

VILNIAUS UNIVERSITETAS
FIZIKOS FAKULTETAS
LAZERINIŲ TYRIMŲ CENTRAS

Tomas Juodagalvis

AUKŠTO LŪŽIO RODIKLIO MEDŽIAGŲ IR JŲ MIŠINIŲ PLONŲ SLUOKSNIŲ
SUFORMUOTŲ JONAPLUOŠČIO DULKINIMO TECHNOLOGIJA OPTINIŲ IR
MIKROSTRUKTŪRINIŲ CHARAKTERISTIKŲ TYRIMAS

Magistrantūros studijų baigiamasis darbas

(studijų programa – LAZERINĖ TECHNOLOGIJA)

Studentas	Tomas Juodagalvis
Leista ginti	2019-05-22
Darbo vadovas	dr. Simonas Kičas
Konsultantas	j.m.d. Giedrius Abromavičius
Recenzentas	doc. dr. Andrius Melninkaitis
Lazerinių tyrimų centro direktorius l.e.p.	doc. dr. Rytis Butkus

Vilnius 2019

Turinys

Įvadas	1
1 Literatūros apžvalga	4
1.1 Interferencija plonose plėvelėse	4
1.2 Dielektriniai veidrodžiai bei optikos skaidrinimas	5
1.3 Optinių dangų mišinių formavimo būdai. Jonapluoščio dulkinimo technologija ...	6
1.4 Dielektrinių medžiagų optinės savybės	10
1.5 Optinių dangų mechaninės savybės: įtempiai.....	12
1.6 Dielektrinių plonų sluoksnių optinių savybių bei sluoksnio storio įvertinimo metodai	16
1.7 Optinių sluoksnių storio kontrolės sistemos. Optinė plataus spektro kontrolės sistema.....	20
1.8 Optinių dangų formavimui naudojami metalų bei puslaidininkių oksidai	21
1.9 Medžiagų mišinių optiniai sluoksniai bei jų charakterizavimas.....	24
2 Tyrimų metodika	28
2.1 Optiniai padėklai	28
2.2 Paviršiaus šiurkštumo nustatymas.....	28
2.3 Dangų įtempių įvertinimas.....	29
2.4 Pralaidumo matavimai, optinių savybių nustatymas bei mišinių tūrinių frakcijų įvertinimas	30
2.5 Aukšto lūžio mišinių dangų formavimas jonapluoščio dulkinimo metodu.....	30
2.6 Atkaitinimo poveikis metalų oksidų dangoms	32
3 Tyrimų rezultatai	33
3.1 Titano oksido bei jo mišinių su įvairiomis aukšto lūžio rodiklio medžiagomis plonų sluoksnių optiniai parametrai bei tūrinės frakcijos	33
3.2 Atkaitinimo poveikis titano oksido bei jo mišinių su įvairiomis aukšto lūžio rodiklio medžiagomis sluoksnių optinėms bei mikrostruktūrinėms savybėms.....	35
3.3 Titano-niobio oksidų mišinių sluoksnių su skirtingomis tūrinėmis frakcijomis optinės bei mikrostruktūrinės savybės	39
3.4 Titano-niobio oksidų mišinių taikymo kompensuotų įtempių daugiasluoksnių dangų gamybai teorinis įvertinimas.....	43
4 Pagrindiniai rezultatai ir išvados	47
Literatūros sąrašas	48
Santrauka	53

Įvadas

Šiuolaikinėse lazerinėse sistemose naudojamos interferencinės optinės dangos - plonų dielektrinių sluoksnių sistemos, kurios yra esminis komponentas lazerio pluošto valdymui. Optiniai padėklai yra dengiami tokiomis dielektrinėmis dangomis ir tokiu būdu gaminami optiniai elementai. Šviesai nukreipti naudojami itin aukštą atspindžio koeficientą turintys veidrodžiai, šviesos poliarizacijos valdymui formuojami poliarizatoriai, šviesai padalinti kuriami pluošto dalikliai, norint išskirti tam tikrą šviesos spektrinę komponentę gaminami filtrai, nuostoliams sumažinti naudojamos skaidrinančios dangos [1–4]. Skaidriems dielektriniams sluoksniams formuoti vienos iš dažniausiai naudojamų medžiagų yra metalų ar puslaidininkių oksidai (SiO_2 , Al_2O_3 , HfO_2 , Sc_2O_3 , ZrO_2 , Ta_2O_5 , Nb_2O_5 , TiO_2 ir kt.), kurie, taikant įvairias technologijas, yra dengiami ant įvairių optinių paviršių [3, 4].

Jonapluoščio dulkinimo dengimo metodas yra plačiai naudojamas nusodinant itin tankius, atsparius aplinkos poveikiui, preciziškai kontroliuojamų savybių plonus sluoksnius optinių dangų taikymams, tačiau šiuo būdu suformuoti sluoksniai paprastai patiria didžiulius gniuždymo įtempius [5–7]. Dėl įtempių dangose gali būti išlenkiamas optinis padėklas. Naudojant tokį komponentą lazerinėse sistemose, atsiradę optinio padėklo formos pokyčiai gali sukelti lazerio pluošto bangos fronto pokyčius, įnešti įvairių tipų aberacijas, sukelti nepageidaujamą pluošto fokusavimą ar išfokusavimą. Įtempiai gali būti dangos suskeldėjimo ar nusilupimo nuo optinio padėklo priežastis [7, 8]. Įtempių dydis smarkiai priklauso nuo sluoksnių formavimui naudojamą metodo, o taip pat nuo padėklo, ant kurio formuojamos dangos, bei sluoksniams formuoti naudojamų medžiagų savybių. Nuo dangų medžiagų stipriai priklauso ir kitos svarbios optinių komponentų charakteristikos: paviršiaus šiurkštumas, sklaida, atsparumas lazerio spinduliuotei ir pan.. Optinių dangų gamybai tinkančių medžiagų su reikiamomis savybėmis pasirinkimas yra gana ribotas, todėl ieškomi reikalingomis savybėmis pasižymintys naujų medžiagų deriniai. Vienas iš būdų varijuoti optinių dangų, o kartu ir galutinio komponento, savybes, yra skirtingų medžiagų maišymas. Dangos, suformuotos naudojant medžiagų mišinius, gali pasižymėti kitokiomis savybėmis nei tos, kai naudojamos grynos medžiagos, todėl medžiagų maišymas gali būti naudingas sprendžiant minėtas problemas [7, 9–16]. Taip pat dangų savybėms keisti dažnai naudojamas papildomas sluoksnių atkaitinimas aukštose temperatūrose [7, 8, 17–20].

Titano oksidas (TiO_2) yra dažnai naudojama medžiaga optinių dangų taikymams. Jis pasižymi vienu iš didžiausių lūžio rodiklių tarp medžiagų, naudojamų optinėms dangoms gaminti, ir tinka dangų, taikomų regimajame bei infraraudonųjų bangų spektriniuose diapazonuose, gamybai [21–24]. Jonapluoščio dulkinimo metodu suformuoti TiO_2 sluoksniai patiria didžiulius gniuždymo įtempius, o kaitinimo aukštose temperatūrose metu pasikeičia titano oksido fazinė būseną, dėl ko padidėja sugerties bei sklaidos nuostoliai [21, 24–26]. Naudojant mažesnę nei TiO_2 fazinio virsmo kaitinimo temperatūrą daugiasluoksnių dangų įtempiai nėra kompensuojami. Siekiant padidinti temperatūrą, iki kurios gali būti kaitinamos dangos su TiO_2 , yra

formuojami titano oksido mišiniai su kitomis medžiagomis. Įprastai formuojant tokius mišinius yra įmaišoma žemo lūžio rodiklio medžiagos (dažniausiai silicio oksido - SiO_2) [23, 27–31]. Visgi, net esant nedidelei SiO_2 tūrinei frakcijai mišinyje, gaunamas mišinio lūžio rodiklis yra ženkliai mažesnis už titano oksido lūžio rodiklį. Dėl gaunamo mažesnio lūžio rodiklių kontrasto tarp daugiasluoksnės struktūros sluoksnių medžiagų, dingsta TiO_2 , kaip didžiausią lūžio rodiklį turinčios medžiagos privalumas, leidžiantis formuoti reikalingas spektrines savybes turinčias optines dangas ypatingai plačiame spektriniame diapazone, kai naudojamas minimalus dangos sluoksnių skaičius [3, 14].

Atsižvelgiant į aptartą problematiką suformuluotas darbo tikslas yra:

- Ištirti, jonapluoščio dulkinimo technologija suformuotų, titano oksido (TiO_2) bei jo mišinių su tokiomis medžiagomis kaip aliuminio (Al_2O_3), hafnio (HfO_2), tantalio (Ta_2O_5) bei niobio (Nb_2O_5) oksidai plonų sluoksnių optines bei mechanines savybes, bei nustatyti jų priklausomybes nuo atkaitinimo temperatūros. Remiantis gautais rezultatais identifikuoti mišinius, tinkamus formuoti daugiasluoksnei struktūrai, pasižyminčiai minimaliais įtempiais.

Tikslui įgyvendinti iškelti tokie uždaviniai:

- Naudojant jonapluoščio dulkinimo technologiją suformuoti panašių tūrinių frakcijų titano-aliuminio, titano-hafnio, titano-tantalio bei titano-niobio oksidų mišinių bei gryno titano oksido dangas. Nustatyti suformuotų bandinių tūrines frakcijas, ištirti suformuotų dangų optines bei mikrostruktūrines savybes.
- Atlikti bandinių atkaitinimą pasirinktu žingsniu didinant temperatūrą, iki kol bus pastebimi faziniai pokyčiai, ir įvertinti optinių bei mikrostruktūrinių savybių pokyčius. Įvertinti, prie kokios temperatūros įvyksta minėti pokyčiai.
- Pasirinkti perspektyviausią tirtų mišinių medžiagų porą, tinkančią TiO_2 pakeitimui daugiasluoksneje struktūroje, siekiant mažinti dangos įtempius taikant papildomą kaitinimą. Ištirti, kokias savybes turi pasirinktos medžiagų poros skirtingų tūrinių frakcijų mišinių sluoksniai ir kaip nuo bandinio tūrinės frakcijos priklauso fazinio virsmo temperatūra.
- Parinkti tinkamiausių frakcijų mišinius bei kaitinimo režimą ir sumodeliuoti daugiasluoksne didelio atspindžio ($R \geq 99,9\%$) dangą, skirtą 1064 nm bangos ilgiui bei pasižyminčią minimaliais mechaniniais įtempiais.

1 Literatūros apžvalga

1.1 Interferencija plonose plėvelėse

Šviesos interferencija – tai dviejų ar daugiau koherentinių elektromagnetinių bangų sąveikos erdvėje rezultatas, bangų amplitudės vienuose taškuose padidėjimas, kituose sumažėjimas, bangų intensyvumo (energijos tankio) persiskirstymas erdvėje. Koherentinėmis bangomis vadinamos tokios bangos, kurių fazių skirtumas ir amplitudė ilgai (per stebėjimo trukmę) išlieka pastovūs ($\delta = const$) [2]. Koherentinių virpesių atstojamojo virpesio intensyvumas nėra lygus pradinių virpesių intensyvumų sumai, šis reiškinys ir vadinamas virpesių interferencija.

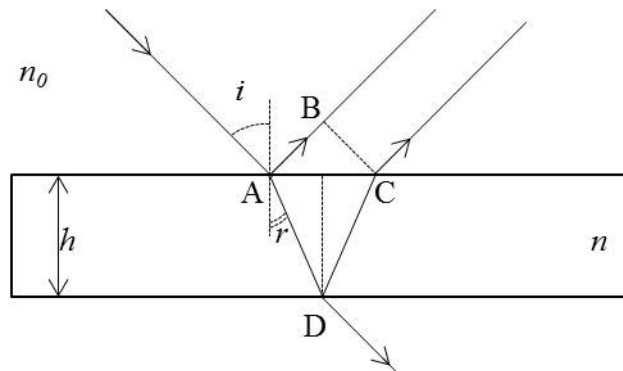
Galima parodyti, jog sudėjus du harmoninius virpesius atstojamojo virpesio intensyvumo vidutinė vertė per tam tikrą trukmę bus aprašoma tokia išraiška:

$$\bar{I} = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \overline{\cos(\delta)} \quad (1)$$

čia \bar{I} - atstojamojo virpesio vidutinis intensyvumas, I_1, I_2 - pradinių virpesių intensyvumai, $\delta = \delta_2 - \delta_1$ - virpesių fazių skirtumas.

Jeigu fazių skirtumas δ per stebėjimo trukmę nekinta, tai $\overline{\cos(\delta)} = \cos(\delta)$. Taigi, $\bar{I} \neq I_1 + I_2$, iš čia galima matyti, jog atstojamojo virpesio energija nelygi atskirų virpesių energijų sumai, sumavimo rezultatas priklauso ne tik nuo pradinių virpesių intensyvumo, bet ir nuo fazių skirtumo tarp virpesių. Jei virpesių fazių skirtumas per vidurkinimo trukmę kinta, t.y. jei šaltiniai nėra koherentiniai, tai $\overline{\cos(\delta)} = 0$ ir atstojamasis intensyvumas lygus dedamų virpesių intensyvumų sumai. Interferencinis vaizdas nematomas.

Dėl interferencijos minimumo ar maksimumo sąlygos patenkinimo skirtingiems bangos ilgiams plonose plėvelėse apšvietus jas balta šviesa matomas tam tikros spalvos atspindys. Tai lemia plonų plėvelių spalvas, dėl to išsilieję ant vandens naftos teršalai ar muilo burbulai mums atrodo spalvoti. Interferencijos reiškinio paaiškinimas leis ir padės suprasti dielektrinių veidrodžių sukūrimo idėją.



1 pav. Interferencijos susidarymas šviesai atsispindint nuo plonos plėvelės

Tarkime, kad iš terpės, kurios lūžio rodiklis n_0 , į plokščią, h storio ir n lūžio rodiklio gre-

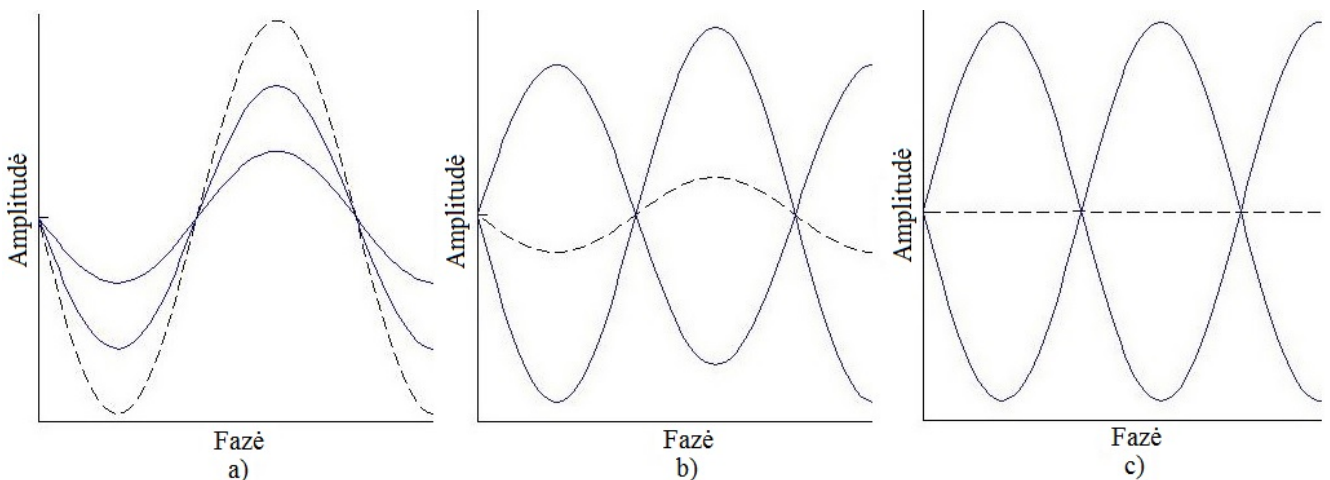
tasiene plokštėlę krinta monochromatinė λ bangos ilgio šviesa (1 pav.). Kadangi dalis šviesos atsispindi, dalis lūžta ir vėl atsispindi nuo antrojo paviršiaus, susidaro dvi koherentinės bangos, tarp kurių yra tam tikras fazių skirtumas. Geometrinės optikos artinyje galime apskaičiuoti spindulių eigos skirtumą:

$$\Delta = n(AD + DC) - n_0AB. \quad (2)$$

Iš trikampių ADB bei ABC galima pastebėti, jog $AD = DC = \frac{h}{\cos(r)}$ bei $AB = AC\sin(i) = 2htan(r)\sin(i)$. O iš Snelijaus dėsnio žinoma, jog $n_0\sin(i) = n\sin(r)$. Tuomet $\Delta = \frac{2nh}{\cos(r)} - 2n_0htan(r)\sin(i) = \frac{2nh}{\cos(r)}(1 - \sin^2(r))$. Taigi, spindulių eigos skirtumas bus toks:

$$\Delta = 2nh\cos(r). \quad (3)$$

Šis rezultatas parašytas neatsižvelgiant į papildomą fazės šuoliuką per π , šviesai atsispindint nuo optiškai tankesnės terpės, tačiau tai iš esmės nekeičia rezultato, jei nesiekama tiksliai nustatyti interferencinio maksimumo ar minimumo vietos.



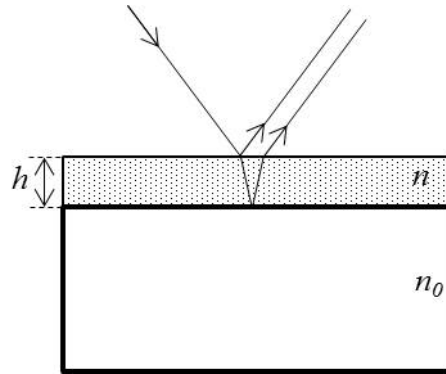
2 pav. Dviejų koherentinių bangų interferencija: (a) kai fazės sutampa (b) kai fazės priešingos (c) kai fazės priešingos, o pradinių bangų amplitudės lygios

Taigi, kai apskaičiuotas spindulių eigos skirtumas bus lygus lyginiam pusbangių arba sveikam bangų skaičiui, susidarys interferencinis maksimumas, kai nelyginiam pusbangių skaičiui - bus patenkinta interferencinio minimumo sąlyga (2 pav.). Priklausomai nuo n , h ir kampo r verčių plėvelės apšviestos balta šviesa įgyja vienokią arba kitokią spalvą.

1.2 Dielektriniai veidrodžiai bei optikos skaidrinimas

Susipažinę su interferencijos reiškiniu galime panagrinėti dielektrinių veidrodžių sukūrimo idėją. Tarkime, jog ant stiklo paviršiaus, kurio lūžio rodiklis n_0 , yra padengtas plonas die-

lektriško slėksnis su lūžio rodikliu $n > n_0$ (3 pav.). Tuomet, jei dielektriško fizinis storis bus



3 pav. Atspindys nuo stiklo padengto dielektrine plėvele (n_0 žymi stiklo lūžio rodiklį, n - plėvelės lūžio rodiklį, h - plėvelės storį)

parinktas taip, jog to storio sandauga su dielektriško lūžio rodikliu hn (optinis storis) bus lygi tam tikros bangos ilgio vakuume λ_0 ketvirčiui - t.y. $hn = \frac{\lambda_0}{4}$, paviršiaus atspindys padidės. Taip nutiks dėl to, jog nuo dielektriško paviršių atsispindėję spinduliai bus koherentiniai, interferuos ir stiprins vienas kitą. Nuo pirmojo ir antrojo paviršių atsispindėjusios bangos bus vienodų fazių, kitaip sakant $\delta = 0$ (antrosios bangos atsilikimą faze dydžiu π jei sklindant slėksnyje kompensuos pirmosios bangos fazės pokytis tuo pačiu dydžiu π dėl fazės šuoliuko atsispindint nuo optiškai tankesnės medžiagos). Eigų skirtumas tarp spindulių bus apskaičiuojamas taip: $\Delta = 2nh\cos(r) + \lambda_0/2 \approx 2\lambda_0/4 + \lambda_0/2 = \lambda_0$, kaip galima matyti, yra tenkinama interferencinio maksimumo sąlyga. Kad dar labiau padidintume atspindį pakaitomis yra naudojami aukšto (n_1) ir žemo (n_2) lūžio rodiklių medžiagų ploni slėksniai, kurių optiniai storiai yra lygūs $\frac{\lambda_0}{4}$. Tokių veidrodžių atspindžio faktorius gali siekti 99,99% [3], tačiau tokia sąlyga bus išpildyta tik tam tikram bangos ilgių ruožui arti λ_0 .

Kai naudojant dielektrines dangas atspindimos šviesos srautas yra sumažinamas, tai vadinama optikos skaidrinimu. Tokiu atveju dielektriško lūžio rodiklis turi būti mažesnis už padėklo lūžio rodiklį ($n < n_0$), o optinis slėksnio storis išlieka toks pat, kaip ir veidrodžių atveju, tai yra $nh = \frac{\lambda_0}{4}$. Tada eigų skirtumas bus apskaičiuojamas taip: $\Delta = 2nh\cos(r) + \lambda_0/2 + \lambda_0/2 \approx 2\lambda_0/4 + \lambda_0 = \frac{3\lambda_0}{2}$. Kaip galima matyti atsispindėjusios bangos bus priešingų fazių ir turėsime tenkinamą interferencinio minimumo sąlygą.

1.3 Optinių dangų mišinių formavimo būdai. Jonapluoščio dulkinimo technologija

Ant kietų paviršių plonos dangos gali būti suformuotos skirtingais metodais, populiariausi iš išskiriamų optinėms dangoms gaminti yra cheminio ir fizinio garų nusodinimo būdai. Priklausomai nuo taikomo proceso, dangos formavimas gali būti atliekamas ore, kontroliuojamoje

atmosferoje su sumažintu slėgiu ar aukšto vakuumo sąlygose [3]. Interferencinėms optinėms dangoms gaminti dažniausiai naudojamos fizinio garų nusodinimo vakuuminės technologijos, todėl pagrindines jų aptarsime šiame skyriuje.

Fizinio garų nusodinimo procesas dažniausiai atliekamas tam tikrame vakuume ar išretintų dujų atmosferoje ir yra pagrįstas fiziniaisi reiškiniais. Tokio sluoksnių nusodinimo metu kartais pasitaiko nepageidaujamos cheminės reakcijos, kurių stengiamasi išvengti. Taip pat dažnai dengimo kameroje tyčia yra sudaroma tam tikrų dujų atmosfera, yra prileidžiama su garinama medžiaga reaguojančių tam tikrų dujų, taip gaunamos norimų cheminių junginių dangos. Tokie procesai naudojami optinėms dangoms dengti kurių storiai siekia nuo kelių nanometrų iki kelių mikronų [3].

Paprastai išskiriami du pagrindiniai būdai, kaip fizinio garų nusodinimo metu dengiama medžiaga paverčiama garais: garinimas ir dulkinimas. Visų šių procesų metu medžiagos garai keliauja per išretintų dujų aplinką ir kondensuojasi ant nekaitinamų arba kaitinamų ir paprastai besisukančių optinių padėklų, taip formuojama danga.

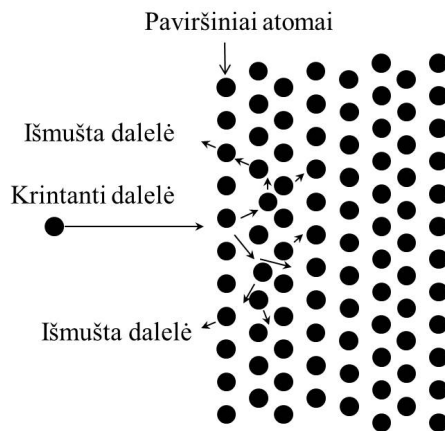
Daugumoje atvejų techninis vakuumas tarp 10^{-2} ir 10^{-4} *mbar* yra pakankamas atlikti dangos nusodinimą, tačiau labai aukštos kokybės dangų formavimui kartais naudojamas mažesnis nei 10^{-6} *mbar* vakuumas su preciziškai valdoma dujų aplinka. Taip pat reikia paminėti, jog naudojant skirtingas fizinio garų nusodinimo technologijas pasiekiamos labai skirtingos nusodinamų dalelių energijos. Paprasto garinimo metu dalelės pasiekia tipines $0.05 - 0.1$ *eV* energijas, tuo tarpu dulkinimo metu dalelės gali įgyti energijas kurių vertės yra $1 - 40$ *eV* ar didesnės [3]. Didesnės dalelių energijos paprastai turi teigiamą poveikį dangos elementų sukibimui, sluoksnio tankiui, struktūrai, pagerina plonos plėvelės atsparumą aplinkai, taip pat šitaip nusodinti sluoksniai turi artimiausias grynai, kietai, didelių matmenų medžiagai optines savybes. Visgi, didelės dalelių energijos dažnai lemia didžiulius mechaninius gniuždymo įtempius, o labai didelės dalelių energijos gali padidinti dangos optinę sugertį.

Išgarinti medžiagą galima keliais skirtingais būdais. Dauguma medžiagų jas įkaitinus prieš joms pradendant efektyviai garuoti iš pradžių išsilydo. Medžiagos išgarinimas yra greitas procesas, o išgarinamų dalelių skaičius smarkiai priklauso nuo slėgio bei temperatūros.

Vienas iš pirmųjų medžiagos garinimo būdų buvo vadinamasis varžinis kaitinimas. Tokiu būdu medžiaga tekant elektros srovei išsiskyrusi šiluma yra panaudojama garinti kitą ar tą pačią medžiagą. Kai garinama kita medžiaga, yra naudojami specialiai tam pritaikyti įvairių formų elektros srovei laidūs loveliai, pagaminti iš aukštos lydymosi temperatūros medžiagų tokių kaip molibdenas (*Mo*), volframas (*W*), tantalas (*Ta*) ar kitų. Visgi, toks metodas yra vis rečiau naudojamas. To priežastis yra tokio dengimo metu pasitaikančios nenorimos cheminės reakcijos, vykstančios tarp dengiamos medžiagos ir karšto laikiklio sienelių arba tarp karšto laikiklio sienelių ir reaktyvių dujų. Dėl tokių reakcijų atsiranda nepageidaujamų dangų taršos šaltinių. Taip pat, dėl aukštesnės nei laikiklių lydymosi temperatūros, šiuo metodu negali būti garinamos kai kurios medžiagos, tokiu atveju garuos ne reikalinga medžiaga, o pats garintuvas.

Tobulesnis medžiagos garinimo metodas yra garinimas elektronų pluoštu. Ši technologija leidžia išgarinti iš esmės beveik visas medžiagas naudojamas optinių dangų gamyboje, taigi yra universalesnis nei prieš tai aptartas būdas. Šiuo atveju dengiama medžiaga yra sudedama į specialius laikiklius paprastai aušinamus vandeniu ir vadinamus tigliais. Tuomet medžiaga bombarduojama didelės energijos elektronų pluoštu. Tokiu būdu išvengiama nenorimų dengiamos medžiagos ir garintuvo cheminių reakcijų ir šitaip sumažinamos dangos taršos galimybės.

Kiek kitoks procesas nei anksčiau aptarti yra medžiagos dulkinimas. Dulkinimas yra dalelių išmušimas iš kieto būvio medžiagos (taikinio) naudojant didelių energijų jonus ar atomus. Medžiagą bombarduojantys jonai išgaunami sugeneravus plazmą ir įgreitinant juos elektriniame lauke. Kai bombarduojančių taikinių dalelių (jonų ar neutralių atomų) kinetinė energija yra di-



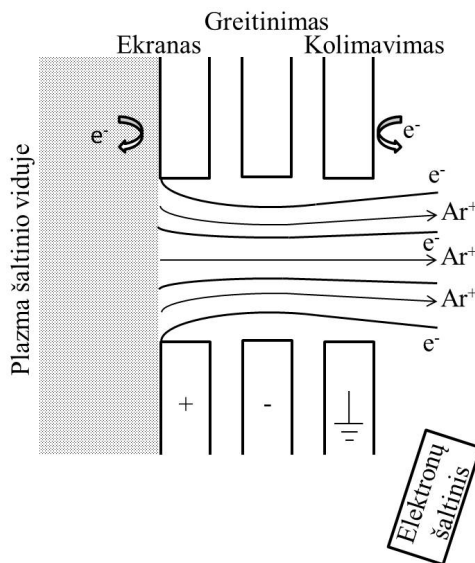
4 pav. Principinė dulkinimo proceso schema

desnė už taikinio medžiagos atomų ryšio energiją, medžiagos atomai gali būti išmušami ir vyksta dulkinimo procesas (4 pav.) [1]. Dulkinimo metu medžiagos paviršiaus dalelėms perduodamas judesio kiekis ir kinetinė energija ir tai nepriklauso nuo krintančios dalelės krūvio.

Taikant jonapluoščio dulkinimo technologiją dielektrinės interferencinės dangos formuojamos naudojant taikinius iš norimos padengti medžiagos arba dulkinant metalinį taikinių reaktyvių dujų atmosferoje [32]. Abu būdai yra plačiai naudojami, tačiau reaktyvus dulkinimas dažnai yra labiau priimtinas dėl paprastesnės metalinių taikinių gamybos būdų, didesnių dangos formavimo greičių, efektyvesnio metalinių taikinių aušinimo dėl didesnio metalų šiluminio laidumo. Taip pat, skirtingų reaktyviųjų dujų parinkimas leidžia formuoti skirtingų tipų dielektrikus, tokius kaip nitridai, fluoridai, oksidai ir kt. [32].

Iš esmės jonų pluošto šaltinis yra plazmos šaltinis turintis papildomą tinklelį ar tinklelių sistemą leidžiančią ištraukti jonų srautą iš plazmos. Jonai sugeneruojami išlydžio kameroje radijo dažniu kintančiame elektriniame lauke leidžiant dujas (dažniausiai argono, ksenono, de-guonies ar kitas). Radijo dažniu kintantis elektrinis laukas sužadina laisvus elektronus, juos virpina. Kai laisvi elektronai įgauna pakankamai energijos, tuomet gali paveikti dujų atomus iš jų išmušdami kitus elektronus taip sukurdami teigiamą joną ir papildomą elektroną. Vykstant

tokiam griūtiniam procesui dujos tampa pilnai jonizuotos - taip sukuriama plazma. Tinklelių sistema (gardelė) ištraukia jonus iš plazmos šaltinio, juos įgreitina, kolimuoja, sumažina dulkinamos medžiagos patekimą į plazmos šaltinio vidų (5 pav.) [32]. Taikinių bombarduojant teigiamais jonais, ant taikinio gali susikaupti teigiamas elektros krūvis. Taip pat jonų pluoštas



5 pav. Jonų šaltinio principinė schema

gali išsikraipyti dėl abipusės teigiamų jonų stūmos. Dėl šių priežasčių jonų neutralizavimui naudojamas papildomas elektronų šaltinis, kuris subalansuoja įgreitintų jonų krūvį.

Lyginant su šiluminėmis garinimo technologijomis (varžiniu bei elektronpluoščiu garinimu), besikondensuojančios medžiagos atomų energijos jonapluoščio dulkinimo proceso metu yra keliasdešimt kartų didesnės, todėl yra suformuojamos tankios, optinio padėklo šiurkštumą atkartojančios, lygios, turinčios aukštą paviršiaus kokybę, homogeniškos, nelinkusios sugerti vandens iš atmosferos, ilgaamžės, pasižyminčios nedideliais sklaidos bei sugerties nuostoliais, tačiau dažnai patiriančios didžiulius gniuždymo įtempius dangos [1, 5, 6, 33, 34]. Vieni iš pagrindinių jonapluoščio dulkinimo technologijos trūkumų yra santykinai maža zona ($\sim 10 - 12 \text{ cm}$ skersmens), kurioje užtikrinamas reikalingas formuojamo sluoksnio storio bei lūžio rodiklio tolygumas, taip pat, palyginus su kitomis technologijomis, maži dangos augimo greičiai ($0.5 - 1.5 \text{ \AA/s}$) [3]. Dėl šių priežasčių tokiu būdu nusodintų dangų pagaminimo kaštai yra gana dideli.

Naudojant įprastas aptartas technologijas medžiagų mišinių sluoksniai formuojami kelias būdais. Paprasčiausias iš būdų yra, kai vienu metu iš kelių skirtingų tiglių ar taikinių garinamos arba dulkinamos kelios medžiagos. Tokiu būdu reguliuojant jų nusodinimo greitį gali būti keičiama bandinio tūrinė frakcija. Visgi, jei medžiagų tigliai ar taikiniai yra toli vienas nuo kito, šiuo metodu gali būti formuojami nebūtinai visiškai homogeniški sluoksniai, o labai ploni besikeičiančių vienos ir kitos garinamų medžiagų sluoksniukai. Sumaišymo tolygumui palaikyti tokiu atveju turi būti palaikomas aukštas bandinių sukimo greitis. Kitas metodas yra, kai

naudojama garinimo ar dulkinimo medžiaga jau iš kart yra tam tikrų medžiagų mišinys. Tokio mišinio dangos formavimas atliekamas kaip paprastos tarpinių savybių medžiagos sluoksnio nusodinimas, tačiau tokiu atveju mišinio tūrinės frakcijos keitimas bus labai ribotas.

1.4 Dielektrinių medžiagų optinės savybės

Medžiagų, kurios galėtų būti naudojamos dielektrinėms dangoms formuoti, pasirinkimas tiesiogiai priklauso nuo jų optinių savybių. Įvairios medžiagos pasižymi skirtinga optinio spektro sritimi, kurioje medžiaga yra skaidri, turi skirtingus lūžio rodiklius. Auginant konkrečiam spektriniam diapazonui pritaikytas optines dangas turi būti parenkamos atitinkamos medžiagos. Netinkamai parinkus medžiagas optinis komponentas gali visai neatlikti funkcijų, kurioms buvo skirtas, arba veikti prasčiau nei veiktų tinkamai pasirinkus dangos gamybos medžiagas. Taigi, labai svarbu žinoti pagrindines dielektrinių medžiagų optines savybes, kadangi jos nulemia suformuotos dangos galimybes būti sėkmingai panaudojamai atliekant vienokias ar kitokias operacijas su šviesa.

Medžiagos lūžio rodiklis apibrėžiamas kaip šviesos greičio vakuume c ir šviesos greičio medžiagoje v santykis:

$$n = \frac{c}{v}. \quad (4)$$

Elektromagnetinės bangos greitis tam tikroje terpėje priklauso nuo tos bangos dažnio (ilgio), taigi nuo bangos dažnio priklauso ir medžiagos lūžio rodiklis, tai nagrinėjama elektromagnetinėje šviesos dispersijos teorijoje [35]. Šviesos dispersija pasireiškia visose terpėse ir tik vakuume šviesos greitis nepriklauso nuo bangos ilgio λ [2].

Šviesos sąveika su medžiaga yra susijusios su krintančios elektromagnetinės bangos ir terpės, kuria keliauja banga, dalelių sąveika. Krintanti elektromagnetinė banga paveikia medžiagos elektringąsias daleles (elektronus, jonus) ir šie virpėdami kuria antrines koherentines sklindančias bangas, dėl to šios bangos interferuoja tarpusavyje. Dėl tokio elektromagnetinės bangos poveikio galima išskirti elektringąją dalelę veikiančias kelių tipų jėgas: priverstinę, laikančiąją ir stabdančiąją [2]. Priverstinė jėga atsiranda dėl terpėje sklindančios bangos poveikio ir sukelia medžiagos dalelių virpesius. Laikančioji jėga nurodoma kaip kvazitamprumo jėga atsirandanti tarp dviejų skirtingų krūvių dalelių tariant, kad neutrali sistema elgiasi kaip harmoninis osciliatorius. Stabdančioji jėga įskaito tai, jog iš tikrųjų dalelės nejuda harmoniniu dėsniu, o po truputį praranda savo virpesių energiją, dėlto virpesių amplitudė mažėja ir jie silpsta. Taigi, elektromagnetinei bangai sklindant medžiagoje, dalis bangos energijos sunaudojama dalelių virpesiams žadinti, o periodiškai virpanti dalelė spinduliuoja antrines to paties dažnio elektromagnetines bangas, kurios interferuodamos su pirmine banga pakeičia jos greitį. Visgi, ne visa sužadintų dalelių energija yra perspinduliuojama elektromagnetinių bangų pavidalu. Dalis energijos virsta kitos rūšies energija, daugiausiai šilumine. Taip pat, jeigu terpei būdingi nemaži optiniai nevienalytiškumai, tam tikra elektromagnetinės bangos dalis yra ne-

koherentinė pirminės bangos atžvilgiu ir dėlto yra išsklaidoma į visas puses. Taigi, pirminio šviesos pluošto energija po truputį mažėja.

Šviesos nuostoliams dėl medžiagos sugerties kokybiškai apibūdinti naudojamas sugerties koeficientas α . Jis apibrėžia kokia energijos dalis yra sugerama medžiagos ilgio vienetu. Šviesos sugertis priklauso nuo pačios medžiagos, jos koncentracijos ir agregatinės būsenos, grynumo ir priemaišų kiekio medžiagoje, temperatūros, sąveikaujančios bangos ilgio bei kitų veiksnių. Jei šviesos srautas keliauja z kryptimi ir intensyvumas (optinė galia ploto vienetu) plokštumoje z yra $I(z)$, tai šviesos intensyvumo sumažėjimas jai praėjus ploną medžiagos sluoksnį dz bus aprašomas tokia išraiška:

$$dI = -\alpha I(z) dz, \quad (5)$$

o suintegravus pastarąją išraišką gauname vadinamąjį Bugero ir Bero dėsnį:

$$I(z) = I_0 e^{-\alpha z} \quad (6)$$

čia I_0 yra šviesos intensyvumas plokštumoje $z = 0$.

Galima matyti, jog sklindančios medžiaga monochromatinės šviesos intensyvumas dėl sugerties mažėja pagal eksponentinį dėsnį. Turint tokio paties storio skirtingų medžiagų sluoksnius, šviesa bus sugerama labiau toje terpėje, kurios medžiagos sugerties koeficiento α vertė didesnė, o šviesai sklindant toje pačioje medžiagoje pradinis šviesos srautas bus sugertas labiau šviesai nusklidus didesnį atstumą. Taip pat, kaip ir lūžio rodiklis, taip ir sugerties koeficientas patiria medžiagos dispersiją ir priklauso nuo sąveikaujančios bangos dažnio (ilgio), todėl vienu bangų ilgių šviesa bus sugerama smarkiau, kitų silpniau.

Šviesos lūžį ir sugertį apibendrina kompleksinis lūžio rodiklis, jis paprastai žymimas \tilde{n} ir apibrėžiamas tokia lygtimi:

$$\tilde{n} = n + i\kappa. \quad (7)$$

Realioji \tilde{n} dalis n yra tokia pat kaip apibrėžta 4 lygtyje, o menamoji kompleksinio lūžio rodiklio dalis κ vadinama ekstinkcijos koeficientu ir tiesiogiai siejasi su sugerties koeficientu α tokiu sąryšiu [35]:

$$\alpha = \frac{4\pi\kappa}{\lambda} \quad (8)$$

čia λ yra šviesos bangos ilgis.

Ekstinkcijos koeficientas parodo, kaip greitai medžiagoje slopsta elektromagnetinės bangos elektrinis laukas, o kartu ir intensyvumas. Tai atitinka eksponentinį dėsnį, įrašius į Bugero ir Bero dėsnį (6 lygtis) sugerties koeficiento išraišką per ekstinkcijos koeficientą (8 lygtis) turėsime, jog šviesos keliaujančios per medžiagą intensyvumas keičiasi pagal tokį pavidalą:

$$I(z) = I_0 e^{-\frac{4\pi}{\lambda} \kappa z}. \quad (9)$$

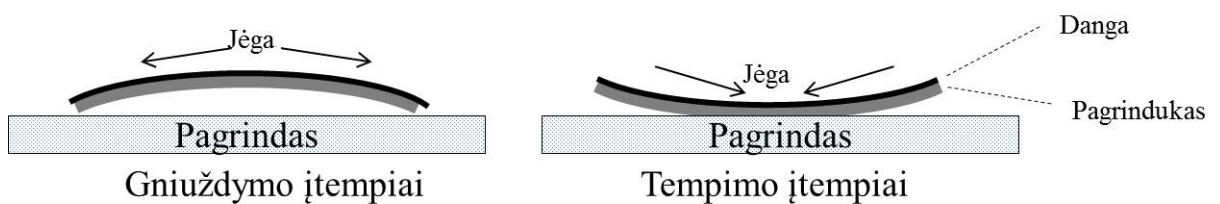
Taip pat, reikia paminėti, jog eksperimentiškai įvertinant šviesos nuostolius dangose dažnai neišskiriamos jų priežastys, o nustatytas ekstinkcijos koeficientas bendru atveju įskaito tiek sugerties, tiek sklaidos nuostolių lemiamas šviesos slopimo komponentes [25].

Šviesos atspindys ir pralaidumas taip pat yra svarbūs ir nesunkiai galimi pamatuoti parametrai. Atspindžio faktorius R apibūdina atsispindėjusios šviesos intensyvumą ir apibrėžiamas kaip atsispindėjusios šviesos intensyvumo ir krintančios šviesos intensyvumo dalmuo $R = I_{atsp}/I_0$, tuo tarpu pralaidumo faktorius T apibūdina praėjusios medžiagą šviesos intensyvumą ir apibrėžiamas kaip praėjusios šviesos intensyvumo ir krintančios šviesos intensyvumo dalmuo $T = I_{pra}/I_0$.

1.5 Optinių dangų mechaninės savybės: įtempiai

Mechaninių plonų plėvelių savybių žinojimas yra labai svarbūs dangų gamybos technologijoje. Jos lemia dangos taikymo lazerinėje sistemoje galimybes, todėl ypač svarbu ne tik žinoti šias savybes, bet ir, atsižvelgiant į konkrečius reikalavimus, užtikrinti norimą jų palaikymą. Tokios savybės kaip dangos tankis ir kietumas, adhezija, struktūra bei paviršiaus šiurkštumas, dangos įtempiai ar sluoksnio vidinė morfologija priklauso nuo dengiamos medžiagos ir dangai formuoti taikomo dengimo būdo, taip pat nuo skirtingų gamybos parametrų. Žinoma, jog egzistuoja tarpusavio ryšys tarp plonų sluoksnių mechaninių ir optinių savybių [3], dėl to norint pagaminti dangą, kuri pasižymėtų tam tikru optinių ir mechaninių savybių rinkiniu, gali būti gan sudėtinga.

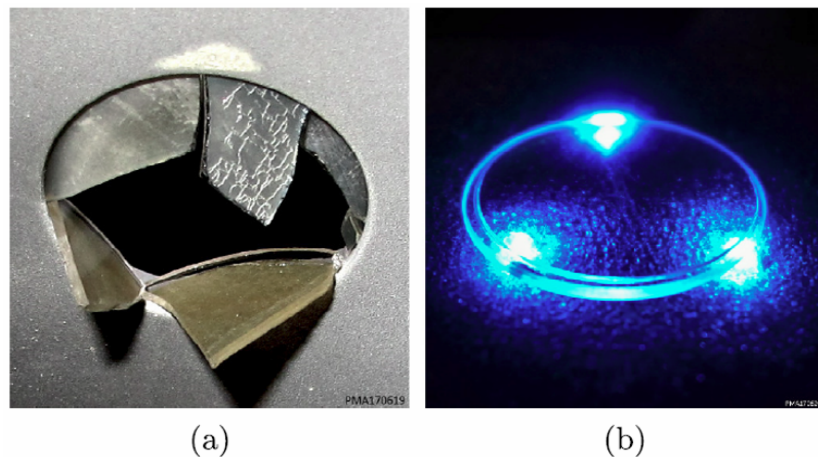
Padengus optinį padėklą plonos plėvelės dažnai patiria tamprius mechaninius įtempius, kurie lemia sluoksnio savybes, o kartu ir optinio komponento ilgaamžiškumą bei stabilumą. Dėl įtempių gali būti pakeičiama dengiamo optinio komponento forma. Išskiriama, jog įtempiai gali būti tempimo arba gniuždymo. Tempimo įtempiai atsiranda kai danga yra linkusi trauktis lygiagrečiai jos paviršiui, dėl jų optinis elementas išgaubia į vidų (6 pav.). Gniuždymo įtempiai atsiranda jei sluoksnis plečiasi lygiagrečiai paviršiui, dėl jų optinis elementas išgaubia į išorę (6 pav.).



6 pav. Gniuždymo ir tempimo įtempiai

Didžiuliai mechaniniai įtempiai gali būti paviršiaus įtrūkimų priežastimi, dėl jų gali būti sugeneruojami papildomi defektai dangoje, įtempiai gali lemti dangos susilpnėjimą ar nusilupimą nuo optinio padėklo. Kai cheminiai ryšiai tarp sluoksnio ir dengiamo padėklo yra pakankamai

stiprūs, esant geram padėklo bei plėvelės sukibimui, dėl didelių įtempių ir storos dangos plonas optinis padėklas gali būti taip smarkiai išlenkiamas, jog dėlto gali tiesiog sulūžti ir būti visiškai sunaikinamas (7 pav.) [36]. Tempimo įtempiai dažniausiai yra dangos sutrūkimo priežastis, o dangos nusilupimas pasireiškia esant didžiuliams gniuždymo įtempiams. Taigi, įtempiai bei jų padariniai lemia optinio komponento sėkmingo panaudojamumo lazerinėse sistemose galimybes. Įtempių kontroliavimas ir paprastai sumažinimas yra viena iš pagrindinių sprendžiamų problemų didelį sluoksnių skaičių bei didelį fizinį storį turinčių daugiasluoksnių optinių dangų gamybos technologijoje.



7 pav. Du storu optiniu sluoksniu padengti lydyto kvarco padėklai (padėklo diametras 25 mm, storis - 1 mm). (a) Dėl didžiulių gniuždymo įtempių dangos dengimo metu sunaikintas padėklas. (b) 182 μm storio optinis sluoksnis su sumažintais įtempiais (apšviestas geresniam sluoksnio matomumui) [36]

1 lentelė. Įtempių TiO_2 bei SiO_2 sluoksniuose priklausomybė nuo jų dengimo būdo (pagal [3]). Gniuždymo įtempius žymi teigiama (+) vertė, tempimo įtempius žymi neigiama (-) vertė

Dengimo metodas	TiO_2 įtempiai, MPa	SiO_2 įtempiai, MPa
Reaktyvus garinimas (RE)	nuo -165 iki -300	nuo 100 iki 500
Dengimas asistuojant jonų pluoštu (IBAD)	540	nuo 10 iki 1900
Reaktyvus joninis dengimas (RIP)	nuo 150 iki 400	iki 1000
Reaktyvus mažos įtampos joninis dengimas (RLVIP)	800	nuo 500 iki 1000
Radio dažnio magnetroninis dulkinimas (RFMS)	nuo 500 iki 900	nuo 150 iki 270
Plazma sustiprintas cheminis garų nusodinimas (PECVD)	nuo 0 iki -400	nuo 70 iki 80

Nepaisant to, jog įtempių plonuose sluoksniuose tema yra atlikta daugybė tyrimų, tačiau supratimas apie jų kilmę, priežastis bei vystymąsi vis dar nėra pilnas ir vieningas [37]. Įtempiai

nulemiami daugybės tarpusavyje sąveikaujančių faktorių bei konkuruojančių veiksnių, atliekant dangos dengimą įtempiai turi sudėtingus sąryšius su sluoksnio formavimo parametrais, dangos dengimo būdu (1 lentelė). Iš eksperimentinių duomenų žinoma, jog plėvelės įtempių ženklas bei dydis yra veikiamas nusėdančių dalelių energijos bei dangos formavimo būdo, sluoksnio dengimo greičio, temperatūros, suformuotos dangos mikrostruktūros, tankio, sluoksnio fazinės būsenos, fizinių ar cheminių medžiagos įsiterpimų plėvelės struktūroje [3,37]. Taip pat įtempiai priklauso nuo formuojamos dangos medžiagos ir padėklo, ant kurio yra nusodinamas sluoksnis, savybių. Dangos augimo metu vyksta daugybė skirtingų kinetinių procesų (medžiagos nusodinimas, atomų prikibimas, grūdėtos struktūros formavimas, atomų paviršinė ar tūrinė difuzija ar pan.), kurie gali daryti poveikį dangos įtempimams [3,37], todėl nustatyti vieningą nuomonę apie įtempių priežastis bei sudaryti išsamų įtempius aprašantį modelį labai sudėtinga užduotis.

Tyrimai rodo, jog medžiaga patiria įtempius, kai jos atomai veikiami tam tikrų jėgų yra paslenkami iš savo pusiausvyros padėties. Toks atomų ne pusiausvyros padėties pasirinkimas aiškinamas keliais mechanizmais. Vienas iš jų yra priemaišų, defektų ar vakansijų įterpimas tarp besiformuojančios dangos molekulių. Dėl priemaišų aplinkiniai atomai patiria papildomas jėgas išstumiančias juos iš pusiausvyros padėties, o struktūra yra deformuojama, dėl ko atsiranda mechaninis įtempimas [3]. Taip pat svarbi dedamoji įtempimams gali būti plonos plėvelės paviršiaus įtempimo jėga [3]. Paviršiniai atomai patiria kitokį aplinkinių atomų poveikį nei tūryje esantys atomai, dėl to paviršiuje esančių atomų ir molekulių atstumai gali būti pasislinkę lyginant su tūryje esančiais atstumais tarp šių dalelių.

Dar keli įtempių atsiradimo bei vystymosi aiškinimo mechanizmai siejami su dangos formavimusi bei nusodinamų dalelių energija. Kai nusodinamų dalelių energija nėra didelė (pvz. danga formuojama garinimo būdu ant nekaitinamo padėklo), besikondensuojančios būsimos dangos dalelės dėl difuzijos šiek tiek gali judėti paviršiumi, taip atomai sutikę kitus atomus jungiasi į atomų grupes ir formuojama grūdėta koloninė struktūra. Tokiu būdu sluoksnio įtempimai gali būti nulemti jėgų tarp besiribojančių kolonų ar granulių formuojamos dangos mikrostruktūroje [3]. Tyrimai rodo, jog šiuo atveju dažniausiai pasireiškia tempiamieji įtempiai, o jų dydis sudėtingais sąryšiais priklauso nuo granulių dydžių, medžiagos judrumo, sluoksnio formavimo greičio bei kitų parametrų [3, 37]. Tokiu sluoksnio nusodinimo metu kartais pasireiškiantys gniuždymo įtempiai yra paaiškinami dangos sutankinimu ir atomų įterpimu į ribas tarp plėvelės granulių, dėl atomų kiekio įsisotinimo sluoksnio paviršiuje [37]. Taip pat žinoma, jog nedidelę energiją turinčių dalelių nusodinimo metu augančio sluoksnio grūdėtumas ir kolonų dydis gali keistis priklausomai nuo jo storio, taigi, nuo storio kintant mikrostruktūrai, gali kisti ir sluoksnio patiriami įtempiai [37]. Esant pakankamai didelėms nusodinamų dalelių energijoms (pvz. formuojant dangą jonapluoščio ar magnetroninio dulkinimo būdais ar naudojant papildomą sluoksnių sutankinimą asistuojant plazma) dangos patiriami tempiamieji įtempimai gali būti sumažinami arba pakeičiami į gniuždomuosius [3,37]. Tokia įtempių vystymosi eiga aiškinama kaip dėl didelės dalelių energijos pasireiškiančio sutankinimo efekto pasekmė. Tam

tikrais būdais dangos atomams suteikus didelę energiją jie gali būti inkorporuoti į mažesnę už įprastą atomo užimamą tūrio vietą dangoje. Tokių įterptų atomų judėjimas yra apribotas dėl aplinkinių dangos atomų stumiančių jėgų. Dėl įterpiamų į dangą atomų pakinta sluoksnio mikrostruktūra, ji yra deformuojama, o danga patiria gniuždymo įtempimus. Tačiau, jei įterpiami atomai turi pakankamai energijos, kartu gali vykti ir šių atomų relaksacijos iš užimamos energetiškai nenaudingos vietos procesai [3]. Dėl šio vyksmo esant labai didelėms nusodinamų dalelių energijoms gniuždymo įtempiai gali sumažėti. Taip pat, bombarduojant dengiamos medžiagos taikinius energingomis dalelėmis, šios gali būti atspindimos nuo taikinio ir įsiterpti į dangos struktūrą kaip tam tikri defektai, tai sukelia padidėjusius gniuždymo įtempius dangoje [37]. Apibendrinant aptartus modelius galima sakyti, jog įtempių ženklas ir dydis sudėtingais sąryšiais susijęs su besiformuojančios dangos atomų nusodinimo energija bei į dangą įterpiamomis priemaišinėmis dalelėmis, o kokie jie bus priklauso nuo pasiekiamos bendros įvairių vyksmų pusiausvyros būsenos dangoje.

Norint pilnai apibūdinti optinės dangos elgesį siejant su sluoksnio gamybos metodu, aplinkos ir naudojimo sąlygomis bendru atveju dažnai naudojama įtempius aprašanti išraiška apibrėžiama kaip vidinių σ_v , išorinių σ_i ir šiluminių (temperatūrinių) σ_T įtempių suma [3, 37, 38]:

$$\sigma = \sigma_v + \sigma_i + \sigma_T. \quad (10)$$

Vidiniai įtempiai yra susiję su dangos chemine sudėtimi, padėklo ir dangos sąveika, taip pat jiems įtaką daro įvairūs defektai, dangos tankio netolygumai, atstumų tarp atomų variacijos, priemaišų ar dujų medžiagų dangoje būvimas, kristalinės būsenos ar fazinių virsmų procesų pasireiškimas bei nesutapimai tarp skirtingų struktūrų. Jie yra jautrūs dengimo proceso parinkimui bei tokiems parametrų kaip padėklo temperatūra, dengimo sparta, bazinis slėgis dengimo metu bei liekamasis atmosferos slėgis [38, 39]. Vidiniai įtempiai dažnai yra pagrindinė įtempių dedamoji dalis, o aptartos jų priežastys gali atsirasti tiek dangos atomų kondensacijos ant optinių padėklų metu, tiek atliekant atkaitinimą po sluoksnių suformavimo. Išoriniai įtempiai (σ_i) susiję su tūriniais dangos pokyčiais ir kyla dėl išorinių jėgų poveikio, tokių kaip pvz. supančios aplinkos dujų ar vandens garų prisijungimas prie porėtos struktūros ertmių sienelių [37]. Tuo tarpu temperatūriniai įtempiai (σ_T) kyla dėl skirtingų dangos medžiagos ir padėklo, ant kurio dengiama danga, temperatūrinių plėtimosi koeficientų (α_d ir α_p) bei skirtumų tarp temperatūros dangos dengimo proceso metu ir supančios aplinkos temperatūrų - T_p ir T_a [38]:

$$\sigma_T = \frac{E_d}{1 - \nu_d} (\alpha_d - \alpha_p) (T_p - T_a) \quad (11)$$

čia E_d - dangos Jungo modulis, ν_d - dangos Puasono santykis.

Dauguma optinių dangų yra sudarytos iš daugybės diskrečių sluoksnių. Sutinkama, kad tokiu atveju bendram dangos išsilenkimui įtaką turi kiekvieno sluoksnio individualūs įtempiai bei kiekvieno sluoksnio storis [7, 37]. Padarius prielaidas, jog sandūrų tarp sluoksnių įtempiai

yra maži ir jų galima nepaisyti bei dengiami sluoksniai nedaro įtakos vienas kito formavimuisi, bendri daugiasluoksnės dangos įtempiai yra lygus atskirų vienasluoksnų dedamųjų vidurkiui. Tuomet galima užrašyti tokią daugiasluoksnės dangos įtempimą (σ_d) apibūdinančią išraišką [7]:

$$\sigma_d = \frac{\sigma_H h_H + \sigma_L h_L}{h_H + h_L} \quad (12)$$

čia σ_H ir σ_L - aukšto ir žemo lūžio rodiklių atskirų sluoksnų įtempiai, h_H ir h_L - sluoksnų storiai.

Kaip jau minėta, dėl neigiamo įtempių dangose poveikio optiniams komponentams, ieškomi būdai kaip juos sumažinti ar kompensuoti. Populiariausi iš naudojamų įtempių sumažinimo būdų yra dangų konstrukcijų minimaliems įtempiams optimizavimas, dangos formavimo proceso parametrų optimizavimas, sluoksnų iš medžiagų pasižyminčių priešingo ženklo įtempiais ar skirtingų dangų formavimo technologijų kombinavimas, medžiagų mišinių nusodinimas ar naujų medžiagų su mažesniais įtempiais paieška [3, 7, 13, 36, 37]. Visgi, naujų medžiagų kiekis atitinkantis visus optinėms dangoms keliamus reikalavimus yra gana ribotas, dangų konstrukcijų optimizavimas dažnai reikalauja atlikti sudėtingus skaičiavimus, proceso optimizavimo metu prarandama daug laiko ir ne visada pavyksta pasiekti visas savybes tenkinančius rezultatus, sluoksnų su priešingo ženklo įtempiais įterpimas nėra tinkamas visoms dangų formavimo technologijoms, o technologijų kombinavimas dažnai neįmanomas dėl per daug lėšų ir sudėtingumo reikalaujančių aparatūrinių patobulinimų reikalingumo. Taip pat kompensuoti įtempių padariniams naudojamas dangų su vienodais įtempiais iš abiejų padėklo pusių padengimas [40]. Visgi toks būdas dažnai yra ekonomiškai nenaudingas ir gali būti sunkiai įgyvendinamas turint sudėtingų formų optinius komponentus. Vienas iš paprasčiausių ir dėl to plačiai naudojamų būdų įtempiams pakeisti yra terminis sluoksnų atkaitinimas aukštose temperatūrose [7, 8, 21]. Visgi, nevisi optiniai padėklai gali būti naudojami aukštose temperatūrose, kaitinimo metu keičiasi dangų optiniai ir mechaniniai parametrai, aukštose temperatūrose gali vykti dangos fazinės būsenos pasikeitimai, dėl ko išauga sklaidos nuostoliai, skirtingomis metodikomis suformuotiems sluoksniams atkaitinimas turi skirtingą įtaką. Kompensuojant įtempius tokiu metodu į visus šiuos poveikius turi būti atsižvelgiama.

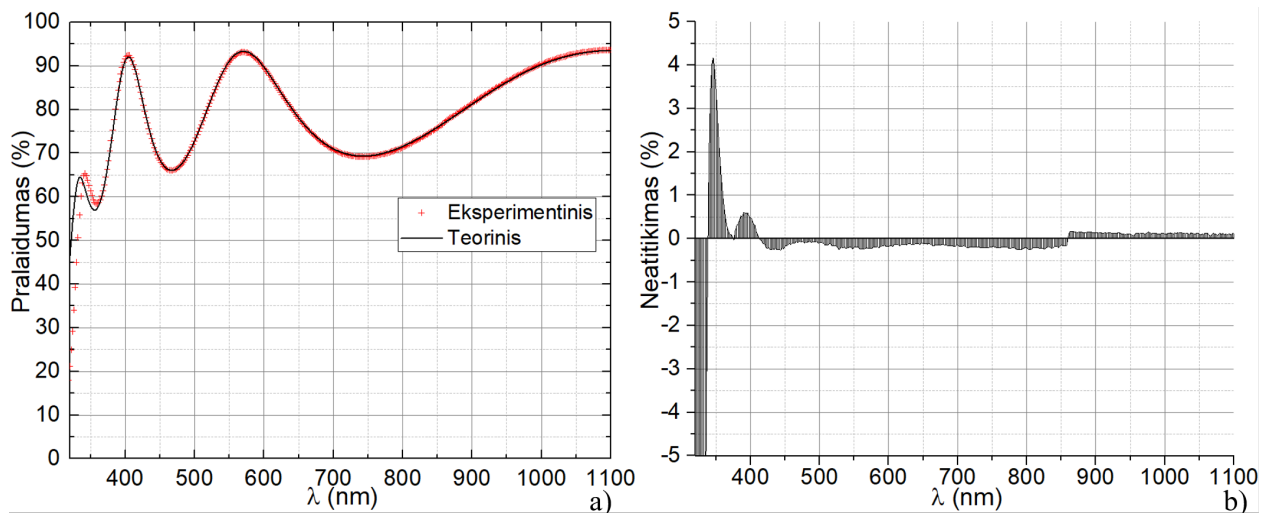
1.6 Dielektrinių plonų sluoksnų optinių savybių bei sluoksnio storio įvertinimo metodai

Kaip jau minėta, medžiagų, tinkančių optinėms dangoms formuoti, pasirinkimas tiesiogiai priklauso nuo jų optinių savybių (lūžio rodiklio bei ekstinkcijos koeficiento), o žinios apie tikslią kompleksinio lūžio rodiklio priklausomybę nuo bangos ilgio yra labai svarbios tiek fundamentiniu, tiek technologiniu požiūriais. Kuriant tam tikrais norimais optiniais parametrais pasižyminčios dangos sluoksnų struktūros išsidėstymą (dangos dizainą) būtina žinoti naudojamų

medžiagų optines konstantas. Yra žinoma, jog dielektrinio sluoksnio optinės savybės priklauso ne tik nuo medžiagos iš kurios formuojama optinė danga, bet ir nuo formavimo technologijos, taip pat proceso parametrų [3]. Dėl šių priežasčių neįmanoma sukurti duomenų bazės kai tam tikrai medžiagai priskiriama viena lūžio rodiklio bei ekstinkcijos koeficiento dispersijos. Tačiau, formuojant dangas, keičiant dangų dengimo proceso parametrus ar technologiją, kiekvieną kartą nustatomi dangų optiniai parametrai. Kartais, jei procesas nėra visiškai stabilus, dangų optiniai parametrai patikslinami dengimo metu.

Lūžio rodikliui bei ekstinkcijos koeficientui nustatyti naudojami įvairūs būdai. Vienas iš tokių būdų yra elipsometriniis optinis matavimas [41], kuris remiasi dangos lemiamu šviesos poliarizacijos pasukimu. Toks būdas yra gan tikslus, tačiau sudėtingas. Taip pat elipsometriniis metodas yra labai jautrus paviršiui, dėl to, jei paviršius yra nors šiek tiek užterštas, nustatytos dangos optinės konstantos gali smarkiai skirtis nuo tikrų sluoksnio optinių konstantų [41].

Daug dažniau dėl savo paprastumo bei gan greito duomenų apdorojimo naudojamas dielektrinių dangų optinių konstantų nustatymas paremtas vieno sluoksnio dangų pralaidumo ir/ar atspindžio matavimu bei šių dangų spektrų modeliavimu (8 pav.) [41–44]. Modeliuojant vienasluoksnių dangų optinius spektrus dažniausiai remiamasi prielaidomis, jog dangos sluoksnis yra izotropinis, homogeninis, o jo paviršiai lygiagretūs vienas kitam, taip pat sluoksnis yra daug plonesnis už padėklą ant kurio yra uždengtas [41]. Jei išvardintos prielaidos nėra patenkinamos (pvz. dangoms kurios nėra homogeninės ar turi didelį paviršiaus šiurkštumą), modeliuojant optinius spektrus daugumai atvejų taip pat pavyksta nustatyti optinius sluoksnio parametrus, visgi tai vyksta sudėtingiau, taip pat nustatytos savybės gali būti mažiau tikslios [41].



8 pav. Išmatuotas ir jį atitinkantis teorinis vienasluoksnės dangos pralaidumai (a) bei neatitikimas tarp modelio aprašomų ir išmatuotų verčių (b). Trumpųjų bangos ilgių srityje matomas didžiausias neatitikimas dėl naudojamo modelio ribojimų aprašant didelių nuostolių zoną

Išsamiau panagrinėsime homogeninio izotropinio vienasluoksnio pralaidumo spektrą bei tippines jo savybes. Kai lūžio rodiklio dispersija yra nežymi (paprastai tai atitinka atvejį toli nuo

sugerties krašto), tai interferencinio maksimumo eilė m pralaidumo spektre λ_1 bangos ilgiui gali būti nustatyta pagal tokią išraišką:

$$m = \left[\frac{\lambda_2}{\lambda_1 - \lambda_2} \right] \quad (13)$$

čia λ_1 ir λ_2 yra greta esančius interferencinius maksimumus atitinkantys bangų ilgiai ($\lambda_1 > \lambda_2$), o laužtiniai skliaustai $[\]$ reiškia artimiausią sveiką skaičių [41].

Taip pat, jei ekstinkcijos koeficientas yra mažas, pralaidumo maksimumas ir minimumas atitinkamai gali būti siejami naudojant tokias išraiškas:

$$nh = \frac{m\lambda}{2} \quad (14)$$

$$nh = \frac{(m+1)\lambda}{4} \quad (15)$$

čia λ yra interferencinį maksimumą (14 lygtyje) bei minimumą (15 lygtyje) atitinkantys bangų ilgiai, h yra dangos storis, n - maksimumą (14 lygtyje) ar minimumą (15 lygtyje) atitinkantis lūžio rodiklis [41].

Taigi, žinant interferencinio ekstremumo eilę iš šių lygčių galima nustatyti dangos optinį storį (lūžio rodiklio bei fizinio storio sandaugą) ekstremumo taške. Panaudojus 14 ar 15 lygtį bei šalia vienas kito esančius maksimumus ar minimumus (m bei $m+1$ eilę) išsprendę lygčių sistemą galime išreikšti dangos storį [44]:

$$h = \frac{\lambda_m \lambda_{m+1}}{2(\lambda_m n_{m+1} - \lambda_{m+1} n_m)}. \quad (16)$$

Šioje lygtyje nežinomaisiais lieka dangos lūžio rodikliai m bei $m+1$ eilių bangos ilgiams. Juos galima nustatyti iš žinomos teorinės pralaidumo spektro išraiškos [41, 44]:

$$T = \frac{Ax}{B - Cx + Dx^2} \quad (17)$$

čia

$$\begin{aligned} A &= 16n_s(n^2 + \kappa^2), \\ B &= [(n+1)^2 + \kappa^2][(n+1)(n+n_s^2) + \kappa^2], \\ C &= [(n^2 - 1 + \kappa^2)(n^2 - n_s^2 + \kappa^2) - 2\kappa^2(n_s^2 + 1)]2 \cos \varphi - \kappa[2(n^2 - n_s^2 + \kappa^2) + (n_s^2 + 1)(n^2 - 1 + \kappa^2)]2 \sin \varphi, \\ D &= [(n-1)^2 + \kappa^2][(n-1)(n-n_s^2) + \kappa^2], \\ \varphi &= \frac{4\pi nh}{\lambda}, \quad x = \exp(-\alpha h), \quad \alpha = \frac{4\pi \kappa}{\lambda}. \end{aligned}$$

Šiose išraiškose n ir κ yra dangą apibūdinantys lūžio rodiklis bei ekstinkcijos koeficientas, n_s yra padėklo lūžio rodiklis. Padėklo lūžio rodiklis paprastai yra žinomas, taip pat jį galima

nustatyti išmatavus padėklo pralaidumą naudojant atitinkamą išraišką [44]:

$$n_s = \frac{1}{T_s} + \left(\frac{1}{T_s} - 1 \right)^{1/2}. \quad (18)$$

Kai ekstinkcijos koeficientas mažas ($\kappa^2 \ll n^2$, $\kappa \rightarrow 0$), o fazė atitinka ekstremumo sąlygas ($\cos \varphi = \pm 1$, $\sin \varphi = 0$) 17 lygtyje lieka tik vienas nežinomas atitinkantis dangos lūžio rodiklį. Taigi, atlikus skaičiavimus ekstremumo taškuose galime žinoti realią dangos lūžio rodiklio n bei jos storio h vertes. Norint tiksliau įvertinti dangos lūžio rodiklį skaičiavimai atliekami ne tik ekstremumo taškuose, tačiau ir taškuose atitinkančiuose kitus bangos ilgius. Žinant lūžio rodiklį srityje, kur ekstinkcijos koeficientas yra nežymus, nustatyta lūžio rodiklio dispesija papildomai gali būti aproksimuojama daugiau ar mažiau empiriškai nustatytais lūžio rodiklio priklausomybės nuo bangos ilgio išraiškėmis. Aproksimacijai UV, regimojoje ir IR srityse dažniausiai naudojamos Cauchy ar Sellmeier pasiūlytos išraiškos [41–43]:

$$n(\lambda) = A_n + \frac{B_n}{\lambda^2} + \frac{C_n}{\lambda^4} + \dots \quad (19)$$

$$n(\lambda) = \left(A_n + \frac{B_n \lambda^2}{\lambda^2 - C_n^2} \right)^{1/2} \quad (20)$$

čia A_n , B_n ir C_n yra keičiami lygčių tinkinimo parametrai.

Tokiu būdu lūžio rodiklio priklausomybė nuo bangos ilgio yra patikslinama, o aproksimacija leidžia nustatyti lūžio rodiklį ir tose srityse kur ekstinkcijos koeficientas jau turi būti įskaitytas. Tuomet, žinant dangos storį ir lūžio rodiklį, vėl sprendžiama 17 lygtis ir nustatomas dangos ekstinkcijos koeficiento kitimas. Šis kitimas taip pat papildomai aproksimuojamas tam tikromis funkcijomis. Paprastai naudojamas Cauchy ar eksponentinio gesimo dėsnis [41, 43]:

$$\kappa(\lambda) = A_k + \frac{B_k}{\lambda^2} + \frac{C_k}{\lambda^4} + \dots \quad (21)$$

$$\kappa(\lambda) = B_0 \exp(-B_1/\lambda - B_2\lambda) \quad (22)$$

čia A_k , B_k , C_k ir $B_{0,1,2}$ yra keičiami lygčių tinkinimo parametrai.

Taip pat yra žinoma, jog lūžio rodiklis ir ekstinkcijos koeficientas yra susiję tarpusavyje, todėl kartais gali būti pritaikomos surištosios lygtys siejančios n ir κ atitinkančios Kramers–Kronig sąryšius [41].

Nustačius n , κ ir h skaičiuojamas teorinis pralaidumo spektras. Šis spektras lyginamas su išmatuotu, o įvedus nesutapimo funkciją, kuri yra proporcinga išmatuotos ir teorinės charakteristikų skirtumui, įvertinama kiek smarkiai teorinis modelis skiriasi nuo išmatuoto (8 pav.) [41, 42]. Kuo nesutapimo funkcija mažesnė, tuo suskaičiuota spektro vertė geriau atitinka išmatuotą. Toliau vyksta optinių konstantų bei dangos sluoksnio storio tikslinimas - nedaug pakeičiant šiuos dydžius suskaičiuojamas teorinis sluoksnio spektras bei vėl apskaičiuojama nesutapimo funkcija.

Ši procedūra yra pakartojama keletą kartų, kol randamas nesutapimo funkcijos minimumas ar jos vertė pasiekia nedidesnę nei tam tikrą norimą vertę. Optinės charakteristikos atitinkančios geriausią sutapimą tarp teorinių ir išmatuotų spektro verčių yra laikomos to sluoksnio realiomis optinėmis konstantomis.

Apibendrinant galima sakyti, jog tipinis vienasluoksnės dangos pralaidumo spektras (8 pav. (a)) turi kelias charakteringas sritis. Sluoksnio storį parodo spektrinis atstumas tarp interferencinių susvyravimų, svyravimų aukščio kitimas apibūdina dangos lūžio rodiklį, pralaidumo kritimas trumpesnius bangų ilgius atitinkančioje srityje lemiamas ekstinkcijos koeficiento šioje srityje padidėjimo.

Aptartais būdais nustatytos dangų charakteristikos yra pakankamai tikslios, tačiau turi tam tikras paklaidas. Paklaidų įvertinimas šiuo atveju yra gan sudėtingas uždavinys, į paklaidas įeina tiek sisteminiai spektrometrinių matavimų nukrypimai, dėl pavyzdžiui, detektoriaus netiesiškumo ar kalibravimo nukrypimų, matavimo triukšmų, atsitiktinių paklaidų, tiek modeliavimo bei eksperimentinių spektrų nevisiškas sutapimas, dėl pavyzdžiui, netinkamo modelio ar pasirinkto modelio ribotumo tam tikroje įvertinamoje spektro dalyje, netinkamo skaičiavimo algoritmo pasirinkimo. Visgi, tyrimai rodo, jog padarius tinkamas prielaidas bei pasirinkus tinkamą modelį šiais būdais įvertintų dangos storio ir lūžio rodiklio paklaida nėra didelė ir gali siekti apie 0,5% vertę [41–43].

1.7 Optinių sluoksnių storio kontrolės sistemos. Optinė plataus spektro kontrolės sistema

Formuojant iš plonų optinių sluoksnių sudarytas daugiasluoksnes dangas lazeriniams taikymams labai svarbus tikslaus norimo dangos sluoksnio fizinio bei/arba optinio storio palaikymas. Dangos fizinio storio paklaida sudaro kitokias sąlygas interferencijos reiškiniui, todėl netiksliai kontroliuojant sluoksnių storius galutinis optinis komponentas gali pasižymėti kitokiomis nei buvo tikimasi optinėmis charakteristikomis. Taigi, proceso metu būtina matuoti dengiamo sluoksnio storį ir laiku sustabdyti dengimo procesą.

Paprasčiausias norimo dangos storio palaikymo būdas yra laiko kontrolės metodas, kai matuojamas dangos garinimo laikas, o žinant dangos garavimo greitį galima palaikyti tikslų uždengiamo sluoksnio storį. Pagrindinis tokio metodo trūkumas yra tai, jog dangos formavimo procesas turi būti pakankamai stabilus. Kitas mechaninis dangos storio įvertinimo būdas yra kvarcinio kristalo monitoringas [4]. Remiantis pjezoelektriniu reiškiniu kvarcinis kristalas virpinamas rezonansiniu dažniu, ant tokio kristalo formuojantis dangai keičiasi jo masė, o kartu ir rezonansinis dažnis, kuriuo virpa kristalas. Tokiu būdu galima nustatyti uždengiamos dangos masę, o žinant sluoksnio tankį ar atitinkamai sukalibravus sistemą galima įvertinti uždengiamos plėvelės storį.

Optinių dangų storiumi įvertinti taip pat naudojami ir optiniai storio kontrolės būdai. Vienas

iš tokių būdų yra jau minėtas elipsometrinis [41] optinis monitoringas, visgi dėl savo sudėtingumo jis retai naudojamas kontrolei dangos dengimo metu. Paprastesni ir dažniau naudojami būdai dangų kontrolei gamybos metu yra vienbangis arba plačiajuostis optiniai monitoringai [3,4]. Šie būdai remiasi šviesos intensyvumo pokyčio pralaidume ar atspindyje matavimu, kuris atsiranda dėl medžiagos sluoksnio storio pokyčio ant dengiamo komponento. Vienbangio optinio monitoringo būdu matuojamas intensyvumo signalo pokytis vienam bangos ilgiui. Yra žinoma, jog intensyvumo signalui pasiekus maksimalią ar minimalią reikšmę (priklausomai nuo dengimos dangos bei padėklo ant kurio dengiama danga lūžio rodiklių) turimas sluoksnio optinis storis yra lygus ketvirčiui bangos ilgio kuriame atliekama storio kontrolė. Pasiekus intensyvumo ekstremumo vertę ir toliau augant sluoksniui optinis signalas vėl pradeda didėti arba mažėti kol pasiekiamas kitas ekstremumas, šiuo atveju turimas sluoksnio optinis storis bus lygus dviems ketvirčiams bangos ilgio kuriame atliekama sluoksnio storio kontrolė, ir taip toliau. Dėl tikslaus optinio storio palaikymo šis būdas naudojamas tuomet, kai dengiant dangą nėra labai stabiliai palaikomas tikslus dangos lūžio rodiklis. Plataus spektro sluoksnio storio nustatymas vyksta netiesiogiai. Žinant dengiamos dangos optinius parametrus, naudojant matricinį skaičiavimo metodą, sumodeliuojama daug teorinių pralaidumo ar atspindžio spektrų, turinčių skirtingą sluoksnio storį. Tuomet lyginamas matuojamas eksperimentinis ir teorinis spektrai. Naudojant matematinis algoritmus parenkamas tam tikrą dangos storį atitinkantis teorinis spektras geriausiai sutampantis su eksperimentiniu spektru. Nustatytas teorinio sluoksnio storis yra laikomas matuojamo sluoksnio storium. Tokiu būdu gali būti įvertinamas tiek optinis tiek fizinis dangos storiai. Šio metodo trūkumai yra tokie, jog skaičiuojant teorinius spektrus reikalinga iš anksto žinoti dengiamų dangų medžiagų optinius parametrus, šie turi būti pakankamai stabilūs bei atsikartojantys, dangos formavimo metu esant tam tikriems sluoksnio lūžio rodiklio pokyčiams ar nestabilumui reikalinga teorinių spektrų perskaičiavimo ir dangos dizaino koregavimo operacija atsižvelgiant į pakitusius optinius parametrus. Taip pat tokiu būdu kontroliuojant dangos storį gali atsirasti paklaidų kaupimosi bei paklaidų savikompensacijos efektai [4]. Visgi, naudojant specialius algoritmus minėti trūkumai gali būti sumažinti, o esant stabiliam dangos formavimuisi tokiu būdu atliekama dangos storio kontrolė yra labai tiksli. Dėl didelio tikslumo naudojant tokį dangos storio kontrolės metodą gali būti formuojamos dangos turinčios gan sudėtingą vidinę sluoksnių išsidėstymo struktūrą.

1.8 Optinių dangų formavimui naudojami metalų bei puslaidininkių oksidai

Optinėms dangoms gaminti naudojamos įvairios medžiagos bei medžiagų junginiai. Pagrindiniai reikalavimai dangų medžiagoms yra jų kompleksinių lūžio rodiklių kontroliavimas ir atsikartojamumas dangos gamybos metu. Paprastai norima, jog danga būtų izotropinė, amorfinė, turinti mažus optinius nuostolius darbinėje spektro srityje. Taip pat, kaip jau aptarta anksčiau, turinti būti tenkinami tam tikri sluoksnių mechaninių savybių reikalavimai,

tokie kaip gera dangos prie padėklo adhezija, atsparumas aplinkos poveikiui, ilgaamžiškumas, defektų ir suskeldėjimų nebuvimas. Viena iš medžiagų rūšių, galinčių pasižymėti tokiomis savybėmis ir dėl to naudojamų gaminti optinėms dangoms, yra metalų oksidai. Metalų oksidai yra svarbi medžiagų rūšis, tinkanti optiniams taikymams, tame tarpe ir ploniems optiniams sluoksniams gaminti. Iš įvairių metalų oksidų medžiagų galima formuoti kietas, chemiškai stabilias, optiškai skaidrias ir mažai sugeriančias, aplinkos poveikiui atsparias dangas, turinčias didelį lūžio rodiklių pasirinkimą bei praleidžiančias platų spektrinį diapazoną (2 lentelė) [3].

2 lentelė. Pagrindiniai metalų bei puslaidininkių oksidai naudojami optinių dangų gamyboje bei jų savybės [3]

Garinama medžiaga	Dangos sudėtis	Dengimo metodas	Skaidrumo sritis, μm	Lūžio rodiklis ties 550 nm bangos ilgiu	Mechaninės sąlybės
SiO_2	SiO_2	EB	0.2-9	1.45-1.46	Kietas, GĮ
Al_2O_3	Al_2O_3	EB	0.2-7	1.63 ($T = 300$)	Kietas, GĮ
HfO_2 arba Hf	HfO_2	R EB	0.25-12	1.95 ($T = 250$)	Kietas
Ta	Ta_2O_5	R DC dulkinimas	0.3-10	2.03-2.09	Kietas, GĮ
Ta_2O_5	Ta_2O_5	R EB	0.3-10	2.1 ($T = 250$)	Kietas, GĮ
Nb	Nb_2O_5	R DC dulkinimas	0.38-8	2.35-2.4	Kietas, GĮ
Nb_2O_5	Nb_2O_5	R EB	0.38-8	2.2-2.4	GĮ
Y_2O_3	Y_2O_3	EB	0.25-12	1.87 ($T = 250$)	Kietas
ZrO_2	ZrO_2	EB	0.34-12	1.95-2.05 ($T = 200$)	Kietas, GĮ
Ti	TiO_2	R DC dulkinimas	0.4-3	2.2-2.4	Kietas, GĮ
TiO	TiO_2	R EB	0.4-3	2.2-2.4	Kietas, TĮ
Ti_2O_3	TiO_2	R EB	0.4-3	2.1-2.4	Kietas, TĮ
Ti_3O_5	TiO_2	R EB	0.4-3	2.1-2.4	Kietas, TĮ

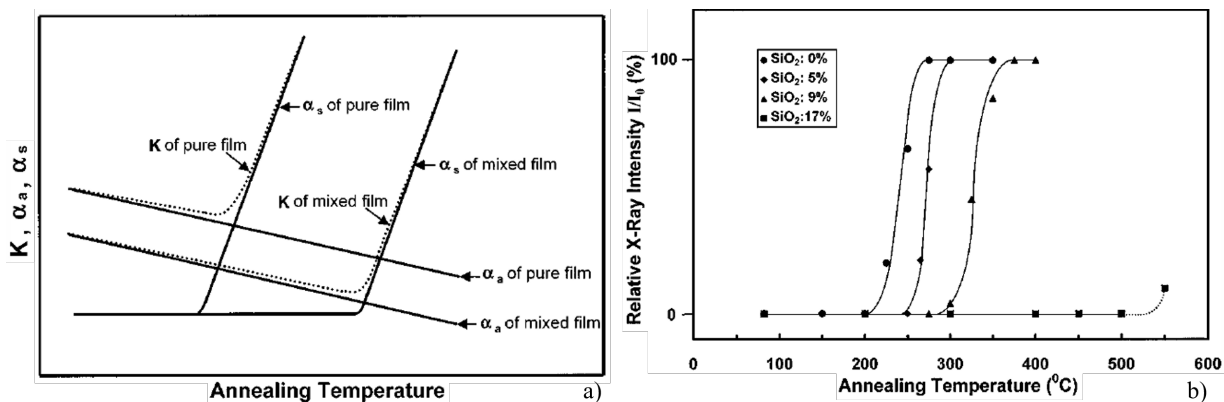
čia R-reaktyvus procesas, EB - elektronpluoštis garinimas, DC - nuolatinės srovės, GĮ - gniuždymo įtempiai, TĮ - tempimo įtempiai, T - temperatūra Celsijaus laipsniais [$^{\circ}C$]

Kaip jau minėta, optinės dangos nusodinamos įvairiais būdais. Vieni iš dažniausiai naudojamų būdų metalų oksidų sluoksniams padengti yra nusodinimas ant padėklų iš garų fazės vakuuminėse kameroje. Svarbu paminėti, jog nemažai oksidų bent dalinai disocijuoja aukštos temperatūrose. Dėl šios priežasties daugeliu atvejų oksidų dangoms formuoti naudojamas reaktyvus dangų dengimas deguonies atmosferoje, kai disociavę metalų ar puslaidininkių atomai rekombinuoja su papildomai tiekiamais deguonies atomais (deguonies fono poreikis turi būti parenkamas atsižvelgiant į konkretų dangos dengimo atvejį [5]). Taip pat, dažnai kaip pradinė garinama medžiaga yra naudojami gryni metalai ar puslaidininkiai. Dengimo kameroje palaikant deguonies dujų atmosferą metalų atomai jungiasi su deguonies atomais, šie jungi-

niai nusėda ant optinių paviršių ir taip formuoja oksidų dangas. Toks procesas dažnai yra stabilus, nei tuomet kai kaip pradinė garinama medžiaga naudojami oksidai.

Vienos iš plačiausiai naudojamų oksidų medžiagų optinių dangų gamyboje su aukštais lūžio rodikliais yra aliuminio (Al_2O_3), hafnio (HfO_2), tantalo (Ta_2O_5), niobio (Nb_2O_5) bei titano (TiO_2) oksidai. Tuo tarpu populiariausia iš naudojamų žemą lūžio rodiklį turinti medžiaga yra silicio oksidas (SiO_2). Šios medžiagos pasižymi didele skaidrumo sritimi, yra chemiškai atsparios aplinkos poveikiui, stabilios, todėl paprastai su jomis formuojamos dangos yra ilgaamžės. Aliuminio oksidas gali būti taikomas dangoms, skirtoms ultravioletiniams bangų ilgiams, kurie gali būti mažesni net už 200 nm [17, 45, 46], tačiau skirtumas tarp jo lūžio rodiklio ir žemo lūžio rodiklio medžiagos nėra didelis. Hafnio oksidas tinka optinėms dangoms skirtoms ultravioletiniams bangų ilgiams pradedant nuo daugmaž 250 nm [3, 47–49]. Tantalo bei niobio oksidų medžiagos paprastai nėra taikomos ultravioletinėje spektro srityje veikiančioms optinėms dangoms, nes šiame regione pasižymi didele sugertimi, tačiau puikiai tinka dangoms, kurios naudojamos regimajame ir infraraudonajame spektriniuose diapazonuose. Titano oksidas pasižymi vienu iš didžiausių lūžio rodiklių tarp medžiagų naudojamų optinėms dangoms gaminti ir tinka naudoti optiniams skaidriems sluoksniams, skirtiems dirbti regimajame bei infraraudonųjų bangų spektriniuose ruožuose [21–24]. Yra žinoma, jog visos šios medžiagos gali būti tam tikrų kristalinių būsenų, tačiau, jei dangos dengimo metu nėra naudojamos labai didelės kaitinimo temperatūros, formuojamos dangos paprastai būna amorfinės [3, 22].

Visgi, optinių sluoksnių gamyboje naudojamos medžiagos ir iš jų pagamintos optinės dangos turi trūkumų, kai norima jas naudoti lazerinėse sistemose. Formuojant dangas jų savybės gali stipriai priklausyti nuo dangos dengimo metodo [24], taip pat kinta priklausomai nuo technologinių sluoksnio nusodinimo parametrų. Konkretiems taikymams dažnai tenka ieškoti optimalaus plėvelės auginimo būdo ir režimo. Jonapluoščio dulkinimo metodu suformuoti oksidų sluoksniai patiria didžiulius gniuždymo įtempius. Įtempių kompensavimas bei sugerties nuostolių sumažinimas naudojant kaitinimo aukštose temperatūrose būdą nelabai tinka dangoms su titano oksido sluoksniais, nes jo metu pasikeičia titano oksido fazinė būsena, dėl ko padidėja sklaidos nuostoliai (9 pav.) [21, 24–26]. Faziniai virsmai taip pat sukelia lūžio rodiklio pokyčius, dėl jų išauga paviršiaus šiurkštumas, gali pakisti kitos dangos mechaninės savybės [21]. Temperatūra, prie kurios prasideda titano oksido dangų faziniai virsmai, nėra didelė (200–300 °C), ji šiek tiek priklauso nuo dengimo technologijos, dangos storio, kaitinimo laiko [24–26, 29, 30, 50]. Naudojant santykinai aukštą kaitinimo temperatūrą, prie kurios bus kompensuojami įtempimai, išaugs sklaidos nuostoliai, jei bus naudojama žemesnė kaitinimo temperatūra, kurios metu fazinis virsmas dar nevyksta, įtempiai nebus kompensuojami. Taip pat, naudojant didesnes kaitinimo temperatūras paprastai labiau sumažinami šviesos dangoje patiriami sugerties nuostoliai (9 pav.). Todėl, siekiant padidinti temperatūrą iki kurios gali būti kaitinamos dangos su titano oksido sluoksniais, formuojami titano oksido mišiniai su kitomis medžiagomis [23, 27–31]. Paprastai kaip antra mišinio medžiaga naudojamas silicio oksidas, kuris turi žemą lūžio rodik-



9 pav. Schematinė iliustracija rodanti ekstinkcijos (K), sugerties (α_a) bei sklaidos (α_s) koeficientų priklausomybę nuo temperatūros gryno TiO_2 bei TiO_2 mišinio su SiO_2 dangoms (a). TiO_2 - SiO_2 mišinių santykio tarp mišinio bei titano oksido kristalinę būseną atitinkančio Rentgeno spindulių difrakcijos maksimumų priklausomybę nuo temperatūros bei bandinio tūrinės frakcijos (b) [29]

lį [23,27–31]. Tyrimai rodo, jog naudojant tokius mišinius gali būti sumažinti šviesos nuostoliai patiriami dangoje, o esant 17% silicio oksido tūrinei frakcijai mišinyje, kaitinimo temperatūra prie kurios pasireiškia fazinis virsmas gali siekti 550 °C (9 pav.) [29,30]. Kaitinimo temperatūra prie kurios vyksta fazinis virsmas priklauso nuo bandinio tūrinės frakcijos ir didinant silicio oksido kiekį sluoksnyje gali būti padidinama dar labiau, tačiau tokiu atveju dėl didelio skirtumo tarp silicio ir titano oksidų lūžio rodiklių verčių smarkiai mažėja bandinio lūžio rodiklis. Taigi, siekiant išlaikyti titano oksido privalumą dėl itin aukšto lūžio rodiklio formuojami jo mišiniai turintys kuo mažesnę silicio frakciją bandiniuose. Tokia amorfinė aukštą lūžio rodiklį bei mažus optinius nuostolius turinti medžiaga gali būti sėkmingai taikoma daugiasluoksnių optinių dangų taikymams su sumažintais nuostoliais. Eksperimentiniais darbais parodyta, jog aukšto lūžio rodiklio sluoksniuose pakeitus titano oksido medžiagą jo mišinio su silicio oksidu medžiaga didelio atspindžio veidrodžiai skirti dirbti 632,8 nm bangos ilgiui patiria ženkliai sumažėjusius bendrus šviesos nuostolius dangoje (nuo (430 ± 12) ppm prieš ir (142 ± 10) ppm po kaitinimo naudojant titano oksido sluoksnius iki (282 ± 36) ppm prieš ir (34 ± 11) ppm po kaitinimo naudojant TiO_2 - SiO_2 mišinių su 17% SiO_2 frakcija sluoksnius) [30]. Išsamiau mišinių medžiagų savybes ir privalumus aptarsime tolimesniuose skyriuose.

1.9 Medžiagų mišinių optiniai sluoksniai bei jų charakterizavimas

Kaip jau buvo užsiminta praeitame skyriuje, formuojant dviejų medžiagų mišinį, gaunama nauja tarpinė medžiaga, turinti kitas savybes. Svarbu nustatyti pakitusias naujos medžiagos savybes bei mišinio sudedamąsias dalis. Galima manyti, kad sumaišius dvi skirtingas medžiagas bus gaunama trečioji kompozitinė medžiaga, kuri turėtų pasižymėti tarpiniu pirminių medžiagų savybių deriniu, tačiau mišinių medžiagos gali turėti ir visai kitokias savybes nei sumaišytos

medžiagos. Maišant oksidus su pakankamai skirtingais lūžio rodikliais - dideliu (n_H) ir mažu (n_L) - paprastai yra suformuojama medžiaga, turinti tarpinį lūžio rodiklį (n) [7, 11, 12, 14, 16, 51–55], taigi turėtų būti tenkinama tokia sąlyga:

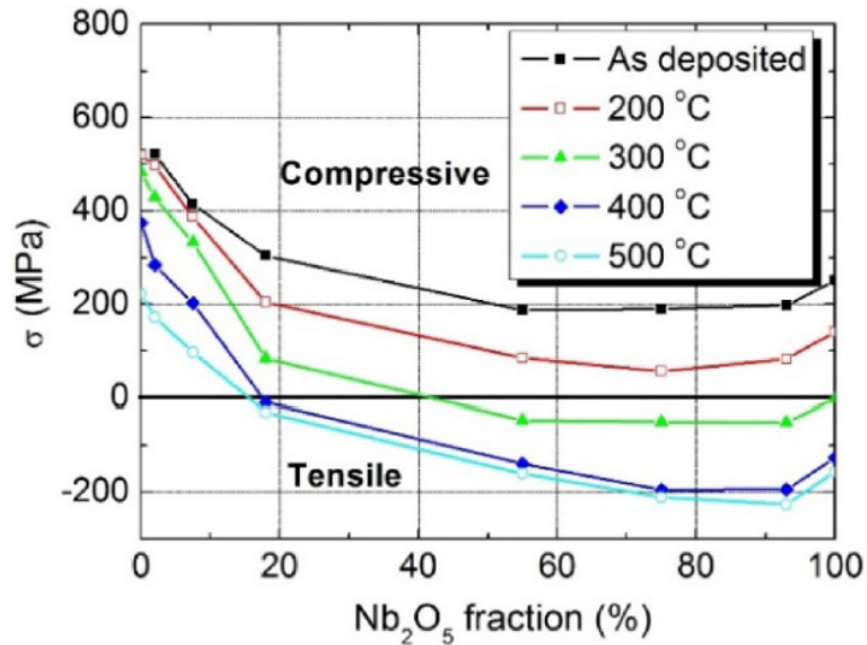
$$n_H > n > n_L. \quad (23)$$

Žinoma, jog mišinių lūžio rodiklis bus tarpinis tarp maišomų medžiagų ir priklausys nuo medžiagų maišymo santykio, tai yra tūrinės frakcijos. Taip pat, panašiai turėtų elgtis ir medžiagos sugerties savybės. Sumaišant skirtingus sugerties koeficientus turinčius oksidus, galima gauti mišinio sugerties koeficientą, kuris įgyja tarpines vertes [7, 12, 13, 53]. Toks sugerties sumažinimas naudojant mišinių medžiagas gali būti naudingas formuoti optiniams komponentams, pritaikytiems trumpiems bangų ilgiams, kuriuose vienos iš grynų medžiagų sugertis yra per didelė. Tyrimais įrodyta, jog šis sugerties koeficiento mažėjimas inkorporavus žemesnio lūžio rodiklio medžiagos į aukštą lūžio rodiklį turinčią medžiagą yra nulemtas draustinės juostos tarpo kitimo [12, 53]. Galimybė keisti draustinės juostos tarpo bei medžiagos sugerties dydį, naudojant mišinių medžiagas, yra svarbi optinio pramušimo reiškinio pasireiškimui dangose, kai naudojami dideli lazerio intensyvumai, nes nuo medžiagos draustinės juostos tarpo tiesiogiai priklauso optinio pažeidimo slenkstis [11, 14, 53, 54, 56]. Padidinus optinio komponento optinį atsparumą, tokį komponentą galima naudoti didesnės galios lazeriuose, taigi atsiranda galimybė kurti galingesnes lazerines sistemas.

Formuojant mišinių medžiagas taip pat galimas dangos vidinės struktūros pasikeitimas. Kai į medžiagą įmaišomas nedidelis kiekis kitos medžiagos, kristalinė ar polikristalinė medžiaga gali būti pakeičiama į amorfinę ar atvirkščiai [11, 13, 15]. Pakeitus struktūrą iš kristalinės į amorfinę gali būti sumažinti sklaidos nuostoliai, tuo tarpu lūžio rodiklio pokytis dėl nedidelio kitos medžiagos įterpimo pakis labai nežymiai. Dėl pakitusios medžiagos mikrostruktūros mišinio medžiaga gali pasižymėti kitokiu grūdėtumu, tankiu. Suformuotos mišinio medžiagos paviršiaus šiurkštumas gali būti mažesnis už grynų medžiagų šiurkštumą, kas lemia efektyvesnį optinio komponento veikimą dėl sumažintos sklaidos nuostolių [11, 14–16].

Kaip jau buvo užsiminta ankstesniame skyriuje, dar viena mišinių savybė, apibendrinanti dvi prieš tai aptartas, yra kaitinimo temperatūros padidėjimas, prie kurios vyksta fazinis medžiagos virsmas iš amorfinės būsenos į polikristalinę ar kristalinę būsenas. Kaip jau minėta, mišinio medžiaga paprastai turi mažesnę ekstinkcijos koeficientą nei gryna medžiaga, o atlikus papildomą kaitinimą prie aukštų temperatūrų (tokių, prie kurių dar nepasireiškia faziniai virsmai) sugerties nuostoliai dar labiau sumažės (9 pav.). Esant galimybei mišinio medžiagai naudoti didesnę kaitinimo temperatūrą sugerties nuostoliai bus labiau sumažinami (9 pav.).

Taip pat, naudojant mišinių medžiagas gali būti sumažinti aptarti vidiniai įtempiai. Yra darbų, kuriuose parodoma, jog naudojant mišinius įtempiai įgyja mažesnes vertes palyginus su grynų medžiagų oksidais, kurie naudojami kaip mišinio komponentai (10 pav.) [7, 9, 10, 13].



10 pav. Įtempių priklausomybė nuo bandinių tūrinės frakcijos bei skirtingos atkaitinimo temperatūros $Nb_2O_5-SiO_2$ mišinių vienasluoksniams dangoms suformuotoms ant lydyto kvarco padėklų naudojant jonapluoščio dulkinimo metodą [7]

Kaitinimas aukštose temperatūrose gali turėti šiek tiek kitokį poveikį sluoksnio įtempiams, kai danga suformuota naudojant mišinio medžiagą.

Lūžio rodiklio priklausomybė nuo medžiagų frakcijos gali būti panaudojama kuriant kintamo lūžio rodiklio dangas. Lūžio rodiklis gali būti keičiamas augant dangai kelių nanometrų storio sluoksniukais, taip su tam tikru periodiškumu kuriama gradientiškai keičiamo lūžio rodiklio sistema [16, 52]. Visgi, tokioms dangoms gaminti reikalinga labai stabili dangų gamybos ir kontrolės metodika, dangų storis ir lūžio rodiklis turi būti atkartojami labai tiksliai. Todėl, esant šiuolaikinėms technologinėms galimybėms, dėl optinių sluoksnių formavimo sistemų netobulumų, kintamo lūžio rodiklio dangų savybės yra panašios į įprastai formuojamų dangų savybes [57].

Mišinių medžiagų optines savybes nagrinėja efektyviųjų terpių teorija (angl. effective medium theory - EMT). Ji remiasi prieš tai aptarta prielaida, jog mišinio terpės lūžio rodiklis įgyja tarpines sudedamųjų medžiagų lūžio rodiklio vertes (23 lygtis). Naudojant šią teoriją iš medžiagos optinių konstantų galima nustatyti mišinio tūrinę sandarą, tai yra galima įvertinti pradinių medžiagų kiekius bandinyje. Iš esmės tam yra naudojami trys pagrindiniai modeliai - Maksvelo - Garneto (Maxwell Garnett MG), Brugermano (Bruggeman BG) bei Lorencio - Lorencio (Lorentz - Lorenz LL) [11, 14, 51]:

$$MG: \frac{\epsilon_{eff} - \epsilon_H}{\epsilon_{eff} + 2\epsilon_H} = (1 - f_H) \frac{\epsilon_L - \epsilon_H}{\epsilon_L + 2\epsilon_H} \quad (24)$$

$$BG : f_H \frac{\epsilon_H - \epsilon_{eff}}{\epsilon_H + 2\epsilon_{eff}} + (1 - f_H) \frac{\epsilon_L - \epsilon_{eff}}{\epsilon_L + 2\epsilon_{eff}} = 0 \quad (25)$$

$$LL : \frac{\epsilon_{eff} - 1}{\epsilon_{eff} + 2} = f_H \frac{\epsilon_H - 1}{\epsilon_H + 2} + (1 - f_H) \frac{\epsilon_L - 1}{\epsilon_L + 2} \quad (26)$$

kur ϵ_{eff} , ϵ_H bei ϵ_L yra medžiagos mišinio, aukšto lūžio rodiklio bei žemo lūžio rodiklio medžiagų efektinės dielektrinės skvarbos, f_H - aukšto lūžio rodiklio medžiagos dalis mišinyje.

Naudojant šias aproksimacijas nustatomi panašūs, tačiau kiek skirtingi rezultatai, o kai lyginamos tūrinės frakcijos apskaičiuotos naudojant efektyviųjų terpių teoriją su neoptiniais metodais įvertintomis tūrinėmis frakcijomis, atitikimas yra geriausias kartais naudojant vieną, o kartais kitą iš efektyviųjų terpių teorijos modelių [11,51]. Taigi, šios aproksimacijos yra taikomos tik apytikriam tūrinės frakcijos medžiagoje nustatymui naudojant paprastus bei santykinai nebrangius optinius įvertinimus. Atliekant tikslesnę mišinių medžiagų tūrinių komponentų įvertinimo analizę naudojami kiti metodai, kaip pavyzdžiai galėtų būti Rezerfordo atgalinės sklaidos spektroskopija, Rentgeno spindulių fotoelektronų spektroskopija ar kitos metodikos [51].

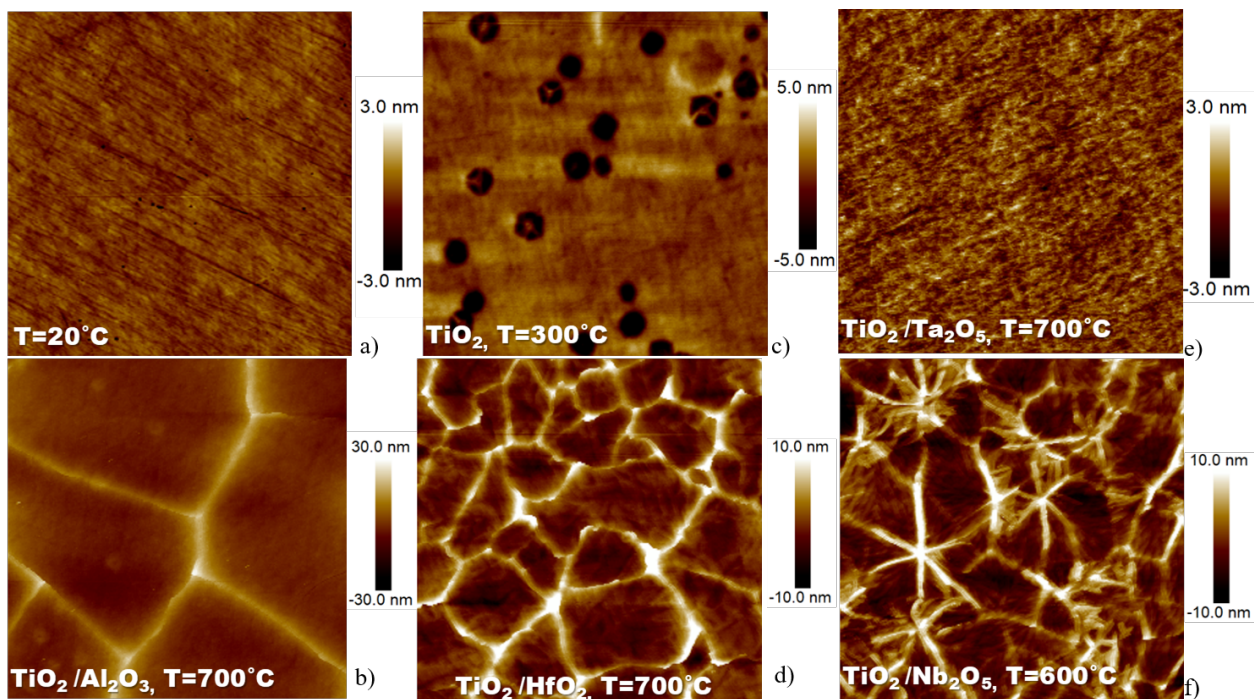
2 Tyrimų metodika

2.1 Optiniai padėklai

Šio darbo metu titano oksido (TiO_2) bei jo mišinių, su tokiomis medžiagomis kaip aliuminio (Al_2O_3), hafnio (HfO_2), tantalio (Ta_2O_5) bei niobio (Nb_2O_5) oksidai, vienasluoksnės dangos buvo suformuotos ant 1 mm storio ir 25.4 mm diametro apvalių lydyto kvarco (*angl. fused silica –FS*) optinių padėklų, turėjusių 0.3 – 0.5 nm pradinį paviršiaus šiurkštumą. Prieš dangų dengimą optiniai padėklai buvo plaunami ultragarsiniame optinių elementų automatiniame plovimo įrenginyje. Plovimo ciklas buvo sudarytas iš tokių dalių: 5 minutes plaunama ultragarso vonelėje su šarmo vandeniniu tirpalu, 5 minutes plaunama ultragarso vonelėje su vandeniu, 5 minutes plaunama ultragarso vonelėje su dejonizuotu vandeniu ir 5 minutes džiovinama karštame 60 °C temperatūros ore. Suformavus dangas prieš matavimus ir kaitinimo procedūras bandiniai buvo plaunami taip pat, išskyrus tai, jog nebuvo naudojamas plovimas šarmo tirpale dėl galimo cheminio poveikio dangos medžiagai.

2.2 Paviršiaus šiurkštumo nustatymas

Padengtų optiniais sluoksniais bei vėliau atkaitintų bandinių paviršiaus šiurkštumas buvo įvertintas naudojant *Bruker* kompanijos *DimensionEdgeTM* atominių jėgų mikroskopą (*angl. atomic force microscope - AFM*). Šiuo būdu rezonansiniu dažniu virpanti adatėlė įvairiomis

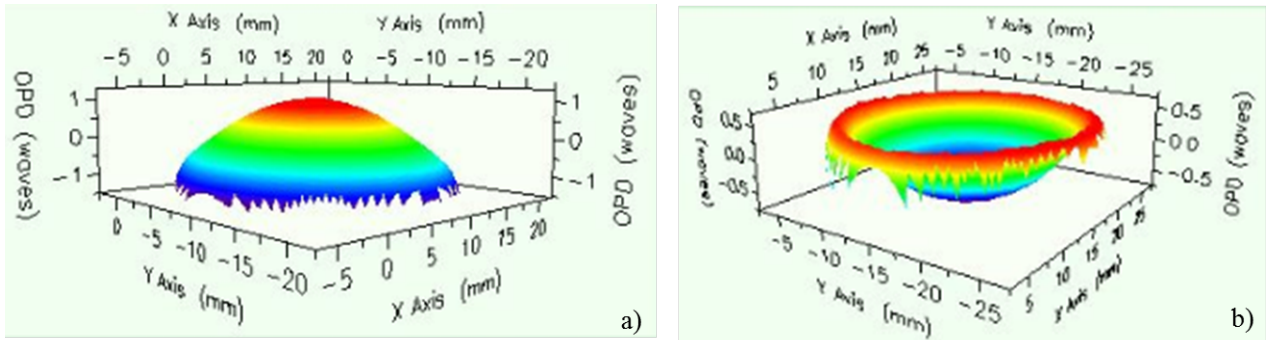


11 pav. Atominių jėgų mikroskopu išmatuotos paviršių nuotraukos. Analizuojamos srities dydis $20 \mu m * 20 \mu m$

tarpatominėmis jėgomis sąveikauja su paviršiaus dalelėmis, dėl to pakinta adatėlės virpėjimo amplitudė. Kadangi adatėlės virpėjimo amplitudė yra proporcinga paviršiaus nelygumams, tai iš jos pokyčio galima įvertinti paviršiaus topografiją. Paviršiaus šiurkštumas paprastai aprašomas vidutiniu kvadratinu nuokrypiu (*angl. Root mean square – RMS*) nuo paviršiaus nelygumų vidurkio. Matavimai buvo atliekami trijose skirtingose kiekvieno bandinio vietose, matavimų sričių matmenys siekė $20 \mu\text{m} * 20 \mu\text{m}$ vertes (11 pav.). Paviršiaus nuotraukos apdorotos naudojant programinį paketą *NanoScope Analysis*.

2.3 Dangų įtempių įvertinimas

Dielektrinių dangų sluoksnių įtempiai įvertinti išmatavus optinių padėklų išlinkimą ar išsigaubimą naudojant *Mahr* kompanijos interferometrą prieš dengiant ir uždengus dangą bei po bandinių atkaitinimų aukštose temperatūrose (12 pav.). Naudojant interferometrą galima



12 pav. Tipiniai interferometriniai paviršiaus išsigaubimo matavimai. a) - uždengus dangą, b) - po kaitinimo $500 \text{ }^\circ\text{C}$ temperatūroje. (z ašis rodo optinio kelio pokytį bangos skaičiais ($\lambda=632,8 \text{ nm}$), x ir y ašys atitinka bandinio skersines koordinates (mm))

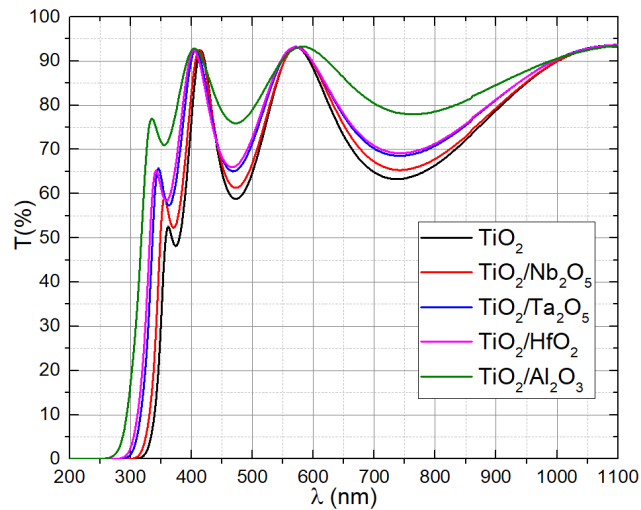
bekontaktiškai įvertinti paviršiaus aukščio bandinyje kitimus. Tam naudojamas atspindys nuo atstojamojo veidrodžio interferuojantis su atspindžiu nuo matuojamojo paviršiaus. Užfiksavus interferogramą galima nustatyti matuojamojo paviršiaus formą. Išmatavus pakankamai plačią bandinio dalį įvertinami bandinio išlinkimo forma bei išlinkio aukštis. Žinant matuojamos srities ilgį ir išsilenkimo aukštį bandinio išsigaubimas aproksimuojamas sfera, kurios spindulys gali būti apskaičiuojamas. Šios sferos (bandinio išsilenkimo) spindulio pokytis naudojamas įvertinti įtempiai. Dangų įtempiai σ_d apskaičiuoti pasinaudojus Stoney formulę [1, 7]:

$$\sigma_d = \frac{1}{6} \frac{E_{pagr}}{(1 - \nu_{pagr})} \frac{t_{pagr}^2}{t_d} \left(\frac{1}{R_d} - \frac{1}{R_{pagr}} \right) \quad (27)$$

čia E_{pagr} ir ν_{pagr} yra optinio padėklo Jungo modulis bei Puasono santykis, t_{pagr} ir t_d yra optinio padėklo ir dangos storiai, R_d ir R_{pagr} yra optinio padėklo su dangą ir optinio padėklo prieš dangos dengimą išsilenkimo spinduliai.

2.4 Pralaidumo matavimai, optinių savybių nustatymas bei mišinių tūrinių frakcijų įvertinimas

Pralaidumo spektrų matavimai atlikti *AnalytikJena* firmos spektrofotometru *Specord250plus*. Matavimai atlikti plačiame matavimo bangos ilgio diapazone nuo 190 nm iki 1100 nm, 2 nm



13 pav. Suformuotų aukšto lūžio rodiklių medžiagų mišinių vienasluoksnių dangų pralaidumo spektrai

žingsniu, kai spindulys krenta 0° kampu į paviršių. Titano oksido (TiO_2) bei jo mišinių su aliuminio (Al_2O_3), hafnio (HfO_2), tantalo (Ta_2O_5) bei niobio (Nb_2O_5) oksidais vienasluoksnių dangų optinės savybės (lūžio rodiklio $n(\lambda)$ bei ekstinkcijos koeficiento $\kappa(\lambda)$ dispersijos) bei sluoksnių storiai nustatyti modeliuojant pralaidumo spektrus (13 pav.) programinio paketo *OptiChar8.85* pagalba, kuria varijuojant sluoksnio storiais, lūžio rodikliais bei nuostolių koeficientu sukuriama teorinis medžiagos sluoksnio modelis, kurio pralaidumo charakteristikos sutampa su eksperimentiškai išmatuotomis vertėmis.

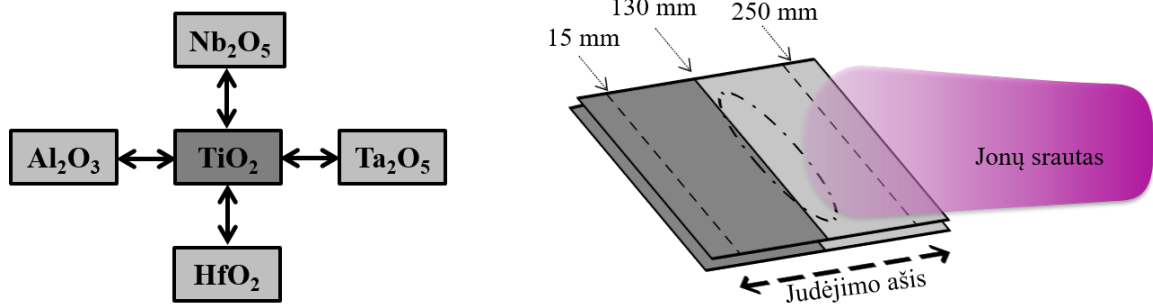
Bandinių tūrinės frakcijos buvo nustatytos naudojant sumodeliuotas lūžio rodiklių reikšmes grynoms bei mišinio medžiagai naudojantis efektyviųjų terpių teorija laikant, kad ekstinkcijos koeficientas yra mažas (dielektrinė skvarba yra lygi lūžio rodiklio kvadratui). Šiuo atveju buvo naudojamas Brugermano modelis (25 lygtis), kadangi remiantis kitų autorių darbais šiuo būdu nustatytos jonapluoščio dulkinimo technologija suformuotų mišinių dangų tūrinės frakcijos geriausiai atitinka tiesioginiais neoptiniais įvertinimais nustatytas frakcijų reikšmes [11].

Daugiasluoksnių dangų konstrukcija bei atspindžio spektrai suskaičiuoti naudojant programinį paketą *OptiLayerPro8.85*.

2.5 Aukšto lūžio mišinių dangų formavimas jonapluoščio dulkinimo metodu

Eksperimentiniai aukštą lūžio rodiklį turinčių medžiagų mišinių ploni sluoksniai buvo nusodinti naudojant *Cutting Edge Coatings GmbH* kompanijos jonapluoščio dulkinimo (*angl. ion*

beam sputtering - IBS) įrenginį *IBS@LAB*. Ši sistema turi įmontuotą radijo dažniu veikiančią plazmos šaltinį. Šaltinio viduje sugeneruoti argono (Ar^+) jonai yra ištraukiami naudojant trijų gardelių sistemą. Naudojant gardeles su skirtinga aukšta įtampa jonai įgreitinami, sukuliuojami bei nukreipiami link taikinio. Šaltinio dalys tiesiogiai kontaktuojančios su plazma yra pagamintos iš medžiagų, kurios naudojamos optinių sluoksnių gamyboje, todėl nusodinant dangas išvengiama teršalų, padidinančių optinę dangų sugertį. Darbe naudoti titano (*Ti*), aliuminio (*Al*), hafnio (*Hf*), tantalio (*Ta*) bei niobio (*Nb*) metaliniai taikiniai. Oksidų mišiniai buvo formuojami pastačius dviejų metalinių zonų taikinių argono jonų atžvilgiu taip, jog jonų pluoštas eitų per medžiagų skiriamąją ribą (14 pav.). Pirmos eksperimentų serijos metu, siekiant suformuoti vienodą titano oksido tūrinę frakciją, bet skirtingus mišinio komponentus turinčius sluoksnius, medžiagų taikinio pozicija buvo pastatyta į savo centrinę poziciją. Formuojant skirtingą tūrinę frakciją turinčius mišinius buvo keičiama taikinio padėtis argono jonų pluošto atžvilgiu. Dangos sluoksnių oksidacijai užtikrinti visų procesų metu į dengimo kamerą buvo



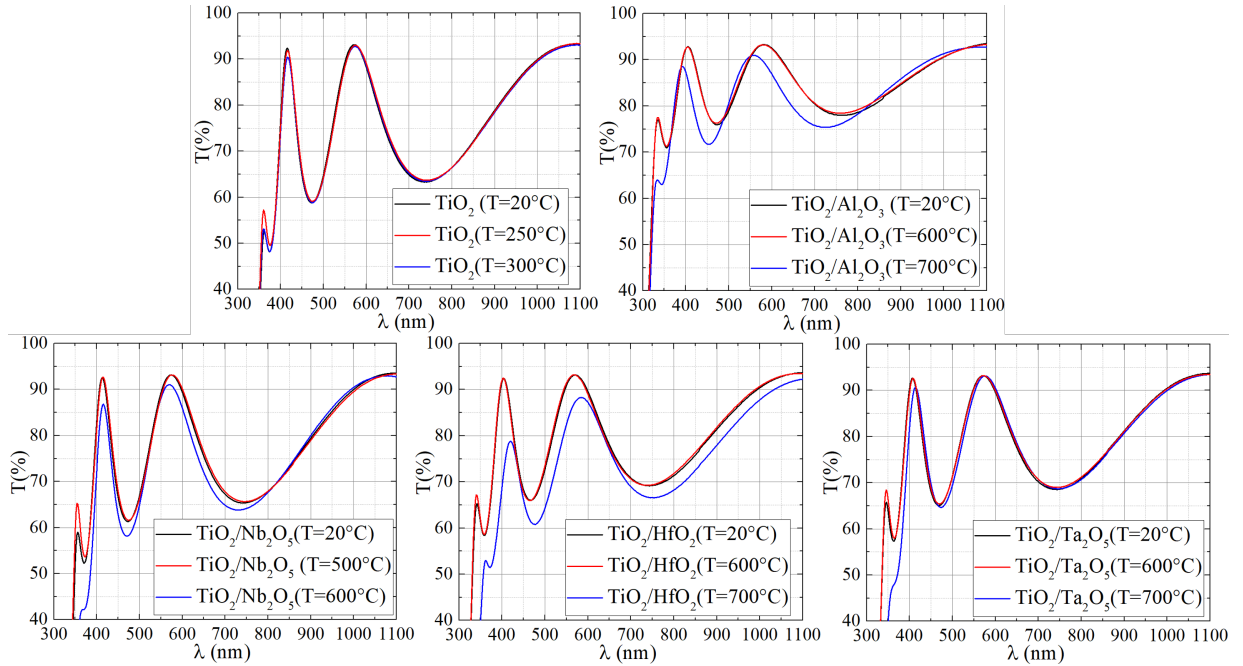
14 pav. Formuojami mišiniai bei eksperimento schema su taikinio pozicijų reikšmėmis

teikiamas tam tikras deguonies dujų srautas, mišiniams šis srautas buvo nustatomas pagal taikinio poziciją kai sudaroma proporcija pagal žinomus optimalius deguonies į kamerą srautus grynoms medžiagoms. Visi dulkinimo procesai atlikti be papildomo optinių padėklų kaitinimo proceso metu. Nusodinamų mišinių homogeniškumui užtikrinti naudojamas greitas bandinių sukimas lygus 30 apsisukimų per minutę. Prieš dangos dengimą, kameroje dviejų pakopų vakuuminiais siurbliais (sausu mechaniniu ir kriogeniniu) buvo sudaromas aukštas 9×10^{-6} mbar lygio vakuumas. Dangos nusodinimo metu dėl tiekiamų į kamerą deguonies fono dujų bei jonų ir elektronų šaltiniams tiekiamų argono dujų slėgis padidėdavo iki 10^{-4} mbar eilės. Formuojamų vienasluoksnių dangų optiniai storiai ant bandinio paviršiaus buvo lygūs 1100 nm bangos ilgio dviems ketvirčiams, o dangos formavimo laikai buvo kontroliuojami naudojant pralaidumo spektro plačiajuostį monitoringą.

Visi kiti proceso parametrai, tokie kaip taikinio kampas jonų pluošto atžvilgiu, optinių padėklų laikiklio padėtis taikinio atžvilgiu, argono dujų srautas per jonų bei elektronų šaltinius, jonų šaltinio bei elektronų šaltinio radijo dažnio galia ir kiti, nebuvo keičiami.

2.6 Atkaitinimo poveikis metalų oksidų dangoms

Kaip jau minėta, siekiant pakeisti nusodintų oksidų dangų savybes, naudojamas papildomas atkaitinimas aukštose temperatūrose. Paprastai po šio proceso pastebimi sumažėję optiniai nuostoliai, pakinta mechaninių įtempių vertės, gali pakisti lūžio rodiklio vertė, taip pat pakinta dangos paviršiaus šiurkštumas, mikrostruktūra ir kitos dangų savybės [7,8,17–20]. Taip pat, kaitinimas aukštose temperatūrose gali lemti fazinius dangos medžiagos pakitimus [22,25,29,30,50]. Paprastai tokie dangų savybių pokyčiai aiškinami nepilnai oksidavusių metalų atomų oksida-



15 pav. Pralaidumo spektro pokyčiai nuo kaitinimo temperatūros įvairiems bandiniams

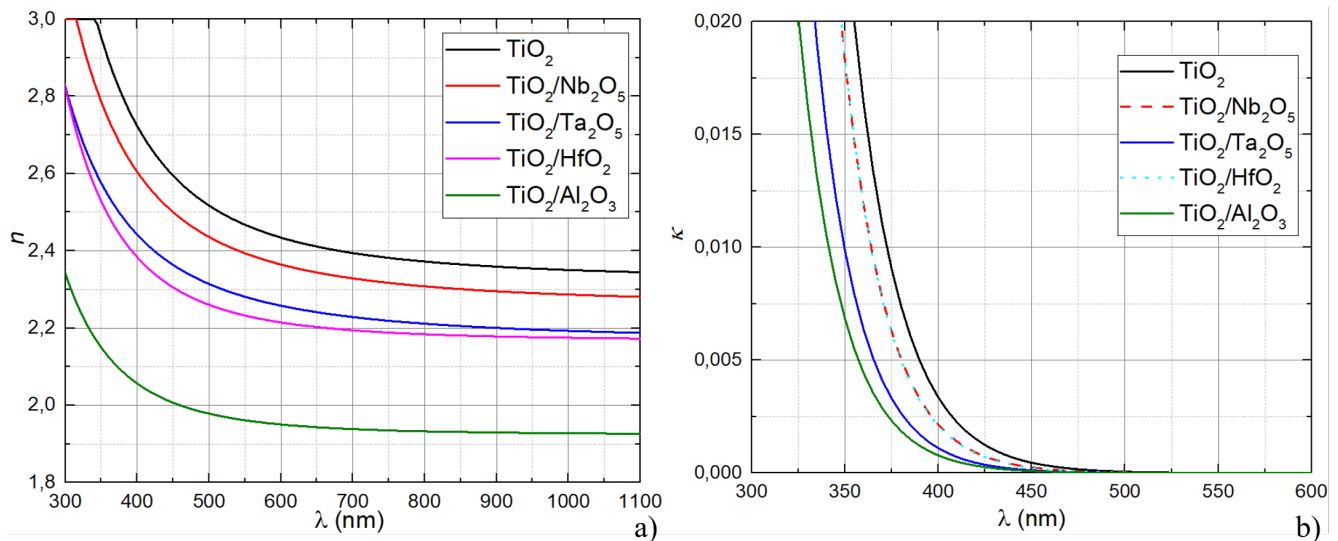
vimusi vykstant tūrinei difuzijai, taip pat faziniais virsmais ar kristalizacinės būsenos pasikeitimais, galimais medžiagos tarpatominių ryšių persitvarkymais bei sudėties pasikeitimais. Šiame darbe suformuoti bandiniai buvo kaitinami aukštose temperatūrose kol buvo pastebimi dideli tiriamų bandinio savybių pasikeitimai, tokie kaip iš esmės išaugęs paviršiaus šiurkštumas ar pakitusios optinės savybės. Maksimali kaitinimo temperatūra mišinių dangoms siekė 700 °C, titano oksido dangai - 300 °C. Kaitinimas vyko atmosferos slėgyje (ore). Kaitinimo metu temperatūra buvo keliami po vieną laipsnį per minutę, toliau sekė vienos valandos trukmės išlaikymas norimoje kaitinimo temperatūroje ir temperatūros mažinimas (aušinimas) vėlgi po vieną laipsnį per minutę iki kambario temperatūros. Toks kaitinimo režimas parenkamas tam, kad būtų galima išvengti dangos suskilimo galimybių dėl staigių temperatūros pokyčių. Šiam tikslui naudota specialiai tam pritaikyta krosnelė *SNOL13/1100*, kurios maksimali darbinė temperatūra yra 1100 °C.

3 Tyrimų rezultatai

3.1 Titano oksido bei jo mišinių su įvairiomis aukšto lūžio rodiklio medžiagomis plonų sluoksnių optiniai parametrai bei tūrinės frakcijos

Nusodinus titano oksido su skirtingomis medžiagomis, bet panašią tūrinę frakciją turinčius mišinių sluoksnius, visų pirma, buvo išmatuoti bandinių pralaidumo spektrai. Modeliuojant pralaidumo spektrus buvo nustatytos suformuotų sluoksnių optinės savybės - lūžio rodiklio (n) bei ekstinkcijos (κ) koeficiento dispersijos bei dangų storiai (d). Lūžio rodiklių bei ekstinkcijos koeficiento dispersijos pateiktos 16 paveiksle.

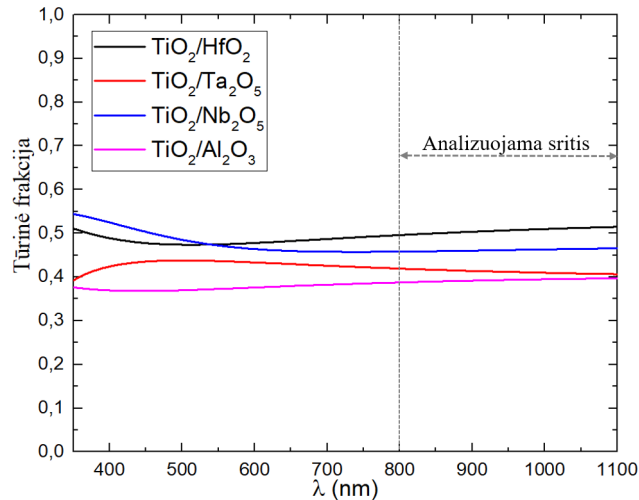
Galima matyti, jog didžiausią lūžio rodiklio vertę turi gryno titano oksido bandinys, o mišinių su kitomis medžiagomis lūžio rodiklio vertės išsidėstę žemiau. Taip pat, lyginant su mišinių sluoksniais, titano oksido danga pasižymi didesniu ekstinkcijos koeficientu. Šviesos patiriami nuostoliai titano oksido sluoksnyje pradeda reikštis prie ilgesnių bangos ilgių, o bangos ilgiui mažėjant titano oksido ekstinkcijos koeficientas didėja greičiau. Mažiausiomis lūžio rodiklio bei ekstinkcijos koeficiento vertėmis pasižymėjo titano-aluminio oksidų mišinių bandiniai. Taip yra dėlto, jog visų bandinių tūrinės frakcijos skiriasi nedaug, o aliuminio oksidas iš naudotų medžiagų mišinių formavimui pasižymėjo mažiausiomis $n(\lambda)$ bei $\kappa(\lambda)$ vertėmis.



16 pav. Suformuotų mišinių lūžio rodiklių (n) bei ekstinkcijos koeficientų (κ) dispersijos

Naudojant nustatytas mišinių bandinių lūžio rodiklio dispersijos vertes bei žinant grynų medžiagų lūžio rodiklių dispersijas, apskaičiuotos bandinių tūrinės frakcijos. Nustatytos tūrinės frakcijos turi būti konstantos, tačiau galima pastebėti, jog mūsų naudojamame modelyje tūrinės frakcijos įvertinimas priklauso nuo bangos ilgio, kuriame atliekama analizė (17 pav.). Yra žinoma, jog klasikinė efektyvių terpių teorija turi apribojimą įvertinant jonapluoščio dulkinimo technologija suformuotų dangų tūrines frakcijas artėjant prie rezonanso srities. Tai yra,

ties sugerties bei lūžio rodiklio didėjimo sritimi, kuri dažniausiai pasireiškia trumpųjų bangos ilgių spektro diapazone, tokie modeliai negali būti taikomi [11]. Ilgųjų bangos ilgių srityje ši priklausomybė nuo bangos ilgio yra maža, todėl mūsų nustatytos tūrinės frakcijos imamos iš regiono kuris mažai kinta priklausomai nuo bangos ilgio, tai yra srities tarp 800 nm ir 1100 nm (17 pav.).



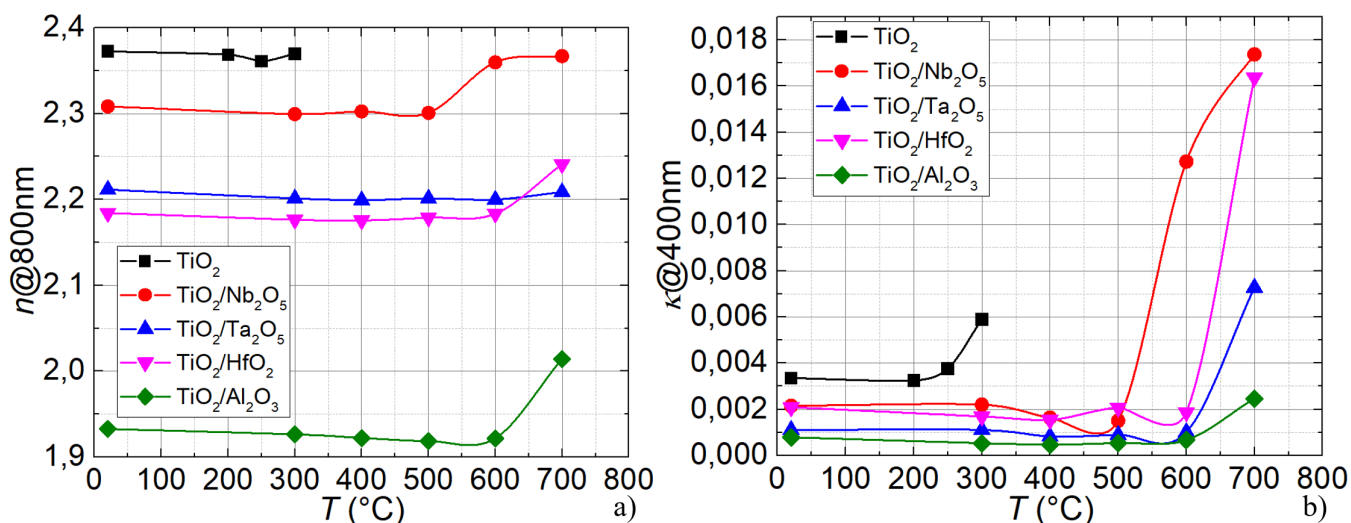
17 pav. TiO_2 tūrinių frakcijų suformuotose bandiniuose nustatymas naudojant Brugermano modelį

Galima matyti, jog bandinių tūrinės frakcijos buvo tarp 40% bei 50% titano oksido dalies bandinyje. Nors skirtingų bandinių formavimo metu šiame etape buvo palaikoma vienoda taikinio pozicija jonų pluošto atžvilgiu, bet suformuotų bandinių tūrinės frakcijos nėra visiškai vienodos. Taip yra dėl kelių priežasčių. Pagrindinė priežastis yra ta, jog skirtingų medžiagų paviršinė ryšio energija ir dulkėjimo išeiga yra skirtinga. Kitaip sakant, esant tokiai pat jonų energijai ir srovės tankiui viena medžiaga dulka greičiau, kita lėčiau. Taip pat minimalūs netikslumai gali atsirasti dėl to, jog taikiniai neįstatomi idealiai vienodai. Kai ruošiantis atlikti skirtingus eksperimentus yra keičiamos medžiagų poros, taikiniai ir jų padėtys gali šiek tiek skirtis. Reikia nepamiršti ir to, jog efektyviųjų terpių teorija skirta tik paprastam ir greitam tūrinės frakcijos įvertinimui ir nėra labai tiksli. Visgi, šio tyrimo ribose, tokie netikslumai nėra labai svarbūs. Nustatytos titano oksido tūrinės frakcijos bandiniuose skiriasi nedaug, todėl šiame etape suformuotus oksidų mišinius galime nagrinėti kaip iš esmės turinčius vienodas tūrinės frakcijas. Šiuo atveju pagrindinius skirtumus tarp bandinių lemia skirtingos mišinio medžiagos.

3.2 Atkaitinimo poveikis titano oksido bei jo mišinių su įvairiomis aukšto lūžio rodiklio medžiagomis sluoksnių optinėms bei mikrostruktūrinėms savybėms

Kaip jau buvo minėta, tirti bandiniai buvo atkaitinti įvairiose temperatūrose ir buvo įvertinta, kokį tai turi poveikį nusodintų bandinių optinėms ir mikromechaninėms savybėms.

Nustatytas atkaitinimo poveikis suformuotų mišinių lūžio rodikliams bei ekstinkcijos koeficientams (18 pav.). Galima matyti, jog po atkaitinimo esant mažesnėms temperatūroms visų



18 pav. Bandinių lūžio rodiklio 800 nm bangos ilgiui (a) bei ekstinkcijos koeficiento 400 nm bangos ilgiui (b) priklausomybė nuo temperatūros bei bandinio medžiagų

bandinių lūžio rodikliai nesikeičia arba šiek tiek sumažėja, o kai temperatūra pasiekia tam tikrą dydį (priklausomai nuo bandinio, $T=600-700$ °C), lūžio rodikliai pastebimai padidėja. Nagrinėjant ekstinkcijos koeficiento, kuris tiesiogiai susijęs su dangoje patiriamais optinės spinduliuotės nuostoliais, kitimus, matoma, jog kaitinimo temperatūroms esant $T \leq 250$ °C bandinio su gryno titano oksido sluoksniu ekstinkcijos koeficientas pakinta nežymiai, o kaitinimo temperatūrai pasiekus 300 °C vertę, šio bandinio ekstinkcijos koeficientas pastebimai išauga. Nustatyti nusodintų mišinių bandinių ekstinkcijos koeficientai yra mažesni nei gryno TiO_2 plono sluoksnio dangos. Taip pat pastebima, jog didėjant kaitinimo temperatūrai, mišinių ekstinkcijos koeficientai iš pradžių mažėja arba iš esmės nekinta, o, priklausomai nuo bandinio medžiagų, temperatūroms pasiekus tam tikras vertes pastebimai padidėja (TiO_2/Nb_2O_5 bandiniui ši temperatūra yra apie 600 °C, TiO_2/Ta_2O_5 , TiO_2/HfO_2 bei TiO_2/Al_2O_3 bandiniams - 700 °C).

Taip pat buvo įvertintas suformuotų sluoksnių fizinio storio kitimas, priklausomai nuo temperatūros (3 lentelė). Prisiminus, jog optiniais metodais nustatytos dangos storio paklaida pasirinkus tinkamą metodą siekia apie 0,5% vertę [41–43], galima matyti, jog visiems bandiniams nustatytas sluoksnio storis po kaitinimo visų pirma pakinta nežymiai arba šiek tiek padidėja. Priklausomai nuo bandinio, toks dangos storio pasikeitimas siekia iki daugmaž vieno

procento kai kaitinimo temperatūra yra 300 °C. Taip pat galima pastebėti, jog pasiekus tam tikrą temperatūrą (600-700 °C), visų bandinių dangos fizinis storis tampa mažesnis už prieš tai buvusį. Kai kuriems bandiniams šis sumažėjimas yra žymus ir atkaitintas sluoksnis tampa plonesnis už ką tik nusodintą sluoksnį.

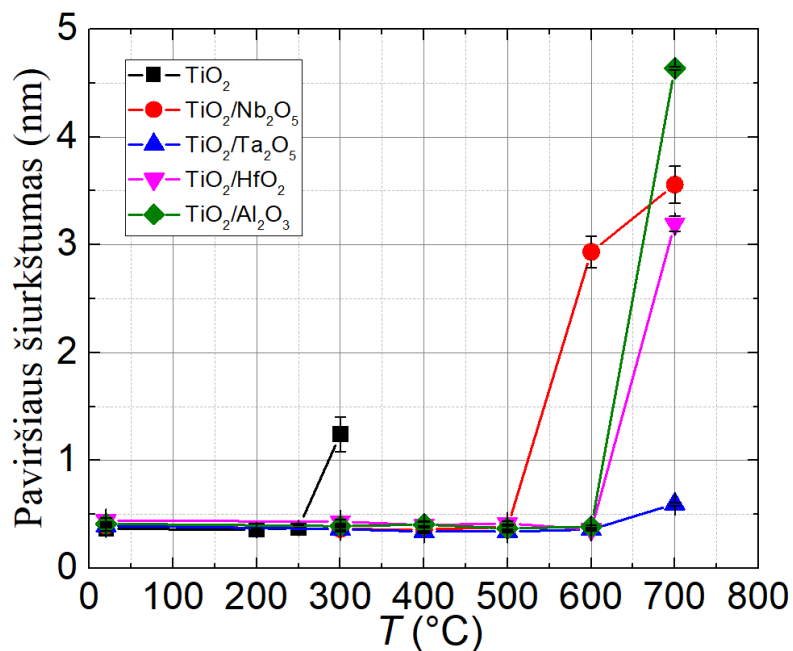
3 lentelė. Suformuotų bandinių dangos storio kitimai kaitinimo metu

Bandinys	d_{RT} (nm)	d_{T300}/d_{RT} (%)	d_{T400}/d_{RT} (%)	d_{T500}/d_{RT} (%)	d_{T600}/d_{RT} (%)	d_{T700}/d_{RT} (%)
<i>TiO₂</i>	233,0	0,6	-	-	-	-
<i>TiO₂/Nb₂O₅</i>	240,9	0,9	0,8	0,9	-3,7	-3,9
<i>TiO₂/Ta₂O₅</i>	251,4	1,2	1,0	0,9	0,8	0,8
<i>TiO₂/HfO₂</i>	255,6	0,7	0,5	0,2	-0,5	-1,1
<i>TiO₂/Al₂O₃</i>	296,8	1,0	1,5	1,2	0,2	-8,7

čia d_{RT} - suformuoto bandinio fizinis dangos storis, d_{T300}/d_{RT} - dangos storio procentinis pokytis po kaitinimo 300 °C, d_{T400}/d_{RT} - 400 °C, d_{T500}/d_{RT} - 500 °C, d_{T600}/d_{RT} - 600 °C, d_{T700}/d_{RT} - 700 °C temperatūrose

Nustatytas bandinių lūžio rodiklio bei ekstinkcijos koeficiento nežymus sumažėjimas kaitinimo metu gali būti paaiškintas šio proceso metu galėjusia vykti tūrine difuzija, dėl kurios nevisiškai oksidavęsi dangose buvę metalų atomai oksidavosi [17, 19, 20]. Tai, taip pat paaiškina ir dangos storio pradinį padidėjimą - dėl vykusių oksidacijos atsiranda padidėjusių tarpų tarp atomų, dangoje kaitinimo metu gali atsirasti ertmių bei porų [58]. Pastebimas bandinių ekstinkcijos koeficiento ir lūžio rodiklio padidėjimas bei dangų storio sumažėjimas padidinus bandinių kaitinimo temperatūras iki 600-700 °C bus paaiškinti išnagrinėjus paviršiaus šiurkštumo kitimus priklausomai nuo temperatūros.

Toliau buvo atlikti suformuotų sluoksnių mikromechaninių charakteristikų matavimai ir įvertinimas, jas dabar ir aptarsime. Pirmiausia, naudojant atominių jėgų mikroskopą, buvo atliktas bandinių paviršiaus šiurkštumo įvertinimas (19 pav.). Galima teigti, jog išmatuotos nusodintų plonų plėvelių paviršiaus šiurkštumo vertės atkartoja naudotų optinių padėklų, ant kurių buvo dengiami eksperimentiniai sluoksniai, paviršiaus netolygumus. Suformuotų bandinių paviršiaus šiurkštumo vertės siekė apie 0,3-0,5 nm vertes. Po atkaitinimo aukštesėse temperatūrose, matoma, jog esant mažesnėms kaitinimo temperatūroms bandinių paviršiaus šiurkštumo vertė nepriklauso nuo temperatūros ar nežymiai sumažėja, kas gali būti paaiškinama kaitinimo metu galėjusia vykti tam tikra paviršine dalelių difuzija. Kaitinimo temperatūrai pakilus iki tam tikros vertės (titano oksido atveju 300 °C, titano-niobio oksidų mišinio atveju 600 °C, kitų mišinių atveju 700 °C) pastebimas akivaizdus paviršiaus šiurkštumo padidėjimas. Tai gali būti paaiškinama tam tikrais faziniais pasikeitimais, tokiais kaip amorfinės būsenos pokyčiai į kristalinę ar polikristalinę formą, galimai pakitusia dangos stechiometrija, medžiagos dalelių persiorientavimu [22, 25, 29, 30, 50]. Atominių jėgų mikroskopu įvertintos paviršiaus nuotraukos



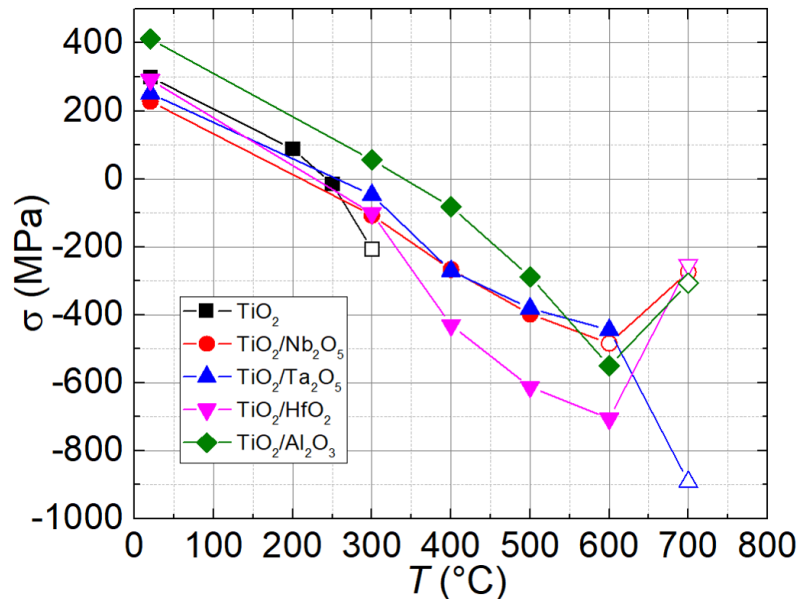
19 pav. Bandinių paviršiaus šiurkštumo priklausomybė nuo temperatūros bei bandinio medžiagų

rodo skirtingų mikrostruktūrų susidarymą skirtingiems bandiniams (11 pav.). Titano oksido bandinio paviršiuje po kaitinimo 300 °C temperatūroje matomas taškinių įdubų atsiradimas (11 c) pav.). Atlikus titano oksido mišinių su aliuminio oksidu bei hafnio oksidu kaitinimą 700 °C temperatūroje, bei mišinio su niobio oksidu kaitinimą 600 °C temperatūroje, matomi tam tikrų išreikštų gan taisyklingų formų netvarkingai išsidėstę dariniai, kuriuos vienas nuo kito skiria šiek tiek iškilusi medžiagos dalis ((11 b), d), f) pav.). Titano-tantalo oksidų mišinio atveju matyti, jog paviršiaus šiurkštumas bei jo morfologija po kaitinimo 700 °C temperatūroje pakinta mažiausiai iš visų bandinių (11 e) bei 19 pav.).

Aptarti nustatyti paviršiniai pokyčiai, vykę auštoje kaitinimo temperatūroje, paaiškina mi-nėtas bandinių optinių savybių pokyčių tendencijas. Mikrostruktūrinės formos matomos pavir-šiuje gali lemti padidėjusius sklaidos nuostolius, kas paaiškina ekstinkcijos koeficiento padidėji-mą. Yra žinoma, jog titano oksido amorfiniai sluoksniai turi žymiai mažesnę tankį nei jo dangos pasižyminties kristaline būseną [22]. Taigi, medžiagos dalelių persiorientavimas ir sluoksnio kristalinės būsenos pokyčiai gali paaiškinti lūžio rodiklio padidėjimą bei dangos storio sumažė-jimą po kaitinimo iki atitinkamos temperatūros. Šis pokytis gali būti susiejamas su pakitusios mikrostruktūros tankio pokyčiais. Taip pat, galimai pakitus vidiniam medžiagos dalelių išsidės-tymui, gali pakisti dalelių virpėjimo savasis dažnis, dėl ko pakinta medžiagos rezonanso sritis, o kartu ir medžiagos lūžio rodiklis bei ekstinkcijos koeficientas.

Galiausiai, išmatavus suformuotų bandinių išsilenkimus prieš dangos dengimą, uždengus dangas bei po atliktų kaitinimų, nustatyti bandinių mechaninių įtempimų dydžiai (20 pav.). Galima matyti, jog visų bandinių tik nusodinti sluoksniai pasižymi gniuždymo įtempiais. Tai

paaškinama, dėl didelės nusėdančių dalelių energijos, dangos dengimo metu vykstančiu medžiagos sutankinimu [3,37]. Priklausomai nuo bandinio įtempių vertė yra tarp 220 ir 410 MPa. Po kaitinimo iki 300 °C temperatūros įtempiai sumažėja. Didinant kaitinimo temperatūrą vi-



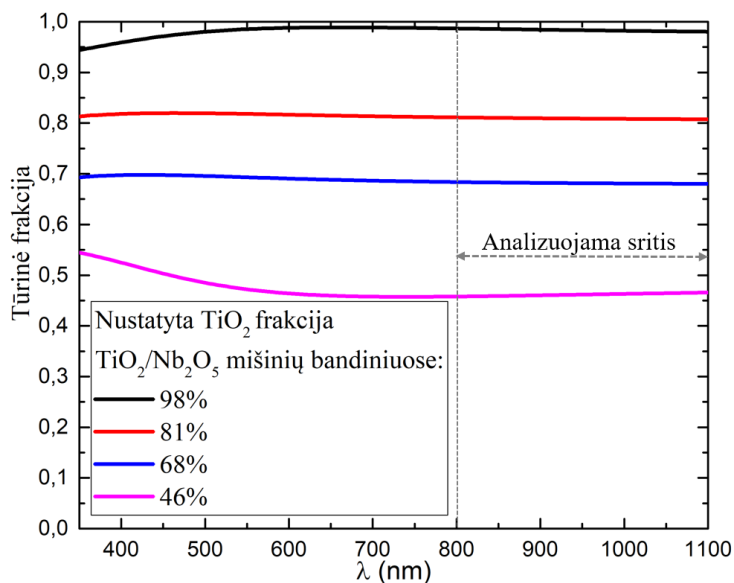
20 pav. Bandinių įtempių priklausomybės nuo temperatūros bei bandinio medžiagų. Neužpildyti taškai atitinka bandinių kaitinimo temperatūras, kai įvyksta faziniai pasikeitimai

sų bandinių įtempiai keičiasi iš gniuždymo į tempiamuosius ir savo modulių pradeda didėti. Šie, po atkaitinimo atsiradę, sluoksnių įtempių pokyčiai gali būti nulemti terminių įtempių, dėl skirtumo tarp optinio padėklo ir plėvelės terminių plėtimosi koeficientų, bei pasikeitusių vidinių įtempių, dėl aukštoje temperatūroje vykstančio dangos dalelių išsidėstymo pokyčių. Skirtumai tarp bandinių atsiranda dėl skirtingų maišomų bei suformuotų medžiagų temperatūrinių plėtimosi koeficientų bei galimų struktūrinių skirtumų tarp nusodintų mišinių. Kaitinimo metu skirtinga dangų medžiagos sudėtis gali lemti skirtingą medžiagos dalelių persitvarkymą. Taip pat, galima pastebėti, jog vykstant aptartam faziniam pasikeitimui titano oksido mišinių su niobio, hafnio bei aliuminio oksidais bandinių tempiamieji įtempiai prieš tai absoliutine verte didėję nuo kaitinimo temperatūros, pradeda mažėti. Galima manyti, jog pakitusi sluoksnių fazinė būseną lemia pasikeitusius vidinius dangos įtempius ar pasikeitusį plėvelės terminį plėtimosi koeficientą dėl ko pakinta terminių įtempių dedamoji dalis. Po nusodintų bandinių atkaitinimo aukštos temperatūrose (iki kol įvyksta faziniai pasikeitimai), panašias tūrines frakcijas turinčių mišinių pasiekiamos tempiamųjų įtempimų vertės savo modulių gali siekti 400-700 MPa vertes. Tokie aukštos optinės kokybės sluoksniai galėtų būti naudojami daugiasluoksnėse optinių dangų struktūrose, kur svarbu kompensuoti tiek aukšto, tiek žemo lūžio rodiklio medžiagų sluoksnių komponentų lemiamą įtempimo vertę.

3.3 Titano-niobio oksidų mišinių sluoksnių su skirtingomis tūrinėmis frakcijomis optinės bei mikrostruktūrinės savybės

Atlikus bandinių, turinčių skirtingus komponentus, bet panašią titano oksido frakciją juose, tyrimus, buvo nuspręsta atlikti sekančią tyrimų seriją, skirtą įvertinti bandinio tūrinės frakcijos įtaką jo savybėms. Taigi, buvo atliekami eksperimentai, kai naudojama viena dviejų medžiagų pora, o mišiniai turi skirtingas tūrinės frakcijas.

Iš ištirtų eksperimentinių sluoksnių su skirtingomis medžiagomis buvo pasirinkta titano-niobio oksidų mišinio bandinių pora. Ši medžiagų pora pasirinkta dėl didžiausio mišinio bandinio lūžio rodiklio esant vienodai tūrinei frakcijai. Nors šių medžiagų poros fazinis pasikeitimas pastebėtas prie kiek mažesnės temperatūros nei kitų bandinių atveju, tačiau iki fazinio virsmo pasiekama -400 MPa tempiamųjų įtempimų vertė esant 500 °C kaitinimo temperatūrai būtų pakankama siekiant kompensuoti daugiasklaidės dangos įtempimus. Taigi, buvo suformuoti nauji eksperimentiniai sluoksniai turintys skirtingą titano oksido frakciją TiO_2/Nb_2O_5 mišinių bandiniuose (21 pav.). Formuojant šiuos bandinius buvo siekta išgauti didesnę už prieš tai

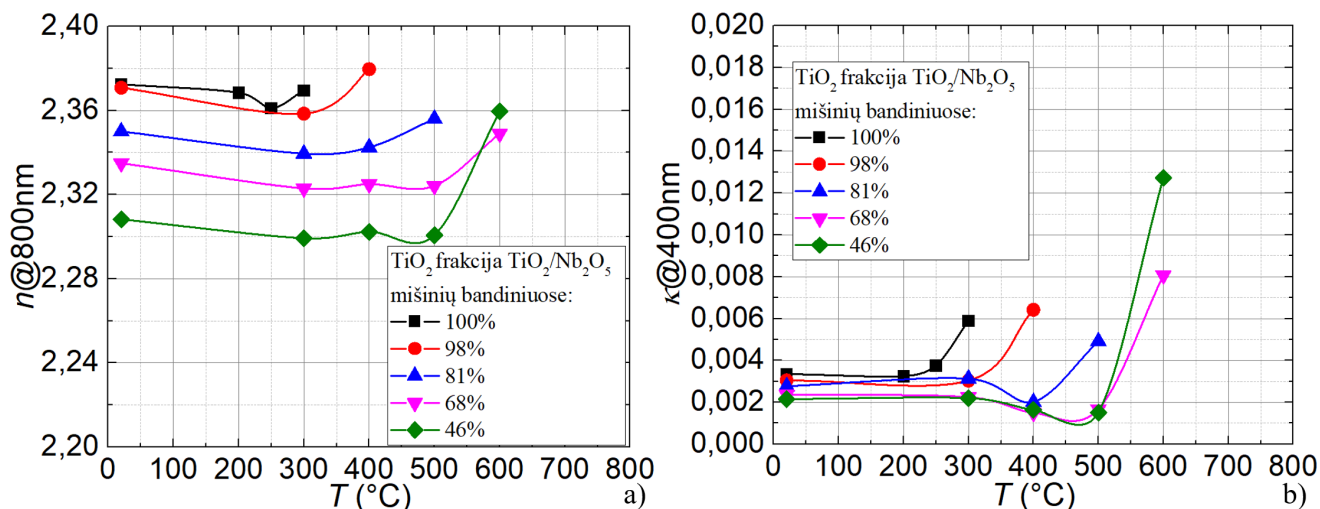


21 pav. Titano-niobio oksidų mišinių bandinių tūrinės frakcijos nustatytos naudojant Brugermano modelį

suformuotų bandinių lūžio rodiklį, todėl buvo formuojami tik didesnę titano oksido frakciją turintys bandinių mišiniai.

Nagrinėjant nusodintų sluoksnių optines savybes matoma, jog nusodintų ir nekaitintų mišinių ekstinkcijos koeficiento vertė išsidėsto tokia pat tvarka kaip ir bandinio lūžio rodiklis (22 pav.), tai yra didėjant niobio oksido tūrinei frakcijai bandinyje mažėja lūžio rodiklis ir optiniai nuostoliai.

Toliau buvo įvertintas atkaitinimo aukštose temperatūrose poveikis eksperimentiniams sluoksniams. Analizuojant n bei κ kitimus priklausomai nuo kaitinimo temperatūros, matoma ana-



22 pav. Titano-niobio oksidų mišinių bandinių lūžio rodiklio 800 nm bangos ilgiui (a) bei ekstinkcijos koeficiento 400 nm bangos ilgiui (b) priklausomybė nuo temperatūros bei bandinių tūrinės frakcijos

logiška stebėti praeitoje eksperimentų serijoje tendencija. Priklausomai nuo dangų kaitinimo temperatūros, visų pirma bandinių realioji ir menamoji kompleksinio lūžio rodiklio dalys nekin-ta arba mažėja, pasiekus tam tikrą temperatūrą - pastebimai išauga (22 pav.). Visgi, šiuo atveju reikia atkreipti dėmesį, jog temperatūra prie kurios vyksta lūžio rodiklio bei ekstinkcijos koefi-ciento padidėjimas priklauso nuo bandinio tūrinės frakcijos. Kai TiO_2 tūrinė frakcija bandinyje yra mažesnė, n bei κ ženklus padidėjimas matomas esant didesnei kaitinimo temperatūrai.

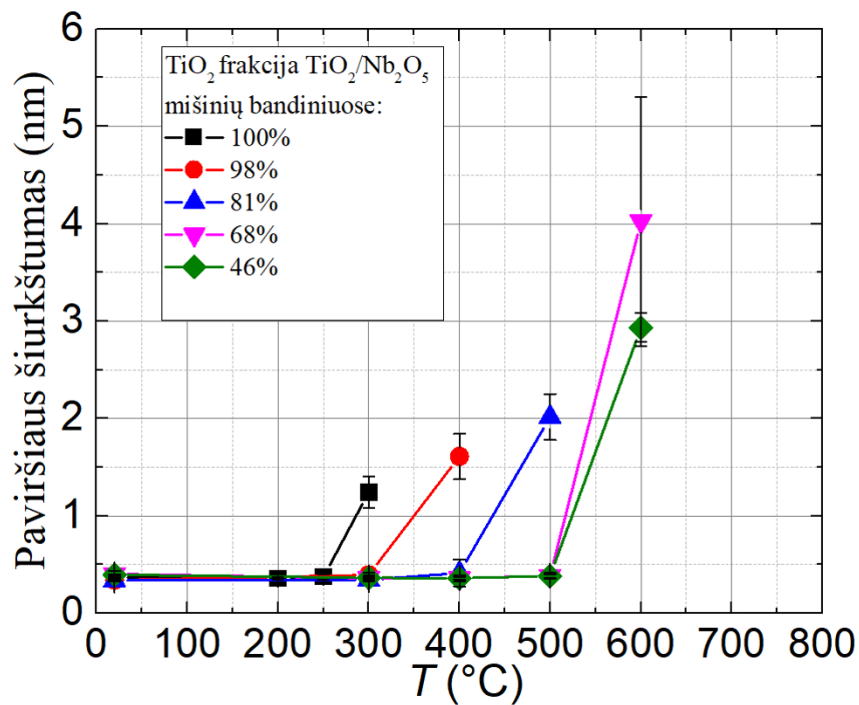
Taip pat, buvo įvertintas fizinio suformuotų sluoksnių storio kitimas, priklausomai nuo bandinio kaitinimo temperatūros (4 lentelė). Matoma analogiška aptartai dangos storio kitimo tendencija - esant mažesnėms temperatūroms sluoksnio storis nežymiai padidėja, o pasiekus tam tikrą temperatūrą dangos storis pradeda mažėti. Kaitinimo temperatūra, kuriai esant matomas sluoksnio fizinio storio sumažėjimas, priklauso nuo bandinio tūrinės frakcijos.

4 lentelė. TiO_2/Nb_2O_5 mišinių bandinių dangos storio kitimai kaitinimo metu esant skirtingoms bandinio tūrinėms frakcijoms

TiO_2 frakcija bandinyje (%)	d_{RT} (nm)	d_{T300}/d_{RT} (%)	d_{T400}/d_{RT} (%)	d_{T500}/d_{RT} (%)	d_{T600}/d_{RT} (%)
100	233,0	0,6	-	-	-
98	236,6	1,4	0,7	-	-
81	239,0	1,2	0,8	0,6	-
68	240,5	1,7	1,2	1,0	-1,2
46	240,9	0,9	0,8	0,9	-3,7

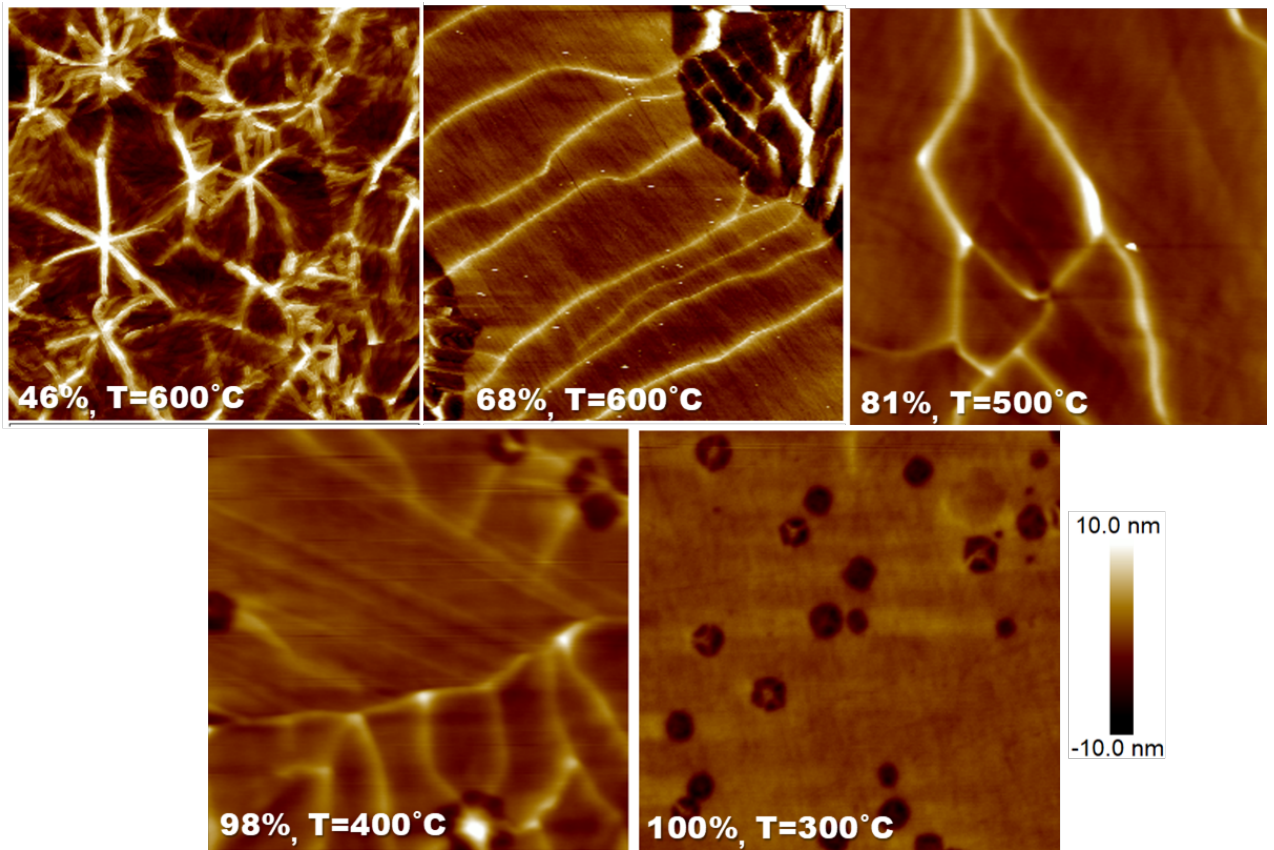
čia d_{RT} - suformuoto bandinio fizinis dangos storis, d_{T300}/d_{RT} - dangos storio procentinis pokytis po kaitinimo 300 °C, d_{T400}/d_{RT} - 400 °C, d_{T500}/d_{RT} - 500 °C, d_{T600}/d_{RT} - 600 °C temperatūrose

Toliau buvo atlikti nusodintų plėvelių mikromechaninių charakteristikų matavimai ir įvertinimas. Analizuojant dangų paviršiaus morfologiją galima teigti, jog tik nusodinto mišinio sluoksnio paviršiaus šiurkštumo vertės atkartoja naudotų optinių padėklų, ant kurių buvo dengiami eksperimentiniai sluoksniai, paviršių (23 pav.). Analizuojant bandinių paviršiaus šiurkštumo vertės evoliuciją po atkaitinimo, pastebimos panašios į ankstesnes tendencijos. Kai kaitinimo temperatūros santykinai mažos paviršiaus šiurkštumo vertė nepriklauso nuo kaitinimo temperatūros arba nežymiai sumažėja. Kaitinimo temperatūrai pakilus matomas akivaizdus paviršiaus šiurkštumo išaugimas (23 pav.). Šis padidėjimas gali būti paaiškintas faziniais pasikeitimais, tokiais kaip amorfinės būsenos pokyčiai į kristalinę ar polikristalinę formą [22,25,29,30,50]. Reikia atkreipti dėmesį, jog vyksmo temperatūra akivaizdžiai priklauso nuo bandinio tūrinės frakcijos. Esant didesnei titano oksido tūrinei frakcijai mišinyje kaitinimo temperatūra, prie kurios vyksta fazinis pasikeitimas, yra mažesnė. Atominių jėgų mikroskopu įvertintų paviršių



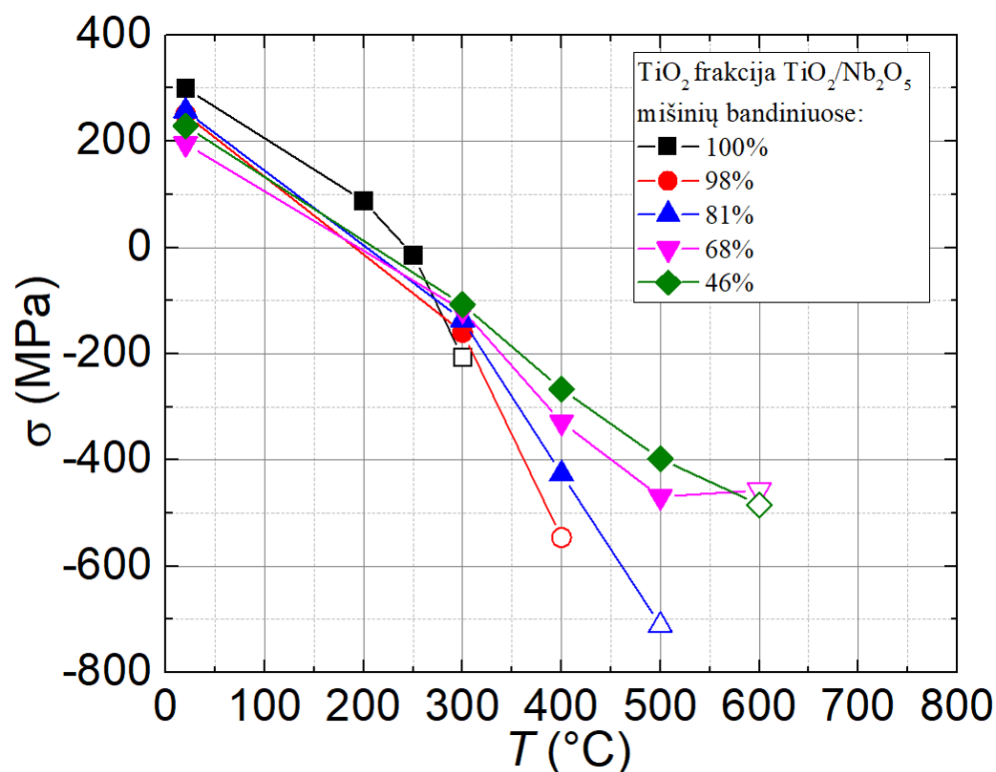
23 pav. Titano-niobio oksidų mišinių bandinių paviršiaus šiurkštumo priklausomybė nuo temperatūros bei bandinio tūrinės frakcijos

nuotraukose (24 pav.) matoma, jog įmaišius vos 2% niobio oksido į titano oksido bandinį po fazinio virsmo suformuojama kitokia nei gryno titano oksido bandinio paviršiaus struktūra, tačiau vis dar matomas gryno titano oksido bandinyje pastebimų taškinių įdubų atsiradimas. Padidinus mišinio niobio oksido tūrinę frakciją iki 19%, po fazinio virsmo suformuojama paviršiaus struktūra neturi panašumų į po fazinio virsmo stebimą gryno titano oksido bandinio struktūrą (24 pav.). Didėjant niobio oksido frakcijai bandinyje, matoma, jog po fazinio pasikeitimo atsirandantys tam tikrų išreikštų gan taisyklingų formų netvarkingai išsidėstę dariniai savo matmenimis mažėja, o jų išsidėstymo tankumas struktūroje didėja (24 pav.).



24 pav. Atominių jėgų mikroskopu išmatuotos paviršių nuotraukos TiO_2/Nb_2O_5 mišinių bandiniams. Procentais pažymėta TiO_2 frakcija bandinyje. Analizuojamos srities dydis $20 \mu m * 20 \mu m$, visų nuotraukų spalvinė aukščio skalė sutampa

Galiausiai buvo įvertinti nusodintų skirtingas tūrinės frakcijas turinčių mišinių sluoksnių mechaninių įtempimų dydžiai bei jų kitimas priklausomai nuo naudojamos temperatūros ir bandinio tūrinės frakcijos (25 pav.). Šiuo atveju tik nusodintų mišinių sluoksnių gniuždomieji įtempiai turi 200-250 MPa vertes ir yra mažesni už gryno titano oksido sluoksnio 300 MPa dydžio įtempius. Taip pat pastebima, jog kaitinimo metu naudojant tik 300 °C temperatūrą, gniuždomieji įtempiai pasikeičia į tempiamuosius, o jų vertės priklauso nuo bandinio komponentų santykio. Matoma, jog naudojant 300-600 °C temperatūras tempiamieji įtempiai sluoksnyje savo modulių yra tuo didesni, kuo didesnė mišinio titano oksido frakcija. Galima manyti, jog skirtinga tūrinė frakcija bandinyje gali lemti kiek skirtingą medžiagos dalelių persitvarkymą kaitinimo metu, o tai lemia pastebimus skirtumas tarp bandinių. Bandinių fazinį pasikeitimą atitinka paskutinis kiekvienos skirtingą tūrinę frakciją atitinkančios kreivės taškas aukštoje temperatūroje (25 pav.). Taigi, galima matyti, jog po suformuotų skirtingas tūrinės frakcijas turinčių bandinių kaitinimo 400-500 °C temperatūrose (iki kol įvyksta faziniai pasikeitimai) pasiekiamos tempiamųjų įtempimų vertės savo modulių gali siekti 400-470 MPa vertę mišiniams, kurių titano oksido kiekis mišiniuose siekia 46-81%. Mišinio bandiniui turėjusiam 98% TiO_2 tūrinę frakciją tempiamųjų įtempimų modulio vertė, po kaitinimo 300 °C temperatūroje, siekia 160



25 pav. Titano-niobio oksidų mišinių bandinių įtempių priklausomybės nuo temperatūros bei bandinio tūrinės frakcijos. Neužpildyti taškai atitinka bandinių kaitinimo temperatūras, kai įvyksta faziniai pasikeitimai

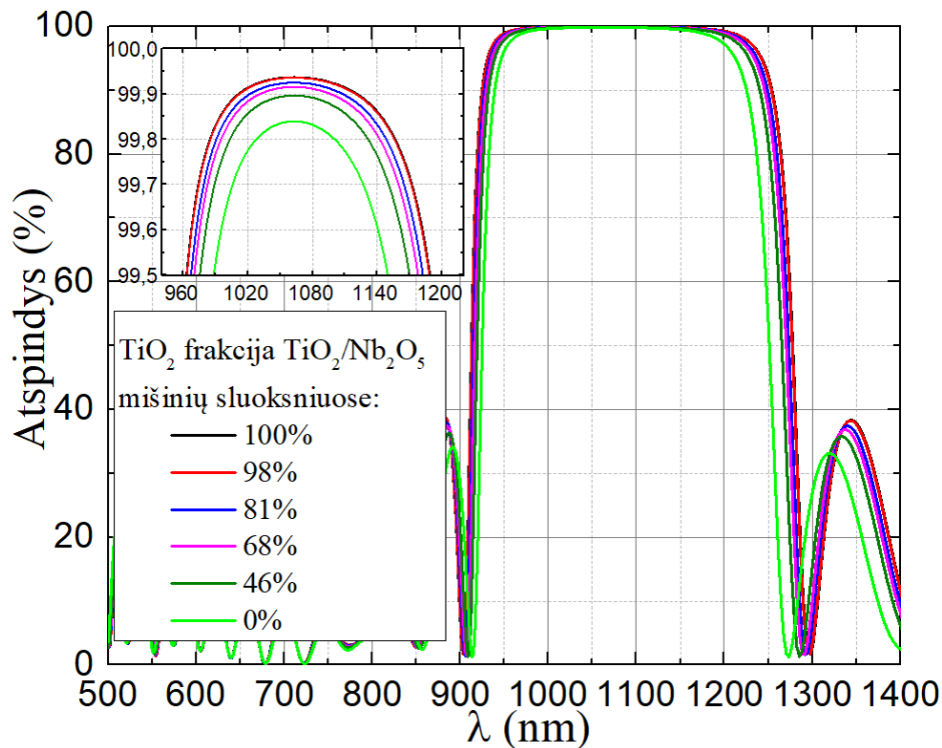
MPa. Tokie mišinių sluoksniai bei atitinkami kaitinimo režimai gali būti pritaikomi daugiasluoksnės dangos formavimui, kur svarbu kompensuoti žemo lūžio rodiklio medžiagos sluoksnių lemiamus gniuždymo įtempius, kartu išlaikant didelį lūžio rodiklio kontrastą tarp aukšto ir žemo lūžio rodiklio medžiagų sluoksnių.

3.4 Titano-niobio oksidų mišinių taikymo kompensuotų įtempių daugiasluoksnių dangų gamybai teorinis įvertinimas

Atlikus titano oksido mišinių bandinių tyrimus priklausomai nuo mišinio medžiagų bei tūrinės frakcijos padaryta išvada, jog šie mišiniai gali sėkmingai pakeisti gryno titano oksido medžiagą daugiasluoksnėje struktūroje neprarandant lūžio rodiklio kontrasto tarp aukšto ir žemo lūžio rodiklio medžiagų ir kaitinimo būdu kompensuojant mechaninius daugiasluoksnės konstrukcijos įtempius. Panaudojus rezultatus, buvo atliktas daugiasluoksnės struktūros su kompensuotais įtempiais modeliavimas. Pagrindinis tikslas - identifikuoti dangos sluoksnių konstrukcijas naudojant skirtingas mišinių medžiagas, siekiant suformuoti aukšto atspindžio veidrodį ($R \geq 99,9\%$) skirtą 1064 nm bangos ilgio lazerio spinduliutei. Silicio oksidas (SiO_2) buvo naudotas kaip žemo lūžio rodiklio medžiaga. Skaičiavimų metu panaudotos silicio oksido kompleksinio lūžio rodiklio dispersija bei įtempių nuo temperatūros priklausomybės, paimtos iš

anksčiau laboratorijoje atliktų darbų [7] (10 pav.).

Atliekant dangos modeliavimą buvo nuspręsta visoms dangoms naudoti vienodą sluoksnių konstrukciją, tai yra visų dangų sluoksnių skaičius bei optinis storis buvo vienodi. Visuose sumodeliuotuose dangų dizainuose bendras silicio oksidą atitinkančių sluoksnių fizinis storis buvo vienodas ir lygus 1802 nm. Suskaičiuotų dangų konstrukcijose skyrėsi tik aukšto lūžio rodiklio medžiagos sluoksnius atitinkančių titano-niobio oksidų mišinio sudėtis bei šių sluoksnių fiziniai storiai. Aukšto lūžio rodiklį atitinkančių sluoksnių bendras storis priklausomai nuo medžiagos siekė nuo 1020 nm gryno titano oksido bandiniui iki 1074 nm gryno niobio oksido bandiniui fizinius storius. Teorinė dangos konstrukcija buvo sudaryta iš 1064 nm ketvirčio ban-



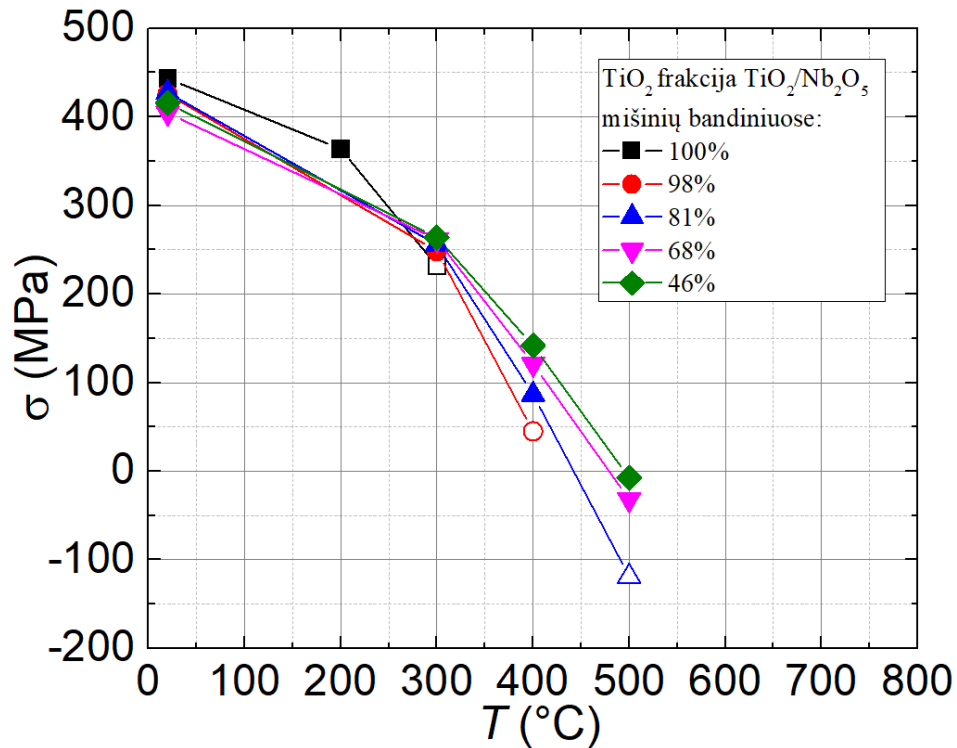
26 pav. Teoriniai aukšto atspindžio veidrodžių, skirtų 1064 nm bangos ilgio lazerio spinduliutei, spektrai, kai aukšto lūžio rodiklio sluoksniams dangoje naudojami skirtingas tūrines frakcijas turintys TiO_2/Nb_2O_5 mišiniai

gos ilgio optinio storio pakaitomis einančių aukšto-žemo lūžio rodiklių medžiagų sluoksnių 9 porų ir vieno papildomo silicio oksido sluoksniu. Sutrumpintai toks dizainas aprašomas tokiu būdu: $(HL)^9L$, kur H atitinka aukšto lūžio rodiklio medžiagos ketvirčio bangos ilgio optinio storio sluoksnį, L - žemo lūžio rodiklio medžiagos ketvirčio bangos ilgio optinio storio sluoksnį. Teoriškai suskaičiuoti tokį sluoksnių išsidėstymą atitinkančių veidrodžių atspindžio spektrai pateikti 26 paveiksle. Apskaičiuota veidrodžio atspindžio vertė yra tuo didesnė, kuo didesnis titano oksido kiekis aukšto lūžio rodiklio medžiagos sluoksnyje. Dangos su gryno niobio oksido sluoksniais teorinė atspindžio vertė nesiekia mūsų užsibrėžto $R \geq 99,9\%$ tikslo. Atspindžiui padidinti reikėtų naudoti papildomas aukšto-žemo lūžio rodiklių sluoksnių poras. Visgi tai nė-

ra naudinga - papildomos sluoksnių poros reikalauja papildomo dangos nusodinimo laiko, tai ekonomiškai neefektyvu. Galutinė danga būtų storesnė, dėl padidėjusio bendro dangos storio optinio komponento išsigaubimas taip pat padidėtų, net jeigu danga pasižymėtų tokiais pat įtempiais. Taip pat, veidrodžio su mažesniu lūžio rodiklių kontrastu tarp dengiamų sluoksnių efektyviai atspindima sritis yra siauresnė. Norint įvertinti suformuotų mišinių tinkamumą didelį atspindį ypač plačiame spektriniame diapazone turinčioms optinėms dangoms, buvo įvertintas veidrodžių plotis 99% atspindžio lygyje. Aukšto lūžio rodiklio sluoksniams naudojant titano oksido sluoksnius įvertintas veidrodžio spektrinis plotis siekia 330 nm, didėjant niobio oksido frakcijai aukšto lūžio rodiklio sluoksnių medžiagoje veidrodžio plotis mažėja, o sluoksniams naudojant gryno niobio oksido medžiagą įvertintas veidrodžio plotis yra mažesnis daugiau nei 10%, skirtumas tarp šių veidrodžių plokčių 99% atspindžio lygyje yra 42 nm.

Galiausiai žinant, jog jonaplauščio dulkinimo būdu suformuotų dangų sandūrų įtempiai paprastai yra maži, o dengiami sluoksniai nedaro įtakos vienas kito formavimuisi [7] bendriems daugiasluoksnės dangos įtempiams apskaičiuoti buvo panaudota 12 formulė. Apskaičiuotos didelio atspindžio veidrodžių dangų įtempių priklausomybės nuo kaitinimo temperatūros pateiktos 27 paveiksle. Matoma, jog tik nusodinus dangas visos jos patiria iš esmės vienodus įtempimus, jų vertė yra tarp 400-440 MPa. Po atkaitinimo temperatūrose iki kol pasireiškia fazinis virsmas daugiasluoksnės dangos su gryno titano oksido sluoksniais įtempiai nėra kompensuojami. Jų vertė naudojant 300 °C kaitinimo temperatūrą (kai jau pasireiškia faziniai pasikeitimai lemiantys išaugusius nuostolius) vis dar siekia 250 MPa. Aukšto lūžio rodiklio sluoksniams naudojant 98% titano oksido tūrinės frakcijos medžiagą teoriškai suskaičiuota įtempių priklausomybė iki įvykstant faziniams pasikeitimams nepasiekia nulinės vertės - jie nėra kompensuojami. Įvykus faziniam pasikeitimui šiuo atveju įtempių vertė dar siekia 50 MPa. Tuo tarpu, 68% bei 46% titano oksido frakciją turintys sluoksniai gali būti sėkmingai taikomi gaminti aukštos optinės kokybės daugiasluoksnei konstrukcijai su kompensuotais įtempiais. 81% titano oksido frakciją turintys sluoksniai taip pat galėtų būti naudojami įtempiams kompensuoti, kai naudojama daugmaž 440 °C kaitinimo temperatūra. Visgi, kol kas nėra žinoma ar prie tokios kaitinimo temperatūros šiam bandiniui nepradės reikštis faziniai virsmai, dėl kurių išaugtų bendri veidrodžio nuostoliai. Naudojant eksperimentais įvertintą maksimalią kaitinimo temperatūrą, kai faziniai virsmai dar nebuvo stebėti, veidrodžio įtempių vertė dar sieks 100 MPa dydį.

Apibendrinant galima pasakyti, jog norint suformuoti minimaliais įtempiais, didelėmis atspindžio vertėmis bei platų spektrinį diapazoną atspindinčius veidrodžius, kurie turėtų minimalių sluoksnių skaičių ir mažiausią fizinį storį, siūloma titano oksido sluoksnius pakeisti titano su niobio oksidų mišinių sluoksniais. Geriausioms savybėms gauti rekomenduojama titano-niobio oksidų mišinio tūrinė frakcija yra 70-80% TiO_2 sluoksnyje, po to reikia atlikti kaitinimą 450-500 °C temperatūroje. Palyginus tokių veidrodžių optines charakteristikas su veidrodžių, turinčių gryno titano oksido sluoksnius teorinė atspindžio 1064 nm bangos ilgiui vertė iš esmės nesiski-



27 pav. Teoriškai apskaičiuota aukšto atspindžio veidrodžių, skirtų 1064 nm bangos ilgio lazerio spinduliutei, įtempių priklausomybė nuo kaitinimo temperatūros, kai aukšto lūžio rodiklio sluoksniams dangoje naudojami skirtingas tūrinės frakcijas turintys TiO_2/Nb_2O_5 mišiniai. Ne užpildyti taškai atitinka bandinių kaitinimo temperatūras, kai įvyksta faziniai pasikeitimai

ria ($R_{TiO_2}=99,94\%$, $R_{TiO_2,68\%}=99,92\%$), veidrodžių plotis 99% atspindžio lygyje taip pat skiriasi nedaug (gryno TiO_2 veidrodžio plotis 330 nm, 68% tūrinės frakcijos TiO_2 veidrodžio plotis 316 nm), veidrodžių fiziniai storiai skiriasi minimaliai ($h_{TiO_2}=2822$ nm, $h_{TiO_2,68\%}=2839$ nm). Lyginant veidrodžių įtempių vertes matoma, jog įtempių reikšmės iš esmės skiriasi. Kai naudojami gryno titano oksido sluoksniai minimali įtempių vertė veidrodžiui su gera optine kokybe yra ne mažesnė nei 250 MPa. Kai TiO_2 sluoksniai pakeičiami 68% TiO_2 tūrinės frakcijos mišinių sluoksniais su niobio oksidu, po kaitinimo 480 °C temperatūroje įtempiai kompensuojami ir nebeturės įtakos optinio padėklo formai.

Teoriniai įvertinimai kol kas nėra išbandyti praktiškai dėl techninių naudojamos aparatūros ribojimų. Daugiasluoksnių dangų formavimui atlikti reikalinga pakeisti naudojamų taikinių išdėstymą, kuris šiuo metu apsiriboja dvejomis medžiagomis (14 pav.). Tai reikalauja papildomų investicijų ir laiko. Visgi, remiantis kitų autorių darbais, tokie teoriniai įvertinimai gerai atitinka praktinius rezultatus [7]. Kol kas aptartų daugiasluoksnių struktūrų suformavimas lieka netolimos ateities užmojais.

4 Pagrindiniai rezultatai ir išvados

- Po bandinių atkaitinimo nustatyta, kad kaitinimui naudojant tam tikrą temperatūrą bandinių lūžio rodiklis bei ekstinkcijos koeficientas padidėja, o sluoksnių storis sumažėja. Tokius pokyčius lemia atitinkamoje temperatūroje vykęs bandinių fazinės būsenos pasikeitimas, kurį patvirtina stebėti mikrostruktūros pokyčiai bandinių paviršiuje.
- TiO_2 mišinių su aukšto lūžio rodiklio medžiagomis sluoksniai gali būti kaitinami aukštesnėse ($T \sim 500-600 \text{ }^\circ\text{C}$) nei gryno TiO_2 ($T \sim 250 \text{ }^\circ\text{C}$) sluoksniai temperatūrose, kol pasireiškia faziniai virsmai. Tokia medžiagų maišymo technologija leidžia pasiekti iki $-400 \div -700 \text{ MPa}$ tempiamuosius įtempius nesukuriant papildomų šviesos nuostolių.
- Atkaitinimo proceso, po kurio stebimi fazinio virsmo požymiai, temperatūra priklauso nuo titano oksido tūrinės frakcijos mišinyje. Didėjant titano oksido kiekiui mišinyje ši temperatūra mažėja.
- Daugiasluoksniėje struktūroje TiO_2 sluoksnius pakeitus TiO_2/Nb_2O_5 mišinių sluoksniais su $\sim 70\%$ TiO_2 tūrine frakcija, optinės didelio atspindžio veidrodžio charakteristikos, tokios kaip maksimali atspindžio vertė ar veidrodžio spektrinis plotis, iš esmės nepasikeičia, o dangos įtempiai gali būti pilnai kompensuojami naudojant kaitinimą $\sim 500 \text{ }^\circ\text{C}$ temperatūroje.

Literatūros sąrašas

- [1] K. Seshan (ed.), Handbook of thin-film deposition processes and techniques (William Andrew, Norwich, New York, U.S.A., 2002).
- [2] V. A. Šalna, Optika (Enciklopedija, Vilnius, 2004).
- [3] N. Kaiser, H. K. Pulker, Optical interference coatings (Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2003).
- [4] A. Piegari, F. Flory, Optical thin films and coatings: From materials to applications (Woodhead Publishing, 2018).
- [5] P. Langston, D. Patel, B. Regan, A. Curtis, B. Luther, A. Markosyan, R. K. Route, M. M. Fejer, J. J. Rocca, C. S. Menoni, Influence of oxygen pressure variations on the optical properties of ion beam sputtered metal oxide coatings, in Frontiers in Optics 2011/Laser Science XXVII (Optical Society of America, 2011).
- [6] B. Langdon, D. Patel, E. Krous, J. Rocca, C. Menoni, F. Tomasel, S. Kholi, P. McCurdy, P. Langston, A. Ogloza, Influence of process conditions on the optical properties of HfO_2/SiO_2 coatings for high-power laser coatings, in Proc. SPIE 6720, Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2007 (International Society for Optics and Photonics, 2008).
- [7] S. Kičas, U. Gimževskis, S. Melnikas, Post deposition annealing of *IBS* mixture coatings for compensation of film induced stress, Optical Materials Express 6(7), 2236–2243 (2016).
- [8] M. Bischoff, T. Nowitzki, O. Voß, S. Wilbrandt, O. Stenzel, Postdeposition treatment of *IBS* coatings for *UV* applications with optimized thin-film stress properties, Applied optics 53(4), A212–A220 (2014).
- [9] H. Sankur, W. J. Gunning, J. F. DeNatale, Intrinsic stress and structural properties of mixed composition thin films, Applied optics 27(8), 1564–1567 (1988).
- [10] O. Stenzel, S. Wilbrandt, M. Schürmann, N. Kaiser, H. Ehlers, M. Mende, D. Ristau, S. Bruns, M. Vergöhl, M. Stolze, M. Held, H. Niederwald, T. Koch, W. Riggers, P. Burdack, G. Mark, R. Schäfer, S. Mewes, M. Bischoff, M. Arntzen, F. Eisenkrämer, M. Lappschies, S. Jakobs, S. Koch, B. Baumgarten, A. Tünnermann, Mixed oxide coatings for optics, Applied optics 50(9), C69–C74 (2011).
- [11] A. Melninkaitis, T. Tolenis, L. Mažulė, J. Mirauskas, V. Sirutkaitis, B. Mangote, X. Fu, M. Zerrad, L. Gallais, M. Commandré, S. Kičas, R. Drazdys, Characterization of zirconia- and niobia-silica mixture coatings produced by ion-beam sputtering, Applied Optics 50(9), C188–C196 (2011).

- [12] M. Cevro, Ion-beam sputtering of $(Ta_2O_5)_x - (SiO_2)_{1-x}$ composite thin films, *Thin Solid Films* 258(1-2), 91–103 (1995).
- [13] B. J. Pond, J. I. DeBar, C. K. Carniglia, T. Raj, Stress reduction in ion beam sputtered mixed oxide films, *Applied optics* 28(14), 2800–2805 (1989).
- [14] S. Jena, R. B. Tokas, N. M. Kamble, S. Thakur, N. K. Sahoo, Optical properties and laser damage threshold of $HfO_2 - SiO_2$ mixed composite thin films, *Applied optics* 53(5), 850–860 (2014).
- [15] D. Kuo, C. Chien, C. Huang, Zirconia and zirconia–silica thin films deposited by magnetron sputtering, *Thin Solid Films* 420-421, 47 – 53 (2002).
- [16] C. C. Lee, C. J. Tang, J. Y. Wu, Rugate filter made with composite thin films by ion-beam sputtering, *Applied optics* 45(7), 1333–1337 (2006).
- [17] S. Shuzhen, C. Lei, H. Haihong, Y. Kui, F. Zhengxiu, S. Jianda, Annealing effects on electron-beam evaporated Al_2O_3 films, *Applied Surface Science* 242(3-4), 437–442 (2005).
- [18] D. N. Nguyen, L. Emmert, M. Mero, W. G. Rudolph, D. Patel, E. Krous, C. S. Menoni, The effect of annealing on the subpicosecond breakdown behavior of hafnia films, in *Proc. SPIE 7132, Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2008* (International Society for Optics and Photonics, 2008).
- [19] S. Jena, R. B. Tokas, K. D. Rao, S. Thakur, N. K. Sahoo, Annealing effects on microstructure and laser-induced damage threshold of HfO_2/SiO_2 multilayer mirrors, *Applied optics* 55(22), 6108–6114 (2016).
- [20] T. Wang, H. He, Y. Zhao, J. Shao, Z. Fan, Influence of annealing on the nanosecond laser damage resistance of the dielectric mirror coatings at 1064nm prepared by *IBS*, in *Proc. SPIE 5774, Fifth International Conference on Thin Film Physics and Applications* (International Society for Optics and Photonics, 2004).
- [21] C. C. Lee, C. J. Tang, $TiO_2 - Ta_2O_5$ composite thin films deposited by radio frequency ion-beam sputtering, *Applied optics* 45(36), 9125–9131 (2006).
- [22] P. Löbl, M. Huppertz, D. Mergel, Nucleation and growth in TiO_2 films prepared by sputtering and evaporation, *Thin solid films* 251(1), 72–79 (1994).
- [23] T. V. Amotchkina, D. Ristau, M. Lappschies, M. Jupe, A. V. Tikhonravov, M. K. Trubetskoy, Optical properties of $TiO_2 - SiO_2$ mixture thin films produced by ion-beam sputtering, in *Optical Interference Coatings* (Optical Society of America, 2007).

- [24] H. C. Chen, K. S. Lee, C. C. Lee, Annealing dependence of residual stress and optical properties of TiO_2 thin film deposited by different deposition methods, *Applied optics* 47(13), C284–C287 (2008).
- [25] W. H. Wang, S. Chao, Annealing effect on ion-beam-sputtered titanium dioxide film, *Optics letters* 23(18), 1417–1419 (1998).
- [26] C. C. Lee, H. C. Chen, C. C. Jaing, Effect of thermal annealing on the optical properties and residual stress of TiO_2 films produced by ion-assisted deposition, *Applied optics* 44(15), 2996–3000 (2005).
- [27] S. Chao, C. K. Chang, J. S. Chen, $TiO_2 - SiO_2$ mixed films prepared by the fast alternating sputter method, *Applied optics* 30(22), 3233–3237 (1991).
- [28] X. Wang, H. Masumoto, Y. Someno, T. Hirai, Microstructure and optical properties of amorphous $TiO_2 - SiO_2$ composite films synthesized by helicon plasma sputtering, *Thin solid films* 338(1-2), 105–109 (1999).
- [29] S. Chao, W. H. Wang, M. Y. Hsu, L. C. Wang, Characteristics of ion-beam-sputtered high-refractive-index $TiO_2 - SiO_2$ mixed films, *JOSA A* 16(6), 1477–1483 (1999).
- [30] S. Chao, W. H. Wang, C. C. Lee, Low-loss dielectric mirror with ion-beam-sputtered $TiO_2 - SiO_2$ mixed films, *Applied Optics* 40(13), 2177–2182 (2001).
- [31] H. Demiryont, Optical properties of $SiO_2 - TiO_2$ composite films, *Applied optics* 24(16), 2647–2650 (1985).
- [32] J. L. Vossen, W. Kern (eds.), *Thin film processes II* (Academic press, 1991).
- [33] A. Starke, H. Schink, J. Kolbe, J. Ebert, Laser-induced damage thresholds and optical constants of ion-plated and ion-beam-sputtered Al_2O_3 and HfO_2 coatings for the ultraviolet, in *Proc. SPIE 1270, Optical Thin Films and Applications* (International Society for Optics and Photonics, 1990).
- [34] J. P. Nair, I. Zon, M. Oron, R. Popovitz-Biro, Y. Feldman, I. Lubomirsky, Stoichiometry control during deposition by ion beam sputtering, *Journal of applied physics* 92(8), 4784–4790 (2002).
- [35] M. Fox, *Optical Properties of Solids* (Oxford University Press, 2010).
- [36] M. Steinecke, K. Kiedrowski, M. Jupé, D. Ristau, Very thick mixture oxide ion beam sputtering films for investigation of nonlinear material properties, *The European Physical Journal Applied Physics* 80(3), 30301 (2017).

- [37] G. Abadias, E. Chason, J. Keckes, M. Sebastiani, G. B. Thompson, E. Barthel, G. L. Doll, C. E. Murray, C. H. Stoessel, L. Martinu, Stress in thin films and coatings: Current status, challenges, and prospects, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 36(2), 020801–1—020801–48 (2018).
- [38] H. Yu, H. Qi, Y. Cui, Y. Shen, J. Shao, Z. Fan, Influence of substrate temperature on properties of MgF_2 coatings, *Applied Surface Science* 253(14), 6113–6117 (2007).
- [39] G. H. Liu, Q. L. Xiao, Y. X. Jin, W. L. Zhang, H. B. He, Z. X. Fan, Mechanical stress in 355 nm LaF_3/MgF_2 high reflectors with various layer-pair number and methods for reduction, *Vacuum* 84(6), 778–781 (2010).
- [40] T. Amotchkina, M. K. Trubetskov, Y. Pervak, L. Veisz, V. Pervak, Stress compensation with antireflection coatings for ultrafast laser applications: from theory to practice, *Optics express* 22(24), 30387–30393 (2014).
- [41] D. Poelman, P. F. Smet, Methods for the determination of the optical constants of thin films from single transmission measurements: a critical review, *Journal of Physics D: Applied Physics* 36(15), 1850–1857 (2003).
- [42] A. V. Tikhonravov, M. K. Trubetskov, G. W. DeBell, On the accuracy of optical thin film parameter determination based on spectrophotometric data, in *Proc. SPIE 5188, Advanced Characterization Techniques for Optics, Semiconductors, and Nanotechnologies* (International Society for Optics and Photonics, 2003).
- [43] A. V. Tikhonravov, M. K. Trubetskov, T. V. Amotchkina, G. DeBell, V. Pervak, A. K. Sytchkova, M. L. Grilli, D. Ristau, Optical parameters of oxide films typically used in optical coating production, *Applied optics* 50(9), C75–C85 (2011).
- [44] E. Shaaban, I. Yahia, E. El-Metwally, et al., Validity of Swanepoel’s method for calculating the optical constants of thick films, *Acta Physica Polonica-Series A General Physics* 121(3), 628–635 (2012).
- [45] M. Zhan, W. Gao, T. Tan, H. He, J. Shao, Z. Fan, Study of Al_2O_3/MgF_2 HR coatings at 355 nm, *Vacuum* 79(1-2), 90–93 (2005).
- [46] S. Shuzhen, S. Jianda, L. Chunyan, Y. Kui, F. Zhengxiu, C. Lei, High-reflectance 193 nm Al_2O_3/MgF_2 mirrors, *Applied Surface Science* 249(1-4), 157–161 (2005).
- [47] C. Menoni, E. M. Krous, D. Patel, P. Langston, J. Tollerud, D. N. Nguyen, L. A. Emmert, A. Markosyan, R. Route, M. Fejer, W. Rudolph, Advances in ion beam sputtered Sc_2O_3 for optical interference coatings, in *Proc. SPIE 7842, Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2010* (International Society for Optics and Photonics, 2010).

- [48] F. Rainer, W. H. Lowdermilk, D. Milam, T. T. Hart, T. L. Lichtenstein, C. K. Carniglia, Scandium oxide coatings for high-power *UV* laser applications, *Applied optics* 21(20), 3685–3688 (1982).
- [49] P. Torchio, A. Gatto, M. Alvisi, G. Albrand, N. Kaiser, C. Amra, High-reflectivity HfO_2/SiO_2 ultraviolet mirrors, *Applied optics* 41(16), 3256–3261 (2002).
- [50] L. Nichtová, R. Kužel, Z. Matěj, J. Šícha, J. Musil, Time and thickness dependence of crystallization of amorphous magnetron deposited *TiO2* thin films, *Z. Kristallogr. Suppl* 30, 235–240 (2009).
- [51] T. Tolenis, M. Gaspariūnas, M. Lelis, A. Plukis, R. Buzelis, A. Melninkaitis, Assessment of effective-medium theories of ion-beam sputtered $Nb_2O_5 - SiO_2$ and $ZrO_2 - SiO_2$ mixtures, *Lithuanian Journal of Physics* 54(2), 99–105 (2014).
- [52] H. Liu, S. Chen, P. Ma, Y. Pu, Z. Qiao, Z. Zhang, Y. Wei, Z. Liu, Ion beam sputtering mixture films with tailored refractive indices, *Optics & Laser Technology* 55, 21–25 (2014).
- [53] L. Emmert, D. Nguyen, I. Cravetchi, M. Mero, W. Rudolph, M. Jupe, M. Lappschies, K. Starke, D. Ristau, Subpicosecond dielectric breakdown and incubation in $Ti_xSi_{1-x}O_2$ composite films with adjustable bandgap, in *Proc. SPIE 7005, High-Power Laser Ablation VII* (International Society for Optics and Photonics, 2008).
- [54] B. Mangote, L. Gallais, M. Commandré, M. Mende, L. Jensen, H. Ehlers, M. Jupé, D. Ristau, A. Melninkaitis, J. Mirauskas, V. Sirutkaitis, S. Kičas, T. Tolenis, R. Drazdys, Femtosecond laser damage resistance of oxide and mixture oxide optical coatings, *Opt. Lett.* 37(9), 1478–1480 (2012).
- [55] M. Mende, S. Schrameyer, H. Ehlers, D. Ristau, L. Gallais, Laser damage resistance of ion-beam sputtered Sc_2O_3/SiO_2 mixture optical coatings, *Applied optics* 52(7), 1368–1376 (2013).
- [56] L. O. Jensen, D. Ristau, Coatings of oxide composites, in *Proc. SPIE 8530, Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2012* (International Society for Optics and Photonics, 2012).
- [57] V. Pervak, A. V. Tikhonravov, M. K. Trubetskov, J. Pistner, F. Krausz, A. Apolonski, Band filters: two-material technology versus rugate, *Applied optics* 46(8), 1190–1193 (2007).
- [58] J. T. Brown, Center wavelength shift dependence on substrate coefficient of thermal expansion for optical thin-film interference filters deposited by ion-beam sputtering, *Applied optics* 43(23), 4506–4511 (2004).

OPTICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF HIGH REFRACTIVE INDEX
MIXTURED THIN FILMS PREPARED BY ION BEAM SPUTTERING

Summary

In this work, TiO_2/Al_2O_3 , TiO_2/HfO_2 , TiO_2/Ta_2O_5 and TiO_2/Nb_2O_5 mixture and pure titanium oxide (TiO_2) films were deposited on fused silica (FS) glass substrates by ion beam sputtering (IBS). The TiO_2 concentration of different sample mixed films was approximately 50%. Index of refraction, extinction coefficient and film thickness were examined modelling spectrophotometric data. Volumetric fractions of mixture films were estimated using effective medium theory (EMT). The Stoney's formula was applied to evaluate the residual stress of layers. Surface roughness was investigated using atomic force microscopy (AFM). Lastly, impact of different temperature post deposition annealing of formed films characteristics was investigated.

The ion beam sputtered mixed films have lower optical losses than the ion beam sputtered pure TiO_2 films. It was found, post deposition annealing of titanium oxide sample at the annealing temperature of 300 °C increases extinction coefficient and surface roughness. Observed phenomenon could be explained because of phase transition from amorphous to polycrystalline at high temperature. Titanium oxide composite samples with high refractive index materials were able to withstand higher annealing temperatures before phase transition. Temperature of phase modification has increased to 600-700 °C. It is advantageous to add high refractive index materials into the ion beam sputtered TiO_2 films because the mixed films can sustain higher annealing temperature while reducing the optical absorption and yet avoiding increase the scattering loss. High compressive stress could be reduced and changed into tensile by sputtering composite material and using annealing in high temperature, too.

Additional experiment was performed to evaluate impact of changing sample volumetric fraction. For this purpose TiO_2/Nb_2O_5 mixtures were selected because of the highest possible index of refraction between all previously investigated mixtures. It was shown that the temperature when phase modification occurred depended on TiO_2 amount in TiO_2/Nb_2O_5 mixture films. It decreased for higher TiO_2 amount.

Theoretical calculations for high reflective ($R \geq 99,9\%$) dielectric mirrors for 1064nm wavelength were performed. It was estimated that TiO_2/Nb_2O_5 mixed layers with 70-80% TiO_2 concentration could replace pure TiO_2 layers in multilayer coatings without optical performance degradation. Better mechanical properties like compensated mechanical stress with simple annealing techniques could be achieved for mirrors with mixture layers without significant fall in optical performance.

With the properties of high-temperature amorphous structure and high refractive index, the ion-beam sputtered TiO_2/Nb_2O_5 mixed films can be used as low-loss, low-stress, high-refractive-index materials in optical thin films applications.