

Vilniaus Universitetas  
Fizikos fakultetas  
Lazerinių tyrimų centras

**JONAPLUOŠČIO DULKINIMO METODU SUFORMUOTŲ PLONASLUOKSNIŲ SKAIDRINANČIŲ DANGŲ  
SUGERTIES CHARAKTERISTIKŲ IR JŲ ĮTAKOS OPTINIŲ KOMPONENTŲ SAVYBĖMS TYRIMAS**

Magistratūros studijų baigiamasis darbas  
Lazerinės technologijos studijų programa

Studentas

Vaida Grašytė

Darbo vadovas

dr. Simonas Kičas

Centro direktorius

dr. Dalia Kaškelytė

Recenzentas

dr. Tomas Tolenis

Vilnius 2023

# Turinys

Įvadas .....	3
1 Sugerties mechanizmai plonasluoksnėse dangose .....	4
3 Cheminis-mechaninis poliravimas ir Bilbio sluoksnio formavimasis .....	5
4 Sugerties ir atsparumo lazerinei spinduliuotei sąryšis .....	5
5 Padėklų ėsdinimo technologijos.....	8
6 Plonasluoksnių dangų morfologinės savybės.....	10
7 Nusodinimo aukštose temperatūrose poveikis dangų savybėms.....	11
8 Tyrimo metodai .....	13
8.1 Bandinių paruošimas .....	13
8.2 Bandinių ėsdinimas rūgšties ir reduktoriaus tirpale.....	14
8.3 Jonapluoštis dulkinimas .....	14
8.4 Spektriniai matavimai ir jų apdorojimas Optilayer programiniu paketu .....	15
8.5 Sugerties matavimas fototerminės interferometrijos metodu.....	16
8.6 Sugerties matavimas lazeriu indukuoto nukreipimo metodu.....	18
8.7 Lazerinio pažeidimo slenksčio matavimas .....	18
8.8 Paviršiaus šiurkštumo matavimas atominių jėgų mikroskopu.....	20
8.9 Dangų atkaitinimas.....	21
8.10 Dangų nusodinimas aukštose temperatūrose .....	21
8.11 Įtempių įvertinimas .....	22
9 Tyrimų rezultatai .....	23
9.1 Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> dangų tyrimas.....	23
9.2 Skaidrinančių dangų UV diapazone tyrimas.....	31
10 Rezultatų aptarimas .....	37
Rezultatai ir išvados.....	41
Literatūra.....	42
Summary .....	44

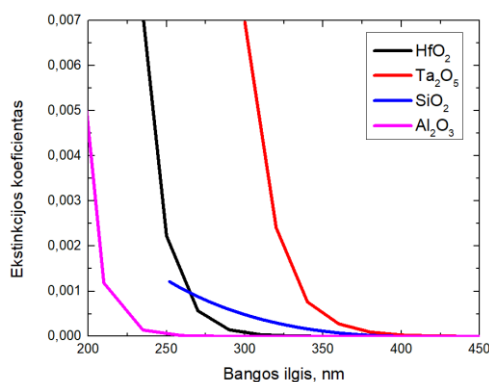
## Įvadas

Lazeriniams taikymams gaminami optiniai elementai turi pasižymėti kuo didesniu atsparumu lazerinei spinduliuotei [1]. Elementų patvarumas nustatomas įvairiais lazerinio pažeidimo slenksčio matavimo būdais, tačiau visi naudojami metodai yra destruktyvūs. Atlikta daug tyrimų, kurių metu nustatyta, jog lazerinė pažaida sukeliama įvairių sugerties mechanizmų. Siekiant pagaminti atsparius, mažai sugertimi pasižyminčius optinius elementus, pirmas žingsnis yra medžiagos pasirinkimas. Dažniausiai optiniams elementams naudojami metalų oksidai pasižymi specifiniu pralaidumo langu – tai yra spektrinis diapazonas, kuriame didžioji dalis šviesos yra praleidžiama, ir tik nedidelė dalis išsklaidoma ar sugerama. Net jei visos medžiagos yra pralaidžios spinduliuotės bangos ilgiui, dalis šviesos bus sugerama dėl netobulos medžiagų sudėties bei stochiometrijos [2]. Priemaišiniai bei struktūriniai defektai dangoje ar padėkle inicijuoja lazerinę pažaidą ir smarkiai sumažina elemento atsparumą [3, 4]. Šio darbo metu bus tiriamos Jonapluoščio dulkinimo metodu suformuotų plonasluoksnių skaidrinančių dangų spektrinės savybės, sugertis, atsparumas lazerinei spinduliuotei. Tyrimas bus vykdomas formuojant IR ir UV naudojamas skaidrinančias dangas. Bus išbandomi skaidrių optinių elementų gamybos metodai: sluoksnių formavimas aukštoje temperatūroje bei padidintu padėklo sukimo greičiu, skirtingų aukšto lūžio rodiklio medžiagų panaudojimas, atkaitinimai skirtingose temperatūrose bei padėklo paviršinių defektų šalinimas cheminio išdėsinimo metodu. **Šio darbo tikslas yra įvertinti dangų atkaitinimo aukštose temperatūrose, nusodinimo aukštose temperatūrose bei skirtingų aukšto lūžio rodiklio medžiagų įtaką skaidrių optinių elementų sugerčiai, ir įvertinti sugerties koreliaciją su elementų atsparumu lazerinei spinduliuotei. Uždaviniai:**

- a) Suformuoti Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sluoksnius – standartiniais parametrais, aukštoje temperatūroje, bei aukštoje temperatūroje su padidintu padėklo sukimo greičiu – ir įvertinti jų sugerties bei kitų optinėms dangoms svarbių parametrų skirtumus;
- b) Nustačius optimalias dangų nusodinimo sąlygas suformuoti Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> skaidrinančią dangą 1064 nm bangos ilgio spinduliuotei ir ištirti elemento sugerties ir lazerinio pažeidimo slenksčio koreliaciją;
- c) Suformuoti dvi skaidrinančias dangas 355 nm bangos ilgio spinduliuotei naudojant Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ir HfO<sub>2</sub> kaip aukšto lūžio rodiklio medžiagas, ir ištirti jų sugerties ir lazerinio pažeidimo slenksčio koreliaciją.

## 1 Sugerties mechanizmai plonasluoksnėse dangose

Kiekviena dielektrinė medžiaga naudojama lazerinių optinių dangų gamybai pasižymi sugertimi ultravioletiniame spektro ruože, ši sugertis atsiranda ties dielektriko draustinės juostos kraštu [5]. Draustinės juostos kraštas apibūdina minimalią energiją reikalingą medžiagos elektronui perkelti iš valentinės į laidumo juostą. Kai tai nutinka, medžiaga iš skaidrios specifiniam bangos ilgiui tampa sugeriančia. Sugerties kraštas aktualus ne tik naudojant UV spektrinio diapazono lazerinę spinduliuotę, bet ir intensyvias regimojo bei infraraudonojo spektrinių diapazonų spinduliuotes, kadangi vyraujant didelėms spinduliuotės intensyvumo vertėms didėja daugiafotonės sugerties tikimybė. Daugiafotonės sugerties reiškinys yra žalingas, kadangi net jei pavienių fotonų energija yra daug mažesnė nei draustinių energijų tarpas, vienu metu sugeriant du ar daugiau fotonų, jų suminė energija gali viršyti kritinę energijos vertę ir taip inicijuoti sugertį, bei lazerinę pažaidą [6]. Siekiant užtikrinti aukštą dangos atsparumą lazerinei spinduliuotei, parenkamos medžiagos pasižyminčios didelėmis draustinio tarpo energijų vertėmis, tokios kaip  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{HfO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , arba fluoridai –  $\text{MgF}_2$ ,  $\text{LaF}_2$ ,  $\text{AlF}_3$  [2]. Kelių medžiagų ekstinkcijos koeficientų palyginimas pavaizduotas 1 pav.

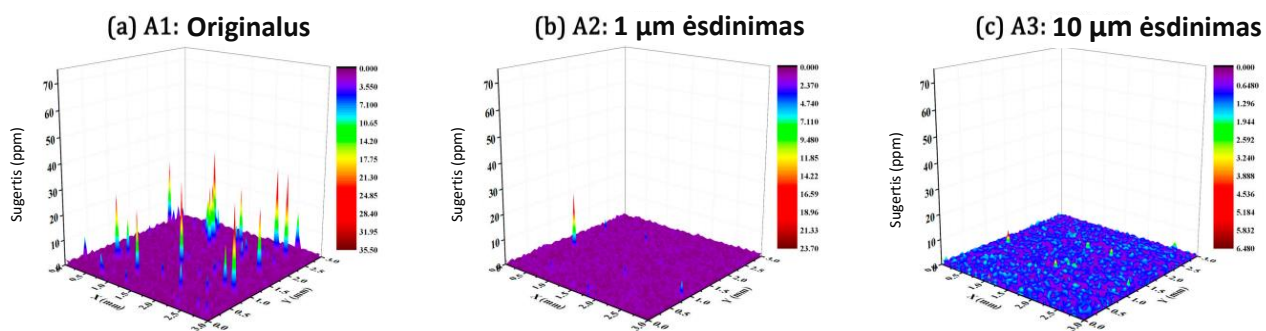


1 pav. Metalų oksidų ekstinkcijos koeficientų palyginimas [7].

Medžiagos gali sugerti ir energijas neviršijančias draustinių energijų tarpo vertės. Nedidelė, ppm eilės (angl. *parts per million*) sugertis pasireiškia dėl dangos stechiometrinių defektų, pavyzdžiui  $\text{SiO}_x$  molekulės atsirandančios  $\text{SiO}_2$  dangoje dėl nepakankamo, ar per didelio, deguonies kiekio nusodinimo metu. Analogiškai neigiamą įtaką kuria ir morfologiniai defektai, tokie kaip skylės, priemaišos, trūkiai dangoje. Šie defektai gali sugeneruoti terminę sugertį ar sukelti fokusavimo efektą – tai inicijuos pažaidą elemento paviršiuje [2].



naudojamas. Ieškant alternatyvių metodų reikia įsigilinti į fizinius procesus vykstančius lazerio spinduliui sąveikaujant su medžiaga. Defektų inicijuoto lazerinio pažeidimo metu, defektas sugeria dalį lazerio spinduliuotės, viršijus jonizacijai reikalingą sugertos energijos kiekį, sukuriama plazma. Plazma sukelia papildomą spinduliuotės sugertį, o defektas sukuria lokalų temperatūros bei slėgio didėjimą elemento paviršiuje iki kol išsivysto lazerinė pažaida. Šio proceso supratimas leidžia vystyti metodus, leidžiančius apytiksliai numatyti elemento lazerinės pažaidos slenksčio vertes ar bent jų kitimą ir tendencijas [4]. Fototerminio nuokrypio (angl. *Laser Induced Deflection, Photothermal Deflection Spectroscopy*) bei fototerminės interferometrijos (angl. *Photothermal Common Path Interferometry*) metodai paremti terminio lęšio formavimusi dėl sugertos lazerinės spinduliuotės. Fototerminio nuokrypio matavimui reikalinga didesnė lazerio galia, ir jis mažiau tikslus nei fototerminės interferometrijos matavimas. Shi et al. siekė ištirti ir statistiškai susieti fototerminės sugerties bei lazerinės pažaidos slenksčio vertes naudodami fototerminės interferometrijos matavimą 2D koordinatėse 355 nm bangos ilgiui. Grupė tyrė du chemiškai ėsdintus bandinius. Skenavimas vykdytas 3 mm × 3 mm plote, 50 μm žingsniu. Matavimų rezultatai pavaizduoti 3 pav.



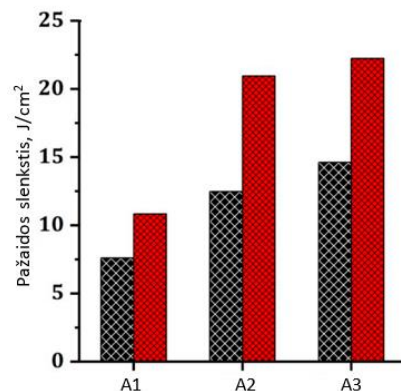
**3 pav.** Sugerties matavimas 2D koordinatėse originaliam paviršiui (A1) bei dviems ėsdintiems paviršiams (A2, A3) [4].

A1 bandinys yra originalus, be papildomo paviršiaus apdirbimo. Matome, jog paviršiuje išsidėstę daug taškų, kurių sugertis siekia net 35 ppm – kelis kart daugiau nei vidutinė. Rūgštinti ėsdintų bandinių A2 (1 μm paviršiaus nuėsdinimas) ir A3 (10 μm paviršiaus nuėsdinimas) paviršiuje sugerties maksimumų tankis yra mažesnis, taip pat šių taškų sugertis tesiekia < 10 ppm. Galime teigti, kad ėsdinimas efektyviai panaikina popaviršinius defektus. Šiuos taškus grupė programiškai sugrupavo pagal sugerties vertes ir apskaičiavo kiekvienos sugerties vertės grupės defektų tankius. Rezultatai pavaizduoti 1 lentelėje.

**1 lentelė** Skirtingų sugerties verčių defektų tankiai skirtingai apdirbtiems paviršiams. A1 – originalus paviršius, A2 – cheminis ėsdinimas 1  $\mu\text{m}$ , A3 – cheminis ėsdinimas 10  $\mu\text{m}$  [4].

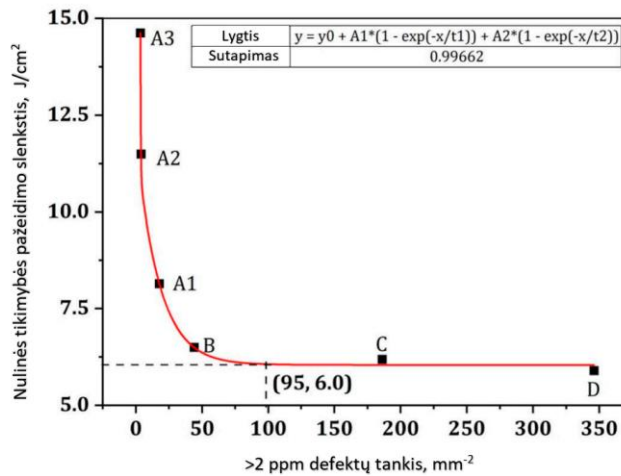
Bandinys	Vidutinė sugertis, ppm	Defektų tankis, $\text{mm}^{-1}$								
		>1 ppm	>1,5 ppm	>2 ppm	>3 ppm	>4 ppm	>5 ppm	>7 ppm	>10 ppm	>15 ppm
A1	1,219	191,89	55,7	17,15	8,78	6,93	5,81	4,33	3,19	2,04
A2	0,862	134,7	30,74	3,85	1,15	0,63	0,48	0,33	0,33	0,15
A3	0,859	136,85	26,37	3,22	0,44	0,15	0,07	0,04	0,04	0,00

Matome, kad ėsdinimas padarė didelę įtaką defektų tankiui, ir analogiškai lazerinio pažeidimo slenksčiui. Pažeidimo slenksčio matavimo 1-on-1 metodu rezultatai pavaizduoti 4 pav.



**4 pav.** Lazerinės pažeidimo slenksčių vertės gautos 1-on-1 metodu skirtingai apdirbtiems paviršiams. A1 – originalus paviršius, A2 – chemiškai nuėsdinus 1  $\mu\text{m}$ , A3 – chemiškai nuėsdinus 10  $\mu\text{m}$ . Juodi stulpeliai žymi 0% pažeidimo tikimybę, o raudonos spalvos – 100% pažeidimo tikimybę [4].

Defektų indukuotos sugerties ir lazerinio pažeidimo savybių sąryšis įvertintas pagal Spearmano koreliacijos teoriją. Spearmano koreliacijos koeficientas (Corr.) yra statistinis rodiklis parodantis, kiek du parametrai koreliuoja tarpusavyje. Kai Corr. rodiklis lygus 1, parametrai pilnai koreliuoja, kai lygus 0 – parametrai visai nekoreliuoja. Išmatavus lazerinio pažeidimo slenksčio (1-on-1 metodu [11]) vertes, buvo nustatyta nulinės tikimybės verčių ties 8  $\text{J}/\text{cm}^2$  bei defektų, kurių sugertis  $>2$  ppm, tankio koreliacija pavaizduota 5 pav. Matome, kad iki 95  $\text{mm}^{-2}$  defektų tankio vertės, pažeidimo slenksčio eksponentiškai mažėja iki maždaug 6  $\text{J}/\text{cm}^2$ , o po to nekinta. Tai rodo, kad didesnio nei 6  $\text{J}/\text{cm}^2$  energijos tankio vertėms, lazerinė pažeidimo labiau jautri šio sugerties lygio defektams. Didėjant šių defektų tankiui, pažeidimo slenksčio vertė nekinta. Eksponentinės aproksimacijos sutapimas su matavimo duomenimis lygus 0.996, taigi rezultatai laikomi patikimais.



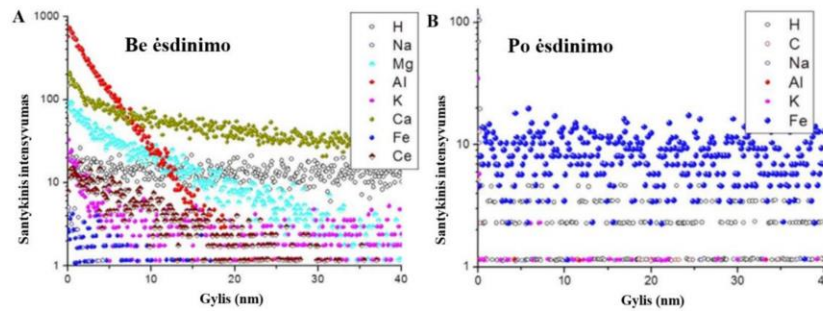
**5 pav.** Lazerinio pažeidimo nulinės tikimybės vertės priklausomybė nuo >2 ppm sugerties lygio defektų tankio. A1 – originalus paviršius, A2 – chemiškai nuėsdinus 1  $\mu\text{m}$ , A3 – chemiškai nuėsdinus 10  $\mu\text{m}$ , B, C ir D metodai šiame darbe neaprašyti [4].

Šio tyrimo rezultatai rodo, kad egzistuoja koreliacija tarp popaviršinių defektų sugerties bei lazerinio pažeidimo savybių 355 nm bangos ilgio spinduliuotei. Defektai, kurių sugertis viršija 2 ppm koreliuoja su pažeidimo slenkščiu kaip eksponentiškai nykstanti funkcija, ir pagal šias charakteristikas fototerminės sugerties matavimas gali būti taikomas lazerinio pažeidimo slenkščio įvertinimui.

## 5 Padėklų ėsdinimo technologijos

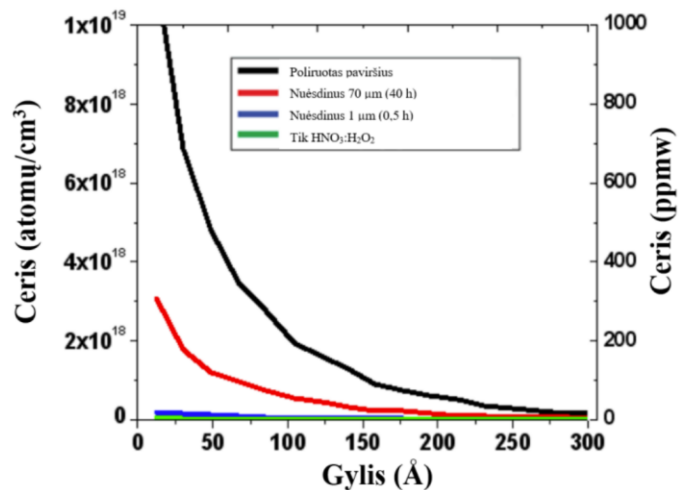
Ėsdinimas  $\text{HNO}_3\text{:H}_2\text{O}_2$  mišiniu šalina chemines priemaišas vykstant jų tirpimui ir difuzijai [12]. Priemaišiniai jonai tirpinami vykstant oksidacijos reakcijai, ir nunešami nuo elemento paviršiaus difuzijos būdu. Tačiau dalelių desorbcija ir absorbcija vyksta paraleliai. Norint ištirti šio tirpalo veikimą lydyto kvarco paviršiui Xin su grupe matavo bandinius prieš ir po ėsdinimo TOF-SIMS metodu [13]. Matavimo rezultatai pavaizduoti 6 pav. Matome, jog ėsdinimas sumažino ne tik cerio bet ir daugelio kitų elementų kiekius bandinio paviršiuje. Grupė taip pat parodė, kad bandinių sugertis po ėsdinimo sumažėjo nuo 6 ppm iki 1 ppm, o lazerinio pažeidimo slenkstis pakilo nuo 5,9  $\text{J/cm}^2$  iki 6,8  $\text{J/cm}^2$ .





6 pav. TOF-SIMS matavimų rezultatai: a) neėsdintam bandiniui; b) ėsdintam bandiniui [12].

Plačiausiai naudojami metodai priemaišoms Bilbio sluoksnyje pašalinti yra siejami su cheminiu stiklo ėsdinimu. Naudojant fluoridines rūgštis, tokias kaip HF arba  $\text{NH}_3\text{F}$ , yra ėsdinamas lydyto kvarco paviršius, o kartu su juo – Bilbio sluoksnis ir jame esantys defektai. Tačiau, kaip parodyta 7 pav., nuėsdinus 70  $\mu\text{m}$  paviršiaus sluoksnį, cerio atomų kiekis yra didesnis nei nuėsdinus 1  $\mu\text{m}$ . Autoriai mano, jog tai cerio fluoridų formavimosi pasekmė [14]. Šiame grafike taip pat pavaizduoti rezultatai ėsdinant  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  tirpalu, kuriame fluorido jonų nėra (tik priemaišinis kiekis). Lydyto kvarco apdirbimui grupė naudojo tirpalą, sudarytą iš 40% koncentruotos azoto rūgšties bei 10% vandenilio peroksido, 60°C temperatūroje 48h. Šis metodas jiems leido išvengti lazerinės pažaidos naudojant 15  $\text{J}/\text{cm}^2$  apšvietą (355 nm, 3 ns, R/1). Kitaip nei ėsdinimas fluoridinėmis rūgštimis, šis metodas nepažeidžia paviršiaus morfologijos, tačiau fluoridinės rūgštys pranašios tuo, jog ėsdindamos kvarco paviršių, pašalina ir struktūrinius Bilbio sluoksnio defektus (sutankėjimus, trūkius, rėžius).

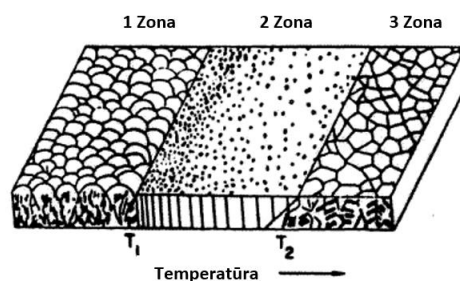


7 pav. Cerio kiekiai skirtingais ėsdinimo metodais modifikuotuose paviršiuose [14].

## 6 Plonasluoksnių dangų morfologinės savybės

Plonasluoksnių dangų savybės smarkiai priklauso nuo nusodinimo proceso parametrų tokių kaip temperatūra, adatų judrumas, energija bei nusėdimo kampas. Keičiant šiuos parametrus, sukuriama unikali sluoksnio morfologija. Egzistuoja Struktūrinių Zonų modelis, leidžiantis nuspėti plonų sluoksnių struktūros morfologiją keičiant nusodinimo parametrus, kai adatų energijos nedidelės [15]. Tokiems adatomams neužtenka energijos difunduoti paviršiuje ar tūryje, todėl jie linkę formuoti adatų telkinius, kurių dydis dažnai 1-3 nm dydžio. Tikėtina, kad adatų telkinių formavimasis yra susijęs su savi-šešėliavimo reiškiniu bei paviršinės energijos sumažinimo veiksniais. Ploni medžiagų sluoksniai pasižymi neidealia medžiagos struktūra, dėl taškinių defektų, dislokacijų, netvarkingų ryšių, tūrinio nehomogeniškumo ir porėtumo. Šių struktūrinių elementų kiekis ir mastas smarkiai priklauso nuo medžiagos nusodinimo parametrų ir daro didelę įtaką sluoksnio savybėms. Vykdamas fizikinį dangų nusodinimą, dangų morfologijai įtaką daro proceso temperatūra, bombardavimas jonais bei proceso geometrija.

1969 metais buvo sukurtas pirmasis struktūrinių zonų modelis, kuriame priklausomai nuo nusodinimo temperatūros santykio su nusodinamos medžiagos lydymosi temperatūra ( $T/T_{lydymosi}$ ), nuspėjama paviršiaus struktūra [16]. Modelio kūrėjai išskyrė tris vizualiai skirtingas struktūras susidarančias skirtinguose  $T/T_{lydymosi}$  intervaluose, tai iliustruota 8 pav. Šiame darbe parodyta, kad ribinės  $T/T_{lydymosi}$  vertės nepriklauso nuo nusodinamos medžiagos.

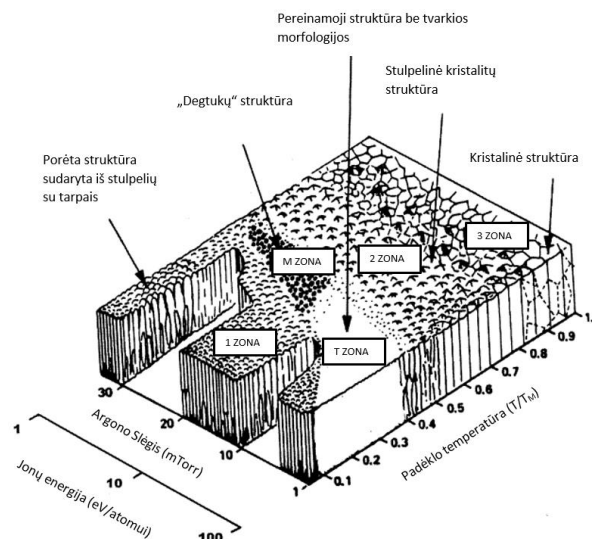


**8 pav.** Pirmojo struktūrinio zonų modelio iliustracija, demonstruojanti morfologijos priklausomybę nuo temperatūros [16].

Temperatūros pokyčiai ir adatų energijos pokyčiai daro įtaką sluoksnio struktūrai. Vyraujant nedidelėms temperatūroms ( $T/T_{lydymosi} < 0,3$ ), ir mažam adatų mobilumui – paviršiuje besiformuojantis skirtingų dydžių adatų telkinių pasiskirstymas sukelia didesnį šešėliavimą. Šis reiškinys leidžia formuotis 1 Zonos amorfinei ar nanokristalinei struktūrai, primenančiai žiedinį kopūstą. Temperatūrą

didinant ( $0,3 < T/T_{\text{lydymosi}} < 0,5$ ), vystosi lygesnio paviršiaus stulpelinė struktūra, kuri suformuojama, kai adatomai turi energijos judėti paviršiumi ir šešėliavimas nurungiamas tvarkesnio sluoksnio augimo. Kai nusodinimo temperatūra viršija pusę lydymosi temperatūros ( $T/T_{\text{lydymosi}} > 0,5$ ), adatomai turi pakankamai energijos difunduoti ne tik paviršiuje, bet ir tūryje, formuojant tvarkius kristalitus. Gauname polikristalinę struktūrą, vadinamą 3 Zona.

Šis modelis buvo vėliau papildytas atsižvelgiant į dujų, naudojamų medžiagos dulkinimui, slėgį. Taip pat buvo įvesta papildoma zona tarp Zonų 1 ir 2, vadinama Zona T. Taip vadinama zona, pasižyminti itin lygiu paviršiumi bei tankia, iki 10-30 nm lygio neporėta struktūra. Ši zona susiformuoja žemų temperatūrų ir žemo inertinių dujų slėgio regione [17]. 9 pav. pastebime, kad inertinių dujų slėgis turi didelį efektą sluoksnio morfologijai žemų temperatūrų srityse, tačiau didinant temperatūrą, slėgio įtaka smarkiai sumažėja. Išsamesni tyrimai parodė, kad Zonos T formavimuisi įtaką daro ne dujų slėgis, bet slėgio daroma įtaka jonų bombardavimo energijoms. Zonos T formavimasis asocijuojamas su jonų energijomis siekiančiomis 70 – 100 eV/atomui. Jei jonų energijos mažesnės, formuojasi Zonos 1 struktūra.

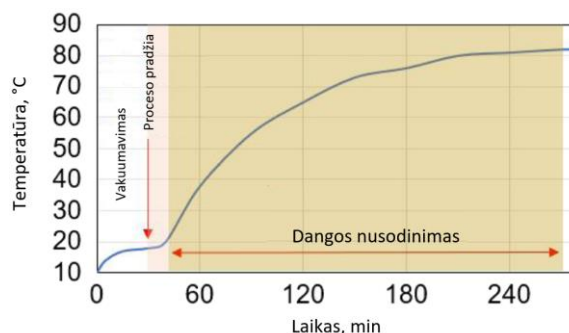


9 pav. Thornton papildytas struktūrinių zonų modelis [17].

## 7 Nusodinimo aukštose temperatūrose poveikis dangų savybėms

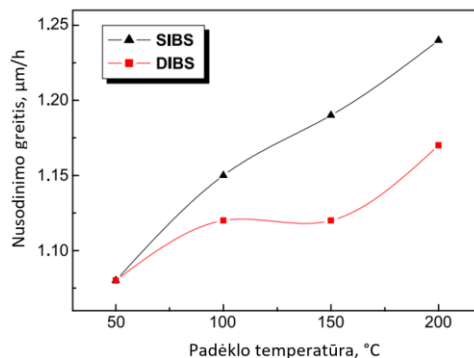
Jonapluoščio dulkinimo metu temperatūra, priklausomai nuo dulkinimo trukmės, kyla kaip pavaizduota 10 pav. Temperatūra pradeda augti nuo maždaug 18°C (kambario temperatūra), ir pasiekia

skirtingas maksimalias vertes priklausomai nuo nusodinimo trukmės, arba norimo sluoksnių storio. Temperatūra gali pasiekti apie 70-80°C tipiniam skaidrinančių dangų nusodinimui kuris trunka ~ 3h, bei ~80-90°C tipiniam aukšto atspindžio dangų nusodinimui [18]. Šis temperatūros augimas asocijuojamas su trintimi sukelta energingų dalelių, radiacija iš jonų šaltinio, bei su halogeninės lempuotės, naudojamos dangos spektriniam matavimams in-situ, kaitimu. Siekiant išvengti su temperatūra susijusių nehomogeniškumų, patariama įkaitinti kamerą prieš pradėdant dangų nusodinimą.



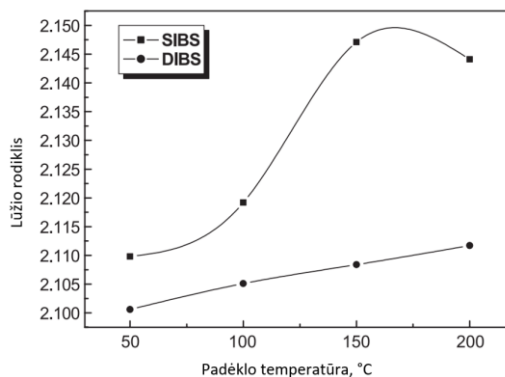
**10 pav.** Temperatūros kitimas vakuuminėje kameroje standartinio nusodinimo proceso metu [18].

Yoon su grupe [19] tyrė Jonapluoščio dulkinimo metodu suformuotų tantalio oksido monosluoksnių savybes, priklausančias nuo padėklo temperatūros. Grupė atskyrė du nusodinimo metodus – standartinį, vieno jonų šaltinio (SIBS), bei su asistuojančiu jonų šaltiniu (DIBS). Tirtos temperatūros buvo 50°C, 100°C, 150°C bei 200°C. 11 pav. matome, kaip didinant temperatūrą kito nusodinimo greitis. Greičio didėjimas asocijuojamas su didėjančiu adatomų mobilumu ant padėklo paviršiaus bei nuoseklesniu sluoksnio formavimusi. DIBS proceso greičiai mažesni nei SIBS dėl paviršinių dalelių dulkinimo asistuojančiu jonų spinduliu.



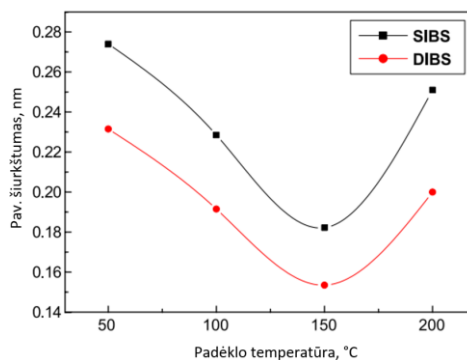
**11 pav.** Sluoksnio nusodinimo greičių priklausomybės nuo padėklo temperatūros SIBS bei DIBS procesų metu [19].

12 pav. pavaizduotos lūžio rodiklių priklausomybės nuo temperatūros (1550 nm bangos ilgiui). Temperatūrą didinant, lūžio rodiklis didėjo ir pasiekė maksimalią vertę ties 150°C SIBS proceso metu. DIBS nusodinimo metu, lūžio rodiklis tiesiškai priklauso nuo temperatūros, ir pasiekė maksimalią vertę 2,112 ties 200°C temperatūra.



12 pav. Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dangų lūžio rodiklių priklausomybės nuo padėklo temperatūros SIBS bei DIBS procesų metu [19].

13 paveikslėlyje pavaizduotos paviršiaus šiurkštumo priklausomybės, išmatuotos atominių jėgų mikroskopu (AFM). Matome, kad 150°C temperatūroje abiem metodais nusodintų sluoksnių paviršių šiurkštumas pasiekia minimalią vertę 0,1822 nm SIBS bei 0,1535 nm DIBS metodu.



13 pav. RMS paviršiaus šiurkštumo priklausomybės nuo padėklo temperatūros SIBS bei DIBS procesų metu [19].

## 8 Tyrimo metodai

### 8.1 Bandinių paruošimas

Tyrimo metu naudoti 24,5 mm diametro, 6,35 mm bei 1 mm storio lydymo kvarco padėklai, poliruoti cheminiu-mechaniniu poliravimo metodu. Prieš dangų nusodinimą jie buvo nuplauti naudojant

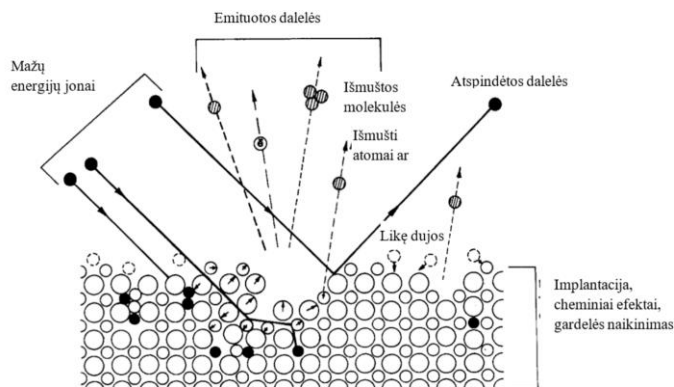
pilnai automatizuotą, septynių etapų ultragarsinį plovimo įrenginį *Elma* naudojant 40 kHz ultragarsinį dažnį. Padėklai plaunami dviejų rūšių komerciniais šarminiais tirpalais, su skalavimu vandenyje, dejonizuotame, itin švariame vandenyje, ir džiovinami infraraudonaisiais spinduliais.

## 8.2 Bandinių ėsdinimas rūgšties ir reduktoriaus tirpale

Antrajai tyrimo daliai bandiniai ėsdinti  $\text{HNO}_3$  ir  $\text{H}_2\text{O}_2$  vandeniniame tirpale. Veikliųjų cheminių medžiagų koncentracijų santykis atitintamai laikytas 7:1. Ėsdinimo metu lydyto kvarco padėklai buvo laikomi PTFE plastiko inde  $60^\circ\text{C}$  temperatūroje 72h.

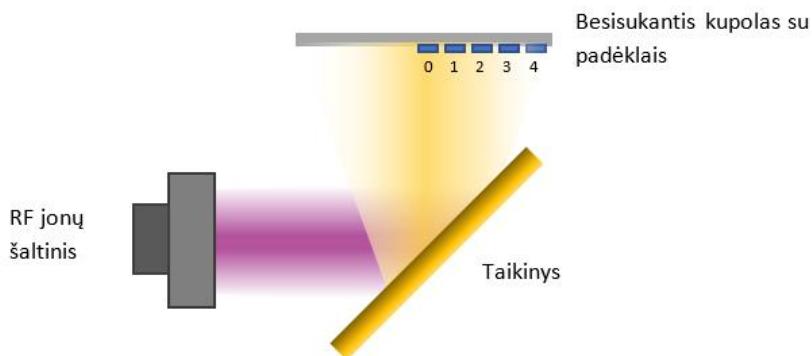
## 8.3 Jonapluoštis dulkinimas

Jonapluoštis dulkinimas (angl. *Ion Beam Sputtering*) yra dangų nusodinimo technologija, kai medžiagos sluoksniai formuojami aukštų energijų jonais bombarduojant metalinį taikinį. Sluoksnių nusodinimo procesas vyksta giliame vakuume ( $\sim 1 \times 10^{-4}$  mbar), naudojant argono (ar kitų dujų) jonus. Dujų išlydžio plazmoje gautas jonų srautas yra elektrinio lauko pagreitinamas iki energijų, viršijančių 100 eV, metalinio taikinio kryptimi. Dulkinimo procesas vyksta šiems jonams susidūrus su taikinio paviršiuje esančiais atomais, kaip pavaizduota 14 pav. Susidūrimo metu, energingų jonų energija perduodama taikinio paviršiniams atomams juos išjudinant iš pusiausvyros padėties. Ši energija yra perduodama gilyn ir išsklaidoma visomis kryptimis per atomų sąveiką. Įgavus pakankamai energijos, paviršiniai jonai gali nutraukti ryšius su aplinkiniais atomais ir palikti taikinį pluošto pavidalu. Be šio reiškinio gali vykti kiti procesai: jonų atsispindėjimas, implantacija, kristalinės gardelės modifikacijos ar cheminiai efektai, todėl labai svarbu parinkti optimalius parametrus sluoksnių nusodinimui [20].



14 pav. Jonapluoščio dulkinimo metu taikinio paviršiuje vykstantys procesai [21].

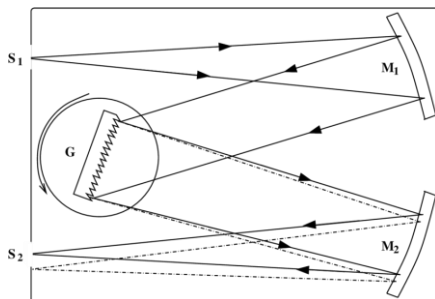
Šio darbo metu, jonapluoščio dulkinimo technologija buvo panaudota hafnio, aliuminio, tantalio ir silicio oksidų sluoksniams formuoti. Dangos buvo formuojamos naudojant *Cutting Edge Coatings* kompanijos jonapluoščio dulkinimo (angl. *Ion Beam Sputtering – IBS*) sistemą. Naudoti >99,999% grynumo metalų taikiniai. Siekiant ištirti dangų savybių tolygumą, padėklai buvo išdėstyti ir numeruoti kaip pavaizduota 15 pav.



15 pav. Padėklų išdėstymas ir numeracija savybių tolygumo tyrimui.

#### 8.4 Spektriniai matavimai ir jų apdorojimas Optilayer programiniu paketu

Spektriniai matavimai atlikti naudojant *Essent Optics* spektrometrą *Photon RT*. Šis įrenginys UV diapazono matavimams naudoja deuterio šviesos šaltinį, regimajame diapazone – halogeninę lempą. Šis spektrometras yra gardelinis, ir įkomponuoja Czerny-Turner monochromatorių, schematiškai pavaizduotą 16 pav. Signalo detekcijai naudojami silicio, ir švino selenido pagrindo detektoriai.



16 pav. Czerny-Turner monochromatoriaus principinė schema [22].

Iš pralaidumo bei atspindžio matavimų  $8^\circ$  kampų buvo apytiksliai įvertintos sugerties vertės UV bangų ilgių diapazonui naudojantis formule:

$$A + R + T = 1$$

8.4.1

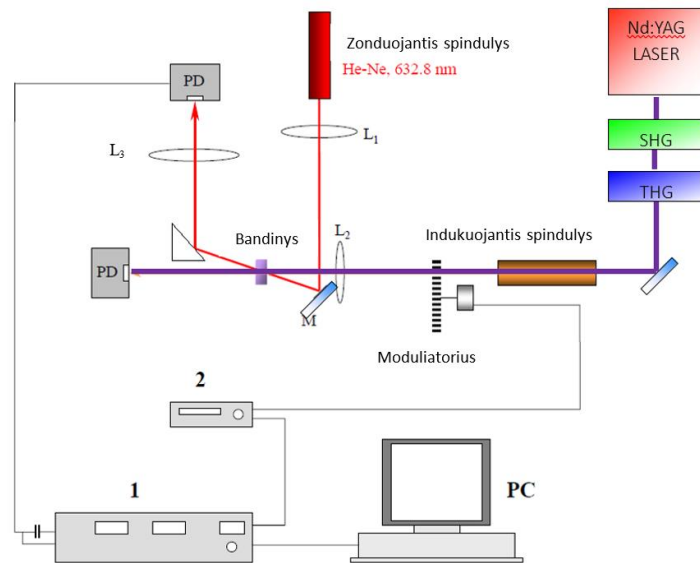
Čia  $A$  – sugerta šviesos dalis,  $R$  – atspindėta šviesos dalis, o  $T$  – praėjusi elementą šviesos dalis [23].

Siekiant įvertinti nusodintų sluoksnių optines konstantas, spektrinių matavimų duomenys buvo analizuojami *OptiChar* programinio paketo pagalba. Spektrinių matavimų aproksimavimas leido įvertinti dangos storį, ekstinkcijos koeficientą, lūžio rodiklį, bei lūžio rodiklio skirstinį arba dangos nehomogeniškumą.

## 8.5 Sugerties matavimas fototerminės interferometrijos metodu

Darbo metu sugerties matavimai fototerminės interferometrijos metodu buvo atlikti UAB Lidaris, bei Havajų centre „*Island of interferometry*“. Fototerminė interferometrija yra optinis metodas medžiagos sugerties įvertinimui. Matavimo metu naudojami du lazerio spinduliai – pirmasis inicijuoja sugertį medžiagoje (angl. *Pump*), kitas indukuotą sugertį užfiksuoja (angl. *Probe*). Metodas paremtas sugerties sukeltu terminio lęšio formavimusi medžiagoje. Didelio energijos tankio lazerio spindulys sufokusuojamas į mažą paviršiaus plotą, sugertis sukelia lokalių temperatūros kilimą bei terminį plėtimąsi – tai sukelia lokalius lūžio rodiklio pokyčius. Lūžio rodiklio pokyčius užfiksuoja kito lazerio zonduojantis spindulys. Zonduojantis spindulys fokusuojamas į didesnę dėmę, kuri pilnai apimtų lokaliai susiformavusį lūžio rodiklio gradientą. Centrinėje pluošto dalyje spinduliai lūš kitaip nei kraštinėse, taigi bus suformuojama interferencija tarp centrinės ir kraštinės pluošto dalių. Principinė matavimo schema pavaizduota 17 pav. Sugertį indukuojantis lazerio spindulys šiuo atveju yra 355 nm bangos ilgio arba Neodimio YAG lazerio trečioji harmonika, o zonduojantis spindulys - 632,8 nm Helio-Neono lazerio. Sužadinant spindulys moduluojamas tam tikru dažniu ir statmenai fokusuojamas ant bandinio. Zonduojantis spindulys fokusuojamas į tą pačią bandinio vietą nedideliu kampu. Už bandinio, zonduojantis spindulys yra užfiksuoja fotodiodu ir signalas perduodamas į Lock-in stiprintuvą susinchronizuotą su modulatoriumi. Lock-in stiprintuvo gautą signalą analizuojame kompiuteriui [24].



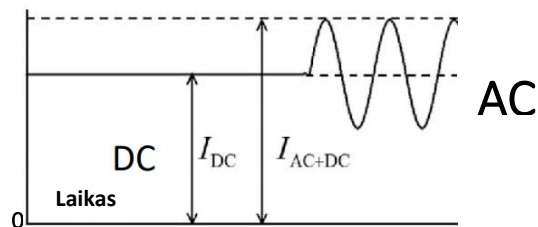


**17 pav.** Principinė sugerties matavimo fototerminės interferometrijos metodu schema. Čia  $L_1$ ,  $L_2$  ir  $L_3$  – fokusuojantys lęšiai; M – veidrodis; PD – fotodiodai; 1 – Lock-in stiprintuvas; 2 – sinchronizatorius [24].

Matavimo schema sukalibruojama matuojant etaloninį bandinį, taip pat išmatuojama medžiagos atsako funkcija. Lock-in stiprintuvas užfiksuoja sinusoide moduluotą signalą (18 pav.) – indukuota sugertis bus proporcinga signalo kintamosios ir nuostoviosios dedamųjų santykiui:

$$\alpha = \frac{AC}{DC} \times \frac{1}{P} \times \frac{C}{R} \quad 8.5.1$$

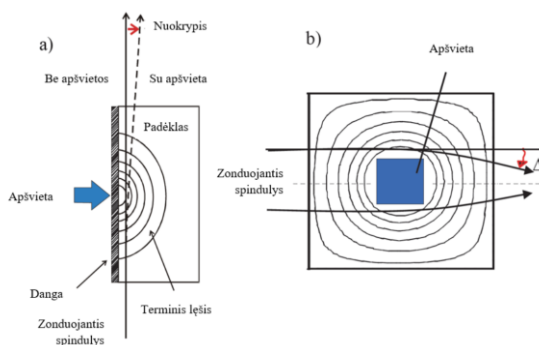
Čia  $\alpha$  – sugertis, AC – kintama signalo dedamoji, DC – pastovioji signalo dedamoji, P – galia, C – koeficientas, o R – medžiagos atsako funkcija [24].



**18 pav.** Sinusoide moduliuto signalo vaizdas užfiksuojamas Lock-in stiprintuve [24].

## 8.6 Sugerties matavimas lazeriu indukuoto nukreipimo metodu

Sugerties, arba absorbcijos matavimas taip pat buvo atliktas naudojant lazeriu indukuoto nukreipimo (angl. *Laser Induced Deflection* (LID)) metodą Fizinių ir Technologijos mokslų centre, Optinių dangų laboratorijoje. Šis metodas pagrįstas tuo, kad dėl temperatūros ir lūžio rodiklio pokyčių zonuojantis spindulys nukrypsta nuo tiesios trajektorijos [25]. Kai optinis elementas sugeria dalį lazerinės spinduliuotės, jo temperatūra kyla, tai sukelia lūžio rodiklio pokyčius ir terminio lęšio efektą, kurį galime netiesiogiai užfiksuoti. Naudojamas terminis lęšis inicijuojantis spindulys ir zonuojantis (arba du zonuojantys spinduliai). Išskiriami du optinių elementų sugerties matavimo būdai pavaizduoti 19 pav., tai paviršiumi jautri sugertis pavaizduota a paveikslėlyje, ir tūrinė sugertis – pavaizduota b paveikslėlyje.



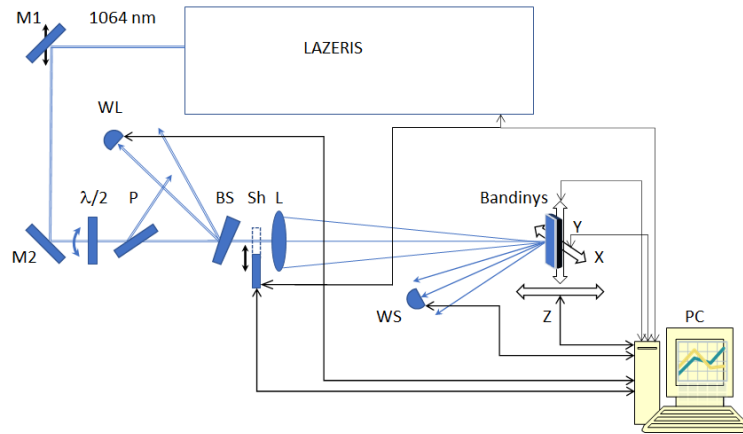
**19 pav.** Sugerties matavimo principinė schema: a) paviršiumi jautrios sugerties matavimas; b) tūrinės sugerties matavimas [25].

Tūrinės ir paviršiumi jautrios sugerties matavimai skiriasi pluoštelio nukrypimo kryptimi, a paveikslėlyje pavaizduotas metodas yra tinkamas skaidrioms dangoms, o b metodas – aukšto atspindžio dangoms. Šiame darbe naudotas paviršiumi jautrios sugerties matavimo metodas. Sistema sukalibruota prie lydyto kvarco optinio elemento priglaudus plokščią šilumos šaltinį, taip imituojant optinę sugertį, ir matuojant nukrypusio spindulio signalo priklausomybę nuo šilumos šaltinio elektrinės galios vertės.

## 8.7 Lazerinio pažeidimo slenksčio matavimas

Lazerinės pažeidimo slenksčio matavimai buvo atlikti Fizinių ir Technologijos mokslų centre, Optinių dangų laboratorijoje, remiantis tarptautinės standartizacijos organizacijos sukurtame ISO21254-

1 standarte aprašyta procedūra [26]. Matavimo schema pateikta 20 pav. Lazerinės pažaidos slenkstis buvo nustatytas, kaip pažaidos tikimybės priklausomybė nuo energijos tankio, eksponuojamo į bandinio paviršių.



**20 pav.** LIDT matavimo schema. M1, M2 – veidrodžiai, PC – kompiuteris stendo valdymui, WL – foto-diodas, kritusio pluošto energijos matavimui,  $\lambda/2$  – fazinė plokštelė, P – poliarizatorius, BS – pluošto daliklis, Sh – sklendė, L – lęšis, XYZ – motorizuota bandinio platforma, WS – fotodiodas sklaidos signalui registruoti.

Matavimas atliktas naudojant UAB Ekspla NL 120 Nd:YAG lazerį, kurio impulsų pasikartojimo dažnis yra 15 Hz. Tarp M1 ir M2 veidrodžių patalpintas filtras suformuoja Gauso pluoštą. Impulsų energija keičiama atenuatoriumi ( $\lambda/2$  plokštelė ir poliarizatorius P), ir lęšiu L fokusuojama ant bandinio paviršiaus. Bandinio pozicija keičiama x, y ir z kryptimis taip eksponuojant naują paviršiaus plotą, o išsklaidyta spinduliuotė registruojama WS detektoriumi. Detektorius WL matuoja nuo pluošto daliklio atsispindėjusią spinduliuotės dalį, taip nustatoma ant bandinio krentančio pluošto energija. Sufokusuoto pluošto diametras nustatomas „slenkančio peilio“ metodu. Sukalibravus sistemą, energijos tankio matavimo paklaida  $\pm 5\%$ .

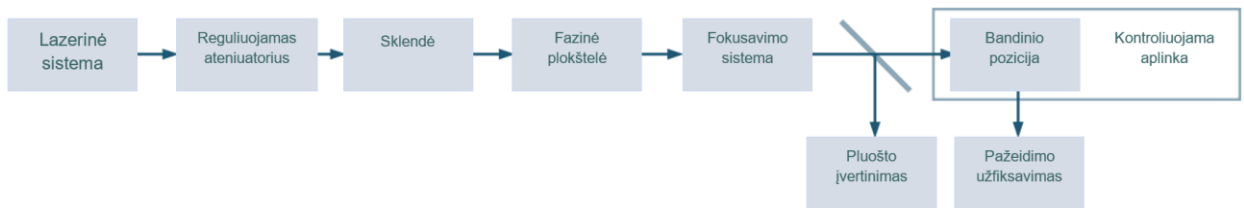
Lazerio spinduliuote paveikus skirtingas paviršiaus vietas, elementas buvo analizuojamas optiniu mikroskopu – taip užregistruotos pažaidos koordinatės ir įvertinus į tą plotą kritusį energijos tankį nustatomas elemento atsparumas lazerinei spinduliuotei.

Naudoti lazerio spinduliuotės parametrai:

- Bangos ilgis 355 nm;

- Impulso trukmė  $2,08 \text{ ns} \pm 0,08 \text{ ns}$ ;
- Pluošto diametras ant bandinio paviršiaus  $0,061 \text{ mm} \pm 0,001 \text{ mm}$ .

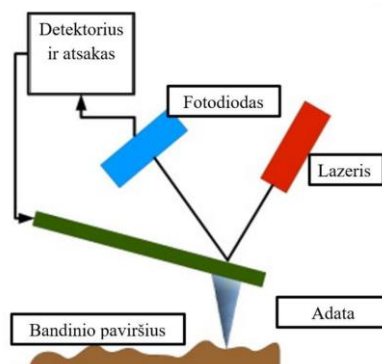
Papildomi matavimai atlikti UAB Lidaris InnoLas Laser II SpitLight Hybrid moduliuotos kokybės (angl. *Q-Switched*) Ng:YAG lazeriu, pritaikant S-on-1 metodą, aprašytą ISO 21254-1 [26], bei ISO 21254-2 [11] standartuose, principinė matavimo schema pavaizduota 21 pav. Matavimo metu pažaida buvo užfiksuojama išsklaidytą šviesą fiksuojančiu diodu, o po matavimo naudotas Nomarskio mikroskopas tiksliau fiksuojantis pažaidą.



21 pav. S-on-1 matavimui naudotos sistemos principinė schema.

## 8.8 Paviršiaus šiurkštumo matavimas atominių jėgų mikroskopu

Paviršiaus šiurkštumo nustatymas atliktas naudojant *Bruker Veeco Dimensio Edge* atominių jėgų mikroskopą. Atominių jėgų mikroskopas naudoja aštrią adatą, kai adatos galiukas priartinamas prie bandinio paviršiaus, pagal Huko dėsnį, adata jaučia jėgą, stumiančią ją tolyn nuo kontakto su medžiagos atomais [27]. Tai pavaizduota 22 pav.

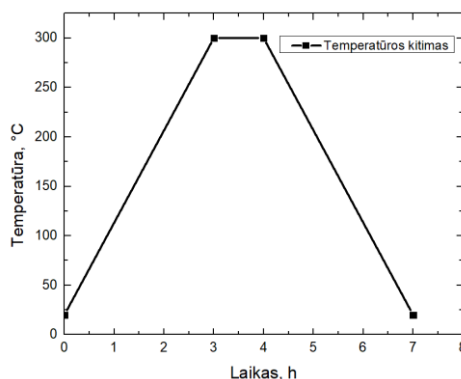


22 pav. Atominių jėgų mikroskopo veikimo principinė schema [28].

Šio darbo metu šis metodas naudotas paviršiaus šiurkštumui nustatyti. 10  $\mu\text{m}$   $\times$  10  $\mu\text{m}$  dydžio paviršiaus plotas buvo matuojamas 1 Hz pasikartojimo dažnio „tapšnojimo“ režimu (angl. *tapping mode*). Matavimai kartoti 3 kartus skirtingose bandinio vietose. Užfiksuoti paviršiaus topografijos vaizdai analizuoti naudojant *Nano Scope Analysis* programinį paketą.

## 8.9 Dangų atkaitinimas

Dangų atkaitinimas yra plačiai žinoma technika dangų morfologijos pagerinimui. Kaitinimas aukštose temperatūrose padeda sumažinti sugertį, įtempius ir taip pat padidinti lazerinio pažeidimo slenkstines vertes [3]. Atkaitinimas buvo vykdomas deguonies aplinkoje Heldors programuojamoje aukštatemperatūrėje krosnyje. Tipinis temperatūros kitimas atkaitinimo 300°C metu parodytas 23 pav. Užkėlus temperatūrą, ji buvo palaikoma stabili 1h. Šio darbo metu buvo vykdomi atkaitinimai 350°C, 400°C, 450°C temperatūrose, bei 350°C temperatūroje su 12h išlaikymu.



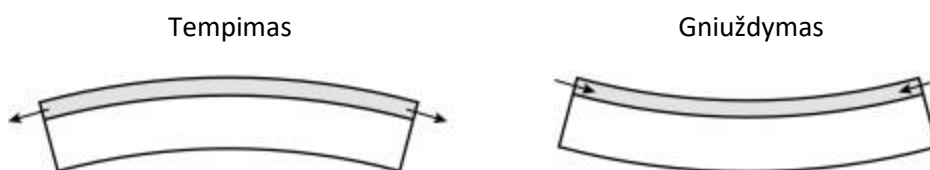
23 pav. Tipinė temperatūros kitimo kreivė atkaitinimo 300°C metu.

## 8.10 Dangų nusodinimas aukštose temperatūrose

Dangos nusodintos aukštose temperatūrose naudojant kaitintuvus įdiegtus *Cutting Edge Coatings* gamintojo Jonapluoščio dulkinimo kameroje. Temperatūra matuota kameroje esančia termopora bei *Wahl* gamintojo maksimalią temperatūrą vakuume fiksuojančiais *IC Batch/Vacuum Chamber Temp-plates* lipdukais. Temperatūros kilimas buvo vykdomas 2h naudojant 50% kaitintuvų galingumo. Lipdukai dengimo metu buvo užklijuoti ant lydyto kvarco padėklų. Temperatūra matuota 132-260°C diapazone, 5°C žingsniu.

## 8.11 Įtempių įvertinimas

Jonapluoščio dulkinimo technologija nusodinti sluoksniai pasižymi dideliu tankiu, tai neišvengiamai sukelia įtempius padėklo ir dangos sandūroje. Įtempiai, priklausomai nuo poveikio padėklui, skirstomi į gniuždančiuosius (angl. *compressive*) ir tempiančiuosius (angl. *tensile*). Skirtumai tarp įtempių iliustruoti 24 pav.



24 pav. Tempiančiojo bei gniuždančiojo įtempių iliustracija.

Plonasluoksnių dangų įtempiai dažniausiai nustatomi matuojant padėklo išlenkimą ir naudojant Stoney formulę. Bendri sluoksnio įtempiai aprašomi kaip išorinių, terminių bei vidinių įtempių suma:

$$\sigma_{bendras} = \sigma_{išorinis} + \sigma_{terminis} + \sigma_{vidinis} \quad 8.11.1$$

Eksperimentiškai gauti išoriniai ir terminiai įtempiai dažniausiai būna daug mažesni nei vidiniai, todėl tolesniuose skaičiavimuose bus atsižvelgta tik į vidinius įtempius. Plonasluoksnių dangų įtempiai apskaičiuojami pagal:

$$\sigma = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \frac{h_s^2}{h_f} \left( \frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right) \quad 8.11.2$$

Čia  $E_s$  – Young modulis,  $\nu_s$  – Puasono santykis,  $h_s$  – padėklo storis,  $h_f$  – dangos storis,  $R$  ir  $R_0$  – padėklo kreivumo spinduliai prieš ir po dangos nusodinimo. Ši formulė yra plačiai naudojama ir nesunkiai pritaikoma [29]. Šio eksperimento metu paviršiaus kreivumo spinduliai buvo nustatyti atlikus plokštiškumo matavimus *OptoFlat* vertikaliu interferometru ir aproksimavus matavimų rezultatus *InterVue™* programiniu paketu.

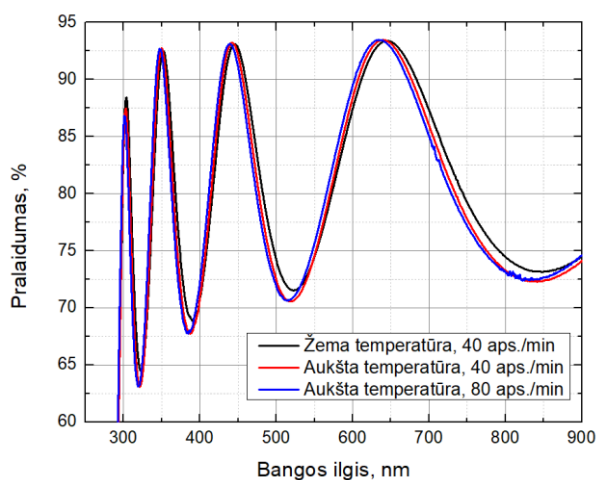
## 9 Tyrimų rezultatai

### 9.1 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dangų tyrimas

Norint nustatyti nusodinimo aukštose temperatūrose įtaką dangų savybėms, buvo suformuoti trys tantalio oksido monosluoksniai – standartinis, aukštoje temperatūroje bei aukštoje temperatūroje su padidintu padėklų sukimo greičiu. Sluoksnių nusodinimo parametrai surašyti 2 lentelėje. Nusodinimai aukštoje temperatūroje buvo vykdomi vienodais kaitintuvų nustatymais ir vienodomis kaitinimo trukmėmis, tačiau matome, kad maksimali pasiekta temperatūra padėklo paviršiuje yra maždaug 19°C didesnė proceso, su mažesniu apsisukimų per minutę nustatymu, metu. Termoporos rodmenys skyrėsi maždaug 22°C, tačiau didesnė temperatūra nustatyta proceso su didesniu apsisukimų per minutę nustatymu. Nusodintų tantalio oksido sluoksnių spektrų palyginimas pavaizduotas 25 pav.

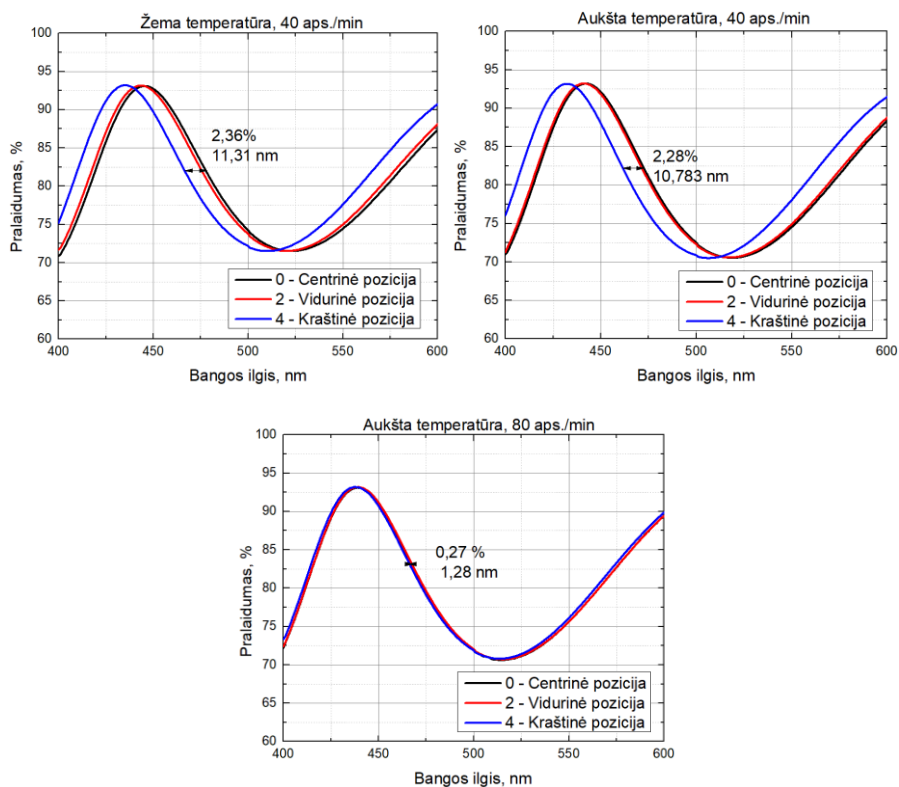
**2 lentelė** Sluoksnių nusodinimų parametrai skirtumai trimis atliktiems eksperimentams.

	Žema temperatūra, 40 aps./min	Aukšta temperatūra, 40 aps./min	Aukšta temperatūra, 80 aps./min
Medžiaga	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>		
Storis	300 nm		
Termoporos maksimalūs rodmenys	70°C	98°C	120°C
Nustatyta maksimali temperatūra	80°C	165°C	146°C
Laikiklio sukimo greitis	40 aps./min	40 aps./min	80 aps./min



**25 pav.** Eksperimentų metu nusodintų tantalio oksido sluoksnių spektrų palyginimas.

Dangos tolygumas laikiklio spindulyje buvo nustatytas matuojant spektrus centrinėje, kraštinėje bei tarpinėje (vidurinėje) kupolo pozicijose dengtų elementų. Tolygumas nustatytas pagal centrinio-kraštinio bandinių spektrų poslinkį, poslinkiai pavaizduoti 26 pav.

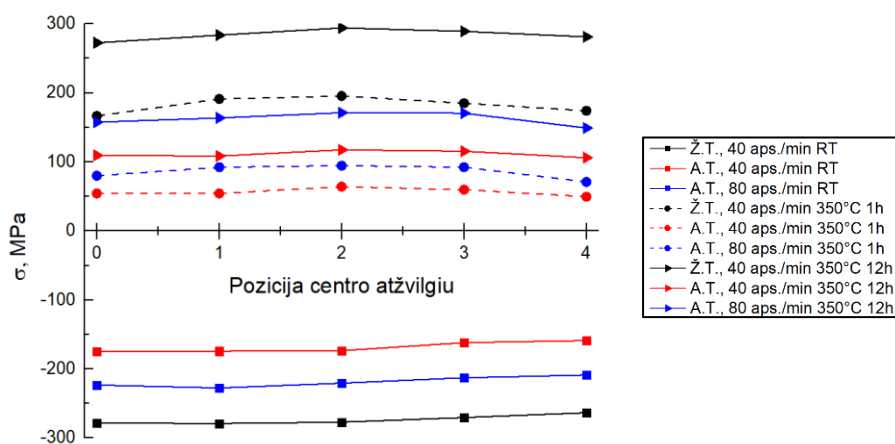


**26 pav.** Nusodinimo tolygumo įvertinimui naudoti centrinės, vidurinės bei kraštinės kupolo pozicijų spektrai.

Kadangi tikėtina, jog nusodinimas aukštoje temperatūroje turi įtakos sluoksnio tankiui, svarbu nustatyti, kokia įtaka daroma įtempių vertėms. Dangų įtempiai buvo nustatyti po dengimo bei po atkaitinimų 350°C 1h, ir 12h. Įtempių pasiskirstymas priklausomai nuo elemento pozicijos dengimo metu pavaizduotas 27 pav. Matome, jog elemento pozicijos įtaka įtempių vertėms yra nykstamai maža. Prieš kaitinimą visų trijų dangų įtempiai yra neigiami, t. y. gniuždantieji. Danga nusodinta žemose temperatūrose pasižymi didžiausiomis gniuždančiojo įtempio vertėmis siekiančiomis vidutiniškai -273 MPa, mažiausiomis vertėmis pasižymi aukštoje temperatūroje bei standartiniu sukimosi greičiu nusodinta danga – raudona kreivė 27 pav. Nusodinimas pakeltoje temperatūroje įtempius sumažino maždaug 38%. Didesnis sukimo greitis – mėlyna kreivė 27 pav. – padidino įtempius iki vidutiniškai -218 MPa, tačiau tai gali būti ir mažesnės temperatūros įtaka.

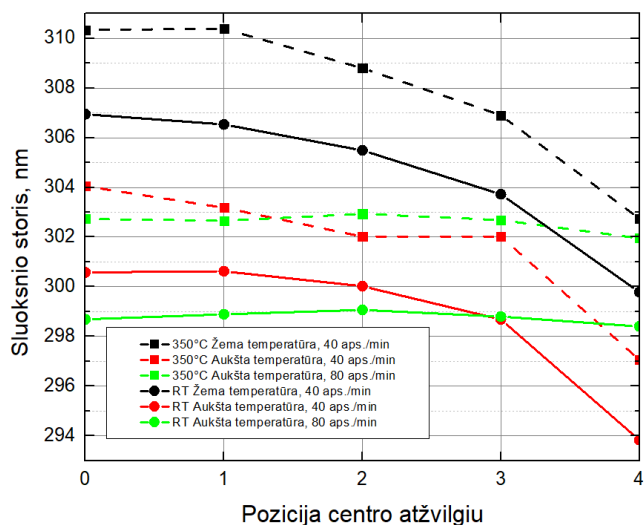


Po atkaitinimo 1h 350°C temperatūroje, gniuždantieji įtempiai tapo tempiančiaisiais ir pasiekė atitinkamas vidutines vertes: standartinio proceso – 182 MPa, aukštos temperatūros – 56 MPa, aukštos temperatūros su padidintu sukimo greičiu – 86 MPa. Tipiškai interferencinėms dangoms formuoti tantalo oksidas naudojamas kaip aukšto lūžio rodiklio medžiaga, o silicio oksidas – kaip žemo lūžio rodiklio medžiaga. Atkaitinus standartiniais parametrais suformuotą interferencinę dangą, didelės vertės tantalo oksido sluoksnių tempiantieji įtempiai yra kompensuojami gniuždančiųjų įtempių, įnešamų silicio dioksido. Gaminant daugiasluoksnes interferencines dangas svarbu, kad tantalo oksido sluoksnių įtempiai būtų didelės teigiamos vertės. Siekiant suprasti ar kaitinimo laikas yra optimalus, ir leidžia pasiekti didžiausias įtempių vertes, kaitinimas buvo pakartotas ilgesnį laiką – 12h. Po ilgesnio atkaitinimo įtempių moduliai padidėjo. Toliau darbe visi rezultatai pateikti 12h kaitintiems elementams.



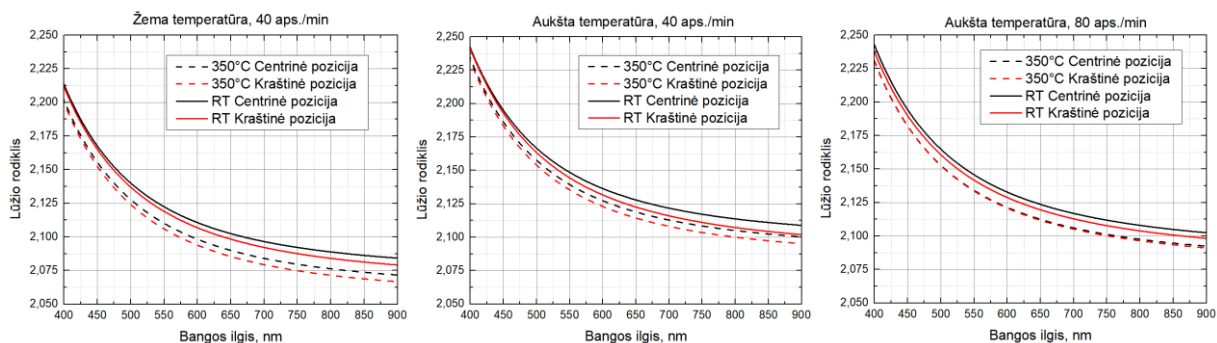
27 pav. Dangų įtempių priklausomybės nuo elementų pozicijos kupolo centro atžvilgiu skirtingoms atkaitinimo trukmėms.

26 pav. matėme, kad visų trijų dengimų metu, kraštinės pozicijos spektras pasislinkęs į mėlynąją pusę, taip yra todėl, kad skiriasi centrinėje ir kraštinėje dalyse nusodintos dangos storis. Dangos storio pasiskirstymas penkiose laikiklio spindulio pozicijose pavaizduotas 28 pav. Dangos storis gautas programiškai modeliuojant spektrines charakteristikas *OptiChar* programinės įrangos paketu. Matome, kad storis mažėja artėjant prie laikiklio kraštų. Nusodinus sluoksnį aukštoje temperatūroje bei 80 aps./min sukimo greičiu, gaunamas geriausias tolygumas padėkle, t. y. sluoksnio storio pokyčiai labai nedideli. 28 pav. taip pat matome sluoksnių storių pasiskirstymą po atkaitinimo 350°C temperatūroje 12h visų dangų storiai padidėjo 2 – 4 nm.

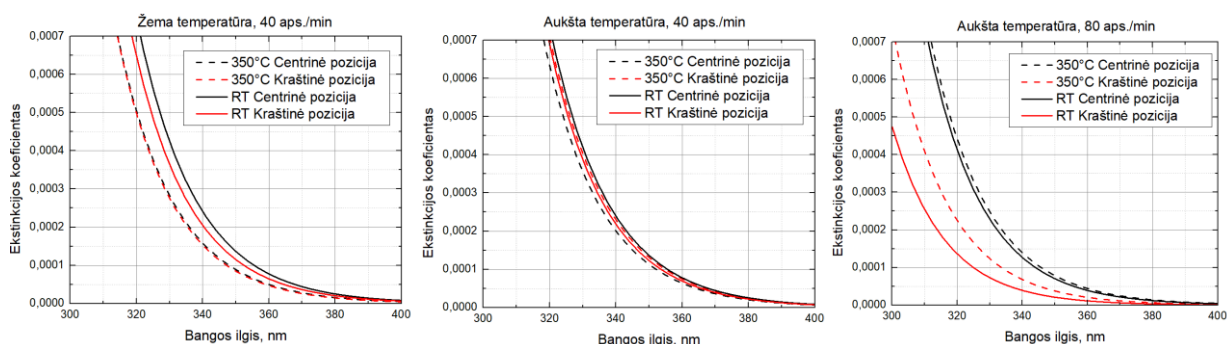


28 pav. Sluoksnių storį priklausomybė nuo pozicijos kupolo centro atžvilgiu prieš ir po atkaitinimo 350°C temperatūroje.

Sluoksnių optinių konstantų palyginimai pavaizduoti 29 ir 30 paveikslėliuose. Matome, kad visų trijų eksperimentų metu suformuotos dangos pasižymi mažesniu lūžio rodikliu kraštinėje pozicijoje. Lūžio rodiklių skirtumas yra maždaug 0,004-0,007 (ties 800 nm bangos ilgiu). Atkaitinimas sumažino lūžio rodiklį visiems tirtiems bandiniams. Eksperimento, atlikto aukštoje temperatūroje bei su padidintu sukimo greičiu, lūžio rodikliai kraštinės ir centrinės pozicijos elementams susilygino. Ekstinkcijos koeficientų vertės taip pat mažesnės kraštinėse pozicijose dengtoms dangoms. Didžiausią skirtumą pastebime aukštoje temperatūroje bei didesniu sukimo greičiu formuotoms dangoms. Smarkiai skiriasi ir atkaitinusių gautos vertės – pastebimas ekstinkcijos padidėjimas abiejų pozicijų dangoms.

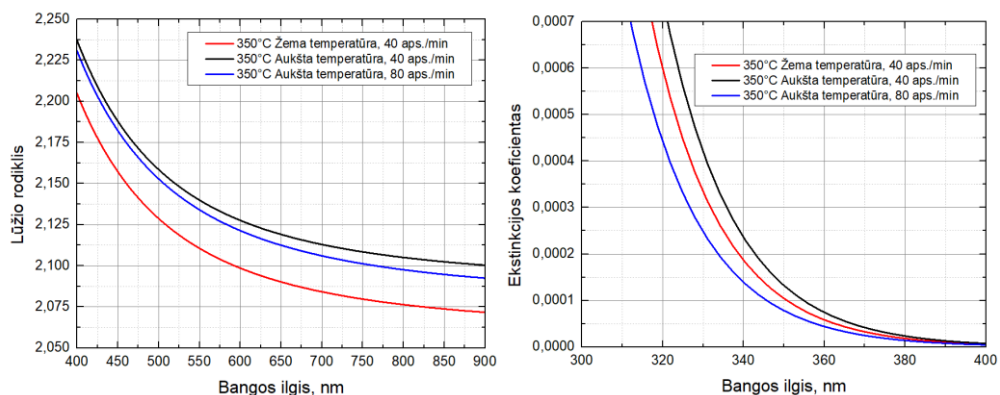


29 pav. Lūžio rodiklių dispersijos.



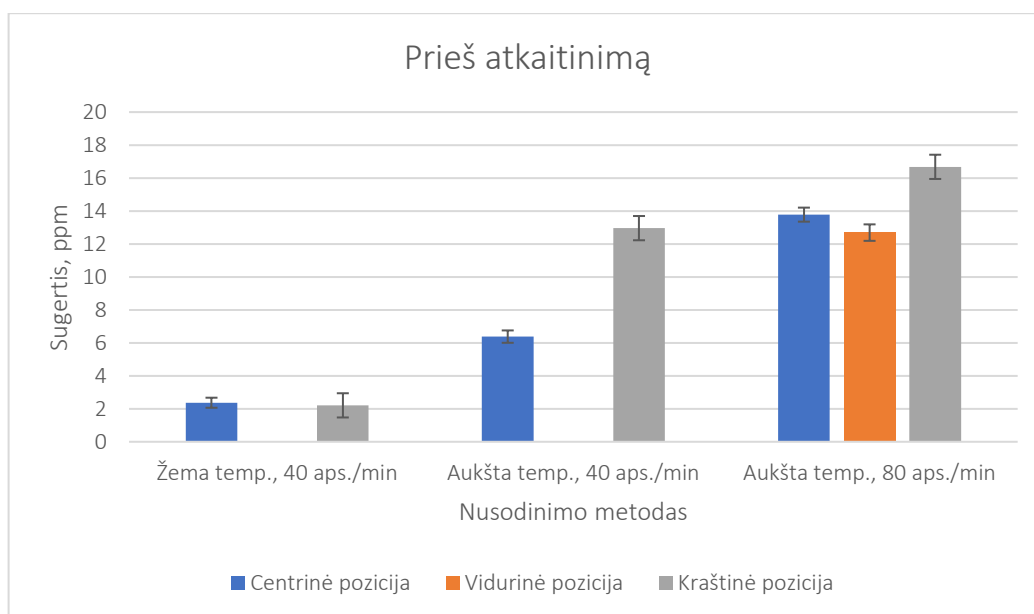
30 pav. Ekstinkcijos koeficientų dispersijos.

Eksperimentų optinių konstantų palyginimas pavaizduotas 31 pav. Paveikslėliuose lyginamos centrinių pozicijų, atkaitintų elementų kreivės. Aukštoje temperatūroje nusodintos dangos pasižymi 0,021 (didesniu sukimo greičiu) ir 0,028 (standartiniu sukimo greičiu) didesniais lūžio rodikliais ties 800 nm bangos ilgiu. Sugerties koeficiento vertės yra mažiausios aukštoje temperatūroje su didesniu sukimo greičiu formuotai dangai.

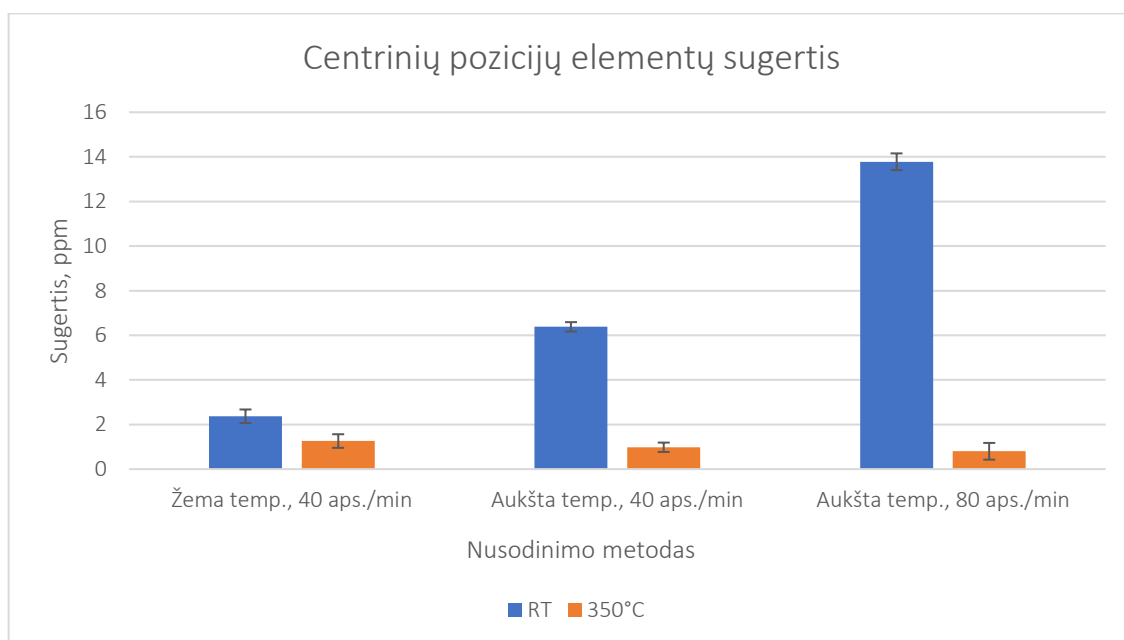


31 pav. Skirtingais režimais formuotų dangų lūžio rodiklių ir ekstinkcijos koeficientų palyginimas. Paveikslėliuose pavaizduotos atkaitintų, centrinėje kupolo pozicijoje dengtų elementų optinės konstantos.

Kadangi pastebėta, jog ir lūžio rodikliai ir ekstinkcijos koeficientai skiriasi priklausomai nuo elemento pozicijos kupole, buvo atlikti sugerties matavimai siekiant nustatyti, kaip sugertis priklauso nuo nusodinimo parametru, atkaitinimo, bei pozicijos kupole. Sugerties matavimai atlikti fototerminės interferometrijos metodu pavaizduoti 32 ir 33 paveikslėliuose. Matavimų rezultatai gauti skersinio skenavimo metodu, iš šių verčių atimta tūrinė padėklo sugertis, nustatyta išilginio skenavimo metodu.



32 pav. Sugerties matavimų rezultatai dangoms be papildomo atkaitinimo.

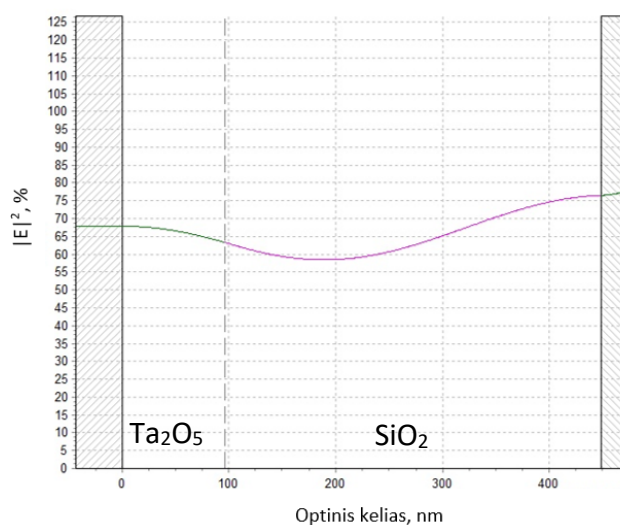


33 pav. Centrinėse pozicijose dengtų elementų sugerties verčių palyginimas prieš ir po atkaitinimo 350°C.

Galime pastebėti, kad prieš kaitinimą didžiausiomis sugerties vertėmis pasižymi aukštoje temperatūroje nusodinti sluoksniai, jiems būdingas ir didesnis sugerties netolygumas priklausantis nuo pozicijos kupole. Maksimalios sugerties vertės nustatytos elementams dengtiems aukštoje temperatūroje su padidintu sukimo greičiu. Po atkaitinimo 350°C temperatūroje sugertis matuota tik

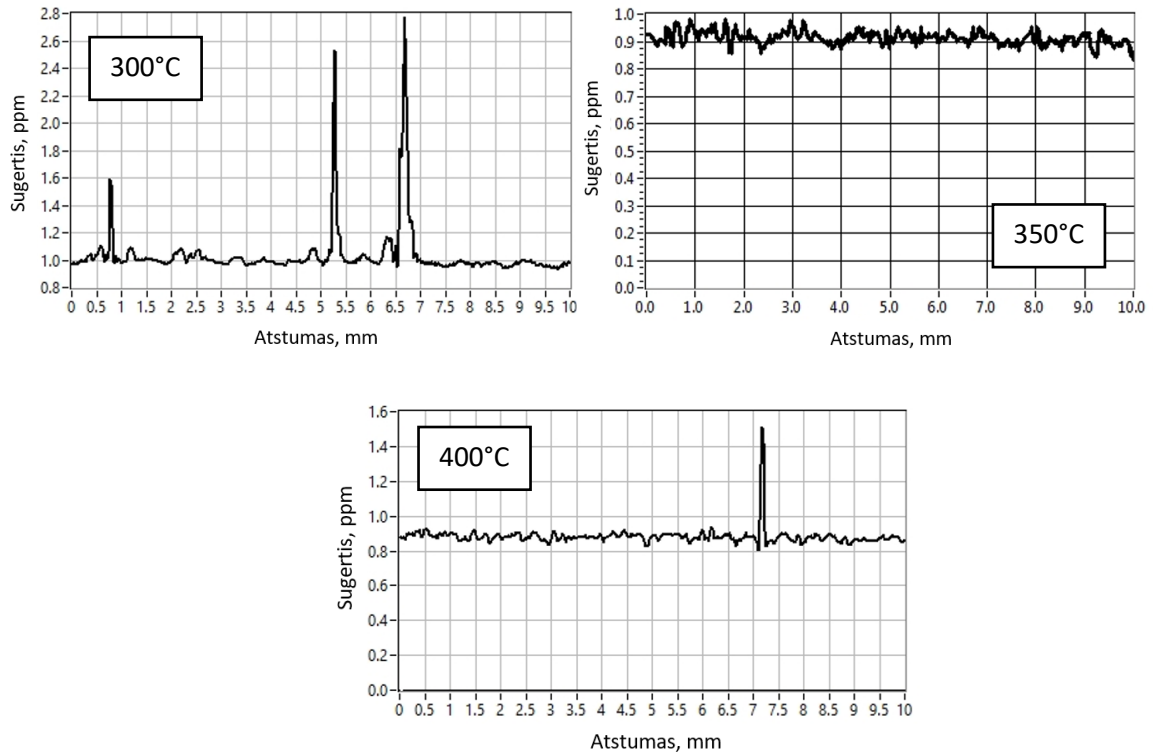
centrinėse pozicijose dengtiems elementams. Mažiausia vertė po kaitinimo pasižymi aukštoje temperatūroje su padidintu sukimo greičiu nusodinti sluoksniai, jų sugertis  $0,8 \pm 0,295$  ppm. Didžiausia sugerties vertė nustatyta žemoje temperatūroje nusodintam sluoksniui –  $1,26 \pm 0,21$  ppm. Po kaitinimo, visiems tirtiems sluoksniams sugertis paklaidų ribose susilygina. Nusodinimas aukštoje temperatūroje bei didesniu sukimo greičiu yra mažiau veiksmingas metodas nei atkaitinimas po nusodinimo.

Siekiant nustatyti, kokią įtaką atkaitinimo temperatūra daro sugerčiai bei lazerinio pažeidimo slenkstinėms vertėms, standartiniais parametrais buvo suformuotas  $Ta_2O_5/SiO_2$  skaidrinanti danga 1064 nm bangos ilgiui. Elektrinio lauko pasiskirstymas dangoje pavaizduotas 34 pav. El. lauko maksimumas  $Ta_2O_5$  sluoksnyje yra 68%. El. lauko skirstinys buvo optimizuotas ir ši vertė yra mažiausia, kokią galima pasiekti, neaukojant spektrinių dangos savybių.



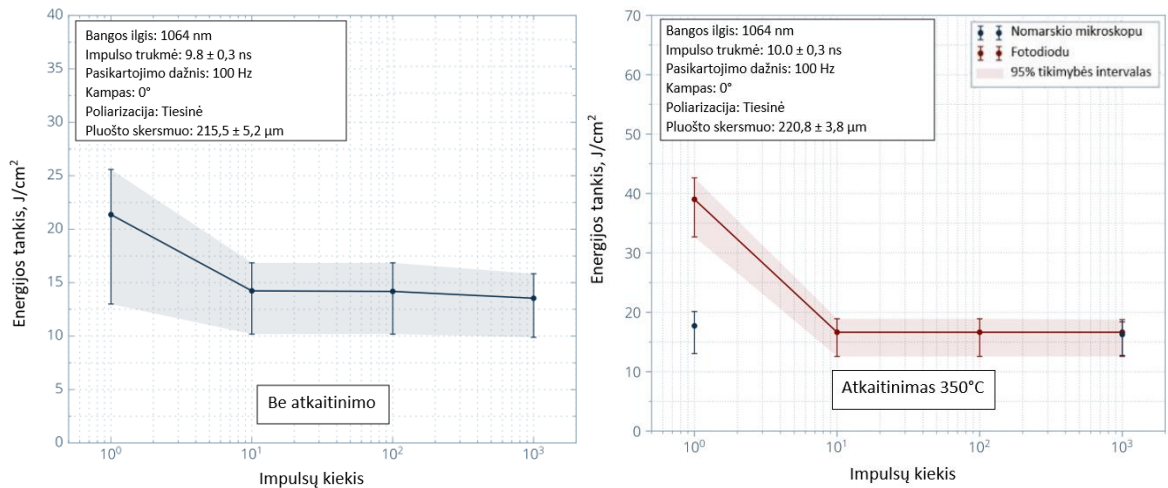
**34 pav.** Elektrinio lauko pasiskirstymas dviejų sluoksnių  $Ta_2O_5/SiO_2$  skaidrinančioje dangoje. Kairėje pusėje padėklas, dešinėje – oras.

Šiai skaidrinančiai dangai buvo atlikti kaitinimai 300°C, 350°C ir 400°C temperatūrose, ir fototerminės interferometrijos metodu matuota sugertis. Sugerties matavimo rezultatai apvaizduoti 35 pav.



35 pav. Skirtingose temperatūrose kaitintų Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> skaidrinančių dangų sugerties matavimo 1064 nm bangos ilgio spinduliuote rezultatai.

Nustačius, kad optimali atkaitinimo temperatūra yra 350°C, atkaitintai dangai buvo atlikti lazerinio pažeidimo slenksčio matavimai S-on-1 metodu. Matavimo rezultatai pavaizduoti 36 pav.



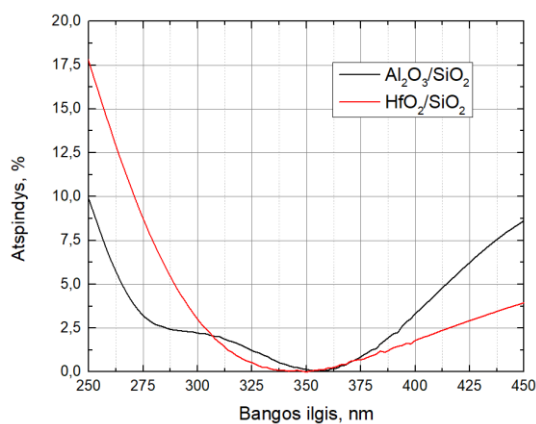
36 pav. Kaitintos ir nekaitintos Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> skaidrinančių dangų lazerinio pažeidimo slenksčio 1064 nm bangos ilgio spinduliuote matavimo rezultatai.

36 pav. matome, jog atkaitinimo metu sumažėjusi sugertis nepadarė įtakos lazerinio pažeidimo slenkstinėms vertėms. Po 1000 impulsų slenkstinė vertė nekaitintai dangai lygi  $13,5 \pm 3 \text{ J/cm}^2$ , o kaitintai  $350^\circ\text{C}$  temperatūroje –  $16,3 \pm 2,8 \text{ J/cm}^2$ . Taigi ir kaitintos, ir nekaitintos skaidrinančių dangų atsparumas lazerinei spinduliutei vienodas paklaidų ribose.

Kadangi sugerties verčių skirtumas tarp kaitintos ir nekaitintos dangų yra 1-2 ppm eilės, ir lazerinio pažeidimo slenkstinės vertės paklaidų ribose sutampa, negalime įsigilinti į dangų sugerties ir atsparumo lazerinei spinduliutei koreliaciją. Tyrimas buvo tęstas formuojant optinius elementus skirtus lazeriniams taikymams UV srityje, siekiant geriau suprasti dangų savybių kitimo tendencijas.

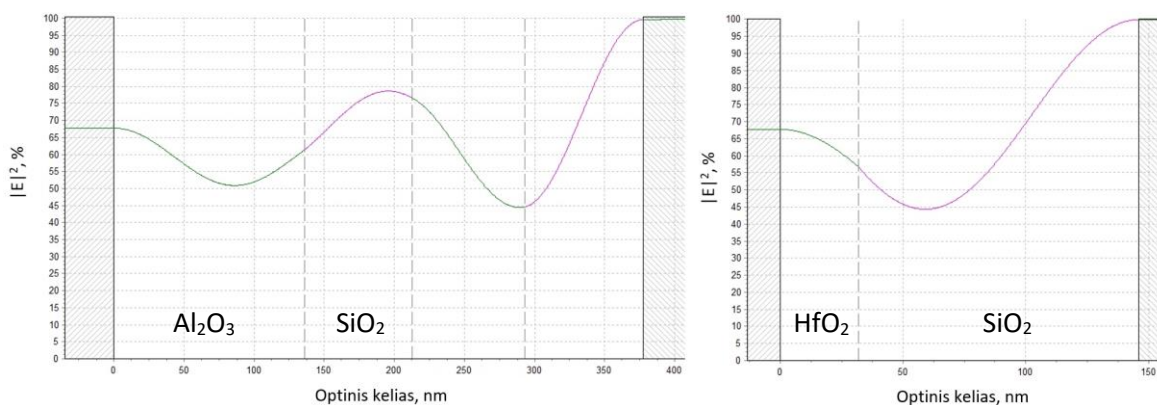
## 9.2 Skaidrinančių dangų UV diapazone tyrimas

Kaip pavaizduota 1 pav.  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  yra netinkama medžiaga lazeriniams taikymams UV spektriniame diapazone, kadangi pasižymi didele sugertimi  $<400 \text{ nm}$  bangos ilgiams. Tyrimo metu buvo nusodintos dvi skaidrinančios dangos naudojant skirtingas aukšto lūžio rodiklio medžiagas – aliuminio oksidą bei hafnio oksidą. Suformuotų skaidrinančių dangų spektrinių charakteristikų palyginimas pavaizduotas 37 pav.



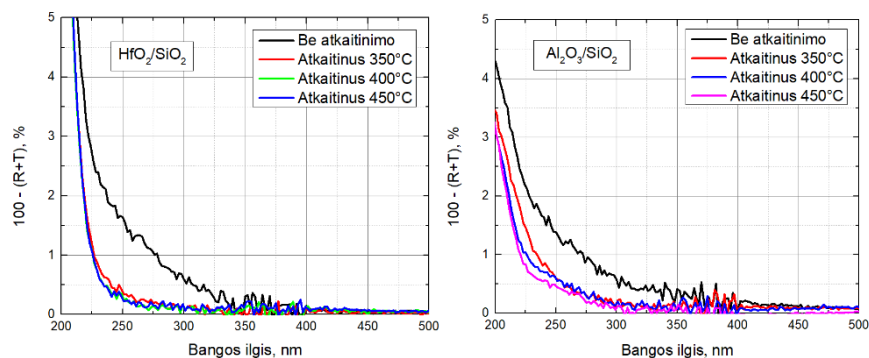
**37 pav.** Nusodintų skaidrinančių  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  bei  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dangų spektrinių charakteristikų palyginimas.

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  skaidrinanti danga buvo formuojama iš 4 sluoksnių, o  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  – iš dviejų, nes aliuminio oksidas pasižymi kiek mažesniu lūžio rodikliu, ir dviejų sluoksnių nepakanka suformuoti skaidrinančią dangą. Elektrinio lauko skirstiniai dangose pavaizduoti 38 pav. Matome, kad maksimalūs intensyvumai krentantys ant aukšto lūžio rodiklio medžiagų skiriasi, t.y. aliuminio oksido sluoksnyje maksimumas yra  $\sim 76\%$ , o hafnio oksido sluoksnyje – maždaug  $68\%$ . Šis el. lauko skirstinio skirtumas yra neišvengiamas formuojant tokio tipo dangas.



**38 pav.** Suformuotų HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> bei Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> skaidrinančių dangų elektrinio lauko pasiskirstymai.

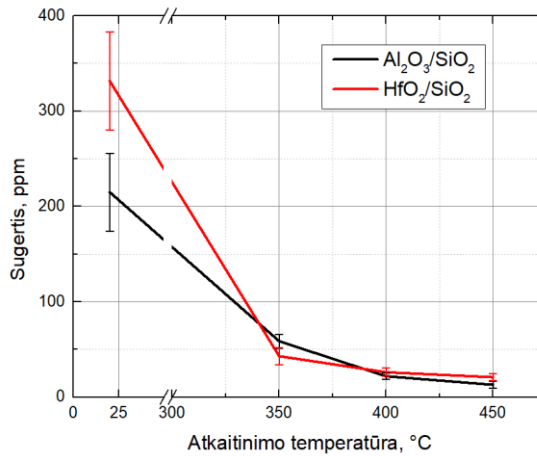
Abu skaidrinimai buvo kaitinami siekiant pagerinti dangų morfologiją bei sumažinti sluoksnių sugertį. Maksimali kaitinimo temperatūra buvo 450°C. 39 pav. pavaizduotos sugerties UV diapazone įsivertinimo kreives apskaičiuotas iš atspindžio ir pralaidumo spektrų naudojant 8.4.1 formulę. Matome, kad nekaitintų dangų sugertis didesnė ir smarkiai sumažėja atkaitinus 350°C temperatūroje. Atkaitinus didesnėse temperatūrose sugerties pokyčiai sunkiai išskiriami iš triukšmo lygio.



**39 pav.** Pagal 9.4.1 formulę gautos sugerties priklausomybės skirtingomis temperatūromis atkaitintoms dangoms.

Siekiant tiksliau įvertinti atkaitinimo įtaką dangų sugerčiai, atlikti matavimai 355 nm bangos ilgio spinduliuote. Sugerties matavimo lazeriu indukuoto nuokrypio metodu rezultatai pavaizduoti 40 paveikslėlyje. Matome, kad sugertis mažėja didinant kaitinimo temperatūrą ir mažiausia sugertimi pasižymi didžiausioje temperatūroje atkaitinti bandiniai. Šie rezultatai leidžia spėti, kad didžiausiu atsparumu lazerinei spinduliuotei pasižymi būtent 450°C temperatūroje kaitintos dangos. Hafnio oksido danga pasižymi minimalia  $20,6 \pm 3,4$  ppm sugertimi, o aliuminio oksido –  $13,0 \pm 3,9$  ppm sugertimi.





**40 pav.** Skaidrinančių dangų 355 nm bangos ilgio spinduliuotės sugerties priklausomybės nuo atkaitinimo temperatūros.

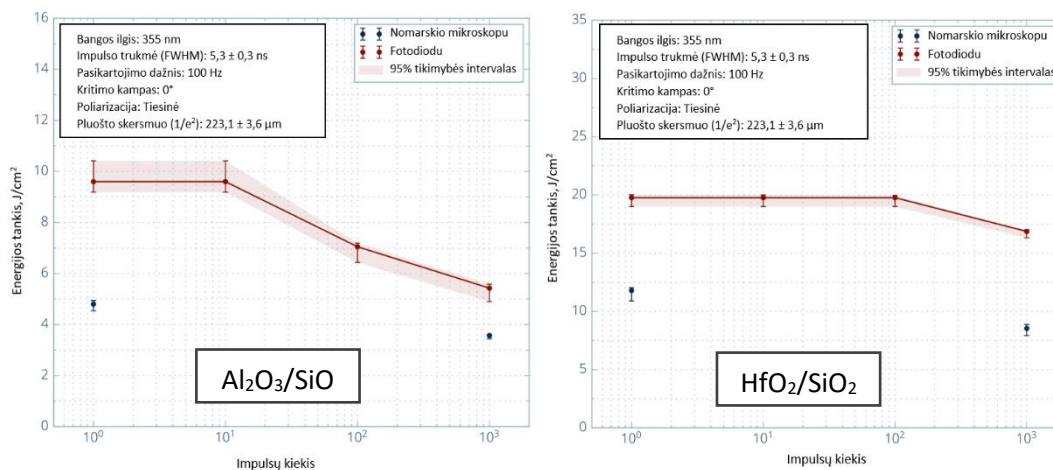
Kadangi žinoma, kad skaidrių, UV spektriniame diapazone naudojamų elementų lazerinės pažaidos slenkstį riboja paviršinių defektų įtaką, dangos buvo nusodintos ant rūgšties ir reduktoriaus tirpale ęsdintų, bei neęsdintų padėklų palyginimui. Lazerinio pažeidimo slenkščio matavimai 1-on-1 metodu buvo atlikti abiejų tipų dangoms nusodintoms ant ęsdinto bei neęsino padėklų. Visi tirti elementai buvo atkaitinti 450°C temperatūroje. Matavimų rezultatai pavaizduoti 3 lentelėje. Abiejų dangų nusodintų ant neęsdintų padėklų pažaidos slenkščiai 2 – 4 J/cm<sup>2</sup> ribose, aliuminio oksido danga pasižymi ~0,6 J/cm<sup>2</sup> didesne verte. Dangos ant ęsdintų padėklų pasižymi aukštesniais pažaidos slenkščiais, kurie hafnio oksido dangai siekia 17,20 J/cm<sup>2</sup>, o aliuminio oksido dangai 6,24 J/cm<sup>2</sup>. Galime teigti, kad neęsdintų padėklų pažeidimas inicijuojamas priklausomai nuo padėklo savybių, o padėklus nuėsdinus ir eliminavus papildomus sugerties iniciatorius, pasireiškia dangų savybės.

**3 lentelė** Dangų lazerinio pažeidimo slenkstinės vertės gautos 1-on-1 metodu .

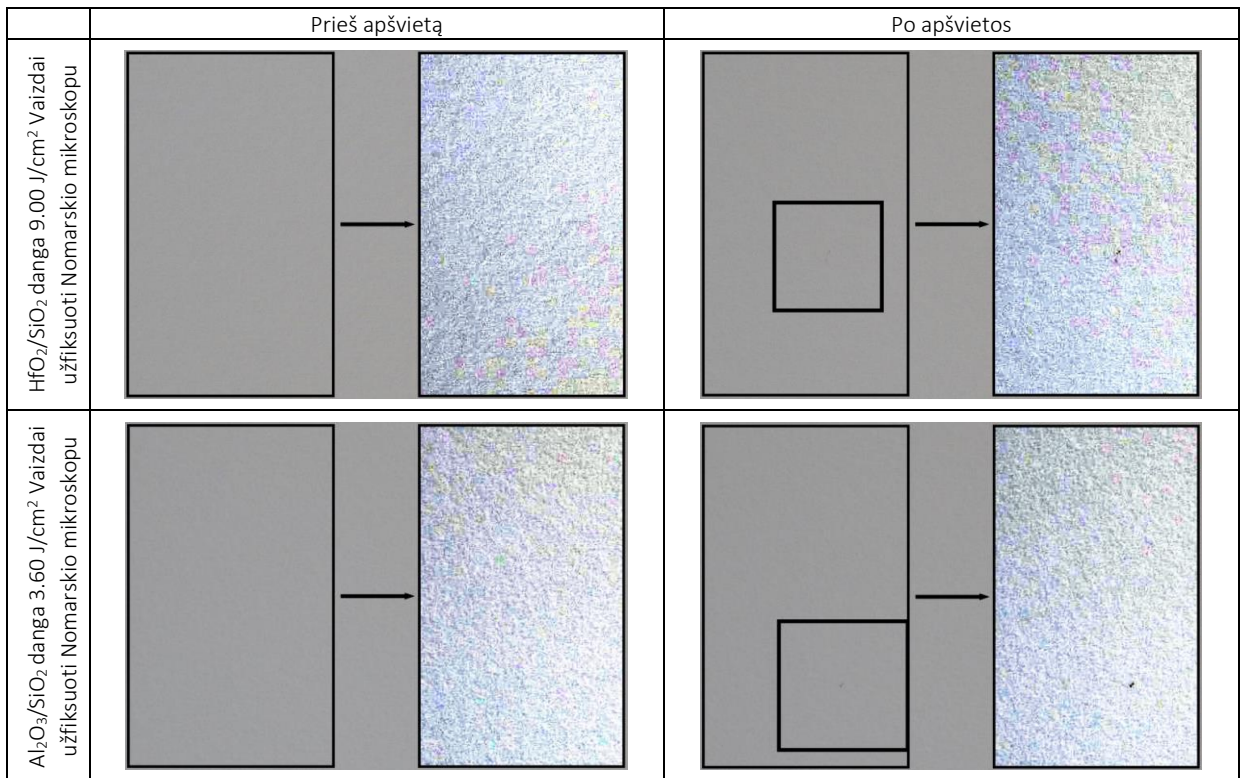
Padėklas	Danga	Pažaidos slenkstis, J/cm <sup>2</sup>	Maksimali vertė, J/cm <sup>2</sup>
Padėklas ęsdintas	HfO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	17,20	22,00
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SiO <sub>2</sub>	6,24	30,60
Padėklas neęsdintas	HfO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	2,83	3,00
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SiO <sub>2</sub>	3,35	3,60

Siekiant ištirti dangų degradavimą laike, dangos ant ęsdintų padėklų buvo testuojamos S-on-1 metodu. Matavimų rezultatai pavaizduoti 41 pav. Matome, kad hafnio oksido danga pasižymi didesnėmis

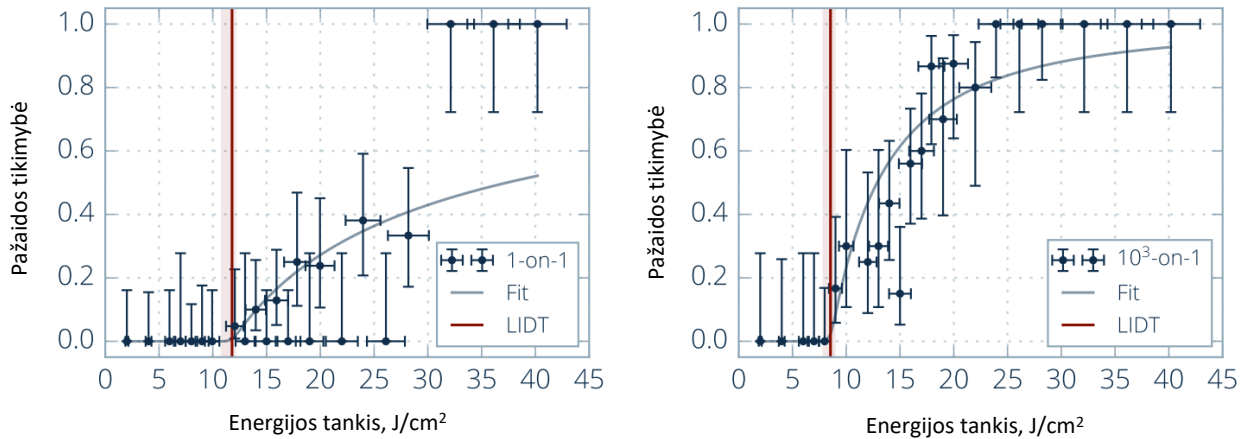
slenkstinėmis vertėmis nei aliuminio oksido danga. Taip pat pastebime, kad aliuminio oksido dangai būdinga degradacija prasideda jau nuo 10 impulsų kiekio ir po 1000 impulsų slenkstinė vertė sumažėja beveik perpus. Tuo tarpu hafnio oksido dangai degradacija pastebima viršijus 100 impulsų, ir slenkstinė vertė sumažėja  $\sim 3 \text{ J/cm}^2$ . Abiejuose grafikuose galime pastebėti, kad Nomarskio mikroskopu užfiksuotos pažeidos slenksčio vertės mažesnės nei užfiksuotos fotodiodu. Pažeidos morfologijos pavaizduotos 42 pav. Matome, kad Nomarskio mikroskopu užfiksuota pažeida apšvietus nedidelio energijos tankio spinduliuote yra taškinio pobūdžio, todėl galimai yra susijusi su taškiniais defektais dangoje ar ant dangos. Tikėtina, kad šios pažeistos pozicijos neplis toliau apšvietus lazerio spinduliuote ir nesukels katastrofinio pažeidimo, tik inicijuos sklaidos nuostolius. Jei šie pažeidos centrai yra susiję su atsitiktiniais defektyviais centrais dangoje ar jos paviršiuje, tai galėtume stebėti pažeidos tikimybių grafikuose, kurie pavaizduoti 43 ir 44 pav.



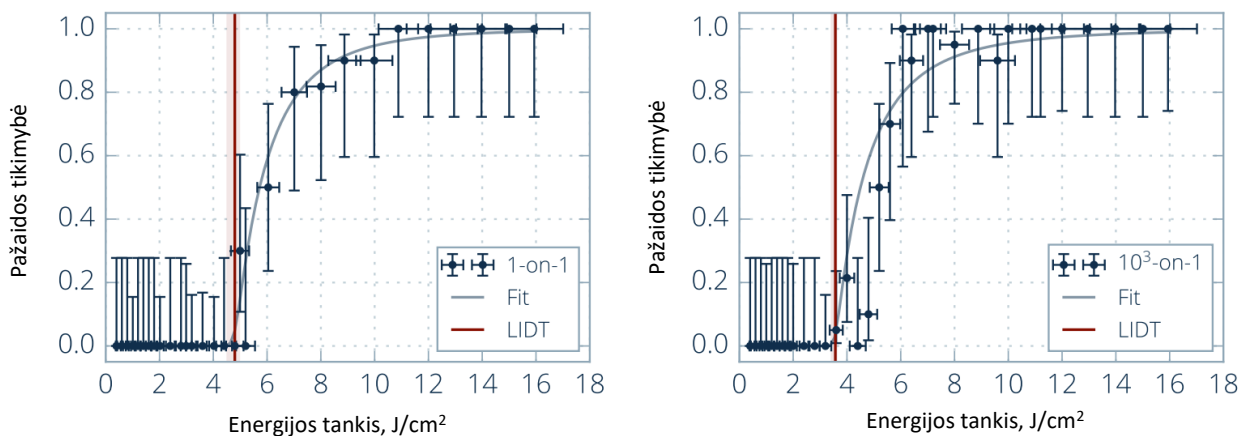
41 pav. Praskaidrintų elementų lazerinio pažeidimo slenkstinės vertės gautos S-on-1 metodu.



42 pav. Pažaidų morfologijos užfiksuotos Nomarskio mikroskopu.



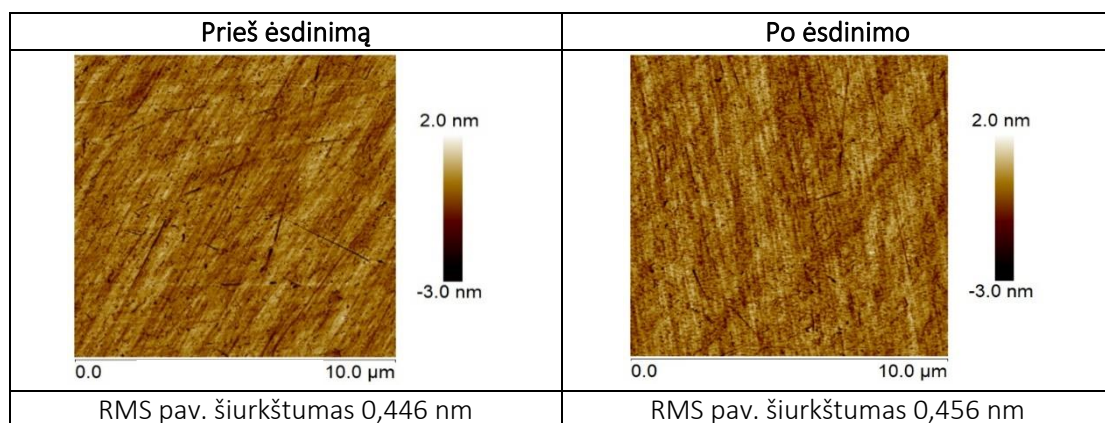
43 pav. HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> danga skaidrintų elementų pažaidos tikimybės nustatytos Nomarskio mikroskopu.



44 pav. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> danga skaidrintų elementų pažaidos tikimybės nustatytos Nomarskio mikroskopu.

Matome, kad pažaidos tikimybė pasiekia vieną hafnio dangai ties maždaug 20 J/cm<sup>2</sup>, kai impulsų kiekis 1000, ir ties 30 J/cm<sup>2</sup> kai impulsas vienas. Šios vertės ženkliai didesnės nei nustatytas pažaidos slenkstis. Yra tikimybė, kad pažaidą šiame diapazone sukelia taškiniai vienetiniai defektai elemento paviršiuje ar dangos sandaroje.

Siekiant įsitikinti, kad ėsdinimas nepažeidė lydyto kvarco padėklo paviršiaus bei neįnešė didelių verčių sklaidos nuostolių, buvo atlikti paviršiaus šiurkštumo matavimai. Matavimo rezultatai pavaizduoti 45 pav. Paviršiaus šiurkštumo vertė nustatyta po ėsdinimo 0,1 Å didesnė nei prieš ėsdinimą. Pokytis pilyginamas paviršiaus šiurkštumo netolygumui padėklo paviršiuje. Šie elementai specifikuojami RMS pav. šiurkštumo verte <5 Å, todėl galime teigti, kad ėsdinimas paviršiaus nepažeidė.



45 pav. Paviršiaus šiurkštumo vaizdai prieš ir po ėsdinimo.

## 10 Rezultatų aptarimas

9. Skyriuje, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dangų tyrimo metu, skirtingomis sąlygomis buvo suformuoti trys tantalio oksido sluoksniai. Siekta ištirti, kokią įtaką sluoksnio savybėms turi aukšta nusodinimo temperatūra bei padidintas sukimo greitis. Taip pat ištirtos sluoksnių savybių priklausomybės nuo pozicijos kupole centro atžvilgiu.

26 pav. pavaizduoti centrinių, vidurinių bei kraštinių padėklų pozicijų spektrai. Lygindami vienodu padėklo sukimo greičiu aukštoje bei žemoje temperatūrose nusodintų dangų poslinkius, galime pastebėti, jog temperatūra nepadarė reikšmingos įtakos sluoksnių tolygumui kupole. Lygindami aukštose temperatūrose nusodintų sluoksnių spektrų poslinkius matome, kad didesnis sukimo greitis ženkliai sumažino sluoksnio storių skirtumus tarp centrinės bei kraštinės padėčių kupole. Galime teigti, kad sluoksnio storių tolygumas įstrižai kupolo labiau priklauso nuo atomų pluošto geometrinių savybių, o ne nuo adatomų energijos.

27 pav. pavaizduotos dangų įtempių priklausomybės nuo padėties dengimo metu. Vidutinė įtempių variacija prieš kaitinimą <5%. Matome, kad kaitinant pasikeičia įtempių ženklas, tai reiškia, kad gniuždantieji įtempiai tapo tempiančiais. Įtempio pokyčiai atkaitinus visais atvejais proporcingi pradinio įtempio moduliui, ir yra didžiausi žemoje temperatūroje nusodintai dangai, mažiausi – aukštoje temperatūroje, standartiniu sukimo greičiu nusodintam sluoksniui. Lūžio rodiklio padidėjimas pavaizduotas 37 pav. leidžia spėti, kad dangos, nusodintos aukštose temperatūrose pasižymi didesniu tankiu, todėl įtempių modulių sumažėjimas gali būti asocijuojamas su pagerėjusia dangos stochiometrija nusodinant Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sluoksnius aukštoje temperatūroje. Didesnis adatomų mobilumas ir difuzija paviršiuje pagerina įtempių relaksaciją.

Atkaitintų sluoksnių optinių konstantų palyginimas pavaizduotas 31 pav. Aukštoje temperatūroje nusodintos dangos pasižymi 0,021 (didesniu sukimo greičiu) ir 0,028 (standartiniu sukimo greičiu) didesniais lūžio rodikliais ties 800 nm bangos ilgiu. Nusodinimas aukštoje temperatūroje padidino lūžio rodiklius atitinkamai 1 – 1.3%.

Siekiant ištirti, kokią įtaką nusodinimo temperatūra bei padėklų sukimo greitis turi sluoksnio ir spinduliuotės sąveikai, buvo atlikti sugerties matavimai 1070 nm bangos ilgio spinduliuote, fototerminės interferometrijos metodu. Matavimo rezultatai pavaizduoti 32 ir 33 pav. Matome, kad prieš kaitinimą

nustatytos sugerties vertės mažiausios žemoje temperatūroje nusodintiems sluoksniams, didžiausiomis vertėmis pasižymi aukštoje temperatūroje, didesniu sukimo greičiu nusodinti sluoksniai. Po kaitinimo situacija kita – sluoksnių sugertys susilygino. Paklaidų ribose sluoksnių sugerties vertės sutampa ir yra lygios maždaug 1 ppm.

Kadangi nustatyta, jog atkaitinimas sluoksniams daro didesnę įtaką nei nusodinimas aukštoje temperatūroje bei padidintas padėklų sukimo greitis, toliau tyrinėta skaidrinanti dangą buvo nusodinta standartiniais parametrais – nekeliant temperatūros dengimo metu, ir išlaikant 40 aps./min padėklų sukimo greitį. 35 pav. matome pavaizduotus šios dangos sugerties matavimus po kaitinimų skirtingose temperatūrose. Lygindami 300°C ir 350°C temperatūrose kaitintų dangų sugertis, matome sumažėjimą lygų ~0,1 ppm. Atkaitinus 400°C temperatūroje sugertis nebekito. Galime teigti, kad atkaitinimo 350°C temperatūra yra optimali.

Atlikti lazerinio pažeidimo slenkščio matavimai kaitintai 350°C temperatūroje bei nekaitintai dangoms. Galime pastebėti, kad atkaitinimas padidino elemento atsparumą tik paklaidų verčių ribose. Po 1000 impulsų slenkstinė vertė nekaitintai dangai lygi  $13,5 \pm 3 \text{ J/cm}^2$ , o kaitintai 350°C temperatūroje –  $16,3 \pm 2,8 \text{ J/cm}^2$ . Rezultatų skirtumas tarp kaitintos ir nekaitintos dangų yra per daug mažas, ir galimai labiau priklauso nuo konkretaus bandinio savybių, o ne nuo paruošimo metodo.

Gali būti, kad koreliacijos tarp sugerties ir lazerinio pažeidimo slenkstinių verčių nepavyko nustatyti dėl to, kad tikrosios dangų sugertys buvo neteisingai įvertintos dėl itin mažų verčių bei didelių paklaidų, siekiančių >20% išmatuotos vertės. Siekiant tiksliau ištirti kaip lazerinio pažeidimo slenkstis priklauso nuo sugerties, tyrimas buvo tęsiamas naudojant UV spektrinio diapazono spinduliuotę, kadangi UV diapazone sugertys yra didesnės, ir paklaidų įtaka mažesnė.

9.2 Skyriaus UV skaidrinančių dangų tyrime, dangos formuotos naudojant skirtingas aukšto lūžio rodiklio medžiagas – hafnio ir aliuminio oksidus, kadangi tantalo oksidas yra netinkama medžiaga dangoms, skirtoms UV diapazonui. Skaidrinančios dangos formuotos taip, kad 355 nm bangos ilgio spinduliuotės el. lauko maksimali vertė aukšto lūžio rodiklio medžiagoje būtų kuo mažesnė. Atitinkamai aliuminio oksido sluoksnyje maksimumas yra ~76%, o hafnio oksido sluoksnyje – maždaug 68%.

Sugerties matavimai (40 pav.) atkaitinus dangas skirtingose temperatūrose parodo, kad pradinė sugertis siekia  $215 \pm 49,9 \text{ ppm Al}_2\text{O}_3$  skaidrinimui, bei  $331,6 \pm 51,3 \text{ ppm HfO}_2$  skaidrinimui. Atkaitinus 450°C temperatūroje, dangų sugertis sumažėja iki  $13,0 \pm 3,9 \text{ ppm}$  bei  $20,9 \pm 3,4 \text{ ppm}$  atitinkamai.

Dangos buvo formuotos ant ėsdintų bei neėsdintų padėklų. Ėsdinimas vykdytas siekiant eliminuoti popaviršinių defektų įtaką elementų atsparumui. Dangas atkaitinus 450°C, buvo atlikti atsparumo lazerinei spinduliuotei matavimai 1-on-1 metodu. 3 lentelėje pateikti matavimo rezultatai parodė, jog padėklo popaviršiniai defektai sumažina lazerinio pažeidimo slenkstines vertes iki 2-4 J/cm<sup>2</sup>. Šių defektų kiekio sumažinimas pasirinktu ėsdinimo metodu leido ženkliai padidinti elementų atsparumą lazerinei spinduliuotei – maksimalios energijos tankio vertės, kuriomis apšviestus elementą neužfiksuota pažaidos siekia 22 J/cm<sup>2</sup> HfO<sub>2</sub> skaidrinimui bei 30.6 J/cm<sup>2</sup> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dangai.

Siekiant tiksliau įvertinti pagamintų elementų savybes ir jų kitimą didinant impulsų kiekį, buvo atlikti lazerinio pažeidimo slenksčio matavimai S-on-1 metodu. Matavimų rezultatai pavaizduoti 41, 42, 43 ir 44 paveikslėliuose. Galime pastebėti, jog HfO<sub>2</sub> danga skaidrintas elementas pasižymi didesniu atsparumu lazerinei spinduliuotei. Abiejų tirtų elementų pažaida pirmiausiai pasireiškia tik Normarskio mikroskopu matomais taškais, fotodiodu užfiksuojama tik didesnio masto pažaida, kuri labiau sklaido šviesą. Po 1000 impulsų, Normarskio mikroskopu užfiksuotos HfO<sub>2</sub> skaidrinimo pažaidos slenkstinė vertė yra 8,53 ± 0,48 J/cm<sup>2</sup>, o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> skaidrinimo – 3,569 ± 0,75 J/cm<sup>2</sup>. Fotodiodu užfiksuoti slenksčiai atitinkamai 16,87 ± 0,34 J/cm<sup>2</sup> ir 5,43 ± 0,35 J/cm<sup>2</sup>. Taip pat svarbu paminėti, kad hafnio oksido dangos atsparumas išsilaiko nepakitęs iki 100 impulsų, viršijus šį kiekį prasideda degradacija. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> danga praskaidrinto elemento degradacija prasideda anksčiau – viršijus 10 impulsų kiekį. Tai leidžia numatyti, kad šio elemento tarnavimo laikas bus mažesnis nei elemento skaidrinto HfO<sub>2</sub> danga, net naudojant mažesnės energijos impulsus.

S-on-1 matavimai, kaip ir 1-on-1 matavimai rodo, kad Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> danga pasižymi mažesniu atsparumu 355 nm bangos ilgio spinduliuotei nanosekundžių trukmės impulsams. Tačiau 1 pav. pavaizduotas ekstinkcijos arba sugerties koeficientų palyginimas leidžia numatyti, kad dėl didesnio draustinių energijų tarpo vertės, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dangos turėtų pasižymėti didesniu atsparumu lazerinei spinduliuotei. Analogiškai, 40 pav. pavaizduotos sugerties priklausomybės rodo, kad po kaitinimo 450°C temperatūroje, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> danga pasižymi maždaug 7 ppm mažesne sugertimi nei HfO<sub>2</sub> skaidrinimas. Svarbu prisiminti, kad 38 pav. pavaizduotuose el. lauko skirstiniuose Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sluoksnyje maksimali el. lauko vertė yra ~8% didesnė nei maksimali vertė HfO<sub>2</sub> sluoksnyje, tai gali būti nevienareikšmiškos koreliacijos tarp sugerties ir lazerinio pažeidimo slenksčio priežastis.

45 pav. pavaizduotuose, atominių jėgų mikroskopu gautuose vaizduose, nepastebėtas neigiamas ėsdinimo poveikis paviršiui – paviršiaus šiurkštumo skirtumas prieš ir po ėsdinimo yra palyginamas šiurkštumo netolygumui padėklo paviršiuje. Galime teigti, kad ėsdinimas neįneša papildomų sklaidos nuostolių.



## Rezultatai ir išvados

- Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sluoksnių nusodinimas 140-170°C temperatūroje keičia sluoksnio struktūrą, nes sluoksniai pasižymi >1% didesniu lūžio rodikliu bei 20-40% mažesniu įtempio modulių lyginant su 70°C temperatūroje nusodintu sluoksniu.
- Sluoksnio nusodinimas aukštoje temperatūroje nėra veiksmingas metodas sugerties sumažinimui, nes nustatyta, kad po atkaitinimo, tiek aukštoje tiek žemoje temperatūroje nusodintų sluoksnių sugertis paklaidų ribose yra lygi ~1 ppm.
- Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> skaidrinančios dangos atsparumas 1064 nm bangos ilgio spinduliuotei nepriklauso nuo sugerties, nes nustatyta, jog ir atkaitintos 350°C, ir neatkaitintos dangos lazerinio pažeidimo slenkstinės vertės paklaidų ribose sutampa, ir yra lygios atitinkamai  $16,6 \pm 3,1 \text{ J/cm}^2$  bei  $13,5 \pm 3 \text{ J/cm}^2$ , o tantalo oksido sugerties vertė kaitinimo metu sumažėja beveik 2 kartus.
- Cerio oksido pasta poliruoto lydyto kvarco padėklų šerdinimas HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> mišiniu veiksmingai pašalina cerio oksidą iš Bilbio sluoksnio, nes šerdintų padėklų skaidrintų Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> danga lazerinio pažeidimo slenkstis nuo  $3,35 \text{ J/cm}^2$  padidėja iki  $6,24 \text{ J/cm}^2$ , o skaidrintų HfO<sub>2</sub> danga nuo  $2,83 \text{ J/cm}^2$  iki  $17,2 \text{ J/cm}^2$ .
- 355 nm bangos ilgio spinduliuotės sugerties koreliacija su lazerinio pažeidimo slenkščiu šiame darbe nebuvo nustatyta, nes skaidrinimas suformuotas iš HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> pasižymi maždaug 2,4 karto didesniu lazerinio pažeidimo slenkščiu nei Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> skaidrinimas, nors Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> skaidrinimas pasižymi maždaug 7 ppm mažesne sugertimi.

## Literatūra

- [1] Ristau, D., Jupé, M., & Starke, K. (2009b). Laser damage thresholds of optical coatings. *Thin Solid Films*, 518(5), 1607–1613. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2009.07.150>
- [2] Kaiser, N., & Pulker, H. K. (2003). *Optical Interference Coatings*. In Springer series in optical sciences. Springer Nature. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-36386-6>
- [3] Falmbigl, M., Godin, K., George, J. T., Mühlilig, C., & Rubin, B. (2022). Effect of annealing on properties and performance of HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> optical coatings for UV-applications. *Optics Express*, 30(8), 12326. <https://doi.org/10.1364/oe.453345>
- [4] Shi, Z., Sun, L., Shao, T., Liu, H., Huang, J., Ye, X., Wang, F., Yang, L., & Zheng, W. (2022). Statistically Correlating Laser-Induced Damage Performance with Photothermal Absorption for Fused Silica Optics in a High-Power Laser System. *Photonics*, 9(3), 137. <https://doi.org/10.3390/photonics9030137>
- [5] Gallais, L., & Commandre, M. (2014). Laser-induced damage thresholds of bulk and coating optical materials at 1030 nm, 500 fs. *Applied Optics*, 53(4), A186. <https://doi.org/10.1364/ao.53.00a186>
- [6] Mézel, C., Duchateau, G., Geneste, G., & Siberchicot, B. (2013). A model for multiphoton absorption in dielectric materials induced by short laser pulses at moderate intensities. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 25(23), 235501. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/25/23/235501>
- [7] M. N. Polianskiy, „"Refractive index database" <https://refractiveindex.info>," Accessed on 2023-05-07.
- [8] Cook, L. M. (1990). Chemical processes in glass polishing. *Journal of Non-crystalline Solids*, 120(1–3), 152–171. [https://doi.org/10.1016/0022-3093\(90\)90200-6](https://doi.org/10.1016/0022-3093(90)90200-6)
- [9] Chemistry | CMP: Slurry Measurements : Anton-Paar.com. (n.d.). Anton Paar. <https://www.anton-paar.com/cn-cn/products/applications/chemical-mechanical-polishing-planarization-slurry-measurements/>
- [10] Suratwala, T. I., Steele, W. A., Wong, L., Feit, M. D., Miller, P. W., Dylla-Spears, R., Shen, N., & Desjardin, R. (2015). Chemistry and Formation of the Beilby Layer During Polishing of Fused Silica Glass. *Journal of the American Ceramic Society*, 98(8), 2395–2402. <https://doi.org/10.1111/jace.13659>
- [11] ISO 21254-2:2011: Lasers and laser-related equipment - Test methods for laser-induced damage threshold - Part 2: Threshold determination (2011) International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland
- [12] Ye, X., Huang, J., Liu, H., Geng, F., Sun, L., Jiang, X., Wu, W., Qiao, L., Zu, X., & Zheng, W. (2016). Advanced Mitigation Process (AMP) for Improving Laser Damage Threshold of Fused Silica Optics. *Scientific Reports*, 6(1). <https://doi.org/10.1038/srep31111>
- [13] Bude, J. D., Miller, P., Baxamusa, S. H., Shen, N., Laurence, T. A., Steele, W., Suratwala, T. I., Wong, L., Carr, W., Cross, D. S., & Monticelli, M. V. (2014). High fluence laser damage precursors and their mitigation in fused silica. *Optics Express*, 22(5), 5839. <https://doi.org/10.1364/oe.22.005839>
- [14] Miller, P., Suratwala, T. I., Bude, J. D., Laurence, T. A., Shen, N., Steele, W., Feit, M. D., Menapace, J. A., & Wong, L. (2009). Laser damage precursors in fused silica. *Proc. SPIE 7504, Laser-Induced Damage in Optical Materials*, <https://doi.org/10.1117/12.836986>

- [15] Knepper, R. A., & Messier, R. (2001). Thin film morphology at low adatom mobility. <https://doi.org/10.1117/12.432957>.
- [16] Movchan, B A, & Demchishin, A V. (1969) Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminum oxide and zirconium oxide. *Phys. Met. Metalogr.*
- [17] Thornton, J. K. (1977). High Rate Thick Film Growth. *Annual Review of Materials Science*, 7(1), 239–260. <https://doi.org/10.1146/annurev.ms.07.080177.001323>
- [18] Gischkat, T., Schachtler, D., Steger, F., Balogh-Michels, Z., Vetsch, B., Strüning, T., Birkhölzer, J., Michler, M., Mühlig, C., Schwinde, S., Trost, M., Schröder, S., Borzi, A., & Neels, A. (2023). Low-temperature ion beam sputtered optical coatings. *Applied Optics*, 62(7), B195. <https://doi.org/10.1364/ao.480089>
- [19] Yoon, S. F., Kim, H., Kim, M. J., Lee, H., & Yoon, D. Y. (2005). Effect of substrate temperature on surface roughness and optical properties of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> using ion-beam sputtering. *Thin Solid Films*, 475(1–2), 239–242. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2004.07.043>
- [20] Pivin, J. (1983). An overview of ion sputtering physics and practical implications. *Journal of Materials Science*, 18(5), 1267–1290. <https://doi.org/10.1007/bf0111944>.
- [21] Martin, P. G. (1986). Ion-based methods for optical thin film deposition. *Journal of Materials Science*, 21(1), 1–25. <https://doi.org/10.1007/bf01144693>
- [22] León, C. P. (2005). Vibrational spectroscopy of photosensitizer dyes for organic solar cells. ResearchGate. [https://www.researchgate.net/publication/36449863\\_Vibrational\\_spectroscopy\\_of\\_photosensitizer\\_dyes\\_for\\_organic\\_solar\\_cells](https://www.researchgate.net/publication/36449863_Vibrational_spectroscopy_of_photosensitizer_dyes_for_organic_solar_cells).
- [23] Amotchkina, T. V., Trubetskov, M. K., Tikhonravov, A. V., Janicki, V., Sancho-Parramon, J., Razskazovskaya, O., & Pervak, V. (2012). Oscillations in spectral behavior of total losses (1 – R – T) in thin dielectric films. *Optics Express*, 20(14), 16129. <https://doi.org/10.1364/oe.20.016129>.
- [24] Melninkaitis, A. (2022), Measurements of Transmittance and Absorptance losses. *Laboratorinio darbo aprašas*.
- [25] Mühlig, C., Kufert, S., Bublitz, S., & Speck, U. (2011). Laser induced deflection technique for absolute thin film absorption measurement: optimized concepts and experimental results. *Applied Optics*, 50(9), C449. <https://doi.org/10.1364/ao.50.00c449>.
- [26] ISO 21254-1:2011: Lasers and laser-related equipment - Test methods for laser-induced damage threshold - Part 1: Definitions and general principles (2011) International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland
- [27] Cappella, B., & Dietler, G. (1999). Force-distance curves by atomic force microscopy. *Surface Science Reports*, 34(1–3), 1–104. [https://doi.org/10.1016/s0167-5729\(99\)00003-5](https://doi.org/10.1016/s0167-5729(99)00003-5)
- [28] Handbook of Metal Physics | Metallic Multilayers and their Applications - Theory, Experiments, and Applications related to Thin Metallic Multilayers | ScienceDirect.com by Elsevier. (n.d.). <https://www.sciencedirect.com/handbook/handbook-of-metal-physics/vol/4/suppl/C>
- [29] Ardigo, M. R., Ahmed, M., & Besnard, A. (2014). Stoney Formula: Investigation of Curvature Measurements by Optical Profilometer. *Advanced Materials Research*, 996, 361–366. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.996.361>

## Summary

### Absorption characteristics of thin film coatings formed by ion beam sputtering and their influence on the properties of optical components

Vaida Grašytė

The aim of this work is to evaluate the effect of high-temperature annealing, high-temperature deposition, and different high refractive index materials on the absorption of transparent optical elements, as well as to assess the correlation between absorption and the resistance of these elements to laser radiation. The objectives are as follows:

- a) To deposit Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> layers under standard parameters, at high temperature, and at high temperature with an increased substrate rotation speed, and to assess the differences in their absorption and other important optical parameters;
- b) After determining the optimal deposition conditions for coatings, to deposit a Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> antireflective coating for 1064 nm wavelength radiation and investigate the correlation between the absorption of the coating and the laser damage threshold of the element.
- c) To deposit two antireflective coatings for 355 nm wavelength radiation using Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and HfO<sub>2</sub> as high refractive index materials, and to investigate the correlation between their absorption and laser damage threshold.

Three tantalum pentoxide layers were deposited – one using standard parameters, one at higher temperatures, and one at higher temperature with increased substrate rotation speeds. The absorption of 1070 nm wavelength light after annealing is similar for all investigated samples. For Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> antireflective coating negligible correlation between absorption and LIDT was found.

Two antireflective coatings consisting of different high refractive index materials were formed in order to investigate correlation between absorption and LIDT in the ultraviolet spectral region. It was discovered that despite having higher bandgap value, and lower measured absorption, aluminum oxide-based coating have lower LIDT, and more rapid coating degradation compared to hafnium oxide coatings (at 355 nm wavelength).