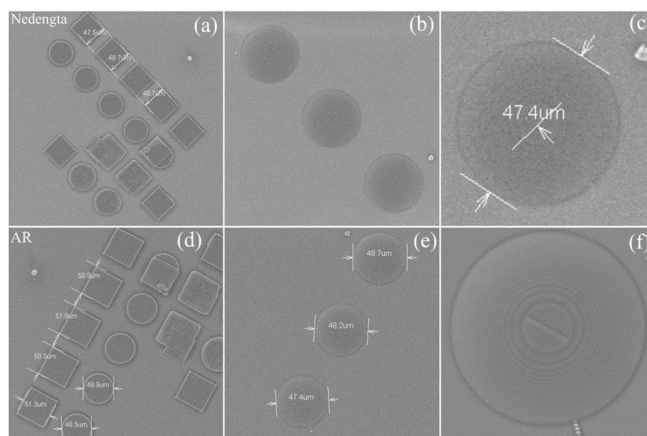
Pirmasis mėginys paruoštas su tikslu įvertinti staklių tinkamumą gaminti funkcinis mikrooptikos darinius bei SZ2080™ suderinamumą su planuojama naudoti AR danga. Jį sudaro figūrų masyvas –  $50 \times 50 \times 3 \mu\text{m}^3$  platformos,  $50 \times 3 \mu\text{m}^2$  ritiniai bei trys  $50 \mu\text{m}$  diametro mikrolėšiai.

28-26 pav. pateikiamas SEM gautas pradinis bandinio vaizdas kampu, pradinis ir padengtas AR plokštumos vaizdas. Pažaida matoma dėl galios kalibravimo; aukštis priklauso nuo staklių Z ašies paklaidos gaminant. Kadangi po dengimo išorinė pažaida nepastebėta, tolesnis vaizdavimas kampu nebevykdytas.



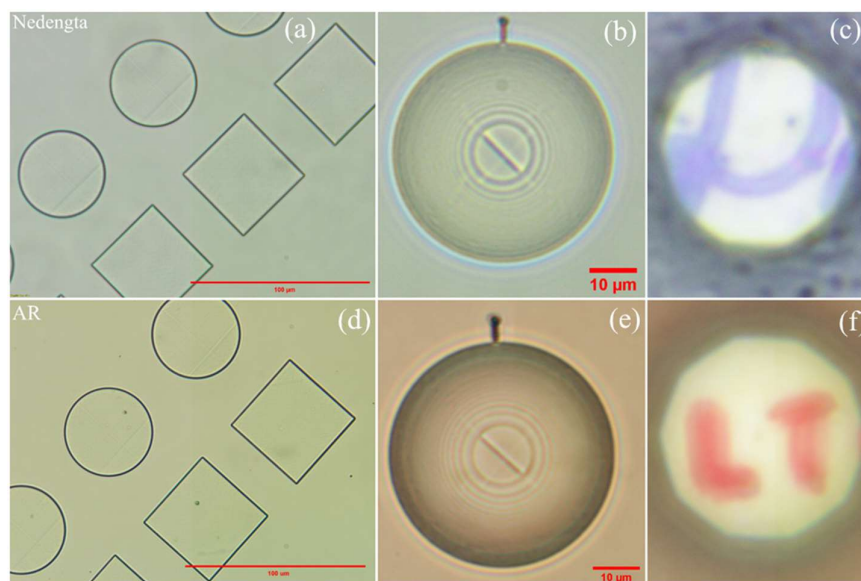
25 pav. DFL pagamintų platformų, ritinių ir mikrolėšių mikrografija kampu SEM skirtingais didinimais.

Pasiektas geras atkartojamumas, nestebimi gamybos defektai.



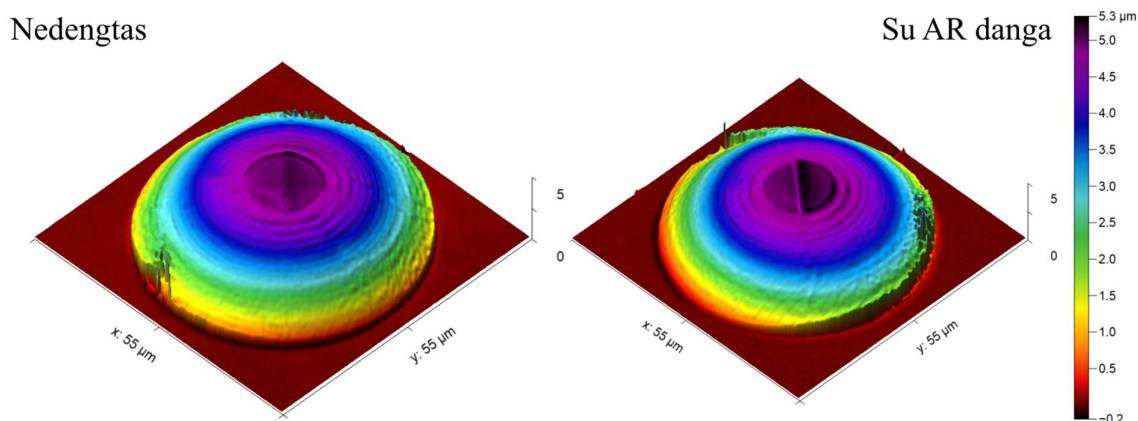
26 pav. SEM mikrografija prieš (a-c) ir po (d-f) dengimo AR bei darinių – platformų, ritinių bei mikrolėšių - išmatavimai. AR danga nesukėlė SEM pastebimų deformacijų.

Mikroskope įvertintas figūrų vaizdas bei lęšio atvaizdavimo funkcija (27 pav.).



27 pav. Darinių prieš (a-c) ir po (d-f) dengimo AR vaizdas mikroskope. Pateikiamas figūrų masyvas (a, d), lęšis (b, e) bei jo kuriamas atvaizdas (c, f). Optiniu mikroskopu nepastebėtos deformacijos ir bazinės atvaizdavimo funkcijos pokytis padengus AR danga.

Optiniu profilometru registruotas erdvinis pirmiau pateikto lęšio profilis.



28 pav. Profilometru registruotas nedengto ir dengto lęšių profilis, pateikiamas erdviu vaizdu. Skaidrinanti danga lėmė artefaktus dėl itin mažo atspindžio. Matomas tolygus aukščio padidėjimas, parodantis padengimą.

### 3.2 Sferinių ir asferinių lęšių palyginimas

Siekiant įvertinti dangos įtaką skirtingų lęšių optinėms savybėms, būtina turėti gerai atvaizduojančius lęšius. Pateikiamas sferinių ir asferinių mikrolęšių masyvų palyginimas optiniame mikroskope bei jų sudaromi atvaizdai (29, 30 pav.). Tolesniems tyrimams naudoti asferiniai lęšiai

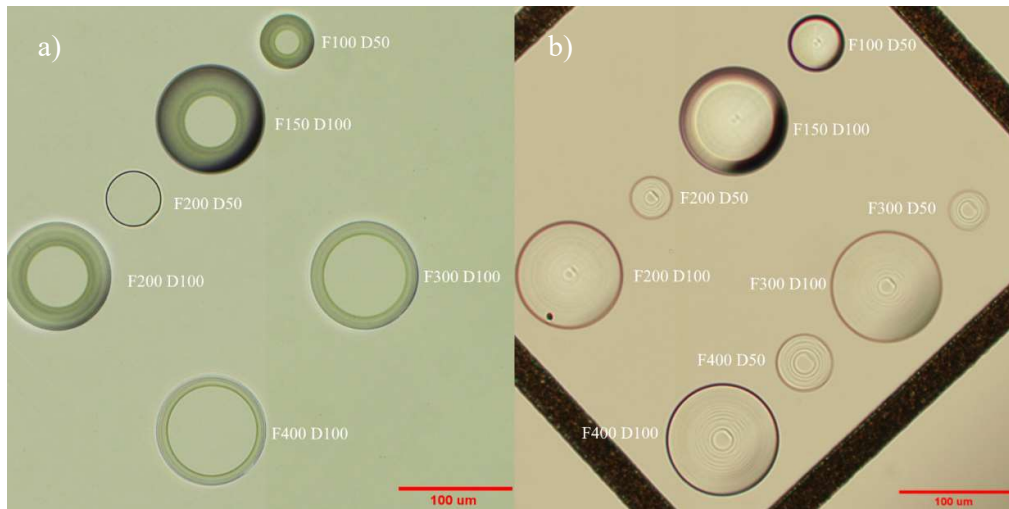
gauti po optimizacijos *OSLO EDU* programine įranga mažinant sferinę aberaciją (*SA*). 3D modeliai sukurti pagal asferinio lęšio formulę:

$$z(r) = \frac{r^2}{R \left( 1 + \sqrt{1 - (1 + \kappa) \frac{r^2}{R^2}} \right)} + \alpha_4 r^4 + \alpha_6 r^6 + \dots$$

*K* (*conic*) koeficientas parinktas 0 – sferiniam paviršiui. 2 lentelėje pateikiami  $a_4$  ir  $a_6$  asferiniai koeficientai skirtingiems asferiniams slėšiams bei maksimali išilginė *SA*. Sferiniai lęšiai modeliuoti be asferinių parametrų.

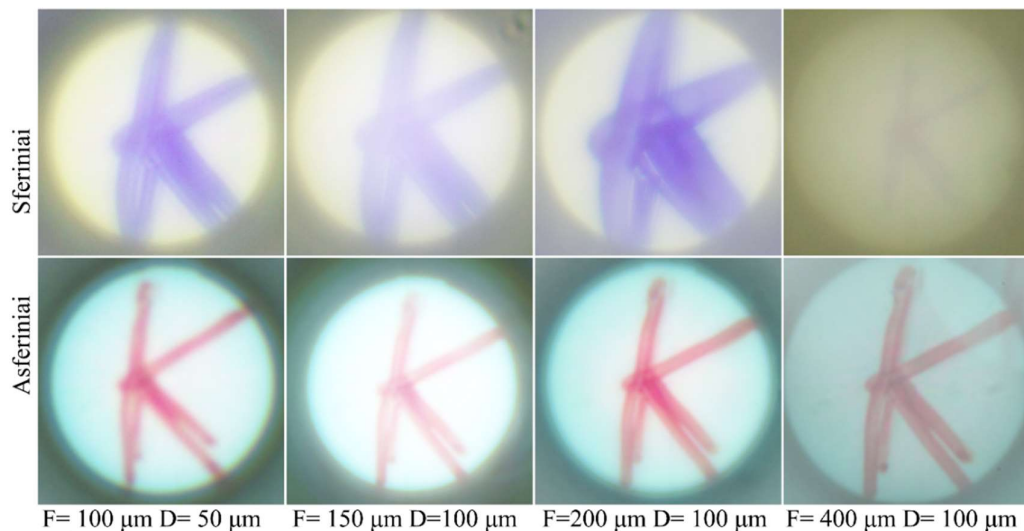
2 lentelė. Asferinių lęšių parametrai.

Lęšis	Diametras <i>D</i> , μm	Židinio nuotolis <i>F</i> ,		Maks. išilginė <i>SA</i> , μm	Aukštis <i>H</i> , μm	
		μm	$a_4$			$a_6$
1	50	100	-5,77E-07	-2,17E-10	0,1	6,7
2	50	200	-7,50E-08	-4,00E-12	0,05	3,2
3	50	300	-2,20E-08	-2,00E-12	0,01	2,1
4	50	400	-9,10E-09	-1,80E-13	0,001	1,6
5	100	150	-1,60E-07	-3,90E-11	1	19,1
6	100	200	-7,20E-08	-6,80E-12	0,2	13,4
7	100	300	-2,14E-08	-8,20E-12	0,02	8,6
8	100	400	-9,08E-09	-1,82E-13	0,01	6,4



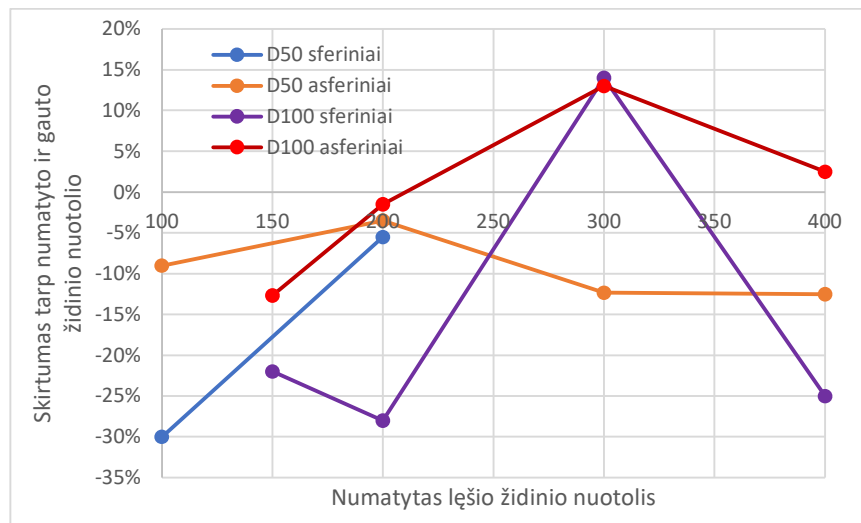
29 pav. Optiniame mikroskope stebimi skirtingų a) sferinių ir b) asferinių skirtingų matmenų mikrolēšių masyvai. Patys ploniausi lęšiai (#3 ir #4 iš 2 lentelės) neatsispausdino dėl *Z* plokštumos paklaidos.





**30 pav.** Skirtingų sferinių ir asferinių mikrolęšių kuriami atvaizdai židinio plokštumoje. Asferiniai lęšiai pasižymi geresne atvaizdavimo kokybe nei sferiniai. Atvaizdo ryškumą ir lemia židinio nuotolis bei lęšio diametras.

Taip pat išmatuotas absoliutinis skirtumas tarp realios ir numatytos židinio plokštumos pozicijos (31 pav.).

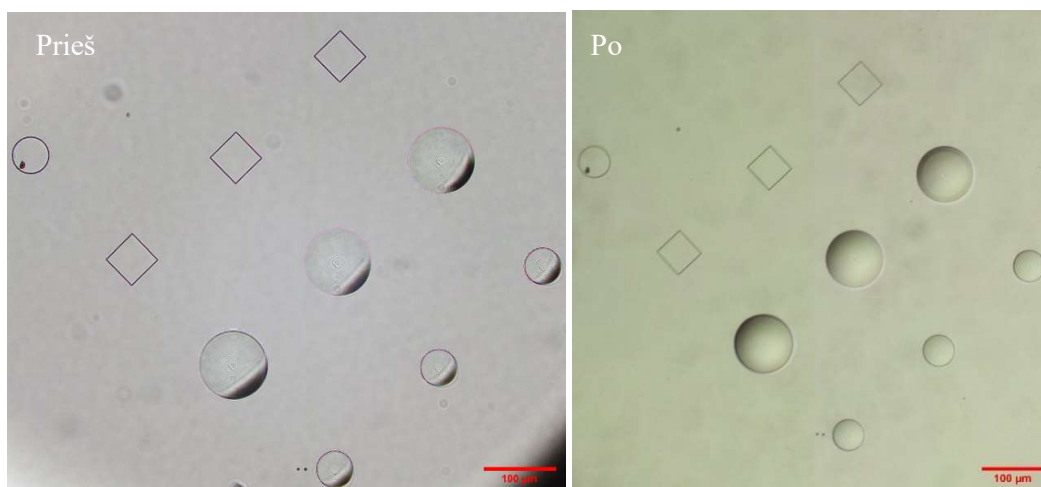


**31 pav.** Skirtumas tarp realios ir numatytos židinio plokštumos pozicijos įvairiems lęšiams.

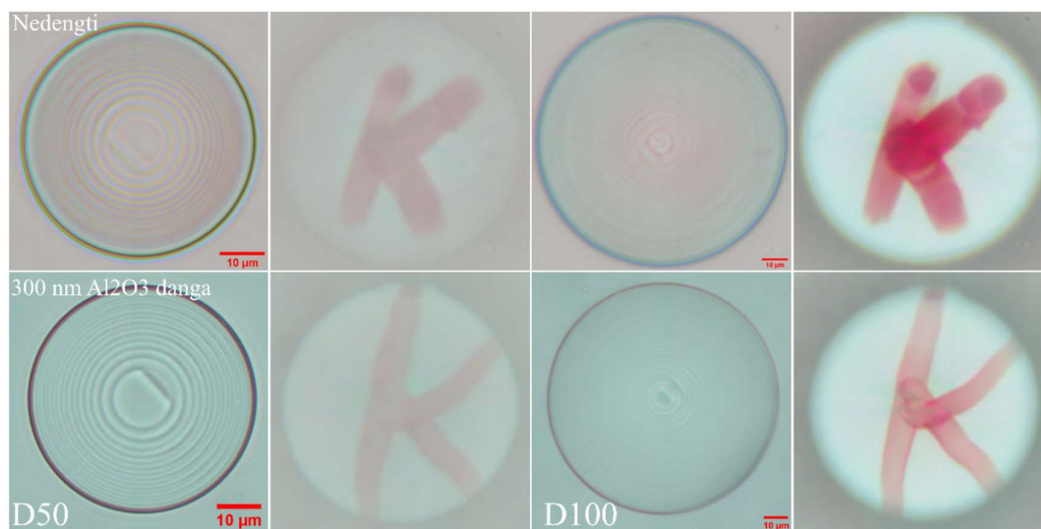
### 3.3 Storos dangos įtaka SZ2080™

Ištirta storos (300 nm) neskaidrinančios vienasluoksnės aliuminio oksido dangos įtaka mikrolęšiams bei figūroms. Bandinį sudaro optimalūs asferiniai  $F=200 \mu\text{m}$ ,  $D=50$  bei  $100 \mu\text{m}$  lęšiai;  $50 \times 10 \mu\text{m}^2$  ritiniai ir  $50 \times 50 \times 10 \mu\text{m}^3$  platformos (stačiakampiai gretaieniai.), po 3 vienetus. Du ritiniai neišliko.

32 ir 33 pav. pateikiamas židinio nuotolio bei atvaizdo palyginimas.



**32 pav.** Bandinys prieš ir po 300 nm  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dangos nusodinimo. Storos dangos nusodinimas neįnešė matomų deformacijų.



**33 pav.** Lėšiai ir jų formuojamas atvaizdas prieš ir po 300 nm  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dangos nusodinimo. Bazinė atvaizdavimo funkcija pastebimai nepakito.

**3 lentelė.** Židinio nuotoliai prieš ir po storos dangos nusodinimo.

Lėšis	Diametras $D$ , $\mu\text{m}$	Numatytas židinio nuotolis $F$ , $\mu\text{m}$	Išmatuotas $F$ , $\mu\text{m}$ ; nedengtas	Išmatuotas $F$ , $\mu\text{m}$ ; $\text{Al}_2\text{O}_3$ 300nm danga	Skirtumas
1	50	200	158	178	12,7%
2	50	200	170	188	10,6%
3	50	200	172	183	6,4%
4	100	200	161	179	11,2%
5	100	200	169	185	9,5%
6	100	200	168	188	11,9%



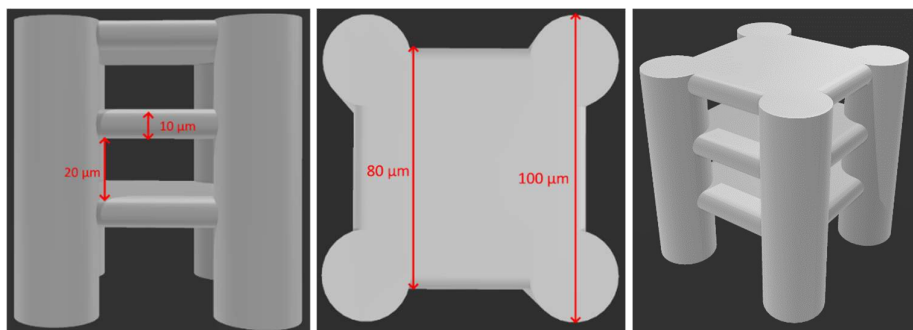
### 3.4 Plokščių darinių pralaidumo matavimas

Pralaidumas matuotas prieš ir po numatytos dvikomponentės AR dangos nusodinimo. Tirti *trys bandiniai (35 pav.):*

- *trijų aukščių platformų eilės, pakartotinai atspausdintos du kartus (#1 ir #2)*
- *vienodų trijų sluoksnių platformų masyvas (#3)*

Skirtingų platformų bandiniai matuoti prieš ir po dangos nusodinimo. AR dengtos trijų sluoksnių platformos ištirtos tik paskutiniame bandinyje.

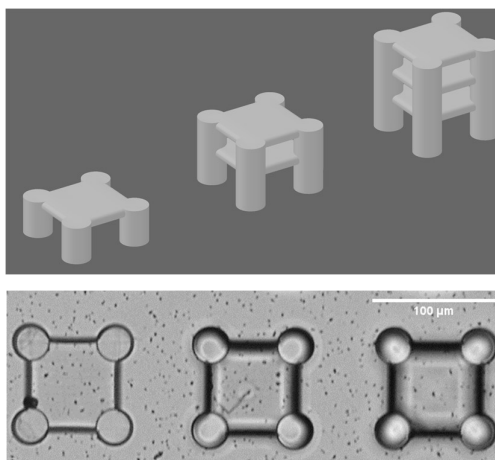
**Platformas sudaro 1-3 10  $\mu\text{m}$  polimero sluoksnių, atskirti 20  $\mu\text{m}$  tarpu. Darinio išmatavimai – 100x100x40-100  $\mu\text{m}^3$  (34 pav.).**



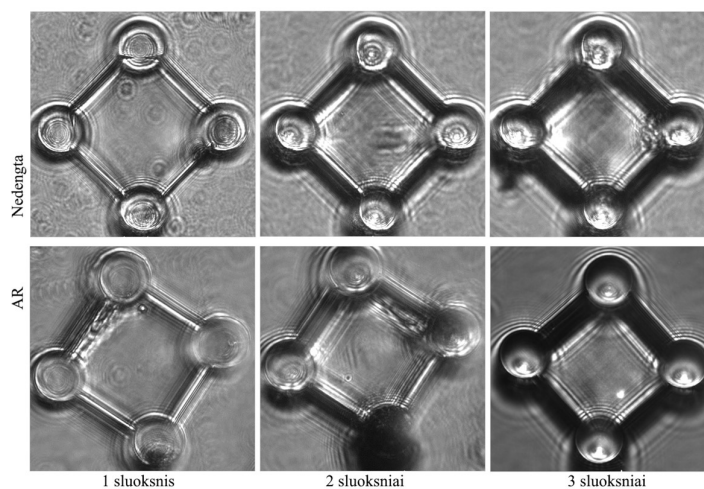
34 pav. 3 sluoksnių platformos, skirtos pralaidumo per keletą paviršių tyrimui, CAD modelis ir išmatavimai.

Atramos tūrinė pažaida paviršiaus pralaidumui įtakos nedaro. #2 mėginio AR dengimas nesėkmingas. #3 mėginys paruoštas pakartotinai tik AR dangai dėl defektų pirmuose mėginiuose, pasireiškusių dėl per plono pirmtako lašo. Bandinių vaizdas 35-36 paveiksluose.

Teorinis platformų pralaidumas įvertintas SZ2080™ polimero lūžio rodiklį laikant  $n=1,5$ .



35 pav. Platformų modelis ir bandinio vaizdas mikroskope prieš dengiant AR danga. Matomas pralaidumo sumažėjimas dėl didėjančio paviršių skaičiaus.

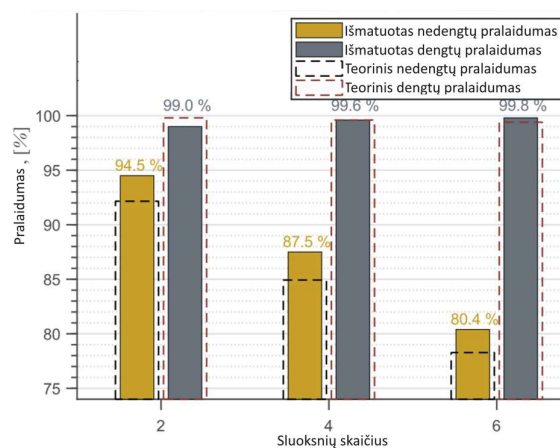


36 pav. 1, 2 ir 3 sluoksnių platformų vaizdas prieš ir po dangos nusodinimo. Matomas pralaidumo mažėjimas didėjant paviršių skaičiui, bei praskaidrėjimas padengus AR dangą.

3 lentelė. Platformų pralaidumo matavimo rezultatai.

Platforma	Paviršių skaičius	Be AR			AR			Pilnas pokytis	Vieno sluoksnio pokytis	
		Teorinis pralaidumas	Pilnas pralaidumas	Vieno sluoksnio pralaidumas	Teorinis pralaidumas	Pilnas pralaidumas	Vieno sluoksnio pralaidumas			
B 1	P1 #1	2	92,16%	95,17%	97,56%	99,8%	99,00%	99,50%	3,82%	1,94%
	P2 #1	4	84,93%	89,38%	97,23%	99,6%	99,63%	99,91%	10,25%	2,68%
B 2	P1 #2	2	92,16%	93,74%	96,82%	99,8%				
	P2 #2	4	84,93%	85,53%	96,17%	99,6%				
B 3	P3 #1	6	78,28%	80,39%	96,43%	99,4%				
	P3 #2	6	78,28%			99,4%	99,71%	99,95%	99,71%	99,95%
	P3 #3	6	78,28%			99,4%	99,91%	99,98%	99,91%	99,98%

Matuojant pirmąjį nedengtą bandinį gautas didesnis nei tikėtasi pralaidumas galimai dėl apšvietimo paklaidos, difrakcijos bei šviesos sklaidimo atramos tūriu. Rezultatai pateikiami 3 lentelėje ir 37 paveiksle.



37 pav. Teorinis ir išmatuotas pralaidumas per skirtingą kiekį platformų paviršių su ir be AR dangos.

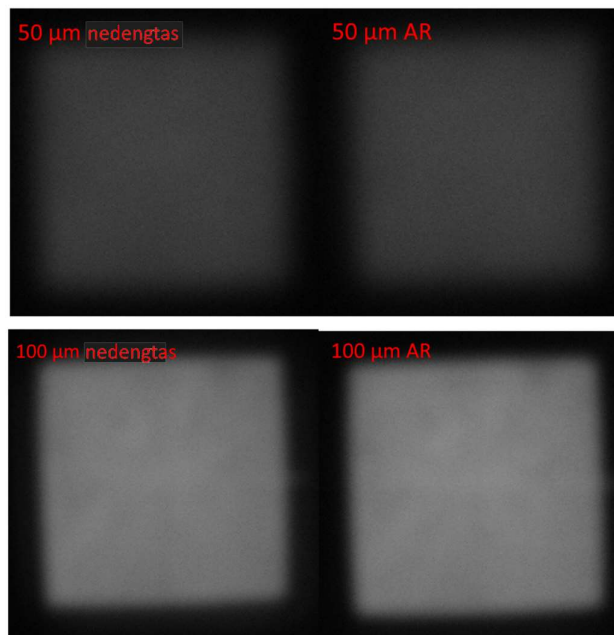
### 3.5 Singletų pralaidumo bei atvaizdavimo kokybės palyginimas prieš ir po dengimo AR danga

Pavienių asferinių lęšių ( $F=200\ \mu\text{m}$ ,  $D=50\ \text{bei}\ 100\ \mu\text{m}$ ) optinės savybės ištirtos vienu kartu siekiant sumažinti mikroskopo nustatymų įtaką matavimui. Tirtas nedengtas atraminis ir AR dengtas mėginys, abejais atvejais charakterizuoti 3 skirtingo diametro lęšiai. Optiniame mikroskope santykinai įvertintas pralaidumas (38 pav.) bei USAF 1951 atvaizdo kokybė (39 pav.).

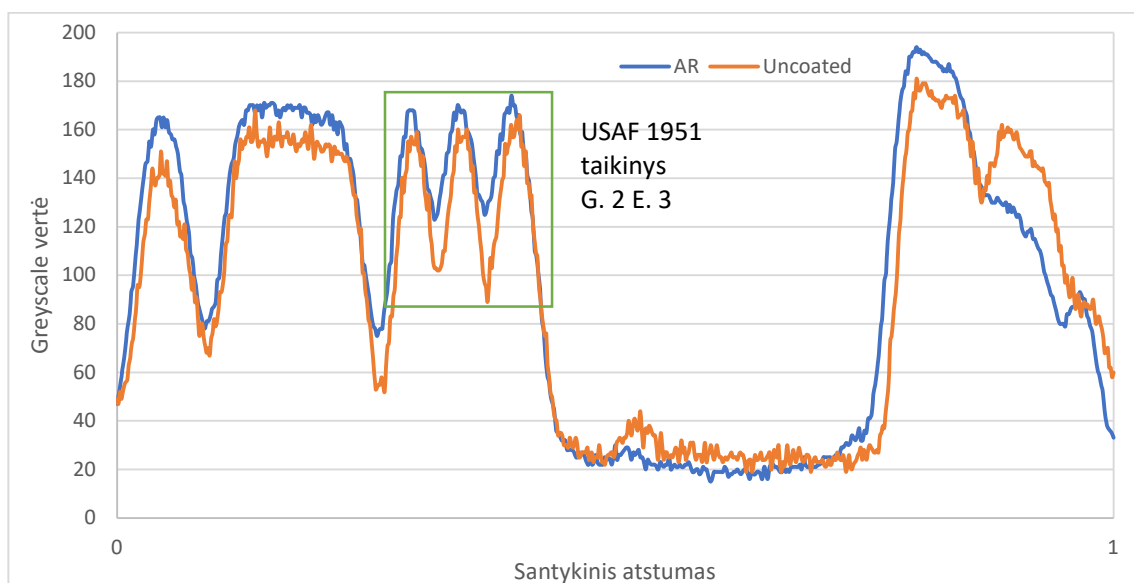
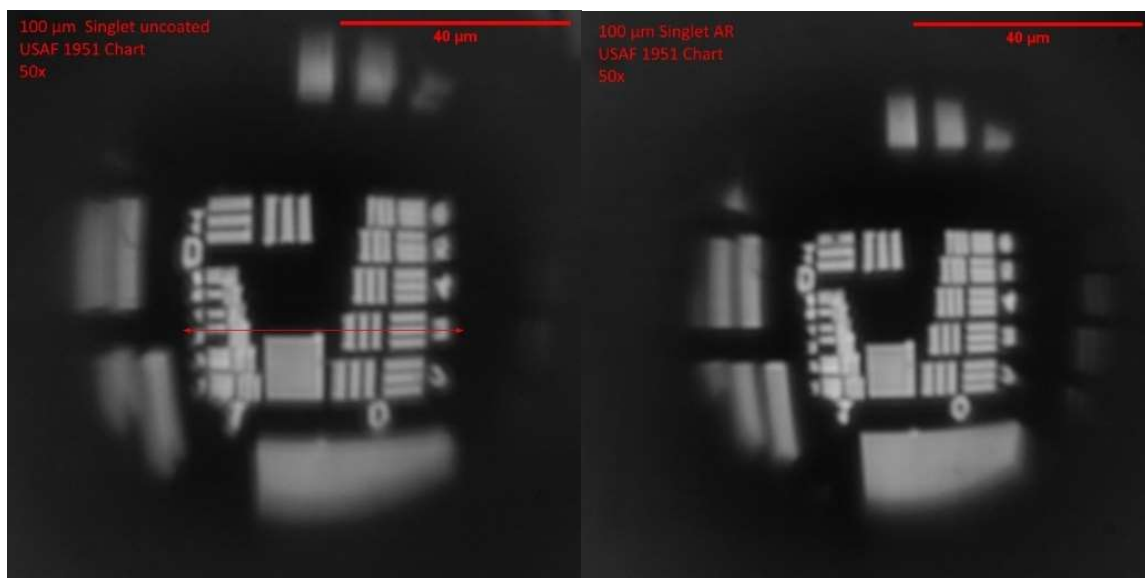
Lęšių formuojamo atvaizdo ryškumas priklauso nuo jų diametro. Lęšių diametrą lemia pradinė gamybos padėtis Z plokštumos atžvilgiu. 50  $\mu\text{m}$  lęšių faktiniai diametrai santykinai daug labiau skyrėsi nei 100  $\mu\text{m}$ , tai lėmė pralaidumo variaciją (4 lentelė), taipogi tiksliai rasti 50  $\mu\text{m}$  lęšio židinio padėtį yra sudėtingiau. Dėl šių priežasčių į 50  $\mu\text{m}$  lęšius neatsižvelgta. **100  $\mu\text{m}$  lęšiams matomas apytikslis vidutinis 3,7% praskaidrėjimas.**

4 lentelė. Vidutinės skirtingų lęšių formuojamo atvaizdo *grayscale* vertės

	Nedengtas 100 $\mu\text{m}$	Nedengtas 50 $\mu\text{m}$	AR 100 $\mu\text{m}$	AR 50 $\mu\text{m}$
#1	118,67	57,97	121,16	58,44
#2	115,19	55,69	116,55	53,06
#3	108,88	52,37	117,66	49,11
Vid.	114,25	55,34	118,46	53,54



38 pav. Kvadratinės apertūros atvaizdas, gautas stebint per skirtingo diametro lęšius siekiant įvertinti praskaidrėjimą padengus AR danga. Matomas vid. 3,7% ryškumo padidėjimas 100  $\mu\text{m}$  lęšių atveju.



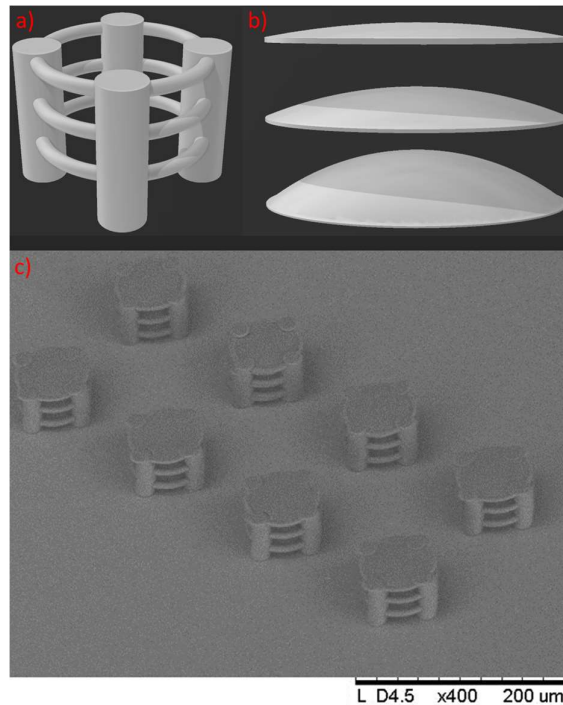
**39 pav.** Nedengto ir dengto lęšių kuriami USAF 1951 taikinio atvaizdai bei pažymėtos linijos profilis. Matomas ryškumo ir kontrasto (atsižvelgiant į globalų maksimumą ir minimumą) padidėjimas, nepastebėtos papildomos aberacijos. Naudotas raudonas filtras.

Gretimų linijų kontrastą lemė fokusavimo paklaida ir objekto pozicija, ne AR dangos defektai. Lyginant kontrastą rekomenduojama atsižvelgti į globalų maksimumą ir minimumą

### 3.6 Tripletų pralaidumo bei atvaizdavimo kokybės palyginimas prieš ir po dengimo AR danga

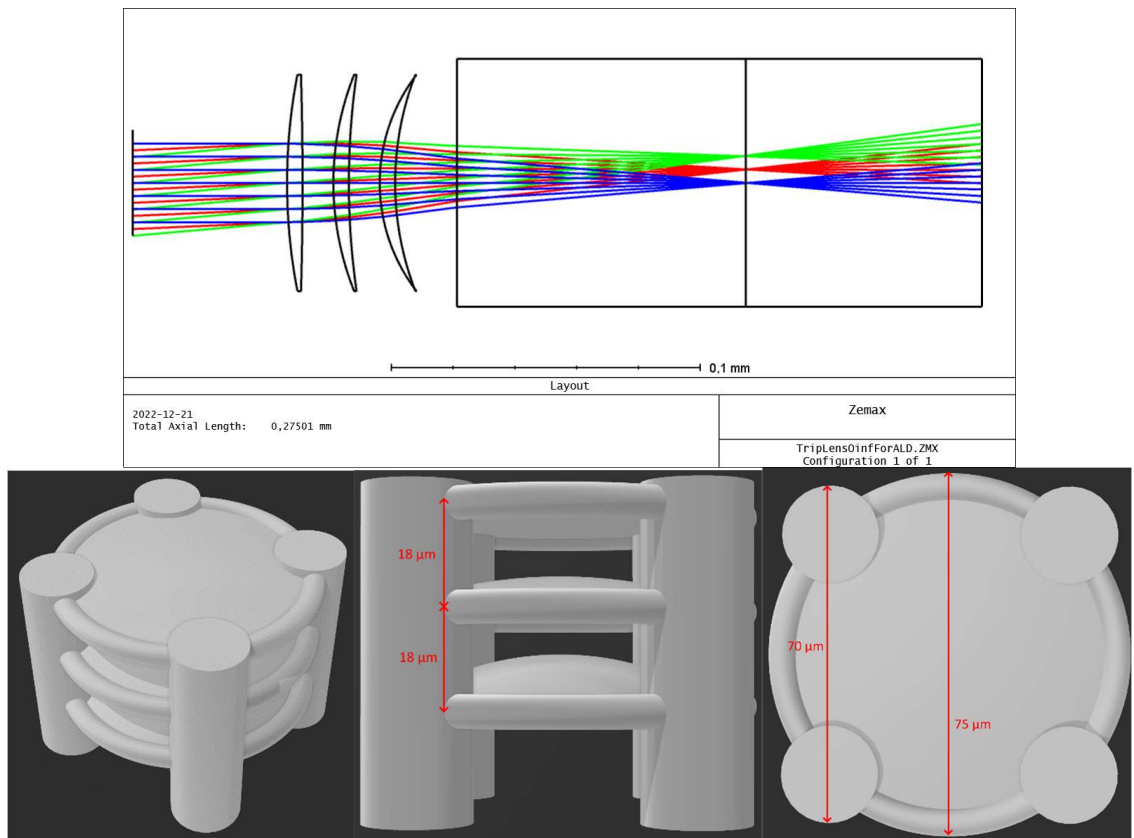
Siekiant įvertinti AR dangos tinkamumą funkciniams sudėtiniais dariniams buvo sukurti ir optimizuoti du tripletiniai objektyvai. Objektyvas susideda iš lęšių masyvo bei rėmelio (40 pav.).

Rėmo geometrija parinkta stengiantis sumažinti dangos įtempius. Objektas begalybėje; atvaizdas – dengiamajame stikliuke (substrate). Charakterizuojamo masyvo pavyzdys pateikiamas 40 paveiksle.

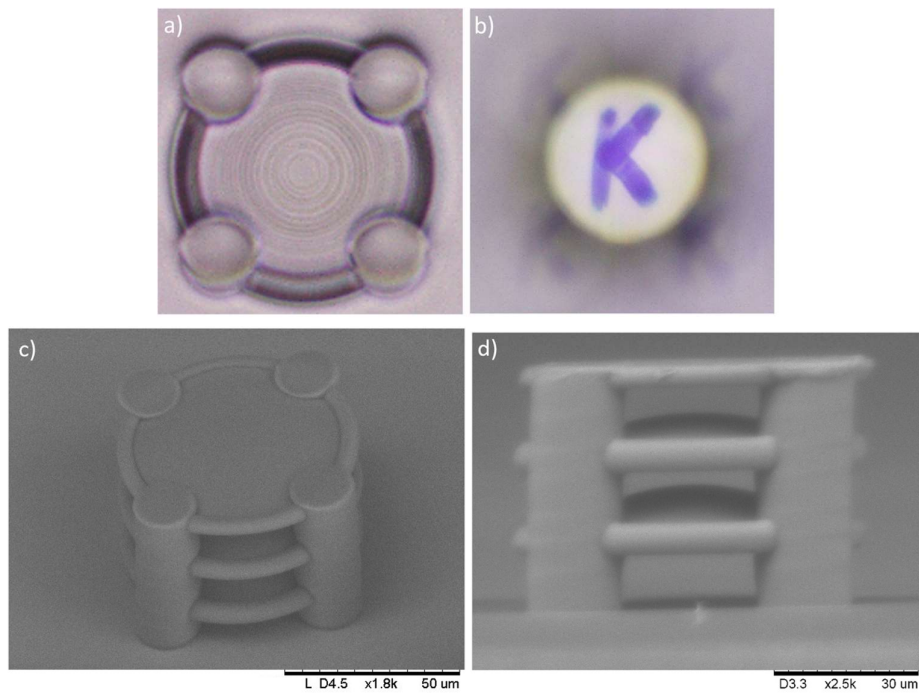


**40 pav.** a) Objektyvo rėmelis; b) lęšių modelis, gautas iš optinio dizaino; c) charakterizuojamų tripletų tipinis masyvas. Matomas geras atkartojamumas gamybos ciklo metu.

Pirmas optimizuotas mažiausiam fokuso taškui pasiekti ir pasižymi mažais kreivumo radiusais bei sudėtinga geometrija, jo tikslas – įvertinti AR dangos suderinamumą, kokybę ir galimus defektus. Antrasis paremtas klasikiniiais modeliais ir optimizuotas geriausiam bangos fronto tolygumui, skirtas įvertinti optinio dizaino įtaką tyrimui. Pirmojo dizaino optinės schemas, dizainas bei vaizdas optiniame ir SE mikroskopuose pateikiamas 41, 42 paveiksluose. Šie tripletai pasižymėjo geresnėmis atvaizdavimo savybėmis nei antrojo, dėl to tolesni tyrimai buvo atlikti pasitelkiant pirmąjį dizainą. Antrasis dizainas ir palyginimas su pirmuoju pateikiamas 3 priede.



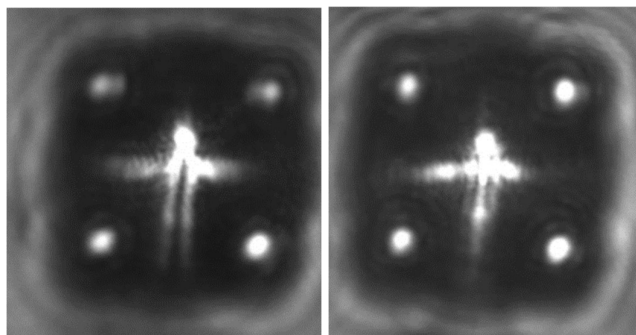
**41 pav.** Tripleto optinis dizainas bei galutinis CAD modelis su išmatavimais. Skirtingos spindulių spalvos žymi skirtingus kritimo kampus; sistema optimizuota ir modeliuota 633 nm bangos ilgiui.



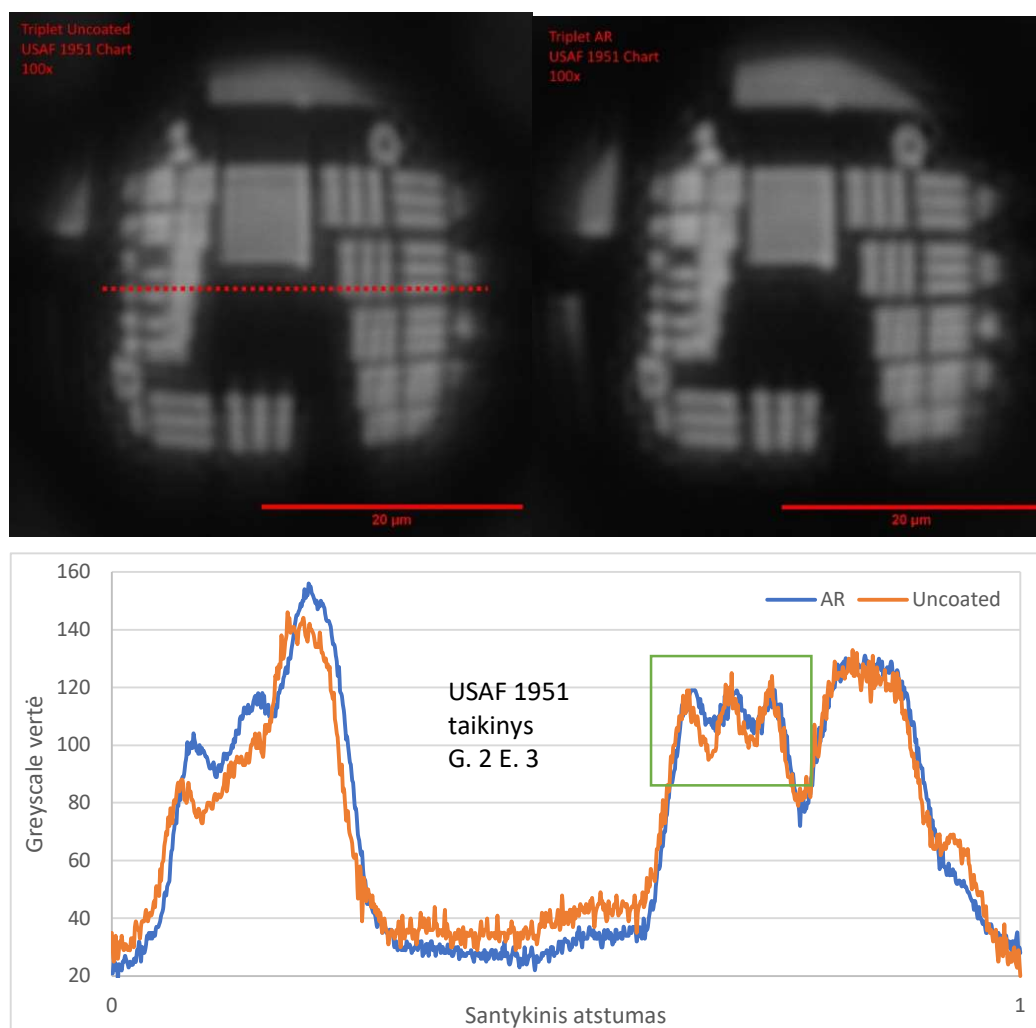
**42 pav.** Tripleto vaizdas optiniame (a, b) bei SE (c, d) mikroskopuose ir formuojamas atvaizdas (b). Pateiktas DFL pagamintas tripletas neturi gamybos defektų, deformacijų bei gerai formuoja atvaizdą.



Tripletų pralaidumas ir atvaizdavimo kokybė ištirta singletams taikytu metodu, skyra ribota matavimo optiniu mikroskopu metodu. Papildomai ištirtas USAF 1951 elementų atvaizdavimas *Nanofactory* staklėse (43 pav.).



43 pav. USAF 1951 elemento skyra *Nanofactory* staklėse (tripletas nežymiai paslinktas, matomos atskiros linijos).



44 pav. Nedengto ir skaidrinto tripleto formuojamas atvaizdas bei pažymėtos linijos profilis. Naudotas raudonas apšvietimo filtras. Nepastebėtos papildomos aberacijos.

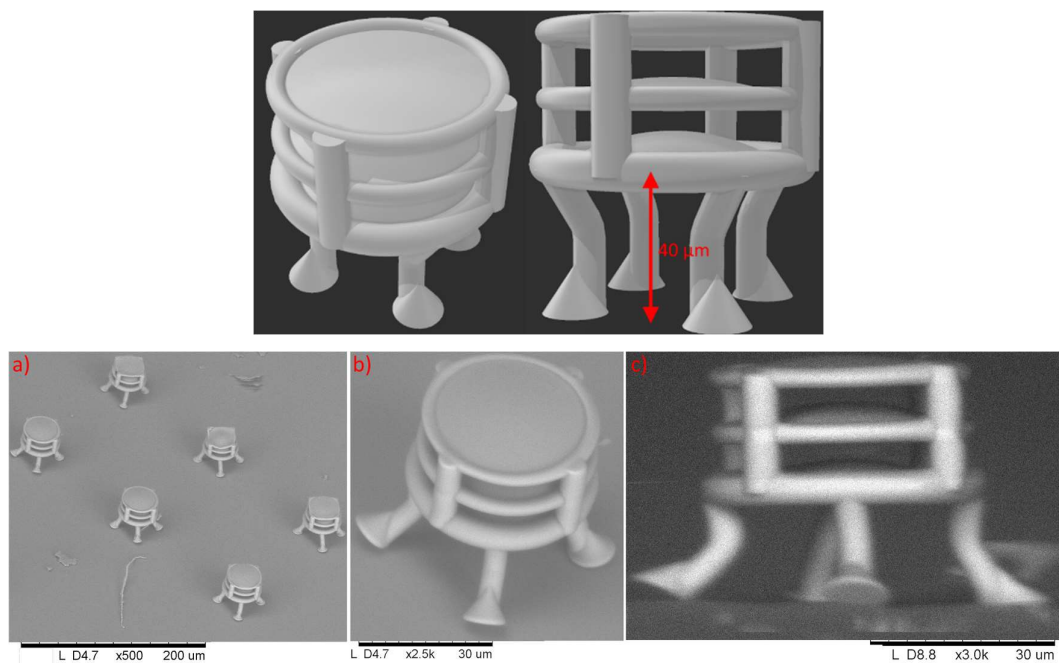
5 lentelė. Vidutinės tripletų formuojamo kvadrato atvaizdo grayscale vertės

Int. zona/bandinys	Nedengtas			AR			Santykinis praskaidrėjimas
	#1	#2	Vid.	#1	#2	Vid.	
Visas atvaizdas	130,1	127,2	128,65	135,9	140,5	138,2	7,42%
Tik centras	139,5	134,5	137	142	147,5	144,75	5,66%

Siekiant minimalizuoti defektus ir padidinti atkartojamumą tirta skirtingos darbinės lazerio galios įtaka darinių kokybei ir funkcionalumui. Pagrindiniai defektai – tūrinė pažaida, lęšio įtrūkimas, fokuso poslinkis ir astigmatizmas; jų pavyzdžiai pateikiami 4 priede.

### 3.7 Kalcinuotų tripletų palyginimas prieš ir po dengimo AR danga

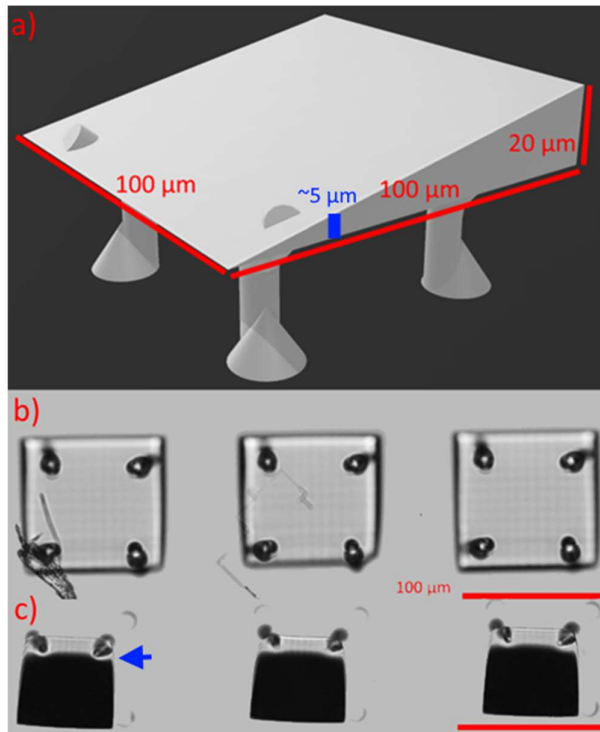
Galiausiai, siekiant įvertinti AR dangos tinkamumą kalcinuotiems į silicio – cirkonio stiklą SZ2080™ dariniams buvo sukurtas tripleto modelis, susidedantis iš pirmojo dizaino (41 pav.) lęšių sistemos bei patobulinto ir traukimuisi prekompensuoto rėmelio, remiantis [45]. Galutinis CAD modelis pateikiamas 45 paveiksle.



45 pav. Kalcinavimui skirto tripleto CAD modelis (viršuje). Lyginant su pirmuoju modeliu (30 pav.), padidintas aukštis tarp apatinio lęšio ir pagrindo. Apatinės atraminės struktūros (kojos) parinktos tikintis ~40% traukimosi, bei objektyvo lęšių laikiklio kolonos (prilaikančios lęšių žiedus) nėra tiesiogiai sujungtos su kojomis, tikintis sumažinti deformacijos traukimosi metu įtaką optinei sistemai. Apačioje: Kalcinuotų AR dengtų tripletų SEM mikrografijos: a) masyvo (atitinka 46 pav.) vaizdas; b) vaizdas kampu; c) vaizdas profiliu. Kalcinavus kojų deformacija beveik neturėjo įtakos likusiai struktūrai, dėl to išlaikyta numatyta optinė schema.

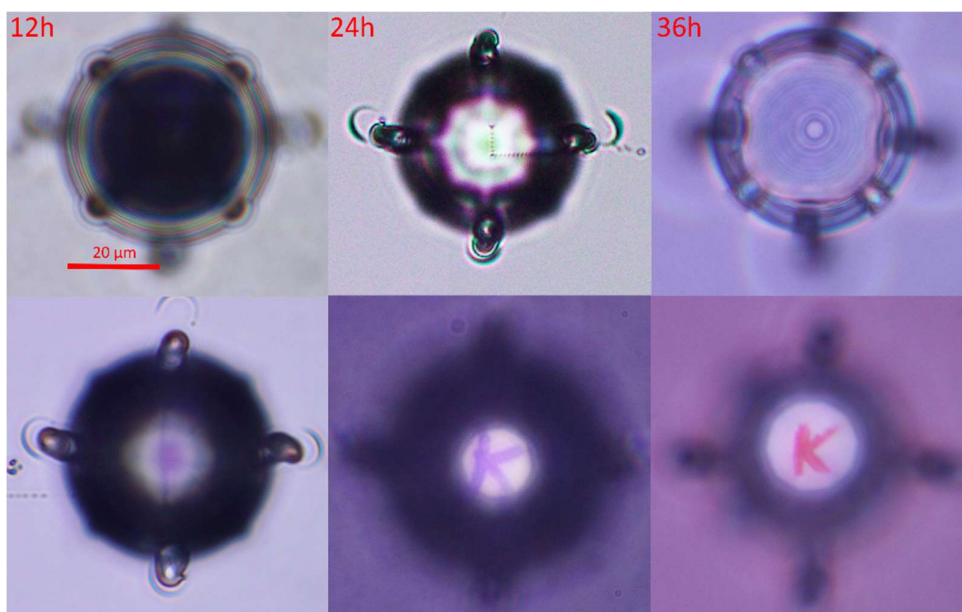


Optimizuojant šį žingsnį pradžioje naudotas jau išbandytas metodas [45] – 12h temperatūros kėlimas iki 1100 °C ir laikymas 3h. Visgi gautos juodos struktūros, kadangi šis ciklas tinkamas tik kalcinuojant plonus (<5 μm) elementus. Kėlimo laikas padidintas iki 24h, bei papildomai atspausdintas plonėjantis pleištas (46 pav.), skirtas ištirti maksimalų kalcinuotiną storį.



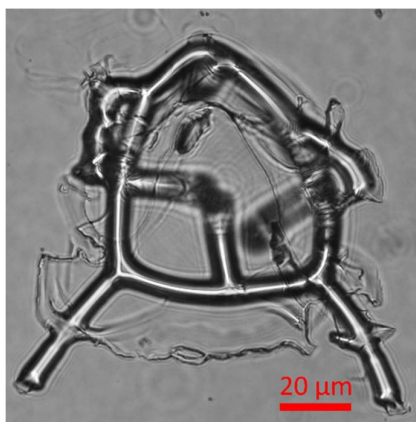
**46 pav.** Pleištas, skirtas ištirti efektyvų kalcinacijos gylį. a) CAD modelis; b) nekalcinuoti dariniai; c) kalcinuoti dariniai pasitelkiant 24h temperatūros kėlimo laiką – matomas <5 μm pradinio storio struktūros praskaidrėjimas.

Galiausiai visiškai skaidrios struktūros gautos padidinus kėlimo laiką iki 36h. Ciklą taipogi sudarė 3h laikymas ties 1100°C bei 4 - 6h pristabdytas vėsimas, siekiant išvengti deformacijų. Iš viso – kalcinacija truko apie 40h. Skirtingo kėlimo laiko įtaka skaidrumui pateikta 47 paveiksle.



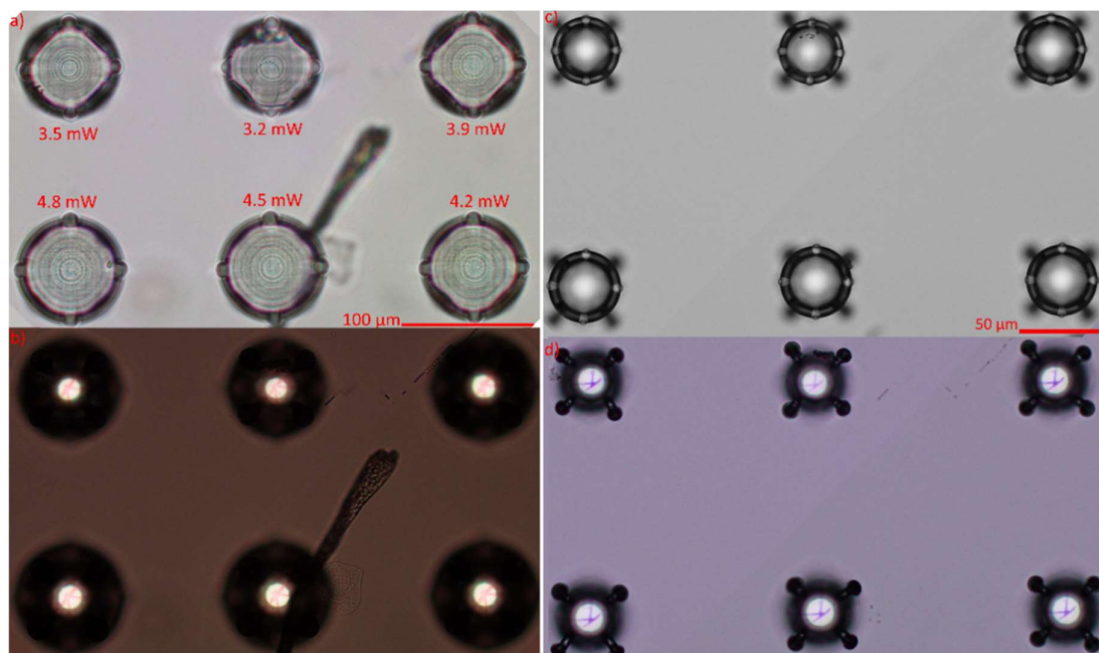
**47 pav.** Kalcinacijos kėlimo laiko įtaką darinio skaidrumui ir jo funkcijai (šiuo atveju – atvaizdavimui). Pateikiamas tripleto atvaizdas, gautas kalcinuojant temperatūrą iki 1100°C keliant 12, 24 ir 36h. Patamsėjimas pasireiškia storiausiose lęšio vietose, visgi tai norint tiksliai įvertinti optiniu mikroskopu reikia daryti skenavimą Z ašimi. Skaidrūs dariniai gavosi tik pasitelkiant 36h kėlimo laiką.

Naudojant piranijos tirpalą tiriamos struktūros neatlaikė kapiliarinių jėgų (48 pav.), taipogi nepadėjo ir kritinio taško džiovinimas (CPD, *Critical Point Drying*) po mirkymo izopropanolyje. Šis polimerų ėsdinimo žingsnis atveria naujas kryptis cheminės technologijos tyrimui.

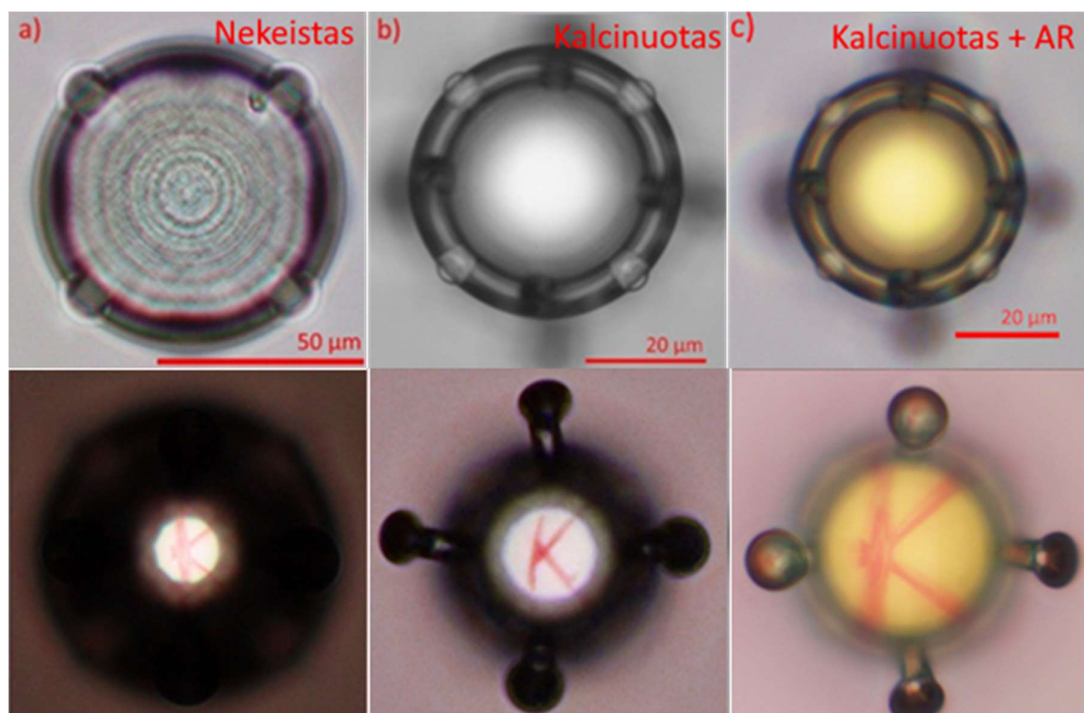


**48 pav.** Kapiliarinių jėgų ėsdinant piranijos tirpale sunaikintas darinys (tripleto).

Ištirta objektyvų masyvo, pagaminto skirtingomis lazerio galiomis, bazinė atvaizdavimo funkcija prieš ir po (49, 50 pav.) kalcinacijos. Pastebėta, jog židinio nuotolis nekalcinuotoms struktūroms praktiškai nekito didinant galią, t.y. nepriklauso nuo polimerizacijos koeficiento. Tas pats matoma ir kalcinavus. Taipogi, matomai iš 45 pav., 4,2 – 4,8 mW galia pagamintuose tripletuose nepasireiškia optinės sistemos deformacijos.

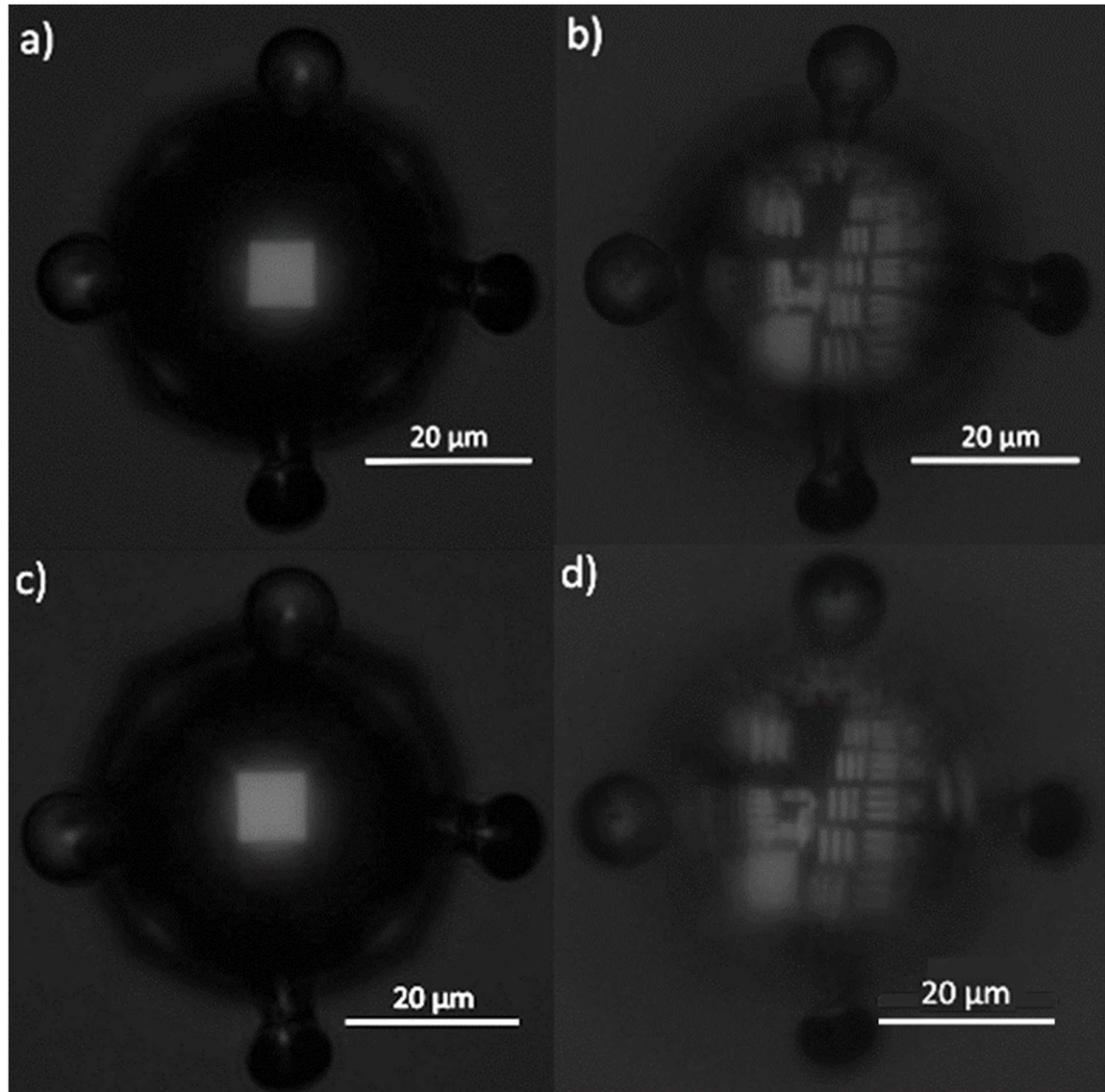


**49 pav.** Nekeistų (a, b) ir kalcinuotų (c, d) tripletų masyvai (a, c) bei jų kuriami atvaizdai (b, d). To pačio darinio SEM mikrografija kalcinavus pateikiama 45 paveiksle. Matomas optinės funkcijos išlikimas kalcinavus, net esant deformacijoms prie nedidelių (3,2 – 3,9 mW) gamybos galių. 4,2 – 4,8 mW galia pagamintuose tripletuose nepasireiškia optinės sistemos deformacijos.



**50 pav.** Nekeisto (a), kalcinuoto (b) ir kalcinuoto AR dengto (c) tripleto atvaizdavimo funkcijos bazinis įvertinimas. Funkcija išlaikoma kalcinavus ir padengus ALD, nematomos papildomos aberacijos.

Optinio charakterizavimo metodas nekeistas. Šiame etape **lyginti AR dengti ir nedengti kalcinuoti tripletai**, kadangi detalus optinės funkcijos palyginimas tarp kalcinuotų ir nekalcinuotų netenka prasmės, kai optinės sistemos išmatavimai kinta dėl traukimosi. Tirtas lęšių pralaidumas atvaizduojant kvadratinę apertūrą bei atvaizdavimo kokybės skirtumas naudojant USAF 1951 taikinį (51 pav.).



**51 pav.** Kalcinuoto nedengto (a, b) ir dengto AR danga (c, d) tripleto atvaizdavimo funkcijos palyginimas vadinant kvadratinę apertūrą bei USAF 1951 taikinį. Matomas ~16% praskaidrėjimas, nestebimos papildomos aberacijos. Pastaba: paveikslas parodytas aiškumui; nekeistas paveikslas 5 priede.

## 4 Aptarimas

Nustačius tinkamus polimerizavimo parametrus sėkmingai pagaminti įvairūs objektai (stačiakampiai gretasieniai, ritiniai, platformos, funkcionuojantys mikrolašiai. Pavyzdžiai 25 pav.) SZ2080™ pirmtake. Darinių dydis – nuo 50x50x3 iki 100x100x100  $\mu\text{m}^3$ . Kadangi dirbta netoli pažaidos ribos, pasiektas aukštas polimerizacijos laipsnis ir geras tvirtumas, leidžiantis gaminti plonas ir plačias kelių aukštų platformas nenaudojant fotoinicatoriaus. Tūrinė pažaida pasireiškėdavo retai, matavimams įtakos neturėjo; pastebėtas pažeistos srities plitimas tankiai rastruotoje objekto zonoje. Pagrindiniai gamybą ribojantys veiksniai – pirmtako lašo aukštis, lemiantis maksimalų darinio aukštį, bei staklių Z plokštumos nestabilumas, pasireiškiantis darinių atsiklijavimu nuo stikliuko. Matomas kituose darbuose iširtas 3-5% polimero susitraukimas (sutankėjimas).

Dviejų komponentų titano ir aliuminio oksidų antirefleksinė danga pilnai suderinama su stipriai polimerizuotais SZ2080™ dariniais. Nusodinus ant figūrų bei mikrolašų paviršiaus pažaida ir dangos defektai nepastebėti. Lęšių funkcija ženkliai nepakito. Vizualus ir topologijos palyginimas pateikiamas 3.1 skyriuje.

Ant darinių dengta bandomoji 300 nm storio aliuminio oksido danga – maždaug dvigubai storesnė negu AR sluoksniai. Ja siekta įvertinti SZ2080™ suderinamumą su santykinai storomis dangomis bei jų įtaką lęšių funkcijai. Nei figūrose, nei lęšiuose pažeidimai nepastebėti (vaizdas mikroskope 32 pav.), atvaizdavimo kokybė, matoma 33 pav., vizualiai nepakito. Židinio nuotolis padidėjo nežymiai – apie 10%. Židinio nuotolio pokytis pateiktas 2 lentelėje. Židinio nuotolis, įskaitant tik geometrinį lęšio pokytį, turi būti neigiamas, kadangi nusodinus sluoksnį lęšis storėja. Pastebėtas atvirkštinis efektas, kurį galėjo lemti lūžio rodiklio pokytis, sukeltas dangos difuzijos arba darinio deformacijos.

Tiriant plokščių darinių pralaidumą prieš ir po AR dangos nusodinimo stebėtas ženklus praskaidrėjimas. Nors danga pritaikyta 633 nm lazerio spinduliutei, praskaidrėjimą matome ir plataus spektro 665 nm LED apšvietimui. Vieno SZ2080™ sluoksnio vidutinis pralaidumas sudėtingiems dariniams (platformoms) pralaidumas siekė 99,9% paviršiumi, tai matoma ir 3 sluoksnių (7 paviršių) platformose. Pralaidumo matavimo rezultatai pateikiami 3 lentelėje, vaizdas – 35 - 36 paveiksluose. Verta pabrėžti, kad nedengti SZ2080™ dariniai, stebimi staklėse, savo optinėmis savybėmis praktiškai nesiskyrė nuo stiklo.

Singletinius 100  $\mu\text{m}$  lęšius padengus AR danga pastebėtas apytikslis 3,7% praskaidrėjimas raudonos šviesos spektro dalyje (38 pav., 4 lentelė) atitinka teorinį modelį bei dangos skaidrumo zoną. Lęšių atvaizdavimo funkcijai danga įtakos nedaro, papildomų aberacijų nepastebėta. Matomas didesnis kontrastas tarp tamsiausios ir ryškiausios zonos (39 pav.).

Optimizuoti, pagaminti ir sėkmingai praskaidrinti  $75 \times 75 \times 60 \mu\text{m}^3$  dydžio funkciniai tripletai. Optimalus rezultatas pasiekiamas teisingai parinkus gamybos darbinį langą ir greitį – per maža galia lemia struktūrų nestabilumą ir deformacijas, per didelė – lęšių skilimą ir tūrinę pažaidą. Pasiektas atkartojamumas leidžia statistškai tiksliau lyginti dengtus ir nedengtus mėginius. Mažo kreivumo radiuso tripletai skirti testuoti dangos suderinamumą su dalinai uždengtomis struktūromis bei plonais mažo kreivumo radiuso lęšiais – santykinai sudėtinga geometrija kokybiškam dangos nusodinimui. Mikroskopu stebint kvadratinę apertūrą matomas iki 7,42% santykinis vidutinis praskaidrėjimas (5 lentelė), lyginant ryškiausias USAF 1951 atvaizdo dalis (dengto ir nedengto bandinio pažymėtos linijos palyginimas 44 pav.) – apie 10%. Stebimą mažesnę nei platformose pralaidumo pokytį lėmė matavimo, atlikto optiniu mikroskopu, apribojimai. Dangos defektai nepastebėti, kadangi blogai padengta zona turėtų ženkliai sustiprintą atspindį. AR danga taip pat neįnešė papildomų aberacijų, matomas geresnis kontrastas tarp ryškiausių ir tamsiausių zonų (44 pav.). Formaliai ištestuota tripleto raiška naudojant staklių mikroskopą (43 pav.) – matomi taikinyje mažiausi turimi 5 grupės 6 elementai (57 linijos/mm).

Galiausiai, sukurtas traukimuisi kalcinavimo metu prekompensuotas  $75 \times 75 \times 80 \mu\text{m}^3$  dydžio tripleto modelis (45 pav.). Optimizuotas kalcinavimo ciklas iš SZ2080™ leido pagaminti storus ( $>5 \mu\text{m}$  pasitelkiant 36h temperatūros kėlimą) skaidrius silicio-cirkonio stiklo mikrodarinius (45, 49, 50 pav.), patiriančius minimalias deformacijas kalcinacijos metu dėl patobulintos atramų sistemos. Iširtas AR dangos tinkamumas šiems dariniams – stebimas apie 16% ryškesnis apertūros atvaizdas optiniame mikroskope, taipogi nepasireiškia papildomi vaizdinimo defektai atvaizduojant USAF 1951 taikinį (51 pav.).

Ankstesni tyrimai [35] parodė, kad ALD AR dangos gerai funkcionuoja ant  $500 \mu\text{m}$  elės kompleksinių mikrooptinių elementų. Gautas 96,3% (prieš skaidrinimą – 73,6%) trijų sluoksnių darinio pralaidumas bei užregistruotas santykinai 20% didesnis pro lęšių dupletą praėjęs šviesos srautas. Naudotas Nanoscribe IP-S polimeras. Geresnius SZ2080™ rezultatus galėjo lemti mažesnė savoji polimero sugertis bei plonų sluoksnių naudojimas.



## ***5 Išvados***

1. Daugiafotoninė lazerinė litografija pasitelkiant femtosekundinį osciliatorių tinka atkartojamai 100  $\mu\text{m}$  eilės funkcinių paprastų (lęšių) ir sudėtinių (daugiasluoksnių platformų ir tripletinių objektyvų) gamybai iš SZ2080<sup>TM</sup> polimero nenaudojant fotoinicatoriaus.
2. 5  $\mu\text{m}$  storio SZ2080<sup>TM</sup> darinių kalcinacija 1100 °C temperatūroje pasitelkiant ilgesnį temperatūros kėlimo laiką (36h) tinkama skaidrios optikos gamybai.
3. Tinkamai kompensuoto modelio polimerinių mikrooptinių elementų kalcinacija leidžia paversti juos į silicio-cirkonio stiklą išlaikant optinę funkciją.
4. Žemos substrato temperatūros (60°C) ALD dengta 134 nm aliuminio ir titano oksidų antirefleksinė danga pilnai suderinama su sudėtiniais SZ2080<sup>TM</sup> dariniais, pasižyminčiais technologiškai sudėtinga geometrija – <10  $\mu\text{m}$  tarpais, 5  $\mu\text{m}$  sluoksnio storiais bei uždengtomis ertmėmis.
5. Tirta AR danga ženkliai praskaidrina polimerinius ir stikliškus darinius išlaikant optinę funkciją ir nesukeliant vaizdavimo defektų. Pasiektas optinis pralaidumas atitinka dangos teorinį modelį - iki 99,9% vienam plokščių platformų paviršiui. Sudėtinio polimerinio ir kalcinuoto objektyvo atveju matomas santykinis praskaidrėjimas, siekiantis 16% matuojant optiniu mikroskopu.

## LITERATŪROS SĄRAŠAS

- [1] Suleski, T. J., & Kolste, R. D. T. (2005). Fabrication trends for free-space microoptics. *Journal of Lightwave Technology*, 23(2), 633–646. <https://doi.org/10.1109/jlt.2004.842302>
- [2] *Applications*. Applications | SUSS MicroOptics. (n.d.). Gauta 2022-06-13 iš <https://www.suss-microoptics.com/en/applications>
- [3] Gronenborn, S., Miller, M., Heusler, G., & Mönch, H. (2012). Optical components and optical systems for VCSEL diode laser systems. *Advanced Optical Technologies*, 1(5). <https://doi.org/10.1515/aot-2012-0047>
- [4] Paschotta, D. R. (2022, May 20). *Micro-optics*. , explained by RP Photonics Encyclopedia; miniature components, fabrication techniques, optical materials, performance limitations, handling. Gauta 2022-06-13 iš [https://www.rp-photonics.com/micro\\_optics.html](https://www.rp-photonics.com/micro_optics.html)
- [5] Hong, Z., Ye, P., Loy, D. A., & Liang, R. (2021). Three-dimensional printing of glass micro-optics. *Optica*, 8(6), 904. <https://doi.org/10.1364/optica.422955>
- [6] Jeong, H. Y., Lee, E., An, S.-C., Lim, Y., & Jun, Y. C. (2020). 3D and 4D printing for optics and Metaphotonics. *Nanophotonics*, 9(5), 1139–1160. <https://doi.org/10.1515/nanoph-2019-0483>
- [7] Google. (n.d.). *µs4575330A - apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography*. Google Patents. Gauta 2022-06-13 iš <https://patents.google.com/patent/US4575330A/en>
- [8] *SLA 3D printing materials compared*. Hubs. (n.d.). Gauta 2022-06-13 iš <https://www.hubs.com/knowledge-base/sla-3d-printing-materials-compared/>
- [9] *3D printing in the Micro Scale*. 3D Insider. (2021, June 25). Gauta 2022-06-13 iš <https://3dinsider.com/3d-printing-micro-scale/>
- [10] *FDM vs SLA - 3D printing process breakdown*. Markforged. (n.d.). Gauta 2022-06-13 iš <https://markforged.com/resources/blog/fdm-vs-sla>
- [11] *Sla vs DLP: The differences – simply explained*. All3DP. (2019, October 21). Gauta 2022-06-13 iš <https://all3dp.com/2/dlp-vs-sla-3d-printing-technologies-shootout/>
- [12] Deubel, M., von Freymann, G., Wegener, M., Pereira, S., Busch, K., & Soukoulis, C. M. (2004). Direct laser writing of three-dimensional photonic-crystal templates for telecommunications. *Nature Materials*, 3(7), 444–447. <https://doi.org/10.1038/nmat1155>
- [13] Gailevičius, D., Padolskytė, V., Mikoliūnaitė, L., Šakirzanovas, S., Juodkakis, S., & Malinauskas, M. (2019). Additive-manufacturing of 3D glass-ceramics down to nanoscale resolution. *Nanoscale Horizons*, 4(3), 647–651. <https://doi.org/10.1039/c8nh00293b>
- [14] *Nanoscribe GmbH*. Gauta 2022-06-13 iš <https://www.nanoscribe.com/en/>



- [15] Selimis, A., Mironov, V., & Farsari, M. (2015). Direct laser writing: Principles and materials for scaffold 3D printing. *Microelectronic Engineering*, 132, 83–89. <https://doi.org/10.1016/j.mee.2014.10.001>
- [16] Baldacchini, Tommaso. *Three-Dimensional Microfabrication Using Two-Photon Polymerization—Fundamentals, Technology, and Applications*. 1st ed. (Elsevier Science Publishing Co, 2015)
- [17] Vaidya, N., & Solgaard, O. (2018). 3D printed optics with nanometer scale surface roughness. *Microsystems & Nanoengineering*, 4(1). <https://doi.org/10.1038/s41378-018-0015-4>
- [18] Duc Nguyen, H. H., Hollenbach, U., Ostrzinski, U., Pfeiffer, K., Hengsbach, S., & Mohr, J. (2016). Freeform three-dimensional embedded polymer waveguides enabled by external-diffusion assisted two-photon lithography. *Applied Optics*, 55(8), 1906. <https://doi.org/10.1364/ao.55.001906>
- [19] Malinauskas, M., Žukauskas, A., Belazaras, K., Tikuišis, K., Purlys, V., Gadonas, R., & Piskarskas, A. (2012). Laser fabrication of various polymer microoptical components. *The European Physical Journal Applied Physics*, 58(2), 20501. <https://doi.org/10.1051/epjap/2012110475>
- [20] Gissibl, T., Thiele, S., Herkommer, A., & Giessen, H. (2016). Two-photon direct laser writing of ultracompact multi-lens objectives. *Nature Photonics*, 10(8), 554–560. <https://doi.org/10.1038/nphoton.2016.121>
- [21] Jonušauskas, L., Gailevičius, D., Mikoliūnaitė, L., Sakalauskas, D., Šakirzanovas, S., Juodkazis, S., & Malinauskas, M. (2017). Optically clear and resilient free-form  $\mu$ -optics 3D-printed via Ultrafast Laser Lithography. *Materials*, 10(1), 12. <https://doi.org/10.3390/ma10010012>
- [22] Ovsianikov, A., Shizhou, X., Farsari, M., Vamvakaki, M., Fotakis, C., & Chichkov, B. N. (2009). Shrinkage of microstructures produced by two-photon polymerization of ZR-based hybrid photosensitive materials. *Optics Express*, 17(4), 2143. <https://doi.org/10.1364/oe.17.002143>
- [23] Skarmoutsou, A., Lolas, G., Charitidis, C. A., Chatzinikolaidou, M., Vamvakaki, M., & Farsari, M. (2013). Nanomechanical properties of hybrid coatings for bone tissue engineering. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 25, 48–62. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2013.05.003>
- [24] Malinauskas, M., Baltriukiene, D., Kraniauskas, A., Danilevicius, P., Jarasiene, R., Sirmenis, R., Zukauskas, A., Balciunas, E., Purlys, V., Gadonas, R., Bukelskiene, V., Sirvydis, V., & Piskarskas, A. (2012). In vitro and in vivo biocompatibility study on Laser 3D microstructurable polymers. *Applied Physics A*, 108(3), 751–759. <https://doi.org/10.1007/s00339-012-6965-8>

- [25] Gailevičius, D., Padolskytė, V., Mikoliūnaitė, L., Šakirzanovas, S., Juodkazis, S., & Malinauskas, M. (2019). Additive-manufacturing of 3D glass-ceramics down to nanoscale resolution. *Nanoscale Horizons*, 4(3), 647–651. <https://doi.org/10.1039/c8nh00293b>
- [26] *Design and fabrication of 3D printed micro-optics*. Design and fabrication of 3D printed micro-optics | Institute of Applied Optics | University of Stuttgart. (n.d.). Gauta 2022-06-13 iš <https://www.ito.uni-stuttgart.de/en/research/group-ods/3Dmikrooptik/>
- [27] Porte, X., Dinc, N. U., Moughames, J., Panusa, G., Juliano, C., Kadic, M., Moser, C., Brunner, D., & Psaltis, D. (2021). Direct (3+1)d laser writing of graded-index optical elements. *Optica*, 8(10), 1281. <https://doi.org/10.1364/optica.433475>
- [28] Ahmed, A., Arya, S., Gupta, V., Furukawa, H., & Khosla, A. (2021). 4D printing: Fundamentals, materials, applications and challenges. *Polymer*, 228, 123926. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2021.123926>
- [29] Szukalski, A., Uttiya, S., D'ELia, F., Portone, A., Pisignano, D., Persano, L., & Camposeo, A. (2019). 3D photo-responsive optical devices manufactured by Advanced Printing Technologies. *Organic Photonic Materials and Devices XXI*. <https://doi.org/10.1117/12.2512039>
- [30] Nocentini, S., Riboli, F., Burresti, M., Martella, D., Parmeggiani, C., & Wiersma, D. S. (2018). Three-dimensional photonic circuits in rigid and soft polymers tunable by light. *ACS Photonics*, 5(8), 3222–3230. <https://doi.org/10.1021/acsphotonics.8b00461>
- [31] *High-performance micro-optic components - teledyne-si.com*. (n.d.). Iš <http://www.teledyne-si.com/products/Documents/2017-Microlens-Brochure-3%20FINAL.pdf>
- [32] *How to specify a Microlens array*. Holographix LLC. Gauta 2022-06-13 iš <https://holographix.com/how-to-specify-a-microlens-array/>
- [33] Fused silica Microlens arrays. (n.d.). Gauta 2022-06-13 iš [https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup\\_id=2861](https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=2861)
- [34] PMMA Microlens arrays. (n.d.). Gauta 2022-06-13 iš [https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup\\_id=14638&pn=MLA1M](https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=14638&pn=MLA1M)
- [35] Ristok, S., Flad, P., & Giessen, H. (2022). Atomic layer deposition of conformal anti-reflective coatings on complex 3D printed micro-optical systems. *Optical Materials Express*, 12(5), 2063. <https://doi.org/10.1364/ome.454475>
- [36] Paul, P., Pfeiffer, K., & Szeghalmi, A. (2020). Antireflection coating on PMMA substrates by atomic layer deposition. *Coatings*, 10(1), 64. <https://doi.org/10.3390/coatings10010064>
- [37] Pfeiffer, K., Schulz, U., Tünnermann, A., & Szeghalmi, A. (2017). Antireflection coatings for strongly curved glass lenses by atomic layer deposition. *Coatings*, 7(8), 118. <https://doi.org/10.3390/coatings7080118>

- [38] Wu, J., Zhang, L., Li, Y., Zhang, Y., Yang, B., & Fu, Y. (2019). A microlens super-surface film with regular graded circular hole-like subwavelength structures for highly focusing strength. *Coatings*, 9(12), 776. <https://doi.org/10.3390/coatings9120776>
- [39] *Nanoscribe photoresins specifically designed for two-photon polymerization*. Nanoscribe photoresins specifically designed for Two-Photon Polymerization | Nanoscribe. (n.d.). Gauta 2022-06-13 iš <https://www.nanoscribe.com/en/products/ip-photoresins#tab-15624>
- [40] Varapnickas, S., & Malinauskas, M. (2020). Processes of laser direct writing 3D nanolithography. *Handbook of Laser Micro- and Nano-Engineering*, 1–31. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-69537-2\\_32-1](https://doi.org/10.1007/978-3-319-69537-2_32-1)
- [41] *Laser nanofactory*. Femtika. (n.d.). Gauta 2022-06-13 iš <https://www.femtika.com/nanofactory/>
- [42] *Olympus IX73 instructions - page 13*. Olympus IX73 Instructions Download - Page 13. (n.d.). Iš from <https://www.rsmanuals.com/5048/olympus-ix73/page-13/>
- [43] *Hitachi tabletop Skenuojantis Elektroninis mikroskopas TM-1000*. Vilniaus universitetas. (n.d.). Gauta 2022-06-13 iš <https://www.vu.lt/verslui/207-verslui/iranga/6365-hitachi-tabletop-skenuojantis-elektroninis-mikroskopas-tm-1000>
- [44] Jones, Anthony C., and Michael L. Hitchman. *Chemical Vapour Deposition: Precursors, Processes and Applications* (Royal Society of Chemistry, 2009)
- [45] Gonzalez-Hernandez, D., Varapnickas, S., Merkininkaitė, G., Čiburys, A., Gailevičius, D., Šakirzanovas, S., Juodkasis, S., & Malinauskas, M. (2021). Laser 3D printing of inorganic free-form micro-optics. *Photonics*, 8(12), 577. <https://doi.org/10.3390/photonics8120577>
- [46] Gailevičius, D., Zvirblis, R., Galvanauskas, K., Bataviciute, G., & Malinauskas, M. (2023). Calcination-enhanced laser-induced damage threshold of 3D micro-optics made with laser multi-photon lithography. *Photonics*, 10(5), 597. <https://doi.org/10.3390/photonics10050597>
- [47] Merkinaite, G.; Gailevičius, D.; Staišius, L.; Ezerskyte, E.; Vargalis, R.; Malinauskas, M.; Sakirzanovas, S. (2023) Additive Manufacturing of Extremely Hard SiOC Ceramic 3D Micro-Structures. *Advanced Engineering Materials* (spaudoje).
- [48] *OpenSCAD*. The Programmers Solid 3D CAD Modeller. (n.d.). Gauta 2023-05-20 iš <https://openscad.org/>

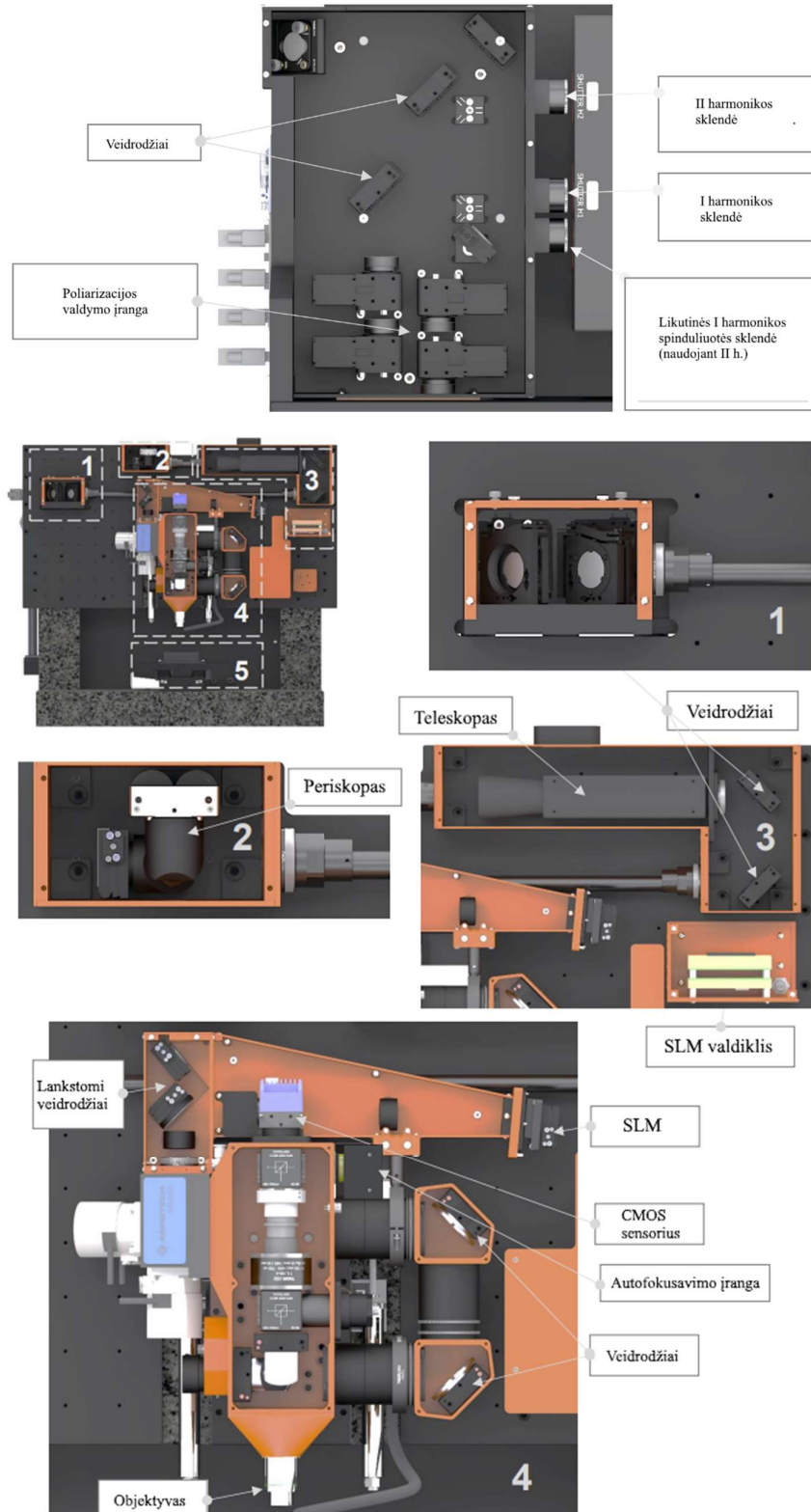
## ***Padėka***

Nuoširdžiai dėkoju Darijai Astrauskytei (FTMC) – už ALD vykdymą, informaciją apie šį procesą bei dangų charakteristiką; Rokui Žvirbliui (LTC) – už asferinio lęšio optimizavimą; Gretai Merkinaitei (ChGF) – už darinių esdinimą piranijos tirpalu ir informaciją kalcinacijos tema.

## Priedai

### 1 priedas. Femtika Nanofactory detali schema.

Adaptuota pagal įrenginio aprašą. Viršuje: lazerio išėjimo; apačioje: darbinės erdvės vaizdas



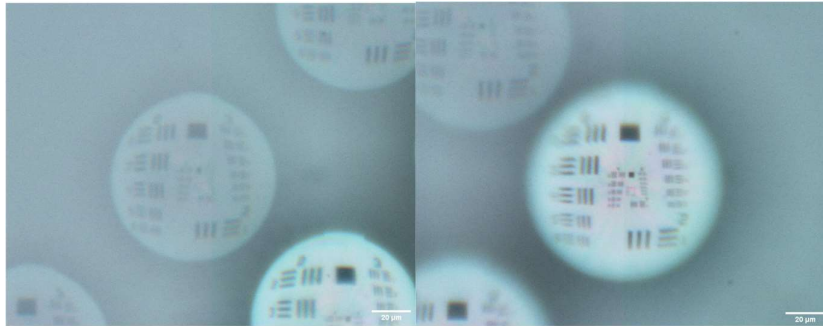
## 2 priedas. Įvairių objektų atvaizdai stebint optiniu mikroskopu.

Pateikiami Siemens žvaigždės, spausdinto ir žymėto ant stikliuko USAF 1951 bei markeriu žymėto stiklo atvaizdai stebint  $F=200\ \mu\text{m}$ ;  $D=50$  ir  $100\ \mu\text{m}$  asferiniais mikrolęšiais.

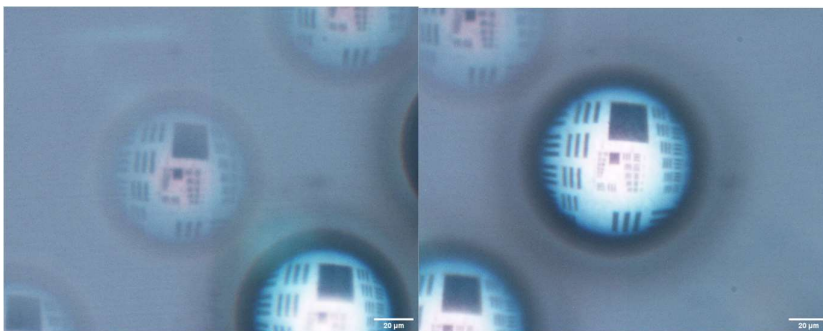
$D=50\ \mu\text{m}$

$D=100\ \mu\text{m}$

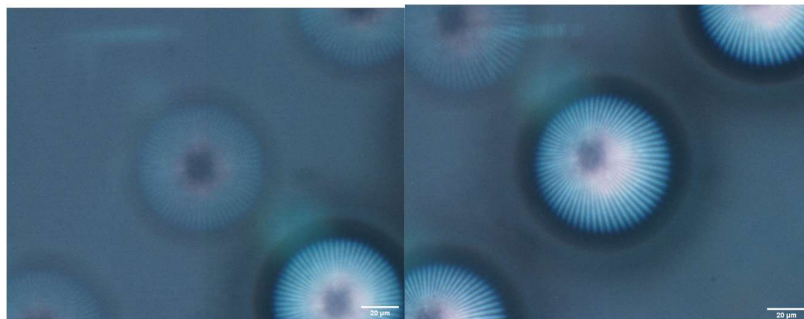
USAF 1951 ant stiklo:



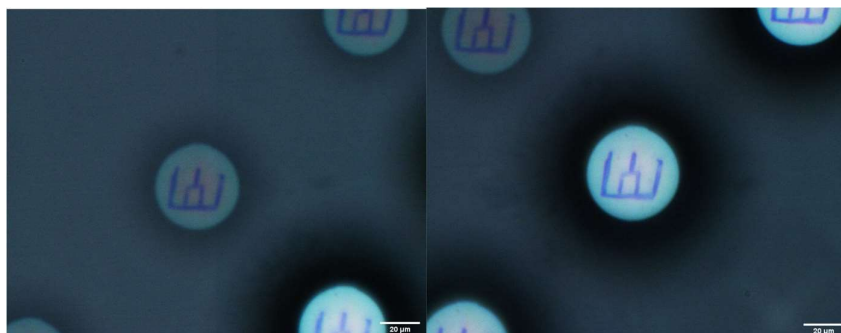
USAF 1951 spausdintas:



Siemens žvaigždė spausdinta:

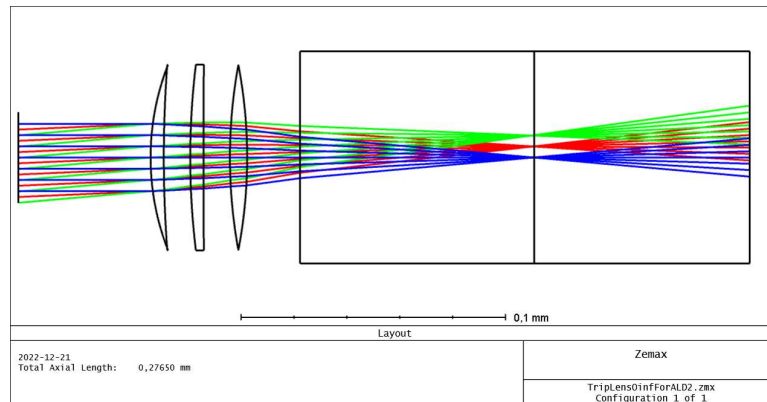


Markeris:

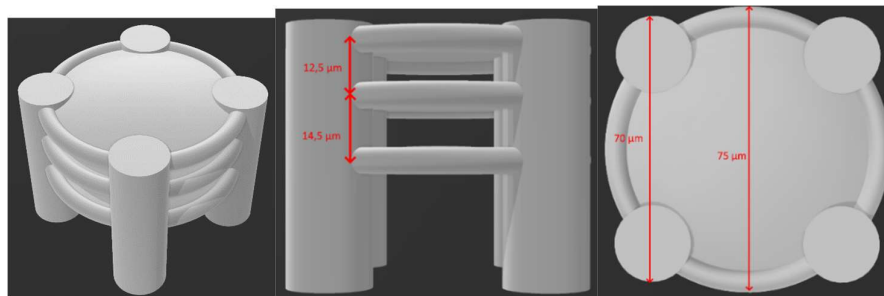


### 3 priedas. Alternatyvus tripleto modelis

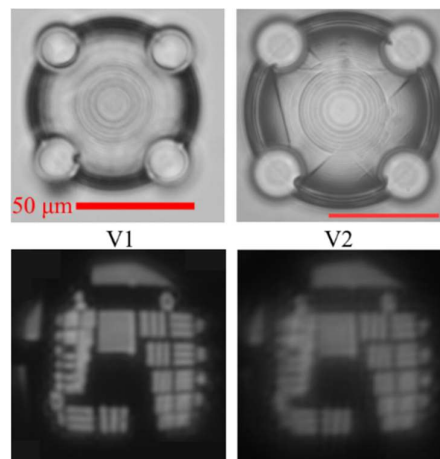
Antrojo modelio atvaizdavimo kokybės skirtumą galėjo lemti didesni kreivumo radiusai. Kadangi optinė sistema pagaminta iš santykinai minkšto (mažo polimerizacijos laipsnio) polimero, plokštesnių struktūrų (lyginant su išgaubtomis pirmame modelyje) deformacija trakimosi metu galimai turi daugiau įtakos spindulių optiniam keliui. Taipogi stebimas antrojo tripleto lęšių skilimas nepriklausomai nuo darbinės galios, pirmojo atveju pasireiškiantis tik prie didesnės galios. Pirmojo atveju deformacija dėl traukimosi galimai kompensuojama didesniu lęšių išgaubtumu, išvengiant skilimo.



Antroasis tripleto optinis dizainas



CAD modelis su išmatavimais.

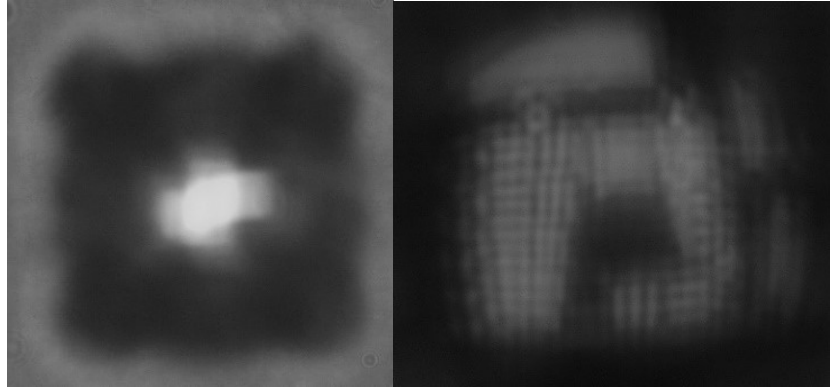


Pirmojo (V1) ir antrojo (V2) tripletų bei jų kuriamų atvaizdų palyginimas optiniu mikroskopu. Matoma V2 lęšių skilimas bei atvaizdavimo kokybės pablogėjimas.



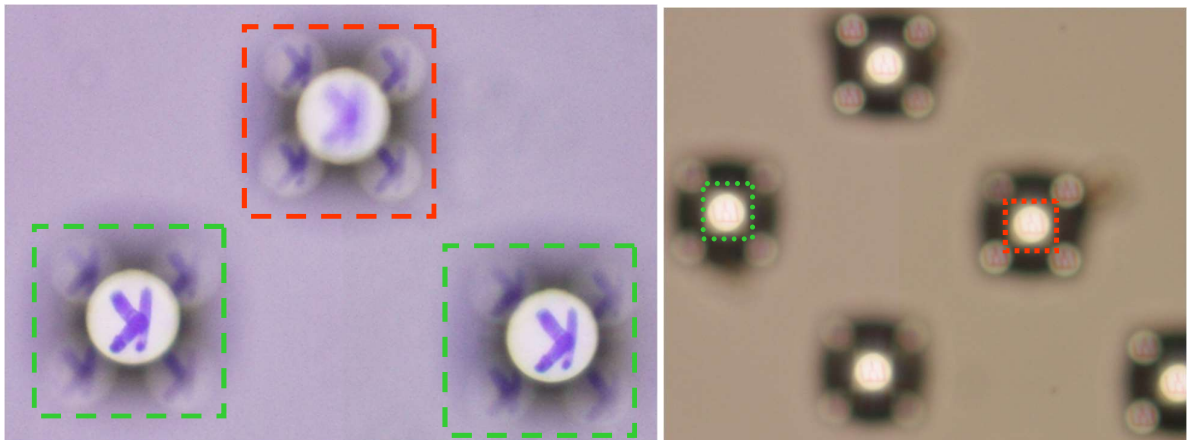
## 4 priedas. Tripletų gamybos bei optiniai defektai.

Tūrinė pažaida paprastai pasireiškia tankiai raštuotose darinio vietose ir turi tendenciją plisti. Lęšio įtrūkimai atsiranda ryškinant didesne galia pagamintus elementus. Fokuso poslinkį ir astigmatizmą lemia deformacijos, atsirandančios gaminat per maža galia dėl nepakankamo polimerizacijos laipsnio. Visi šie veiksniai mažina atkartojamumą, dėl to reikalauja gamybos optimizavimo statistiškai patikimesniam AR dangos tinkamumo įvertinimui.

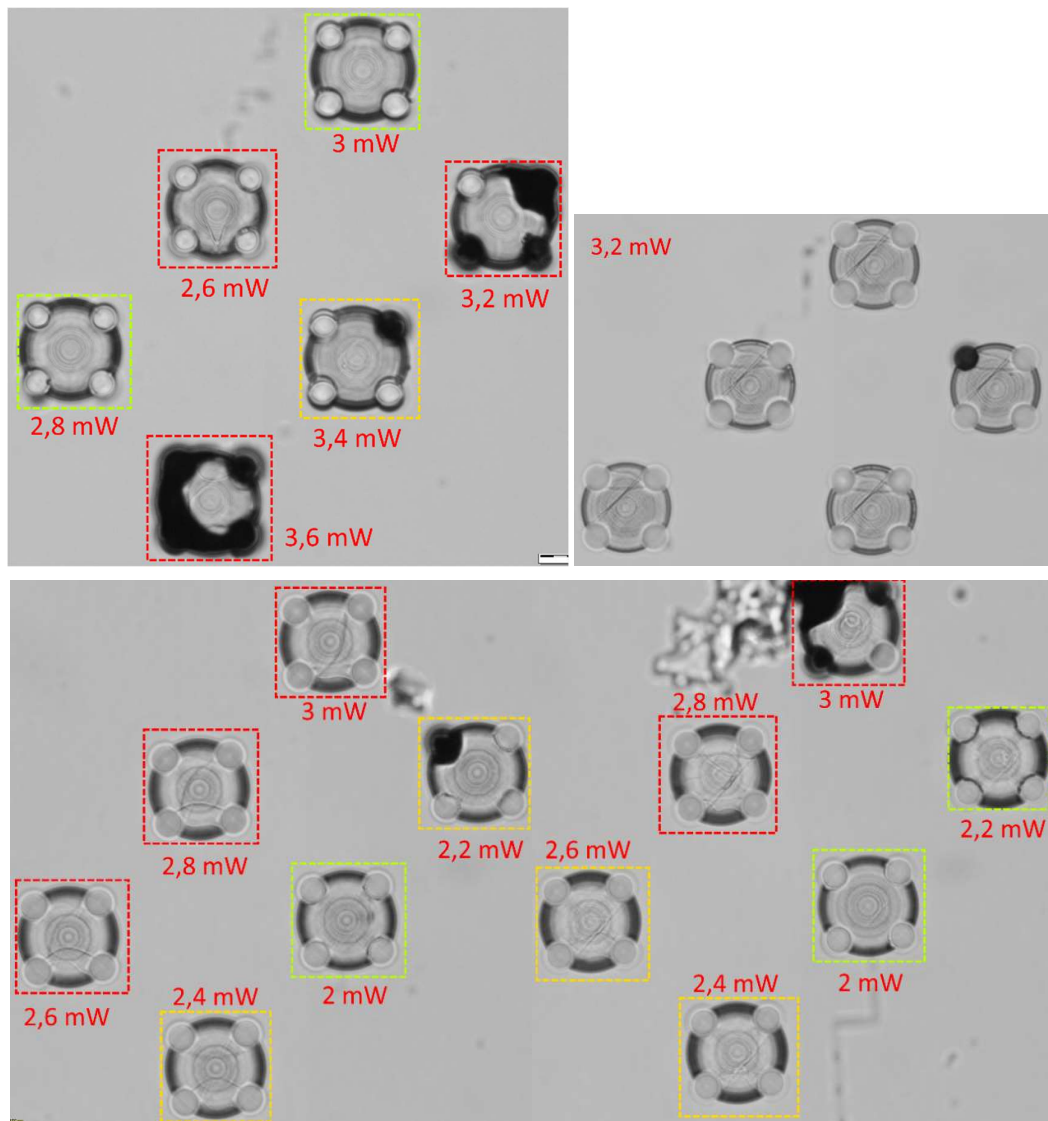


Astigmatizmo sukeltas vaizdinimo defektas. Kairėje – atvaizduojant kvadratinę apertūrą; dešinėje – USAF 1951 taikinį.

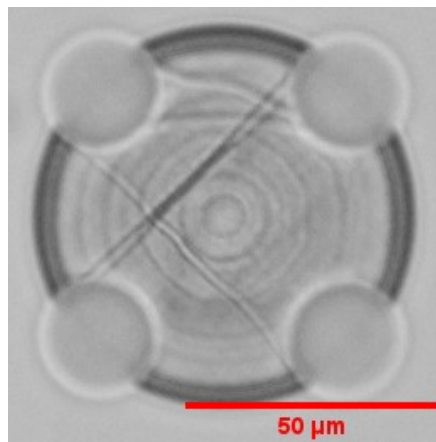
Astigmatizmas matomas optiniu mikroskopu keičiant atvaizduojamą plokštumą.



Kairėje - lęšių židinio plokštumos poslinkio sukeltas defokusas; dešinėje - nevienodo ryškumo atvaizdai. Žaliai pažymėti tinkami tolesniems tyrimams; raudonai – netinkami.

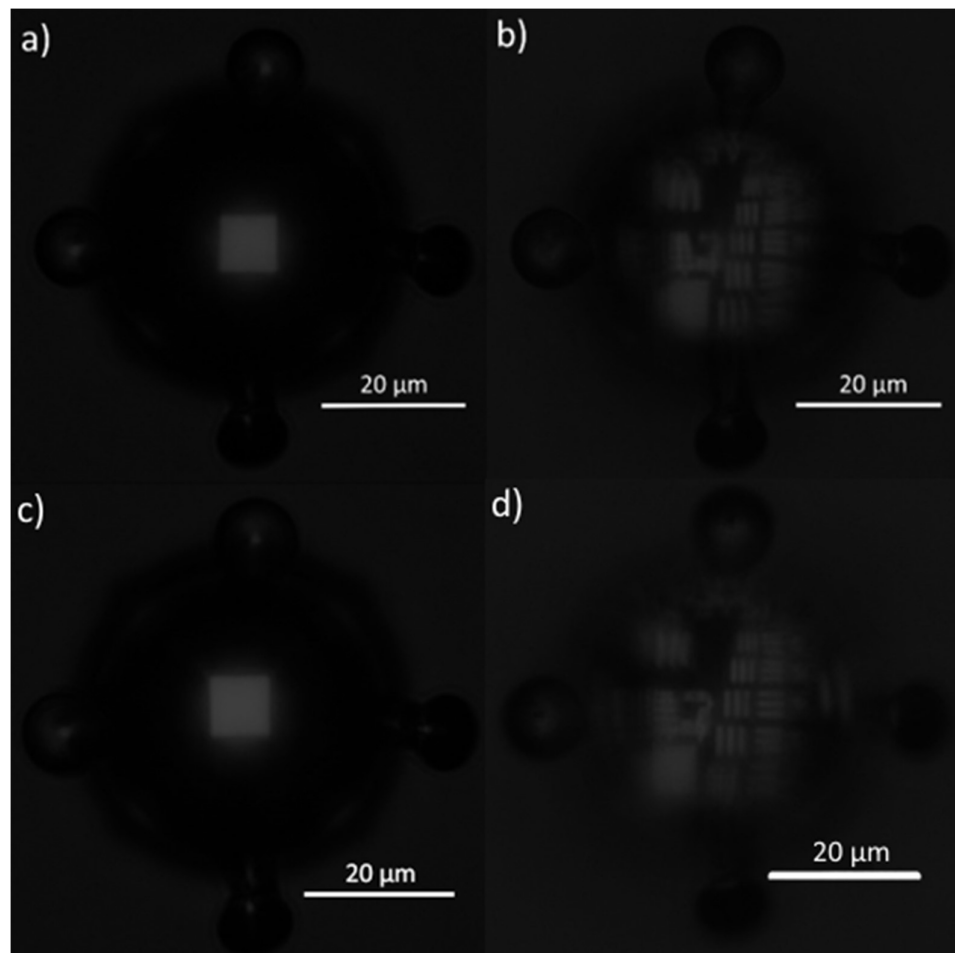


Trijų mėginių defektai ties skirtinga lazerio galia – matoma tūrinė pažeida (juodos išplitusios zonos) ir lęšių skilimas ties didesnėmis galiomis. Žaliai pažymėti – tinkami charakterizavimui; geltonai – neidealūs; raudonai - netinkami.



Traukimosi metu (ryškinant ir džiuinant) skilęs lęšis.

**5 priedas. Nekeistas AR dengto ir nedengto kalcinuoto tripleto  
kuriamas atvaizdas**



## *Summary*

Karolis Galvanauskas

### HIGH-TRANSPARENCY 3D MICRO-OPTICAL COMPONENTS MANUFACTURED BY COMBINING MULTIPHOTON LITHOGRAPHY, CALCINATION AND ATOMIC LAYER DEPOSITION TECHNIQUES

Laser Direct Writing (LDW) allows for the fabrication of complex free-form structures, particularly advantageous in micro-optic applications when used in conjunction with high-performance polymers, such as SZ2080™. Heat treatment at high temperatures (calcination) of such hybrid organic-inorganic polymers produces highly resilient clear inorganic glass structures with homogeneous shrinkage, particularly useful in high-intensity applications. Nonetheless, high-complexity and integrated micro-optical elements often manifest multiple interfaces, resulting in increased Fresnel reflection losses. While conventional physical vapor deposition processes are usually employed in the manufacture of high-precision optics, such methods are incapable of producing uniform coatings on micrometer scale complex free-form structures. Atomic Layer Deposition (ALD) is an alternative highly flexible coating process, able to coat intricate geometries down to nano-scale.

This work investigates the use of LDW in conjunction with calcination and ALD in the production of highly efficient anti-reflective (AR) coated functional free-form sub-100 μm micro-optic elements - polymer singlet lenses, multi-layer platforms and triplet objectives, as well as shrinkage - adjusted triplets, which were successfully heat treated into silica-zirconia glass. Production was followed by optical quantitative and qualitative analysis.

Calcinated SZ2080™ - derived glass micro-optical elements retained clarity and optical function. Low-temperature deposition of aluminum oxide and titanium oxide AR coating proved to be compatible with SZ2080™ polymer and calcinated glass structures, as no loss of optical function was observed. In addition, a substantial increase in transmittance, up to 99.9% per interface, is seen.