

VILNIAUS UNIVERSITETAS
VALSTYBINIS MOKSLINIŲ TYRIMŲ INSTITUTAS
FIZINIŲ IR TECHNOLOGIJOS MOKSLŲ CENTRAS

KĘSTUTIS JUŠKEVIČIUS

**PLONŲJŲ DIELEKTRINIŲ SLUOKSNIŲ
OPTINIŲ IR FIZINIŲ SAVYBIŲ TYRIMAS
BEI JŲ FORMAVIMO TECHNOLOGIJŲ
OPTIMIZAVIMAS**

Daktaro disertacija
Fiziniai mokslai, fizika (02 P)

Vilnius, 2014

Disertacija rengta 2009 – 2013 metais Valstybinio mokslinių tyrimų instituto Fizinių ir technologijos mokslų centro Optinių dangų laboratorijoje.

Mokslinis vadovas:

dr. Ramutis Drazdys (Fizinių ir technologijos mokslų centras, fiziniai mokslai, fizika – 02 P)

Turinys:

Padėka.....	6
Santrumpų sąrašas	7
ĮVADAS	8
Darbo tikslas	10
Darbo uždaviniai.....	10
Ginamieji teiginiai	11
Naujumas ir aktualumas	12
Darbo aprobacija.....	13
Straipsniai	13
Pranešimai konferencijose	14
Autoriaus indėlis	16
Kitų bendraautorių indėlis	16
1. LITERATŪROS APŽVALGA	18
1.1 Elektromagnetinių bangų atspindys ir lūžis dviejų dielektrikų sandūroje, Frenelio sąryšiai.....	18
1.2 Interferencija plonose plėvelėse	20
1.3 Optinių dangų konstrukcijos.....	23
1.3.1. Paskirstyto Brego atspindžio dangos „Distributed Bragg reflectors“ (DBR).....	23
1.3.2. Rugate tipo dangos.....	24
1.4. Optinių dangų fizinės savybės.....	27
1.4.1. Dangų mikrostruktūros formavimasis	27
1.4.2. Mechaniniai įtempiai	30
1.5 Dielektrinių medžiagų optinės savybės.....	32
1.5.1. Optinių savybių priklausomybė nuo bangos ilgio	32
1.5.2. Sugertis	34
1.6. Metalų oksidų mišiniai	37
1.7. Optinio pažeidimo mechanizmai	39
1.7.1 Daugiafotonė fotojonizacija.....	40
1.7.2. Griūtinė jonizacija.....	41
1.8. Optinio pažeidimo priklausomybė nuo lazerio impulso trukmės.....	42
1.8.1. Optinio pažeidimo mechanizmai, kai lazerio impulso trukmė nuo 10^{-9} s iki 10^{-12} s	42
1.8.2. Optinio pažeidimo mechanizmai, kai lazerio impulso trukmės $< 10^{-12}$ s.....	43
1.9. Lazerinės spinduliuotės sukeltas pažeidimo slenkstis.....	44
1.10. Popaviršiniai defektai	47
1.10.1 Popaviršinių defektų eliminavimo būdai	49
1.11. Optinių dangų formavimo technologijos.....	51
1.11.1 Šiluminis garinimas	51
1.11.1.1 Šiluminis garinimas su papildomu dangos sutankinimu jonais.....	53

1.11.2 Jonapluoštis dulkinimas	54
1.11.3 Magnetroninis dulkinimas	55
1.11.3.1 DC, impulsinis DC ir RF magnetroninis dulkinimas	56
1.11.3.2 Reaktyvusis magnetroninis dulkinimas	60
3. EKSPERIMENTŲ METODIKA	64
3.1 Plonųjų sluoksnių ir pagrindukų charakterizavimo metodai	64
3.1.1 Optiniai pagrindukai	64
3.1.2 Dangu medžiagos.....	64
3.1.3 Pralaidumo matavimai ir optinių konstantų nustatymas, dangu modeliavimas	66
3.1.4 Draustinės juostos pločio nustatymas	66
3.1.5 Paviršiaus analizė AFM.....	67
3.1.6 Optinių pagrindukų XPS analizė	67
3.1.7 Optinių pagrindukų masių spektrinė analizė indukcinėje plazmoje	68
3.1.8 Optinių pagrindukų ėsdinimas	68
3.1.9 Optinių paviršių atsparumo lazerio spinduliutei nustatymas.....	69
3.1.10 Plonųjų sluoksnių RBS analizė.....	69
3.1.11 Plonųjų sluoksnių XRD analizė.....	70
3.1.12 Įtempių plonuosiuose sluoksniuose nustatymas	70
3.2 Plonųjų sluoksnių formavimo metodai.....	71
3.2.1 Optinių dangu formavimas elektronpluoščio garinimo būdu	71
3.2.2 Dangu formavimas jonapluoščio dulkinimo būdu.....	72
3.2.3 Nb ₂ O ₅ -SiO ₂ mišinių formavimas reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu.....	75
3.2.4 Plonųjų ZrO ₂ sluoksnių formavimas magnetroninio dulkinimo būdu.....	79
4. Optinių elementų atsparumo lazerio spinduliutei didinimas	83
4.1. Poliruotų optinių pagrindukų paviršiaus tyrimai	83
4.2 Poliruotų ir ėsdintų optinių pagrindukų savybių tyrimai	86
4.3 Plonųjų HfO ₂ /SiO ₂ mišinių sluoksnių ant ėsdintų pagrindukų tyrimai	89
4.4 Optinių dangu ant ėsdintų pagrindukų tyrimai	91
4.5 Apibendrinimas.....	92
5. Optinių dangu formavimas, naudojant ZrO ₂ /SiO ₂ mišinius	94
5.1 Skaidrinančios dangos ant LiB ₃ O ₅ (LBO) kristalų.....	94
5.2 Didelio atspindžio dangos 266 nm bangos ilgiui.....	97
5.3 Periodiškai kintančio lūžio rodiklio – Rugate tipo dangos.....	99
5.4 Apibendrinimas.....	103
6. Dangu iš metalų oksidų ir jų mišinių formavimas reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu.....	104
6.1 Plonųjų ZrO ₂ sluoksnių formavimas reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu	104
6.1.1 Reaktyvaus dulkinimo proceso charakterizavimas.....	104
6.1.2 ZrO ₂ sluoksnių augimo sparta.....	106
6.1.3 ZrO ₂ sluoksnių mikrostruktūra	107
6.1.4 Optinės savybės	110

6.1.5 Apibendrinimas.....	112
6.2 Reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu suformuotų Nb ₂ O ₅ /SiO ₂ mišinių sluoksnių tyrimas.....	114
6.2.1 Nb ₂ O ₅ frakcijos mišinių plonuosiuose sluoksniuose priklausomybė nuo p-DC ir RF šaltinių galios.....	114
6.2.2 Nb ₂ O ₅ /SiO ₂ mišinių plonųjų sluoksnių augimo sparta.....	115
6.2.3 Nb ₂ O ₅ /SiO ₂ mišinių paviršiaus šiurkštumas, mikrostruktūra, įtempiai.....	116
6.2.4 Nb ₂ O ₅ /SiO ₂ mišinių plonųjų sluoksnių RBS analizė.....	117
6.2.5 Nb ₂ O ₅ /SiO ₂ mišinių plonųjų sluoksnių optinės savybės.....	118
6.2.6 Siūlymai MS technologijos tobulinimui.....	122
6.2.7 Apibendrinimas.....	123
IŠVADOS IR REKOMENDACIJOS.....	125
Literatūros sąrašas.....	129

Padėka

Ypatingai norėčiau padėkoti žmonai Aurai, sūnui Ričardui, broliui Dariui, tėvams Aldonai ir Rimantui bei kitiems šeimos nariams ir draugams už palaikymą ir supratimą rašant šį darbą.

Dėkoju darbo vadovui dr. Ramučiu Drazdžiui už suteiktas sąlygas dirbti ir studijuoti Optinių dangų laboratorijoje, vertingas konsultacijas ir visokeriopą pagalbą ruošiant šį darbą.

Dėkoju dr. Gediminui Račiukaičiui už skirtą laiką ir visokeriopą pagalbą ruošiant šį darbą.

Dėkoju dr. Martynui Audroniui iš Sheffield'o universiteto už vertingas pastabas, diskusijas ir pagalbą rašant mokslines publikacijas.

Dėkoju laboratorijos kolegoms už vertingas diskusijas, kritiką, įžvalgas, humorą ir puikią darbinę atmosferą studijų metu:

Simonui Kičui, Tomui Toleniui, Giedriui Abromavičiui, Ryčiui Buzeliui, Andriui Subačiui, Simui Melnikui, Danutei Bakaitytei, Mindaugui Slivkai.

Dėkoju FTMC Chemijos instituto habil. dr. Remigijui Juškėnui ir habil dr. Algirdui Selskiui už vertingas konsultacijas.

Dėkoju Mindaugui Gaspariūnui, kuris atliko plonųjų sluoksnių RBS analizę.

Dėkoju Andriui Puzui už optinių pagrindukų paviršiaus cheminės analizės tyrimus lazerinės abliacijos indukcinėje plazmoje metodu.

Dėkoju doc. dr. Andriui Melninkaičiui ir jo vadovaujamai Optikos charakterizavimo komandai: Gintarei Batavičiūtei, Simonai Liukaitytei, Mindaugui Ščiukai bei Egidijui Pupkai.

Dėkoju UAB Optida kolektyvui už vertingas diskusijas plonųjų sluoksnių formavimo ir analizės tema, bei už galimybę pasinaudoti įmonės technologine įranga.

Dėkoju Mokslo inovacijų ir technologijų agentūrai, kuri finansavo projektą „EIGULYS“ (Nr. 31V-140), kurio dalis rezultatų pristatoma šiame darbe.

Santrumpų sąrašas

AFM	Atominių jėgų mikroskopas, A tomic F orce M icroscopy
AR	Skaidrinanti (danga), A nti- R eflective
BG	Brugermano
CMP	Chemomechaninis poliravimas, C hemo- M echanical P olishing
DBR	Paskirstyto Brego atspindžio (dangos), D istributed B regg reflectors
DC	Nuolatinė srovė, D irect C urrent
EBE	Elektronpluoštis garinimas, E lectron B eam E vaporation
EMT	Efektyvinių aplinkų teorija, E ffective M edium T heory
FS	Lydytas kvarcas, F used S ilica
HR	Didelio atspindžio (danga), H igh- R eflective
HT	Didelis pralaidumas, H igh- T ransmission
IBS	Jonapluoštis dulkinimas, I on B eam S puttering
ISEE	Jonų sukelta antrinių elektronų emisija, I on I nduced S econdary E lectron E mission
LBO	LiB ₃ O ₅
LL	Lorenzo – Lorenzo
LLNL	Nacionalinė Lorenzo Livermoro Laboratorija, L awrence L ivermore N ational L aboratory
M	Metalas
MG	Maksvelo – Garneto
MS	Magnetroninis dulkinimas, M agnetron S puttering
MSV	Masės srauto valdiklis
Nd:YAG	Neodimiu legiruotas itrio aliuminio granatas
O*	Deguonies plazmos emisijos linija
p-DC	Impulsinis DC, p ulsed- D C
PLSS	Pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis
RBS	Atgalinės Rezerfordo sklaidos spektroskopija, R utherford B ackscattering S pectroscopy
RD	Reaktyvios dujos
RF	Radijo dažnis, R adio F requency
RMS	Vidutinis kvadratinis nuokrypis, R oot M ean S quare
SSD	Popaviršinis pažeidimas, S ub- S urface D amage
SZM	Struktūrinis zonų modelis
T	Pralaidumas, T ransmission
UV	Ultravioleto (diapazonas)
VUV	Vakuuminio ultravioleto (diapazonas)
XPS	Rentgeno spindulių fotoelektronų spektroskopija, X -ray P hotoelectron S pectroscopy
XRD	Rentgeno spindulių difrakcija, X - R ay D iffraction
Zr*	Cirkonio emisijos linija

IVADAS

Lazerių generuotai spinduliuotei valdyti, nukreipti naudojamos plonų (nuo kelių nm iki kelių šimtų nm) dielektrinių sluoksnių sistemos, vadinamos optinėmis dangomis [1]. Naudojant tokias dangas, formuojami pagrindiniai lazerio optiniai elementai: veidrodžiai, poliarizatoriai, spektro dalikliai. Skaidrinančiomis dangomis dengiami lęšiai, netiesiniai kristalai ir pan. Norint efektyviai taikyti optinius elementus, būtina suprasti plonųjų sluoksnių augimo ypatybes, ištirti plonųjų plėvelių fizikines savybes, optinius parametrus. Optinėms dielektrinėms dangoms formuoti dažniausiai naudojami metalų oksidų Al_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 , Nb_2O_5 , Ta_2O_5 , HfO_2 , ZrO_2 ploni sluoksniai, kurie įvairiomis technologijomis (dažniausiai vakuuminėmis) dengiami ant įvairių optinių pagrindukų. Daugiasluoksnes optines dangas kartais sudaro tūkstančiai plonų (kelių nanometrų storio) sluoksnių [2].

Interferencinės optinės dangos paverčia įprastus stiklus ir kristalus svarbiausiais lazerio komponentais: veidrodžiais, pluošto dalikliais, poliarizatoriais, filtrais ir kitokiais optiniais komponentais. Be specializuotų dangų negali veikti praktiškai nė vienas lazerinis optinis prietaisas. Galingose šiuolaikinėse lazerinėse sistemose optiniai komponentai dirba ekstremaliomis spinduliuotės intensyvumo sąlygomis, todėl dažnai būtent dangos ir jomis dengtų pagrindukų bei kristalų paviršių paruošimo kokybė riboja viso įrenginio maksimalią leistiną spinduliuotės galią ir tokių sistemų ilgaamžiškumą (patikimumą ir optinį atsparumą). Lazerinių technologijų pažanga tiek Lietuvoje, tiek ir pasaulyje iš esmės yra apribota optinių dangų ir paviršių paruošimo kokybe. Deja, lazerinių elementų technologijos dažniausiai yra vystomos atskirose kompanijose ar kariniuose institutuose, o pasiekti rezultatai neviešinami, laikomi komercine paslaptimi. Todėl, siekiant neatsilikti nuo pasaulinių tendencijų, būtina vykdyti savarankiškus tyrimus, tobulinant ir optimizuojant visą technologinę grandinę, apimančią pilną optinių komponentų sukūrimą, t. y. optinių pagrindukų poliravimą ir paruošimą dengimo procesui,

optimalių dangų modelių ir medžiagų parinkimą kiekvienu atskiru atveju, plonųjų sluoksnių dengimo technologijų vystymą ir tobulinimą.

Šlifavimo ir galutinio poliravimo metu optinių pagrindukų paviršiuose susiformuoja įvairūs režiai, mikrotrūkiai, įskilimai, kurie neretai būna pripildyti poliravimo medžiagų liekanų ir paslėpti („užtrinti“) po šių liekanų sluoksniu, vadinamu Bilbio (Beilby) sluoksniu [3-6]. Tokie defektai (pažeidimai), sukurti poliravimo metu, vadinami popaviršiniais pažeidimais (angl. subsurface damage SSD) [7], kurie tiesiogiai lemia didesnę sugertį ir mažesnę optinių elementų atsparumą lazerio spinduliuotei. Tobulėjant lazeriams, didėja jų galia, todėl natūralu, kad šiuo metu didžiulis dėmesys skiriamas optinių pagrindukų kokybės gerinimui bei optinių dangų optimizavimui. Todėl šiame darbe buvo atliktas kvarco pagrindukų cheminis ėsdinimas, optimizuojamos dangos ant įvairių pagrindukų (FS, LBO). Siekiant padidinti optinių komponentų atsparumą UV lazerio spinduliuotei buvo sukurta cheminio ėsdinimo procedūra, kuri leido eliminuoti popaviršinius defektus. Šiam metodui pateikta paraiška Lietuvos patentui gauti.

Pastaruoju metu vis didesni reikalavimai keliami optinių dangų mechaniniam atsparumui, optinių parametrų stabilumui, kuo didesniau atsparumui lazerio spinduliuotei, ir svarbiausia, danga turi tenkinti visus šiuos reikalavimus vienu metu. Daugeliu atvejų labai geri rezultatai pasiekiami daliai parametrų, dažnai kitų charakteristikų pablogėjimo sąskaita. Todėl, siekiant kompleksiskai pagerinti optinių dangų savybes, reikėtų kalbėti apie esminį visų optinio komponento gamybos grandžių patobulinimą. Tai yra optinių pagrindukų poliravimas ir paruošimas dengimo procesui, optimalių dangų modelių ir medžiagų parinkimas kiekvienu atskiru atveju ir ypatingai svarbus veiksnys yra plonųjų sluoksnių dengimo technologijų vystymas ir tobulinimas. Visos šios technologinės grandinės dalių veikimo supratimas ir jų tarpusavio sąveikos tobulinimas yra vienodai svarbus, siekiant suprasti ribojančius veiksnius ir juos pašalinti, kuriant geresnių savybių optinius komponentus.

Literatūros apžvalgoje išnagrinėsime optinių dangų veikimo principus, pagrindines optinių dangų konstrukcijas, mikrostruktūros formavimosi būdus. Taip pat apžvelgsime naudojamas medžiagas ir jų savybes bei lazerinės spinduliuotės sąveiką su dielektrinėmis medžiagomis. Tai pagrindinės fundamentinės žinios apie fizikinius procesus, vykstančius ploniems sluoksniams sąveikaujant su lazerio spinduliuote. Praktiniu aspektu apžvelgsime pagrindines plonųjų sluoksnių formavimo technologijas ir pagrindukų poliravimą, paruošimą dengimo procesui bei pasaulinius pasiekimus šiose srityse. Tai svarbu suprasti siekiant pagerinti visas optinių komponentų gamybos grandis.

Metodikos dalyje pateiksime atliktų eksperimentų techninį aprašymą, naudotas medžiagas ir priemones, matavimo-charakterizavimo-modeliavimo metodikas ir plonų sluoksnių formavimo technologijas. Galiausiai bus pristatomi ir aptariami eksperimentiniai rezultatai, teikiamos išvados ir rekomendacijos.

Darbo tikslas

Nustatyti fizikines priežastis, ribojančias dielektrinių optinių dangų spektrinius parametrus bei jų atsparumą lazerio spinduliuotei ir pateikti įvairių jų gamybos etapų – optinių pagrindukų paruošimo dengimo procesui, optinių dangų struktūros bei dengimo technologijų optimizavimo rekomendacijas optinių komponentų gamintojams.

Darbo uždaviniai

- Ištirti komerciškai poliruotų optinių pagrindukų paviršiaus šiurkštumo, cheminės sudėties ir popaviršinių defektų įtaką atsparumui lazerio spinduliuotei.
- Sukurti optinių pagrindukų paviršiaus ėsdinimo technologiją, kuri leistų sumažinti popaviršinių defektų koncentraciją ir padidintų optinių pagrindukų bei daugiasluoksnių optinių dangų ant jų atsparumą lazerio spinduliuotei.

- Panaudojant plonuosius metalų oksidų mišinių sluoksnius, suformuoti didelio atsparumo skaidrinančias dangas ant netiesinių LBO kristalų bei didelio atspindžio periodiškai kintančio lūžio rodiklio optines dangas ant kvarco pagrindukų.
- Ištirti cirkonio oksido, suformuoto reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu, optines savybes, nustatyti plonųjų ZrO₂ sluoksnių mikrostruktūros priklausomybę nuo dulkinimo parametrų bei rasti optimalias dulkinimo šia technologija sąlygas, leidžiančias formuoti plonus cirkonio oksido sluoksnius su mažais sugerties nuostoliais.
- Reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu suformuoti plonus Nb₂O₅-SiO₂ mišinių sluoksnius, naudojant skirtingus reaktyvių dujų kontrolės metodus, bei ištirti tų sluoksnių optines savybes.

Ginamieji teiginiai

1. Poliruoto kvarco pagrindukų cheminis ėsdinimas 20% - HF, 80% - HNO₃ rūgščių mišinyje, esant ėsdinimo trukmei 1 min., leidžia pasiekti 4 kartus didesnę pagrinduko pažaidos slenkstį UV lazerio spinduliuotei, lyginant su neėsdintais pagrindukais, o skaidrinančių, poliarizuojančių ir spektrą dalinančių optinių elementų atsparumas lazerio spinduliuotei padidėja nuo 1,5 iki 3 kartų, naudojant šiuo būdu chemiškai ėsdintus optinius pagrindukus.
2. Optinės dangos, suformuotos jonapluoščio dulkinimo būdu plonųjų sluoksnių iš ZrO₂ ir SiO₂ mišinių, pasižymi didesniu atsparumu lazerio spinduliuotei nei grynų ZrO₂ ir SiO₂ medžiagų plonųjų sluoksnių pagrindu suformuotos dangos, ir tai leidžia formuoti didelio pralaidumo plačiame diapazone ir didelio atspindžio siaurame diapazone optines dangas.
3. Reaktyviojo magnetroninio dulkinimo proceso metu, esant dalinai oksiduoto Zr taikinio būsenai, taikinio įtampa kinta anomaliai dėl jonais indukuotų antrinių elektronų emisijos iš taikinio keičiant deguonies srautą,

- o geriausių optinių savybių ZrO_2 sluoksniai gaunami esant didžiausiai taikinio įtampai.
4. Plonieji cirkonio oksido sluoksniai, suformuoti reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu $Ar+O_2$ atmosferoje $20-40^\circ C$ temperatūroje, yra sudaryti iš polikristalinio monoklininės ir tetragoninės fazių mišinio. Naudojant $Ar+O_2+N_2$ dulkinimo atmosferą, jie yra sudaryti iš monoklininės ir romboedrinės fazių mišinio, arba pilnai romboedrinės polikristalinės fazės, kai Zr dulkinimo metu naudojama $Ar+N_2$ atmosfera.
 5. Plonieji Nb_2O_5/SiO_2 mišinių sluoksniai, suformuoti reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu, naudojant skirtingus reaktyvių dujų kontrolės metodus, pasižymi didelio tankio amorfine struktūra, o jų paviršiaus šiurkštumas priklauso tik nuo pagrinduko šiurkštumo, bet nepriklauso nuo reaktyvių dujų kontrolės metodo. Plonieji Nb_2O_5/SiO_2 mišinių sluoksniai, suformuoti naudojant pastovaus reaktyviųjų dujų srauto kontrolės metodą, pasižymi didesniu lūžio rodiklio nevienalytiškumu, nei naudojant uždaro ciklo kontrolės metodą.

Naujumas ir aktualumas

Nuolatinė optinių dangų konstrukcijų ir medžiagų paieška tampa svarbi, siekiant suformuoti itin sudėtingų optinių parametrų komponentus [8]. Metalų oksidų ir jų mišinių panaudojimas atveria naujas galimybes modeliuoti ir formuoti kintančio lūžio rodiklio dangas, pasižyminčias unikaliomis spektrinėmis savybėmis [9]. Todėl šiame darbe didelis dėmesys buvo skiriamas naujų optinių dangų modelių paieškai ir dangų formavimui, panaudojant ZrO_2/SiO_2 medžiagų mišinius.

Sėkmingas sumodeliuotų sudėtingų konstrukcijų optinių dangų formavimas priklauso tik nuo plonųjų sluoksnių dengimo technologijų, todėl tai labai svarbus etapas, optimizuojant visą optinio komponento gamybos grandinę. Šiame darbe buvo pasirinktas magnetroninio dulkinimo technologijos optimizavimas. Ši technologija santykinai nauja optinių dangų industrijoje. Pirmą

kartą pademonstruotas reaktyvaus magnetroninio dulkinimo proceso valdymas, panaudojant kombinuotą reaktyviųjų dujų jutiklį. Jo pagalba buvo suformuoti mažų sugerties nuostolių bei didelio lūžio rodiklio ir tankio ZrO₂ sluoksniai, bei Nb₂O₅/SiO₂ mišiniai, esant didelei sluoksnių augimo spartai. Pateiktos rekomendacijos, siekiant padidinti reaktyvinių magnetroninio dulkinimo procesų stabilumą.

Panaudojus ZrO₂/SiO₂ mišinių sluoksnius skaidrinančių optinių dangų ant LBO netiesinių kristalų dengimui buvo padidintas jų atsparumas UV lazerio spinduliutei. Taip pat, daugiasluoksnių optinių dangų, suformuotų ant ęsdintų kvarco pagrindučių įvairiomis vakuuminėmis plonųjų sluoksnių technologijomis, atsparumas UV lazerio spinduliutei buvo padidintas iki 3 kartų.

Darbo aprobacija

Straipsniai

Disertacijos tema

- I. K. Starke, L. O. Jensen, M. Jupé, D. Ristau, G. Abromavičius, **K. Juškevičius**, R. Buzelis, and R. Drazdys, "*Investigation in oxide mixture coatings with adapted gradient index profiles*", Proc. SPIE **7504**, 75040B (2009).
- II. G. Abromavičius, R. Buzelis, R. Drazdys, **K. Juškevičius**, S. Kičas, T. Tolenis, J. Mirauskas, M. Ščiuka, V. Sirutkaitis, and A. Melninkaitis, "*Optical resistance and spectral properties of antireflective coatings deposited on LBO crystals by ion beam sputtering*", Lith. J. Phys. **51**, 303-308 (2011).
- III. S. Liukaitytė, G. Batavičiūtė, E. Pupka, M. Ščiuka, I. Kraujalienė, D. Tumosa, A. Skrebutėnas, **K. Juškevičius**, T. Tolenis, S. Kičas, R. Drazdys, R. Buzelis, and A. Melninkaitis, "*Effect of conventional fused silica preparation and deposition techniques on surface roughness, scattering, and laser damage resistance*", Proc. SPIE 8530, (2012).
- IV. **K. Juškevičius**, R. Buzelis, S. Kičas, T. Tolenis, R. Drazdys, G. Batavičiūtė, E. Pupka, L. Smalakys, and A. Melninkaitis, "*Investigation of subsurface damage impact on resistance of laser radiation of fused silica substrates*", Proc. SPIE 8885, (2013).

- V. S. Kičas, G. Batavičiūtė, **K. Juškevičius**, T. Tolenis, R. Drazdys, R. Buzelis, and A. Melninkaitis, "*Characterization and application of HfO₂ - SiO₂ mixtures produced by ion-beam sputtering technology*", Proc. SPIE **8885**, (2013)
- VI. **K. Juškevičius**, M. Audronis, A. Subačius, R. Drazdys, R. Juškėnas, A. Matthews, and A. Leyland, "*High-rate reactive magnetron sputtering of zirconia films for laser optics applications*", Appl. Phys. A, 1-12 (2014)
- VII. M. Audronis, A. Matthews, **K. Juškevičius**, R. Drazdys, "*Unlocking the Potential of Voltage Control for High Rate Zirconium and Hafnium Oxide Deposition by Reactive Magnetron Sputtering*", Vacuum, 107, 159-163 (2014).
- VIII. **K. Juškevičius**, M. Audronis, A. Subačius, S. Kičas, T. Tolenis, R. Buzelis, R. Drazdys, M. Gaspariūnas, V. Kovalevskij, A. Matthews and A. Leyland, „*Fabrication of Nb₂O₅-SiO₂ mixtures by reactive DC - RF magnetron co-sputtering technique*“, Thin Solid Films (2014) (atiduotas redakcijai)

Kitos publikacijos

- I. S. Survilienė, A. Češūnienė, R. Juškėnas, A. Selskienė, D. Bučinskienė, P. Kalinauskas, **K. Juškevičius**, and I. Jurevičiūtė, "*The use of trivalent chromium bath to obtain a solar selective black chromium coating*", Appl. Surf. Sci. 305, 492-497 (2014).

Pranešimai konferencijose

1. G. Abromavicius, R. Buzelis, R. Drazdys, **K. Juškevičius**, K. Starke, D. Ristau, *Application of sputtered ZrO₂ and SiO₂ mixture layers for UV coatings*, The 5th International WLT-Conference on Lasers in Manufacturing, Munich, Germany, (2009).
2. M. Maciulevičius, A. Melninkaitis, **K. Juškevičius**, R. Buzelis. *Impact of repetition rate on ns-laser-induced damage threshold of optical coatings*, The 3rd International Conference „Radiation Interaction with Material and its Use in Technologies”, Kaunas, Lithuania, (2010).
3. **K. Juškevičius**, *Metalu oksidų mišinių plonų sluoksnių, dengtų jonaplauščio dulkinimo būdu optinių ir fizinių savybių tyrimas ir taikymas optinėms dangoms formuoti*, 1-oji FTMC doktorantų ir jaunųjų mokslininkų konferencija FizTech2010, Vilnius, Lietuva (2010).

4. **K. Juškevičius**, S. Kičas, T. Tolenis, R. Buzelis, R. Drazdys, *Metalų oksidų ir jų mišinių panaudojimas kintamo lūžio rodiklio optinėms dangoms formuoti*, Jaunųjų mokslininkų konferencija, Vilnius, Lietuva (2011).
5. G. Abromavičius, R. Buzelis, R. Drazdys, **K. Juškevičius**, S. Kičas T. Tolenis, J. Mirauskas, M. Ščiuka, V. Sirutkaitis, A. Melninkaitis, *Optical resistance and spectral properties of anti-reflective coatings deposited on LBO crystals by ion beam sputtering*, International conference of Advanced optical material and devices, Vilnius, Lithuania, (2011)
6. **K. Juškevičius**, R. Buzelis, S. Kičas, T. Tolenis, R. Drazdys, A. Selskis, A. Melninkaitis, S. Liukaitytė, D. Tumosa, I. Kraujalienė, *Decrease of subsurface damage impact to resistance of laser radiation of optical substrates*, The 4th International Conference Radiation Interaction with Material and its Use in Technologies, Kaunas, Lithuania, (2012).
7. S. Liukaitytė, G. Batavičiūtė, E. Pupka, M. Ščiuka, I. Kraujalienė, D. Tumosa, **K. Juškevičius**, A. Skrebutėnas, T. Tolenis, S. Kičas, R. Drazdys, R. Buzelis and A. Melninkaitis, *Effect of conventional fused silica preparation and deposition techniques on surface roughness, scattering and laser damage resistance*, Laser-Induced Damage in Optical Materials, SPIE, Boulder, USA, (2012).
8. **K. Juškevičius**, A. Subacius, T. Tolenis, S. Kicas, R. Buzelis, R. Drazdys *Characterization of niobia-silica mixture coatings produced by magnetron sputtering*, The 14rd International Conference „Advanced materials and technologies”, Palanga, Lithuania, (2012).
9. **K. Juškevičius**, M. Audronis, A. Subačius, S. Kičas, T. Tolenis, M. Gaspariūnas, R. Buzelis, R. Drazdys, A. Matthews and A. Leyland, *Fabrication of Nb₂O₅-SiO₂ mixtures by a hybrid reactive DC-RF magnetron sputtering technique*, Optical Interference Coatings, Whistler, Canada, (2013).
10. M. Audronis, **K. Juškevičius**, R. Drazdys, and A. Matthews, *Unlocking the potential of voltage control for high rate zirconium and hafnium oxide deposition by reactive magnetron sputtering*, 12th International symposium on sputtering and plasma processes, Kyoto, Japan, (2013).
11. **K. Juškevičius**, R. Buzelis, S. Kičas, T. Tolenis, R. Drazdys, A. Selskis A. Melninkaitis, G. Batavičiūtė, S. Liukaitytė, D. Tumosa, I. Kraujalienė, *Optinių elementų atsparumo UV lazerio spinduliutei optimizavimas*, 40-oji Lietuvos Nacionalinė fizikos konferencija, Vilnius, Lietuva, (2013).

12. A. Subačius, **K. Juškevičius**, M. Audronis, S. Kičas, T. Tolenis, R. Buzelis, R. Drazdys, R. Juškėnas, A. Matthews and A. Leyland, *Didelės augimo spartos cirkonio oksido sluoksnių formavimas reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu*, 40-oji Lietuvos Nacionalinė fizikos konferencija, Vilnius, Lietuva, (2013).

13. **K. Juškevičius**, R. Buzelis, S. Kičas, T. Tolenis, R. Drazdys, G. Batavičiūtė, E. Pupka, L. Smalakys, A. Melninkaitis, *Investigation of subsurface damage impact on resistance of laser radiation of fused silica substrates*, Laser-Induced Damage in Optical Materials, SPIE, Boulder, USA, (2013).

14. S. Kičas, G. Batavičiūtė, **K. Juškevičius**, T. Tolenis, R. Drazdys, R. Buzelis, A. Melninkaitis, *Characterization and application of mixtures produced by ion beam sputtering technology*, Laser-Induced Damage in Optical Materials, SPIE, Boulder, USA, (2013).

Paraiška patentui

K. Juškevičius, R. Buzelis, S. Kičas, T. Tolenis, *Lazeriu indukuotos pažaidos slenksčio padidinimas, esdinant optinius padėklus*, Paraiška patentui pateikta Lietuvos Respublikos Valstybiniam patentų biurui, Paraiškos Nr. 108, (2013).

Autoriaus indėlis

Autorius atliko daugelio eksperimentų planavimą, vykdymą ir jų rezultatų analizavimą. Pats atliko cheminio esdinimo eksperimentus, šiurkštumo matavimus, popaviršinių defektų analizę, daugiasluoksnių skaidrinimo dangų ant LBO kristalų, periodiškai kintančio lūžio rodiklio „Rugate“ ir „Noch“ filtrų modeliavimą ir optinių parametrų matavimus bei analizę. Optimizavo daugelį reaktyviojo magnetroninio ZrO_2 , NbO_2/SiO_2 mišinių dulkinimo procesų, atliko jų analizę, optinių ir fizinių savybių matavimus ir rezultatų interpretavimą.

Kitų bendraautorijų indėlis

Simonas Kičas vykdė jonapluoščio dulkinimo procesus, optinių dangų su periodiškai kintančiu lūžio rodikliu, panaudojant ZrO_2 ir HfO_2 mišinius su SiO_2 , formavimą, IBS sistemos kalibravimo, dangų modeliavimo darbus.

Andrius Subačius atliko dalį optinių pagrindukų ir plonųjų sluoksnių šiurkštumo AFM matavimų, ZrO_2 ir Nb_2O_5/SiO_2 mišinių magnetroninio dulkinimo procesų,

plonųjų sluoksnių įtempimų bei draustinių energijų juostos pločio matavimus ir skaičiavimus.

Dr. Martynas Audronis prisidėjo prie reaktyviojo magnetroninio dulkinimo procesų vystymo ir optimizavimo darbų, sukūrė reaktyvaus dulkinimo kontrolės sistemą „FloTron“, kuri buvo panaudota šiame darbe. Taip pat prisidėjo rašant mokslines publikacijas magnetroninio dulkinimo tema.

Gintarė Batavičiūtė atliko visus optinių pagrindukų ir dangų atsparumo lazerio spinduliuotei matavimus bei rezultatų interpretavimą.

Dr. Algirdas Selskis padėjo atlikti cheminį optinių pagrindukų ėsdinimą.

Prof. habil. dr. Remigijus Juškėnas atliko ZrO_2 sluoksnių ir Nb_2O_5/SiO_2 mišinių plonųjų sluoksnių XRD ir XPS analizę, bei suteikė vertingas konsultacijas medžiagotyros klausimais.

Dr. Rytis Buzelis, Dr. Ramutis Drazdys ir Giedrius Abromavičius prisidėjo prie ėsdinimo rezultatų apdorojimo, kintamo lūžio rodiklio dangų ant LBO kristalų charakterizavimo, mokslinių publikacijų rašymo, taip pat prie eksperimentų planavimo, darbo organizavimo ir reikiamų resursų suteikimo.

Mindaugas Gaspariūnas atliko plonųjų sluoksnių RBS analizę.

Andrius Puzas atliko optinių pagrindukų paviršiaus cheminės analizės tyrimus lazerinės abliacijos indukcinėje plazmoje metodu.

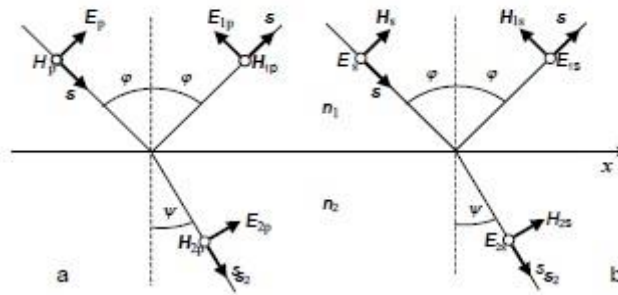
Prof. Allan Matthews ir Dr. Adrian Leyland prisidėjo, rašant mokslines publikacijas magnetroninio dulkinimo tema.

1. LITERATŪROS APŽVALGA

1.1 Elektromagnetinių bangų atspindys ir lūžis dviejų dielektrikų sandūroje, Frenelio sąryšiai

1831 – 1879 metais gyvenęs škotų mokslininkas Džeimas Klarkas Maksvelas (*James Clerk. Maxwell*) sukūrė vieningą elektromagnetizmo teoriją. Maksvelas užrašė keturias bendras lygtis, dabar vadinamas Maksvelo lygtimis, kurios susieja elektros krūvius bei sroves ir jų sukuriama elektromagnetinį lauką. Tos lygtys apibūdino visą elektromagnetinių reiškinių įvairovę, taip pat ir atspindį. Anksčiau gyvenęs (1788 – 1827 m.) prancūzų mokslininkas Augustinas Frenelis (*Augustin Fresnel*), remdamasis interferencijos principu paaiškino šviesos atspindį, lūžimą, bei įvairius difrakcijos atvejus ir tik vėliau Maksvelas tai užrašė griežtesne matematine forma, pagrįsta elektromagnetine šviesos teorija. Tačiau nei vieno Frenelio gauto svarbaus rezultato neteko atsisakyti – jie liko pagrindine optikos dalimi. Todėl šiame skyriuje šviesos atspindį ir lūžimą aiškinsime taip kaip aiškino Frenelis.

Šviesos atspindžio ir lūžio ir dėsniai aiškinami remiantis Hiuigenso (Huygens) principu, kuris teigia, kad *kiekvienas taškas, į kurį atėjo banga, yra antrinių bangų, sklindančiųjų į visas puses, šaltinis*. Atstojamoji banga yra antrinių bangų superpozicijos rezultatas. 1 pav. pavaizduotas šviesos atspindys ir lūžis dviejų, skirtingos dielektrinės skvarbos ε_1 ir ε_2 , terpių sandūroje (magnetinė skvarba $\mu_1 = \mu_2 = 1$) [10]. Į plokščią dviejų terpių sandūrą iš pirmosios terpės kampu φ krinta banga EH (1 pav.), kuri iš dalies atsispindi (E_1H_1) tuo pačiu kampu φ ir dalis pereina į antrąją terpę (E_2H_2), lūždama kampu ψ . Vektoriai S , S_1 ir S_2 nusako atitinkamų bangų energijos sklidimo kryptis. Jie statmeni bangos frontui bei vektoriams E ir H . Taigi pirmojoje terpėje yra dvi bangos – krintančioji ir atsispindėjusioji, kurios sklinda tuo pačiu faziniu greičiu $v_1 = \frac{c}{\sqrt{\varepsilon_1}}$, o antrojoje – viena lūžusioji, sklindanti faziniu greičiu $v_2 = \frac{c}{\sqrt{\varepsilon_2}}$.



1 pav. Šviesos atspindys ir lūžis dviejų dielektrikų sandūroje.

Natūralią (nepoliarizuotą) šviesą galima išreikšti kaip dviejų plokščiųjų bangų sumą, tiesiškai poliarizuotų tarpusavyje statmenose plokštumose ir sklindančių viena kryptimi tuo pačiu faziniu greičiu. Bet kurį vektorių galima išskaidyti į dvi dedamąsias: vieną elektrinio vektoriaus dedamąją bangos kritimo plokštumoje (1 pav.a), ji žymima indeksu p, o kitą – jai statmenoje plokštumoje (1 pav.b), žymima indeksu s. Magnetinis vektorius H yra statmenas E ir S (paveiksle H statmenas brėžinio plokštumai). Užrašome kraštines sąlygas atitinkamoms lygiagrečių vektorių E ir H amplitudžių projekcijoms į x ašį.

$$\begin{cases} E_{2p} \cos \psi = E_p \cos \varphi - E_{1p} \cos \varphi \\ H_{2p} = H_p + H_{1p} \end{cases} \quad (1)$$

Kadangi, $H_p = \sqrt{\varepsilon_1} E_p = n_1 E_p$; $H_{1p} = n_1 E_{1p}$; $H_{2p} = n_2 E_{2p}$ ir $n_1 \sin \varphi = n_2 \sin \psi$, tai, atlikę reikiamus matematinius veiksmus, galima išreikšti atsispindėjusios ir lūžusios šviesos elektrinio vektoriaus lygiagrečiąją dedamąją:

$$E_{1p} = E_p \frac{\tan(\varphi - \psi)}{\tan(\varphi + \psi)} \quad (2) \quad E_{2p} = E_p \frac{2 \sin \psi \cos \varphi}{\sin(\varphi + \psi) \cos(\varphi - \psi)} \quad (3)$$

Kraštines sąlygas statmenųjų dedamųjų amplitudžių projekcijoms užrašomos taip:

$$\begin{cases} E_{2s} = E_s + E_{1s} \\ H_{2s} \cos \psi = H_s \cos \varphi - H_{1s} \cos \varphi \end{cases} \quad (4)$$

Atlikus analogiškus matematinius veiksmus, galima išreikšti atsispindėjusios ir lūžusios šviesos elektrinio vektoriaus statmenąją dedamąją:

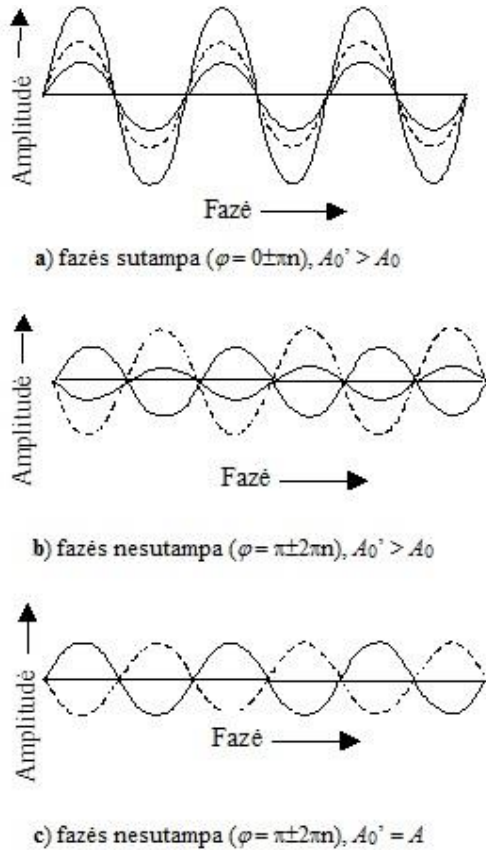
$$E_{1s} = -E_s \frac{\sin(\varphi - \psi)}{\sin(\varphi + \psi)} \quad (5)$$

$$E_{2s} = E_s \frac{2 \sin \psi \cos \varphi}{\sin(\varphi + \psi)} \quad (6)$$

Išraiškos (2) (3) (5) ir (6) yra *Frenelio formulės*. Jos nusako atsispindėjusios ir lūžusios plokščiosios bangos amplitudes ir fazes, kai į dviejų vienalyčių terpių sandūrą krinta monochromatinė plokščioji banga. Atsispindėjusios šviesos intensyvumą apibūdina *atspindžio koeficientas* $r = I_1/I = (E_1/E)^2$. Naudojant Frenelio formules, gaunamos tokios atspindžio koeficiento išraiškos:

$$r_p = \frac{E_{1p}^2}{E_p^2} = \frac{\tan^2(\varphi - \psi)}{\tan^2(\varphi + \psi)} \quad (7)$$

$$r_s = \frac{E_{1s}^2}{E_s^2} = \frac{\sin^2(\varphi - \psi)}{\sin^2(\varphi + \psi)} \quad (8)$$



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

1.2 Interferencija plonose plėvelėse

Šviesos interferencija – tai dviejų ar daugiau koherentinių elektromagnetinių bangų sąveikos erdvėje rezultatas, kai svyravimai tam tikrose vietose sustiprėja arba susilpnėja (2 pav.). *Koherentinėmis bangomis vadinamos tokios bangos, kurių fazių skirtumas ir amplitudė ilgai (per stebėjimo trukmę) išlieka pastovūs.*

Šiluminių šviesos šaltinių atomai bangų vorą išspinduliuoja per $\sim 10^{-8}$ s [11]. Nustojęs spinduliuoti atomas bet kada vėl gali išspinduliuoti kitą bangų seką, kurios fazė bus nesusijusi su ankstesne ir kinta chaotiškai nuo 0 iki 2π , todėl interferencija nepasireiškia.

Tačiau A. Frenelis parodė, kad dalinant kelių artimai sąveikaujančių atomų spinduliuojamą šviesą į du atskirus srautus, bangas galima padaryti

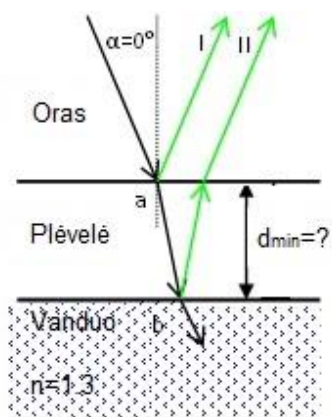
koherentinėmis. *Laiką, per kurį skleidžiamų bangų fazių skirtumas lieka pastovus, vadiname koherentiškumo laiku* (9)

$$t_{koh} \sim \frac{\lambda^2}{c\Delta\lambda} \quad (9)$$

ženklas „~“ reiškia, kad tos pačios eilės dydis. $\Delta\lambda$ – bangos spektro plotis. Monochromatinės bangos $\Delta\lambda=0$, todėl koherentiškumo laikas begalinis. *Atstumas $l_{koh} = ct_{koh}$, kurį nusklinda banga per koherentiškumo laiką, vadinamas koherentiškumo ilgiu* (10), t. y. nusklidus bangai šį atstumą, jos atsitiktinės fazės pokytis bus lygus π .

$$l_{koh} \sim \frac{\lambda^2}{\Delta\lambda} \quad (10)$$

Šiluminių šviesos šaltinių koherentiškumo laikas žymiai trumpesnis (10^{-9} s - 10^{-10} s) nei spinduliavimo trukmė ($\sim 10^{-8}$ s), todėl koherentiškumo ilgis (3 – 30) cm. Lazериuose dėl priverstinės spinduliuotės susidaro tapačių fotonų srautas, todėl, jei lazeris yra nuolatinės veikos, jo koherentiškumo laikas gali būti $\sim 10^{-2}$ s, o koherentiškumo ilgis siekti 1000 km. Imant visą Saulės spinduliuojamą spektrą, koherentiškumo laikas $t_{koh} \approx 10^{-14}$ s, o koherentiškumo ilgis $l_{koh} \approx 3\mu\text{m}$, todėl baltos šviesos interferencija gali būti stebima tik plonose plėvelėse.



3 pav. Atspindys plonoje plėvelėje.

Panagrinėkime visiems matytą reiškinį, kai riebalų ar naftos dėmė ant šlapio asfalto (vandens) matoma įvairiausių spalvų. Įvertinkime mažiausią plėvelės storį, kuriam esant plėvelė yra žalia (500 nm). Šis reiškinys susidaro dėl šviesos spindulių atspindžio nuo abiejų skaidrios plėvelės paviršių (3 pav.). Paprastumo dėlei sakykime, kad stovime virš dėmės ir žiūrime į ją statmenai, t.y. šviesos spindulių kritimo kampas $\alpha = 0^\circ$. Interferuos dvi vieno spindulio dalys (I ir II) nuėjusios skirtingus kelius. Spindulių eigos skirtumas

susidaro vienam spinduliui atsispindint nuo sandūros a, kitam dalinai perėjus į plėvelę ir dalinai atsispindėjus nuo sandūros b ir grįžtant į pirmąją aplinką. Šiuo atveju spindulys nukeliavo atstumą $2d$. Užrašykime šiuos kelius (11):

$$\begin{aligned} \Delta_a = 0, \text{ jei } n > n_1 & \quad \Delta_b = 2d, \text{ jei } n_1 > n_2 \\ \Delta_a = \frac{\lambda}{2}, \text{ jei } n < n_1 & \quad \Delta_b = 2d + \frac{\lambda}{2}, \text{ jei } n_1 < n_2 \end{aligned} \quad (11)$$

Mūsų pasirinktame pavyzdyje plėvelės lūžio rodiklis ($n_1 = 1,5$) didesnis už oro ir vandens, todėl, remiantis (2) sąlygomis, parašysime dviejų spindulių optinių eigu skirtumą Δ (12):

$$\Delta = \Delta_b - \Delta_a = 2d - \frac{\lambda}{2} \quad (12)$$

Kadangi plėvelė atrodo žalia, tai reiškia, kad šiam bangos ilgiui (500 nm) tenkinama interferencijos maksimumo sąlyga $\Delta = m\lambda$ (13)

$$\Delta = 2d - \frac{\lambda}{2} = m\lambda \quad \Rightarrow 2d = (m + \frac{1}{2})\lambda \quad m = 0,1,2,3,\dots \quad (13)$$

$\lambda = \frac{\lambda_{vak}}{n_1}$ – bangos ilgis plėvelėje, todėl (13) galima perrašyti:

$$2d = (m + \frac{1}{2}) \frac{\lambda_{vak}}{n_1}. \quad (14)$$

Kadangi reikia rasti mažiausią plėvelės storį, tenkinantį konstruktyvios interferencijos sąlygą, imame nulinės eilės maksimumą $m = 0$ ir suskaičiuojame šį storį:

$$2d = \frac{\lambda_{vak}}{2n_1} \Rightarrow \underline{\underline{d = \frac{\lambda_{vak}}{4n_1}}} \Rightarrow d = \frac{500}{4 * 1,5} = 83,3nm \quad (15)$$

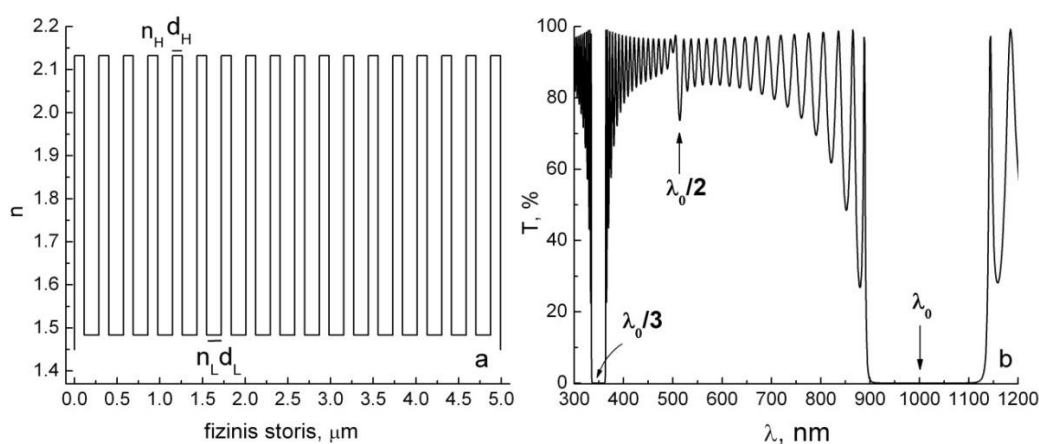
Tai nėra vienintelis storis šiam bangos ilgiui, kiti storiai $m = 1,2,\dots$ taip pat galimi, tačiau $\lambda/4$ optinis storis yra mažiausias ir jis plačiai taikomas optinių dangų gamyboje. Visada galima rasti tokį $\lambda/4$ optinį storį, kad šis tenkintų interferencijos maksimumo ar minimumo sąlygą duotajam bangos ilgiui. Šių dangų konstrukcijos taip ir vadinasi – $\lambda/4$ optinio storio dangos. Jei plėvelės storis pasidaro didelis, t.y. viršija koherentiškumo ilgį – interferencija nevyksta, nes atsispindėję spinduliai nuo pirmo ir antro paviršiaus tampa nekoherentiniai.

1.3 Optinių dangų konstrukcijos

Ką tik aptartas klasikinis plonųjų plėvelių pavyzdys gerai paaiškina interferencinių plėvelių veikimo principą. Analogiškai kaip ir gamtoje, parenkant tam tikrą dielektrinių plėvelių storį, galima suformuoti interferencinio maksimumo ar minimumo sritis bet kurioje spektro dalyje nuo vakuuminio ultravioleto (VUV iki tolimosios infraraudonos srities FIR) [12]. Toliau aptarsime dielektrinių plėvelių taikymo lazerio spinduliuotei „valdyti“ galimybes įvairių konstrukcijų optinėse dangose.

1.3.1. Paskirstyto Brego atspindžio dangos „Distributed Bragg reflectors“ (DBR)

Tai tokios optinių sluoksnių struktūros, kuriose didelio n_H ir mažo n_L lūžio rodiklio poros periodiškai auginamos ant skaidraus padėklo, suformuodamos mažo pralaidumo (didelio atspindžio) zoną ties centriniu bangos ilgiu $\lambda_0 = 2(n_H d_H + n_L d_L)$ ir aukštesnėmis harmonikomis λ_0/m , kur $m > 1$. Jei tenkinama sąlyga $n_H d_H = n_L d_L$ ($\lambda_0/4$ optinio storio sluoksnių poros), bus suformuotas efektyviausias veidrodis ties λ_0 [1],[13],[14] ir visomis nelyginėmis harmonikomis $\lambda_0/3, \lambda_0/5...$ Tačiau net ir nedidelis ($< 1\%$) $\lambda_0/4$ optinio storio neatitikimas sukelia silpną spektro iškreipimą ties antrąja harmonika ($\lambda_0/2$).



4 pav. Didelio atspindžio $\lambda_0/4$ optinio storio lūžio rodiklio dangos profilis (a) ir pralaidumo spektras su aukštesnės eilės harmonikomis (b).

Didelio atspindžio (mažo pralaidumo) zonos plotis ir maksimali vertė ties centriniu bangos ilgiu priklauso nuo didelio n_H ir mažo n_L lūžio rodiklio porų skaičiaus ir jų santykio. Kuo didesnis šis santykis ir porų skaičius (16), tuo didesnis formuojasi atspindys ir zonos plotis ties λ_0 .

$$\text{Atspindys} = \left(\frac{1-p}{1+p} \right)^2, \text{ kur } p = \left(\frac{n_H}{n_L} \right)^{N-1} \times \frac{n_H^2}{n_S}, \quad (16)$$

čia n_S – padėklo ant kurio formuojama danga lūžio rodiklis, N – bendras n_H ir n_L sluoksnių skaičius.

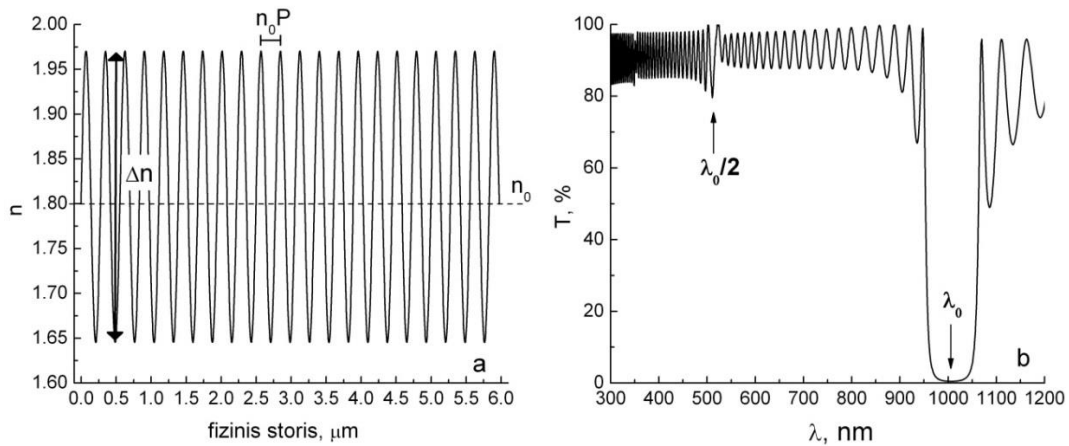
1.3.2. Rugate tipo dangos

Optinės dangos, kuriose lūžio rodiklis tolygiai osciliuoja, augant dangai, vadinamos *rugate* tipo dangomis [15]. Šis periodinis augimas, analogiškai ketvirčio bangos ilgio sluoksnių porų periodiškumui, taip pat suformuoja mažo pralaidumo zoną ties centriniu bangos ilgiu, kuri yra $\pi/4$ kartų siauresnė negu DBR veidrodžių atveju. Tačiau pagrindinis šių dangų skirtumas – pralaidumo aukštesnių eilių harmonikoms eliminavimas spektre (5 pav.b) [16]. Periodinį lūžio rodiklio kitimą galime užrašyti sinuso dėsnio (17), kur galutinis dangos spektras lemiamas trimis pagrindiniais parametrais [14] [17]: n_0 – vidutiniu lūžio rodikliu, $\Delta n = n_H - n_L$, λ_0 – centrinis bangos ilgis.

$$n(d) = n_0 + \frac{\Delta n}{2} \sin\left(\frac{4\pi d}{\lambda_0}\right) \quad (17)$$

$$\lambda_0 = 2n_0 P \quad (18)$$

čia P – rugate periodo fizinis storis, d – dangos storio parametras, Δn – lūžio rodiklio kontrastas, kuris nusako veidrodžio pralaidumo juostos plotį, analogiškai kaip $\lambda_0/4$ optinio storio dangų konstrukcijose.



5 pav. Rugate dangos lūžio rodiklio profilis (a) ir charakteringas pralaidumo spektras (b).

Daugeliu atvejų dangos išorinė aplinka yra padėklas ir oras, kurių lūžio rodikliai nesutampa su pirmaisiais ir paskutiniais dangos sluoksniais, todėl dėl daugkartinių atspindžių tarp sandūrų danga-oras/danga-padėklas spektre stebimos interferencinės bangelės (smailės). Siekiant sumažinti šį efektą, į dangos konstrukciją įvedami dangos ir išorinės aplinkos sutapatinimo sluoksniai (*angl. – index-matching layers*), t.y. tam tikras skaičius sluoksnių, kurių lūžio rodiklis kinta nustatytu dėsniu, kol galiausiai sutampa su *rugate* dangos vidutiniu lūžio rodikliu n_0 (6 pav.a). Sutapatinimo sluoksnių kitimo dėsnis gali būti įvairus (tiesinis, kubinis ar kt.), tačiau nustatyta, kad pats optimaliausias, labiausiai gesinantis bangeles yra penktojo laipsnio „quintic“ polinomas [18].

$$n(d) = n_{pag} + (n_{pag} - n_0)(10t^3 - 15t^4 + 6t^5), \quad (19)$$

kur n_{pag} ir n_0 – atitinkamai pagrinduko ir *rugate* dangos vidutiniai lūžio rodikliai, t – normuotas sluoksnio storis

$$\begin{aligned} t &= d / T \\ 0 &\leq t \leq 1 \end{aligned} \quad (20)$$

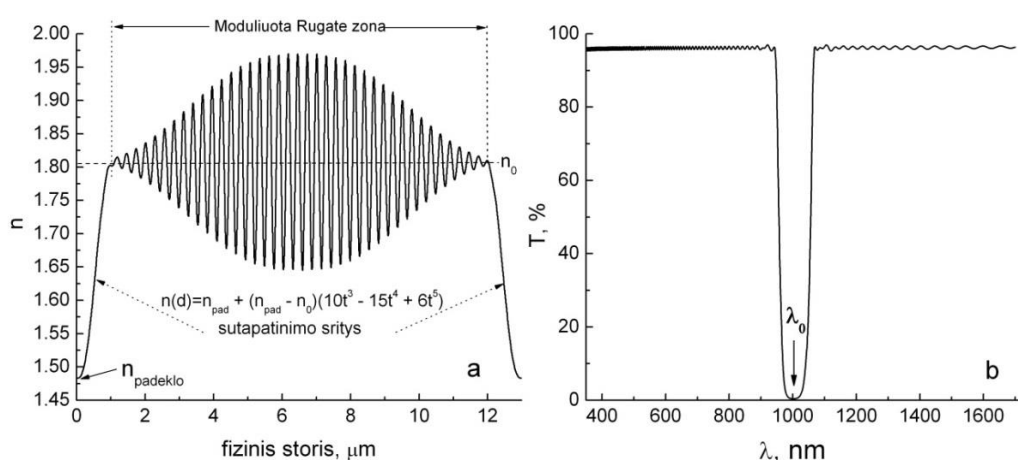
čia T – sluoksnelio storis. Optimaliausias pralaidumas suformuojamas, kai sutapatinimo sluoksnių bendras optinis storis yra ne mažesnis nei centrinis bangos ilgis, kuriam formuojamas veidrodis.

Suprantama, kad sutapatinti *rugate* dangos vidutinį lūžio rodiklį su oru nėra paprasta, todėl dažniausiai baigiant formuoti dangą, jos lūžio rodiklis

analogišku dėsniu vėl sutapatinamas su padėklo lūžio rodikliu (6 pav.a). Šis metodas gali būti taikomas plačiąjuostėms skaidrinančioms dangoms formuoti.

Itin didelio pralaidumo ($T \sim 97-99\%$) dangoms plačiam diapazonui suformuoti naudojama *rugate* srities apodizacija (tam tikra funkcija moduluotas lūžio rodiklio profilio kitimas) (21). Tai leidžia dar labiau sumažinti abipus mažo pralaidumo srities esančias interferencines bangeles (6 pav.b).

$$n(d) = n_0 + \frac{\Delta n}{2} f(Apod) * \sin\left(\frac{4\pi d}{\lambda_0}\right) \quad (21)$$



6 pav. Rugate danga: moduluotas lūžio rodiklio profilis su „quintic“ sutapatinimo sluoksniais (a); charakteringas pralaidumo spektras (b).

Pasirinkimas, kokių dėsniais moduluoti lūžio rodiklio profilį, priklauso nuo būsimos *rugate* dangos taikymų ir kitų aplinkybių. Dažniausiai sutinkamos funkcijos yra gausinė, sinusinė, eksponentinė-sinusinė, arba jų ir kitų funkcijų kombinacijos [19].

Dar 1958 m. Baumeisteris (*Baumeister*) pademonstravo *rugate* filtrų skaičiavimo metodiką [20]. Vėliau, devintajame dešimtmetyje Sautvelas (Southwell) publikavo darbų ciklą, kuriame apibrėžė įvairius *rugate* dangų modeliavimo atvejus, pritaikant apodizacijos ir sutapatinimo sričių funkcijas [9, 16, 21]. Kintančio lūžio rodiklio dangų struktūros padeda suformuoti mažo atspindžio skaidrinančias dangas [13, 14], siaurajuosčius bei plačiąjuosčius spektrinius filtrus [15, 22]. Tačiau filtrus galima projektuoti ir nenaudojant

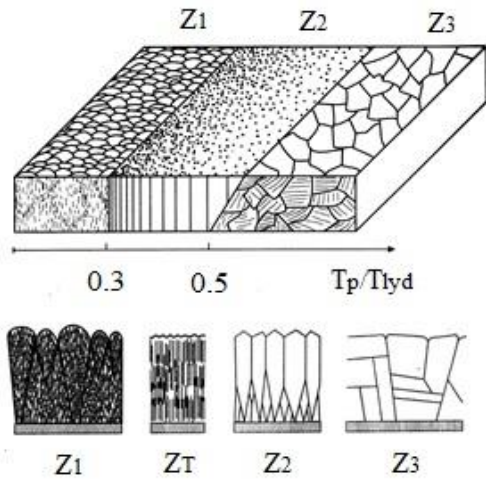
kintamo lūžio rodiklio struktūrų [23]. Naudojant įvairius dviejų medžiagų, turinčių skirtingus lūžio rodiklius, storus galima gauti apie 30% plonesnes dangas nei *rugate* tipo. Tačiau *rugate* struktūros yra vienintelės, kurios suformuoja itin didelio optinio pralaidumo sritis plačiame spektro diapazone, todėl šios dangų struktūros sulaukia didelio dėmesio.

1.4. Optinių dangų fizinės savybės

1.4.1. Dangų mikrostruktūros formavimasis

Nepriklausomai nuo naudojamos dengimo technologijos, dangų mikrostruktūros formavimasis vyksta keliais etapais. Kadangi dažniausiai dangos yra nusodinamos iš garų fazės, pirmas etapas yra būsimos dangos molekulių (garų) adsorbicija ant dengiamo padėklo [24]. Jei jos turi pakankamai daug energijos, molekulės keliauja padėklo paviršiumi besikeisdamos energija tarpusavyje, kol desorbuojasi (palieka padėklo paviršių) arba atsitiktinai „įkalinamos“ srityse su didesnėmis ryšio energijomis. Taigi, antras etapas yra paviršinė difuzija. Kitas etapas yra užuomazgų (branduolių) susidarymas (angl. *nucleation*, S 3493 Fizikos terminų žodynas 2007), kai difunduojančios dalelės (molekulės) sukimba, susijungia ir apie jas pradeda formotis salelės. Tokios salelės auga, kol susilieja galiausiai suformuodamos plėvelės mikrostruktūrą, t.y. topografiją (šiurkštumą) ir kristalografiją (nuo amorfinės ir polikristalinės, kai kurioms dangoms iki kristalinės struktūros). Tai ketvirtas etapas. Paskutinis etapas - tūrinė difuzija – vyksta plėvelės ir padėklo sąveika po padengimo proceso. Šiame etape galutinai susiformuoja danga.

Remiantis struktūros zoniniu modeliu (SZM), išskiriamos keturios dangų mikrostruktūros formavimosi zonos, nusodinant medžiagas iš garų fazės plačiame medžiagų diapazone (7 pav.) [25]. Tai priklauso nuo padėklo temperatūros ir plėvelės medžiagos lydymosi temperatūrų santykio $\frac{T_p}{T_{lyd}}$, taip pat nuo dengimo technologijos, naudojamų padėklų medžiagos, jų apdirbimo.



7 pav. Pagrindinės plėvelių struktūros formavimosi zonos, kintant T_p/T_{lyd} .

Pirmoje zonoje (Z_1) santykis T_p/T_{lyd} toks mažas, kad paviršinės difuzijos galime nepaisyti. Danga sudaryta iš stulpų, atskirtų daugybe tuštumų (defektų). Tokia struktūra retai pasižymi kristališkumu ir dažniausiai būna amorfinė. Stulpų viršus (dangos paviršiaus topografija) yra kupolo formos. Kupolas didėja plėvelei storėjant. Pavyzdžiui, ZrO_2 lydymosi temperatūra yra 2970 K, ir jei padėklų temperatūra 293 K (20 °C), tai danga pasižymi „ Z_1 “ zonos struktūra, T_p/T_{lyd} santykis – 0,1.

Tokios dangos yra nevienalytės, porėtos, todėl optinių parametrų nestabilumas riboja jų panaudojimą optiniams komponentams gaminti.

„T“ zoną Z_T ($0,15 < T_p/T_{lyd} < 0,3$) taip pat sudaro stulpai panašiai kaip ir pirmojoje, bet nestebimos tuštumos, stulpai turi glaudesnę ryšį, o stulpų paviršius nėra kupolo formos. Tai susiję su papildomos energijos sukeltais procesais (naudojamas dangos sutankinimas jonais), pagrinduko paviršiaus kristaline orientacija, didesne jo temperatūra dengimo metu bei kitais dengimo parametrais. Tai dažniausiai pasireiškianti optinių dangų mikrostruktūra, garinant metalų oksidus elektronų pluoštu. Jei prisiminsime ZrO_2 , kurio lydymosi temperatūra 2970 K, ir jei padėklų temperatūra 573 K (300°C), tai danga pasižymi „T“ zonos struktūra, o T_p/T_{lyd} santykis atitinkamai 0,19. Šios dangos pasižymi didesniu vienalytiškumu nei Z_1 zonos dangos, tačiau vis dar stebimas porėtumas, todėl jos linkusios absorbuoti drėgmę, esančią atmosferoje, kuri savo ruožtu blogina dangos stabilumą, atsparumą bei kitus optinius parametrus.

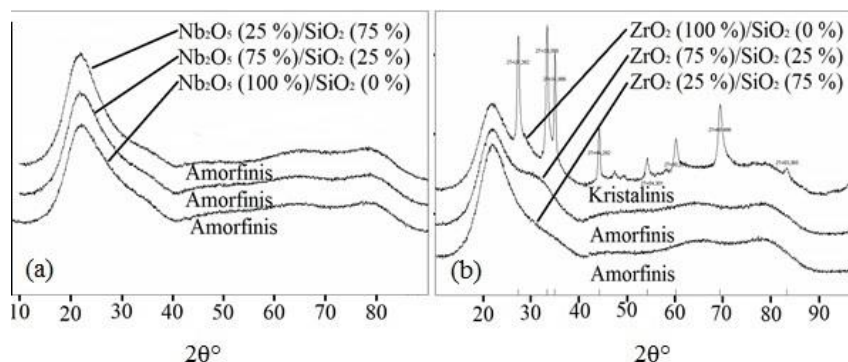
Zonos Z_2 santykis $T_p/T_{lyd} > 0,3$ pakankamai didelis ir paviršinė difuzija tampa svarbi. Mikrostruktūra sudaryta taip pat iš stulpų, turinčiu glaudų tarpusavio ryšį. Todėl defektų (tuštumų) pasitaiko mažiau nei pirmojoje zonoje. Tokios dangos gali būti kristalinės arba amorfinės. Paviršiuje dažniausiai sudaro

ne kupolą, o briaunelę. Reiktų paminėti, kad stulpų diametras didėja, didėjant santykiui T_p/T_{lyd} . Tokios dangos yra vienlytiškesnės, tankesnės, todėl pasižymi stabilesniais optiniais parametrais. Šia struktūra pasižymi VUV dangos, pavyzdžiui LaF_3 , kurio $T_{lyd}=1770$ K, kai padėklų temperatūra yra 573 K (300°C), tada T_p/T_{lyd} santykis 0,324 arba MgF_2 , kurio lydymosi temperatūra 1539 K, T_p/T_{lyd} santykis lygus 0,372.

Trečioji zona prasideda, kai santykis toks didelis $T_p/T_{lyd} > 0,5$, kad gali prasidėti tūrinis plėvelės atkaitinimas dengimo proceso metu. Šią izotropinę struktūrą sudaro gausybė kristalitų. Tokių dangų paviršius lygesnis nei bet kurių kitų zonų.

Po padengimo kai kurios dangos specialiai atkaitinamos didelėje temperatūroje, siekiant galutinai suformuoti reikiamą dangos struktūrą (vyksta tūrinė difuzija).

Aptarti dangų mikrostruktūros modeliai gerai tinka sluoksniams, nusodintiems iš garų fazės, t.y. šiluminio garinimo elektronų spindulių technologija arba termovaržiniu garintuvu, tačiau T_p/T_{lyd} santykis ir mikrostruktūros morfologija negalioja dulkinimo didelės energijos (>100 eV) jonų pluoštais technologijoms. Nors šiuo būdu suformuotoms dangoms taip pat galime taikyti zoninį modelį [25], tačiau visas zonas sunku identifikuoti skirtingoms medžiagoms, nes perėjimai tarp zonų nėra staigūs ir aiškūs. Šių procesų metu padėklo temperatūra artima kambario, tačiau dėl geros paviršinės difuzijos susiformuoja tankios ir stabilios dangos, turinčios mažai tūrinių defektų. Esant energingoms (1 ÷ 40 eV) dangos medžiagos dalelėms (pvz. metalų oksidų), paviršinė difuzija gerai vyksta be papildomo padėklo pakaitinimo. Tokių dangų struktūra priklausomai nuo medžiagos ir technologinio proceso parametrų būna polikristalinė arba amorfinė. Jonapluoščio dulkinimo būdu suformuotų ZrO_2 ir Nb_2O_5 bei jų mišinių su SiO_2 monosluoksnių mikrostruktūros rentgenodifrakcijos analizė pateikta 8 pav. [26].



8 pav. Rentgenodifrakciniu metodu nustatyta a) Nb₂O₅/ SiO₂, b) ZrO₂/ SiO₂ mišinių mikrostruktūros būsenos priklausomybė nuo frakcinės sudėties [26].

Nustatyta, kad gryno Nb₂O₅ bei įvairių jo mišinių su SiO₂ sluoksnių struktūra yra amorfinė, kai tuo tarpu gryno ZrO₂ sluoksniai pasižymi polikristaline struktūra, o ZrO₂/SiO₂ mišiniai – amorfine. Todėl svarbu žinoti sluoksnių mikrostruktūrą, kadangi jie lemia kitus šviesos ir dangos sąveikos parametrus, pvz. sklaidos nuostoliai didesni kristalinėse dangose.

1.4.2. Mechaniniai įtempiai

Medžiagos optinėms dangoms formuoti dažniausiai pasirenkamos pagal jų skaidrumą reikiamame diapazone. Be to pasirinkimą dažnai lemia būsimos dangos ir padėklo suderinamumas. Vienas svarbiausių – šiluminių plėtimosi koeficientų suderinamumas. Jei medžiagos ir padėklo šiluminiai plėtimosi koeficientai stipriai skiriasi, didelė tikimybė, kad danga sutrūks. Tai labai svarbu UV srities dangoms.

VUV srityje plačiai naudojami fluoridai (LaF₃, MgF₂, Na₃AlF₆, NdF₃), turintys platesnę draustinių energijų juostą nei metalų oksidai (HfO₂, Al₂O₃, MgO), tačiau dideli mechaniniai įtempiai fluoridų sluoksniuose, sukeltys VUV daugiasluoksnių dangų sutrūkimus, riboja jų taikymus [27] [28]. Įtempius sukelia besiformuojančios dangos mikrostruktūra, kuri savo ruožtu priklauso nuo padėklo ir medžiagos savybių (pvz. skirtingų šiluminio plėtimosi konstantų, 1 lentelė), proceso parametrų (padėklų temperatūros, dengimo greičio,

bazinio slėgio ir t.t.) [29] [30]. Kiti veiksniai, turintys įtakos įtempimams yra defektai, sugerta ore esanti drėgmė.

Bendru atveju, įtempius galime apibrėžti vidinių σ_v , išorinių σ_{is} , šiluminių (temperatūrinių) σ_T ir kartais fizikinių–cheminių σ_{fch} įtempių suma [27]:

$$\sigma_{visas} = \sigma_v + \sigma_{is} + \sigma_T + \sigma_{fch} \quad (22)$$

Vidiniai σ_v įtempiai susiję su dangos chemine sudėtimi (stechiometrija), kristaline struktūra (mikrostruktūra) bei padėklo ir dangos sąveika. Jie jautrūs tokiems dengimo parametrams kaip padėklo temperatūra, dengimo sparta, bazinis slėgis dengimo metu bei liekamasis atmosferos slėgis. Išoriniai įtempiai σ_{is} susiję su tūriniais visos dangos pokyčiais. Temperatūriniai įtempiai σ_T yra sąlygojami dangos α_d ir padėklo α_p šiluminių plėtimosi koeficientų skirtumo bei temperatūrų skirtumu tarp aplinkos T_a ir esamos padėklo temperatūros T_p dengimo proceso metu:

$$\sigma_T = \left(\frac{E_d}{1 - \nu_d} \right) (\alpha_d - \alpha_p) (T_a - T_p) \quad (23)$$

Čia E_d ir ν_d – atitinkamai dangos Jungo modulis ir Puasono santykis. Fizikiniai – cheminiai įtempiai σ_{fch} susidaro dėl drėgmės pritraukimo į porėtą dangos struktūrą bei sąveika su ja, taip pat oksidacijos procesų, vykstančių dangoje.

Pagrinduko parinkimas ir dangos sluoksnių skaičius turi didelę reikšmę dangos įtempiams, kadangi atsirandantis šiluminių plėtimosi konstantų skirtumas gali būti labai didelis (1 lentelė), pavyzdžiui MgF_2 – $16,5 \times 10^{-6}/K$, o plačiai naudojamo lydyto kvarco FS (*angl. fused silica*) padėklo tik $0,55 \times 10^{-6}/K$. Tokiu atveju, pagal (23) išraišką šiluminiai įtempiai dangoje ir padėklo – dangos sandūroje sukels dangos trūkimą ar net nusilupimą. Storesnė danga dar labiau pastiprins šį efektą. Šiuo atveju, galima būtų pasirinkti CaF_2 padėklą ir MgF_2 kaip dangos medžiagą, nes jų šiluminės plėtros konstantų skirtumas mažesnis

1 lentelė Dangų medžiagų ir padėklų šiluminio plėtimosi koeficientai.

Medžiagos ir padėklai	Šiluminio plėtimosi koeficientai, $\times 10^{-6}/K$
LaF ₃	8,60
MgF ₂	16,5
HfO ₂	1,40
SiO ₂	0,70
K9	7,10
FS	0,55
CaF ₂	18,85
ZrO ₂	5-10
Al ₂ O ₃	8,10
TiO ₂	8-10

$(18,85 \text{ ir } 16,50) \times 10^{-6}/\text{K}$. Yra ir papildomų būdų eliminuoti šiuos, dėl šiluminio plėtimosi konstantų nesutapimo atsirandančius, įtempius. Vienas svarbiausių – rasti optimaliausią dangos konstrukciją, t.y. parinkti atitinkamas medžiagas, padėklą, sluoksnių skaičių. Nustatyta, kad ant FS padėklo formuojant daugiasluoksnę dangą naudojant fluoridus ($\text{MgF}_2/\text{LaF}_3$), įtempiai sumažėja, pradžioje ant padėklo padengiant pereinamuosius sluoksnius iš metalų oksidų ($\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$). Tai logiška išvada, sekanti iš anksčiau aptarto atvejo, kad padėklo – dangos sandūroje šiluminių plėtimosi koeficientų skirtumas būtų kuo mažesnis (1 lentelė). Kitas labai svarbus etapas yra temperatūriniai režimai, baigus dengimo procesą. Žinome, kad baigus garinimo procesą danga nesustoja formotis, vyksta tūrinė difuzija, dangos salelės užima stabiliausias padėtis, galutinai suformuodamos tankesnę struktūrą. Dažnai naudojamas specialus dangos atkaitinimas arba gradientinis aušimas, leidžiantys išvengti staigaus temperatūrinio šoko, kuris gali sukelti dangos trūkius. Tačiau, esant intensyviai lazerinės spinduliuotės poveikiui, lokaliai temperatūra pakyla šimtus laipsnių, todėl kai kurioms dangoms tai gali sukelti kritinius įtempius, pažeidžiančius dangas.

1.5 Dielektrinių medžiagų optinės savybės

1.5.1. Optinių savybių priklausomybė nuo bangos ilgio

Kaip buvo minėta anksčiau, medžiagų pasirinkimas optinėms dangoms formuoti priklauso nuo jos sugerties, t.y. ar medžiaga sugeria spinduliuotę tiriamame diapazone ar ne. Įvairių medžiagų skaidrumo intervalas yra skirtingas, todėl konkretaus spektrinio diapazono optinės dangos auginamos parenkant skirtingas medžiagas. Pagrindinių dielektrinių medžiagų pralaidumo ribos ir lūžio rodiklio vertė 550 nm bangos ilgiui pateiktos 2 lentelėje.

2 lentelė Dielektrinių medžiagų optiniai parametrai.

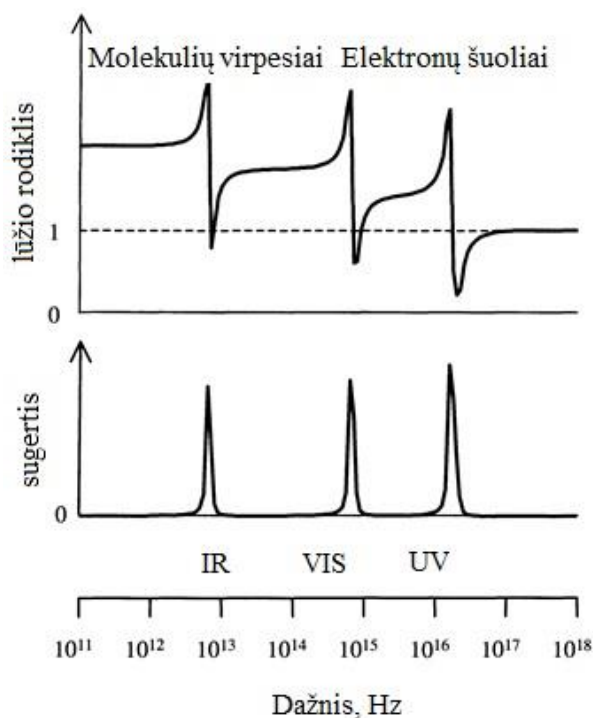
Medžiaga	Pralaidumo sritis, μm	Lūžio rodiklis @550 nm
SiO ₂	0,2-9	1,45-1,5
Al ₂ O ₃	0,2-7	1,63 (T=300)
HfO ₂	0,25-12	1,95 (T=250)
Y ₂ O ₃	0,25-12	1,87 (T=250)
ZrO ₂	0,34-12	1,95-2,05 (T=200)
Ta ₂ O ₅	0,3-10	2,03-2,09
Nb ₂ O ₅	0,38-8	2,35-2,4
TiO ₂	0,4-3	2,1-2,4

Medžiaga sklindanti šviesa sąveikauja su jos atomais, jonais ar molekulėmis. Šviesos elektrinis laukas verčia virpėti jas bangos dažniu. Sklindančios šviesos dažniu virpantys elektronai ar jonai spinduliuoja to paties dažnio antrines koherentines bangas, jos interferuoja tarpusavyje ir su sklindančiąja banga [11]. Šios

bangų interferencijos padariniai – tai šviesos bangų sklaida, atspindys ir kiti reiškiniai. Žinome, kad medžiagos lūžio rodiklis yra kompleksinis dydis $\tilde{n} = n + ik$, kurio menama dalis k tiesiogiai susijusi su sugerties koeficientu $\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda}$, o $n = \sqrt{\varepsilon}$, todėl iš analogijos $\tilde{\varepsilon} = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2$. Realios ir menamos dielektrinės skvarbos priklausomybę nuo elektromagnetinės spinduliuotės dažnio aprašo elektroninė dispersijos teorija [31]:

$$\varepsilon_1(\omega) \equiv 1 + \chi + \frac{Ne^2}{\varepsilon_0 m_0} \frac{\omega_0^2 - \omega^2}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\gamma\omega)^2} \quad \varepsilon_2(\omega) \equiv \frac{Ne^2}{\varepsilon_0 m_0} \frac{\gamma\omega}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\gamma\omega)^2} \quad (24)$$

kur ω_0 – medžiagos dalelių savasis svyravimų dažnis (rezonansinis), ω – spinduliuotės dažnis, γ – slopinimo parametras susijęs su medžiagos dalelių sąveika su aplinka ir antrine spinduliuote. Taigi, medžiagos skaidrumo srityje spinduliuotės dažnis yra toli nuo rezonansinių dažnių, todėl sugertis labai maža. Dėl to menamos lūžio rodiklio dalies galime nepaisyti. Pralaidumo zonos raudonajame krašte, kai spinduliuotės dažnis yra ($10^{12} \div 10^{13}$ Hz) ir tampa artimas saviesiems molekulių virpėjimo dažniams, pasireiškia sugertis tarp medžiagos molekulių virpesinių lygmenų (9 pav.). Tai medžiagų sugertis tolimojoje



9 pav. Medžiagų lūžio rodiklio ir sugerties priklausomybė nuo spinduliuotės dažnio.

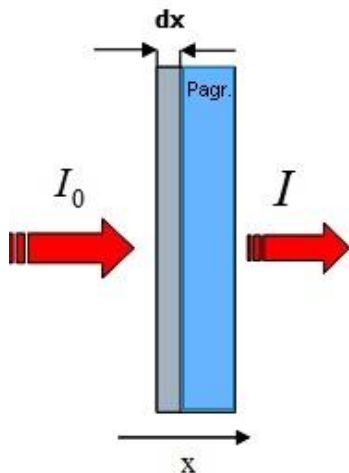
draustinės juostos plotį. Taigi medžiagoje yra daugybė charakteringų rezonansinių dažnių, atitinkančių įvairius gardelės svyravimus ar elektronų oscilacijas.

1.5.2. Sugertis

Sąveikaujant tam tikro dažnio lazerinei spinduliuotei su dielektrine medžiaga, sugertis nors ir silpna, tačiau visada yra. Jei šviesai pereinant per medžiagos sluoksnius ir joje pasitaikančius defektus jos spektrinė sudėtis nekinta, t.y. įvairių ilgių bangos sugeriamos vienodai, tai tokia sugertis vadinama paprastąja. Tačiau kartais kai kurios spektrinės komponentės sugeriamos ypač stipriai. Tuomet, baltai šviesai perėjus per medžiagą, išskiriamas tam tikras spektro ruožas. Tokia šviesos sugertis vadinama atrankiąja. Pagrindinį šviesos sugertį aprašantį dėsnį 1729 metais eksperimentiškai nustatė prancūzų mokslininkas P. Bugeris (*P. Bouguer*), o teoriškai 1760 metais pagrindė vokiečių mokslininkas J. Lambertas (*J. H. Lambert*). Pagal šį dėsnį šviesos intensyvumo

infraraudonojoje spektro srityje. Šioje srityje stipriai sugeria OH ir kitų grupių junginiai, kurių dažnai pasitaiko dangose ar jų paviršiuje, todėl neigiamai veikia dangų optines charakteristikas. Pralaidumo zonos mėlynajame krašte, kai spinduliuotės dažnis ($10^{14} \div 10^{16}$ Hz) tampa artimas elektronų rezonansiniams dažniams, pasireiškia sugertis tarp elektroninių lygmenų (9 pav.). Šios zonos pradžia vadinama sugerties kraštu, o bangos ilgį atitinkanti kvanto energija nusako dielektriko

sumažėjimas dI , perėjus šviesai be galo ploną medžiagos sluoksnį dx , yra tiesiog proporcingas medžiagos sluoksnio storiui ir kritusios į šį sluoksnį šviesos intensyvumui (10 pav.). Monochromatinės bangos pralaidumo sumažėjimas aprašomas Bugero ir Lamberto dėsnio diferencialine forma [31]:



$$dI = -I\alpha_\lambda dx \quad (25)$$

Proporcingumo koeficientas α_λ vadinamas monochromatiniu sugerties koeficientu. Jis priklauso nuo medžiagos prigimties, šviesos bangos ilgio, bet nepriklauso (tiesinės optikos ribose) nuo šviesos intensyvumo. Minuso ženklas (25) lygtyje rodo, kad šviesos intensyvumas, perėjus jai per tam tikrą medžiagos sluoksnį, mažėja, t.y. $dI < 0$.

10 pav. Šviesos intensyvumo sumažėjimas jai perėjus ploną sluoksnį dx .

Norint aprašyti šviesos sugertį baigtinio x storio

medžiagos sluoksnyje, reikia integruoti (25) lygybę pagal medžiagos sluoksnio storį. Tada :

$$\int_{I_0}^I \frac{dI}{I} = -\alpha_\lambda \int_0^x dx \quad (26)$$

Suintegravus (26), galima užrašyti:

$$I = I_0 e^{-\alpha_\lambda x} \quad (27)$$

Čia I yra šviesos intensyvumas, nusklidus jai medžiagoje atstumu x , kai kritusios šviesos intensyvumas buvo I_0 . Pastaroji formulė – tai Bugero ir Lamberto dėsnio integralinė forma. Šis dėsnis rodo, kad sklindančios medžiaga monochromatinės šviesos intensyvumas dėl sugerties mažėja pagal eksponentinį dėsnį. To paties storio medžiagos sluoksnis tuo labiau sugeria šviesą, kuo didesnė medžiagos

sugerties koeficiento vertė (27). Sugerties koeficientas α_λ skaitine verte yra dydis, atvirkščias storiui $x = \frac{1}{\alpha_\lambda}$ medžiagos sluoksnio, kurį perėjus šviesos intensyvumas sumažėja e kartų. Jeigu medžiagos sluoksnio storis matuojamas centimetrais, tai α_λ matavimo vienetas yra (cm^{-1}).

Sugerties koeficientas α_λ paprastai nustatomas iš (27), žinant fotometriniu būdu nustatytą per medžiagą perėjusios ir kritusios į medžiagą monochromatinės šviesos intensyvumų santykį, vadinamą optiniu pralaidumu, bei medžiagos sluoksnio storį x :

$$T_\lambda = \frac{I}{I_0} = e^{-\alpha_\lambda x} \quad (28)$$

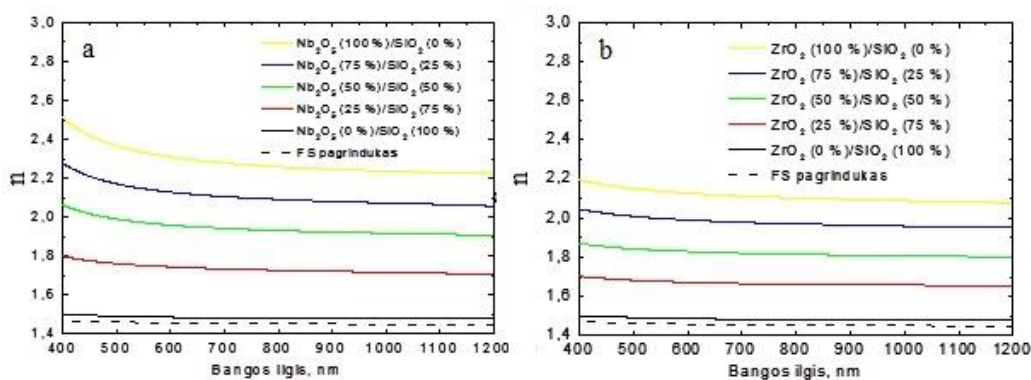
Pralaidumas yra reiškiamas procentais. Šviesos intensyvumų santykio $\frac{I_0}{I}$ dešimtainis logaritmas ($\lg \frac{I_0}{I} = \lg \frac{1}{T}$) vadinamas medžiagos optiniu tankiu D_λ :

$$D_\lambda = \lg \frac{1}{T_\lambda} = 0,4343\alpha_\lambda x \quad (29)$$

1.6. Metalų oksidų mišiniai

Įvairių medžiagų mišiniai gali būti gaunami visomis optinių dangų dengimo technologijomis, tačiau dėl didelio tikslumo ir technologinio proceso parametrų stabilumo populiariausios yra jonapluoščio ir magnetroninio dulkinimo technologijos. Pagrindinės priežastys, lemiančios platų mišinių pritaikymą, yra galimybė keisti formuojamos dangos lūžio rodiklį [32, 33], įtempimus [34, 35], mikrostruktūrą [36, 37], valdyti medžiagos draustinės juostos plotį [38-40] ir sumažinti sklaidos nuostolius [41]. Pastaruoju metu stebimas vis didesnis susidomėjimais mišiniais dėl galimybės padidinti optinių dangų atsparumą lazerio spinduliuotei [42, 43].

Akivaizdu, kad sumaišius dvi medžiagas gaunama trečioji kompozitinė medžiaga, pasižyminti abiejų pirminių medžiagų savybių deriniu. Maišymą reiktų suprasti kaip naujos medžiagos susidarymą iš dviejų skirtingų medžiagų vakuume, pagal visus plonųjų plėvelių augimo modelius šiluminio garinimo ar dulkinimo būdu. 11 pav. pateikta kompozitinių medžiagų $(\text{Nb}_2\text{O}_5)_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ ir $(\text{ZrO}_2)_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ lūžio rodiklių dispersijos [26]. Matome, kad lūžio rodiklio vertės yra tarp grynujų medžiagų lūžio rodiklio verčių.



11 pav. Kompozitinių medžiagų $(\text{Nb}_2\text{O}_5)_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ (a) ir $(\text{ZrO}_2)_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ (b) lūžio rodiklių dispersija.

Kompozitinių medžiagų optines savybes nagrinėja efektyvinių terpių (mišinių) teorija (*angl. effective medium theories EMT*) [44]. Remiantis EMT, galime įvertinti kompozitinės medžiagos tūrinę sandarą, t.y. nustatyti pradinių

medžiagų kiekį mišinyje. Pagrindinės aproksimacijos, leidžiančios tai įvertinti yra: Maksvelo – Garneto (*Maxwell Garnett MG*) (30), Brugermano (*Bruggeman BG*) (31) ir Lorencio – Lorencio (*Lorentz – Lorenz LL*) (32).

$$\frac{\varepsilon_{eff} - \varepsilon_H}{\varepsilon_{eff} + 2\varepsilon_H} \equiv (1 - f_H) \frac{\varepsilon_L - \varepsilon_H}{\varepsilon_L + 2\varepsilon_H} \quad \text{MG (30)}$$

$$f_H \frac{\varepsilon_H - \varepsilon_{eff}}{\varepsilon_H + 2\varepsilon_{eff}} + (1 - f_H) \frac{\varepsilon_L - \varepsilon_{eff}}{\varepsilon_L + 2\varepsilon_{eff}} \equiv 0 \quad \text{BG (31)}$$

$$\frac{\varepsilon_{eff} - 1}{\varepsilon_{eff} + 2} \equiv f_H \frac{\varepsilon_H - 1}{\varepsilon_H + 2} + (1 - f_H) \frac{\varepsilon_L - 1}{\varepsilon_L + 2} \quad \text{LL (32)}$$

Kur ε_{eff} , ε_H ir ε_L atitinkamai efektinės medžiagos (mišinio), didelio lūžio rodiklio ir mažo lūžio rodiklio medžiagų dielektrinės skvarbos, f_H – didelio lūžio rodiklio medžiagos dalis mišinyje. Tačiau paskutiniai darbai [26] liudija, kad klasikinė EMT teorija ne itin gerai atspindi realią lūžio rodiklių ir stechiometrijos situaciją mišiniuose, o kiekviena aproksimacija pateikia skirtingus rezultatus. Autoriai teigia, kad tai lemia skirtinga mišinių mikrostruktūra ir kitos fizinės savybės.

Įvertinus sugertį ir lūžio rodiklį, galima nustatyti kompozitinės medžiagos draustinių energijų juostos plotį [45], nors tiksliai tai padaryti sunku, kadangi visos optinės konstantos susiję tarpusavyje.

$$\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda} = \frac{2k\omega}{c} \quad (33)$$

Tačiau remiantis spektriniais matavimais $\tilde{\varepsilon} = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2 = (n + ik)^2$,

$\varepsilon_1 = n^2 - k^2$, $\varepsilon_2 = 2nk$, galime įvertinti $k^{1/2}(h\omega)$ ir $k^{1/2}\left(\frac{1}{h\omega}\right)$ priklausomybes.

Takas (*Tauc*) ir Kodis (*Cody*) [46] pasiūlė modelius kaip įvertinti amorfinių medžiagų draustinės juostos plotį:

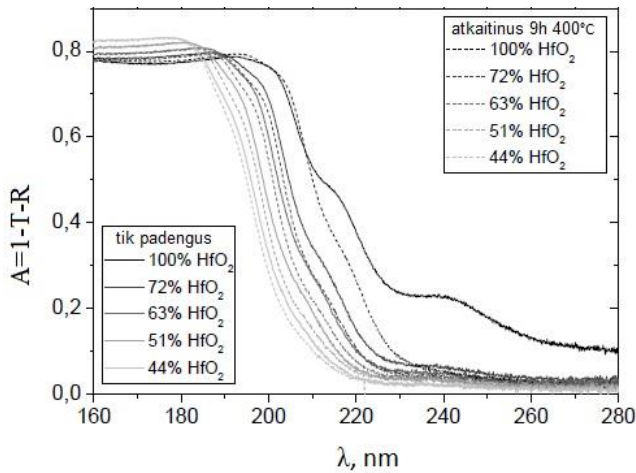
$$\alpha(\omega)h\omega \equiv B(h\omega - E_{gT})^2 \quad \text{Tauc (34)}$$

$$\frac{\alpha(\omega)}{h\omega} \equiv C(h\omega - E_{gC})^2 \quad \text{Cody (35)}$$

Iš (33), (34) ir (35) išraiškų gauname:

$$k^{1/2}(1/h\omega) = A - B(1/h\omega), \quad E_{gT} = B/A \quad \text{Tauc (36)}$$

$$k^{1/2}(h\omega) = C(h\omega) - D, \quad E_{gC} = D/C \quad \text{Cody (37)}$$



12 pav. Sugerties priklausomybė nuo bangos ilgio įvairiems HfO₂/SiO₂ mišiniams.

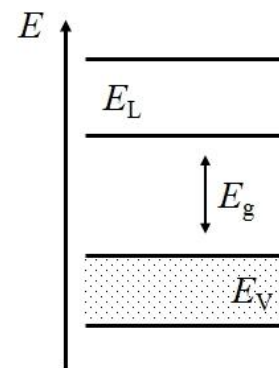
Taigi, maišant dvi medžiagas, galima keisti sugerties kraštą, t.y. draustinės juostos tarpą.

12 pav. pavaizduota įvairių HfO₂/SiO₂ mišinių plonųjų sluoksnių sugerties ($A=1-T-R$) spektrai [40]. Suprantama, kad sumaišius medžiagą,

pasirūpinama didesne sugertimi (HfO₂), ir medžiagą, kurios sugertis mažesnė (SiO₂), gausime naujų optinių savybių medžiagą, kurios sugertis bus tarpinė.

1.7. Optinio pažeidimo mechanizmai

Skaidriose medžiagose (dielektrikuose) išoriniai elektronai yra valentinėje juostoje (E_V) užpildę visas galimas padėtis. Aukščiau valentinės juostos esanti didesnės energijos laidumo juosta (E_L) yra tuščia arba tik dalinai užpildyta. Šias dvi juostas skiria tam tikro dydžio (priklausomai nuo medžiagos) energinis tarpas vadinamas draustiniu energijos tarpu E_g , kuriame nėra elektronams galimų būsenų (13 pav.). Stipri sugertis, galinti sukelti optinį pažeidimą, pasireiškia dėl netiesinės sugerties mechanizmų, kai intensyviu išoriniu elektromagnetiniu lauku (lazerio spinduliuote) valentiniai elektronai sužadunami į



13 pav. Energinių lymenų užpildymas dielektrike.

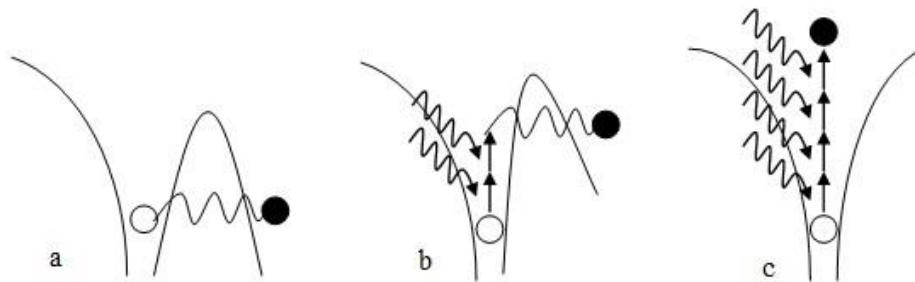
laidumo juostą. Laidumo elektronų griūtinis dauginimasis (griūtinė jonizacija) ir fotojonizacija – tai pagrindiniai reiškiniai, sukeltys dielektriko optinį

pažeidimą. Priklausomai nuo lazerio spinduliuotės intensyvumo ir bangos ilgio yra išskiriami du fotojonizacijos atvejai: daugiafotonė jonizacija (sugertis) ir tunelinė jonizacija.

1.7.1 Daugiafotonė fotojonizacija

Fotojonizacijos metu, elektronas medžiagoje tiesiogiai sužadinas lazerio spinduliuotės elektriniu lauku. Artimojo ultravioleto ar artimosios infraraudonosios srities fotonas neturi pakankamo energijos kiekio sužadinti elektroną skaidrioje terpėje, perkeldamas jį iš valentinės į laidumo juostą. Tam reikia kelių fotonų, 14 pav. [47].

Tunelinės jonizacijos atveju lazerinės spinduliuotės elektrinis laukas silpnina Kulono jėgą, rišančią valentinį elektroną ir atomą, 14 pav.a.



14 pav. Tunelinė jonizacija (a), tarpinis atvejis (b), daugiafotonė sugertis (c).

Jei elektrinis laukas pakankamai stiprus ($>10^{12}$ W/cm²), kuloninė jėga gali „neišlaikyti“ elektrono ir jis taps laisvu, 14 pav.a. Ši jonizacijos rūšis gali pasireikšti sąveikaujant galingiems lazerio impulsams ir dielektrinei medžiagai.

Kai fotono energija mažesnė už vieno fotono sugerčiai reikalingą energiją, netiesinė jonizacija vyksta dėl momentinės kelių fotonų sugerties, 14 pav.c. Tam, kad valentinis elektronas būtų sužadintas į laidumo juostą dėl daugiafotoninės sugerties, elektronas turi sugerti pakankamą kiekį fotonų, kurių suminė energija būtų lygi arba didesnė už draustinės juostos energiją E_g . Tarpinis atvejis tarp daugiafotonės ir tunelinės jonizacijos aprašomas Keldyšo parametru:

$$\gamma = \frac{\omega}{e} \left[\frac{mcn\epsilon_0 E_g}{I} \right]^{1/2} \quad (38)$$

kur ω lazerinės spinduliuotės dažnis, I lazerinės spinduliuotės intensyvumas, m ir e redukuota elektrono masė ir krūvis, c šviesios greitis, n medžiagos lūžio rodiklis, E_g draustinės juostos tarpą atitinkanti energija. Kai Keldyšo parametras $>1,5$ vyksta daugiafotonė fotojonizacija, kai $<1,5$ – tunelinė jonizacija. Tarpiniu atveju fotojonizacija vyksta mišriu būdu (14 pav.b).

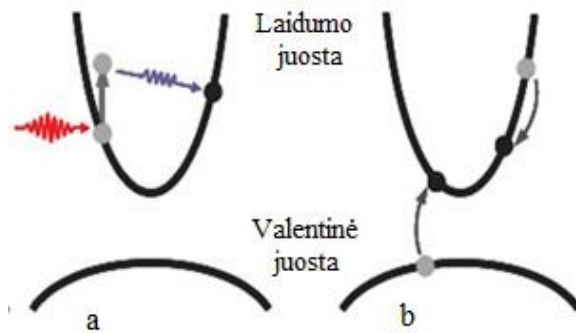
Fotojonizacijos greitis stipriai priklauso nuo lazerinės spinduliuotės intensyvumo. Daugiafotonės jonizacijos sparta aprašoma:

$$P(I)_{MPI} = \sigma_N I^N \quad (39)$$

kur σ_N daugiafotonės sugerties koeficientas N fotonų sugerčiai. Reikiamas fotonų kiekis nusakomas mažiausiu N , kuris tenkina $N\hbar\omega \geq E_g$ nelygybę. Tunelinės jonizacijos greitis nuo lazerinės spinduliuotės intensyvumo priklauso mažiau.

1.7.2. Griūtinė jonizacija

Griūtinis laidumo elektronų dauginimasis prasideda laisvajam krūvininkui



15 pav. Netiesinė fotojonizacija: a) – laisvojo krūvininko sugertis, b) – smūginė jonizacija

sugėrus šviesos kvantą ir po jos sekančios smūginės jonizacijos. Egzistuoja tikimybė, kad laidumo juostoje bus bent vienas elektronas, kuris sugeria fotoną ir yra sužadinas į dar aukštesnį laidumo juostos energetinį lygmenį, 15 pav.a.

Tuomet jis gali smūgiškai jonizuoti valentinėje juostoje esantį elektroną,

pats likdamas laidumo juostoje, 15 pav.b. Šie vienas kitą įtakojantys procesai, sudaro elektronų dauginimosi schemą. Kadangi, pasibaigus šiam procesui, laidumo juostoje vietoje vieno elektrono lieka du, jie abu gali būti sužadinti į aukštesnį lygmenį, sugerdami po keletą fotonų ir po to smūgiškai jonizuoti dar du elektronus. Tęsiant šį procesą, sparčiai didėja elektronų, sužadintųjų į laidumo

juostą, skaičius, o medžiaga palaipsniui jonizuojama. Šis procesas dar vadinamas lavinine jonizacija. Elektronų skaičiaus N didėjimo laidumo juostoje procesas tęsis tol, kol bus spinduliuotės poveikis medžiagai. Elektronų tankio augimas griūtinės jonizacijos metu išreiškiamas lygybe:

$$\frac{dN}{dt} = \eta N \quad (40)$$

čia η – yra lavininės jonizacijos greitis. Tam, kad prasidėtų šis procesas, būtina, kad laidumo juostoje būtų $>10^{19} \text{ cm}^{-3}$ elektronų. Ši sąlyga patenkinama dėl daugiafotonės jonizacijos ir šiluminio elektronų sužadavimo iš įvairių priemaišinių lygmenų. Smūginę jonizaciją gali sukelti tik tie laisvieji krūvininkai, kurie turi dideles energijas (dažniausiai 2 – 3 kartus didesnes už draustinės juostos tarpo energiją).

1.8. Optinio pažeidimo priklausomybė nuo lazerio impulso trukmės

1.8.1. Optinio pažeidimo mechanizmai, kai lazerio impulso trukmė nuo 10^{-9} s iki 10^{-12} s

Esant lazerio impulso trukmėms, didesnėms nei keliasdešimt ps, daugiafotoniai procesai yra silpni. Spinduliuotės energija šiluminės difuzijos būdu bus perduota medžiagos gardelei. Tokiu atveju pažeidimas vyksta dėl sugerties centrų dangoje. Esant galingiems impulsams, per mažiau negu 10^{-9} s pasiekama daugiau nei 10^4 laipsnių temperatūrą ir kelių GPa slėgis. Dėl didelės sugerties centro temperatūros susiformuoja aplinkinis išsilydžiusios medžiagos sluoksnis [48], kurioje jau pradeda vykti griūtinis elektronų dauginimosi procesas, palaikomas lazerio spinduliuotės. Tai yra pagrindinis optinių pažeidimų mechanizmas, pasireiškiantis ps - ns impulso trukmėms. Nanosekundiniams ir pikosekundiniams impulsams, pažeidimo slenksčio priklausomybę nuo impulso trukmės aprašo kvadratinės šaknies dėsnis:

$$LIDT(ns)\sqrt{\tau_{ps}} \equiv LIDT(ps)\sqrt{\tau_{ns}} \quad (41)$$

1.8.2. Optinio pažeidimo mechanizmai, kai lazerio impulso trukmės $< 10^{-12}$ s

Optinis dielektrinės medžiagos pažeidimas, esant impulso trukmėms, mažesnėms nei kelios ps, vyksta dėl netiesinės sugerties, kuri pasireiškia greičiau nei šiluminė difuzija kietajame kūne, t.y. laidumo elektronai žadinami (kaitinami) šviesos elektriniu lauku greičiau nei sugeba perduoti energiją gardelei (fononams) [49] [50]. Vyksta griūtinis elektronų dauginimasis laidumo juostoje, kol pasiekiamas kritinis elektronų plazmos tankis, kurios dažnis tampa artimas lazerio spinduliuotės dažniui. Plazmos dažnis išreiškiamas:

$$\omega_p \equiv \left(\frac{Ne^2}{\epsilon_0 m_e} \right)^{1/2} \quad (42)$$

kur N elektronų tankis, m_e – elektrono masė.

Tokia plazma stipriai sugeria spinduliuotės energiją – vyksta laisvųjų krūvininkų sugertis (*angl. free-carrier absorption*) kaip metale. Šis greitas (greitesnis už šiluminę difuziją) procesas sukelia medžiagos paviršiaus abliaciją ir negrįžtamus pakitimus tūryje.

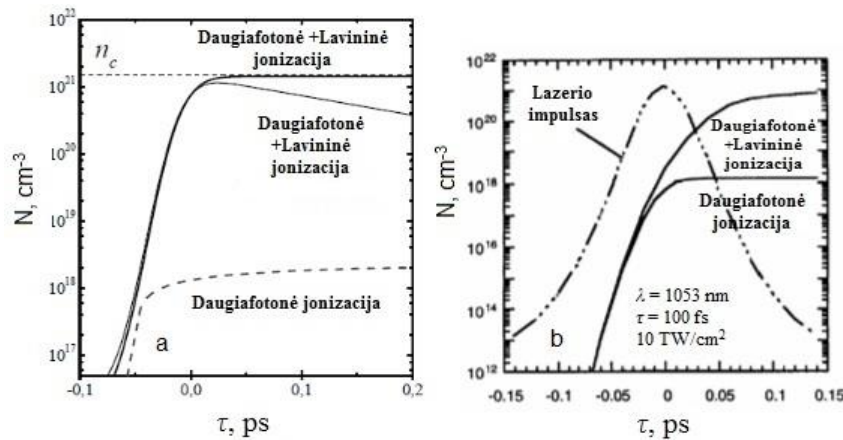
Esant sub-pikosekundiniams impulsams, fotojonizacija atlieka pagrindinį vaidmenį, generuojant laidumo elektronus [47]. Vieno impulso poveikio pradžioje sužadinamas reikalingas kiekis ($\sim 10^{21}$ cm⁻³) laidumo elektronų lavininei jonizacijai prasidėti, kuri vyksta visą likusį impulso sklidimo laiką. Kritinis laisvųjų elektronų plazmos tankis priklauso nuo lazerio spinduliuotės dažnio ω ir išreiškiamas lygybe:

$$N \equiv \frac{\omega^2 m_e \epsilon_0}{e^2} \quad (43)$$

Šis savaiminis ir greitas lavininės jonizacijos proceso „užvedimas“ įtakoja mažesnę optinio pažeidimo trumpais impulsais priklausomybę nuo įvairių defektų medžiagoje.

Laisvųjų elektronų tankio ir generacijos mechanizmų priklausomybė nuo laiko kvarce, esant 520 nm bangos ilgiui, 1,2 ps impulso trukmei ir 12

TW/cm² galios tankiui pateikta 16 pav.a, o taip pat analogiška priklausomybė esant $\lambda = 1053$ nm, $\tau = 100$ fs, ir 10 TW/cm² –16 pav.b.



16 pav. Laisvųjų elektronų tankio ir generacijos mechanizmų priklausomybė nuo laiko kvarce:
 a) $\lambda = 520$ nm, $\tau = 1,2$ ps, $I = 12$ TW/cm², b) $\lambda = 1053$ nm, $\tau = 100$ fs, $I = 10$ TW/cm².

Matome, kad laisvųjų elektronų generacijos mechanizmai, esant panašiam galios tankiui 10 TW/cm² ir 12 TW/cm², tačiau skirtingoms lazerio impulso trukmėms ir bangos ilgiams, sutampa. Kvarco draustinės juostos plotį atitinkanti energija yra $E_g = 8,9$ eV. Šios medžiagos jonizavimui valentiniai elektronai turi gauti ne mažesnę nei 8,9 eV energijos kiekį, kurį šiuo atveju suteikia lazerio impulsas. Kadangi 520 nm spinduliuotės fotono energija yra 2,37 eV, vadinasi valentiniams elektronams reikia vienu metu sugerti keturis 520 nm spinduliuotės fotonus, kad būtų sužadinti į laidumo juostą ir pasiekti $\sim 10^{18}$ cm⁻³ tankį, kad prasidėtų lavininė jonizacija. Tuo tarpu 1053 nm spinduliuotės fotono energija yra 1,2 eV, tai reiškia, kad valentinis elektronas turi sugerti septynis fotonus, kad patektų į laidumo juostą.

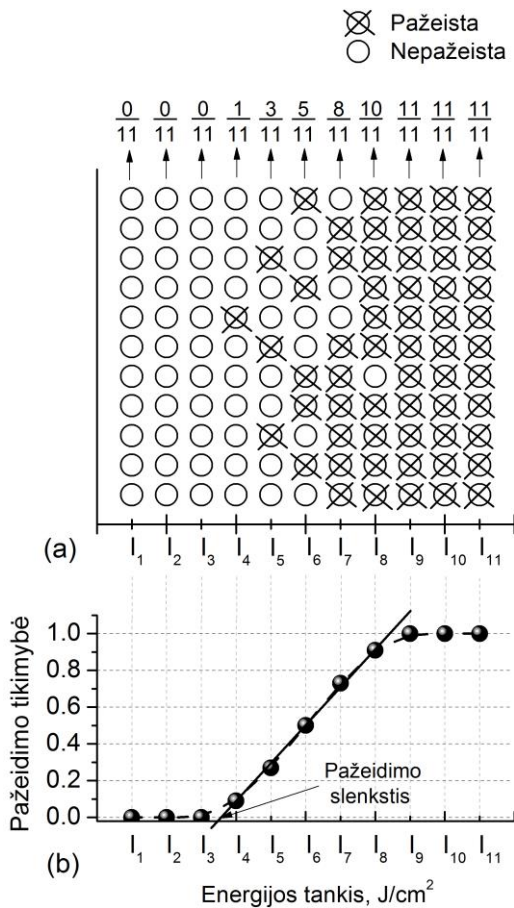
1.9. Lazerinės spinduliuotės sukeltas pažeidimo slenkstis

Lazerinės spinduliuotės sukeltas optinės medžiagos pažeidimo slenkstis apibrėžiamas didžiausiu į medžiagą kritusios elektromagnetinės spinduliuotės energijos tankiu (energijos tankis – impulso energija, tenkanti ploto vienetui, dimensija J/cm²), kuriam esant medžiaga dar nėra suardoma ar kitaip negrįžtamai pakeičiama šviesos [51]:

$$H = \frac{E_{maks}}{A_{eff}} \quad (44)$$

E_{maks} – kritusio į paviršių impulso energija, kuri dar nesukelia pažeidimo, A_{eff} –

efektyvusis pluošto plotas.



Eksperimentiškai optinės

medžiagos (dangos) pažeidos lazerio spinduliuotei slenkstis (PLSS) nustatomas pagal ISO 11254-1 [52] ir ISO 11254-2 [51] standartuose nurodytas procedūras.

Eksperimentinio PLLS nustatymo iš pažeidimo tikimybių metodo iliustracija, remiantis šiais standartais, pateikta 17 pav.

Minėti standartai nurodo, kad esant toms pačioms lazerio spinduliuotės sąlygoms (su tuo pačiu spinduliuotės energijos tankiu) bandinys turi būti paveiktas ne mažiau kaip dešimtyje skirtingų sričių.

Padidinus ar sumažinus lazerio spinduliuotės energijos tankį, matavimai kartojami. Pažeidimų atsiradimas dėl spinduliuotės poveikio įtakojamas įvairių veiksnių (pvz. defektų), todėl esant identiškomis bandinio ekspozicijos sąlygoms, kai kurios sritys pažeidžiamos, o kai kurios ne.

Atlikus seriją matavimų su skirtingais energijos tankiais, įvertinama pažeidimo tikimybė. Tikimybė apskaičiuojama padalinus pažeistų sričių skaičių stulpelyje iš bendro ekspozicijos sričių tame stulpelyje skaičiaus. Iš pažeidimo tikimybių priklausomybės nuo energijos tankio tiese ekstrapoliuojant tikimybių vertes, kurios nelygios 0 ir 1, slenkščio vertė gaunama ten, kur ši tiesė kerta abscisių ašį (žr. 17 pav.). Spinduliuotės energijos tankiai turi būti parenkami taip, kad aiškiai

17 pav. Pažeidos lazerio spinduliuote slenkščio nustatymas: (a) – bandinio paviršiaus būsenos po lazerio ekspozicijos, (b) – tikimybė pažeidimo kreivė.

Atlikus seriją matavimų su skirtingais energijos tankiais, įvertinama pažeidimo tikimybė. Tikimybė apskaičiuojama padalinus pažeistų sričių skaičių stulpelyje iš bendro ekspozicijos sričių tame stulpelyje skaičiaus. Iš pažeidimo tikimybių priklausomybės nuo energijos tankio tiese ekstrapoliuojant tikimybių vertes, kurios nelygios 0 ir 1, slenkščio vertė gaunama ten, kur ši tiesė kerta abscisių ašį (žr. 17 pav.). Spinduliuotės energijos tankiai turi būti parenkami taip, kad aiškiai

išsiskirtų 0% ir 100% pažeidimo tikimybės. Pažeistos ar nepažeistos bandinio paviršiaus sritys nustatomos stebint bandinį optiniu interferencinio kontrasto mikroskopu (Nomarskio mikroskopu) arba optiniu mikroskopu, naudojant tamsaus lauko režimą. Standartuose nurodyta, kad mikroskopo didinimas turi būti ne mažesnis nei 100-150 kartų. Jei esant tokiems didinimams lazeriu paveiktose srityse joks pakitimas nestebimas, sakoma, kad pažeidimas neįvyko.

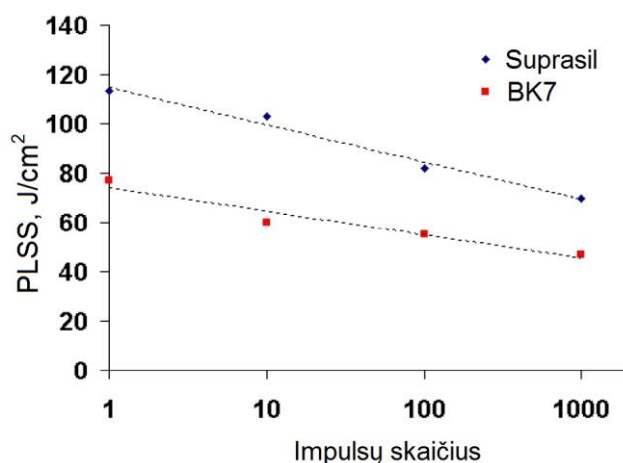
Jei kiekviena analizuojamo bandinio sritis eksponuojama vienu lazerio impulsu, tai eksperimentiškai nustatytas pažeidimo slenkstis vadinamas 1- \bar{i} -1 slenkščiu (ISO 11254-1). Jeigu kiekviena bandinio vieta eksponuojama serija iš S identiškų pasikartojančių lazerio impulsų dozių, tai pažeidimo slenkstis vadinamas S - \bar{i} -1 slenkščiu (ISO 11254-2). Pastarasis itin svarbus praktiniu požiūriu, nes parodo optinio komponento atsparumą lazerio spinduliuotei, kai lazerio spinduliuotės veikiama ta pati optinio komponento sritis. Tokia situacija, dažnai ir yra realiose lazerinėse sistemose. Akivaizdu, kad kartojant lazerio spinduliuotės ekspoziciją toje pačioje optinio elemento srityje po kurio laiko (t.y. po tam tikro impulsų skaičiaus) atsiranda pažeidimai, kurių nebuvo po pirmojo impulso poveikio. Tokiu atveju, PLSS S - \bar{i} -1 yra mažesnis nei slenkstis 1- \bar{i} -1. Tai aiškinama lokaliąja šilumos akumuliacija [53] ir defektų inkubacija [54].

Lokalioji šilumos akumuliacija vyksta, kai kiekvieno lazerio impulso energija iš dalies sugerama optinėje medžiagoje ir virsta šiluma. Jei per laiko intervalą tarp pasikartojančių impulsų medžiaga nespėja atvėsti, tai šiluma kaupiasi. Kiekvienas lazerio impulsas įkaitusią medžiagą dar labiau įkaitina, kol galiausiai pasiekiamas medžiagos lydymosi temperatūra ir įvyksta pažeidimas. Šis reiškinys dažniausiai stebimas didelio impulsų pasikartojimo dažnio sistemose.

Defektų inkubacija - tai kaupiamasis medžiagos cheminis-mikrostruktūrinis medžiagos pakitimas dėl lazerio spinduliuotės poveikio. Jis pasireiškia dėl gardelės defektų ir sugerties centrų kūrimosi, kai kritiškai padidėja spinduliuotės sugertis medžiagoje ir dėl jos atsiranda pažeidimas.

Dėl šių efektų, mokslinėje literatūroje autoriai dažnai analizuoja ne tik tikimybinės pažeidimo kreives [55, 56], bet ir PLSS priklausomybes nuo

impulsų skaičiaus [57, 58]. Šios priklausomybės atskleidžia ar optinis komponentas degraduoja ir kaip greitai degraduoja, esant dideliame (iki 10^5) pasikartojančių lazerio impulsų skaičiui. L. Galė (*L. Gallais*) ir kolegų 2002 metais publikuotame darbe [57] buvo analizuojama optinių medžiagų („BK7“ ir „Suprasil“ poliruotų stiklų) atsparumas lazerio spinduliutei. Autoriai nustatė, kad didėjant impulsų skaičiui, šių medžiagų PLSS mažėjo dėl defektų inkubacijos (18 pav.).

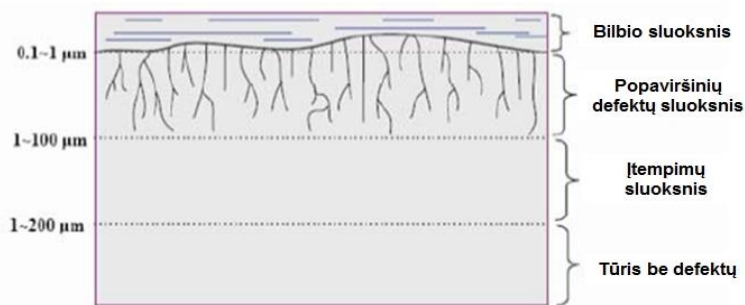


18 pav. Suprasil ir BK7 optinių medžiagų PLSS priklausomybė nuo impulsų skaičiaus [57]. Matavimo sąlygos: $\lambda = 1064$ nm, $\tau = 7$ ns, pluoštelio diametras – 12 μ m (e^{-2} intensyvumo lygyje).

1.10. Popaviršiniai defektai

Šiuolaikinės lazerinės technologijos reikalauja kokybiškų optinių komponentų, pasižyminčių mažais sugerties bei sklaidos nuostoliais, dideliu atsparumu lazerio spinduliutei. Optiniais komponentais dažniausiai vadinami įvairios geometrijos optiniai pagrindukai, padengti interferencinėmis dangomis. Kad pagrindukai taptų „optiniais“, jie turi tenkinti tam tikrus reikalavimus, kurių pagrindiniai: mažas paviršiaus šiurkštumas ($<0,2-0,5$ nm), maža optinė sugertis, didelis plokštiškumas ($\lambda/10$), mažas įvairių defektų tankis ir kt. Daugelis šių savybių tiesiogiai priklauso nuo optinės medžiagos, kuri dažniausiai yra įvairūs stiklai ir kristalai (SiO_2 , Al_2O_3 , LiB_3O_5 ir kt.), apdirbimo, t.y. nuo šlifavimo ir poliravimo. Šlifavimo ir galutinio poliravimo metu optiniuose paviršiuose susiformuoja įvairūs rėžiai, mikrotrūkiai, įskilimai, kurie neretai būna pripildyti

poliravimo liekanų ir paslėpti („užtrinti“) po šių liekanų sluoksniu, vadinamu Bilbio (Beilby) sluoksniu [3-6]. Tokie defektai (pažeidimai), sukurti poliravimo metu, vadinami popaviršniais defektais (angl. subsurface damage SSD) [7]. Nacionalinėje Lorencio Livermoro Laboratorijoje (*Lawrence Livermore National Laboratory, LLNL*) atlikti tyrimai parodė, kad poliruoto pagrinduko paviršius, maždaug iki 200 μm gylio yra pažeistas [59]. Poliruotame paviršiuje iki 1 μm yra iš poliravimo liekanų sudarytas Bilbio sluoksnis, iki 100 μm – mikrotrūkiai, kurių dalis užpildyta poliravimo medžiagų likučiais, iki 200 μm – režių ir mikrotrūkių sukeltas įtempimų arba deformacijų sluoksnis, >200 μm medžiaga yra be defektų, pasižyminti tūrinėmis savybėmis 19 pav.



19 pav. Poliruoto optinio bandinio skerspjūvis [59].

Komercinis poliravimas dažniausiai atliekamas naudojant tam tikros frakcijos abrazyvines medžiagas (CeO_2 , Ce_2O_3 , Al_2O_3 , Fe SiO_2 ir kt.), kurios vertikalaus spaudimo bei pasikartojančio horizontalaus judesio dėka atlieka paviršiaus poliravimą [7]. Esant „aštrių“ abrazyvų vertikaliam poveikiui, trapios medžiagos, tokios kaip optiniai stiklai, įtrūksta, o trūkiai yra lazerinio pažeidimo šaltiniai [60, 61]. Šie trūkiai užpildyti poliravimo liekanomis stipriai sugeria lazerio spinduliuotę (ypač UV srityje) ir stipriai įtakoja jų optinį atsparumą [62-64]. Todėl poliravimo kokybė yra pagrindinė problema, lemianti didelio pralaidumo optinių komponentų (skaidrinanti optika, dalikliai, poliarizatoriai) atsparumą lazerio spinduliuotei [65].

Pastaruoju metu didelis dėmesys skiriamas skaidrinančiomis dangomis dengtų netiesinių optinių kristalų (LiB_2O_3) atsparumo didelio impulsų

pasikartojimo dažnio UV lazerio spinduliuotei didinimui. Formuojamos specialios skaidrinančios dangos, tačiau daugelis autorių [66-68] pripažįsta, kad šių kristalų atsparumą apriboja poliravimo kokybė, t.y. popaviršiniai pažeidimai/defektai (SSD). Netiesiniai LBO (LiB_3O_5) kristalai yra plačiai naudojami Nd:YAG, Yb:KGW ir Nd:YLF lazeriuose aukštesnių optinių harmonikų generacijai [69]. Kadangi kristalų poliravimas itin sudėtingas uždavinys, todėl pagrindinis tyrimų objektas, siekiant padidinti jų atsparumą – skaidrinančių dangų konstrukcijų paieška [70].

Popaviršinių defektų (SSD) gylio įvertinimas – sudėtingas uždavinys, nes gylis priklauso nuo poliravimo grūdelių dydžio ir paviršiaus šiurkštumo. Kadangi šiurkštumas apibūdinamas daugeliu statistinių parametrų (R_t , R_z , R_a , R_q), tai SSD gylis nėra vienareikšmiškai įvertinamas [71]. Lambropoulos pasiūlė išraišką (47) įvertinti SSD gyliui, kuri priklauso nuo poliravimo abrazyvo diametro d [72].

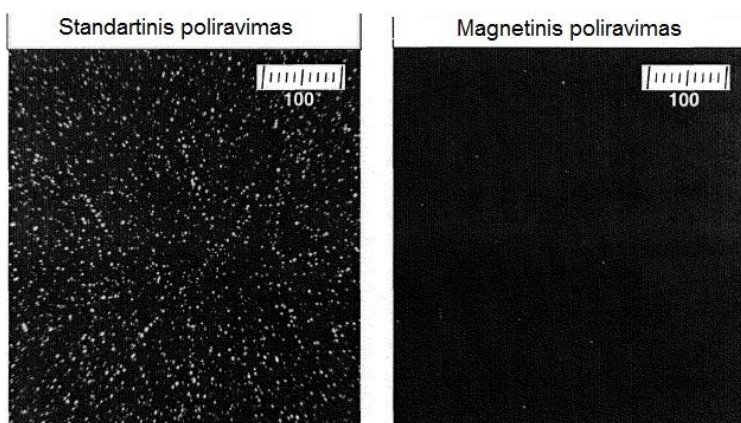
$$0,3d^{0,68} < SSD(\mu m) < 2d^{0,85} \quad (45)$$

Kozlovskis (Kosłowski) ir kolegės iš LLNL nustatė, kad didžioji dalis poliravimo dalelių liekanų yra apie 100 nm gylyje nuo paviršiaus [73]. Efektyviausias būdas padidinti pralaidume dirbančių optinių elementų atsparumą lazerio spinduliuotei – pašalinti Bilbio sluoksnį ir „išvalyti“ SSD. Plačiau šiuos būdus aptarsime kitame skyriuje.

1.10.1 Popaviršinių defektų eliminavimo būdai

Didžiausia siekiamybė – poliravimo metu išvengti įvairių rėžių ir mikrotrūkių, galinčių suformuoti popaviršinius defektus. Tačiau komercinio poliravimo metu, naudojant vertikalaus spaudimo metodą ir dažniausiai, cerio, cirkonio ar kitų metalų oksidų abrazyvines medžiagas, išvengti SSD yra sudėtinga. Egzistuoja taip vadinami poliravimo „tėkmėje“ metodai, kurių žinomiausias – magnetinio poliravimo metodas [74]. Poliravimas šiuo metodu vyksta kai abrazyvinės medžiagos, magnetinio lauko pagalba, verčiamos „tekėti“ poliruojamo bandinio paviršiumi, nenaudojant papildomos spaudimo jėgos. Tai

leidžia stipriai sumažinti mikrotrūkių kiekį bei jų gylį poliruotuose optiniuose pagrindukuose, tačiau visgi suformuoja iš poliravimo liekanų sudarytą Bilbio sluoksnį, kuris riboja atsparumą lazerio spinduliutei [75, 76]. Siekiant panaikinti šį apribojimą, plačiai taikomi įvairūs kombinuoti poliravimo [75], plovimo/valymo [64, 65], cheminio [77-80] bei joninio ėsdinimo [81], lazerinio apdirbimo metodai [62, 76]. Autoriai iš LLNL palygino standartiniu bei magnetiniu poliravimo būdais paruoštų kvarcinių pagrindukų paviršius [76] (20 pav.). Akivaizdu, kad magnetiniu būdu poliruotas paviršius turi mažiau popaviršinių defektų.

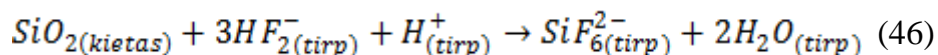


20 pav. Popaviršinių defektų kiekio kvarco paviršiuje palyginimas atlikus standartinį ir magnetinį poliravimus [76].

Taip pat autoriai iš LLNL demonstruoja, kad atlikus 57 min. ėsdinimą 38% amonio fluorida (NH_4F) ir 2,45% vandenilio fluorida (HF) vandeniniame tirpale pavyko nuėsdinti $\sim 2 \mu\text{m}$ paviršiaus ir visiškai pašalinti Bilbio sluoksnį (kuris yra $\sim 100 \text{ nm}$ storio [80]) ir dalinai „išvalyti“ popaviršinius defektus. Atlikus įvairios trukmės kvarco ėsdinimus, jo atsparumas UV (351 nm) lazerio spinduliutei padidėjo nuo 3 iki 8 kartų, o papildomai ėsdintiems bandiniams pritaikius lazerinį apdirbimą (nuvalymą), atsparumas padidėjo iki 10 kartų. 2012 m. Mileris (Miller) su kolegomis iš LLNL užpatentavo kvarcinių pagrindukų ėsdinimo technologiją HF rūgšties pagrindu [82]. Ėsdinti pagrindukai, padengti didelio atspindžio UV diapazono dangomis, naudojami

termobranduolinių reakcijų įžiebimo laboratorijoje JAV (*National Ignition Facility*), kur naudojami itin didelės galios UV lazeriai.

Kvarco ėsdinimas HF rūgštimi yra efektyvus, nes tiesiogiai ardo SiO₂ struktūrą, t.y. kvarcinį pagrinduką.



Tačiau pašalinti Bilbio sluoksnį ir „išplauti“ poliravimo liekanas iš SSD galima panaudojus ir kitus tirpalus. 2009 metais LLNL publikuotame darbe Bilbio sluoksnis ir poliravimo liekanos nuo kvarco pagrinduko paviršiaus buvo pašalintos, atlikus 48 val. trukmės plovimą (mirkymą) 40% azoto rūgšties (HNO₃) ir 10% vandenilio peroksido (H₂O₂) vandeniniame tirpale [83]. Palyginus poliruotų cerio oksido dalelėmis, bei plauto ir neplauto FS pagrindukų paviršius, paveikus juos 15 J/cm² UV (λ=355 nm, τ=3 ns) lazerio spinduliuote, plautas pagrindukas buvo nepažeistas, tuo tarpu neplauto pagrinduko paviršiuje buvo identifikuoti pažeidimą inicijuojantys sugerties centrai, t.y. SSD. Šiuo atveju didelį vaidmenį atliko azoto rūgštis (HNO₃), kuri tiesiogiai reaguoja su cerio oksidais.

Poliruojant fluoridinius optinius pagrindukus (CaF₂, BaF₂, MgF₂ ir kt.), naudojamus tolimojo ultravioleto optiniams elementams gaminti, dažnai taikomas chemomechaninis poliravimas (*angl. chemomechanical polishing CMP*), kai poliravimo metu keičiamas poliravimo medžiagų rūgštingumas (*ph*) [84]. Stenzelis (Stenzel) ir bendraautorai atliko įvairiais būdais poliruotų CaF₂, BaF₂ paviršių sugerties lazerio spinduliuotei (λ=248 nm, τ=14 ns) palyginimą su skeltu CaF₂ paviršiumi ir nustatė, kad visais atvejais skeltas paviršius pasižymėjo mažiausia sugertimi, tačiau poliravimo metu keičiant polirolio *ph*, galima sumažinti sugertį dėl SSD [85].

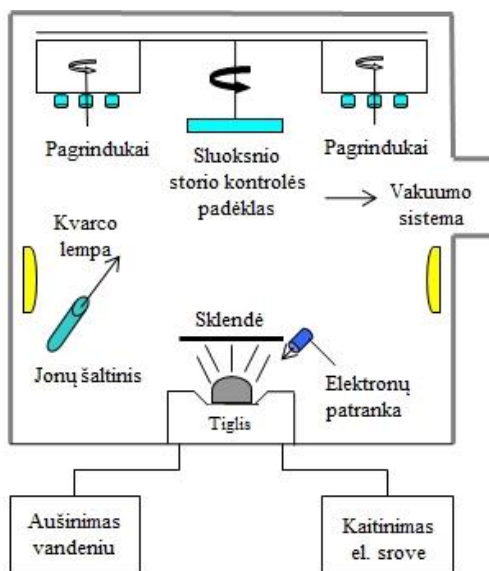
1.11. Optinių dangų formavimo technologijos

1.11.1 Šiluminis garinimas

Tai plonųjų plėvelių formavimo technologija, kai medžiaga yra

išgarinama vakuume, o išgarintos medžiagos atomai ar molekulės nusėda ant pagrindukų [86]. Dengiami pagrindukai yra patalpinami į kamerą, kurioje yra $\sim 10^{-4}$ Pa slėgio vakuumas. Kameros apačioje gali būti įrengta keletas garinimo šaltinių skirtingoms medžiagoms. Tokiu būdu, skirtingų medžiagų sluoksniai padengiami neatidarant kameros. Dangos nusodinimui reikalingi pagrindukai yra kameros viršuje, kaip vaizduojama 21 pav. Dažniausiai medžiaga garinama dviem būdais. Paprasčiausiu atveju, medžiagai garinti naudojami varžiniai garintuvai, pagaminti iš molibdeno, volframo, tantalio ar kitų didelės lydymosi temperatūros medžiagų, į kuriuos dedama garinamoji medžiaga. Paprastai tai naudojama medžiagoms, kurių lydymosi temperatūra mažesnė nei garintuvų lydymosi temperatūra. Tekant 10-100 A srovei garintuvu, garinamoji medžiaga įkaista, pradeda lydysis ir galiausiai išgaruoja. Medžiagos garams

kondensuojantis ant padėklo susidaro plonas auginamos medžiagos sluoksnis.



21 pav. Šiluminio garinimo principinė schema.

Naudojant aukščiau aprašytą technologiją, iškyla keletas problemų. Pirmiausia, kai kurios medžiagos gali chemiškai reaguoti su garintuvu, kurio atomai gali užteršti dengiamą sluoksnį ir pakeisti jo optines savybes. Be to daugelis medžiagų, ypač metalų oksidų, negali būti išgarinami šiuo būdu, kadangi garintuvo medžiaga (volframas, tantalas, molibdenas) lydosi žemesnėje temperatūroje (3 lentelė) ir vietoj garinamosios medžiagos sluoksnio ant padėklo nusėda garintuvo medžiaga. Siekiant išvengti galimos garintuvo ir garinamos medžiagos tarpusavio sąveikos, naudojamas tobulesnis šiluminio garinimo metodas – garinimas elektronų pluoštu.

3 lentelė. Kai kurių medžiagų lydymosi temperatūros.

Medžiaga	T, K
ZrO ₂	2970
Zr	2128
Ti	1941
Ti ₂ O ₃	2403
Ti ₂ O ₂	2123
SiO ₂	1883
Si	1683
Hf	2500
HfO ₂	3031
Mb	2896

Garinimas valdomu elektronų pluoštu leidžia formuoti dangas, garinant grynus metalus Ti, Nb, Si, Ta arba jų oksidus, taip pat sublimuojančias medžiagas, tokias kaip hafnio, silicio ar cirkonio oksidai [87]. Šiuo atveju medžiaga išgarinama, įkaitinant jos paviršių fokusuotu elektronų pluoštu. Elektronų įgreitinimui naudojama (10-20) kV įtampa. Garintuvas, kuriame yra garinamoji medžiaga, dedamas į vandeniu aušinamas talpas vadinamas tigliais. Aušinimas mažina

medžiagos sąveiką su garintuvu ar tigliu.

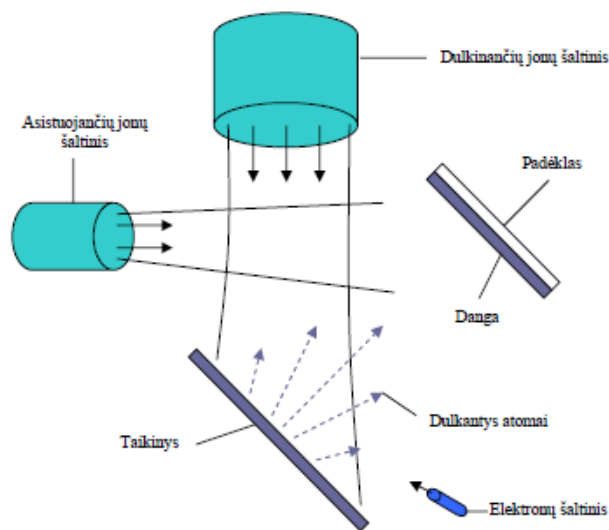
1.11.1.1 Šiluminis garinimas su papildomu dangos sutankinimu jonais

Šiluminis garinimas su papildomu joniniu sutankinimu - tai dengimo technologija, leidžianti pasiekti geresnes dangų optines savybes [25, 88, 89]. Ji realizuojama, įstačius jonų šaltinius į anksčiau minėtų technologinių įrenginių kameras, kaip parodyta 21 pav. Inertinių dujų jonai (dažniausiai Ar, Xe) bombarduoja dangos paviršių, suteikdami papildomos energijos nusodintos medžiagos molekulėms ir taip suformuodami vienalytį, lygų ir tankų sluoksnį [90, 91]. Tai viena iš plačiausiai naudojamų metodikų didelio atominio ar molekulinio tankio plonųjų plėvelių formavimui. Tokios dangos pasižymi didesniu lūžio rodikliu, lyginant su užaugintomis be jonų šaltinio. Šia technologija pagamintos dangos mažiau porėtos, turi mažiau tuštumų (ertmių sluoksniuose ir tarp jų), sluoksniai tankesni. Šis būdas įgalina sumažinti vandens garų adsorbciją, kuri yra būdinga daugeliui įprastinio šiluminio garinimo būdu suformuotoms dangoms. Vandens garų adsorbcija stipriai riboja tikslių optinių dangų taikymus.

1.11.2 Jonapluoštis dulkinimas

Pirmieji ploni sluoksniai, suformuoti dulkinimo būdu, buvo aprašyti A. Vraitto (*Arthur Wright*) 1877 metais [92]. Tai buvo įvairių metalų (Pt, Au, Co, Bi ir kt.) sluoksniai, suformuoti impulsinio katodinio dulkinimo būdu.

Medžiagos dulkinimas – tai vienas iš daugelio procesų, vykstančių medžiagoje, paveikiant ją didelės energijos jonais ar neutraliais atomais [86]. Šis poveikis – tai jų judesio kiekio momento perdavimas medžiagos (kuri vadinama taikiniu) paviršiniams atomams. Jei bombarduojančių jonų ar atomų kinetinė energija didesnė už taikinio medžiagos atomų ryšio energiją, jie yra išmušami ir vyksta dulkinimo procesas. Santykis tarp „išdulkėjusių“ ir dulkinančiųjų atomų vadinamas dulkinimo išeiga (*angl. yield*). Nesigilindami į procesus, vykstančius ties taikinio paviršiumi, trumpai apibūdinsime jonapluoščio dulkinimo metodiką.



22 pav. Jonapluoščio dulkinimo schema.

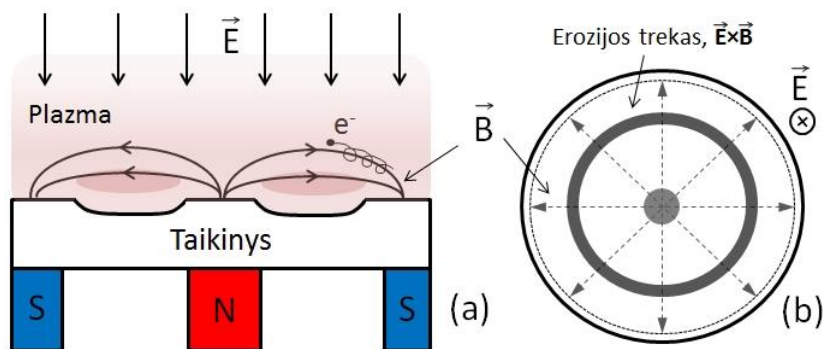
Dulkinimo jonų pluoštu proceso schema pavaizduota 22 pav. Jonų šaltinis nukreiptas į taikinį, kuris yra pakreiptas ~45 laipsnių kampu, kad išmuštų taikinio medžiagos atomų srautas patektų ant padėklo. Tankesnei dangai suformuoti į dulkinimo procesą įvedami papildomi jonai, dažniausiai Ar ar Xe jonai, bombarduojantys besiformuojančią dangą. Taikinį nuolat bombarduojant teigiamais jonais, susikaupia teigiamas elektros krūvis, todėl jonų

neutralizavimui naudojamas elektronų šaltinis. Šis dengimo metodas plačiai naudojamas, siekiant suformuoti itin tankius, gerų optinių savybių plonus sluoksnius optinių dangų taikymams [93-95].

1.11.3 Magnetroninis dulkinimas

Katodinis dulkinimas išlydžio plazmoje žinomas daugiau nei 150 metų [96]. Tačiau F.M. Peningas (*F.M. Penning*) 1936 m. dulkinimo plazmai sukurti pasiūlė naudoti ne tik elektrinį lauką (didelę įtampą tarp elektrodų), tačiau ir magnetinį lauką [97, 98]. Ši, sukryžiuotų laukų (*angl. cross field*) konfigūracija leido 10^2 - 10^4 kartų padidinti elektronų tankį ties vienu iš elektrodų (katodu, kuris yra dulkinamoji medžiaga), kas leido padidinti plazmos tankį, taip pat ir dulkinimo efektyvumą [99]. Dulkinimo šaltinis, kai po katodu buvo patalpintas magnetas – pavadintas magnetronu, o technologija – magnetroniniu dulkinimu (*angl. magnetron sputtering – MS*). Galiausiai magnetroninis dulkinimas tapo pagrindine plonųjų sluoksnių formavimo vakuume technologija. Tačiau formuojant itin kokybiškus dielektrinius sluoksnius optinių dangų taikymams, ši technologija pradėta naudoti tik pastarąjį dešimtmetį ir yra daugelio mokslininkų bei inžinierių tyrimų objektas. Kadangi stipriai auga susidomėjimas šia technologija, šiame darbe jai skirsime didesnę dėmesį.

Kaip buvo minėta, po katodu (taikiniu) patalpinus, sakykim, nuolatinį magnetą, sukuriantį nuolatinį magnetinį lauką, Lorencio jėgos $F=q(E+v\times B)$ veikiami elektronai ima judėti spiralinėmis trajektorijomis išilgai magnetinio lauko linijų (23 pav.a). Čia q – krūvis, v – elektronų greitis bei E ir B – elektrinio ir magnetinio lauko stipris.



23 pav. Principinė plokščiojo magnetrono schema: skerspjūvis (a), iš viršaus (b).

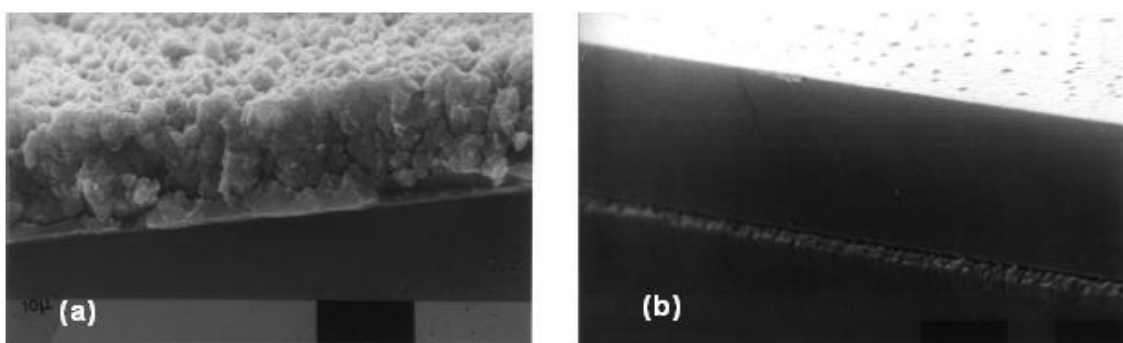
Toks elektronų sutelkimas virš taikinio padidina dulkinančių dujų (dažniausiai Ar arba Xe) jonizacijos tikimybę. Esant didesniai inertinių dujų jonų skaičiui elektriniame lauke, padidėja tikimybė išdulkinti daugiau medžiagos (katodo) atomų, o tai reiškia, kad padidėja dulkinimo išeiga ir dangos augimo greitis. Intensyviausio dulkinimo sritis taikinio paviršiuje formuojasi ten, kur yra tankiausia plazma. Ši sritis yra vadinama taikinio erozijos treku (angl. erosion track) (23 pav.b). Deja, naudojant plokščiuosius magnetronus su stacionariais nuolatiniais magnetais, sunaudojama ne daugiau kaip (20-30)% taikinio medžiagos. Tai vienas didžiausių šios magnetronų konfigūracijos trūkumų.

1.11.3.1 DC, impulsinis DC ir RF magnetroninis dulkinimas

DC dulkinimas

Paprasčiausias būdas sukurti plazmą virš taikinio – palaikyti pastovų potencialų skirtumą tarp anodo ir katodo (taikinio). Tai žinoma kaip nuolatinės srovės (DC) (*angl. direct current*) dulkinimas, kuris plačiai naudojamas tiek metalinėms [100], tiek dielektrinėms dangoms formuoti [101, 102]. Neigiamo potencialo katodas nuolatos bombarduojamas teigiamais inertinių dujų (dažniausiai Ar, Xe) jonais, todėl dulkinimas vyksta efektyviausiu būdu, užtikrinant didžiausią sluoksnio augimo spartą. Tačiau tai efektyvu, tik dulkinant metalinius taikinius, bet neįmanoma dulkinti nelaidžių medžiagų ir neefektyvu dulkinti metalus reaktyvių dujų (RD) atmosferoje, formuojant dielektrinius sluoksnius. DC režimu negalima dulkinti nelaidžių taikinių (medžiagų), nes

dielektrikai praktiškai neturi laisvųjų elektronų, todėl nėra sukuriama ir palaikoma plazma. Metalų dulkinimas RD atmosferoje galimas, tačiau neefektyvus, o dielektriniai sluoksniai būna nekokybiški. Šiuo atveju, didžioji dalis taikinio, reaguodama su RD, pasidengia dielektrine plėvele, todėl sumažėja dulkinimo greitis, o ją veikiant teigiamais jonais, plėvelė įsielektrina teigiamai. Dėl to vyksta išlydžiai taikinio paviršiuje, kurie generuoja defektus dangose, o procesas tampa lėtas ir nestabilus. Aliuminio oksidas, suformuotas DC ir impulsinio DC režimais pavaizduotas 24 pav. [103].



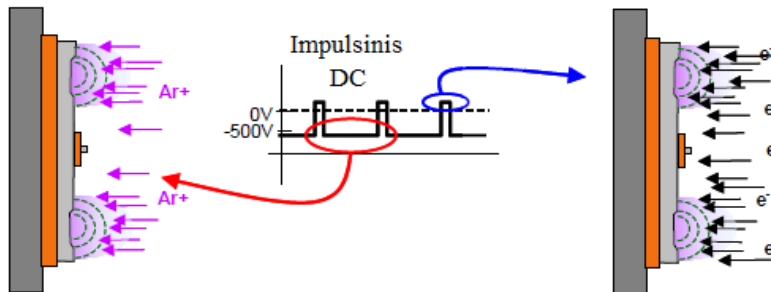
24 pav. Al_2O_3 sluoksnių, suformuotų DC (a) ir impulsinio DC (b) metodais, struktūra [103].

Matome, kad DC būdu suformuotas Al_2O_3 sluoksnis pasižymi porėta granuline struktūra, o impulsiniu DC suformuotas sluoksnis yra tankus, be matomų defektų.

Impulsinis DC dulkinimas

Tai technologija, plačiausiai naudojama formuojant metalų oksidus ar kitus dielektrinius sluoksnius, medžiagos dulkinimui naudojant metalų taikinius. Jų dulkinimas RD atmosferoje sukelia sudėtingas proceso kontrolės problemas, kurios plačiai diskutuojamos mokslinėje literatūroje [104-109]. Viena iš jų, kaip buvo minėta ankstesniame skyrelyje, yra taikinio paviršiuje vykstantys elektros išlydžiai dėl teigiamai įsielektrinusios taikinį dengiančios dielektrinės plėvelės. Impulsinio DC (p-DC) atveju ši problema išsprendžiama, nes tam tikrais laiko momentais yra keičiamas taikinio įtampos poliariškumas. Dažniausiai yra naudojami stačiakampiai impulsai (25 pav.) Esant „neigiamam“ impulsui vyksta dulkinimo procesas, t.y. taikiniui suteikiamas neigiamas elektros

krūvis, o inertinių dujų jonai bombarduoja jį, išmušdami atomus ir antrinius elektronus. Esant „teigiamajam“ impulsui, elektronai juda taikinio link ir neutralizuoja neigiamo impulso metu susikaupusį teigiamą krūvį.



25 pav. Asimetrinio impulsinio DC dulkinimo principinė schema [110].

Neigiamų impulsų amplitudė ir trukmė dažniausiai yra didesni nei teigiamų, o toks dulkinimo režimas vadinamas asimetriniu impulsiniu DC dulkinimu. Dielektriniams sluoksniams formuoti dažniausiai naudojami elektriniai impulsai pasikartojantys 20-350 kHz dažniu. Impulsinio dulkinimo procesuose labai svarbus parametras yra užpilda (*angl. duty cycle*), t.y. neigiamo impulso trukmės ir impulso periodo santykis išreikštas %. Keičiant dažnį ir neigiamų impulsų „išjungimų“ trukmę (užpildą), galima rasti optimalius dulkinimo režimus, išvengiant išlydžių, bei suformuoti kokybiškus dielektrinius sluoksnius, užtikrinant didelę augimo spartą (nuo 50% metalo sluoksnio augimo spartos). Daugelio autorių [111-116] atlikti tyrimai parodė, kad optimaliausia dielektrinius sluoksnius formuoti, naudojant ne mažesnę nei 20 kHz impulsų dažnį ir 50 %-80 % užpildą. Tačiau, iškyla „išnykstančio“ anodo (*angl. disappearing anode*) problema, kai vakuuminės kameros sienos (anodas) netolygiai pasidengia dielektriniu sluoksniu, kuris įsielektrina teigiamai ir verčia elektronus dreifuoti iš plazmos link anodo, o plazma tampa nestabili. Ši problema sprendžiama keliais būdais: i) izoliuojant anodą, kad nepasidengtų dielektrine plėvele ir/arba suteikiant papildomai teigiamą potencialą, ii) naudojant dvigubą bipolinį impulsinį DC (*angl. dual bipolar pulsed DC*) dulkinimą [110, 117].

RF dulkinimas

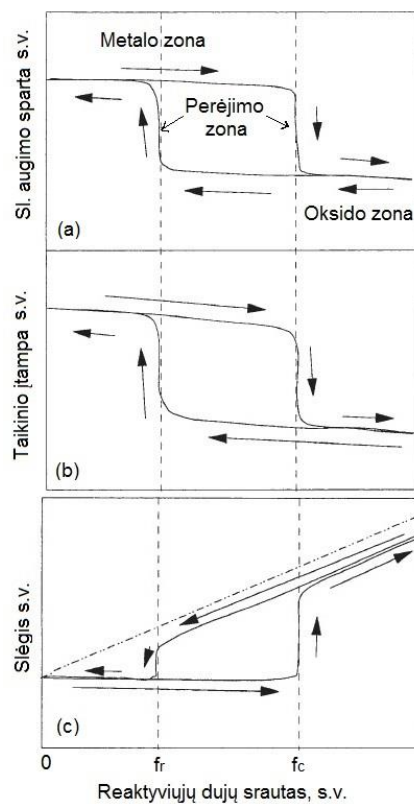
Plonųjų sluoksnių technologijose dulkinimas radijo dažnio (*angl. radio frequency RF*) plazmoje naudojamas tiek metaliniams [118-120], tiek dielektriniam [36, 121] taikiniams dulkiti. Elektriniam laukui kintant radijo dažniu (dažniausiai 13,56 MHz), inertinių dujų jonų judris yra žymiai mažesnis nei elektronų, kurie būdami lengvesni šiame lauke įveikia didesnę atstumą [122]. Todėl osciliuodami radijo dažniu kintančiame elektriniame lauke, elektronai jonizuoja inertinių dujų atomus ir suteikia neigiamą krūvį dielektrinio taikinio paviršiui (*angl. self-biasing*). Tokiu būdu, analogiškai kaip ir DC dulkinimo atveju gaunama dviejų elektrodų (katodo-anodo) sistema, kur katodas yra dielektrinės medžiagos taikiny.

RF dulkinimas yra vienintelis būdas, naudojamas elektrai nelaidžių taikinių dulkinimui. RF dulkinimas turi keletą trūkumų, lyginant su DC dulkinimu, kurios stipriai riboja šios technologijos taikymus. RF plazma blogai lokalizuota (*angl. low plasma confinement*) ties taikinio paviršiumi, todėl plačiai vakuuminėje kameroje pasklidusi plazma gali neigiamai (retais atvejais teigiamai) įtakoti besiformuojančios dangos struktūrą ir sukelti pagrinduko temperatūros padidėjimą. Tai riboja plonųjų sluoksnių formavimą ant temperatūrai jautrių pagrindukų. Kita problema, dulkinant dielektrinius taikinius, yra jų mechaniniai pažeidimai dėl išsiskiriančios šilumos. Kadangi daugelis dielektrinių medžiagų yra blogi šilumos laidininkai, taikinių paviršius gali sutrūkinėti, o patys taikiniai sutrupėti [86]. Taip pat RF dulkinimo sistemos dažnai yra brangesnės ir sudėtingesnės [122], lyginant su DC ar p-DC įrangomis, nes reikalingos papildomos didelio dažnio laukų suderinimo grandinės (*angl. matching system*). Dar svarbu yra tai, kad, esant tam pačiam intensyvumui (W/cm^2) RF plazma dulkinant metalinius taikinius, dulkinimo išeiga būna mažiausiai 2 kartus mažesnė nei DC dulkinimo atveju. Esant reaktyviajam dulkinimui, dielektrinio sluoksnio augimo sparta tesiekia 10% metalinio sluoksnio augimo spartos, kai tuo tarpu DC atveju gali būti 80% ar daugiau.

1.11.3.2 Reaktyvusis magnetroninis dulkinimas

Dielektriniams sluoksniams formuoti MS būdu egzistuoja du metodai: keraminių/dielektrinių taikinių (Al_2O_3 , ZrO_2 , TiO_2 , SiO_2 ir kt.) ir metalinių taikinių dulkinimas reaktyvių dujų (RD) (dažniausiai O_2 , N_2 ar O_2+N_2) atmosferoje. Pastarasis vadinamas reaktyviuoju dulkinimu ir realizuojamas DC ar impulsiniu DC režimais.

Metalinės medžiagos (taikinio) dulkinimas reaktyvių dujų atmosferoje inicijuoja chemines reakcijas, kurių metu išdulkėjusio metalo jonai jungiasi su RD molekulėmis, ant padėklo suformuodami oksidus, nitridus ar oksinitridus (ZrO_2 , ZrN , $\text{Zr}_7\text{O}_8\text{N}_4$, SiO_2 , Nb_2O_5 , Al_2O_3 ir kt.). Tačiau tuo pačiu metu reakcija vyksta ir su metaliniu taikiniu, kurio paviršiuje susiformuoja oksido ar nitrido sluoksnis. Šis procesas kitaip dar vadinamas taikinio užsiteršimu (*angl. target poisoning*). Sluoksnio augimo spartos, taikinio įtampos bei slėgio priklausomybės nuo reaktyvių dujų srauto pavaizduotos 26 pav. [99].



26 pav. Sluoksnio augimo spartos (a), taikinio įtampos (b) bei slėgio (c) priklausomybė nuo reaktyviųjų dujų srauto [99].

RD srautui didėjant iki tam tikros ribos (f_c), visos dujos sunaudojamos oksiduoti išdulkėjusiems metalo atomams. Sluoksnio augimo sparta beveik nekinta. Taikinio įtampa, būdama itin jautri RD kiekiui, sumažėja nežymiai (šiuo atveju, bet gali ir nežymiai padidėti priklausomai nuo medžiagos [123]), slėgis kameroje taip pat nekinta. Dulkinimas vyksta vadinamoje „metalo zonoje“, kai ant įvairių kameros paviršių formuojasi nepilnai oksiduoto metalo sluoksnis (suboksidai). Nežymiai peržengus kritinę (f_c) ribą, taikinyje ir visi išdulkėjusio taikinio medžiagos atomai pilnai oksiduojasi. Stebimas staigus sluoksnio augimo spartos sumažėjimas, nes ant taikinio susidariusio oksido dulkinimo išeiga mažesnė nei metalo. Stebimas ir taikinio įtampos kritimas (arba augimas priklausomai nuo medžiagos). Tuo pačiu metu, vakuuminėje kameroje žymiai padidėja slėgis, nes lieka perteklinis RD kiekis. Siaura riba ties f_c vadinamas „perėjimo zona“, o dulkinimas vyksta perėjimo zonoje. Esant RD srautams, didesniems nei f_c , augimo sparta, įtampa ir slėgis praktiškai nebekinta, nes visi paviršiai, taip pat ir taikinyje, yra pilnai oksiduoti. Šioje vadinamoje „oksidų zonoje“ nusistovi pseudo stabilus režimas. Toliau slėgis vakuuminėje kameroje didėja tiesiškai ir priklauso tik nuo siurbimo spartos. Analogiška situacija, tik su tam tikru vėlavimu, stebima tuo pačiu greičiu mažinant RD srautą (26 pav.). Mažinant srautą iki $f > f_r$, dulkinimas vyksta oksidų zonoje, ties $f \approx f_r$ - perėjimo zonoje, $f < f_r$ - metalo zonoje. Pastoviu greičiu mažėjant RD srautui, reikalingas tam tikras laikas, kol oksidų sluoksnelis nuo taikinio bus „nuvalytas“ ir taikinyje grįš į metalo fazę. Susidaro taip vadinama histerezės kilpa (*angl. hysteresis loop*). Siekiant suformuoti gerų optinių ir fizinių savybių dielektrinius sluoksnius, esant didelei sluoksnio augimo spartai, procesas turi būti atliekamas perėjimo zonoje. Tačiau daugelio medžiagų atveju perėjimo zona yra itin siaura ir paprastai nėra lengva kontroliuoti procesą, naudojant tik RD srauto valdiklius (*angl. MFC's*), todėl histerezės efektas yra daugelio autorių problema ir atskiras tyrimų objektas [124-127]. Dulkinimo proceso valdymui perėjimo zonoje yra žinoma keletas būdų:

- Uždaro ciklo RD kontrolė (*angl. closed-loop reactive gas control*) yra plačiausiai taikomas būdas. Aktyviai kontroliuojama taikinio įtampa [110, 128], arba RD dalinis slėgis: metalų ir/ar dujų plazmos emisijos linijų intensyvumas [115, 129-132] ir lambda jutiklis arba kombinuoti būdai [32, 133, 134];
- Siurbimo greičio padidinimas [135, 136];
- Periodinis pagrinduko ir katodo atskyrimas, kai jis fiziškai vis atskiriamas ir kitoje kameroje oksiduojamas ant jo suformuotas metalinis sluoksnis [99].

D. Severinas (D. Severin) su kolegomis teigia [137, 138], kad perėjimo zona reaktyviojo ZrO₂ dulkinimo proceso metu gali būti stabilizuojama, kai Ar+O₂ atmosfera papildoma nedideliu N₂ kiekiu. Kiti autoriai pastebėjo [139, 140], kad Ar+O₂ atmosferą papildžius nedideliu N₂ kiekiu, ZrO₂ sluoksnio augimo sparta tampa didesnė nei be N₂. Tačiau iš publikuotų darbų nėra aišku, kokie procesai tai lemia.

D. Depla ir kolegų atlikti taikinio įtampos įvairiose dulkinimo „zonose“ tyrimai leido įvardinti pagrindinius reaktyviojo dulkinimo procesus, vykstančius oksiduoto (užteršto) taikinio paviršiuje, bei nustatyti jų įtaką pagrindiniams proceso parametrams, t.y. dulkinimo greičiui, katodo įtampai, RD daliniam slėgiui. Vykstant magnetroniniam dulkinimui iš metalinio taikinio reaktyviųjų dujų atmosferoje, pasireiškia taikinio įtampos mažėjimas arba didėjimas, kuris priklauso nuo reaktyviųjų dujų srauto ir fizikinių procesų, vykstančių taikinio paviršiuje. Tai yra taikinio medžiagos antrinių elektronų emisijos koeficiento γ_{ISEE} (*angl. ion-induced secondary electron emission ISEE*) kitimas dėl oksido/suboksido sluoksnio susidarymo metalinio taikinio paviršiuje [100, 141], reaktyviųjų dujų chemisorbcija (*angl. chemisorbtion*) taikinio paviršiuje [142, 143], bei RD jonų implantacija į taikinį [144, 145]. Skirtinga suboksido plėvelės cheminė sudėtis lemia skirtingus γ_{ISEE} . Šis koeficientas atvirkščiai proporcingas taikinio įtampai, t.y. koeficiento padidėjimas lemia taikinio įtampos mažėjimą ir atvirkščiai. Taikinio paviršiaus oksidacija įvyksta kai deguonies

koncentracija plazmoje pasiekia kritinę vertę, kurią viršijus chemisorbcijos greitis viršija suboksido dulkinimo greitį, t.y. taikinio paviršiaus nuvalymą. Chemisorbcijos greitį galima išreikšti taip:

$$\frac{dN}{dt} = \frac{(N_0 - N)}{EF}, \quad (47)$$

kur N_0 yra deguonies molekulių skaičius, reikalingas padengti visą taikinio paviršių, F – deguonies molekulių smūgių į taikinį greitis, E – deguonies dalinis slėgis, kuriam esant bus oksiduotas visas taikinio paviršius.

3. EKSPERIMENTŲ METODIKA

3.1 Plonųjų sluoksnių ir pagrindukų charakterizavimo metodai

3.1.1 Optiniai pagrindukai

Darbe buvo naudojami 5 mm storio ir 25,4 mm diametro lydyto kvarco optiniai pagrindukai, įsigyti iš UAB Altechna. Šie komerciškai parduodami pagrindukai yra poliruojami cerio oksido abrazyvinėmis dalelėmis ir pasižymi 0,3-0,7 nm paviršiaus šiurkštumu (RMS) bei geresniu nei $\lambda/8@ 632.8$ nm plokštiškumu. Prieš visus matavimus ir dangų dengimą FS pagrindukai buvo plaunami automatine plovykle Optimal „40MF Mk2“: 5 min ultragarso vonelėje su 3-5% kalio šarmo vandeniniu tirpalu, 5 min ultragarso vonelėje su vandeniu, 5 min vonelėje su dejonizuotu vandeniu ir 5 min džiovinimas 60°C temperatūroje.

Darbe naudoti LBO kristalai, kurių matmenys 10mm×10 mm, storis 3 mm, buvo poliruoti UAB Optolita. Prieš visus matavimus ir dangų dengimą LBO kristalai buvo valomi rankiniu būdu vata, naudojant butilo acetatą.

3.1.2 Dangų medžiagos

Cirkonio oksidas kaip didelio lūžio rodiklio ($2,15\pm 0,05$) ir didelio atsparumo lazerio spinduliutei ($PLSS=28 \text{ J/cm}^2$, $\lambda=1030 \text{ nm}$, $\tau=12 \text{ ns}$) [146] optinė medžiaga, plačiausiai naudojama matomoje ir artimojoje infraraudonojoje spektro srityse. Cirkonio oksidu dažnai pakeičiamas hafnio oksidas artimojoje UV srityje iki 300 nm. Bangos ilgiams trumpesniems nei 300 nm, ZrO_2 pasižymi didele sugertimi ir šiam diapazonui nėra tinkamas. Tačiau panaudojus ZrO_2 mišinius su SiO_2 , galima praplėsti šios medžiagos naudojimo spektrinį diapazoną ir pagerinti įvairių lazerinių komponentų optines savybes. Technologiniu požiūriu, ZrO_2 yra sudėtinga medžiaga sluoksniams formuoti, nes jo optinės savybės neatsikartoja vykstant dulkinimo/garinimo procesams. Todėl, siekiant suprasti priežastis, lemiančias nepastovias cirkonio oksido formavimosi savybes,

ši medžiaga daugelį metų įdomi ir moksliniu aspektu, norint nustatyti skirtingų dengimo parametrų įtaką dangų optinėms ir fizinėms savybėms.

Šiame darbe Al_2O_3 buvo naudotas, siekiant palyginti Al_2O_3 - SiO_2 pagrindu suformuotų optinių dangų atsparumą UV lazerio spinduliuotei (355 nm ir 266 nm) su plonųjų $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2$ mišinių sluoksnių pagrindu suformuotomis optinėmis dangomis. Aliuminio oksidas pasižymi mažu ekstinkcijos koeficientu ties 220 nm ($k=1\times 10^{-4}$) [87], todėl plačiai naudojamas UV diapazono optinėms dangoms formuoti.

Nb_2O_5 buvo pasirinktas mišiniams su SiO_2 formuoti reaktyvaus magnetroninio dulkinimo būdu. Niobio pentoksido sluoksniai, formuojami įvairiomis plonųjų sluoksnių dengimo technologijomis, yra amorfinės būsenos ($T<400\text{C}^\circ$) bei pasižymi dideliu lūžio rodikliu ($n=2,25\pm 0,02$, kai $\lambda=800$ nm) [26]. Technologiniu požiūriu tai itin stabilių bei atsikartojančių optinių parametrų (n , k) medžiaga, nepriklausomai kokia formavimo technologija būtų naudojama. Dėl šios priežasties ji daugelį metų plačiai naudojama itin sudėtingų konstrukcijų optinėms dangoms formuoti. Šiame darbe ji buvo pasirinkta suformuoti plonuosius $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ mišinių sluoksnius magnetroninio dulkinimo technologija bei ištirti jų fizines ir optines savybes, siekiant ateityje šių mišinių pagrindu formuoti sudėtingų konstrukcijų atsparias lazerio spinduliuotei optines dangas.

HfO_2 kaip optinė medžiaga ploniems sluoksniams formuoti pasižymi mažu ekstinkcijos koeficientu $k=0,0025\pm 0,0015$ ties 240 nm [147] ir yra plačiai taikomas UV diapazono (kai $\lambda>250$ nm) optinėms dangoms formuoti. Taip pat, hafnio oksidas pasižymi didesniu lūžio rodikliu ($n=2,0\pm 0,1$, kai $\lambda=400$ nm) nei aliuminio oksidas ($n=1,7\pm 0,05$ kai $\lambda=400$ nm) [148]. Dėl šių priežasčių, ši medžiaga buvo pasirinkta skaidrinančioms, didelio atspindžio bei poliarizuojančioms UV diapazono ($\lambda=355$ nm) optinėms dangoms formuoti.

SiO_2 kaip mažo lūžio rodiklio ($n=1,47\pm 0,02$, kai $\lambda=550$ nm) [149], mažos sugerties ($k<10^{-5}$, kai $\lambda=490$ nm) [150] optinė medžiaga naudojama optinėms dangoms formuoti nuo 0,2 μm iki 5 μm spektriniame diapazone. Todėl šiame darbe SiO_2 buvo naudojamas, formuojant didelio ir mažo (H ir L) lūžio

rodiklio sluoksnių poras su ZrO₂, HfO₂, Al₂O₃ bei mišinių plonus sluoksnius su Nb₂O₅, ZrO₂ bei HfO₂.

3.1.3 Pralaidumo matavimai ir optinių konstantų nustatymas, dangų modeliavimas

Optinio pralaidumo matavimai buvo atliekami Perkin Elmer kompanijos „Lamda 950“ spektrofotometru, galinčiu išmatuoti pralaidumo spektrą nuo 185 nm iki 3300 nm. Prietaiso skyra ultravioleto ir matomojoje spektro dalyje kinta 0,05-5,00 nm ribose, o artimajame infraraudonajame diapazone – 0,20-20 nm. Plonųjų sluoksnių optinės konstantos (lūžio rodiklis n ir ekstinkcijos koeficientas k) bei lūžio rodiklio nevienalytiškumas buvo nustatomos iš pralaidumo spektrų, panaudojant „OptiChar v8.85“ programinį paketą. Programos algoritmas lūžio rodiklio nustatymui remiasi Koši (Cauchy) formule:

$$n(\lambda)=A+B/\lambda^2+C/\lambda^4, \quad (48)$$

kur λ - bangos ilgis, n – lūžio rodiklis, A, B, C yra n nuo λ priklausomybės aproksimacijos koeficientai. Daugiasluoksnės diskrečių sluoksnių bei kintamo lūžio rodiklio optinės dangos buvo modeliuojamos „Optilayer v8.85“ programiniu paketu.

3.1.4 Draustinės juostos pločio nustatymas

Plonųjų sluoksnių draustinės juostos plotis buvo nustatomas, remiantis Tako (Tauc) dėsnium, įskaitant tiesioginius ir netiesioginius tarpjuostinius elektronų šuolius [38, 151]

$$(\alpha hv)^m=A(hv-E_g), \quad (49)$$

čia hv – fotono energija, A ir m – konstantos, kur $m=1/2$, jei šuoliai tiesioginiai, $m=2$, jei netiesioginiai. Sugerties koeficientas (α) buvo nustatomas iš optinio pralaidumo, remiantis išraiška

$$\alpha=-\ln(T)/d, \quad (50)$$

kur d – fizinis sluoksnio storis, T – pralaidumas. Aproximuojant priklausomybės $(\alpha h\nu)^{1/2}$ nuo $h\nu$ tiesinę dalį, taškas, kur kertama abscisių ašis ($h\nu$), atitinka draustinių energijų juostos pločio skaitinė vertė E_g (eV).

3.1.5 Paviršiaus analizė AFM

Paviršių šiurkštumo matavimai buvo atliekami Bruker kompanijos atominių jėgų mikroskopu „Dimension[®] EdgeTM“ (AFM), dirbančiu pusiau kontaktiniu režimu. Šiuo būdu zondas virpinamas rezonansiniu (arba beveik rezonansiniu) dažniu, kurio amplitudė siekia (10-50) nm. Šiuo atveju pasireiškia Van der Valso, elektrostatinės, dipolinės ir kitos sąveikos jėgos, kurios trikdo nustatytu dažniu virpančio zondo amplitudę, kuri proporcinga paviršiaus nelygumui. Paviršiaus šiurkštumas dažniausiai nusakomas vidutiniu kvadratinu nuokrypiu RMS (angl. root mean square) nuo reljefo vidurkio ir aprašomas išraiška:

$$R_{rms} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (Z_i - Z_{vid})^2} \quad (50)$$

čia Z_i – i - ojo nelygumo aukštis, Z_{vid} – vidutinis aukštis, N – matavimo sričių skaičius. RMS vertės buvo matuojamos keturiose skirtingose kiekvieno bandinio srityse ($20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$).

Popaviršinių defektų aptikimui buvo naudojamas fazinis vaizdavimas (*angl. phase imaging*) kuris leido paviršiuje išskirti skirtingo klampumo-kietumo sritis, t.y. poliravimo liekanomis užpildytus režius bei mikrotrūkius, kurie neaptinkami paviršiaus reljefo žemėlapyje.

3.1.6 Optinių pagrindukų XPS analizė

Siekiant nustatyti ir įvertinti pagrindukų paviršių taršą poliravimo medžiagų (Ce_2O_3 ar CeO_2) liekanomis poliruoto kvarco paviršiuje, buvo atlikti rentgeno fotoelektronų spektroskopijos (*angl. X-ray Photoelectron spectroscopy*) - XPS tyrimai. Matavimai buvo atlikti, bendradarbiaujant su Lietuvos Energetikos Instituto tyrėjais, “Versaprobe 5600” spektrometru, duomenų

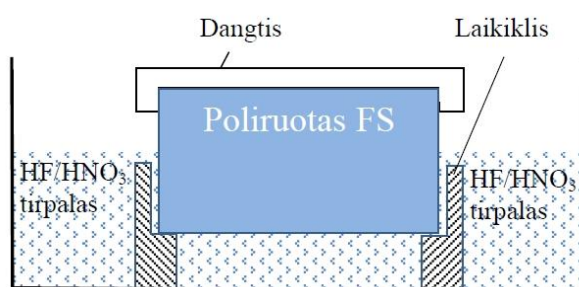
analizei naudojant „MultiPack“ programinę įrangą. Buvo panaudotas 25 W ir 15 kV fokusuotas iki ~ 100 μm diametro aliuminio jonų pluoštelis.

3.1.7 Optinių pagrindukų masių spektrinė analizė indukcinėje plazmoje

Komerčiškai poliruoto FS pagrinduko maža paviršiaus dalis buvo išgarinama nanosekundiniu Nd:YAG UP-213 lazeriu (New Wave Research, JAV). Impulso trukmė $\tau=4$ ns, energijos tankis - 0.3 J/cm^2 , pluoštelio diametras - 40 μm , bangos ilgis $\lambda=213$ nm. Bandinio mikrodalelės argono srautu buvo įpučiamos į indukcinę plazmą, kurioje medžiaga atomizuojama ir jonizuojama. Susidarę jonai registruojami masių spektrometru „ELEMENT2“ (Finnigan, Vokietija). Koncentracija nustatoma etalono atžvilgiu. Kadangi lazerio pluoštelio diametras mažas (~40 μm), todėl galima analizuoti norimą bandinio sritį, o pati analizė buvo atliekama keliose vietose, siekiant įvertinti liekamąjį cerio oksido kiekį poliruoto FS paviršiuje.

3.1.8 Optinių pagrindukų ėsdinimas

Siekiant pašalinti Bilbio sluoksnį bei „išplauti“ mikrotrūkiuose esančias poliravimo liekanas, buvo sukurtas ėsdinimo stendas (27 pav.). 14 kvarcinių pagrindukų buvo ėsdinti 20% koncentracijos HF/HNO₃ rūgštyje 0,5, 1, 2, 4, 8 ir 16 minučių (po du kiekvienai trukmei).



27 pav. Cheminio ėsdinimo stendo principinė schema.

0,5 ir 1, 2 ir 4, 8, 16 minučių ėsdinimai buvo atliekami vis naujame rūgšties mišinyje. Siekiant iširti skirtingos trukmės ėsdinimo įtaką pagrindukų optinėms ir fizinėms savybėms, rūgščių mišinio koncentracija, temperatūra, oro drėgmė bei

temperatūra buvo fiksuota ir nekeičiama. Atlikus kiekvieno bandinio išdėdymą, jis buvo nuplaunamas tekančiu dejonizuotu vandeniu.

3.1.9 Optinių paviršių atsparumo lazerio spinduliuotei nustatymas

Atsparumo lazerio spinduliuotei matavimai buvo atlikti Vilniaus universiteto Lazerinių tyrimų centro optikos charakterizavimo grupėje pagal ISO21254-1 ir ISO11254-2 standartuose aprašytas 1-į-1 ir S-į-1 metodikas. Šios charakterizavimo metodikos aprašytos [40, 65] publikacijose. Paminėsime pagrindinius parametrus: Nd:YAG lazerio bangos ilgis – 355nm, impulsų trukmė atskirais atvejais buvo 5,7 ns, 8,7 ns ir 10 ns, o pluoštelio diametras atitinkamai 30 μm, 38 μm ir 15 μm. Pasikartojimų dažnis – 50 Hz, 10 Hz ir 6 kHz. 266 nm bangos ilgio spinduliuotei impulsų trukmė buvo 3,5 ns, pasikartojimo dažnis 10 Hz, pluoštelio diametras 115 μm.

3.1.10 Plonųjų sluoksnių RBS analizė

Siekiant nustatyti suformuotų dielektrinių sluoksnių stochiometriją Fizinių ir technologijos mokslų centre atlikti atgalinės Rezerfordo sklaidos spektroskopijos (*angl. Rutherford backscattering spectroscopy – RBS*) tyrimai, naudojant Tandetron „4110A“ dalelių greitintuvą. Eksperimentuose buvo naudoti skirtingų energijų protonų pluošteliai, kurie buvo nukreipiami į tiriamus bandinius, t.y. plonuosius sluoksnius. Atgal išsklaidyti protonai buvo registruojami puslaidininkiniu Si ORTEC CR-015-050-100 50 mm² ploto detektoriumi (energinė skyra 15 keV, 5,486 MeV energijos alfa dalelėms). Elementų koncentracijos ir atominiai tankiai įvertinti, panaudojant RBXN analizės programinį paketą. Eksperimentinė kamera pritaikyta tik *IBM* tipo geometrijos eksperimentams, kai sklaidos kampas $\theta = 135^\circ$, todėl tyrimams buvo naudoti skirtingos energijos pluošteliai (1000 keV, 1300 keV, 1500 keV, 1600 keV ir 1700 keV), nes atgalinės sklaidos skerspjūviai priklauso nuo bombarduojančių dalelių energijos.

RBS spektroskopijoje sklaidos priklauso nuo: signalų stiprinimo,

pluoštelio energijos (kalibracijos bei stabilumo), sklaidos kampo (tikslumo), sąveikos ir sklaidos skerspjūvių, bei bandiniui suteikto krūvio. Sutaptys užregistruotame spektre ir daugybinė sklaida bandinyje yra netiesiniai efektai, kurie turi įtakos RBS metodo tikslumui. Paklaidos buvo įvertinamos kiekvienam bandiniui atskirai ir galėjo skirtis, keičiant bandinius.

Siekiant palyginti optiniais metodais (iš pralaidumo matavimų) ir RBS išmatuotų mišinių stochiometriją, buvo atlikti atominės koncentracijos skaičiavimai remiantis tūrine mišinių koncentracija:

$$X = \frac{VN_a\rho}{M} \quad (51)$$

Čia X Nb_2O_5 ar SiO_2 molekulių kiekis tūrio vienetu (cm^{-3}), V – tūrinė frakcija, M – molinė masė, N_a – Avogadro skaičius, ρ - medžiagos tankis. Atomų skaičius mišinyje buvo įvertintas, remiantis išraiška: $a=X \times n / N_{vis}$, kur n – atomų skaičius molekulėje (pvz. SiO_2 : Si=1, O=2, Nb_2O_5 : Nb=2, O=5), N_{vis} – iš viso atomų mišinyje.

3.1.11 Plonųjų sluoksnių XRD analizė

Plonųjų sluoksnių kristalinei struktūrai nustatyti buvo atlikti rentgeno spindulių difrakcijos (*angl. X-ray diffraction, XRD*) matavimai „SmartLab“ (gamintojas Rigaku) difraktometru su 9kW galios rentgeno spindulių šaltiniu ir besisukančiu vario anodu. Buvo naudojama slystančio spindulio (*angl. grazing incidence*) metodika. Difrakavę rentgeno spinduliai būdavo registruojami 10° - 60° (2θ kampų) intervale. Kampas tarp pirminio rentgeno spindulių pluoštelio ir bandinio paviršiaus (ω) buvo $0,5^\circ$.

3.1.12 Įtempių plonuosiuose sluoksniuose nustatymas

Įtempiai plonuosiuose sluoksniuose buvo įvertinti, išmatavus 25,4 mm diametro 1 mm storio nedengto ir dengto FS pagrindu išlinkimą/įdubimą Veeco kompanijos „DekTak 150“ profilometru. Dielektrinių

sluoksnių įtempiai σ_{sl} [152, 153] buvo apskaičiuoti, remiantis Stonio (Stoney) išraiška:

$$\sigma_{sl} = \frac{E_{pgr} t_{pgr}^2}{6(1 - \nu_{pgr}) t_{sl}} \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_0} \right) \quad (52)$$

Čia E_{pgr} ir ν_{pgr} atitinkamai yra pagrinduko Jungo modulis ir Puasono santykis, t_{pgr} ir t_{sl} atitinkamai yra pagrinduko ir sluoksnio storis, R_0 ir R_1 yra pagrinduko išsigaubimo radiusas be dangos ir su danga.

3.2 Plonųjų sluoksnių formavimo metodai

Šiame skyriuje apibūdinsime pagrindinius plonųjų sluoksnių formavimo parametrus ir sąlygas, naudojant skirtingas dengimo technologijas. Tik pagrindiniai procesų parametrai bus paminėti dangoms, suformuotoms elektronpluoščio garinimo ir jonapluoščio dulkinimo technologijomis, t.y. šiuo atveju didžiausias dėmesys buvo skiriamas dangų modeliavimui ir jų savybių tyrimams, o ne dengimo procesams. Magnetroninio dulkinimo technologijai skirsime daugiau dėmesio, nes šio darbo tiksluose numatyta ne tik ištirti šiuo būdu suformuotų sluoksnių savybes, bet ir optimizuoti jų auginimo technologines sąlygas.

3.2.1 Optinių dangų formavimas elektronpluoščio garinimo būdu

Skaidrinančios, poliarizuojančios ir spektrą dalinančios dangos 355 nm bangos ilgio lazerio spinduliuotei buvo garinamos ant ęsdintų ir neęsdintų kvarco pagrindukų, esant 240°C temperatūrai ir naudojant „VU-2“ elektronpluoščio garinimo (*angl. Electron Beam Evaporation – EBE*) sistemą. Visos dangos buvo suformuotos HfO₂-SiO₂ sluoksnių pagrindu, garinant 99,99% grynumo HfO₂ ir SiO₂ medžiagas (gamintojas Unicore). Prieš garinimą buvo pasiektas 3×10⁻⁴ Pa liekamųjų dujų slėgis. Garinimo metu elektronų šaltinio emisijos srovė, garinant HfO₂ ir SiO₂ medžiagas, buvo atitinkamai 65 mA ir 35 mA, o slėgis vakuuminėje kameroje – 3×10⁻² Pa ir 5×10⁻² Pa. Atstumas nuo garinimo medžiagų iki pagrindukų buvo ~50 cm. Esant nurodytoms sąlygoms,

HfO₂ ir SiO₂ sluoksnių augimo sparta siekė atitinkamai ~3 Å/s ir ~5 Å/s. Šiomis sąlygomis suformuotų HfO₂ ir SiO₂ sluoksnių lūžio rodikliai buvo $n_{355\text{nm}}(\text{HfO}_2)=2,06$ ir $n_{355\text{nm}}(\text{SiO}_2)=1,47$. Pagrindiniai optinių dangų parametrai pateikti 4-oje lentelėje.

4 lentelė. Pagrindiniai optinių dangų, suformuotų elektronpluoščio garinimo būdu, parametrai.

Danga	Medžiagos H/L	Formulė*, xHyL...	Storis, μm
AR<0,2%@ 355 i0°	HfO ₂ /SiO ₂	0,40H1,29L	0,095
HR>99,5% @ 532+HT>95% @ 355 i45°	HfO ₂ /SiO ₂	1,93H1,62L(1,71H1,68L) ¹³ 0,33H1,37L	2,557
Pol. Tp>98%, Ts>99,5% @ 355 i56°	HfO ₂ /SiO ₂	1,22H0,75L0,95H0,92L0,94H0,99L1,08H1,01L1,03H 1,01L1,02 H1,03L1,06H1,01L1,03H1,01L1,02H 1,03L1,06H1,01L1,03H 1,01L1,02HL1,06H1,01L 1,03H1L1,02H0,99L0,77H1,04L0,85H 0,68L	1,740

*x ir y atitinkamai yra H ir L medžiagos optinis storis ketvirčiais ties 355 nm.

3.2.2 Dangų formavimas jonapluoščio dulkinimo būdu

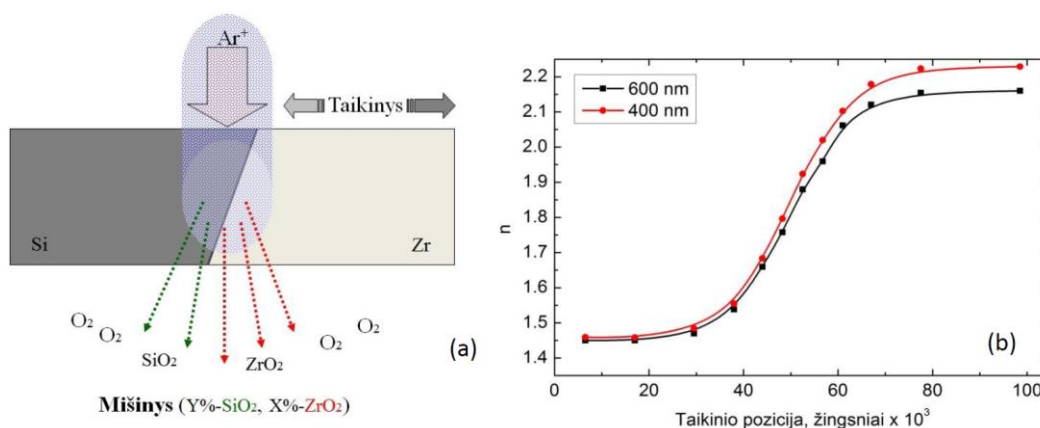
Metalų oksidų mišiniai ir daugiasluoksnės optinės dangos buvo formuojamos naudojant Cutting Edge Coatings kompanijos jonapluoščio dulkinimo (*angl. Ion Beam Sputtering – IBS*) sistemą, kurioje įmontuotas radijo dažnio jonų šaltinis (pagamintas Giessen Universitete, Vokietijoje). Buvo pasirinkta 1200 V jonus greitinanti įtampa. Atstumas nuo pagrindukų iki taikinio buvo ~400 mm. Dulkinimo procesai atlikti ~20°C temperatūroje. Prieš dengimą kameroje buvo sudaromas 2×10^{-5} Pa vakuumas. Sluoksnių oksidacijai užtikrinti buvo papildomai naudojamas pastovus (100 cm³/min) deguonies srautas, kuriam esant slėgis kameroje padidėdavo iki 3×10^{-3} Pa. Šiomis sąlygomis suformuotų Al₂O₃ HfO₂, ZrO₂, HfO₂ ir SiO₂ sluoksnių ir kai kurių mišinių plonųjų sluoksnių lūžio rodikliai pateikti 5-oje lentelėje.

5 lentelė. Jonapluoščio dulkinimo būdu suformuotų įvairių metalų oksidų lūžio rodikliai ir augimo sparta.

	Al ₂ O ₃	HfO ₂	SiO ₂	ZrO ₂	ZrO ₂ / SiO ₂ 30%/70%	ZrO ₂ / SiO ₂ 20%/80%
v, Å/s	0,73	0,34	1,10	0,47	-	-
n@266nm	1,73	2,12	1,54	2,52	1,80	1,71
n@355nm	1,71	2,01	1,48	2,29	1,68	1,66

Šioje sistemoje yra įrengta plačiajuosčio optinio monitoringo sistema, leidžianti ne tik stebėti besiformuojančių plonųjų sluoksnių pralaidumo spektrą 390 nm – 1000 nm diapazone, bet ir kontroliuoti dangos augimą.

Metalų oksidai ir jų mišiniai su SiO₂ buvo formuojami, perstumiant zoninį taikinį dulkinančiojo Ar⁺ jonų pluošto atžvilgiu (žr. 28 pav.a). Šitaip vienu metu dulkinamos dvi medžiagos maišosi santykiu, kuris priklauso nuo taikinio padėties (koordinatės).



28 pav. Mišinių formavimo schema, naudojant zoninį taikinį (a), Si-Zr zoninio taikinio kalibracinės kreivės (b).

Tokiu būdu atlikus eksperimentinius mišinių dulkinimus, esant įvairioms taikinio padėtimis, buvo sukalibruota sistema, kuri leido automatiškai dulkiti kintamo lūžio rodiklio dangas. Si-Zr medžiagų zoninio taikinio kalibracinė kreivė, t.y. dielektrinių sluoksnių (ZrO₂-SiO₂ mišinių) lūžio rodiklio (ties 400 nm ir 600 nm) priklausomybė nuo taikinio padėties, pateikta 28 pav.b.

Šia technologija buvo suformuotos kintamo lūžio rodiklio skaidrinančios dangos ant LBO kristalų bei *Noch* filtrai ant kvarco pagrindukų.

Taip pat šia technologija buvo suformuoti SiO₂ (~360 nm fizinio storio) monosluoksniai ir HfO₂/ SiO₂ mišinių ploni sluoksniai (~280 nm fizinio storio) ant ęsdintų ir neęsdintų kvarco pagrindukų. HfO₂- SiO₂ sluoksnių pagrindu suformuotų optinių dangų parametrai pateikti 6-oje lentelėje.

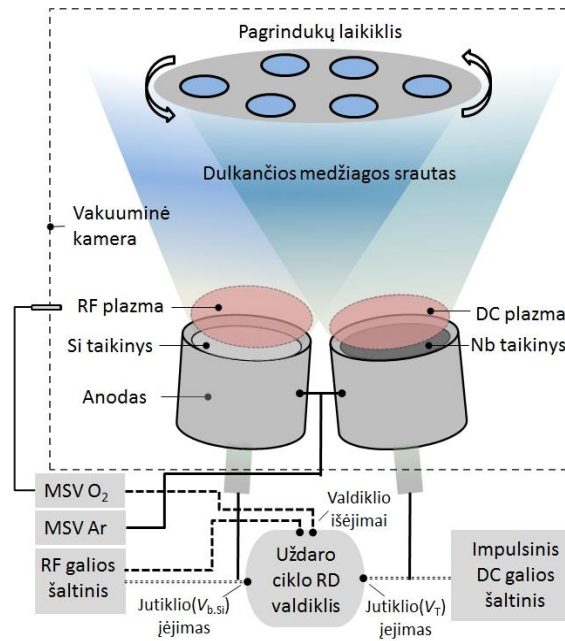
6 lentelė. Jonapluoščio dulkinimo būdu suformuotų optinių dangų pagrindiniai parametrai.

Danga	Naudotos medžiagos		Formulė, xHyL...	Storis, μm
	H	L		
AR<0,1% @355+HT<4% @532+1064	20%ZrO ₂ 80%SiO ₂	SiO ₂	Rugate, 40 sl.	0,265
AR<0,1% @355+HT<4% @532+1064	30%ZrO ₂ 70%SiO ₂	SiO ₂	0,52L1,02H0,87L0,68H 1,39L	0,253
AR<0,1% @355+HT<4% @532+1064	Al ₂ O ₃	SiO ₂	0,52L1,15H0,91L0,84H 1,22L	0,265
AR@355+532+1064	20%ZrO ₂ 80%SiO ₂	SiO ₂	1L2,3H0,85L0,43H2,94L 1,69H0,26L0,99H1,21L 0,45H1,41L	0,754
AR@355+532+1064	30%ZrO ₂ 70%SiO ₂	SiO ₂	Rugate, 70 sl.	0,764
HR>95%@ 266 i0°	Al ₂ O ₃	SiO ₂	(HL) ²⁰ H	1,719
HR>95%@ 266 i0°	50%ZrO ₂ 50%SiO ₂	SiO ₂	(HL) ²⁰ H	1,677
HR>95%@ 266 i0°	ZrO ₂	SiO ₂	(HL) ¹⁴ H	1,180
HR>99,5%@1064 i0°	ZrO ₂	SiO ₂	Rugate 893 sl.	6,100
HR>95%@532 i0°	ZrO ₂	SiO ₂	Noch 1 500 sl.	5
HR>95%@426 i0°	ZrO ₂	SiO ₂	Noch 2 600 sl.	5
AR<0,2%@ 355 i0°	HfO ₂	SiO ₂	0,97H1L1,1H0,91L	0,225
HR>99,5% @ 532+HT>95% @ 355 i45°	HfO ₂	SiO ₂	1,87H1,60L1,52H1,79L(1,68H1,72L) ¹⁹ 1,74H1,50L0,87H3,39L	4,223
Pol. Tp>98%, Ts>99,5% @ 355 i56°	HfO ₂	SiO ₂	1,04H1,08L1H1,06L0,98H1,07L1H 1,09L1,01H1,10L1,02H1,12L (1,03H 1,12L) ¹¹ 1,03L1,11H1,01L 1,10H1,01L1,09H0,99L1,08H0,98L 1,07H0,99L1,09H1,02L0,78H	2,711

*x ir y atitinkamai yra H ir L medžiagos optinis storis ketvirčiais ties 355 nm.

3.2.3 $Nb_2O_5-SiO_2$ mišinių formavimas reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu

Ploniems dielektriniams sluoksniams formuoti reaktyviojo MS būdu buvo naudojama Kurt J. Lesker „PVD225“ magnetroninio dulkinimo sistema, kurioje įmontuoti keturi „TorusTM“ magnetronai. $Nb_2O_5-SiO_2$ mišiniai buvo formuojami deguonies atmosferoje, kartu dulkinant 101 mm diametro Si ir Nb taikinius. Principinė mišinių formavimo schema pateikta 29 pav. Si ir Nb buvo dulkinami atitinkamai RF (13,56 MHz) ir p-DC būdu, o jų oksidų mišinių koncentracijos buvo kontroliuojamos, keičiant RF ir p-DC šaltinių galias. 100 kHz pasikartojimo dažnio DC impulsai esant 80% užpildai buvo generuojami Advanced Energy „Pinnacle+“ generatoriumi. $Nb_2O_5-SiO_2$ mišinių formavimo procesai atlikti $\sim 50^\circ C$ temperatūroje. Prieš dengimą kameroje buvo sudaromas $6,7 \times 10^{-5}$ Pa (5×10^{-7} Torr) vakuumas. Esant pastoviam Ar^+ jonų srautui ($20 \text{ cm}^3/\text{min}$), vakuumas kameroje buvo 0,32 Pa (2,38 mTorr). Toks vakuumas išlikdavo nepakitęs, atliekant visus dulkinimo procesus MS būdu. Atstumas nuo taikinio iki pagrindukų buvo (270 ± 2) mm. Šioje sistemoje įrengta plačiajuosčio optinio monitoringo sistema, leidžianti stebėti besiformuojančių plonųjų sluoksnių pralaidumo spektrą 390 nm – 1000 nm diapazone ir kontroliuoti dangos augimą. Dujos į vakuuminę kamerą buvo įleidžiamos naudojant masės srauto valdiklius – MSV.

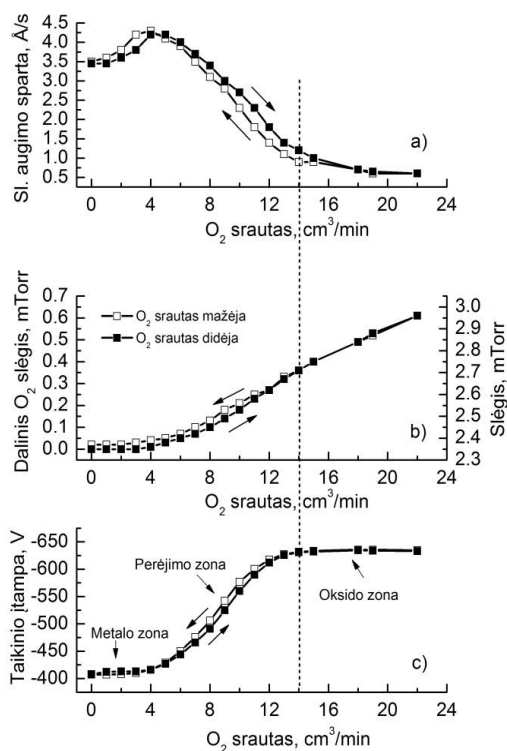


29 pav. $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ mišinių formavimo reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu principinė schema.

Šiame darbe, reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ mišinių ploni sluoksniai buvo formuojami naudojant du reaktyvių dujų kontrolės metodus: A – pastovaus RD (O_2) srauto kontrolė masės srauto valdikliu, t.y. dulkinimo procesai atliekami esant pastoviam deguonies srautui į vakuuminę kamerą; B – naudojant uždaro ciklo RD kontrolės sistemą „FloTron“. Šiuo atveju sistema leido palaikyti reikiamą taikinio įtampą nestabilioje perėjimo zonoje (žr. 1.11.3.2 skyrių), reguliuojant reaktyvių dujų (O_2) srautą.

Proceso režimo parinkimas A metodu: pastovaus O_2 srauto kontrolė

Šiuo metodu reaktyvaus dulkinimo proceso parametrai buvo parenkami remiantis anksčiau minėtu histerezės efektu, t.y. pagrindinių dulkinimo parametrų (augimo spartos, slėgio ir taikinio įtampos) priklausomybės nuo deguonies srauto. Nb_yO_x sluoksnių augimo spartos, slėgio ir taikinio įtampos priklausomybės nuo O_2 srauto pateiktos 30 pav.



30 pav. Nb_yO_x sluoksnio augimo spartos (a), slėgio (b) ir taikinio įtampos (c) priklausomybės nuo didinant ir mažinant deguonies srautą kameroje. Vertikali linija žymi mažiausią O₂ srautą, kuriam esant formuojasi mažų sugerties nuostolių Nb₂O₅ sluoksnis, esant 500 W p-DC galiai.

Buvo atliekami dulkinimo proceso eksperimentai perėjimo zonoje, didinant O₂ srautą tol, kol suformuojamas Nb₂O₅ sluoksnis, pasižymintis santykinai mažais optiniais (sugerties) nuostoliais (ekstinkcijos koef. $k < 5 \times 10^{-4}$ ties 430 nm). Šiuo atveju, esant 500 W p-DC galiai, buvo surastas mažiausias O₂ srautas (14 cm³/min), reikalingas suformuoti stochiometrinius Nb₂O₅ sluoksnius. Nustatyta, kad mažos sugerties Nb₂O₅ sluoksniai gali būti suformuoti A kontrolės metodu tik dulkinant oksido zonoje. Kai O₂ srautas mažesnis nei 14 cm³/min, nuostoliai sluoksniuose buvo dideli ($k > 5 \times 10^{-4}$ ties 430 nm). Tai rodo, kad niobio oksidacija buvo nepilna. Dulkinant mišinius, t.y. Si (RF) ir Nb (p-DC) tuo pat metu, esant skirtingoms magnetronų galioms, RD srautas buvo kontroliuojamas, remiantis tik Nb histerezėmis. Dulkinimo šiuo metodu pagrindiniai parametrai pateikti 7 lentelėje.

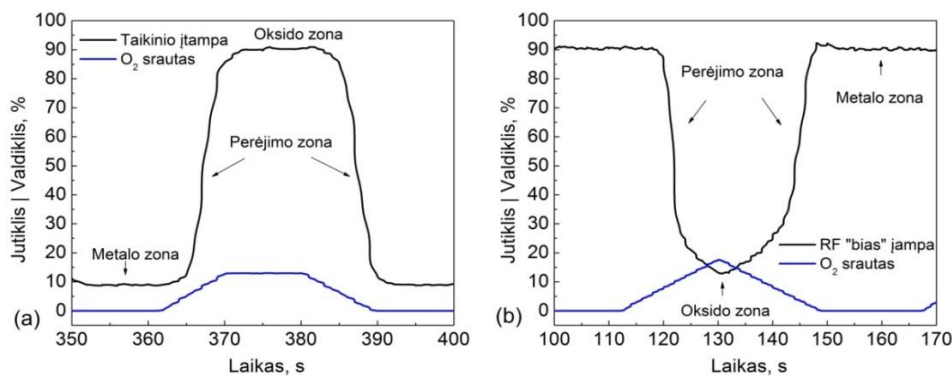
7 lentelė. Pagrindiniai Nb₂O₅-SiO₂ mišinių reaktyviojo magnetroninio dulkinimo parametrai.

Nr.	Galia, W		Taikinio įtampa, V		Slėgis, mTorr		O ₂ , cm ³ /min	Sparta, Å/s	Uždaro ciklo valdiklio parametrai			
	p-DC	RF	p-DC	RF bias	Prad.+ Ar	Ar+O ₂			Nuo M-iki-O ^a , %		Nustatyta vertė, %	
									Nb	Si	Nb	Si
A metodas												
Nb ₂ O ₅ 100%	500	-	631	-	2.38	2.71	14	1.22	-	-	-	-
Nb ₂ O ₅ 68%	500	400	628	246	2.38	2.60	13	1.87	-	-	-	-
Nb ₂ O ₅ 46%	400	300	603	249	2.38	2.46	11	1.14	-	-	-	-
Nb ₂ O ₅ 25%	200	500	572	272	2.38	2.53	10	1.17	-	-	-	-
Nb ₂ O ₅ 0%	-	400	-	204	2.38	2.42	8	0.67	-	-	-	-
B metodas												
Nb ₂ O ₅ 100%	500	-	485	-	2.38	2.57	7.8	1.96	10-90	-	83	-
Nb ₂ O ₅ 73%	500	328	493	216	2.38	2.47	7.8	3.56	10-90	90-10	83	60
Nb ₂ O ₅ 53%	400	416	469	262	2.38	2.46	7.5	3.34	10-90	90-10	83	80
Nb ₂ O ₅ 22%	200	376	407	260	2.38	2.43	5	1.95	10-90	90-10	NE	80
Nb ₂ O ₅ 0%	-	376	-	243	2.38	2.49	4.9	1.59	-	90-10	NE	80

^a Proceso langas nuo metalo-iki-oksido zonos apibūdina taikinio įtampą išreikštą %. NE – Negalima nustatyta vertė (set-point), nes kontroliuojama tik Si.

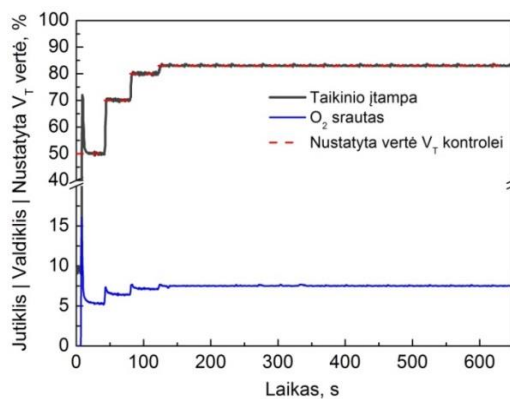
Proceso režimo parinkimas B metodu: uždaro ciklo O₂ valdiklis

Šiuo metodu uždaro ciklo valdiklis (*angl. closed-loop controller*) PID algoritmų pagrindu (*angl. Proportional Integral Derivative*) palaiko fiksuotą taikinio įtampą, valdydamas RD (O₂) srautą. Nb_yO_x ir SiO_x procesų charakteringos kreivės (taikinio įtampos ir O₂ srauto laikinės priklausomybės) pateiktos 31 pav. Čia taikinio įtampa (V_T) ir O₂ srautas registruojami atitinkamai kaip jutiklio ir valdiklio signalai. Siekiant aiškumo ir paprastumo interpretuojant proceso savybes, visi jutiklių ir valdiklių signalai yra normuoti ir išreikšti %. RF atveju jutiklis yra RF šaltinio įtampa.



31 pav. Nb_yO_x (a) ir SiO_x (b) procesų jutiklio ir valdiklio signalų laikinės priklausomybės.

Naudojant šį metodą, Nb₂O₅ sluoksnis buvo suformuotas, jutiklio signalui esant ties 83%, kai O₂ srautas buvo ~7,8 cm³/min, p-DC galia – 500 W, o SiO₂ ties 80%, esant ~4,9 cm³/min, RF galia – 376 W. Šie sluoksniai suformuoti procesams vykstant perėjimo zonoje. Jutiklio ir valdiklio signalų laikinė priklausomybė, vykstant Nb₂O₅ formavimo procesui ties 83% pateikta 32 pav. ir rodo proceso stabilumą ir greitą jutiklio/valdiklio atsaką į nustatytos vertės (*angl. set-point*) kitimą. Pagrindiniai eksperimentinių dulkinimo procesų, atliktų B metodu, duomenys pateikti 7 lentelėje.

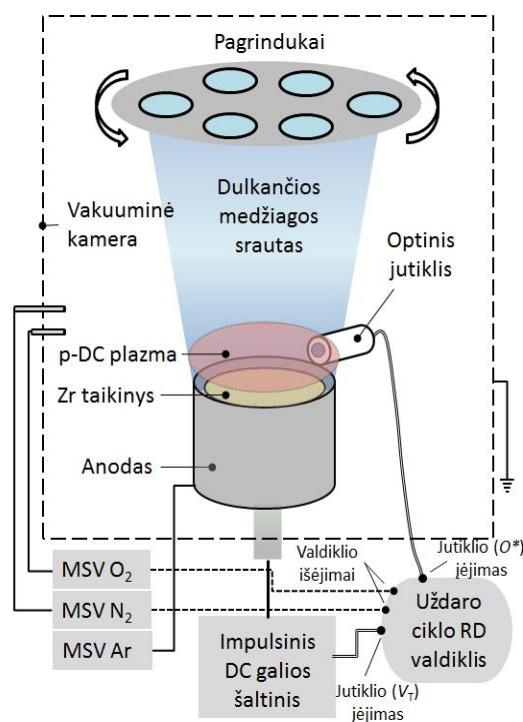


32 pav. Jutiklio ir valdiklio signalų laikinė priklausomybė, vykstant Nb₂O₅ formavimo procesui.

3.2.4 Plonųjų ZrO₂ sluoksnių formavimas magnetroninio dulkinimo būdu

Plonieji ZrO₂ sluoksniai taip pat kaip Nb₂O₅-SiO₂ mišinių plonieji sluoksniai buvo formuojami ta pačia Kurt J. Lesker magnetroninio dulkinimo sistema. Principinė ZrO₂ sluoksnių dulkinimo schema pateikta 33 pav. Buvo naudojamas 101 mm diametro Zr taikiny (99.95% grynumo), kuris reaktyviųjų dujų atmosferoje buvo dulkinamas impulsiniu DC režimu (impulsų dažnis – 100 kHz, užpilda – 80%). Procesų stabilumui užtikrinti taip pat buvo naudojamas uždaro ciklo RD valdiklis, tačiau su papildomu optiniu plazmos emisijos jutikliu. Šiuose eksperimentuose buvo naudojami 3 jutikliai ir registruojami 4 signalai: (1) Zr* emisijos spektrinės linijos intensyvumas plazmoje ties 351 nm, (2) O* emisijos spektrinės linijos intensyvumas plazmoje ties 777 nm, (3) taikinio įtampa (V_T) bei (4) taikinio įtampos ir O* spektrinės linijos intensyvumo santykis

(V_T/O^*). V_T/O^* santykis kaip uždaro ciklo kontrolės signalas buvo pasirinktas visuose ZrO_2 eksperimentuose dėl technologinių priežasčių.



33 pav. Principinė ZrO_2 sluoksnių reaktyviojo dulkinimo schema.

Dėl aiškumo ir paprastumo, interpretuojant proceso savybes, visi jutiklių ir valdiklių signalai yra sunormuoti ir išreikšti procentais.

Siekiant suprasti sudėtingus Zr medžiagos reaktyviojo dulkinimo procesus ir rasti optimaliausią būdą suformuoti geriausių optinių savybių cirkonio oksido sluoksnius, šiame darbe buvo tiriami ir lyginami skirtingais kontrolės metodais ir dulkinimo režimais suformuoti ZrO_2 sluoksniai. Šiems tikslams pasiekti buvo pasirinkti tokie eksperimentiniai keliai:

- Naudojami du kontrolės metodai:
 - A – pastovaus RD srauto kontrolė, B - uždaro ciklo RD kontrolė;
- ZrO_2 sluoksnių atkaitinimas
 - Kai kurie bandiniai po proceso buvo atkaitinti ore 12 val. 300°C temperatūroje;
- ZrO_2 sluoksnių formavimas 200°C temperatūroje;
- Azoto (N_2) panaudojamas;

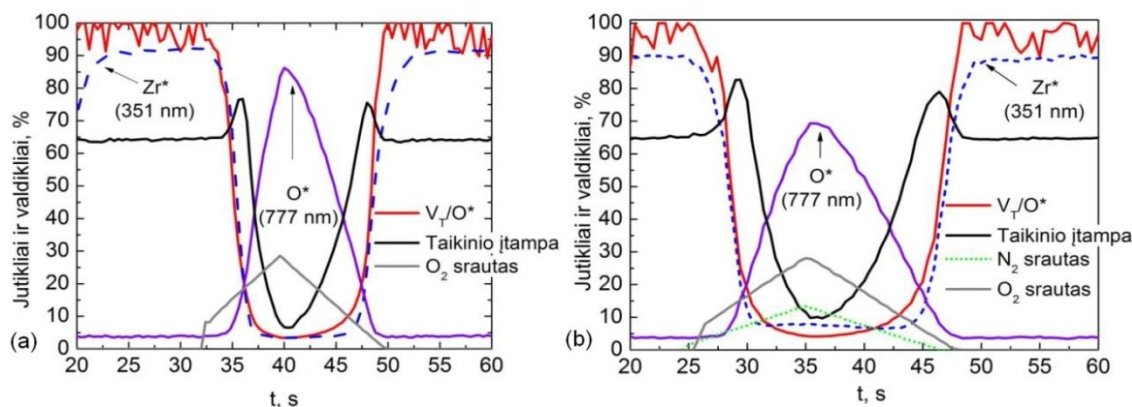
Reaktyvaus magnetroninio dulkinimo metu naudojamas nuo 0% iki 37,5% azoto koncentracija (deguonies atžvilgiu) vakuuminėje kameroje, siekiant geresnio proceso stabilumo ir didesnės sluoksnio augimo spartos. Visi procesų parametrai pateikti 8-oje lentelėje.

8 lentelė Reaktyviojo ZrO₂ dulkinimo pagrindiniai parametrai.

Band. Nr.	1	2	3	3a	4	5	6	7	8	9
p-DC galia, W	250	250	800	800	800	800	800	800	800	800
Taikinio įtampa, V _T	282	280	411	415	413	426	435	421	430	430
Slėgis, mTorr	2.66	2.64	2.44	2.43	2.44	2.48	2.48	2.46	2.49	2.47
Ar, cm ³ /min	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
T, °C	KT ^a	200	KT ^a	RT ^a	200	KT ^a	KT ^a	KT ^a	KT ^a	KT ^a
Atkaitinimas 300 °C	+	+	+	-	+	+	-	+	-	-
Kontrolės metodas	A	A	B	B	B	B	B	B	B	B
Sl. Augimo sparta, Å/s	0.13	0.15	6.4	5.2	4.5	4	4.4	4.7	3.9	4.9
N ₂ /O ₂ , %	0	0	0	0	0	12.5	25	25	35	37.5
V _T /O ₂ jutiklis	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+
Nustatyta vertė V _T /O ₂ , %	-	-	>93	>93	>93	>93	>93	>93	>93	>93

^aProcesai pradedami kambario temperatūroje (KT), t.y. ~20 °C, bet vykstant procesams pakyla iki 50 °C.

Jutiklių ir valdiklių signalų laikinės priklausomybės pateiktos 34 pav. ir, kaip tikėtasi, atskleidžia įvairių jutiklių signalų reakciją į didėjantį arba mažėjantį reaktyvių dujų srautą. Tačiau reiktų atkreipti dėmesį į taikinio įtampos signalo ribas ir reakciją į RD srautą. Nesant kameroje RD (O₂) (34 pav.a), dulkinimas vyksta metalo zonoje ir taikinio įtampa yra ties 65% (287 V). Per pirmąsias 5-10 s, esant pastoviai didėjančiam RD srautui, taikinio įtampa staiga padidėja, iki 76% (336 V) ribos. Toliau didėjant O₂ srautui įtampa mažėja, kol pasiekia žemutinę ribą 7% (oksido zoną) (žr. 34 pav.a). Jutiklių ir valdiklių signalų laikinės priklausomybės, esant papildomam N₂ kiekiui, iš esmės nesikeičia (34 pav.b), tačiau stebimas nedidelis taikinio įtampos viršutinės ir apatinės ribų poslinkis atitinkamai 80% ir 10%.



34 pav. Reaktyviojo ZrO₂ dulkinimo jutiklių ir valdiklių laikinės priklausomybės: keičiant O₂ srautą (a); keičiant O₂+N₂ srautą (b), N₂/O₂=0,5.

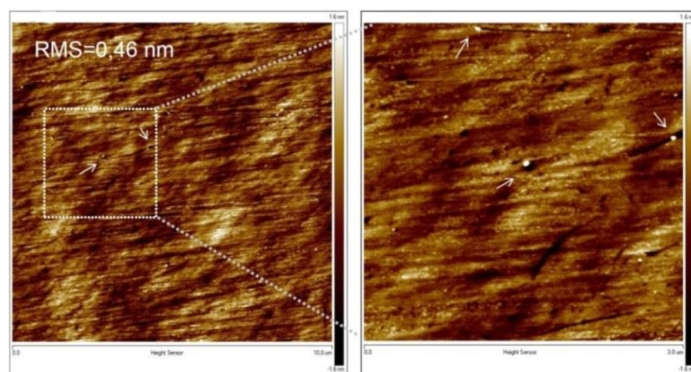
Taikinio įtampos kritimas, didėjant reaktyvių dujų srautui siejamas su reaktyvių dujų chemisorbcija (angl. chemisorbtion) ir suboksido (ZrO_x) sluoksnio susiformavimu Zr taikinio paviršiuje. Yra žinoma, kad kai kurių metalų oksidų antrinių elektronų emisijos koeficientas yra didesnis nei grynų metalų [142], todėl padidėjęs elektronų kiekis plazmoje padidina elektroninį laidumą, t.y. padidėja plazmos srovė, o, esant pastoviai galiai, įtampa turi kristi. Todėl šis efektas lemia oksiduoto Zr taikinio įtampos kritimą. Stebimas staigus įtampos padidėjimas tarp taikinio metalo ir oksido zonų, kuris siejamas su antrinių elektronų emisijos koeficiento sumažėjimu dėl reaktyvių dujų chemisorbcijos ir jų jonų implantacijos.

4. Optinių elementų atsparumo lazerio spinduliutei didinimas

Šiame skyriuje pateiksime poliruoto kvarco pagrindukų popaviršinių defektų tyrimus AFM, XPS bei lazerinės abliacijos indukcinėje plazmoje metodais. Pristatoma kvarco pagrindukų ėsdinimo metodika, leidžianti eliminuoti poliravimo metu susidariusius popaviršinius defektus. Palyginsime nedengtų ir dengtų optinėmis dangomis ėsdintų pagrindukų atsparumą lazerio spinduliutei. Šiame skyriuje pateikti rezultatai publikuoti „Proceedings of SPIE“ žurnale (III-V).

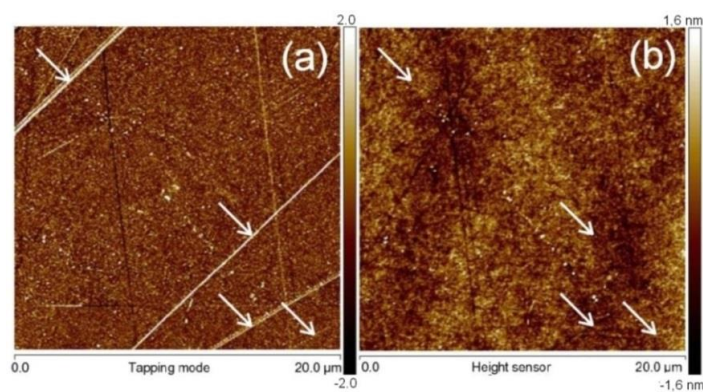
4.1. Poliruotų optinių pagrindukų paviršiaus tyrimai

Komerciškai poliruoto kvarco pagrinduko charakteringas paviršiaus reljefo žemėlapis, sudarytas naudojant AFM, pateiktas 35 pav. Tokių paviršių šiurkštumas (RMS) dažniausiai būna tarp 0,35 nm – 0,70 nm, priklausomai nuo pagrindukų gamintojo ir poliravimo partijos. Paviršiuje aiškiai galime matyti atvirus poliravimo režius ir neretai juose užstrigusias abrazyvines daleles (pvz. CeO_x). Užstrigusios dalelės liudija, kad šiuose matomuose režiuose taip pat gali būti poliravimo liekanų (poliravimo pastos susimaišiusios su poliravimo dalelėmis bei poliruojamojo bandinio dalelėmis), bei verčia manyti, kad po Bilbio sluoksniu yra daugiau nematomų režių visiškai užpildytų poliravimo medžiagomis.



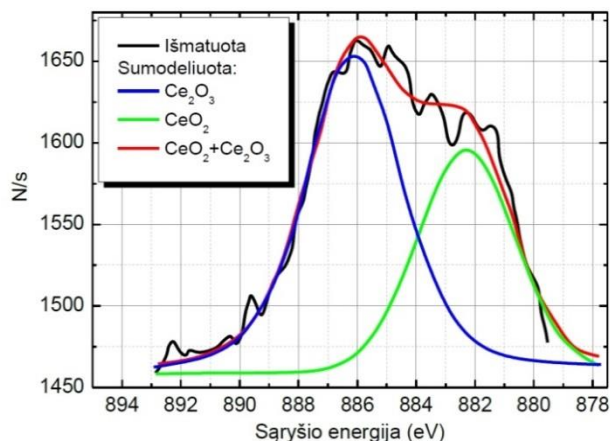
35 pav. Charakteringas komerciškai poliruoto kvarcinio pagrinduko paviršiaus reljefas. Rodyklės rodo įstrigusias poliravimo daleles.

Bilbio sluoksnio egzistavimas ant tyrimuose naudotų komercinių FS pagrindukų buvo įrodytas, naudojant AJM fazinio vaizdavimo režimą (žr. 3.1.3 skyrių) bei XPS analizę. Virpančiojo zondo fazė, kuri jautri nevienalyčiam paviršiui, mūsų atveju užterštam poliravimo liekanomis, pavaizduota skenogramoje 36 pav.a. Matome esančius rėžius užpildytus kitokia medžiaga nei gretima aplinka, t.y. poliravimo liekanomis. Tuo tarpu zondo topografinis vaizdas nerodo šių paslėptų rėžių (36 pav.b), kadangi jie užpildyti poliravimo medžiagomis. Ši itin paprasta metodika buvo sukurta ir pritaikyta poliruotų optinių pagrindų popaviršiniams defektams aptikti.



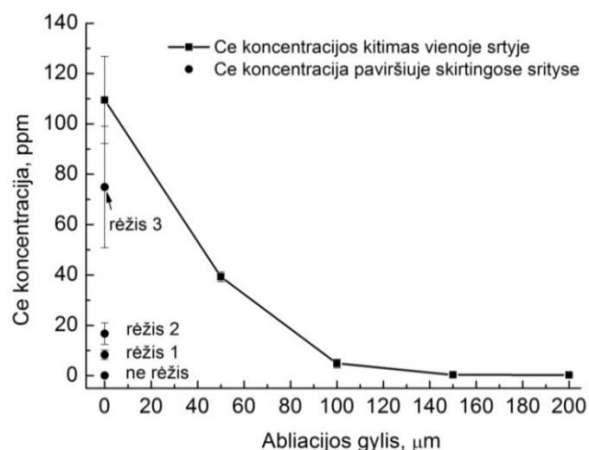
36 pav. Komerciškai poliruoto pagrinduko AFM analizė: fazinė (a) ir topografinė (b) skenogramos. Rodyklėmis pažymėtos tos pačios vietos.

Kvarcinio pagrinduko paviršiuje poliravimo medžiagų (Ce_2O_3 , CeO_2) pėdsakai buvo aptikti XPS cheminės analizės metodu ties $Ce_{3d_{5/2}}$ linija. Suminis $CeO_2 + Ce_2O_3$ spektras pagal $Ce_{3d_{5/2}}$ liniją gerai matomas ir pateiktas 37 pav. CeO_2 charakteringa linija yra ties 882 eV, o Ce_2O_3 - ties 886 eV. Kadangi abiejų oksidų linijos artimos ir aiškiai neišskiriamos, be to XPS signalas itin silpnas, todėl iš šio matavimo sunku vertinti kuris oksidas dominuoja. Tačiau teoriškai sumodeliuotas jų suminis spektras pakankamai gerai koreliuoja su išmatuotu (juoda kreivė 37 pav.).



37 pav. Komerčinio FS pagrindu paviršiaus XPS analizė pagal $Ce_{3d_{5/2}}$ liniją.

Naudojantis masių spektrinės analizės indukcinėje plazmoje metodu, buvo įvertinta cerio koncentracija komerciškai poliruotame lydyto kvarco pagrindu. Ce koncentracijos priklausomybė nuo pagrindu abliacijos gylis vienoje vietoje ir paviršiuje bet skirtingose srityse pavaizduota 38 pav.

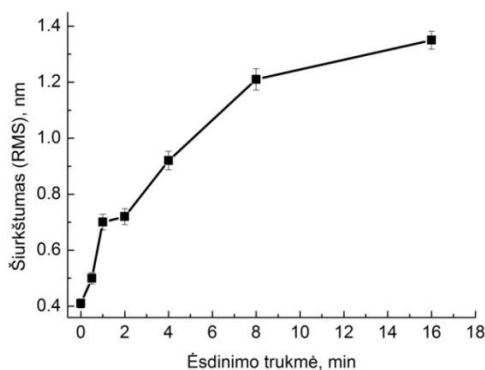


38 pav. Cerio koncentracijos priklausomybė nuo gylis komerciškai poliruotame FS pagrindu.

Analizė skirtingose bandinio paviršiaus srityse (režiuose) parodė, kad liekamoji Ce koncentracija gali skirtis daugiau nei 100 kartų. Tai suprantama, nes poliravimo metu režiuose ir mikrotrūkiuose jų susikaupia daugiausia, tačiau ne režyje atlikti matavimai parodė itin mažą Ce koncentraciją (iki 10 ppm). Remiantis šiais matavimais, galima kelti hipotezę, kad Bilbio sluoksnis nėra tolygaus storio: ties režiais jis storesnis, o kur nėra trūkių – nyksta plonas.

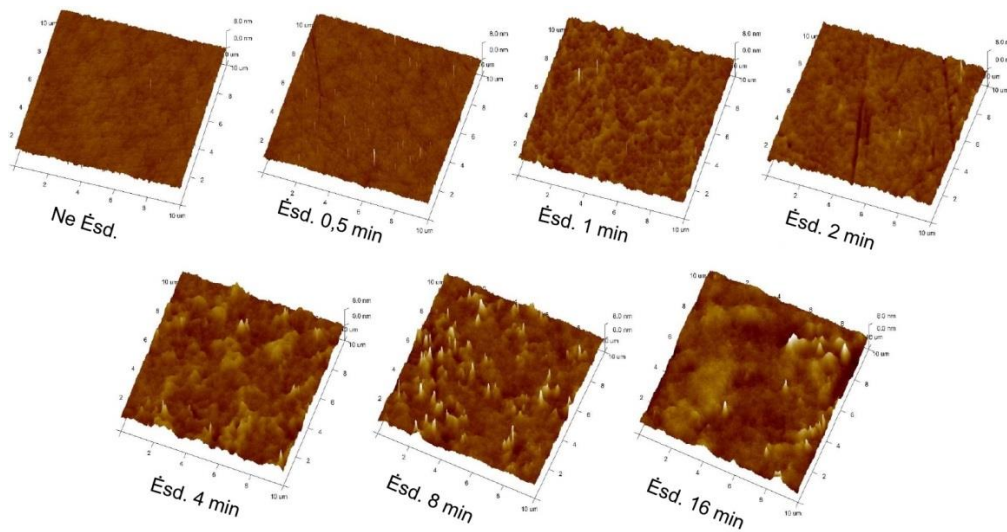
4.2 Poliruotų ir ėsdintų optinių pagrindukų savybių tyrimai

Siekiant pašalinti Bilbio sluoksnį bei „išplauti“ mikrotrūkiuose esančias poliravimo liekanas, buvo atliktas komerciškai poliruotų FS pagrindukų ėsdinimas 20% HF ir 80% HNO₃ rūgščių mišinyje. Ėsdintų FS pagrindukų šiurkštumas (RMS), didinant ėsdinimo trukmę (0.5 – 16 min.), padidėjo nuo 0,41 nm iki 1,35 nm. Tačiau reikia pastebėti, kad šiurkštumo padidėjimas nebuvo tiesinis (39 pav.). Ėsdinimo trukmėms esant iki 1 min., šiurkštumas didėjo staiga (iki RMS=0,70 nm), nuo 1 iki 2 min. šiurkštumas kito nežymiai, po 2 min. ėsdinimo šiurkštumas nuolat didėjo. Toks šiurkštumo didėjimas yra logiška statiško ėsdinimo išdava, kadangi slėniai (angl. valley) ir įvairūs mikrotrūkiai gilėja greičiau nei ėsdinasi smailės (angl. peaks) ar iškylos.



39 pav. Komerciškai poliruotų FS pagrindukų šiurkštumo priklausomybė nuo ėsdinimo trukmės.

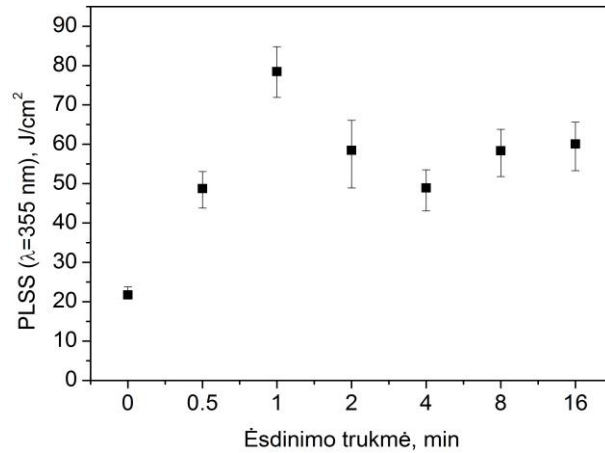
Tačiau didėjant ėsdinimo trukmėms paviršiaus šiurkštumas didėja pamažu ir artėja prie tam tikros ribos, nes ėsdinimo tirpalas taip pat sotinasi, kadangi daugėja SiF₆ (žr. 48 išraišką). Skirtingomis trukmėmis ėsdintų FS pagrindukų paviršiaus AFM vaizdai pateikti 40 pav. Pagrindinis ėsdinimo tikslas – „išplauti“ mikrotrūkiuose likusias poliravimo medžiagas ir nuėsdinti Bilbio sluoksnį.



40 pav. Skirtingomis trukmėmis ėsdintų FS pagrindukų paviršiaus AFM skenogramos.

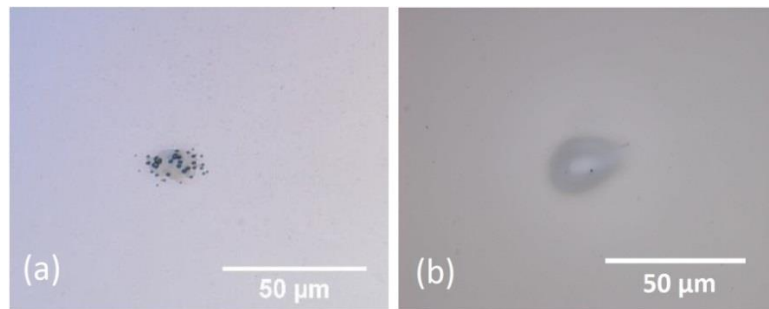
Didėjantis paviršiaus šiurkštumas gali lemti kritinį sklaidos nuostolių atsiradimą, kuris yra labai svarbus kokybės parametras, ypač optiniams komponentams, skirtiems UV sričiai. Remiantis Beneto ir Porteso (Bennett and Porteus) modeliu [154], galime įvertinti visuminės sklaidos nuostolius, esant statmenam spinduliuotės kritimo kampui: $S \approx (4\pi\sigma/\lambda)^2$, čia S – visuminė sklaida, σ – paviršiaus šiurkštumas (RMS vertė), λ – spinduliuotės bangos ilgis. Jei $\sigma = 0,73$ nm, o $\lambda = 355$ nm, tai $S \approx 6,7 \times 10^{-4}$. Daugeliu atveju tokie sklaidos nuostoliai toleruojami, ypač jei elementas pasižymi padidintu atsparumu lazerio spinduliuotei.

Šiame darbe pagrindinis ėsdinimo įtakos įvertinimo kriterijus buvo pažaidos lazerio spinduliuote slenkstis (PLSS). Atlikus komerciškai poliruotų pagrindukų ėsdinimą nuo 0,5 min. iki 16 min. HF/HNO₃ mišinyje buvo nustatyta, kad optimalus ėsdinimo laikas esamomis sąlygomis yra ~1 min. FS pagrindukų pažaidos slenkstis po 1 min. ėsdinimo padidėjo nuo 21 J/cm² iki 78 J/cm² ($\lambda = 355$ nm). Ėsdinimo trukmei esant mažesnei ar didesnei už 1 min. PLSS buvo nuo 39% iki 31% mažesnės, nei esant optimaliai – 1 min., ir paklaidų ribose kito nežymiai. Ėsdintų FS pagrindukų PLSS priklausomybė nuo ėsdinimo trukmės pavaizduota 41 pav.



41 pav. Ėsdintų FS pagrindukų PLSS (1-į-1) priklausomybė nuo ėsdinimo trukmės. Pagrindiniai matavimo parametrai: $\lambda=355$ nm, $\tau=10$ ns, $f=50$ Hz, pluoštelio diametras – 15 μm (e^{-2} intensyvumo lygyje).

Neėsdinto ir 1 min. ėsdinto bei SiO₂ sluoksniu padengtų komerciškai poliruotų FS pagrindukų optinio pažeidimo morfologija pateikta 42 pav. Abiejų pažeidimų energijos tankio reikšmės artimos pažaidos slenksčiui.

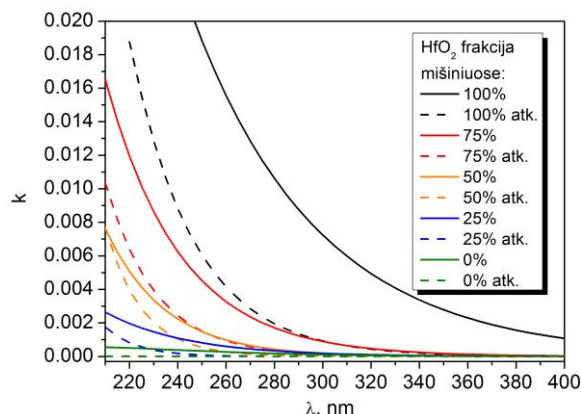


42 pav. Neėsdinto (a) ir 1 min. ėsdinto (b) bei SiO₂ sluoksniu dengtų komerciškai poliruotų FS pagrindukų optinio pažeidimo morfologijos. Pagrindiniai matavimo parametrai: $\lambda=355$ nm, $\tau=10$ ns, $f=50$ Hz, pluoštelio diametras – 15 μm (e^{-2} intensyvumo lygyje).

Pažeidimo morfologijos analizė atskleidžia, kad neėsdintame pagrinduke pažeidimą sukelia pagrinduko paviršiuje esantys sugerties centrai, o ėsdintame paviršiuje šių sugerties centrų, sukeliančių optinį pažeidimą, nematyti. Tai rodo, kad šiame darbe atliktas FS pagrindukų ėsdinimas HF/HNO₃ mišinyje leido nuėsdinti Bilbio sluoksnį ir „išvalyti“ mikrotrūkiuose susikaupusias poliravimo liekanas.

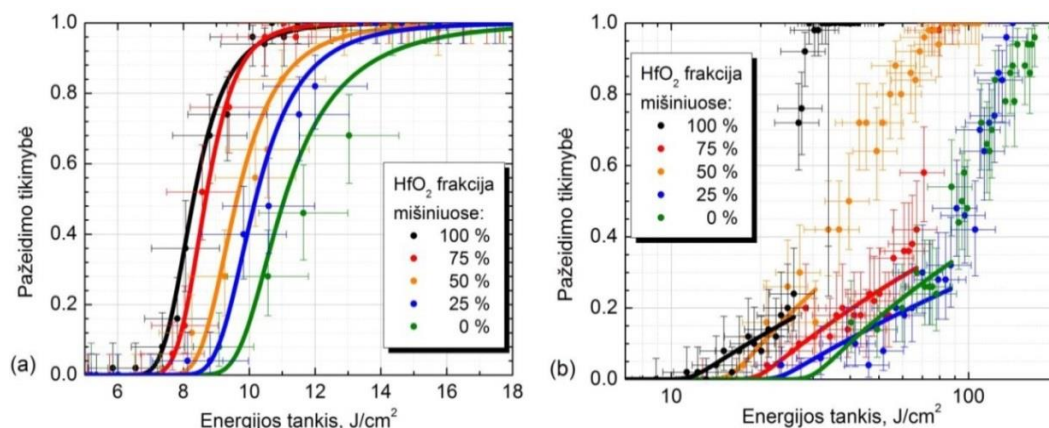
4.3 Plonųjų $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ mišinių sluoksnių ant ęsdintų pagrindukų tyrimai

Metalų oksidų mišinių panaudojimas yra vienas efektyviausių optinių dangų ir tuo pačiu optinių komponentų savybių optimizavimo būdų. Analizuojant optinių pagrindukų ęsdinimo įtaką, būtina ištirti ir mišinių plonųjų sluoksnių, suformuotų ant šių pagrindukų, optinio atsparumo savybes. Jonapluoščio dulkinimo būdu buvo suformuoti ploni $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ mišinių sluoksniai ant ęsdintų ir neęsdintų pagrindukų. Gerai žinoma [41], kad daugelis metalų (ar jų oksidų) dulkinamų jonapluoščio dulkinimo būdu O_2 atmosferoje nesufurmuoja pilnai oksiduoto sluoksnio (pvz. HfO_2), todėl dažnai taikoma atkaitinimo procedūra. Tam tikslui visi bandiniai su $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ mišinių sluoksniais buvo atkaitinti 12 valandų, specialioje krosnyje atmosferos slėgyje (ore) 300°C temperatūroje. $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ mišinių plonųjų sluoksnių ekstinkcijos koeficiento priklausomybės nuo bangos ilgio prieš ir po atkaitinimo procedūros pateikta 43 pav.



43 pav. $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ mišinių plonųjų sluoksnių ekstinkcijos koeficiento dispersijos prieš ir po atkaitinimo procedūros.

Eliminavus HfO_2 sugertį dėl nepilnos oksidacijos, buvo testuojamas sluoksnių atsparumas lazerio ($\lambda=355$ nm) spinduliutei. Plonųjų sluoksnių iš $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ mišinių, padengtų ant neęsdintų ir ęsdintų pagrindukų, tikimybinės paųaidos lazerio spinduliutei kreivės pateiktos 44 pav.



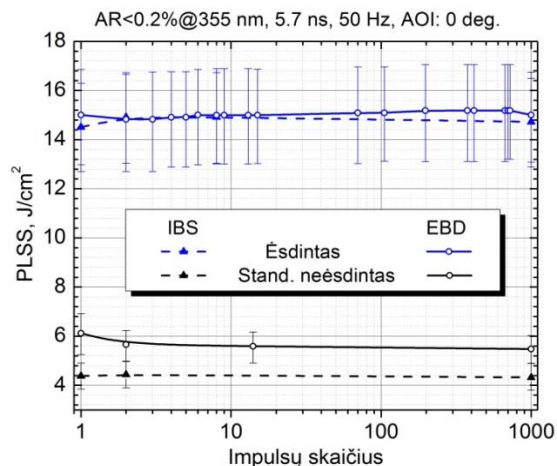
44 pav. HfO₂/SiO₂ mišinių plonųjų sluoksnių, padengtų ant neėsdintų (a) ir ėsdintų (b) pagrindukų tikimybinės pažaidos (1-i-1) lazerio spinduliuotei slenksčio kreivės. Pagrindiniai matavimo parametrai: $\lambda=355$ nm, $\tau=5,7$ ns, $f=50$ Hz, pluoštelio diametras – 30 μ m (e^{-2} intensyvumo lygyje).

Kaip ir buvo tikėtasi, pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis didėjo, mažėjant HfO₂ frakcijai mišinyje, o didžiausiu PLSS pasižymėjo mišinys, kuriame buvo 0% HfO₂, t.y. gryno SiO₂ sluoksnis (44 pav.a). Tačiau mišinių suformuotų ant ėsdintų pagrindukų tikimybinės pažaidos kreivės (44 pav.b) aiškiai parodė, kad bet kokios HfO₂ frakcijos mišinių optinio atsparumo slenkstį riboja optinis pagrindukas, t.y. Bilbio sluoksnis ir popaviršiniai defektai. Iš to seka svarbi išvada, kad, naudojant metalų oksidų mišinius su SiO₂, atsparumas lazerio spinduliuotei nebus didžiausias tol, kol nebus optimizuotas pagrinduko paviršiaus apdirbimas, t.y. eliminuotas Bilbio sluoksnis ir pašalinti popaviršiniai defektai. Iš 44 pav.b galime pastebėti, kad egzistuoja du defektų ansambliai, ribojantys optinį atsparumą. Pirmasis, kuris sukelia pažeidimus, esant mažesnėms energijos tankio vertėms (aproksimuotos sritys 44 pav.b), antrasis – esant didesnėms. Jei pavyktų eliminuoti pirmąjį defektų ansamblį, galima būtų tikėtis padidinti pažaidos slenkstį daugiau nei 2 kartus. Todėl galime teigti, kad mišinių panaudojimas ant kokybiškesnių (pvz. ėsdintų) pagrindukų gali duoti didžiausią optinių elementų atsparumą lazerio spinduliuotei.

4.4 Optinių dangų ant ęsdintų pagrindukų tyrimai

Sukūrus ęsdinimo metodiką, imtasi iš esmės gerinti pagrindinės grupės optinių elementų atsparumą UV lazerio spinduliuotei ($\lambda=355$ nm). Pagal nustatytą metodiką komerciškai poliruoti FS buvo ęsdinti 45 s. Ant šių ęsdintų pagrindukų elektronpluoščio garinimo bei jonapluoščio dulkinimo technologijomis buvo suformuotos optinės dangos ir nustatytas jų atsparumas, esant pasikartojantiems lazerio impulsams, bei palygintas su neęsdintų bandinių atsparumu.

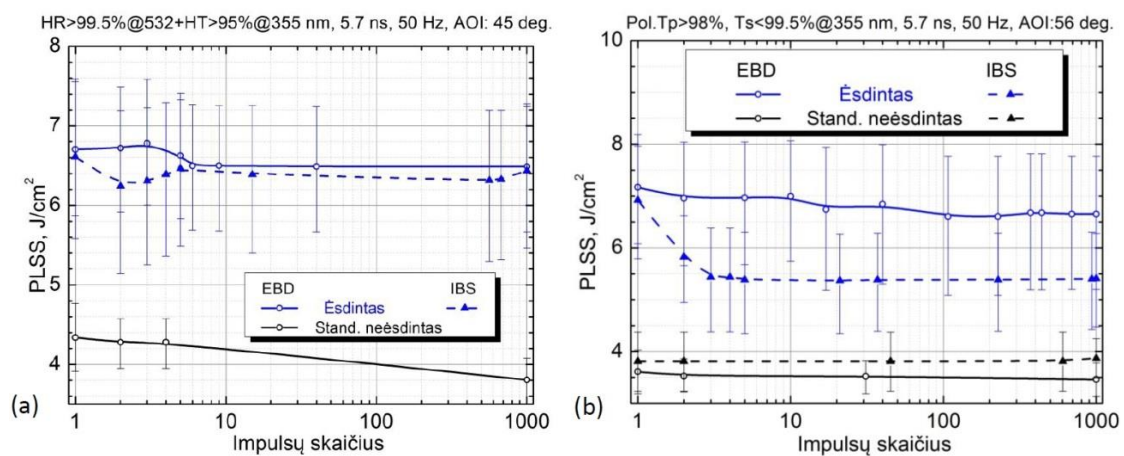
Skaidrinančia danga ($AR<0,2\% @ 355\text{nm}$ i0) dengtų skirtingomis technologijomis FS pagrindukų pažaidos slenksčio priklausomybė nuo impulsų skaičiaus pateikta 45 pav. AR dangos ant ęsdintų pagrindukų buvo ~ 3 kartus atsparesnės nei dangos ant neęsdintų pagrindukų ir šis santykis nepriklausė nuo dengimo technologijos. Tuo tarpu mažesniu atsparumu ant neęsdintų pagrindukų pasižymėjo AR dangos suformuotos IBS būdu. Tai galima paaiškinti nepilna hafnio oksidacija dangoje, kuri turėjo didesnę įtaką PLSS ant neęsdintų pagrindukų, netgi esant mažiems energijos tankiams. Akivaizdu, kad paviršiniai defektai yra lemiantis veiksnys, ribojantis AR dangų atsparumą.



45 pav. AR danga dengtų skirtingoms dengimo technologijoms FS pagrindukų pažaidos slenksčio (S_{i-1}) priklausomybė nuo impulsų skaičiaus. Pagrindiniai matavimo parametrai: $\lambda=355$ nm, $\tau=5,7$ ns, $f=50$ Hz, pluoščelio diametras – 30 μm (e^2 intensyvumo lygyje).

Kaip ir AR dangų atveju, poliarizuojančiose ir spektrą dalinančiose dangose didelė lazerio spinduliuotės dalis pasiekia pagrinduką, todėl ęsdinimu tikėtasi

padidinti daugiasluoksnių optinių dangų atsparumą lazerio spinduliotei. Poliarizatorių ir spektro daliklių PLSS priklausomybė nuo lazerio impulsų skaičiaus pateikta 46 pav. Matome, kad tiek spektrą dalinančios (HR>99,5%@ 532+HT>95%@ 355 i45°), tiek poliarizuojančios (Pol. Tp>98%, Ts>99,5% @ 355 i56°) dangos atsparumas lazerio spinduliotei buvo didesnis, naudojant ėsdintus FS pagrindukus. Atsparumo priklausomybės nuo dengimo technologijos skyrėsi matavimų paklaidų ribose.



46 pav. Spektro daliklių (a) ir poliarizatorių (b) pažaidos lazerio spinduliotei slenkščio (S-į-1) priklausomybė nuo lazerio impulsų skaičiaus. Pagrindiniai matavimo parametrai: $\lambda=355$ nm, $\tau=5,7$ ns, $f=50$ Hz, pluoštelio diametras – 30 μm (e^{-2} intensyvumo lygyje).

4.5 Apibendrinimas

- (1) Atlikus komerciškai poliruotų optinių pagrindukų AFM ir XPS analizę buvo patvirtintas Bilbio sluoksnio ir popaviršinių defektų, sudarytų iš poliravimo liekanų (CeO_x), egzistavimas.
- (2) Naudojantis masių spektrinės analizės indukcinėje plazmoje metodu, buvo įvertinta cerio koncentracija komerciškai poliruoto FS pagrinduko paviršiuje ir nustatyta, kad poliravimo liekanos paviršiuje pasiskirsčiusios netolygiai. Be to, lokalus poliravimo liekanų pasiskirstymas buvo patvirtintas atominių jėgų mikroskopu, skirtumais tarp fazinio ir topografinio vaizdavimo režimų.

- (3) Siekiant eliminuoti popaviršinius defektus, buvo sukurta cheminio ėsdinimo HF/HNO₃ tirpale metodika, leidžianti nuėsdinti Bilbio sluoksnį ir pašalinti mikrotrūkiuose likusias poliravimo medžiagas.
- a) Nustatyta, kad cheminio ėsdinimo metu optinių pagrindukų šiurkštumas didėja didėjant ėsdinimo trukmei.
- b) Nustatyta, kad optimali komerciškai poliruotų FS pagrindukų ėsdinimo trukmė 20% - HF, 80% - HNO₃ rūgščių mišinyje yra ~1 min, o pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis padidėjo ~4 kartus, lyginant su tos pačios poliravimo partijos neėsdintu kvarco pagrinduku.
- (4) Nustatyta, kad metalų oksidų mišinių, paprastai pasižyminčių didesniu atsparumu lazerio spinduliuotei negu grynos medžiagos, optinį atsparumą taip pat riboja pagrindukų poliravimo kokybė, t.y. Bilbio sluoksnis ir popaviršiniai defektai.
- (5) Skaidrinančių, poliarizuojančių ir spektrą dalinančių optinių elementų atsparumo lazerio spinduliuotei padidėjo nuo 1,5 iki 3 kartų, naudojant chemiškai ėsdintus optinius pagrindukus.

5. Optinių dangų formavimas, naudojant ZrO_2/SiO_2 mišinius

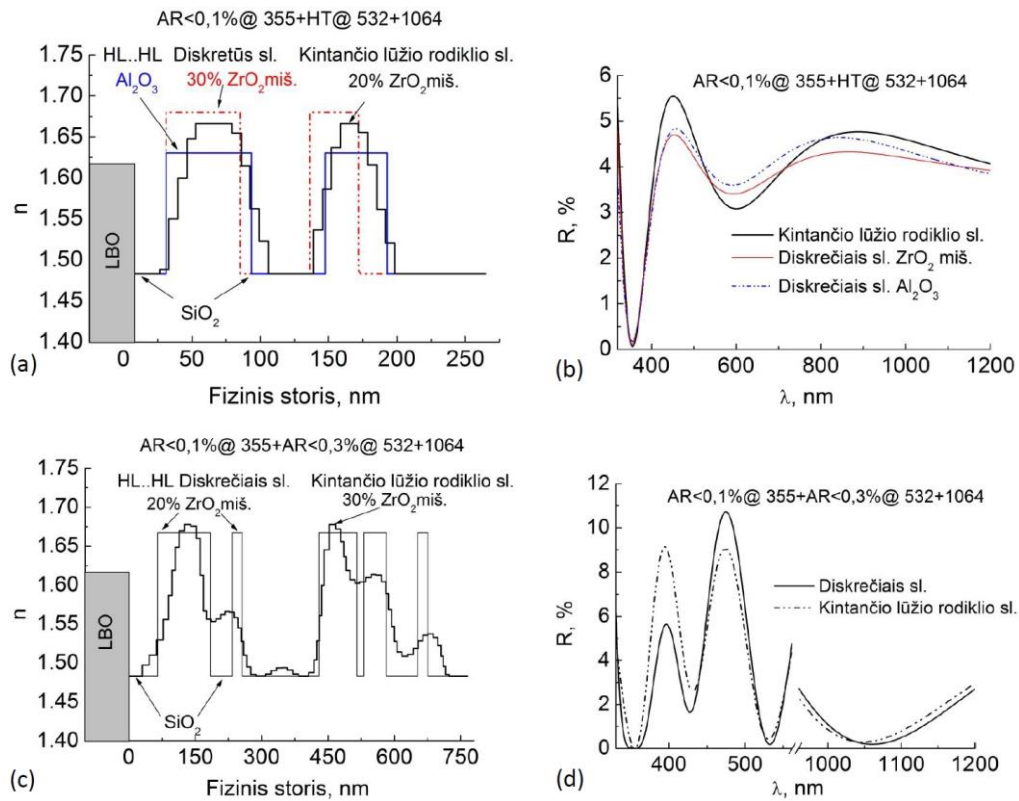
Siekiant pagerinti optinio elemento spektrines savybes ir padidinti jo atsparumą lazerio spinduliutei, šiame skyriuje pateikiami mokslinių tyrimų rezultatai apie metalų oksidų mišinių panaudojimą, formuojant interferencines dangas su pagerintomis optinio elemento spektrinėmis savybėmis ir padidintu jo atsparumu lazerio spinduliutei. Šie rezultatai publikuoti Proceedings of SPIE ir Lietuvos Fizikos žurnale (I, II).

5.1 Skaidrinančios dangos ant LiB_3O_5 (LBO) kristalų

Šio darbo metu buvo sumodeliuotos ir jonapluoščio dulkinimo būdu suformuotos vienbangio su padidintu pralaidumu ($AR@355+HT@532+1064$) ir tribangio ($AR@355+532+1064$) skaidrinimo dangos ant LBO kristalų, naudojant Al_2O_3/SiO_2 plonus sluoksnius bei ZrO_2-SiO_2 mišinius. ZrO_2-SiO_2 mišinių atveju buvo pasirinktos dangų konstrukcijos su diskrečiu ir tolygiai kintančio lūžio rodiklio profiliais. Modeliuojant šias dangas, pagrindinis uždavinys buvo pasiekti kuo mažesnę atspindį ties 355 nm, 532 nm ir 1064 nm bangos ilgiais, o tai nėra paprasta, naudojant mažo lūžio rodiklio kontrasto medžiagas (žr.1.3.1 skyrių), t.y. mišinius. Padidintas pralaidumas 532 nm ir 1064 nm bangos ilgiams reiškia, kad dangos sluoksnių storis parinktas taip, kad atspindys šiems bangos ilgiams būtų $< 4\%$. Atsparumui lazerio spinduliutei didelę įtaką turi kristalo poliravimas, kurio metu sukuriama paviršiniai defektai. Tačiau šiame skyriuje apsiribojome tik optimalių dangų modelių sukūrimu, panaudojant ZrO_2-SO_2 mišinius. Skaidrinančių dangų lūžio rodiklio profiliai ir atspindžio spektrai pateikti 47 pav.

Geresnei dangos adhezijai su LBO kristalu pasiekti visose dangose buvo naudojamas SiO_2 pasluoksnis, kuris blogina spektrinius dangos parametrus, tačiau yra būtinas [67]. Pirminiai dangų ant LBO kristalų tyrimai parodė, kad, naudojant SiO_2 pasluoksnį, atsparumas UV lazerio spinduliutei buvo $\sim 10\%$

didesnis nei be jo. Todėl visuose AR dangų modeliuose buvo naudojamas ≥ 30 nm storio SiO_2 pasluoksnis.



47 pav. Sumodeliuotų ir suformuotų skaidrinančių dangų ant LBO kristalų lūžio rodiklių profiliai (a) ir (c) bei atspindžio spektrai (b) ir (d).

Įvairių tipų skaidrinančių dangų, suformuotų ant LBO kristalų, atspindžio parametrai ir pažaidos lazerio spinduliuotei slenksčiai, naudojant nanosekundinius impulsus, bet skirtingą jų pasikartojimo dažnį, yra pateikti 9-oje lentelėje.

9 lentelė Įvairių tipų skaidrinančių dangų suformuotų ant LBO kristalų atspindžio parametrai ir PLLS.

Dangos tipas	R_{355} , %	R_{532} , %	R_{1064} , %	PLSS*, J/cm^2	
				10 Hz	6 kHz
(ZrO_2 - SO_2 miš.) Diskr. sl. $\text{AR}_{355+\text{HT}}_{532+1064}$	0,11	3,8	4,0	11,3	8,8
($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$) Diskr. sl. $\text{AR}_{355+\text{HT}}_{532+1064}$	0,14	4,1	4,2	10,9	4,8
(ZrO_2 - SO_2 miš.) Kint. lūž. rod. $\text{AR}_{355+\text{HT}}_{532+1064}$	0,07	4,0	4,5	5,2	5,6
(ZrO_2 - SO_2 miš.) Diskr. sl. $\text{AR}_{355+532+1064}$	0,06	0,1	0,2	-	7,5
(ZrO_2 - SO_2 miš.) Kint. lūž. rod. $\text{AR}_{355+532+1064}$	0,07	0,4	0,3	-	10,2

*PLSS ($1000 \cdot i - 1$) matavimo parametrai: $\lambda = 355$ nm, $\tau = 8,7$ ns, pluoštelio diametras – 38 μm .

Vienbangio skaidrinimo dangos su padidintu pralaidumu ($AR_{355}+HT_{532+1064}$), suformuotos ZrO_2-SO_2 mišinių pagrindu, buvo atsparesnės nei suformuotos Al_2O_3/SiO_2 sluoksnių pagrindu. Tai ypač aiškiai pastebėta, esant 6 kHz impulsų pasikartojimo dažniui. Mažesnę aliuminio oksido pagrindu suformuotų dangų atsparumą galėjo nulemti nepilna aliuminio sluoksnio oksidacija, dulkinant metalinį Al taikinį. Siekiant sumažinti šį efektą, praktikoje dažnai taikomas dangų atkaitinimas aukštoje temperatūroje (pvz. $300^{\circ}C$), tačiau LBO kristalai jautrūs tokiai temperatūrai ir degraduoja. Dėl šios priežasties atkaitinimo procedūra negalima, todėl mišinių, pasižyminčių mažesniais sugerties nuostoliais panaudojimas – vienas efektyviausių būdų optimizuoti dangų optinio atsparumo savybes.

Kaip ir buvo minėta anksčiau, šio darbo tikslas buvo padidinti skaidrinančių dangų ant LBO kristalų atsparumą lazerio spinduliuotei, esant dideliems lazerio impulsų pasikartojimo dažniams (kHz). Tribangio skaidrinimo atveju didesniu atsparumu pasižymėjo kintančio lūžio rodiklio profilio danga. Paveikiant dangą didelio pasikartojimo dažnio UV spinduliuotės impulsais, gali būti suardomi didelio lūžio rodiklio medžiagos oksido tarpatominiai ryšiai (dažniausiai metalo oksido, ZrO_x), kurie nespėja atsistatyti tarp impulsų. Todėl, panaudojus mišinius (šiuo atveju ZrO_2-SO_2) buvo galima sumažinti bendrą ZrO_2 kiekį dangoje ir taip padidinti jos atsparumą. Tai matome 47 pav.c, kai dangoje didžiausios ZrO_2 frakcijos mišinio (30%) sluoksnio storis yra plonas, palyginti su bendru dangos storiu.

Skaidrinančia danga padengtam LBO kristalui esant realioje lazerinėje sistemoje net kai energijos tankis mažesnis už pažeidimo slenksčio tankį, stebimas laipsninis elemento paviršiaus degradavimas. Dėl šios priežasties be PLSS, kristalo „išdirbtų“ valandų skaičius realioje lazerinėje sistemoje, kai nėra pastebėta dangos/kristalo degradavimo požymių, yra kitas svarbus atsparumo lazerio spinduliuotei rodiklis.

5.2 Didelio atspindžio dangos 266 nm bangos ilgiui

Analogiškai skaidrinančių dangų atveju, panaudojus ZrO_2 mišinius su SiO_2 , galima praplėsti šios medžiagos naudojimo diapazoną ir pagerinti įvairių lazerinių komponentų optines savybes. Šiame etape buvo sumodeliuotos ir IBS technologija suformuotos didelio atspindžio dangos 266 nm bangos ilgiui (HR@266) ant kvarco pagrindukų. Buvo pasirinkti trys skirtingi dangų modeliai:

- (1) laipteliu mažėjantis, t.y. dangos struktūra, kai didelio lūžio rodiklio medžiagos lūžio rodiklis palaipsniui mažinamas, formuojant dangą (*angl. Step-down design, arba Rised design*) išlaikant $\lambda/4$ sluoksnių optinį storį;
- (2) $\lambda/4$ sluoksnių optinio storio struktūra. Čia didelio lūžio rodiklio medžiaga buvo pasirinkta ZrO_2-SO_2 mišinys ($n=1,8$);
- (3) $\lambda/4$ sluoksnių optinio storio struktūra Al_2O_3/SiO_2 sluoksnių pagrindu.

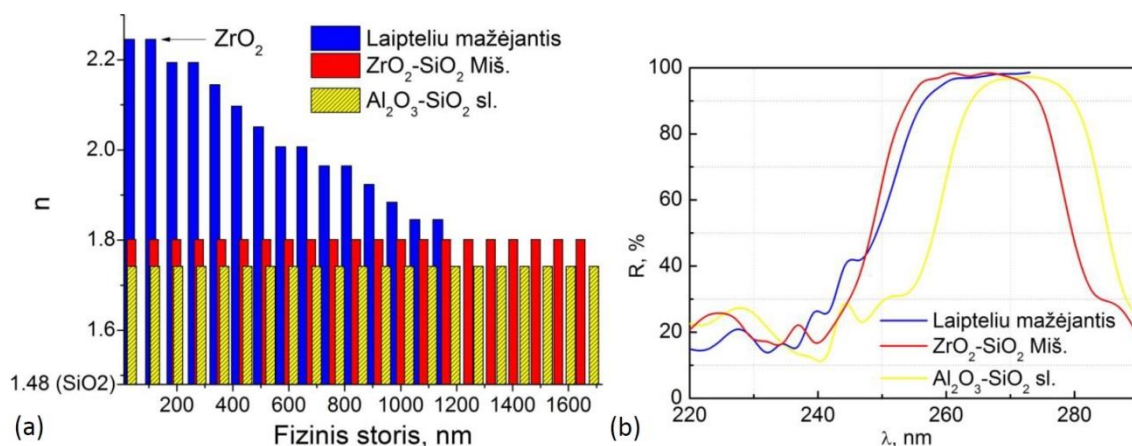
Aliuminio oksidas dažnai naudojamas formuojant šio diapazono optines dangas, todėl jis buvo pasirinktas dangų, suformuotų ZrO_2-SO_2 mišinių plonųjų sluoksnių pagrindu, palyginimui. Svarbiausi optinių dangų parametrai pateikti 10-oje lentelėje.

10 lentelė Pagrindiniai didelio atspindžio dangų ties 266 nm parametrai.

Dangos modelis	Medžiagos, H/L	$n@$ 266 nm	R, %	Storis, μm	Formulė	PLSS @266, J/cm^2
Laipt. HR@266	ZrO_2 Miš./ SiO_2	**	97,5	1,13	(HL) ¹⁴ H	6,4±0,2
Miš.HR@266	ZrO_2 Miš./ SiO_2	1,869	97,9	1,64	(HL) ²⁰ H	5,9±0,2
HR@266	Al_2O_3/SiO_2	1,744	95,1	1,69	(HL) ²⁰ H	8,0±0,2

** - kintantis lūžio rodiklis

Modeliuojant didelio atspindžio dangas, buvo norima pasiekti atspindį, didesnę nei 95% 266 nm bangos ilgiui. Laipteliu mažėjančio lūžio rodiklio dangos struktūroje laiptelių kiekis ir jų dydis (n) buvo parinkti ir optimizuoti empiriškai, siekiant didesnio atspindžio, esant mažesniai dangos storiui. Šių dangų lūžio rodiklių profiliai ir atspindžio spektrai pateikti 48 pav.



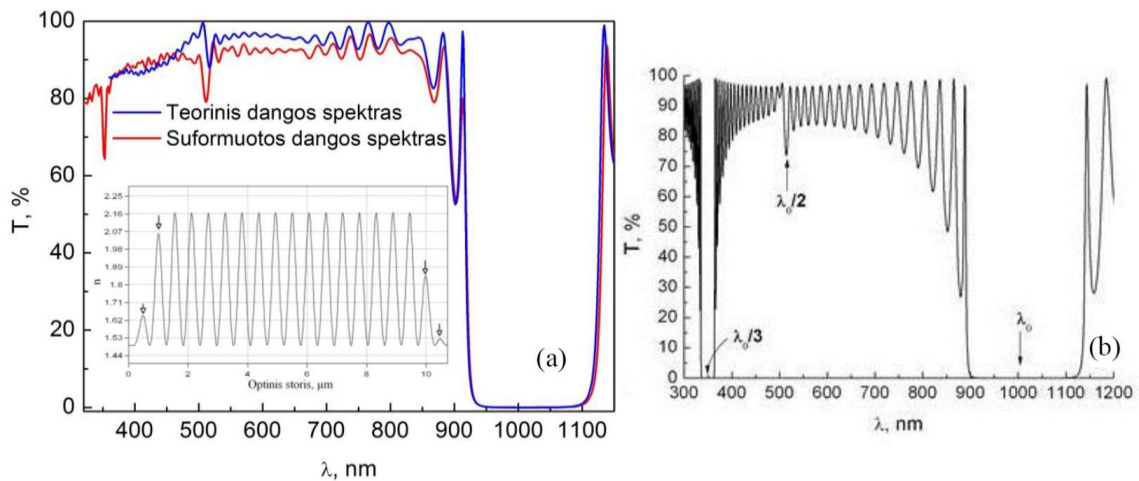
48 pav. Didelio atspindžio dangų 266 nm bangos ilgiui suformuotų ant lydyto kvarco lūžio rodiklio profiliai (a) ir atspindžio spektrai (b).

Danga, turinti laipteliu mažėjančią struktūrą pasižymėjo didesniu atsparumu lazerio spinduliutei ($PLSS=6,4\pm 0,2 \text{ J/cm}^2$) nei sluoksnių struktūra, panaudojant mišinį ($PLSS=5,9\pm 0,2 \text{ J/cm}^2$) kaip didelio lūžio rodiklio medžiagą ($n=1,8$), nors pastaruoju atveju bendra ZrO_2 frakcija mišinyje buvo mažesnė (50%). Elektrinio lauko pasiskirstymas laipteliu mažėjančioje struktūroje buvo optimizuotas taip, kad intensyvumo smailės būtų didelio draustinės juostos pločio medžiagoje, t.y. mažo lūžio rodiklio (SiO_2) sluoksniuose, ir tai lėmė didesnę optinį atsparumą. Yra žinoma, kad ši elektrinio lauko dangos optimizavimo metodika turi didelę įtaką ultratrumpų lazerio impulsų taikymuose [155]. Panaudojant didelio lūžio rodiklio kontrasto sluoksnius dangos augimo pradžioje ir vėliau laipsniškai jį mažinant, buvo pasiektas reikiamas atspindys ($>95\%$) esant mažesniai dangos storiui. Laipteliu mažėjanti struktūra buvo $\sim 500 \text{ nm}$ plonesnė už struktūrą su fiksuotu mišiniu. Tai galėjo įtakoti mažesnę defektų kiekį dangoje, kuris lemia didesnę atsparumą lazerio spinduliutei. Plonesnė danga formuojama trumpesni laiką, todėl ir tikimybė susidaryti defektams mažesnė. Defektų mažinimas yra viena iš svarbiausių optinių dangų tobulinimo sričių bendroje optinių elementų gamybos grandinėje.

Kaip ir tikėtasi, didžiausiu atsparumu UV lazerio spinduliutei pasižymėjo aliuminio oksido pagrindu suformuota danga ir tai lėmė mažesnę šios medžiagos sugertis UV srityje nei ZrO_2 mišinių su SiO_2 .

5.3 Periodiškai kintančio lūžio rodiklio – *Rugate* tipo dangos

Tęsiant ZrO_2 - SiO_2 mišinių panaudojimą, optimizuojant optinių dangų parametrus, buvo sumodeliuotos ir IBS technologija suformuotos *rugate* tipo didelio atspindžio dangos. 1.3.1 ir 1.3.2 skyriuose apibrėžėme kokia yra *rugate* dangos struktūra ir jos įtaka dangos spektrinėms savybėms, lyginant su $\lambda/4$ optinio storio diskrečių sluoksnių dangos struktūra. Dangos, kurių lūžio rodiklis kinta sinuso dėsnium, leidžia eliminuoti aukštesnes konstruktyvios interferencijos sritis ($\lambda_0/3$) ir sumažinti abipus λ_0 srities esančias interferencines smailes (bangeles), formuojant didesnio pralaidumo sritis. Remiantis šiuo teoriniu modeliavimu ir (17) išraiška buvo suprojektuota 893 sluoksnių sinuso dėsnium kintančio lūžio rodiklio dangos struktūra ($\lambda_0=1020$ nm, $\Delta n=0,68$, $n_0=1,81$) (49 pav.a).



49 pav. Didelio atspindžio *Rugate* dangos pralaidumo spektras ir lūžio rodiklio kitimo profilis (a) ir $\lambda/4$ optinio storio sluoksnių dangos pralaidumo spektras (b).

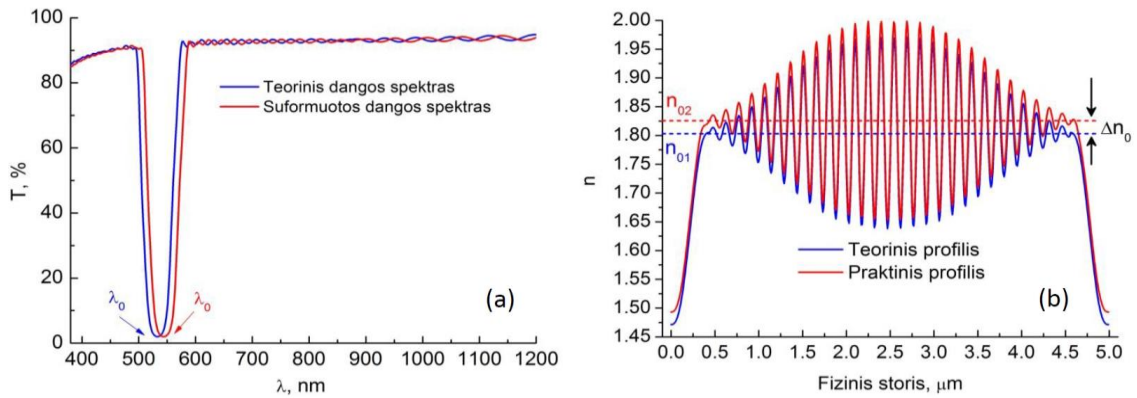
Siekiant padidinti dangos pralaidumą 450 nm-850 nm diapazone, empiriškai buvo sumažintas pirmųjų ir paskutiniųjų dviejų periodų didžiausias lūžio rodiklis atitinkamai iki 1,62, 2,05, 1,91 ir 1,52 (49 pav.a pažymėta rodyklėmis). Matome, kad, lyginant su $\lambda/4$ optinio storio sluoksnių dangos pralaidumo spektru (49 pav.b), interferencinių smailių moduliacija tapo mažesnė ir pasiektas $>80\%$ pralaidumas visame 450 nm-850 nm diapazone.

Kitame etape, panaudojant plonus ZrO_2 - SiO_2 mišinių sluoksnius, buvo suprojektuoti ir suformuoti du siaurajuosčiai filtrai, kitaip dar vadinami *Noch* filtrais. Jie pasižymi siaura didelio atspindžio sritimi ties λ_0 ir didelio pralaidumo zonomis abipus jos (6 pav.). Siekiant patikrinti įvairių parametrų įtaką filtrų spektrinėms savybėms, buvo suformuoti du filtrai: *Notch 1* ir *Notch 2* bei palyginti jų optinio pralaidumo spektrai su teoriškai sumodeliuotais. Pagrindiniai šių dangų parametrai pateikti 11-oje lentelėje.

11 lentelė Pagrindiniai *Notch 1* ir *Notch 2* filtrų parametrai.

Parametras		<i>Notch 1</i>	<i>Notch 2</i>
λ_0 , nm	Teor.	532	426
	Prakt.	543	427
n_0	Teor.	1,80	1,80
	Prakt.	1,83±0,01	1,80±0,01
Δn	Teor.	0,33	0,24
	Prakt.	0,34±0,01	0,30±0,01
Apodizacija		Gausinė	Dalinai gausinė
Storis, μm	Bendras	5	5
	Sutapat.	1 (2×0,5)	1 (2×0,5)
	Rugate	4	4

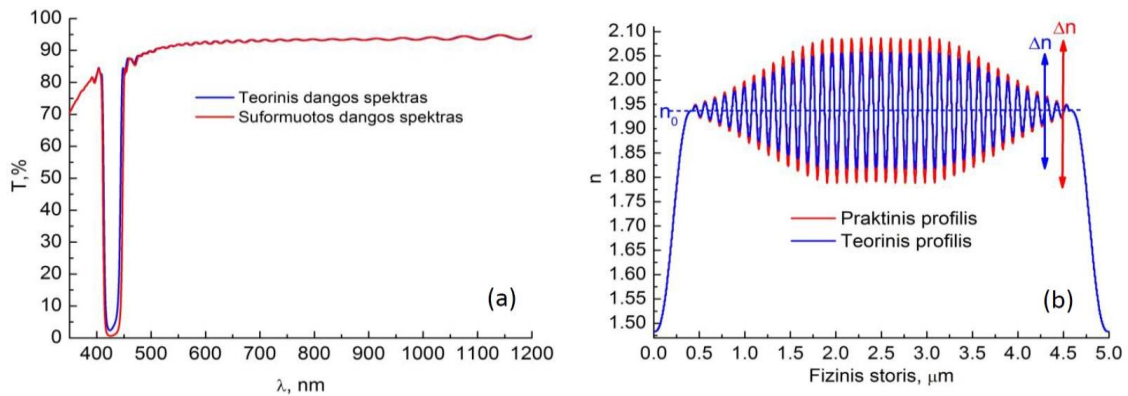
Notch 1 filtro, sudaryto iš 500 sluoksnių, kurių kiekvienas buvo 10 nm storio, pralaidumo spektras ir lūžio rodiklio profilis pateikti 50 pav. Pasirinktas 0,33 lūžio rodiklio kontrastas (Δn), kuris lemia siaurą mažo pralaidumo sritį, t.y. 50 nm filtro plotį ties $\lambda_0=532$ nm 30% pralaidumo aukštyje. 29 ciklų moduluota *rugate* zona apodizuota Gauso funkcija. Didelio pralaidumo sritys abipus λ_0 buvo suformuotos, pritaikius „*quinic*“ penktojo laipsnio polinomą $n(d)=n_{\text{pag}}+(n_{\text{pag}}-n_0)(10t^3-15t^4+6t^5)$, kur n_{pag} – pagrinduko lūžio rodiklis, n_0 – *rugate* dangos vidutinis lūžio rodiklis, t – normuotas sluoksnio storis.



50 pav. *Notch 1* filtro pralaidumo spektras (a) ir lūžio rodiklio profilis (b).

Palyginus teoriškai sumodeliuoto ir suformuoto *Notch 1* filtro pralaidumo spektrus, pastebėtas ~2% spektrinis poslinkis į ilgesniųjų bangų pusę. Remiantis išmatuotu pralaidumo spektru buvo atliktas atvirkštinis modeliavimas ir suskaičiuotas suformuoto *Notch 1* filtro lūžio rodiklio profilis. Nustatyta, kad formuojant dangą, realus vidutinis lūžio rodiklis buvo ~1,7% didesnis, t.y. $1,83 \pm 0,01$ vietoje 1,80 ($\Delta n_0 = 0,03$). Remiantis išraiška ($\lambda_0 = 2n_0P$) matome, kad centrinis *rugate* dangos bangos ilgis tiesiogiai proporcingas vidutiniam lūžio rodikliui, todėl jo nukrypimas nuo teoriškai sumodeliuoto nulėmė filtro centrinės bangos postūmį.

Notch 2 filtro, sudaryto iš 600 sluoksnių, kurių kiekvieno storis ~8,3 nm storio, pralaidumo spektras ir lūžio rodiklio profilis pateikti 51 pav. Buvo pasirinktas 0,24 lūžio rodiklio kontrastas (Δn), kuris lemia siaurą mažo pralaidumo sritį, t.y. 28 nm spektro plotį ties $\lambda_0 = 426$ nm 30% pralaidumo aukštyje. 39 ciklų moduluota *rugate* zona buvo dalinai apodizuota Gauso funkcija. Dalinė apodizacija buvo atlikta nuo 0,5 μm iki 2 μm ir nuo 3 μm iki 4,5 μm fizinio dangos storio. Vidurinė dalis, nuo 2 μm iki 3 μm nebuvo apodizuota, siekiant suformuoti kuo mažesnę pralaidumą 426 nm bangos ilgiui, optimizuojant mažesnę dangos storį ir lūžio rodiklių kontrastą. Analogiškai *Notch 1* filtro atvejui buvo pritaikytas penktojo laipsnio polinomas sutapatavimo sritims.



51 pav. *Notch 2* filtro pralaidumo spektras (a) ir lūžio rodiklio profilis (b).

Palyginus teoriškai sumodeliuoto ir suformuoto *Notch 2* filtro pralaidumo spektrus, nustatyta, kad mažo pralaidumo sritis buvo ~ 8 nm platesnė (30% pralaidumo aukštyje) ir gilesnė, t.y. mažesnis pralaidumas 426 nm bangos ilgiui ($T=0,82\%$), nei teoriškai numatyta ($T=2,72\%$). Atlikus atvirkštinį modeliavimą buvo suskaičiuotas suformuoto *Notch 2* filtro lūžio rodiklio profilis. Nustatyta, kad realus lūžio rodiklio kontrastas buvo 25% didesnis nei numatyta, t.y. padidėjo nuo 0,24 iki $0,30 \pm 0,01$. Iš teorijos seka, kad tiek $\lambda/4$ optinio storio diskrečių sluoksnių, tiek *rugate* dangų struktūrose lūžio rodiklio kontrastas lemia mažo pralaidumo srities plotį ir gylį, kas ir buvo pastebėta šiuo atveju.

Šiuos abiejų filtrų neatitikimus galima paaiškinti technologinio proceso neapibrėžtumu, kurį įtakoja zoninio taikinio kalibracija, t.y. sluoksnio lūžio rodiklio vertė, esant tam tikrai taikinio pozicijai. Neapibrėžtumas atsiranda vykdant pasikartojančius dulkinimo procesus, kai pradinės dulkinimo sąlygos vakuuminėje kameroje nėra visada vienodos. Yra žinoma, kad išvakuomavus kamerą normaliomis sąlygomis (kambario temperatūros oru, esant atmosferos slėgiui) ir ją atidarius, įvairiomis dangomis/dalelėmis pasidengusios vakuuminės kameros sienos absorbuoja ore esančią drėgmę ir pasidengia tam tikra plėvele. Vėl sudarius vakuumą tokioje kameroje ir pradėjus reaktyvaus plonųjų sluoksnių formavimo procesą, sluoksnių lūžio rodiklis pakinta, lyginant su prieš tai buvusiu procesu metu. Temperatūra, vakuumas ir drėgmė labiausiai įtakoja pradines plonųjų sluoksnių savybes, todėl siekiant išvengti šių efektų, kai kuriose plonųjų

sluoksnių formavimo technologijose dažnai naudojamas kameros sienų atkaitinimas aukštoje temperatūroje (300°C), siekiant dezorbuoti drėgmę nuo kameros sienų ir pasiekti kuo geresnį vakuumą. Mūsų atveju, IBS technologija atkaitinimo galimybės neturėjo, todėl visi procesai pradėti esant kambario temperatūrai ($\sim 20^{\circ}\text{C}$) ir tai galėjo nulemti filtrų spektrinius netikslumus. Šiuose filtruose, kiekvieno sluoksnelio lūžio rodiklis, augant dangai, kartais keičiasi kas 0,5%, todėl nedidelis lūžio rodiklio nukrypimas nuo teorinio (kalibracinės kreivės) įtakoja galutinį dangos spektrą ir jo paklaidas. Nepaisant to, buvo pademonstruoti 2 *rugate* dangų tipai, pasižymintys unikaliomis spektrinėmis savybėmis, t.y. siaurajuosčiai filtrai su dideliu pralaidumu plačiame diapazone.

5.4 Apibendrinimas

- (1) Atliktas teorinis įvairių optinių dangų, kurių lūžio rodiklis kinta tam tikru užduotu dėsnio, modeliavimas.
- (2) Jonapluoščio dulkinimo būdu suformuotos skaidrinančios kintančio lūžio rodiklio dangos ant netiesinių LBO kristalų. Panaudojus ZrO_2 ir SiO_2 mišinius, buvo sumažintas bendras ZrO_2 kiekis dangoje ir taip padidintas jos atsparumas UV lazerio spinduliotei. SiO_2 pasluoksnio panaudojimas leido padidinti atsparumą lazerio spinduliotei 10%.
- (3) Panaudojus ZrO_2 ir SiO_2 mišinių plonus sluoksnius, buvo praplėstas cirkonio oksido panaudojimas UV spektro srityje, formuojant skaidrinančias ir didelio atspindžio dangas, pasižyminčias didesniu atsparumu lazerio spinduliotei.
- (4) ZrO_2 - SiO_2 mišinių pagrindu jonapluoščio dulkinimo būdu buvo suformuotos 3 periodiškai kintančio lūžio rodiklio dangos, pasižyminčios unikaliomis spektrinėmis savybėmis: siaura mažo pralaidumo sritimi ir dideliu pralaidumu plačiame diapazone.

6. Dangų iš metalų oksidų ir jų mišinių formavimas reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu

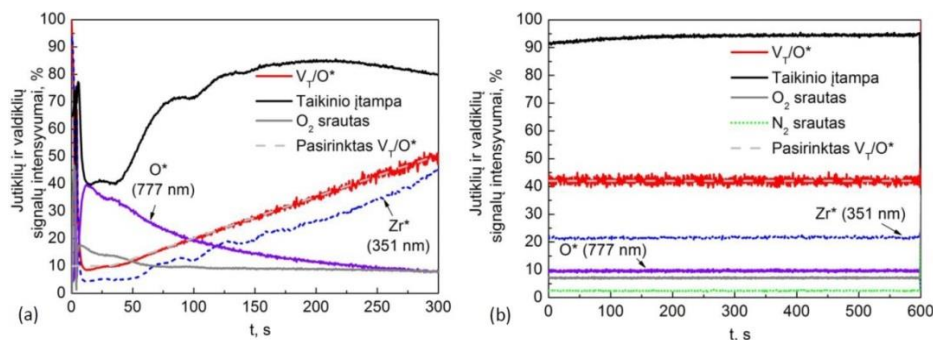
Šis skyrius skirtas kitai svarbiai optinių elementų gamybos grandinės daliai – optinių dangų formavimo technologijoms. Visos plonųjų sluoksnių savybės priklauso tik nuo formavimo technologijos ir proceso parametrų, t.y. skirtingomis technologijomis iš tos pačios medžiagos suformuoti ploni sluoksniai pasižymi skirtingomis savybėmis. Šiame skyriuje tyrimams buvo pasirinkta magnetroninio dulkinimo technologija, kuri optinių dangų industrijoje yra dar palyginti mažai naudojama. Buvo tiriami nauji reaktyvaus dulkinimo kontrolės metodai, leidžiantys suformuoti gerų optinių savybių plonus ZrO_2 ir $Nb_2O_5-SiO_2$ mišinių sluoksnius, kurių dengimo greitis yra didesnis, lyginant su jonapluoščio dulkinimo technologija, o sluoksnių fiziniais ir optiniais parametrais jai nenusileidžia. Šiame skyriuje pateikti rezultatai publikuoti „Journal of Applied Physics A“, „Vacuum“ ir „Thin Solid Films“ žurnaluose (V-VIII).

6.1 Plonųjų ZrO_2 sluoksnių formavimas reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu

6.1.1 Reaktyvaus dulkinimo proceso charakterizavimas

Vykstant cirkonio magnetroniniam dulkinimui iš metalinio taikinio pastovios galios režimu reaktyviųjų dujų atmosferoje pasireiškia taikinio įtampos staigus didėjimas ir vėliau mažėjimas, kuris priklauso nuo reaktyviųjų dujų srauto ir įvairių taikinio paviršiuje vykstančių fizikinių-cheminių procesų. Dėl oksido/suboksido sluoksnio susidarymo Zr taikinio paviršiuje antrinių elektronų emisijos koeficientas (γ_{ISEE}) gali mažėti arba didėti, priklausomai nuo suboksido plėvelės cheminės sudėties. Šis koeficientas atvirkščiai proporcingas taikinio įtampai, t.y. koeficiento padidėjimas lemia taikinio įtampos mažėjimą ir atvirkščiai. Šiuo efektu galima paaiškinti 3.2.4 skyriuje demonstruotas taikinio įtampos signalo laikines priklausomybes (34 pav.), kai taikinio įtampa mažėjo didėjant O_2 ar O_2+N_2 srautui, kol galiausiai pasiekdavo mažiausias vertes, esant

pilnai oksiduotai taikinio būsenai. Šio darbo metu atlikti Zr dulkinimo proceso tyrimai atskleidė, kad, naudojant įtampos uždaro ciklo kontrolę, taikinio įtampa pasiekdavo ir viršydavo numatytą didžiausią įtampos vertę. Tai iliustruoja 52 pav., kur (a) dalyje pateikta jutiklių ir valdiklių signalų laikinės priklausomybės, kai didinama kombinuoto jutiklio V_T/O^* nustatyta vertė (*angl. set-point*), taikinio būsenai pereinant iš oksido zonos į perėjimo ir artimą metalo zoną. Matome, kad taikinio įtampa pasiekia ~85% (376 V). Šis efektas aiškiai išreikštas 52 pav.b, kur vaizduojama jutiklių ir valdiklių signalų laikinės priklausomybės, vykstant vienam eksperimentiniam dulkinimo procesui. Matome, kad taikinio įtampa pasiekia 93% (411 V) lygį ir išlieka stabili naudojant kombinuoto jutiklio (V_T/O^*) kontrolę.



52 pav. Jutiklių ir valdiklių laikinė priklausomybės: kai didinama V_T/O^* nustatyta vertė (a), pavyzdinis ZrO_2 dulkinimo procesas, kai naudojama V_T/O^* kontrolė (b). Reiktų atkreipti dėmesį, kad dulkinimo procesas vyksta taikinio įtampai esant $V_T=93\%$ (411 V), o mažėjant O_2 srautui, taikinio įtampa pasiekė didžiausią vertę ties 85% (376 V).

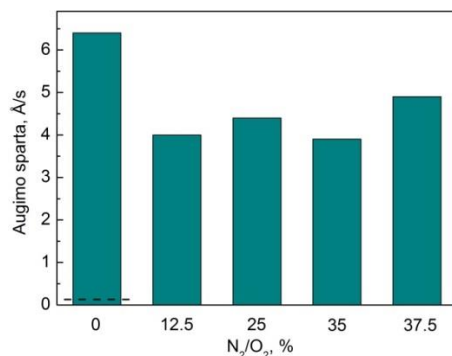
Šie ZrO_2 formavimo proceso tyrimai atskleidė unikalias cirkonio taikinio savybes, vykstant reaktyviems dulkinimo procesams. Užregistruotas taikinio įtampos signalo padidėjimas virš numatytos didžiausios vertės (85%, 52 pav.a) siejamas su specifine taikinio paviršiaus būsena, kai dėl chemisorbcijos ir jonų implantacijos [100, 145] taikinio erozijos trekas pasidengia suboksido sluoksniu, kuris pasižymi mažesniu antrinių elektronų emisijos koeficientu γ_{ISEE} , todėl taikinio įtampa pasiekia didesnę nei numatyta (85%, 376 V) vertę (93%, 411 V). Reikia paminėti, kad šiuose eksperimentiniuose tyrimuose Zr dulkinimo proceso kontrolei buvo naudojamas taikinio įtampos ir sužadinto deguonies

emisijos ($\lambda=777$ nm) intensyvumo santykis. Tokį pasirinkimą lėmė technologinės priežastys, nes naudojant vien tik taikinio įtampos kontrolę, nepavykdavo jos „fiksuoti“ ir stabiliai išlaikyti ties 93% (411V). Optinė kontrolė leido tiksliau valdyti deguonies srautą kameroje. Tokiu būdu charakterizavus reaktyvųjį Zr magnetroninį dulkinimo procesą, buvo optimizuotas cirkonio oksido – labai svarbios medžiagos optinių dangų gamyboje dulkinimo procesas, leidžiantis formuoti mažų sugerties nuostolių cirkonio oksido plonus sluoksnius optinių dangų taikymams.

6.1.2 ZrO₂ sluoksnių augimo sparta

Šiuose eksperimentiniuose tyrimuose buvo lyginamas ZrO₂ sluoksnių, suformuotų pastovaus RD srauto kontrolės metodu (A metodu) ir uždaro ciklo RD kontrolės metodu (B metodu), augimo sparta, taip pat augimo spartos priklausomybė nuo azoto dujų kiekio vakuuminėje kameroje. Išsamūs dengimo procesų parametrai pateikti 8-oje lentelėje.

B metodu, t.y. naudojant uždaro ciklo kontrolės sistemą, bei esant 800W magnetrono galingumui ir 20 cm atstumui nuo taikinio iki pagrindukų, buvo pasiekta 3,9 Å/s – 6,4 Å/s ZrO₂ sluoksnių augimo sparta. Tai atitinka 39% ir 64% Zr metalo sluoksnio augimo spartą (10 Å/s). Tuo tarpu metodu A formuojant ZrO₂ sluoksnius esant 250W ir 500W magnetronų galioms ir identiškam atstumui tarp taikinio ir pagrindukų, augimo sparta buvo atitinkamai 0,13 Å/s ir 0,15 Å/s. Procesams stabilizuoti papildomai panaudojus N₂ dujas [137, 138], buvo tikėtasi padidinti sluoksnių ZrO_xN_y augimo spartą [140], tačiau procesų stabilumui šis efektas įtakos neturėjo, o sluoksnių augimo spartos nepadidėjo. ZrO₂ sluoksnių augimo spartos priklausomybė nuo N₂/O₂ dujų srauto santykio pateikta 53 pav.

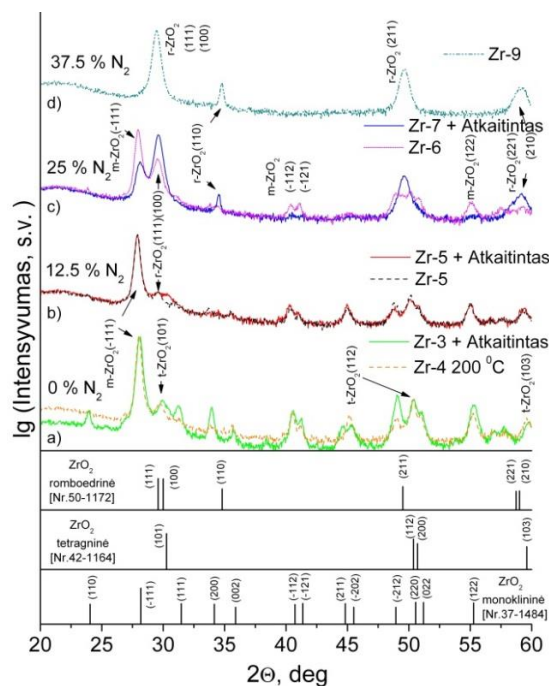


53 pav. ZrO₂ sluoksnių augimo spartos priklausomybė nuo N₂/O₂. Punkttyrine linija rodo sluoksnių augimo spartą, naudojant A kontrolės metodą.

Šiuose eksperimentuose buvo pasiektos didelės sluoksnių augimo spartos, nes dulkinimo procesai vyko taikinio perėjimo zonoje, naudojant B kontrolės metodą, kai Zr taikinys nėra pilnai oksiduotas. Tuo tarpu A metodu dulkinimo procesai vyko pilnos oksidacijos zonoje, kur dulkinimo efektyvumas (išeiga) labai mažas, todėl sluoksnių augimo sparta itin maža.

6.1.3 ZrO₂ sluoksnių mikrostruktūra

Rentgeno spindulių difrakcijos analizė parodė, kad dulkinimo proceso metu, nenaudojant azoto, formuojasi polikristalinis monoklininės ir tetragoninės cirkonio oksido kristalinių fazių mišinys. ZrO_xN_y sluoksnių, suformuotų, esant skirtingam N₂ srautui deguonies srauto atžvilgiu difraktogramos pateiktos 54 pav. Naudojant 12,5%-25% N₂ srautą dulkinimo atmosferoje, ZrO₂ sluoksniai buvo sudaryti iš monoklininės ir romboedrinės polikristalinės fazių mišinio. Nustatyta, kad vyraujanti monoklininė gardelė yra orientuota (-111) plokštumoje, t.y. lygiagrečiai bandinio paviršiui, esant $2\theta=28.1^\circ$ kampui. Buvo pastebėta, kad monoklininės fazės smailių intensyvumas mažėja, didėjant azoto koncentracijai dulkinimo atmosferoje, ir visai išnyksta, esant N₂/O₂=37,5%. Tada stebima tik romboedrinė ZrO₂ polikristalinė struktūra.



54 pav. ZrO_xN_y sluoksnių, suformuotų esant skirtingam N_2 srautui dulkinimo atmosferoje, difraktogramos.

Reikia paminėti, kad romboedrinė struktūra yra netipinė cirkonio oksidui ir dažniausiai šia kristaline struktūra pasižymi $Zr_7O_8N_4$ darinys. Išmatuoti romboedrinės ZrO_2 gardelės parametrai $a=3,613 \text{ \AA}$, $c=9,09 \text{ \AA}$ nežymiai skyrėsi nuo kortelėje Nr.50-1172 cituoti pateiktų $Zr_7O_8N_4$ gardelės parametru $a=3,643 \text{ \AA}$, $c=9,05 \text{ \AA}$.

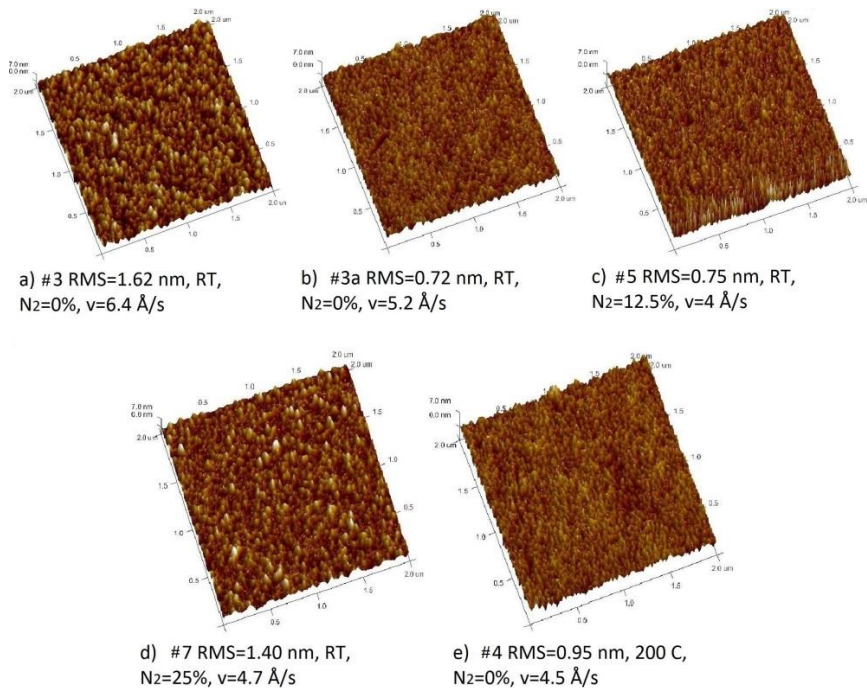
Hasegava ir bendraautorai [156] taip pat pastebėjo, kad ZrO_2 pasižymi romboedrine struktūra po N_2 implantacijos, bet taip pat nesuformuoja gerai žinomų $Zr_7O_8N_4$ ir $Zr_7O_{11}N_2$ romboedrinės fazės darinių. Tokiu atveju šie dariniai turėtų didelę azoto koncentraciją (šių darinių atominės koncentracijos santykis $N/O=1/2$ ir $2/11$). Autoriai nustatė, kad azoto ir deguonies atominės koncentracijų santykis ZrO_2 sluoksniuose dėl implantacijos tebuvo $N/O \sim 1/200$. Tai patvirtina ir mūsų rezultatus, kai dėl santykinai didelio N_2 kiekio dulkinimo atmosferoje (37,5% deguonies srauto atžvilgiu) azotas dangoje sudarė tik 4,5 atominių procentų. XPS analizė parodė, kad esant 25% ir 37,5% azoto srautui dulkinimo atmosferoje, ZrO_2 sluoksniuose jo tebuvo atitinkamai 2,1 ir 4,5 at.%. Galime daryti svarbią išvadą, kad nors azoto srautas dulkinimo procesų metu

buvo gana didelis (nuo 12% iki 37,5%), jo koncentracija ZrO_2 plonuose sluoksniuose buvo maža (iki 4,5 at.%).

Nustatyta, kad po atkaitinimo (ore, atmosferos slėgyje $300^\circ C$) ZrO_2 sluoksniai persikristalizavo iš monoklininės polikristalinės į romboedrinę fazę. Tai rodo 54 pav., kai vyraujančios monoklininės linijos intensyvumas ties $2\theta=28,1^\circ$ sumažėja perpus, o silpnesnės visai išnyksta, tuo tarpu pagrindinės romboedrinės linijos intensyvumas ties $2\theta=29,6^\circ$ išauga. Tai galima paaiškinti tuo, kad, kaitinant polikristalinius sluoksnius, įvyksta struktūrinis fazinis virsmas, kurio metu jų kristalinė struktūra iš žemesnės singonijos (monoklininės) pasikeičia į aukštesnės singonijos (romboedrinę).

ZrO_xN_y sluoksnių paviršiaus analizė atominių jėgų mikroskopu, esant įvairiems dulkinimo parametrams, pateikta 55 pav. ir rodo skirtingą paviršiaus morfologiją. Buvo pastebėtas paviršiaus šiurkštumo (RMS) sumažėjimas nuo 1,62 nm (esant sluoksnių augimo spartai $v=6,4 \text{ \AA/s}$) iki 0,72 nm (esant mažesnei sluoksnių augimo spartai $v=5,2 \text{ \AA/s}$) (žr. 55 pav.a ir b). Panaši tendencija buvo pastebėta ir sluoksniuose, suformuotuose $Ar/O_2/N_2$ atmosferoje (55 pav.c ir d). ZrO_2 sluoksnio, suformuoto esant $200^\circ C$ temperatūrai, šiurkštumas buvo 0,95 nm.

Žinome, kad sluoksnių paviršiaus šiurkštumas formuojasi 4-ojoje dangos augimo stadijoje ir priklauso nuo dulkančių dalelių kinetinės energijos, dalelių mobilumo ant padėklo, bei jo temperatūros (žr.1.4.1 skyrių). ZrO_2 sluoksniai buvo suformuoti esant $\sim 40^\circ C$ ir $200^\circ C$ padėklo temperatūrai, todėl T_p/T_{lyd} santykis yra atitinkamai $\sim 0,11$ ir $0,16$ (ZrO_2 lydymosi temperatūra yra 2970 K). Tokiu atveju, remiantis SZM (žr.1.4.1 skyrių), adaptuotu didelės energijos dulkinimo procesams, šiame darbe suformuoti ZrO_2 sluoksniai turėtų būti tarp T ir Z_3 zonų.



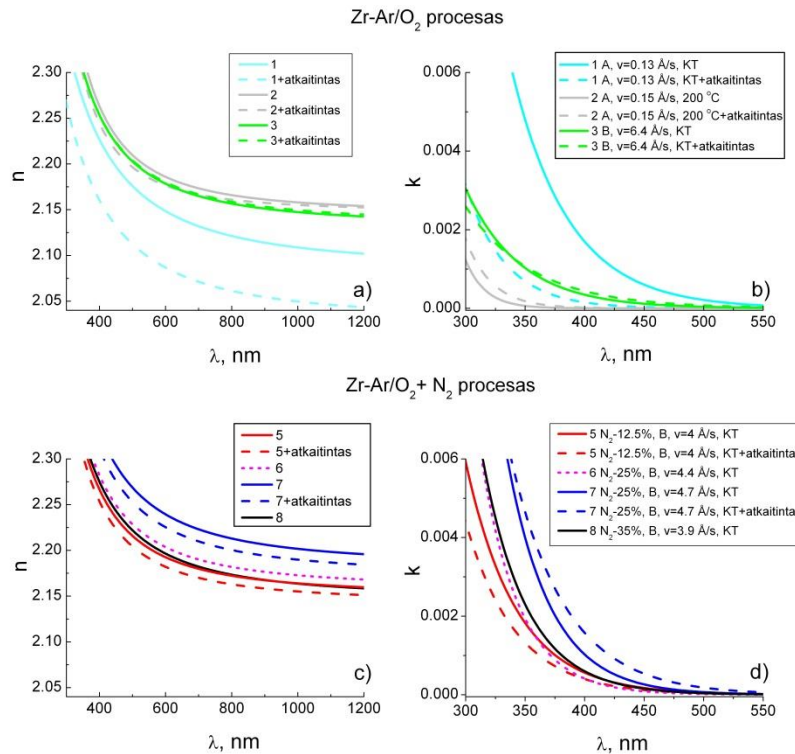
55 pav. ZrO_xN_y sluoksnių paviršiaus morfologija, esant skirtingiems dulkinimo parametrams.

Iš šių rezultatų sudėtinga pasakyti, ar 23% padidėjusi sluoksnių augimo sparta (nuo 5,2 Å/s iki 6,4 Å/s) galėjo įtakoti paviršiaus šiurkštumo padidėjimą nuo 0,72 nm iki 1,62 nm. Bet tai ir tikėtina, nes didesniu greičiu „atlėkusi“ dangos dalelė gali trukdyti paviršinei dalelių difuzijai, taip sukurdama defektus, sukeliančius didesnius sluoksnio įtempimus ir paviršiaus nelygumą.

6.1.4 Optinės savybės

Skirtingomis sąlygomis suformuotų ZrO₂ ir ZrO_xN_y sluoksnių lūžio rodiklio (n) ir ekstinkcijos koeficiento (k) priklausomybės nuo bangos ilgio pateiktos 56 pav. Nustatyta, kad sluoksnių ekstinkcijos koeficientas ir lūžio rodiklis, esant Ar/O₂/N₂ dujų atmosferai, buvo didesni, nei esant Ar/O₂ aplinkai. Todėl optinių dangų taikymams šie sluoksniai netinkami. Tai galima paaiškinti didesniu sluoksnių tankiu [138, 140, 157] bei galimai didesniais sklaidos nuostoliais [120], kurie padidėja dėl padidėjusio paviršiaus šiurkštumo. Tačiau kuris efektas tai įtakojo labiausiai, šiame darbe atsakyti buvo sunku. Suskaičiuotos n ir k vertės ties 1000 nm ir 350 nm bangos ilgiams yra pateiktos

12-oje lentelėje. Reikia pastebėti, kad B kontrolės metodu suformuotas sluoksnis, kai $N_2=0\%$ (band. Nr.3), pasižymėjo santykinai mažais nuostoliais, lyginant su sluoksniais, formuotais 200°C temperatūroje (Nr.4 ir 2) ar atkaitintais (Nr.5 ir 7).



56 pav. Skirtingomis sąlygomis suformuotų ZrO_2 ir ZrO_xN_y sluoksnių lūžio rodiklio (n) ir ekstinkcijos koeficiento (k) priklausomybės nuo bangos ilgio.

Taip pat buvo pastebėta, kad sluoksniai, suformuoti A kontrolės metodu 200°C temperatūroje, arba po atkaitinimo procedūros, pasižymėjo mažesniais nuostoliais (band. Nr. 1 ir 2). Tai rodo, kad šiuo metodu, nors ir esant labai lėtai sluoksnių augimo spartai ($0,13 \text{ \AA/s}$ arba $0,15 \text{ \AA/s}$), kambario temperatūroje suformuoti ZrO_x sluoksniai nebuvo pilnai oksiduoti (prieš atkaitinimą), ir pasižymėjo dideliais sugerties nuostoliais. Bet papildomai juos atkaitinus 300°C temperatūroje arba sluoksnius auginant didesnėje (200°C) temperatūroje, ZrO_x sluoksniai pilnai oksidavosi ir sugerties nuostoliai buvo mažesni. Tuo tarpu ZrO_2 sluoksniams, suformuotiems naudojant kontrolės metodą B, atkaitinimo procedūra neturėjo įtakos jų optinėms savybėms. Mažiausiais sugerties nuostoliais (mažiausiomis k vertėmis) pasižymėjo ZrO_2 sluoksnis (Nr.2), suformuotas 200°C temperatūroje. Tais atvejais, kai reikia

formuoti dangas ant temperatūrai jautrių pagrindukų, pavyzdžiui, anksčiau minėtų LBO kristalų, tokios sąlygos nėra priimtinos. Todėl turi būti išvystytas toks technologinis dulkinimo procesas, kuris leistų formuoti gerų optinių savybių sluoksnius, esant kambario temperatūrai (KT) vakuuminėje kameroje. Naudojant B kontrolės metodą, buvo suformuoti mažų nuostolių ($k=0,001$ ties 350 nm) bei didelės augimo spartos (6,4 Å /s) ZrO₂ sluoksniai, kai temperatūra dulkinimo proceso metu buvo iki 40°C.

12 lentelė. Pagrindinės ZrO₂ sluoksnių fizinės ir optinės savybės.

Band Nr. Parametras	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Kontrolės metodas	A	A	B	B	B	B	B	B	B
Šiurkštumas (RMS), nm	-	-	1.62/0.72	0.95	0.75	-	1.40	-	-
$n@1000$	2.11	2.16	2.15	2.16	2.16	2.17	2.20	2.16	-
$k@350 \times 10^{-2}$	0.48	0.006	0.1	0.1	0.18	0.19	0.4	0.23	-
Storis, nm	121	91	768	271	240	262	285	235	292
Dr.juost. E_{gTauc} , eV ($\Delta=\pm 0.08$ eV)	4.77	4.94	4.89	5.04	5.04	5.12	4.88	5.07	3.77
Įtempimai, GPa ($\Delta=\pm 0.007$ GPa)	-	-	0.216	0.276	0.398	0.296	0.278	-	0.471
Kristalinė fazė	-	-	monokl. tetrag.	monokl. tetrag.	monokl. tetrag.	monokl. rombo.	monokl. rombo.	-	rombo

Kai kurie autoriai teigia [140], kad didėjant azoto kiekiui reaktyviųjų dujų atmosferoje, didėja sluoksnių lūžio rodiklis ir mažėja draustinių energijų juostos plotis. Tačiau šiame darbe aiškios draustinių energijų juostos pločio priklausomybės nuo N₂ kiekio nebuvo nustatyta (12 lentelė).

6.1.5 Apibendrinimas

- (1) Atlikti ZrO₂ reaktyviojo magnetroninio dulkinimo proceso tyrimai parodė, kad uždaro ciklo reaktyviųjų dujų kontrolės sistema su kombinuotu jutikliu (V_T/O^*) yra technologiškai tinkamas būdas aktyviai valdyti Zr reaktyvaus dulkinimo procesą, esant netiesiniam taikinio įtampos atsakui.
- (2) Optimizavus reaktyviojo magnetroninio dulkinimo procesą, panaudojant V_T/O^* jutiklį, buvo padidinta ZrO₂ sluoksnių augimo sparta nuo 0,15 Å/s iki 6,4 Å/s, kuri siekia 64% Zr metalo augimo spartos. ZrO₂ sluoksniai,

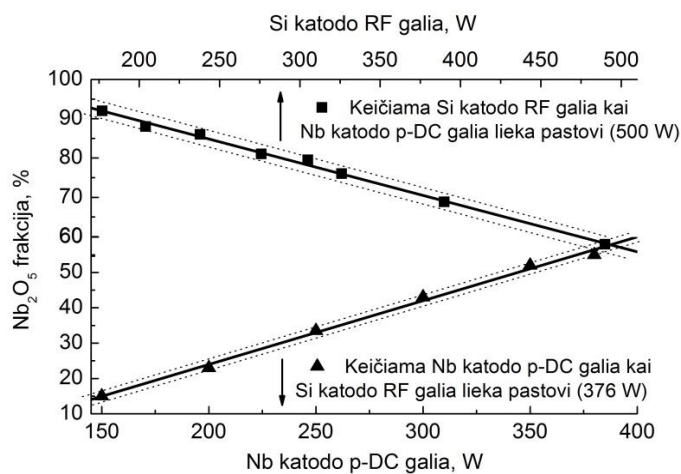
suformuoti $\sim 20-40^{\circ}\text{C}$ temperatūroje, pasižymi mažais nuostoliais ($k=0,001$, $\lambda=350\text{ nm}$) ir dideliu lūžio rodikliu ($n=2,15$, $\lambda=1000\text{ nm}$). Šios optinės savybės leidžia suformuoti didelio lūžio rodiklio kontrasto daugiasluoksnes optines dangas, turinčias mažus sugerties nuostolius.

- (3) Naudojant uždaro ciklo reaktyvių dujų kontrolės sistemą Zr dulkinimo procesams, vykstantiems perėjimo zonoje, azoto panaudojimas reaktyviųjų dujų atmosferoje nepadidina sluoksnių formavimo spartos. Papildomas azoto panaudojimas sluoksnių augimo spartą galėtų nežymiai padidinti tik tuo atveju, jei dulkinimo procesai būtų vykdomi oksido zonoje.
- (4) Kai ZrO_2 sluoksniai buvo formuojami naudojant uždaro ciklo RD kontrolės sistemą, papildomas sluoksnių atkaitinimas jų optinėms savybėms įtakos neturėjo. Tačiau, naudojant pastovaus reaktyvių dujų srauto kontrolę, suformuotų sluoksnių optinės savybės pagerėja juos atkaitinus. Tai rodo nepilną cirkonio oksidaciją dulkinimo proceso metu, kai naudojama pastovaus srauto reaktyvių dujų kontrolė.
- (5) Rentgeno difrakcijos struktūrinė analizė parodė, kad, cirkonį dulkinant deguonies reaktyvių dujų atmosferoje, susiformuoja polikristaliniai oksido sluoksniai, pasižymintys monoklininės-tetragoninės fazių mišiniu. Tuo tarpu Zr dulkinant deguonies ir azoto reaktyvių dujų atmosferoje susidaro monoklinės-romboedrinės fazių mišinys arba vien tik romboedrinė fazė.
- (6) ZrO_xN_y sluoksnių atominės sudėties analizė parodė, kad nors santykinis azoto dujų srautas Zr dulkinimo procesų metu buvo gana didelis (nuo 12% iki 37,5% deguonies atžvilgiu), azoto koncentracija plonuose sluoksniuose buvo maža (iki 4,5 at.%).

6.2 Reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu suformuotų Nb₂O₅/SiO₂ mišinių sluoksnių tyrimas

6.2.1 Nb₂O₅ frakcijos mišinių plonuosiuose sluoksniuose priklausomybė nuo p-DC ir RF šaltinių galios

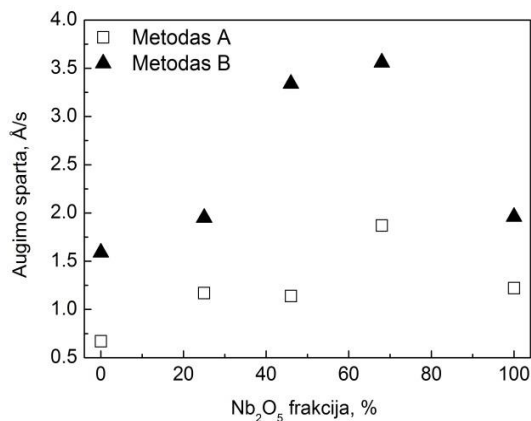
Nb₂O₅/SiO₂ mišinių ploni sluoksniai buvo formuojami pastovios srovės impulsiniu (Nb₂O₅ sluoksniams) ir radijo dažnio (SiO₂ sluoksniams) režimais. Formuojant mišinių plonus sluoksnius su didele Nb₂O₅ frakcijos dalimi, RF šaltinio galia kito nuo 50 W iki 480 W, kai p-DC galia buvo pastovi – 376 W. Formuojant mažų Nb₂O₅ frakcijos dalių mišinių plonus sluoksnius, p-DC galia buvo keičiama nuo 150 W iki 380 W, esant pastoviai RF šaltinio galiai – 500 W. Atstumas nuo taikinio iki pagrindukų buvo ~270 mm. Atlikus eksperimentinius p-DC/RF Nb₂O₅/SiO₂ mišinių formavimo procesus, buvo nustatyta tiesinė Nb₂O₅ frakcijos dydžio mišinių plonuose sluoksniuose priklausomybė nuo p-DC ir RF šaltinių galios (57 pav.). Tai leidžia pasirinkti bet kokią Nb₂O₅ ir SiO₂ frakcijų santykį mišinyje, tuo pačiu ir bet kokią lūžio rodiklio vertę tarp „maišomų“ dielektrinių medžiagų. Reikia paminėti, kad ši priklausomybė buvo nustatyta, atliekant eksperimentinius reaktyvaus dulkinimo procesus, esant B kontrolės metodui. Ji gali nežymiai keistis, pakeitus kontrolės sąlygas ir/arba geometrinę vakuuminės kameros elementų konfigūraciją.



57 pav. Nb₂O₅ frakcijos dydžio Nb₂O₅/SiO₂ mišinių plonuosiuose sluoksniuose priklausomybė nuo p-DC ir RF šaltinių galios.

6.2.2 Nb_2O_5/SiO_2 mišinių plonųjų sluoksnių augimo sparta

Nb_2O_5 ir SiO_2 sluoksnių, suformuotų naudojant RD kontrolės metodą B, augimo sparta buvo atitinkamai 61% ir 137% didesnė, nei naudojant metodą A, esant identišškai magnetronų ir pagrindukų laikiklio geometrinei konfigūracijai. Mišinių augimo spartos priklausomybė nuo Nb_2O_5 frakcijos dydžio mišinyje pateikta 58 pav.



58 pav. Nb_2O_5/SiO_2 mišinių plonųjų sluoksnių augimo spartos priklausomybė nuo Nb_2O_5 frakcijos dydžio mišinyje. Dulkinimo procesų statistinės mišinių paklaidos buvo iki 5%.

Didesnė sluoksnių augimo sparta buvo gauta, kai dulkinimo proceso metu medžiagų taikiniai nebuvo pilnai oksiduoti, t.y. sluoksniai buvo formuojami perėjimo zonoje. Augimo spartos padidinimas turi ne vien tik akivaizdžią praktinę naudą, bet taip pat gali būti įdomus ir moksliniu požiūriu. 2012 m. publikacijos [37] autoriai nustatė, kad padidinus TiO_2 sluoksnių augimo spartą, pavyko išvengti šios medžiagos kristalizacijos, t.y. pavyko suformuoti amorfinius titano oksido sluoksnius, kurie optinių dangų taikymams yra pranašesni, nes pasižymi mažesniu paviršiaus šiurkštumu ir mažesniais sklaidos nuostoliais. Didesnė sluoksnių augimo sparta gali būti esminis metodo privalumas, formuojant plonuosius amorfinius sluoksnius iš kristalizuotis linkusių medžiagų, tokių kaip TiO_2 , Al_2O_3 , HfO_2 ir kt.

6.2.3 Nb₂O₅/SiO₂ mišinių paviršiaus šiurkštumas, mikrostruktūra, įtempiai

Paviršiaus šiurkštumo analizė AFM parodė, kad skirtingais metodais suformuotų Nb₂O₅/SiO₂ mišinių šiurkštumas priklausė tik nuo pagrinduko šiurkštumo ir nepriklausė nuo dulkinimo kontrolės metodo. Pagrindiniai fiziniai ir optiniai Nb₂O₅/SiO₂ mišinių plonųjų sluoksnių parametrai pateikti 13-oje lentelėje. Kaip buvo minėta anksčiau, komercinės kokybės lydyto kvarco (FS) pagrinduko šiurkštumas (RMS) svyruoja 0,35 nm – 0,70 nm ribose.

13 lentelė. Pagrindiniai fiziniai ir optiniai Nb₂O₅/SiO₂ mišinių plonųjų sluoksnių parametrai.

Nr.	Šiurkštumas RMS, nm	$n@800$ nm	$k@380$ nm $\times 10^{-4}$	Fizinis storis, nm	Dr. juosta E_{gTauc} , eV ($\Delta = \pm 0.04$ eV)	Įtempiai, MPa ($\Delta = \pm 7$ MPa)	δn^* , %
Kontrolės metodas A							
Nb ₂ O ₅ 100%	0,53±0,02	2,25	25,70	723	3,46	-	-1,2
Nb ₂ O ₅ 68%	0,55±0,02	1,97	4,16	739	3,64	-	-2,9
Nb ₂ O ₅ 46%	0,55±0,04	1,81	1,53	924	3,77	-	-3,2
Nb ₂ O ₅ 25%	0,45±0,03	1,63	0,56	982	3,95	-	-3,3
Nb ₂ O ₅ 0%	0,42±0,02	1,47	0,08	1120	-	-	-
Kontrolės metodas B							
Nb ₂ O ₅ 100%	0,45±0,02	2,26	25,60	273	3,46	-33	0,0
Nb ₂ O ₅ 73%	0,48±0,04	2,04	9,63	330	3,61	-69	0,4
Nb ₂ O ₅ 53%	0,39±0,01	1,86	3,57	386	3,75	-19	-0,15
Nb ₂ O ₅ 22%	0,46±0,02	1,62	0,29	545	4,03	-49	0,3
Nb ₂ O ₅ 0%	0,43±0,02	1,46	0,008	653	-	-38	-

*lūžio rodiklio nevienalytiškumas

Matome, kad mišinių plonųjų sluoksnių šiurkštumas paklaidų ribose sutapo su pagrinduko šiurkštumu. Rentgeno spindulių difrakcijos analizė parodė, kad Nb₂O₅/SiO₂ mišinių ploni sluoksniai, suformuoti naudojant abu kontrolės metodus, buvo amorfiniai. Šie duomenys gerai sutampa su kitų autorių rezultatais, kurie taip pat patvirtina amorfinę Nb₂O₅ ar Nb₂O₅/SiO₂ mišinių plonųjų sluoksnių sandarą [26, 39, 90, 158, 159]. Tai labai svarbu formuojant minėtų medžiagų optines dangas, nes amorfinės dangos lyginant su polikristalinėmis dangomis pasižymi mažesniais sklaidos nuostoliais.

Nb₂O₅/SiO₂ mišinių plonieji sluoksniai, suformuoti naudojant kontrolės metodą B, pasižymėjo spaudimo įtempiais, kurių vertės svyravo tarp -19±7 MPa ir -69±7 MPa (13 lentelė). Tačiau šiame darbe aiškios įtempių

priklausomybės nuo Nb₂O₅ frakcijos dydžio Nb₂O₅/SiO₂ mišinių sluoksnuose nebuvo nustatyta. Pažymėsime, kad šiame darbe įvertinti mišinių įtempiai gerai sutampa su literatūros duomenimis [160], kai skirtingomis technologijomis suformuotų mišinių plonųjų sluoksnių įtempiai svyruoja tarp 140 MPa (tempimo) ir -163 MPa (spaudimo). Mišinių plonųjų sluoksnių panaudojimas yra vienas svarbiausių įtempimų dangose mažinimo ar kompensavimo metodų.

6.2.4 Nb₂O₅/SiO₂ mišinių plonųjų sluoksnių RBS analizė

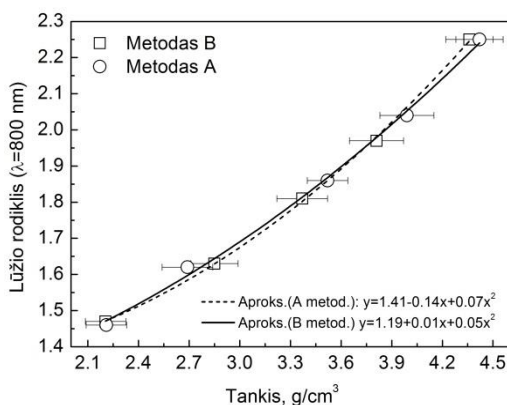
Nb₂O₅/SiO₂ mišinių plonųjų sluoksnių, suformuotų dviem kontrolės metodais, atominės koncentracijos ir nustatytos tankio vertės pateiktos 14 – oje lentelėje. Šiame darbe amorfinių Nb₂O₅ sluoksnių tankis buvo nustatytas atitinkamai, 4,39±0.16 g/cm³ (metodas A) ir 4,44±0.14 g/cm³ (metodas B), kuris sudaro 98% ir 99% tūrinio niobio pentoksido tankio (4,47 g/cm³).

14 lentelė. Nb₂O₅/SiO₂ mišinių plonųjų sluoksnių nustatytos tankio vertės bei atominių koncentracijų, išmatuotų RBS metodu ir suskaičiuotų iš tūrinių koncentracijų, palyginimas.

Nr.	Mišinių sl. koncentracijos išmatuotos RBS, At. %			Tankis, g/cm ³	Tūrinė konc. Bruggeman, % Nb ₂ O ₅ /SiO ₂	Suskaičiuota At. %		
	Nb	Si	O			Nb	Si	O
Kontrolės metodas A								
Nb ₂ O ₅ 100%	27,6 ±1,9	-	72	4,39±0,16	100/0	28,6	-	71,4
Nb ₂ O ₅ 68%	20,8 ±1,5	10,0±3,5	69	4,01±0,14	68/32	18,9	11,3	69,8
Nb ₂ O ₅ 46%	14,8 ±1,0	13,8 ±3,6	71	3,68±0,15	46/54	12,5	18,7	68,8
Nb ₂ O ₅ 25%	8,6 ±0,6	24,6 ±3,3	66	3,25±0,14	25/75	6,6	25,6	67,8
Nb ₂ O ₅ 0%	-	33,3 ±3,3	66	2,21±0,13	0/100	-	33,3	66,7
Kontrolės metodas B								
Nb ₂ O ₅ 100%	30,5 ±2,1	-	69	4,44±0,14	100/0	28,6	-	71,4
Nb ₂ O ₅ 73%	25 ±1,8	9,0 ±3,3	66	4,14±0,15	73/27	20,0	9,6	70,0
Nb ₂ O ₅ 53%	13,8 ±1,3	18,0 ±3,4	68	3,80±0,12	53/47	14,5	16,4	69,1
Nb ₂ O ₅ 22%	6,2 ±0,9	24,9 ±3,4	68	3,11±0,15	22/78	5,9	26,5	67,6
Nb ₂ O ₅ 0%	-	33,1 ±3,4	66	2,21±0,14	0/100	-	33,3	66,7

SiO₂ sluoksnių tankis abiem dulkinimo kontrolės metodais paklaidų ribose buvo vienodas (2,21±0,14 g/cm³), o tūrinio amorfinio silicio dioksido tankis yra 2,20 g/cm³. Atominės mišinių plonųjų sluoksnių koncentracijos, išmatuotos RBS metodu ir suskaičiuotos remiantis 33 išraiška, paklaidų ribose sutapo. Tai rodo, kad abiem metodais suformuoti ploni mišinių sluoksniai buvo geros stochiometrijos, t.y. proceso metu vyko pilna oksidacija. Plonųjų

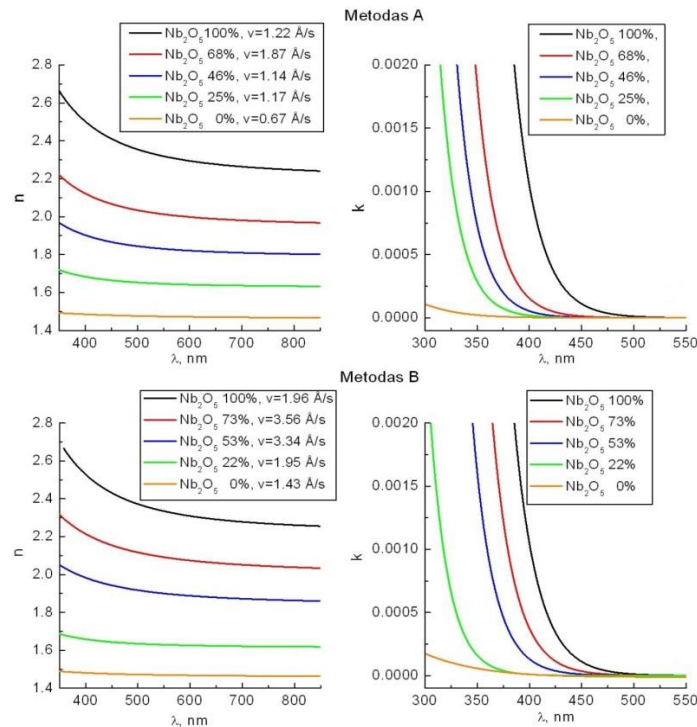
$\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ mišinių sluoksnių, suformuotų naudojant skirtingus kontrolės metodus, lūžio rodiklio priklausomybė nuo tankio pateikta 59 pav. Didelio tankio skirtumų tarp abiem metodais suformuotų plonų mišinių sluoksnių nustatyta nebuvo, nors šiek tiek didesnis Nb_2O_5 sluoksniu tankis buvo, naudojant B metodą.



59 pav. $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ mišinių plonųjų sluoksnių, suformuotų skirtingais metodais, lūžio rodiklio priklausomybė nuo jų tankio.

6.2.5 $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ mišinių plonųjų sluoksnių optinės savybės

$\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ mišinių plonųjų sluoksnių, suformuotų naudojant du RD kontrolės metodus, lūžio rodiklio ir ekstinkcijos koeficiento dispersijos pateiktos 60 pav. Buvo nustatyta, kad gryųjų medžiagų (Nb_2O_5 ir SiO_2) bei jų atitinkamų koncentracijų mišinių plonųjų sluoksnių optinės konstantos buvo beveik vienodos (13 lentelė) abiejų kontrolės metodų atveju. Kaip ir buvo tikėtasi, mažėjant Nb_2O_5 frakcijai mišinyje, lūžio rodiklis ir ekstinkcijos koeficientas mažėjo. Šiame darbe nustatyta tiesinė Nb_2O_5 frakcijos mišinių plonuose sluoksniuose priklausomybė nuo p-DC ir RF šaltinių galios. Taigi, pasinaudojant šiomis priklausomybėmis, galima lengvai suformuoti sluoksnius, kurių lūžio rodiklio vertės kistų ribose, atitinkančiose ribines gryųjų komponentų (niobio ir silicio oksidų) lūžio rodiklių vertes.

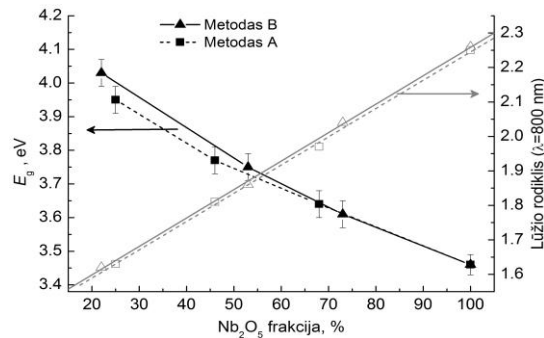


60 pav. Nb₂O₅/SiO₂ mišinių plonųjų sluoksnių, suformuotų, naudojant du RD kontrolės metodus, lūžio rodiklio ir ekstinkcijos koeficiento priklausomybė nuo bangos ilgio.

Nustatyta, kad mišinių plonųjų sluoksnių lūžio rodiklis didėja tiesiškai, didėjant Nb₂O₅ frakcijai mišinyje (61 pav.), kol pasiekia didžiausią vertę $n=2,26$ (kai $\lambda=800$ nm). Šiame darbe nustatytas niobio pentoksido lūžio rodiklis $\pm 1\%$ tikslumu sutampa su kitų autorių darbuose publikuotais rezultatais [26]. Lūžio rodiklio ir ekstinkcijos koeficiento vertės pateiktos 13-oje lentelėje.

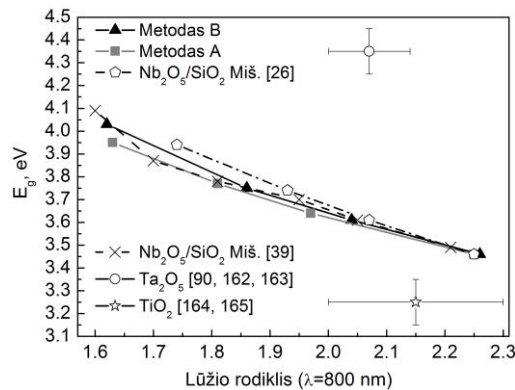
Ekstinkcijos koeficiento dispersija rodo, kad didėjant SiO₂ frakcijai mišinyje, fundamentinis plonųjų sluoksnių sugerties kraštas slenkasi į trumpesnių bangos ilgių pusę. Nb₂O₅/SiO₂ mišinių draustinių energijų juostos pločio (angl. band-gap, E_g) priklausomybė nuo Nb₂O₅ frakcijos mišinyje pateikta 61 pav. Plonųjų mišinių sluoksnių draustinės energijos tarpas kito nuo $E_g=3.46$ eV – grynam niobio pentoksidui iki $E_g=4.03$ eV – Nb₂O₅-22% (13 lentelė). Tai atitinka bangos ilgius atitinkamai $\lambda_g=358$ nm (Nb₂O₅) ir $\lambda_g=308$ nm (Nb₂O₅-22%). Galimybė valdyti draustinių energijų juostos plotį arba medžiagų sugerties ribą yra patraukli, nes leidžia praplėsti kai kurių medžiagų naudojimą

platesniame spektro diapazone, kaip jau demonstravome ZrO_2/SiO_2 mišinių plonųjų sluoksnių atveju.



61 pav. Nb_2O_5/SiO_2 mišinių plonųjų sluoksnių lūžio rodiklio ir draustinių energijų tarpo (E_g) priklausomybė nuo Nb_2O_5 frakcijos mišinyje.

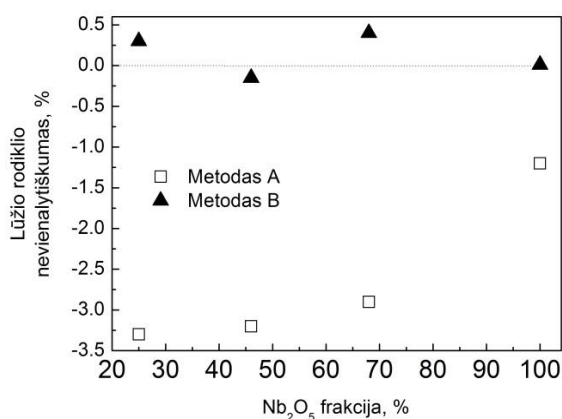
Nb_2O_5/SiO_2 mišinių plonųjų sluoksnių, suformuotų šio darbo metu, optinių savybių (E_g , n) palyginimas su kitų autorių darbais (62 pav.) rodo, kad niobio pagrindu suformuoti mišinių plonieji sluoksniai skirtingomis jų formavimo technologijomis pasižymi panašiomis lūžio rodiklio ir E_g vertėmis. Dėl šios priežasties Nb_2O_5 , kaip optinė medžiaga mėgstama daugelio optinių dangų specialistų ir yra plačiai naudojama ypač sudėtingų optinių parametru dangoms formuoti [161].



62 pav. Nb_2O_5/SiO_2 mišinių plonųjų sluoksnių draustinių energijų tarpo priklausomybė nuo lūžio rodiklio ir palyginimas su kitų autorių darbais, bei kitomis aktualiomis medžiagomis. Nb_2O_5/SiO_2 mišiniai [26, 39], Ta_2O_5 – [90, 162, 163], TiO_2 – [164, 165]. Paklaidų stulpeliai rodo šių medžiagų E_g ir n verčių ribas pateikiamas literatūroje.

TiO_2 , dažnai naudojamas optinių dangų formavimui, pasižymi didesniu lūžio rodikliu, bet mažesniu E_g . Tuo tarpu Ta_2O_5 , giminingas Nb_2O_5 ir pasižymi didesniu draustinių energijų juostos pločiu, bet mažesniu lūžio rodikliu.

Ženkliai didesniu lūžio rodiklio nevienalytiškumu (angl. inhomogeneity) pasižymėjo plonieji mišinių sluoksniai, suformuoti A metodu. $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ plonų mišinių sluoksnių, suformuotų naudojant skirtingus kontrolės metodus, lūžio rodiklio nevienalytiškumo priklausomybė nuo Nb_2O_5 frakcijos mišinyje pateikta 63 pav. Kai sluoksnio lūžio rodiklis mažėja, didėjant storiui, t.y. sluoksniui augant – sakoma, kad yra neigiamas lūžio rodiklio nevienalytiškumas, jei priešingai, t.y. lūžio rodiklis didėja didėjant storiui – teigiamas.



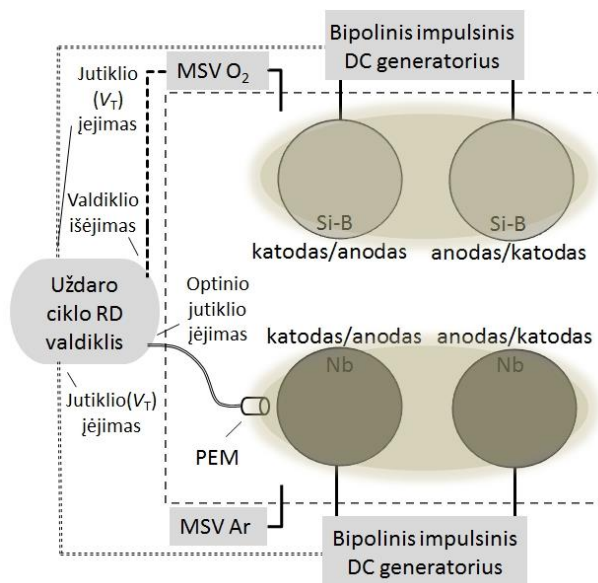
63 pav. $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ mišinių plonųjų sluoksnių, suformuotų skirtingais metodais, lūžio rodiklio nevienalytiškumo priklausomybė nuo Nb_2O_5 frakcijos.

Šie tyrimai parodė, kad $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ mišinių ploni sluoksniai, suformuoti vykstant dulkinimo procesams oksiduoto taikinio zonoje (metodas A), pasižymi neigiamu lūžio rodiklio nevienalytiškumu. Iš 63 pav. matyti, kad nevienalytiškumo absoliutinės vertės didėja didėjant SiO_2 frakcijai mišinyje, todėl Si taikinio reaktyvūs dulkinimas labiausiai ir įtakojo galutinį mišinių sluoksnių nevienalytiškumą. Tai galima paaiškinti porėtumo kitimu besiformuojančiuose mišinių plonuose sluoksniuose esant nestabiliems procesams, kurie vyksta dėl stipriai oksiduoto taikinio (Si). Formuojant sluoksnius A metodu, buvo naudojamas didelis O_2 srautas (7-a lentelė), siekiant pilnai oksiduoti niobio atomus (suformuoti Nb_2O_5). Tenka pastebėti, kad, esant mažoms RF galioms, t.y. formuojant didelės Nb_2O_5 frakcijos mišinius, šis srautas buvo stipriai per didelis, nei yra reikalingas Si oksidacijai. Palyginimui

didžiausias teigiamas nevienalytiškumas buvo nustatytas naudojant RD kontrolės metodą B tik +0,4%.

6.2.6 Siūlymai MS technologijos tobulinimui

Siekiant pagerinti vieną iš optinių komponentų gamybos grandžių pademonstravome reaktyviojo magnetroninio dulkinimo technologinių procesų patobulimus, naudojant uždaro ciklo RD valdiklį. Tai leido formuoti gerų optinių savybių (mažų sugerties nuostolių, didelio lūžio rodiklio) ZrO_2 , Nb_2O_5 , SiO_2 sluoksnius, esant didelei sluoksnių augimo spartai. Tačiau, norint suformuoti ypatingų savybių optines dangas, reikalinga nuolat tobulinti dangų formavimo technologijas, todėl, siekiant dar labiau pagerinti procesų stabilumą, buvo pasiūlytas esamos magnetroninio dulkinimo sistemos patobulinimas. Principinė, patobulintos Nb_2O_5/SiO_2 mišinių formavimo sistemos schema pateikta 64 pav.



64 pav. Principinė, patobulintos Nb_2O_5/SiO_2 mišinių formavimo sistemos schema.

Tai bipolinio impulsinio magnetroninio dulkinimo schema, kurios vienas esminių privalumų – išnykstančio arba plaukiojančio anodo efekto eliminavimas (žr 1.11.3.1 skyrių). Šiuo atveju vienu metu dulkinami du katodai (taikiniai), kurių vienas tam tikru momentu yra anodas, o kitas – katodas ir

atvirkščiai. Tokiu būdu galima išvengti plazmos nestabilumą, vykstant ilgalaikiams procesams, kai nebipolinėje sistemoje elektronai dreifuoja link anodo (kuris dažnai yra tiesiog kameros sienos) ir dėl besiformuojančio ant jo dielektrinio sluoksnio keičiasi sistemos elektrinės savybės. Tai turi lemiamos įtakos sluoksnių optinėms ir fizinėms savybėms, kaip, pavyzdžiui, dideliame lūžio rodiklio nevienalytiškumui, kuriuo pasižymėjo A metodu suformuoti mišiniai.

Įrengta plazmos emisijos monitoringo (PEM) sistema leidžia tiksliau kontroliuoti RD dujų kiekį vakuuminėje kameroje, pasinaudojant galimybe kombinuoti jutiklius kaip tai buvo padaryta ZrO₂ sluoksnių atveju. Tai leido pasiekti geras sluoksnių optines ir fizines savybes.

SiO₂ sluoksniams formuoti siūloma naudoti boru legiruotą Si taikinį. Legiravimas boru šią puslaidininkinę medžiagą (Si) paverčia laidžia elektros srovei, todėl SiO₂ sluoksnių formavimą RF būdu galima bus pakeisti impulsiniu DC (p-DC) dulkinimu, kuris daugeliu atveju pranašesnis nei RF (labiau lokalizuota plazma, didesnis dulkinimo greitis ir t.t.)

6.2.7 Apibendrinimas

- (1) Naudojant taikinio įtampos uždaro ciklo kontrolę, keičiant reaktyvių dujų srautą, Nb₂O₅ ir SiO₂ sluoksnių augimo sparta buvo atitinkamai 61% ir 137% didesnė, nei naudojant pastovaus reaktyvių dujų srauto kontrolę, esant identiškai magnetronų ir pagrindukų laikiklio geometrinei konfigūracijai.
- (2) Nustatyta tiesinė Nb₂O₅ frakcijos mišinyje priklausomybė nuo p-DC ir RF šaltinių galios. Tai leidžia pasirinkti bet kokią lūžio rodiklio vertę tarp Nb₂O₅ ir SiO₂ ir formuoti optines dangas mišinių pagrindu, pasižyminčias geresnėmis optinėmis savybėmis.
- (3) Paviršiaus šiurkštumo analizė parodė, kad skirtingais metodais suformuotų Nb₂O₅/SiO₂ mišinių šiurkštumas priklauso tik nuo pagrinduko

šiuurkštumo ir nepriklauso nuo kontrolės metodo. Nustatyta, kad $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ mišinių ploni sluoksniai yra amorfinės būsenos.

- (4) Nustatyta, kad mišinių plonųjų sluoksnių lūžio rodiklis mažėja tiesiškai, didėjant SiO_2 frakcijai mišinyje, o fundamentinis mišinių plonųjų sluoksnių sugerties kraštas slenkasi į trumpesnių bangos ilgių pusę. Praktikoje tai leis formuoti optines dangas su valdomu medžiagos draustinių energijų juostos pločiu.
- (5) Nustatyta, kad didesniu lūžio rodiklio nevienalytiškumu pasižymi mišiniai, suformuoti pastovaus reaktyvių dujų srauto kontrolės metodu, vykstant dulkinimo procesams, esant oksiduoto taikinio būsenai, ir kinta ribose nuo -1,2% – Nb_2O_5 iki -3,3% – Nb_2O_5 -25%.
- (6) Pasiūlyta bipolinio impulsinio magnetroninio dulkinimo schema, leidžianti padidinti reaktyviojo magnetroninio dulkinimo procesų stabilumą ir pagerinti optines bei fizines plonųjų dielektrinių sluoksnių savybes.

IŠVADOS IR REKOMENDACIJOS

1. Atlikus komerciškai poliruotų optinių pagrindukų paviršiaus cheminę analizę nustatyta, kad Bilbio sluoksnis ir popaviršiniai defektai, sudaryti iš poliravimo medžiagų liekanų, t.y. cerio oksido dalelių. Įvertinus šių medžiagų liekanų koncentracijos kitimą lydyto kvarco pagrinduko paviršiuje, nustatyta, kad poliravimo liekanos paviršiuje pasiskirsto netolygiai.
2. Sukurta cheminio ėsdinimo HF/HNO₃ tirpale metodika, kuri leido nuėsdinti Bilbio sluoksnį bei pašalinti mikrotrūkiuose esančias poliravimo medžiagas. Nustatyta, kad cheminio ėsdinimo metu optinių pagrindukų šiurkštumas didėja ilgėjant ėsdinimo trukmei.
3. Nustatyta optimali lydyto kvarco pagrindukų ėsdinimo 20% - HF, 80% - HNO₃ tirpale trukmė – 1 min, padidinanti pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstį ~4 kartus. Taip pat nustatyta, kad metalų oksidų mišinių su SiO₂, pasižyminčių didesniu atsparumu lazerio spinduliuotei nei grynos metalų oksidų medžiagos, optinį atsparumą taip pat riboja pagrindukų poliravimo kokybė, t.y. Bilbio sluoksnis ir popaviršiniai defektai.
4. Nustatyta, kad, naudojant chemiškai ėsdintus optinius pagrindukus, skaidrinančių, poliarizuojančių ir spektrą dalinančių optinių elementų atsparumas UV lazerio spinduliuotei ($\lambda=355$ nm) padidėja nuo 1,5 iki 3 kartų.
5. Jonapluoščio dulkinimo būdu suformuotos skaidrinančios kintančio lūžio rodiklio dangos ant netiesinių LBO kristalų. Panaudojus ZrO₂ ir SiO₂ mišinius, buvo sumažintas bendras ZrO₂ kiekis dangoje ir taip padidintas

jos atsparumas UV lazerio spinduliuotei. SiO₂ pasluoksnio panaudojimas leido padidinti atsparumą lazerio spinduliuotei 10%.

6. Nustatyta, kad ZrO₂ ir SiO₂ mišinių ploni sluoksniai pasižymi mažesniais nei gryno ZrO₂ sluoksniai sugerties nuostoliais UV spektro srityje. Tai atveria galimybę praplėsti cirkonio oksido panaudojimo diapazoną, formuojant skaidrinančias ir didelio atspindžio dangas, pasižyminčias didesniu atsparumu lazerio spinduliuotei.
7. Atliktas teorinis įvairių optinių dangų, kurių lūžio rodiklis kinta tam tikru dėsniumi, modeliavimas. Jonapluoščio dulkinimo būdu ir ZrO₂-SiO₂ mišinių plonųjų sluoksnių pagrindu, suformuotos 3 periodiškai kintančio lūžio rodiklio dangos, pasižyminčios unikaliomis spektrinėmis savybėmis: siaura mažo pralaidumo sritimi ir dideliu pralaidumu plačiame diapazone.
8. Atlikti ZrO₂ reaktyviojo magnetroninio dulkinimo proceso tyrimai parodė anomalų Zr taikinio įtampos atsaką kintant reaktyviųjų dujų srautui. Nustatyta, kad uždaro ciklo reaktyviųjų dujų kontrolė su kombinuotu jutikliu (V_T/O^*) yra technologiškai priimtinas būdas aktyviai valdyti Zr reaktyvaus dulkinimo procesą, esant anomaliai taikinio įtampos atsakui.
9. Nustatyta, kad, naudojant kombinuotą V_T/O^* jutiklį reaktyviojo magnetroninio dulkinimo procese, ZrO₂ sluoksnių augimo sparta padidėjo ~43 kartus, lyginant su pastovaus srauto reaktyviųjų dujų kontrolės būdu suformuotų ZrO₂ sluoksnių augimo sparta. ZrO₂ sluoksniai, suformuoti ~20-40°C temperatūroje, pasižymėjo mažais nuostoliais $k=0,001$ ($\lambda=350$ nm) ir dideliu lūžio rodikliu $n=2,15$ ($\lambda=1000$ nm). Šios optinės savybės leidžia formuoti didelio lūžio rodiklio kontrasto daugiasluoksnes optines dangas.

10. Nustatyta, kad ZrO_2 sluoksnių, suformuotų naudojant kombinuotą V_T/O^* jutiklį, atkaitinimo procedūra jų optinėms savybėms įtakos neturėjo, kai tuo tarpu sluoksnių, suformuotų naudojant pastovaus reaktyvių dujų srauto kontrolę, optinės savybės pagerėja juos atkaitinus. Tai rodo nepilną cirkonio oksidaciją dulkinimo proceso metu, esant pastovaus reaktyvių dujų srauto kontrolei.
11. Rentgeno difrakcijos struktūrinė analizė parodė, kad cirkonio oksidas suformuoja polikristalinį monoklininės-tetragoninės fazių mišinį, kai magnetroninio Zr dulkinimo procesai vyksta O_2 reaktyvių dujų atmosferoje, ir monoklininį-romboedrinį fazių mišinį arba pilnai romboedrinę polikristalinę fazę, kai dulkinimo procesai vyksta O_2+N_2 reaktyvių dujų atmosferoje.
12. ZrO_xN_y sluoksnių atominės sudėties analizė parodė, kad, esant gana dideliame azoto dujų sraute reaktyvaus magnetroninio dulkinimo procesu metu (nuo 12% iki 37,5% deguonies atžvilgiu), jo koncentracija plonuose sluoksniuose buvo maža (iki 4,5 at.%).
13. Nustatyta, kad reaktyvaus magnetroninio dulkinimo būdu suformuotų Nb_2O_5 ir SiO_2 sluoksnių augimo sparta buvo atitinkamai 61% ir 137% didesnė, naudojant uždaro ciklo reaktyvių dujų srauto kontrolę, nei naudojant pastovaus reaktyvių dujų srauto kontrolę, esant identiškai magnetronų ir pagrindukų laikiklio geometrinei konfigūracijai.
14. Nustatyta tiesinė Nb_2O_5 frakcijos mišinyje priklausomybė nuo p-DC ir RF šaltinių galios. Praktikoje tai leidžia pasirinkti tarpinę plonųjų sluoksnių lūžio rodiklio vertę tarp būdingųjų Nb_2O_5 ir SiO_2 lūžio rodiklio verčių, bei formuoti optines dangas šių medžiagų mišinių pagrindu, pasižyminčias geresnėmis optinėmis ir fizinėmis savybėmis.

15. Rentgeno spindulių difrakcijos analizė parodė, kad reaktyviojo magnetroninio dulkinimo būdu mažoje temperatūroje ($\leq 40^{\circ}\text{C}$) suformuoti $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ mišinių ploni sluoksniai yra amorfinės būsenos. Paviršiaus šiurkštumo analizė parodė, kad skirtingais metodais suformuotų $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ mišinių plonųjų sluoksnių šiurkštumas priklauso tik nuo pagrinduko paviršiaus šiurkštumo.
16. Nustatyta, kad mišinių plonųjų sluoksnių lūžio rodiklis mažėja tiesiškai, didėjant SiO_2 frakcijai mišinyje, o fundamentinis mišinių sugerties kraštas slenkasi į trumpesnių bangos ilgių pusę. Praktikoje tai leidžia formuoti optines dangas su valdomu medžiagos draustinių energijų juostos pločiu.
17. Nustatyta, kad ženkliai didesniu lūžio rodiklio nevienalytiškumu pasižymėjo mišinių ploni sluoksniai, suformuoti naudojant pastovaus reaktyvių dujų srauto kontrolės metodą, esant oksiduoto taikinio būsenai, ir kito ribose nuo -1.2% – Nb_2O_5 iki -3.3% – Nb_2O_5 -25%. Didžiausias lūžio rodiklio nevienalytiškumas buvo nustatytas mišinio ploname sluoksnyje (Nb_2O_5 -73%), suformuotame naudojant uždaro ciklo reaktyvių dujų kontrolės metodą, ir sudarė tik $+0,4\%$.

Literatūros sąrašas

- [1] E. Lorenzo, C.J. Oton, N.E. Capuj, M. Ghulinyan, D. Navarro-Urrios, Z. Gaburro, L. Pavesi, Porous silicon-based rugate filters, *Appl. Opt.*, 44 (2005) 5415-5421.
- [2] K.D. Hendrix, C.A. Hulse, G.J. Ockenfuss, R.B. Sargent, Demonstration of narrowband notch and multi-notch filters, *Proc. SPIE*, 7067 (2008) 706702.
- [3] P.E. Miller, T.I. Suratwala, L.L. Wong, M.D. Feit, J.A. Menapace, P.J. Davis, R.A. Steele, The distribution of subsurface damage in fused silica, *Proc. SPIE*, 5991 (2005) 599101-599125.
- [4] S. Li, Z. Wang, Y. Wu, Relationship between subsurface damage and surface roughness of optical materials in grinding and lapping processes, *J. Mater. Process. Technol.*, 205 (2008) 34-41.
- [5] Y. Lee, Evaluating subsurface damage in optical glasses, *J. Eur. Opt. Soc.*, 6 (2011).
- [6] A.D. Vlasov, J.S. Rez, M.L. Fil'chenkov, Beilby layers on crystal surfaces, *Cryst. Res. Technol.*, 23 (1988) 1093-1100.
- [7] Y. Li, J. Hou, Q. Xu, J. Wang, W. Yang, Y. Guo, The characteristics of optics polished with a polyurethane pad, *Opt. Express*, 16 (2008) 10285-10293.
- [8] M. Lappschies, B. Görtz, D. Ristau, Application of optical broadband monitoring to quasi-rugate filters by ion-beam sputtering, *Appl. Optics*, 45 (2006) 1502-1506.
- [9] W.H. Southwell, Using apodization functions to reduce sidelobes in rugate filters, *Appl. Opt.*, 28 (1989) 5091-5094.
- [10] V.A. Šalna, *Optika, Enciklopedija*, Vilnius, 2004.
- [11] I. Požela, V. Sukackas, Č. Radvilavičius, *Optika ir atomo fizika, Technologija*, Kaunas, 2003.
- [12] A. Thelen, *Design of optical interference coatings*, McGraw-Hill, New York, 1988.
- [13] H. Bartzsch, S. Lange, P. Frach, K. Goedicke, Graded refractive index layer systems for antireflective coatings and rugate filters deposited by reactive pulse magnetron sputtering, *Surf. Coat. Technol.*, 180-181 (2004) 616-620.
- [14] G. Peng, J. Yang, S. Chang, H. Yin, J. Yang, Antireflection coatings of broad angle range for ultraviolet band designed by rugate coatings, *Proc. SPIE*, 6624 (2007) 662424.
- [15] S. Lim, S. Shih, J.F. Wager, Design and fabrication of a double bandstop rugate filter grown by plasma-enhanced chemical vapor deposition, *Thin Solid Films*, 277 (1996) 144-146.
- [16] W.H. Southwell, Gradient-index antireflection coatings, *Opt. Lett.*, 8 (1983) 584-586.
- [17] G.L. Minott, R.W. Sprague, B. Shnapir, *Rugate notch filters find use in laser-based applications*, Pennwell, Nashua, NH, ETATS-UNIS, 2004.
- [18] W.H. Southwell, R.L. Hall, Rugate filter sidelobe suppression using quintic and rugated quintic matching layers, *Appl. Opt.*, 28 (1989) 2949-2951.
- [19] B.G. Bovard, Rugate filter theory: an overview, *Appl. Opt.*, 32 (1993) 5427-5442.
- [20] P. Baumeister, Design of multilayer filters by successive approximations, *J. Opt. Soc. Am.*, 48 (1958) 955-957.
- [21] W.H. Southwell, Spectral response calculations of rugate filters using coupled-wave theory, *J. Opt. Soc. Am. A*, 5 (1988) 1558-1564.
- [22] H. Yoda, D. Tanaka, O. Hanaizumi, Y. Kogami, K. Shiraishi, Rugate filters fabricated by a radio frequency magnetron sputtering system by use of an optical in situ monitoring technique, *Appl. Opt.*, 45 (2006) 184-190.
- [23] J.T.D. Rahmlow, J.E. Lazo-Wasem, E.J. Gratrix, Narrow band infrared filters with broad field of view, *Proc. SPIE*, 6206 (2006) 62062S-62068.
- [24] D.L. Smith, *Thin-film deposition : principles and practice*, McGraw-Hill, New York, 1995.
- [25] N. Kaiser, H.K. Pulker, *Optical interference coatings*, Springer, Berlin ; New York, 2003.
- [26] A. Melninkaitis, T. Tolenis, L. Mazule, J. Mirauskas, V. Sirutkaitis, B. Mangote, X. Fu, M. Zerrad, L. Gallais, M. Commandré, S. Kicas, R. Drazdys, Characterization of zirconia and

- niobia silica mixture coatings produced by ion-beam sputtering, *Appl. Opt.*, 50 (2011) C188-C196.
- [27] G.-H. Liu, Q.-l. Xiao, Y.-x. Jin, W.-L. Zhang, H.-b. He, Z.-x. Fan, Mechanical stress in 355 nm LaF₃/MgF₂ high reflectors with various layer-pair number and methods for reduction, *Vacuum*, 84 (2010) 778-781.
- [28] L. Ming-Chung, L. Cheng-Chung, K. Masaaki, N. Kazuhide, T. Yuuichi, Microstructure related properties at 193 nm of MgF₂ and GdF₃ films deposited by resistive heating boat, *Optical Interference Coatings*, (2004) WF3.
- [29] H. Yu, H. Qi, Y. Cui, Y. Shen, J. Shao, Z. Fan, Influence of substrate temperature on properties of MgF₂ coatings, *Appl. Surf. Sci.*, 253 (2007) 6113-6117.
- [30] J. Wang, R.L. Maier, Correlation between mechanical stress and optical property of SiO₂/Ta₂O₅ multilayer UV narrow band filter deposited by plasma ion-assisted deposition, *Proc. SPIE*, 5870 (2005) 58700E-58709.
- [31] M. Fox, *Optical properties of solids*, Oxford University Press, Oxford ; New York, 2001.
- [32] S. Bruns, M. Vergöhl, O. Werner, T. Wallendorf, High rate deposition of mixed oxides by controlled reactive magnetron-sputtering from metallic targets, *Thin Solid Films*, 520 (2012) 4122-4126.
- [33] S. Bruns, M. Vergöhl, Optical and thin film properties of mixed oxides deposited by pulsed reactive magnetron sputtering, *Proc. SPIE*, 8168 (2011) 81680N-81680N.
- [34] B.J. Pond, J.I. DeBar, C.K. Carniglia, T. Raj, Stress reduction in ion beam sputtered mixed oxide films, *Appl. Opt.*, 28 (1989) 2800-2805.
- [35] C.-J. Tang, C.-C. Jaing, K.-S. Lee, C.-C. Lee, Residual stress in Ta₂O₅-SiO₂ composite thin-film rugate filters prepared by radio frequency ion-beam sputtering, *Appl. Opt.*, 47 (2008) C167-C171.
- [36] D.H. Kuo, C.H. Chien, C.H. Huang, Zirconia and zirconia-silica thin films deposited by magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, 420-421 (2002) 47-53.
- [37] D. Rademacher, G. Bräuer, B. Fritz, M. Vergöhl, Optical properties of silicon titanium oxide mixtures prepared by metallic mode reactive sputtering, *Appl. Opt.*, 51 (2012) 8047-8051.
- [38] O. Fursenko, J. Bauer, G. Lupina, P. Dudek, M. Lukosius, C. Wenger, P. Zaumseil, Optical properties and band gap characterization of high dielectric constant oxides, *Thin Solid Films*, 520 (2012) 4532-4535.
- [39] J. Sancho-Parramon, V. Janicki, H. Zorc, Compositional dependence of absorption coefficient and band-gap for Nb₂O₅-SiO₂ mixture thin films, *Thin Solid Films*, 516 (2008) 5478-5482.
- [40] K. Starke, L.O. Jensen, M. Jupé, D. Ristau, G. Abromavicius, K. Juškevičius, R. Buzelis, R. Drazdys, Investigation in oxide mixture coatings with adapted gradient index profiles, *Proc. SPIE*, 7504 (2009) 75040B.
- [41] S. Chao, W.-H. Wang, C.-C. Lee, Low-Loss Dielectric Mirror with Ion-Beam-Sputtered TiO₂-SiO₂ Mixed Films, *Appl. Opt.*, 40 (2001) 2177-2182.
- [42] M. Mende, L.O. Jensen, H. Ehlers, W. Riggers, H. Blaschke, D. Ristau, Laser-induced damage of pure and mixture material high reflectors for 355nm and 1064nm wavelength, *Proc. SPIE*, 8168 (2011) 816821-816821-816811.
- [43] 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 (2012) 1478-1480.
- [44] M.S. Jhon, R.J. Metz, K.F. Freed, Effective medium theory for elastic matrix composites containing dispersed particulates, *J. Stat. Phys.*, 52 (1988) 1325-1342.
- [45] M. Letz, A. Gottwald, M. Richter, V. Liberman, L. Parthier, Temperature-dependent Urbach tail measurements of lutetium aluminum garnet single crystals, *Phys. Rev. B*, 81 (2010) 155109.
- [46] C. Rotaru, S. Nastase, N. Tomozeiu, Amorphous phase influence on the optical bandgap of polysilicon, *Phys. Status Solidi A*, 171 (1999) 365-370.

- [47] C. Schaffer, A. Brodeur, E. Mazur, Laser-induced breakdown and damage in bulk transparent materials induced by tightly focused femtosecond laser pulses, *Meas. Sci. Technol.*, 12 (2001) 1784-1794.
- [48] J. Dijon, G. Ravel, B. Andre, Thermomechanical model of mirror laser damage at 1.06 μm : II. Flat bottom pits formation, *Proc. SPIE*, 3578 (1999) 398-407.
- [49] B.C. Stuart, M.D. Feit, A.M. Rubenchik, B.W. Shore, M.D. Perry, Laser-Induced Damage in Dielectrics with Nanosecond to Subpicosecond Pulses, *Phys. Rev. Lett.*, 74 (1995) 2248.
- [50] C.W. Carr, H.B. Radousky, A.M. Rubenchik, M.D. Feit, S.G. Demos, Localized Dynamics during Laser-Induced Damage in Optical Materials, *Phys. Rev. Lett.*, 92 (2004) 087401.
- [51] ISO-11254-2, Lasers and laser-related equipment, in: Determination of laser-induced damage threshold of optical surfaces, Part 2: S-on-1 test, 2001.
- [52] ISO-11254-1, Lasers and laser-related equipment, in: Determination of laser-induced damage threshold of optical surfaces, Part 1: 1-on-1 test, 2000.
- [53] S. Eaton, H. Zhang, P. Herman, F. Yoshino, L. Shah, J. Bovatsek, A. Arai, Heat accumulation effects in femtosecond laser-written waveguides with variable repetition rate, *Opt. Express*, 13 (2005) 4708-4716.
- [54] A. Melninkaitis, J. Mirauskas, M. Jupé, D. Ristau, J.W. Arenberg, V. Sirutkaitis, The effect of pseudo-accumulation in the measurement of fatigue laser-induced damage threshold, *Proc. SPIE*, 7132 (2008) 713203-713214.
- [55] J.-Y. Natoli, L. Gallais, H. Akhouayri, C. Amra, Laser-induced damage of materials in bulk thin-film and liquid forms, *Appl. Opt.*, 41 (2002) 3156-3166.
- [56] C. Gouldieff, F. Wagner, L. Jensen, M. Mende, J.-Y. Natoli, D. Ristau, Oxide mixtures for UV coatings, *Proc. SPIE*, 8530 (2012) 85300T-85309.
- [57] L. Gallais, J. Natoli, C. Amra, Statistical study of single and multiple pulse laser-induced damage in glasses, *Opt. Express*, 10 (2002) 1465-1474.
- [58] J. Arenberg, W. Riede, A. Ciapponi, P. Allenspacher, J. Herringer, D. Wernham, An empirical investigation of the laser survivability curve: IV, *Proc. SPIE*, 8885 (2013) 88851P-88859.
- [59] J.H. Campbell, Damage Resistant Optical Glasses for High Power Lasers: A Continuing Glass Science and Technology Challenge, UCRL-JC-149843, (2002).
- [60] M.D. Feit, A.M. Rubenchik, Influence of subsurface cracks on laser-induced surface damage, *Proc. SPIE*, 5273 (2004) 264-272.
- [61] N. Bloembergen, Role of Cracks, Pores, and Absorbing Inclusions on Laser Induced Damage Threshold at Surfaces of Transparent Dielectrics, *Appl. Opt.*, 12 (1973) 661-664.
- [62] R.M. Brusasco, B.M. Penetrante, J.E. Peterson, S.M. Maricle, J.A. Menapace, UV-laser conditioning for reduction of 351-nm damage initiation in fused silica, *Proc. SPIE*, 4679 (2002) 48-55.
- [63] M. Bass, Laser induced damage to optical materials, in: *Handbook of Optics: Volume IV - Optical Properties of Materials, Nonlinear Optics, Quantum Optics*, Third Edition, McGraw Hill Professional, Access Engineering, 2010.
- [64] Z. Shen, T. Ding, X. Ye, X. Wang, B. Ma, X. Cheng, H. Liu, Y. Ji, Z. Wang, Influence of cleaning process on the laser-induced damage threshold of substrates, *Appl. Opt.*, 50 (2011) C433-C440.
- [65] S. Liukaitytė, G. Batavičiūtė, E. Pupka, M. Ščiuka, I. Kraujalienė, D. Tumosa, A. Skrebutėnas, K. Juškevičius, T. Tolenis, S. Kičas, R. Drazdys, R. Buzelis, A. Melninkaitis, Effect of conventional fused silica preparation and deposition techniques on surface roughness, scattering, and laser damage resistance, *Proc. SPIE*, 8530 (2012) 853027-853027.
- [66] E.A. Levchuk, V.V. Novopashin, A.V. Shestakov, High-quality interference coatings for LBO and BBO crystals produced by the ion-beam technique, *Proc. SPIE*, 3738 (1999) 118-125.
- [67] Z. Deng, H. Gao, L. Xiao, H. He, Z. Fan, J. Shao, Design and preparation of frequency doubling antireflection coating with different thicknesses of interlayer for LiB_3O_5 crystal, *Chin. Opt. Lett.*, 5 (2007) 60-62.

- [68] T. Tan, J. Shan, W. Wu, Y. Guo, J. Shao, Z. Fan, Employing SiO₂ buffer layer to improve adhesion of the frequency-doubled antireflection coating on LBO, *Technology-Mater. Sci. Ed.*, 24 (2009) 849-851.
- [69] C. Chen, Y. Wu, A. Jiang, B. Wu, G. You, R. Li, S. Lin, New nonlinear-optical crystal: LiB₃O₅, *J. Opt. Soc. Am. B*, 6 (1989) 616-621.
- [70] G. Abromavičius, R. Buzelis, R. Drazdys, K. Juškevičius, S. Kičas, T. Tolenis, J. Mirauskas, M. Ščiuka, V. Sirutkaitis, A. Melninkaitis, Optical resistance and spectral properties of antireflective coatings deposited on LBO crystals by ion beam sputtering, *Lith. J. Phys.*, 51 (2011) 303-308.
- [71] E.S. Gademawla, M.M. Koura, T.M.A. Maksoud, I.M. Elewa, H.H. Soliman, Roughness parameters, *J. Mater. Process. Technol.*, 123 (2002) 133-145.
- [72] J. Lambropoulos, From abrasive size to subsurface damage in grinding, *Optical Fabrication and Testing*, (2000) OMA6.
- [73] M.R. Kozlowski, J. Carr, I.D. Hutcheon, R.A. Torres, L.M. Sheehan, D.W. Camp, M. Yan, Depth profiling of polishing-induced contamination on fused silica surfaces, *Proc. SPIE*, 3244 (1998) 365-375.
- [74] S. Jha, V.K. Jain, Nanofinishing Techniques, in: *Micromanufacturing and Nanotechnology*, Springer Berlin Heidelberg, 2006, pp. 171-195.
- [75] J.A. Menapace, P.J. Davis, W.A. Steele, L.L. Wong, T.I. Suratwala, P.E. Miller, MRF applications: measurement of process-dependent subsurface damage in optical materials using the MRF wedge technique, *Proc. SPIE*, 5991 (2005) 599103.
- [76] J.A. Menapace, B. Penetrante, D. Golini, A.F. Slomba, P.E. Miller, T.G. Parham, M. Nichols, J. Peterson, Combined advanced finishing and UV-laser conditioning for producing UV-damage-resistant fused-silica optics, *Proc. SPIE*, 4679 (2002) 56-68.
- [77] C.L. Battersby, L.M. Sheehan, M.R. Kozlowski, Effects of wet etch processing on laser-induced damage of fused silica surfaces, *Proc. SPIE*, 3578 (1999) 446-455.
- [78] L. Hongjie, H. Jin, W. Fengrui, Z. Xinda, Y. Xin, Z. Xiaoyan, S. Laixi, J. Xiaodong, S. Zhan, Z. Wanguo, Subsurface defects of fused silica optics and laser induced damage at 351 nm, *Opt. Express*, 21 (2013) 12204-12217.
- [79] J. Neauport, C. Ambard, P. Cormont, N. Darbois, J. Destribats, C. Luitot, O. Rondeau, Subsurface damage measurement of ground fused silica parts by HF etching techniques, *Opt. Express*, 17 (2009) 20448-20456.
- [80] T.I. Suratwala, P.E. Miller, J.D. Bude, W.A. Steele, N. Shen, M.V. Monticelli, M.D. Feit, T.A. Laurence, M.A. Norton, C.W. Carr, L.L. Wong, HF-Based Etching Processes for Improving Laser Damage Resistance of Fused Silica Optical Surfaces, *J. Am. Ceram. Soc.*, 94 (2011) 416-428.
- [81] D. Poitras, J.A. Dobrowolski, T. Cassidy, S. Moisa, Ion-Beam Etching for the Precise Manufacture of Optical Coatings: Erratum, *Appl. Optics*, 42 (2003) 5749-5749.
- [82] P.E. Miller, T.I. Suratwala, J.D. Bude, N. Shen, W.A. Steele, T.A. Laurence, M.D. Feit, L.L. Wong, Methods for globally treating silica optics to reduce optical damage, US patent 8313662, in: U.S.P.a.T. Office (Ed.), Lawrence Livermore National Security, USA, 2012.
- [83] P.E. Miller, T.I. Suratwala, J.D. Bude, T.A. Laurence, N. Shen, W.A. Steele, M.D. Feit, J.A. Menapace, L.L. Wong, Laser damage precursors in fused silica, in: G.J. Exarhos, V.E. Gruzdev, D. Ristau, M.J. Soileau, C.J. Stolz (Eds.), *SPIE 7504*, Boulder, CO, USA, 2009, pp. 75040X-75014.
- [84] G.J. Pietsch, Y.J. Chabal, G.S. Higashi, Infrared absorption spectroscopy of Si(100) and Si(111) surfaces after chemomechanical polishing, *J. Appl. Phys.*, 78 (1995) 1650-1658.
- [85] E. Stenzel, S. Gogoll, J. Sils, M. Huisinga, H. Johansen, G. Kästner, M. Reichling, E. Matthias, Laser damage of alkaline-earth fluorides at 248 nm and the influence of polishing grades, *Appl. Surf. Sci.*, 109-110 (1997) 162-167.
- [86] D.M. Mattox, Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing, in, William Andrew Publishing/Noyes, 1998.

- [87] G. Abromavičius, R. Buzelis, R. Drazdys, D. Perednis, A. Skrebutėnas, Optimization of HfO₂, Al₂O₃ and SiO₂ deposition leading to advanced UV optical coatings with low extinction, Proc. SPIE, 6596 (2006) 65961N.
- [88] A. Melninkaitis, D. Mikšys, T. Balčiūnas, V. Sirutkaitis, A. Skrebutėnas, R. Buzelis, R. Drazdys, G. Abromavičius, Effect of substrate temperature and ion assistance on nanosecond laser-induced damage threshold in high reflection dielectric coatings, Proc. SPIE, 5991 (2005) 59911B.
- [89] G. Abromavičius, R. Buzelis, R. Drazdys, A. Melninkaitis, D. Mikšys, V. Sirutkaitis, A. Skrebutėnas, Improvement of optical properties and radiation resistance of optical coatings based on Nb₂O₅ and Ta₂O₅, Proc. SPIE, 6596 (2006) 65961O.
- [90] G. Abromavičius, R. Buzelis, R. Drazdys, A. Melninkaitis, D. Mikšys, V. Sirutkaitis, A. Skrebutėnas, R. Juskenas, A. Selskis, The microstructure and LIDT of Nb₂O₅ and Ta₂O₅ optical coatings, Proc. SPIE, 6403 (2007) 640315.
- [91] G. Abromavičius, R. Buzelis, R. Drazdys, R. Grigonis, A. Melninkaitis, D. Mikšys, T. Rakickas, V. Sirutkaitis, A. Skrebutėnas, R. Juskenas, A. Selskis, Influence of ion-assisted deposition on laser-induced damage threshold and microstructure of optical coatings, Proc. of SPIE, 5991 (2005) 59911F.
- [92] A. Wright, On the production of transparent metallic film by the electrical discharge in exhausted tubes, American J. Sci., XIII (1877) 49.
- [93] C.-J. Tang, C.-C. Jaing, K.-H. Lee, C.-C. Lee, Effect of thermal annealing on the optical properties and residual stress of graded-index-like films deposited by radio-frequency ion-beam sputtering, Appl. Opt., 50 (2011) C62-C68.
- [94] T. Koch, P. Ziemann, Effects of ion-beam-assisted deposition on the growth of zirconia films, Thin Solid Films, 303 (1997) 122-127.
- [95] C.-C. Lee, C.-L. Tien, J.-C. Hsu, Internal Stress and Optical Properties of Nb₂O₅ Thin Films Deposited by Ion-Beam Sputtering, Appl. Opt., 41 (2002) 2043-2047.
- [96] W.R. Grove, On the electrochemical polarity of gases, Phil. Trans. Royal. Soc., 87 (1852) B142.
- [97] F.M. Penning, Physica (Utrecht), 3 (1936) 873.
- [98] F.M. Penning, Coating by Cathode Disintegration, U.S. Patent #2, 146,025, (1939).
- [99] S.M. Rossmagel, Sputtering and Sputter Deposition, in: K. Seshan (Ed.) Handbook of Thin-Film Deposition Processes and Techniques -Principles, Methods, Equipment and Applications, Noyes Publications, New York, USA, 2002, pp. 319-348.
- [100] D. Depla, G. Buyle, J. Haemers, R. De Gryse, Discharge voltage measurements during magnetron sputtering, Surf. Coat. Technol., 200 (2006) 4329-4338.
- [101] W.D. Sproul, M.E. Graham, M.-S. Wong, P.J. Rudnik, Reactive unbalanced magnetron sputtering of the nitrides of Ti, Zr, Hf, Cr, Mo, Ti-Al, Ti-Zr and Ti-Al-V, Surf. Coat. Technol., 61 (1993) 139-143.
- [102] M. Kharrazi Olsson, K. Macak, U. Helmersson, B. Hjorvarsson, High rate reactive dc magnetron sputter deposition of Al₂O₃ films, J. Vac. Sci. Technol. A, 16 (1998) 639-643.
- [103] P.J. Kelly, O.A. Abu-Zeid, R.D. Arnell, J. Tong, The deposition of aluminium oxide coatings by reactive unbalanced magnetron sputtering, Surf. Coat. Technol., 86-87, Part 1 (1996) 28-32.
- [104] S. Schiller, K. Goedicke, J. Reschke, V. Kirchhoff, S. Schneider, F. Milde, Pulsed magnetron sputter technology, Surf. Coat. Technol., 61 (1993) 331-337.
- [105] S. Schiller, U. Heisig, C. Korndörfer, G. Beister, J. Reschke, K. Steinfeld, J. Strümpfel, Reactive d.c. high-rate sputtering as production technology, Surf. Coat. Technol., 33 (1987) 405-423.
- [106] M. Scherer, J. Schmitt, R. Latz, M. Schanz, Reactive alternating current magnetron sputtering of dielectric layers, J. Vac. Sci. Technol., A, 10 (1992) 1772-1776.
- [107] R.D. Arnell, P.J. Kelly, Recent advances in magnetron sputtering, Surf. Coat. Technol., 112 (1999) 170-176.

- [108] Kelly, P. J., Bradley, J. W., Pulsed magnetron sputtering - process overview and applications, *Anglais*, 11 (2009) 7.
- [109] W.D. Sproul, M.E. Graham, M.S. Wong, S. Lopez, D. Li, R.A. Scholl, Reactive direct current magnetron sputtering of aluminum oxide coatings, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 13 (1995) 1188-1191.
- [110] W.D. Sproul, D.J. Christie, D.C. Carter, Control of reactive sputtering processes, *Thin Solid Films*, 491 (2005) 1-17.
- [111] P.J. Kelly, A.A. Onifade, Y. Zhou, G.C.B. Clarke, M. Audronis, J.W. Bradley, The Influence of Pulse Frequency and Duty on the Deposition Rate in Pulsed Magnetron Sputtering, *Plasma Processes Polym.*, 4 (2007) 246-252.
- [112] P.J. Kelly, R.D. Arnell, Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications, *Vacuum*, 56 (2000) 159-172.
- [113] I. Swindells, P.J. Kelly, J.W. Bradley, Influence of substrate conditions on the temporal behaviour of plasma parameters in a pulsed dc magnetron discharge, *New J. Phys.*, 8 (2006) 47.
- [114] S. Karthikeyan, A.E. Hill, J.S. Cowpe, R.D. Pilkington, The influence of operating parameters on pulsed D.C. magnetron sputtering plasma, *Vacuum*, 85 (2010) 634-638.
- [115] A. Belkind, A. Freilich, J. Lopez, Z. Zhao, W. Zhu, K. Becker, Characterization of pulsed dc magnetron sputtering plasmas, *New J. Phys.*, 7 (2005) 90.
- [116] J. Sellers, Asymmetric bipolar pulsed DC: the enabling technology for reactive PVD, *Surf. Coat. Technol.*, 98 (1998) 1245-1250.
- [117] J.C. Sellers, The disappearing anode myth: strategies and solutions for reactive PVD from single magnetrons, *Surf. Coat. Technol.*, 94-95 (1997) 184-188.
- [118] L.-N. He, J. Xu, Properties of amorphous SiO₂ films prepared by reactive RF magnetron sputtering method, *Vacuum*, 68 (2002) 197-202.
- [119] S. Zhao, K. Xu, The Characterization of ZrO₂ Films with Different Substrate Bias Voltages, *Jour. of Kor. Phys. Soc.*, 46 (2005) S70-S74.
- [120] F. Vaz, P. Carvalho, L. Cunha, L. Rebouta, C. Moura, E. Alves, A.R. Ramos, A. Cavaleiro, P. Goudeau, J.P. Rivière, Property change in ZrN_xO_y thin films: effect of the oxygen fraction and bias voltage, *Thin Solid Films*, 469-470 (2004) 11-17.
- [121] S. Ben Amor, B. Rogier, G. Baud, M. Jacquet, M. Nardin, Characterization of zirconia films deposited by r.f. magnetron sputtering, *Mat. Sci. Eng. B*, 57 (1998) 28-39.
- [122] S. Swann, Magnetron sputtering, *Phys. Technol.*, 19 (1988) 67.
- [123] D. Depla, J. Haemers, R. De Gryse, Discharge voltage measurements during reactive sputtering of oxides, *Thin Solid Films*, 515 (2006) 468-471.
- [124] W.D. Sproul, High-rate reactive DC magnetron sputtering of oxide and nitride superlattice coatings, *Vacuum*, 51 (1998) 641-646.
- [125] S. Venkataraj, R. Drese, O. Kappertz, R. Jayavel, M. Wuttig, Characterization of Niobium Oxide Films Prepared by Reactive DC Magnetron Sputtering, *Phys. Status Solidi A*, 188 (2001) 1047-1058.
- [126] S. Venkataraj, O. Kappertz, H. Weis, R. Drese, R. Jayavel, M. Wuttig, Structural and optical properties of thin zirconium oxide films prepared by reactive direct current magnetron sputtering, *J. Appl. Phys.*, 92 (2002) 3599-3607.
- [127] H. Hidalgo, A.L. Thomann, T. Lecas, J. Vulliet, K. Wittmann-Teneze, D. Damiani, E. Millon, P. Brault, Optimization of DC Reactive Magnetron Sputtering Deposition Process for Efficient YSZ Electrolyte Thin Film SOFC, *Fuel Cells*, 13 (2013) 279-288.
- [128] M. Audronis, V. Bellido-Gonzalez, B. Daniel, Control of reactive high power impulse magnetron sputtering processes, *Surf. Coat. Technol.*, 204 (2010) 2159-2164.
- [129] M. Audronis, V. Bellido-Gonzalez, Investigation of reactive high power impulse magnetron sputtering processes using various target material-reactive gas combinations, *Surf. Coat. Technol.*, 205 (2011) 3613-3620.
- [130] R.O. Dillon, K. Le, N. Ianno, Thermochromic VO₂ sputtered by control of a vanadium-oxygen emission ratio, *Thin Solid Films*, 398-399 (2001) 10-16.

- [131] A.A. Voevodin, P. Stevenson, C. Rebholz, J.M. Schneider, A. Matthews, Active process control of reactive sputter deposition, *Vacuum*, 46 (1995) 723-729.
- [132] M.S. Wong, W.J. Chia, P. Yashar, J.M. Schneider, W.D. Sproul, S.A. Barnett, High-rate reactive d.c. magnetron sputtering of ZrO_x coatings, *Surf. Coat. Technol.*, 86–87, Part 1 (1996) 381-387.
- [133] S.J. Pearce, M.D.B. Charlton, J. Hiltunen, J. Puustinen, J. Lappalainen, J.S. Wilkinson, Structural characteristics and optical properties of plasma assisted reactive magnetron sputtered dielectric thin films for planar waveguiding applications, *Surf. Coat. Technol.*, 206 (2012) 4930-4939.
- [134] M. Vergöhl, N. Malkomes, T. Mattheé, G. Bräuer, Real time control of reactive magnetron-sputter deposited optical filters by in situ spectroscopic ellipsometry, *Thin Solid Films*, 377–378 (2000) 43-47.
- [135] E. Särhammar, K. Strijckmans, T. Nyberg, S. Van Steenberge, S. Berg, D. Depla, A study of the process pressure influence in reactive sputtering aiming at hysteresis elimination, *Surf. Coat. Technol.*, 232 (2013) 357-361.
- [136] T. Serikawa, A. Okamoto, Effect of N_2 -Ar mixing on the reactive sputtering characteristics of silicon, *Thin Solid Films*, 101 (1983) 1-6.
- [137] D. Severin, O. Kappertz, T. Kubart, T. Nyberg, S. Berg, A. Pflug, M. Siemers, M. Wuttig, Process stabilization and increase of the deposition rate in reactive sputtering of metal oxides and oxynitrides, *Appl. Phys. Lett.*, 88 (2006) 161504-161503.
- [138] D. Severin, K. Sarakinos, O. Kappertz, A. Pflug, M. Wuttig, Tailoring of structure formation and phase composition in reactively sputtered zirconium oxide films using nitrogen as an additional reactive gas, *J. Appl. Phys.*, 103 (2008) 083306-083305.
- [139] S. Venkataraj, D. Severin, S.H. Mohamed, J. Ngaruiya, O. Kappertz, M. Wuttig, Towards understanding the superior properties of transition metal oxynitrides prepared by reactive DC magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, 502 (2006) 228-234.
- [140] S. Venkataraj, O. Kappertz, R. Jayavel, M. Wuttig, Growth and characterization of zirconium oxynitride films prepared by reactive direct current magnetron sputtering, *J. Appl. Phys.*, 92 (2002) 2461-2466.
- [141] A.V. Phelps, Z. Lj Petrovic, Cold-cathode discharges and breakdown in argon: surface and gas phase production of secondary electrons, *Plasma Sources Sci. Technol.*, 8 (1999) R21.
- [142] D. Depla, R. De Gryse, Influence of oxygen addition on the target voltage during reactive sputtering of aluminium, *Plasma Sources Sci. Technol.*, 10 (2001) 547.
- [143] D. Depla, R. De Gryse, Target poisoning during reactive magnetron sputtering: Part II: the influence of chemisorption and gettering, *Surf. Coat. Technol.*, 183 (2004) 190-195.
- [144] D. Depla, R. De Gryse, Target voltage measurements during DC sputtering of silver in a nitrogen/argon plasma, *Vacuum*, 69 (2003) 529-536.
- [145] D. Depla, R. De Gryse, Target poisoning during reactive magnetron sputtering: Part I: the influence of ion implantation, *Surf. Coat. Technol.*, 183 (2004) 184-189.
- [146] X. Fu, A. Melnikaitis, L. Gallais, S. Kicas, R. Drazdys, V. Sirutkaitis, M. Commandré, Investigation of the distribution of laser damage precursors at 1064 nm, 12 ns on Niobia-Silica and Zirconia-Silica mixtures, *Opt. Express*, 20 (2012) 26089-26098.
- [147] P. Torchio, A. Gatto, M. Alvisi, G. Albrand, N. Kaiser, C. Amra, High-Reflectivity HfO_2/SiO_2 Ultraviolet Mirrors, *Appl. Opt.*, 41 (2002) 3256-3261.
- [148] S.J. Pearce, H. Esfandiarijahromi, M.D.B. Charlton, Reactive dual magnetron sputtering of Ta_2O_5 and Al_2O_3 : optical and structural properties and thin film applications, *Proc. SPIE*, 8263 (2012) 826314-826318.
- [149] D. Rademacher, B. Fritz, M. Vergöhl, Origin of particles during reactive sputtering of oxides using planar and cylindrical magnetrons, *Appl. Opt.*, 51 (2012) 927-935.
- [150] F. Richter, H. Kupfer, P. Schlott, T. Gessner, C. Kaufmann, Optical properties and mechanical stress in SiO_2/Nb_2O_5 multilayers, *Thin Solid Films*, 389 (2001) 278-283.

- [151] I. Chambouleyron, S.D. Ventura, E.G. Birgin, J.M. Martinez, Optical constants and thickness determination of very thin amorphous semiconductor films, *J. Appl. Phys.*, 92 (2002) 3093-3102.
- [152] H. Leplan, B. Geenen, J.Y. Robic, Y. Pauleau, Residual stresses in evaporated silicon dioxide thin films: Correlation with deposition parameters and aging behavior, *J. Appl. Phys.*, 78 (1995) 962-968.
- [153] G.G. Stoney, The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis, *Proc. R. Soc. London Ser. A*, 82 (1909) 172-175.
- [154] H.E. Bennett, J.O. Porteus, Relation Between Surface Roughness and Specular Reflectance at Normal Incidence, *J. Opt. Soc. Am.*, 51 (1961) 123-129.
- [155] G. Abromavicius, R. Buzelis, R. Drazdys, A. Melninkaitis, V. Sirutkaitis, Influence of electric field distribution on laser induced damage threshold and morphology of high reflectance optical coatings, *Proc. SPIE*, 6720 (2007) 67200Y.
- [156] H. Hasegawa, T. Hioki, O. Kamigaito, Cubic-to-rhombohedral phase transformation in zirconia by ion implantation, *J Mater Sci Lett*, 4 (1985) 1092-1094.
- [157] P.J. Martin, R.P. Netterfield, W.G. Sainty, Modification of the optical and structural properties of dielectric ZrO₂ films by ion-assisted deposition, *J. Appl. Phys.*, 55 (1984) 235-241.
- [158] C.-C. Lee, J. Ch., Hsu, D.H., Wong, , Low loss niobium oxides film deposited by ion beam sputter deposition, *Opt. Quant. Electron*, 32 (2000) 327-337.
- [159] C. Xu, Y. Zhao, Y. Qiang, Y. Zhu, L. Guo, J. Shao, Comparison of laser-induced damage in Ta₂O₅ and Nb₂O₅ single-layer films and high reflectors, *Chin. Opt. Lett.*, 9 (2011) 013102.
- [160] O. Stenzel, S. Wilbrandt, N. Kaiser, M. Vinnichenko, F. Munnik, A. Kolitsch, A. Chuvilin, U. Kaiser, J. Ebert, S. Jakobs, A. Kaless, S. Wüthrich, O. Treichel, B. Wunderlich, M. Bitzer, M. Grössl, The correlation between mechanical stress, thermal shift and refractive index in HfO₂, Nb₂O₅, Ta₂O₅ and SiO₂ layers and its relation to the layer porosity, *Thin Solid Films*, 517 (2009) 6058-6068.
- [161] V. Pervak, A.V. Tikhonravov, M.K. Trubetskov, S. Naumov, F. Krausz, A. Apolonski, 1.5-octave chirped mirror for pulse compression down to sub-3 fs, *Appl. Phys. B*, 87 (2007) 5-12.
- [162] J.-C. Zhou, D.-t. Luo, Y.-z. Li, Z. Liu, Effect of sputtering pressure and rapid thermal annealing on optical properties of Ta₂O₅ thin films, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 19 (2009) 359-363.
- [163] S. Uthanna, S.V. Jagadeesh Chandra, G. Mohan Rao, J.F. Pierson, Influence of substrate temperature on the structural, dielectric and optical properties of RF magnetron sputtered Ta₂O₅ films, in: *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2010, pp. 012025.
- [164] M. Mosaddeq-ur-Rahman, G. Yu, K.M. Krishna, T. Soga, J. Watanabe, T. Jimbo, M. Umeno, Determination of Optical Constants of Solgel-Derived Inhomogeneous TiO₂ Thin Films by Spectroscopic Ellipsometry and Transmission Spectroscopy, *Appl. Opt.*, 37 (1998) 691-697.
- [165] J.-S. Chen, S. Chao, J.-S. Kao, H. Niu, C.-H. Chen, Mixed films of TiO₂-SiO₂ deposited by double electron-beam coevaporation, *Appl. Opt.*, 35 (1996) 90-96.