#### VILNIAUS UNIVERSITETAS

#### FIZIKOS FAKULTETAS

#### KVANTINĖS ELEKTRONIKOS KATEDRA

Laurynas Šatas

#### Šalutinės UV spinduliuotės paveiktų daugiasluoksnių dielektrinių veidrodžių tyrimas

Lazerinės technologijos magistro studijų programos

Baigiamasis darbas

Studentas Darbo vadovas Recenzentas Katedros vedėjas Laurynas Šatas prof. habil. dr. Valdas Sirutkaitis Dr. Kęstutis Juškevičius prof. habil. dr. Valdas Sirutkaitis

Vilnius 2017

# Turinys

•

1. Įvadas	3
2. Teorinis įvadas	4
2.1. Dielektrinių dangų veikimo principas	4
2.2.1 Šiluminis garinimas elektronų pluoštu	6
2.2.2 Šiluminis garinimas su jonų talkinimu	7
2.2.3 Jonapluoštis dulkinimas	8
2.3 Dielektrinių dangų gamybai naudojami oksidai ir jų specifika	10
2.4 Keturvalentis titano oksidas TiO2 ir jo sąvybės	13
2.5 UV spinduliuotės poveikis dielektrinėms medžiagoms	15
3 Darbo metodika	16
3.1 Bandinių paruošimas	16
3.2 Matavimai spektrofotometru	16
3.3 Eksperimentinė atspindžio koeficiento matavimo schema lazeriu	18
3.4 Lokalaus šilimo matavimas nekontaktiniu metodu	19
3.5 Paviršiaus kokybės įvertinimas	19
3.5 Interferometriniai plokštiškumo matavimai	20
3.7 Rentgeno spindulių difrakcijos matavimai	21
3.6 Impedanso spektroskopija	22
4. Rezultatai ir jų aptarimas	24
4.1 Dielektrinių dangų atspindžio koeficiento priklausomybės nuo UV ekspozicijos tyrimas	24
4.2 Paviršiaus formos ir temperatūros priklausomybės nuo UV ekspozicijos tyrimas	29
4.3 TiO2 plono sluoksnio struktūros tyrimas	33
4.4 Sluoksnių elektrinių parametrų matavimai	34
5. Išvados	36
6. Literatūra	37
Santrauka	39
Summary	40

#### 1. Įvadas

Per 57 metus, praėjusius nuo pirmojo lazerio sukūrimo, lazeriai ir lazerinės technologijos buvo taip ištobulintos, kad tapo plačiai naudojamu ir patikimu įrankiu ne tik moksiniuose tyrimuose, bet ir pramonėje, medicinoje ir karyboje. Lazeriai ir lazerinės technologijos dėl jų privalumų prieš kitas technologijas kasmet randa vis daugiau pritaikymų šiose srityse ir jų pardavimų apimtys pastoviai didėja. Dar platesnis lazerių paplitimas yra galimas tik atpiginus jų gamybą ar pritaikius didesniam taikymų ratui, o tam lazerių ir jų komponentų gamyba turėtų būti supaprastinta. Tačiau lazeriams įsitvirtinus tokiose srityse kaip nepertraukiama gamyba ir karyba jiems keliami labai dideli patikimumo reikalavimai, kurie jau dabar sunkiai išpildomi, tačiau piginant gamybą gali kelti dar daugiau problemų. Pavyzdžiui, lazeriniai atstumo jutikliai privalo puikiai veikti tiek plačiame temperatūrų diapazone nuo -40 iki +100 °C, tiek nukritę iš kelių metrų aukščio, kas vykstant kariniams veiksmams yra tikėtina. Kartu jie turi veikti be aktyvaus aušinimo su vienalyčiame korpuse įmontuotomis baterijomis. Tokie griežti reikalavimai yra įvedami, nes netinkamai veikiant atstumo matuokliui karinėse sąlygose nuo to tiesiogiai priklauso jų baigtis ir žmonių gyvybės.

Akivaizdu, kad optinių komponentų kokybė apribos tokios lazerinės sistemos patikimumą ir veikimo tikslumą. Todėl vykdant kiek paprastenį lazerinių komponentų gamybos procesą gali būti sukuriami komponentai, kurie gali būti jautrūs papildomiems dirgikliams ar aplinkos sąlygoms, kurios paprastai nebūdavo įskaitomos. Taigi norint sukūrti patikimus lazerių kompentus reikia įskaityti visus svarbius veiksnius, galinčius keisti jų parametrus, tiek juos montuojant, tiek veikiant lazeriui. Dielektrinėmis dangomis padengta optika tiek rezonatoriaus viduje, tiek ir už jo yra vieni svarbiausių lazerių komponentų ir privalo neprarasti savo savybių plačiame temperatūrų diapazone, esant išoriniam gniuždymui ar tempimui. Norint įgyvendinti šią labai sudėtingą užduotį reikia ne tik inžinerinių žinių, bet ir medžiagų mokslo supratimo.

Šiame darbe nagrinėjamas daugiasluoksnių dielektrinių dangų, apšviečiamų intensyvia šalutine UV spinduliuote, atspindžio koeficiento sumažėjimas ir jo prigimtis. Šis šalutinės spinduliuotės poveikis yra ypatingai svarbus artimojo infraraudonojo diapazono spinduliuotei optimizuotoms dangoms, kai UV spinduliuotė yra tik šalutinis produktas. Tokia UV spinduliuotė gali dažnai būti naudojama lazerinių prietaisų surinkimo etape kaip optinių klijų aktyvatorius. Todėl svarbu suprasti pašalinės UV spinduliuotės, naudojamos veidrodžių ir kitų lazerinių komponentų su daugiasluoksnėmis dielektrinėmis dangomis, poveikį ir, jam esant žalingam, nustatyti kaip jis gali būti sumažintas.

#### 2. Teorinis įvadas

#### 2.1. Dielektrinių dangų veikimo principas

Lazeriu generuotai spinduliuotei valdyti ir 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 ir spektro dalikliai. Skaidrinančiomis dangomis dengiami lęšiai, lazeriniai ir netiesiniai kristalai ir pan.

Pagal Hiuigenso (Huygens) principą kiekvienas taškas, į kurį atėjo banga, yra antrinių bangų, sklindančių į visas puses šaltinis. Taigi keliaujanti erdvėje banga gali būti traktuojama kaip atskirų bangų superpozicija, o savo optiniame kelyje sutikusi skirtingo optinio tankio medžiagas tokia banga gali lūžti arba atsispindėti. Tokios lūžusios ir atsispindėjusios bangos erdvėje gali interferuoti - dviejų ar daugiau koherentinių elektromagnetinių bangų sąveikos erdvėje rezultatas, kai svyravimai tam tikrose vietose sustiprėja arba susilpnėja. Būtina interferencijai sąlyga yra koherentiškumas- tai reiškia kad sąveikaujančių elektromagnetinių bangų fazių skirtumas ir amplitudė (per stebėjimo trukmę) išlieka pastovūs. Parenkant tam tikrą dielektrinių medžiagų storį, galima suformuoti





interferencinio maksimumo ar minimumo sritis, bet kurioje spektro dalyje nuo vakuuminio ultravioleto iki tolimosios infraraudonos srities [2]. Tokios optinių sluoksnių struktūros, kuriose didelio ir mažo lūžio rodiklio poros yra periodiškai auginamos ant skaidraus padėklo, rezultate jos suformuoja mažo pralaidumo (didelio atspindžio) zoną ties centriniu bangos ilgiu  $\lambda_0 = 2(n_{\rm H}d_{\rm H} + n_{\rm L}d_{\rm L})$  ir aukštesnėmis harmonikomis  $\lambda_0/m$ , kur m > 1. Jei tenkinama sąlyga  $n_{\rm H}d_{\rm H} = n_{\rm L}d_{\rm L}$ 

 $=\lambda_0/4$  ( $\lambda_0/4$  optinio storio sluoksnių poros), bus suformuotas optimizuotas veidrodis ties  $\lambda_0$ . Tokios dangos vadinamos Brego atspindžio dangomis.



2 pav. Didelio atspindžio λ<sub>0</sub>/4 optinio storio dangos profilis, kur n<sub>h</sub>d<sub>h</sub> – aukšto lūžio rodiklio medžiaga, o n<sub>L</sub>d<sub>L</sub> –žemo lūžio rodiklio medžiaga.

Praktikoje kontroliuojant sluoksnių storius ir jų kompozicija galima pasiekti ir sudėtingesnių rezultatų, bei tiksliai kontroliuoti elektromagnetinės bangos spektrinių komponenčių dispersiją. Geriausias to pavyzdys galėtų buti vieno "čirpo" struktūra [3] (3 pav.), kuri formuojama apskaičiuojant realų optinį kelią dangoje ir išskiriant dvi spektrines komponentes per įsiskverbimo gylį. Tai reiškia, kad toks veidrodis jau turi skirtingo sluoksnio storio ir periodiškumo dangas ir taip sugeba prailginti vienos spektrinės komponentės optinį kelią kitos atžvilgiu – užvėlinti.



3 pav. Principinė vieno "čirpo" struktūros shema, kur užvėlinama raudonoji komponentė

#### 2.2. Pagrindinės dangų gamybos technologijos

#### 2.2.1 Šiluminis garinimas elektronų pluoštu

Šiluminis garinimas tai bene seniausias ir labiausiai paplitęs optinių dangų gamybos metodas. Optinių dangų formavimo procesas šiluminio garinimo valdomu elektronų pluošto būdu vyksta vakuuminėje kameroje, kurios principinė schema pavaizduota 4 pav. [4]. Proceso metu kameroje palaikomas  $\sim 10^{-5}$  Pa vakuumas. Optiniai padėklai, ant kurių auginamos dangos, išdėstomi kameros viršuje irengtuose laikikliuose. Kameros apačioje gali būti keli (dažniausiai du) šaltiniai, skirtingų medžiagų garinimui. Garinama medžiaga patalpinta aušinamame tiglyje, pagamintame iš aukštą lydymosi temperatūrą turinčios medžiagos (pvz. volframo). Aušinimas apsaugo nuo garinamos medžiagos sąveikos su tigliu. Elektronų šaltinis yra įkaitintas volframimis siūlelis, imontuotas konstrukcijoje po tigliu. Dėl tokios volframinio siūlelio padėties garinamos medžiagos atomai nenusėda ant siūlelio. Taip išvengiamos nepageidaujamos reakcijos su garinimo medžiaga ir prailginamas siūlelio tarnavimo laikas. Apie 10 kV potencialo įgreitinti ir pro šalia esantį plyšį pralėkę elektronai suformuojami i pluoštą. Panaudojant pastovų magnetą šis elektronų pluoštas išlenkiamas ir sufokusuojamas į tiglyje esančią medžiagą. Elektronams susiduriant su tiglyje esančios medžiagos atomais elektronų kinetinė energija yra paverčiama garinamos medžiagos šilumine energija. Tokiu būdu tiglyje esanti medžiaga įkaitinama iki garavimo temperatūros. Iš medžiagos ištrūkusių dalelių srautas juda link kameros viršuje esančių pagrindukų. Norint padidinti garų srauto kondensavimosi ant pagrinduko našumą kameroje reikalingas vakuumas, kuris padėda garams greičiau keliauti ir išvengiama tamprių susidūrimų su duju molekulėmis. Siekiant padidinti formuojamų dangų tolygumą laikikliai su joje įtvirtintais pagrindukais sukasi ir juda kameroje uždaromis trajektorijomis. Užgarinus reikiamą sluoksnio storį, uždaroma virš garinamos medžiagos esanti sklendė ir sumažinama elektronų patrankos galia. Šitaip nutraukiamas garų srautas nukreiptas link kameros viršuje esančių pagrindų. Kartojant procesą su kitais šaltiniais užgarinami kitų medžiagų sluoksniai. Svarbu, kad visi sluoksniai yra suformuojami neatidarius kameros.



4 pav. Vakuuminė garinimo kamera.

#### 2.2.2 Šiluminis garinimas su jonų talkinimu

Šiluminio garinimo technologija suformuotos dangos pasižymi dideliu porėtumu. Šiluminis garinimas su papildomu joniniu sutankinimu - tai dengimo technologija, leidžianti pasiekti geresnes dangų optines savybes [5]. Į besiformuojančią danga nukreipiamas kontroliuojamas argono arba deguonies jonų pluoštas. Jonų energijos varijuoja nuo 10 iki kelių šimtų elektronvoltų ir bombarduoja dangos paviršių, suteikdami papildomos energijos nusodintos medžiagos molekulėms ir taip suformuodami vienalytį, lygų ir tankų sluoksnį. Tokios dangos pasižymi mažesniu porėtumu nei įprasta šiluminio garinimo technologija formuotos dangos. Ši savybė apsaugo nuo dangos lūžio rodiklio, tuo pačiu ir spektrinių charakteristikų kitimo absorbuojant aplinkoje esančius vandens garus.

Jonų pluošto technologija gali būti naudojama ne tik garinimo proceso metu, bet ir prieš arba po dangos formavimo kaip papildomas apdirbimo būdas. Skenuojant bandinį aukštos energijos jonų pluošteliu galima nuvalyti pagrindukus, ant kurių bus formuojamos dangos bei pagerinti ką tik suformuotų sluoksnių savybes.

#### 2.2.3 Jonapluoštis dulkinimas

Jonapluoščio dulkinimo technologijoje medžiagos šiluminio garinimo principas pakeičiamas paviršiaus suardymu paveikiant ją įgreitintų jonų pluoštu. Atskiroje kameroje generuojami inertinių dujų (pvz. argono) jonai, įgreitinami panaudojant 500-1500 V potencialą. Iš jonų patrankos išlėkęs kolimuotas jonų pluoštas nukreipiamas į kampu įtvirtintą taikinį su dulkinama medžiaga (5 pav.). Jei bombarduojančių jonų ar atomų kinetinė energija didesnė už taikinio medžiagos atomų ryšio energiją, jie yra išmušami ir vyksta dulkinimo procesas. Tam, kad formuotųsi pilnai oksiduotos dangos, dulkinimas vyksta papildomai reaktyvių dujų aplinkoje. Taikinio aušinimas neleidžia dulkinamai medžiagai įkaisti ir prasidėti šiluminiam garavimui. Dulkinant dielektrines medžiagas, siekiant išvengti taikinio įelektrinimo, naudojamas neutralizatorius, kuris į jonų pluoštą nuolatos įterpia elektronus. Siekiant papildomai kontroliuoti besiformuojančių dangų savybes, dažnai naudojama antra talkinančiu jonų patranka, nukreipta statmenai į pagrindukų paviršių.



5 pav. Jonapluoščio dulkinimo principinė schema.

Bandinių paviršių dalelės pasiekia turėdamos 20 - 100 eV energiją [5]. Didesnė besikondensuojančių dalelių energija lyginant su šiluminiu garinimu lemia geresnes formuojamų dangų optines savybes. Šiuo metodu suformuotos dangos pasižymi itin maža sklaida ir sugertimi, didesniu tankiu, grynumu ir vienalytiškumu nei šiluminio garininimo technologija užaugintos dangos. Bene vienintelis technologijos minusas yra mažas sluoksnių augimo greitis lyginant su kitais dangų formavimo būdais. Bet dėl ypatingai tikslios sluoksnio storio kontrolės ir labai tankaus sluoksnio (artimo teoriniam

medžiagos tankiui) ši technologija plačiai naudojama gaminat pačius sudėtingiausius optinius komponentus.

Priklausomai nuo reikalavimu keliamu dielektrinei dangai naudojamos technologijos pasirinkimą galima apibendrinti pagal žemiau pateiktą lentelę (1 lentelė). Nesudėtingiems taikymams, kai nereikalaujamas labai aukštas sluoksnio kontroliavimo storis ir taikymams nereikalingas atsparumas drėgmei, galima rinktis pigiausią ir našiausią technologiją – šiluminį garinimą elektronų pluoštu.

	Šiluminis garinimas elektronų pluoštu	Šiluminis garinimas su jonų talkinimu	Jonapluoštis dulkinimas	
Sluoksnio augimo greitis	>10 Å/s	~10 Å/s	~3 Å/s	
Dengiamos zonos dydis	$3000 \text{ cm}^2$	$3000 \text{ cm}^2$	$500 \text{ cm}^2$	
Šiluminis laidumas	Žemas	Vidutinis	Aukštas	
Darbinės temperatūros diapazonas	200 - 300°C	20 - 100°C	20 - 150°C	
Sluoksnių skaičius	1-50	~50	200	
Tankis/porėtumas	Porėtos	Tankios	Tankis artimas teoriniam kietojo kūno medžiagos	
Adhezija	Žema	Gera	Puiki	
Jautrumas atmsoferinei drėgmei	Stiprus	Mažas	Jokio jautrumo drėgmei	
Degradacija siejama su dangos amžium	Pastebima	Pastebima, bet nežymi	Nepastebima	
Paviršiaus įtempis	< 100 MPa	~ 100 MPa	> 200 Mpa	
Kaina	Maža	Vidutinė	Labai didelė	

1 lentelė. Pagrindinių optinių dangų gamybos technologijų palyginimas

#### 2.3 Dielektrinių dangų gamybai naudojami oksidai ir jų specifika.

Atsižvelgiant į dengimo technologiją ir jos apribojimus, kurie buvo aptarti praeitame skyrelyje, sekantis svarbus žingsnis yra teisingas dielektrinių medžiagų parinkimas. Kuriant ir optimizuojant aukšto atspindžio veidrodžius ar kitus optinius komponentus paremtus plonų dangų technologija svarbu nepamiršti sluoksniui reikalingų mechaninių ypatybių, tokių kaip aukšta dielektrinė konstanta, cheminis stabilumas, temperatūriniai plėtimosi koeficientai turi būti suderinti su padėklo ir bene svarbiausia – reikalavimai lūžio rodikliui. Žemiau pateiktoje lentelėje aprašytos pagrindinių dielektrinėse dangose garinamų oksidų savybės [6].

Taikinio medžiaga	Plono sluoksnio sudėtis	Skaidrumo diapazonas, um	Lūžio rodiklis (550 nm)	Medžiagos būsena, pasiekiamas tankis	Mechaninės sąvybės
Si	SiO <sub>2</sub>	0,2-9	1,45-1,5	Amorfinis, p=0.98	Kieta, didelis paviršiaus itempimas
SiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	0,2-9	1,45-1,46	Amorfinis, p=0,98	Kieta, didelis paviršiaus įtempimas
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	0,2-7	2,0	Amorfinis, p=0,98	Kieta, mažas paviršiaus įtempimas
HfO arba Hf	HfO <sub>2</sub>	0,25-12	1,95	Amorfinis/ Kristalinis	Kieta, didelis paviršiaus įtempimas
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,25-12	1,87	Amorfinis/ Kristalinis	Kieta, didelis paviršiaus įtempimas
ZrO <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>	0,34-12	1,95-2,05	Kristalinis, p =0,67-0,82	Kieta, didelis paviršiaus įtempimas
Та	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,3-10	2,03-2,09	Amorfinis	Kieta, didelis paviršiaus įtempimas
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,3-10	2,1	Amorfinis	Kieta, didelis paviršiaus įtempimas
Nb	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,38-8	2,35-2,4	Amorfinis	Kieta, didelis paviršiaus įtempimas
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,38-8	2,2-2,4	Amorfinis (T<200)	Kieta, didelis paviršiaus įtempimas
Ti	TiO <sub>2</sub>	0,4-3	2,2-2,4	Amorfinis (T<200)	Kieta, didelis paviršiaus įtempimas
TiO	TiO <sub>2</sub>	0.4-3	2.2-2.4	Amorfinis(T <200)	Kieta, mažas paviršiaus įtempimas
Ti <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	0.4-3	2.1-2.4	Amorfinis(T <200)	Kieta, mažas paviršiaus įtempimas
Ti <sub>3</sub> O <sub>5</sub>	TiO <sub>2</sub>	0.4-3	2.1-2.4	Amorfinis(T <200)	Kieta, mažas paviršiaus įtempimas

2 lentelė. Pagrindinių medžiagų naudojamų oprinių dangų gamyboje palyginimas

Silicio dioksidas yra bene plačiausiai naudojama žemo lūžio rodiklio medžiaga daugumoje optinių dangų projektų. SiO<sub>2</sub> – gali būti padengtas elektronų pluoštu garinimu, elektronų pluošto garinimu su papildomu jonų talkinimu ar net jonapluoščiu dulkinimu. Galimybė naudoti skirtingas technologijas leidžia pasiekti skirtingo tankio ir lūžio rodiklio parametrus, kurie priklausys nuo dulkinimo rėžimo. Geriausi parametrai (sluoksnio homogeniškumas, tankis, optinės savybės) pasiekiami naudojant joninį dulkinimą ir net naudojant talkinančių deguonies jonų pluoštelį [7].

Kalbant apie aukšto lūžio rodiklio medžiagas bene plačiausiai naudojamas keturvalenčio titano oksidas TiO<sub>2-</sub>, kuris gali turėti net kelias kristalografines struktūras: rutilą, anatasę ir brukitą [9], iš kurių rutilas turi aukščiausią lūžio rodiklį ir yra stabiliausias. Norint suformuoti titano dioksido sluoksnį nebūtinai naudoti patį titano oksido taikinį, alternatyvūs taikiniai gali būti: TiO, Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub> arba Ti<sub>3</sub>O<sub>5</sub>. Kombinuojant skirtingus taikinius ir metodus mokslininkai gauna skirtingas sluoksnio savybes (lūžio rodiklis gali kisti nuo 2,35 iki pat teorinio 2,48 [8]. Pagal prof. Bennett kokybiškiausios dangos yra formuojamos joninio dulkinimo procesu iš metalinio taikinio, jonu energijom varijuojant nuo 800 eV iki 1200 eV. Tokios dangos atrodo turi griežta stachiometrinę struktūra, tuo tarpu elektronų spindulio garinimo metu struktūra yra nestachiometrinė ir tankis gerokai mažesnis už teorinį (5-10 %). Jei TiO<sub>2</sub> sluoksnis suformuotas be papildomų priemaišų titano atominiai ryšiai yra pagrindinis sugerties šaltinis [7].

Tantalo pentoksidas (Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) taip pat aktyviai naudojama aukšto lūžio rodiklio medžiaga interferencinėse dangose. Palyginant su prieš tai aptartu titano oksidu ploni sluoksniai su šia chemine sudėtimi pasižymi plačiu spektriniu pralaidumo diapazonu, maža sugertimi ir aukštu cheminiu stabilumu. Aukšta dielektrinė konstanta taip pat padaro šią medžiagą įdomia puslaidininkių rinkai – kaip pakaitalas dabar naudojamai TiO<sub>2</sub>. Tačiau tantalo pentoksidas taip pat gali būti kelių skirtingų fazių: amorfinės fazės (a-Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) arba turėti kristalografinę simetriją (priklausomai nuo gamybos technologijos yra aptiktos ortorombinės arba heksagoninės struktūros ).

Hafnio oksidas HfO<sub>2</sub> yra aukšto lūžio rodiklio medžiaga pasižyminti skaidrumu UV srityje dėl plataus draustinių energijų juostos pločio ( $E_g \sim 5,7 eV$ ). Kaip ir prieš tai aptartos medžiagos hafnio oksidą gali sudaryti kelios erdvinės kristalografinės gardelės kombinacijos - priklausomai nuo temperatūros ir slėgio. Stabiliausia iš kurių yra monoklininė struktūra, tuo tarpu kubinės atmainos atsirandančios aukštose temperatūrose jau nėra tokios stabilios [9]. Dulkintų HfO<sub>2</sub> sluoksnių tyrimai atskleidė, kad medžiagos būsena priklauso nuo proceso temperatūros – šaltojo proceso metu (T<200 C) ploni sluoksniai pasirodė esantys tik amorfinės struktūros, tuo tarpu keliant temperatūra buvo aptinkami skirtingų dimensijų kristalitai su monoklinine struktūra [9]. To pasekoje priklausomai nuo reikalavimų keliamų dangai hafnio oksidas tampa lanksčia optinių dangų medžiaga, kurios draustinių energijų juostos plotį galima kontroliuoti nuo 5,7 eV iki 6,17 eV. Galimai dėl šios savybės optinės dangos sukurtos hafnio pagrindu demonstruoja aukščiausią atsparumą lazerinės pažeidos slenksčio matavimuose.

Nors prieš tai aptartos trys aukšto lūžio rodiklio medžiagos savo savybėmis atrodo panašios – praktikoje stebima nemažai skirtumų. Mažiausia lūžio rodiklio fliuktuacija gali pakeisti galutinio produkto dielektrinės dangos spektrines charakteristikas. Žemiau pateiktame paveikslėlyje yra pateiktas teorinis atspindžio koeficientas dviem dangoms, kurios turi vienodą sluoksnių skaičių ir pagamintos tuo pačiu principu, bet pasirenkant skirtingas aukšto lūžio rodiklio medžiagas.



6 pav. Atspindžio koeficiento priklausomybė spektriniame diapazone nuo 900nm iki 1300 nm, kur žalia kreivė yra dangos pagamintos TiO<sub>2</sub> pagrindu, o juoda HfO<sub>2</sub>

#### 2.4 Keturvalentis titano oksidas TiO2 ir jo sąvybės

Gamtoje randamas keturvalentis Titano dioksidas nepaisant kristalografinio būvio yra dielektrikas su draustinių energijų juostą lygia 3,2 eV. Dėl savo fundamentaliųjų savybių medžiaga nuo seno buvo naudojama kaip baltos spalvos pigmentas. Tačiau mokslui sparčiai tobulėjant ir atsiradus kokybiškų plonų sluoksnių gamybos technologijų buvo pastebėta, kad nanokeramikos ir plonos plėvelės gali turėti kiek kitokias laidumo charakteristikas negu principinė medžiaga priklausomai nuo ją sudarančių kristalitų dydžio ir stachiometrijos. Šios sąvybės jau kurį laiką išnaudojamos kuriant jautrius dujų jutiklius iš TiO<sub>2</sub> keramikos [10].

TiO<sub>2</sub> sluoksnio elektrinio laidumo charakteristikas priklausomai nuo sluoksnio storio ir pagrindo medžiagos dar 2003 metais tyrinėjo Guang-Grui ir kiti [11], kuris savo moksliniame tiriamajame darbe nustatė, kad plonas sluoksnis, sudarytas iš rutilo priklausomai nuo savo storio ir pagrindui naudojamos medžiagos tipo gali būti priskirtas ir laidininkas ir puslaidininkiams. Tuo tarpu bet koks TiO<sub>2</sub> sluoksnis nusodintas ant stiklo fazės turėjo išskirtinai dielektriko savybes. O tai aiškinama elektronų migracija tarp medžiagų kurios turi skirtingus draustinių energijų juostos pločius [11]. Tuo tarpu porėtos struktūros, susidedančios iš anastazės nanokristalų, taip pat rodo ir stiprią laidumo priklausomybė nuo atmosferos, kurioje yra atliekami matavimai. Vakuume išmatuota kompleksinė nesužadintos medžiagos varža yra trimis eilėmis mažesnė negu normalaus deguonies slėgio aplinkoje [12]. Šis fenomenas gali būti aiškinamas deguonies difuzija į sluoksnyje esančias poras ir chemisorbcija, kurios pasekoje keičiasi deguonies vakancijų koncentracija ir mažėja Šotkio potencinio barjero aukštis.

Kita plačiai praktikoje taikoma keturvalenčio titano dioksido savybė yra fotokatalizacija. Fotokatalize vadinamas cheminės reakcijos greičio padidėjimas, veikiant fotokatalizatoriui – medžiagai, kuri absorbuoja šviesos kvantus ir tokiu būdu aktyvuojasi bei inicijuoja arba pagreitina chemines reakcijas [13]. Jeigu fotonų energija yra didesnė negu medžiagos draustinės juostos plotis, tuomet jie yra sugeriami ir susidaro fotoelektronai su skylutėmis, kurie inicijuoja elektronų pernašos reakcijas. Kadangi TiO<sub>2</sub> draustinės juostos plotis yra 3,2 eV, veikiant jį artimosios srities UV spinduliuote ( $\lambda < 387$  nm), valentinės juostos elektronai yra sužadinami ir persikelia į laidumo juostą. Taip susidaro elektronų ir skylučių poros, kurios katalizatoriaus paviršiuje dalyvauja oksidacijos – redukcijos reakcijose. Dėl didelės absorbuoto vandens ir hidroksido jonų koncentracijos, reakcijos atlieka svarbų vaidmenį oksidacinio skilimo procesuose, kuriuose taip pat dalyvauja ir molekulinis deguonis O<sub>2</sub> bei laisvasis perhidroksiradikalas HO<sub>2</sub>. Nors titano dioksidas yra medžiaga plačiai naudojama pramonėje dėl savo fotokatalitinių ir dielektrinių savybių, tačiau vis dar neaišku kaip ultravioletinio diapazono fotonai veikia kristalografinių defektų koncentraciją plonuose sluoksniuose ir kaip fotokorozija paveikia dielektrinių dangų charakteristikas. Norint ištirti laidumo pokyčius siejamus su deguonies vakancijų ir elektronų koncentracija reikalingi papildomi impedanso spektroskopijos tyrimai suporuoti su struktūrine medžiagos analize.

•

#### 2.5 UV spinduliuotės poveikis dielektrinėms medžiagoms

Ultravioletine spinduliuote yra vadinama elektromagnetinė spinduliuotė, kurios bangos ilgis mažesnis arba lygus 400 nm. Didėjant fotono energijai intensyvėja ir medžiagoje vykstantys procesai. Dielektrikams turint baigtinį draustinių energijų juostos plotį, kuris bendru atveju viršiją fotono energiją, ir sąveikaujant su skirtingos energijos fotonais, tikimybė būti sužadintam – pramuštam (elektronui persikelti į laidumo juostą) didėja didinant fotono energija. Pavyzdžiui norint sukelti optinį pramušimą DKDP kristalui su fotonais, kurių energija siekia apie 4 eV rekės sukurti energijos tankį didesnį už 5 J/cm<sup>2</sup>, tuo tarpu, jei bus įdarbinti fotonai su energija iki 2,5 eV gali prireikti daugiau negu 25 J/cm<sup>2</sup> [14].

Tuo tarpu optinis pažeidimas gali būti laikomas kaip kritinis ir negrįžtamas procesas medžiagoje, dažnu atveju tai medžiagos abliacija. Tačiau iki pasiekiant pažeidimo slenkstį negalima teigti, kad dielektrinėse medžiagos nieko nevyksta. Aukštų energijų fotonai sąveikauja su gardele ir medžiagoje esančiomis priemaišomis. Paveikiant net ir sąlyginai mažu energijos tankiu taškiniai defektai (energetiniai, elektroniniai, atominiai) gali būti stebimi lydyto kvarco stikluose, kurie pasižymi labai maža absorbcija spektriniame diapazone nuo 250 iki 400 nm. Iš principo šie defektai gali būti traktuojami kaip bet koks nuokrypis nuo tobulos gardelės struktūros, kai kristalinės gardelės atomai veikiami elektromagnetinio lauko svyruoja apie pusiausvyros padėtį ir nukrypsta – taip pažeisdami pusiausvyrinę simetriją. O pasikeitę fluorescensijos spektrai leidžia identifikuoti gardelėje vykstančius pokyčius ir jų tankį. Taškinių defektų tankio priklausomybė tiesiogiai priklauso nuo spinduliuotės intensyvumo [15]. Natūralu, kad tokios defektuotos medžiagos savybės keičiasi lyginant su medžiaga prieš eksponavimą, kai kurie iš galimų defektų inicijuoja papildomas sugerties juostas, sukuria laisvuosius radikalus, o atsiradusios lokalizuotos zonos gali inešti papildomos sklaidos [16] Būtent dėl šios priežasties sparčiai vystosi naujos medžiagų grupės praturtintos specialiomis priemaišomis, to pavyzdys galėtu būti Corning gaminamas lydyto kvarco 7980 KrF stiklas, optimizuotas eksimerinių lazerių emituojamiems bangos ilgiams. Tokio stiklo atominiai ir gardelės ryšiai nėra pilnai apsaugoti nuo defektų atsiradimo, bet juose yra papildomos laisvo vandenilio priemaišos, kurios reaguoja stikle susiformavus laisviesiems radikalams juos neutralizuodamos ir taip išvengiama smarkaus sugerties padidėjimo tendencinguose bangos ilgiose. Optiniai komponentai pagaminti būtent iš tokio stiklo turi ilgesnę gyvavimo trukmę ir yra patvaresni.

#### 3 Darbo metodika

#### 3.1 Bandinių paruošimas

Skirtingi bandiniai buvo paruošti naudojant tris pagrindines optinių dangų gamybos technologijas: jonapluoštį dulkinimą, šiluminį garinimą elektronų spinduliu su ir be papildomo jonų talkinimo. Taip pat skirtingos aukšto lūžio rodiklio medžiagos buvo naudotos suformuojant panašius dielektrinius veidrodžius: TiO<sub>2</sub>, HfO<sub>2</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Tuo tarpu visose dangų architektūrose mažo lūžio rodiklio medžiaga buvo fiksuota kaip silicio dioksidas kaip pats paskutinis garinamas sluoksnis. Taip buvo eliminuojamos galimos aplinkos sąveikos su skirtingais sluoksniais.

Visi bandiniai buvo paruošti ant lydyto kvarco padėklų, kurių paviršiaus kokybė pagal MIL-PRF-13830B neviršijo 20/10 S/D reikalvimo ir kurių pradinis plokštiškumas buvo geresnis negu  $\lambda/8$ , kai matuojama optiniu interferometru su helio-neono dujiniu lazeriu (632,8 nm).

Taip pat buvo gaminti vienasluoksniai bandiniai skirti sluoksnio kokybės charakterizavimui. Sluoksnio storis išlaikytas tipiškas dažniausiai komercijoje naudojamiems NIR veidrodžiams: 350 nm +/-20 nm.

#### 3.2 Matavimai spektrofotometru

Atspindžio ir pralaidumo matavimams buvo naudojamas PhotonRT spektrofotometras, kurį pagamino Essent Optics. Šis spektrofotometras ypatingas tuo kad turi kelis detektorius (Si ir InGaSe) ir kelis šviesos šaltinius (naudojamos deuterio ir halogeninės lempos), kurie gali būti naudojami kartu ir taip pasiekta aukšta spektrinė skyra labai plačiame diapazone (185-990 nm spektrinė skyra 0,6 nm, o 990-2450 nm diapazone- 1,2 nm). Taip pat aparatas turi integruotus poliarizacinės optikos modulius, kurie leidžia be matuotojo įsikišimo kontroliuoti šviesos šaltinio poliarizaciją. Šio tiriamojo darbo metu buvo dirbama plačiame spektriniame diapazone nuo 200 iki 1100 nm, kas apima tiek tendencingus optikos bangos ilgius, tiek ir paveikiančiąją spinduliuotę (365 nm). Matavimai atlikti su nepoliarizuota šviesa atspindžio režime esant kritimo kampui artimam 0 - 8 laipsniams. Pradžioje išmatuojamas optinio komponento atspindžio spektras, tada bandinio staliukas pasukamas, bandinio nepajudinant nuo kaukės ir eksponuojamas UV šviesa (365 nm diodu) su galios tankiu 5 W/cm<sup>2</sup>. Po fiksuotos ekspozicijos staliukas gražinamas į pradinę padėtį ir vėl matuojamas atspindžio spektras. Nejudinant bandinio nuo kaukės ir naudojant tą patį langą tiek UV

šviesos poveikiui, tiek spektrinių charakteristikų matavimui yra užtikrinama, kad išmatuota tiksliai ta pati bandinio zona. Matavimai cikliškai kartojami ir atliekami skirtingose bandinio zonose, kol surenkama statistiškai patikima informacija.

•

#### 3.3 Eksperimentinė atspindžio koeficiento matavimo schema lazeriu

Norint geriau suprasti atsirandančių nuostolių mechanizmą ir vykstančių procesų trukmę, buvo sukonstruotas paprastas lazerinis atspindžio koeficiento matavimo stendas. Stendą sudaro: Nd:IAG lazerinis šaltinis su integruotu antros harmonikos generatoriumi (darbinis režimas - nuolatinė veika, galia - 500 mW, pluošto kokybė - artima TEM<sub>00</sub>, stabilumas - <1 %), pluoštą nukreipianti optika, bandinys ir galios detektorius (7 pav.) Kadangi detektorius yra suderinimas su kompiuteriu – atsiradę atspindžio koeficiento pokyčiai yra fiksuojami ir pateikiami kaip laiko funkcija, kurią riboja tik galios detektoriaus laikinė skyra. Taigi matuojamas galios pokytis nuo laiko atsispindėjusiai šviesai kampu artimu nuliui, kol bandinys ir Nd:IAG lazeriu eksponuojama zona yra papildomai paveikiama UV spinduliuote krentančia 50-70° kampu.



7. Pav. Principinė matavimo schema, kurioje Nd:IAG – nuolatines veikos lazeris, AHG- antros harmonikos generatorius, V1 ir V2 - dielektriniai veidrodžiai optimizuoti darbiniam bangos ilgiui, GD – galios detektorius. UV – ultravioletinės šviesos diodas, kurio darbinis bangos ilgi 365 nm, BD – pasyvus sugeriklis.

#### 3.4 Lokalaus šilimo matavimas nekontaktiniu metodu

Tiriamo titano dioksido ir niobio pentoksido sugertis UV srityje turėtų būti fundamentaliosios prigimties ir tiesiogiai priklausyti nuo draustinių energijų juostos pločio. Sugerto fotono energija panaudojama elektroną perkeliant į laidumo juostą. Bet negalima eliminuoti skirtingų priemaišų, bei relaksacijos procesų įtakos. Norint geriau suprasti sugeriančioje medžiagoje vykstančius procesus buvo matuojamas lokalus temperatūros pokytis UV ekspozicijos metu ir po jos. Lokalus paviršiaus ir tūrio šilimas netiesiogiai parodo kristalografinei gardelei perduodamos energijos kiekį.

Matavimams naudojamas nekontaktinis temperatūros jutiklis ScanTemp 410. Šis jutiklis registruoja temperatūros pokyčius analizuodams 8-14 µm spektrinį diapazoną. Nors matavimo prietaisas turi tikslumą ribotą iki 2 % išmatuotos vertės ir yra stipriai veikiamas terpės tarp bandinio ir jutiklio bei šalutinės aplinkoje esančių objektų spinduliuotės, naudojant du jutiklius ir skirtingą spindulių eigos kelią galima pasiekti korektiškus bei palyginamus temperatūros pokyčio matavimo rezultatus.

#### 3.5 Paviršiaus kokybės įvertinimas

Vienas iš galimų nuostolių mechanizmų atsirandančių dielektrinėse dangose yra sklaida lemta paviršiuje nusėdusių dulkių. Atmosferoje esančios kietosios dalelės veikiamos kartu su veidrodžiu intensyvia elektromagnetine spinduliuote gali būti paveikiamos ir nusėsti ant paviršiaus. Toks mechanizmas išsiskiria elektrostatine sąveika tarp įelektrintų dalelių ir dielektriko viršutinio sluoksnio.

Norint objektyviai nustatyti tiriamojo veidrodžio paviršiaus klasę prieš ir po poveikio UV šviesa buvo naudojamas komercinis prietaisas SavvyInspector SIF-4. Šis prietaisas naudodamas intensyvų LED apšvietimą surenka koncentruotą šviesą atsispindėjusią nuo tiriamo objekto paviršiaus į skaitmeninį CCD jutiklį. Naudojantis plačiais apšvietos kampais prietaisas ne tik įvertina dangoje esančių rėžių ryškumą bei ilgį, bet kartu ir taškinių defektų tankį. Nors paviršiaus kokybės matavimas pagal MIL-PRF-13830B nėra tiesioginis sklaidos matavimas, bet identifikuoti defektai gali būti laikomi sklaidos šaltiniais. Prietaiso konstrukcija riboja minimalų detektuojamą defekto diametrą apie 50 µm.

Siekiant padidinti matavimo rezoliuciją ir sumažinti identifikuojamų paviršiaus defektų bei nuosėdų dydį automatizuoti paviršiaus kokybės matavimai taip pat buvo dubliuojami su matavimais stereo mikroskopu Stereo microscope SZX7.

#### 3.5 Interferometriniai plokštiškumo matavimai

Dielektriniai veidrodžiai, kurių aukšto lūžio rodiklio medžiaga sudaro suminį storį apie 1300-2000 nm, yra stipriai paveikiami dangoje susidarančių įtempių. Šie įtempiai priklauso nuo dangos tankio ir stachiometrijos (kristalinės grupės, kristalitų dydžio, koncentracijos ir orentacijos), bei gali išlenkti veidrodžio padėklą taip pakeisdami plokštiškumo matavimo rezultatus. Keičiant sluoksnių kokybinius parametrus ir porų ar defektų koncentracija yra tiesiogiai paveikiami paviršiaus įtempimai, kurie nulemia komponento plokštiškumą.

Paviršiaus plokštiškumo priklausomybės nuo papildomos UV apšvitos matavimams buvo naudojamas ZYGO Verifire XP/Z interferometras, kuris turi integruotą He-Ne dujų lazerį kurio spinduliuotės koherentiškumo ilgis didesniu negu 100 m. Toks interferometras kartu su etalonu yra apribotas iki 2 nm paviršiaus formos matavimams. Matavimu rezultate gaunamas grafinis viso matuojamo paviršiaus aukščio žemėlapis, kuriame galima išskirti aktualias zonas.

Plokštiškumo matavimo metu matuojama zona buvo papildomai eksponuojama UV spinduliuote 70 - 75° kampu, taip eliminuojant spinduliuotės poveikį detektoriui ir atraminiam etalonui.



8. Pav. Principinė matavimo schema, kurioje He-Ne – interferometre integruotas nuolatines veikos He-Ne lazeris, UV – ultravioletinės šviesos diodas, kurio darbinis bangos ilgis 351 nm, BD – pasyvus sugeriklis.

#### 3.7 Rentgeno spindulių difrakcijos matavimai

Rentgeno spindulių difrakcijos matavimai leidžia kokybiškai įvertinti ploną sluoksnį sudarančios polikristalitinės medžiagos kristalitų dydį, fazę bei kokybę. Matavimu metu yra skenuojama sluoksnį sudarančių kristalitų ir kitų fizikinių sistemų atvirkštinė gardelė – nuo gardelės difragavusio spindulio banginį vektorių k' atitinka vienas iš atvirkštinės gardelės vektorių g,

$$k'=k+g,$$

čia k – krintančio spindulio banginis vektorius. Kadangi daugumą atvirkštinės gardelės mazgų atitinka maži struktūriniai faktoriai, paprastai polikristalinių medžiagų difraktogramas sudaro baigtinis difrakcinių atspindžių skaičius, palyginamas su atspindžių skaičiumi įprastinių kristalų difraktogramose. Tuo tarpu atsirandančių smailių išplitimas ir jų santykinis aukštis padeda apskaičiuoti (Ritveldo analizės metu) esančių kristalitų dydį, bei kokybę: įtempius esančius kristalinėse ašyse ir jų sąlygotą gardelės deformaciją.

Dauguma kristalinių medžiagų turi daugiau negu vieną kristalografinę fazę. Dažniausiai norint pakeisti gardelės parametrus reikalinga didelė energija – kristalinės dielektrinės medžiagos kaitinomos iki tūkstančio laipsnių Celcijaus ir daugiau siekiant užregistruoti fazinius virsmus. Šiuo atveju buvo tiriami gardelės parametrai juos paveikiant didelio intensyvumo UV spinduliuote. Užregistruoti duomenis leido Ritveldo (Rietveld) analizės metu apskaičiuoti kristalografinės gardelės plėtimasi kiekvienai kristalografinei ašiai. Svarbiausia, kad iš šio matavimo galima tiksliai matyti bet kokius kristalografinius persigrupavimus, fazės pokyčius ir jiems priskirti apšvitos energijas, jeigu pokyčiai vienkrypčiai, negrįžtami, taip apibrėžiama dielektrinio sluoksnio naudojimo ribos.

XRD matavimams naudojamas rentgeno spindulių difraktometras SmartLab (Rigaku, Japonija) naudojant CuKα1(1,5406Å) spinduliuotę. Matavimo metu rentgeno vamzdyje buvo palaikoma 45 kV įtampa ir 35 mA srovė. Detektorius judėjo kampu 2Θ nuo 5 iki 120 laipsnių, su 0,03 laipsnio žingsniu.

#### 3.6 Impedanso spektroskopija

Kompleksinės varžos spektroskopija yra plačiai naudojama dielektrikų, joninių laidininkų ir puslaidininkių tyrimams. Impedanso spektroskopijos metodas leidžia išmatuoti kompleksinę varžą ( $\tilde{Z} = Z' + iZ''$ ), kompleksinį laidumą ( $\tilde{\sigma} = \sigma' + i\sigma''$ ), dielektrinę skvarbą ( $\tilde{\varepsilon} = \varepsilon' - i\varepsilon''$ ), elektrinį modulį ( $\tilde{m} = \frac{1}{\varepsilon}$ ) ir nuostolių kampą ( $tg(\delta)$ ).

Bandinį veikiant žadinimo signalu, medžiagoje gali vykti sudėtingi procesai: masės pernaša, cheminės reakcijos, defektų atsiradimas ir net mikrostruktūros pokyčiai. Šie procesai tiesiogiai lemia bandinio varžą, talpą ir kitus parametrus. Atliekant eksperimentus plačiame dažnių diapazone medžiagos elektrinių parametrų pokyčius tam tikrais atvejais galima susieti su medžiagoje vykstančiais reiškiniais.

Kompleksinė varža rodo medžiagos priešinimąsi kintamos elektros srovės tekėjimui. Tačiau impedansą apibūdina ne tik įtampos ir srovės vertės, bet ir fazė tarp jų. 3 pav. yra pateikta impedanso kompleksinėje plokštumoje iliustracija.

Fazių skirtumo kampas tarp srovės ir įtampos gali būti aprašomas taip:



9 pav. Impedansas kompleksinėje plokštumoje.

Grynai aktyvinės varžos atveju fazių skirtumas tarp įtampos ir srovės lygus nuliui. Impedanso realioji dalis atitinka aktyviąją varžą, o menama - reaktyviąją varžą (ji gali būti tiek teigiama, tiek neigiama). Aktyvioji varža reiškia negrįžtamus nuostolius, o menamoji varža rodo, jog energija yra kaupiama elektriniame ar magnetiniame lauke.



10 pav. supaprastinta blokinė plačiajuosčio impedanso spektrometro schema.

Matavimai buvo atlikti kombinuojant dvi skirtingas matavimo technikas viename prietaise (supaprastinta matavimo blokinė prietaiso schema yra pateikta 10 pav.). Aukštuose dažniuose (iki 10 GHz) matavimui naudojamas grandinių analizatorius Agilent E5071A, valdomas kompiuteriu. Šis grandiniu analizatorius matuoja keturpolio atspindžio ir perdavimo parametrus, iš kurių apskaičiuojamas impedansas.

Taigi, dielektrinių dangų bandiniai buvo matuojami skirtingose sąlygose: temperatūrų diapazone nuo 300 iki 500 K, papildomai apšvietus intensyvia UV spinduliuote ir be jos.

Matavimų diapazonas siekė nuo 100 Hz- iki 2 MHz. Šiais tyrimais buvo siekta nustatyti bandinio varžos pokyčius susijusius su sugeneruotais fotoelektronais ir skylėmis.

#### 4. Rezultatai ir jų aptarimas

# 4.1 Dielektrinių dangų atspindžio koeficiento priklausomybės nuo UV ekspozicijos tyrimas

Tyrimuose buvo matuojamos 3 skirtingos dangų grupės: dangos pagamintos naudojant Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, HfO<sub>2</sub> ir TiO<sub>2</sub>, taip pat buvo lyginta gamybos technologijos įtaka stebimam reiškiniui. Apačioje pateiktoje lentelėje yra tirtų bandinių apibendrinimas, kur nuostolis skaičiuojamas kaip atspindžio koeficiento skirtumo prieš ir po ekspozisijos UV spinduliuote vidurkis. Dėl aparatinės specifikos buvo išskirti skirtingi spektriniai diapazonai: 200 nm – 1100 nm, 400 nm – 800 nm ir 900 nm -1100 nm.

Aukšto lūžio rodiklio medžiaga	Žemo lūžio rodiklio medžiaga	Gamybos technologija	Nuostolis diapazone 200-1100 nm, %	Nuostolis diapazone, 400-800 nm, %	Nuostolis diapazone 900-1100 nm, %
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SiO <sub>2</sub>	Jonapluoštis dulkinimas	0,04	0,03	0,12
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SiO <sub>2</sub>	Šiluminis garinimas su jonų talkinimu	0,56	0,97	0,14
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SiO <sub>2</sub>	Šiluminis garinimas elektronų pluoštu	0,92	0,36	1,27
HfO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Šiluminis garinimas elektronų pluoštu	0,00	0,05	0,17
HfO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub> +HfO <sub>2</sub>	Jonapluoštis dulkinimas	0,05	0,06	0,06
HfO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	Šiluminis garinimas elektronų pluoštu	-0,01	-0,04	-0,01
TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	Šiluminis garinimas su jonų talkinimu	0,65	0,01	2,84
TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	Jonapluoštis dulkinimas	4,24	0,13	8,86

#### 3 lentelė. Apibendrinti eksperimento rezultatai

		Šiluminis			
TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	jonų talkinimu	5,77	7,32	0,743
TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	Šiluminis garinimas elektronų pluoštu	0,25	0,31	0,05

Jautriausios UV spinduliuotei pasirodė dangos savo sudėtyje turinčios TiO<sub>2</sub>, kurios pasižymi sugertimi diapazone apie 365 nm. Tuo tarpu optiniai komponentai, kurių dangose naudojamas hafnio dioksidas nedemonstravo pastebimos atspindžio koeficiento degradacijos.

Iš spektrofotometrinių matavimų matyti atspindžio koeficiento tolygus sumažėjimas plačiame spektriniame regione. Išskiriant zonas, kuriose matuojami veidrodžiai yra optimizuoti galima aiškiai identifikuoti UV ekspozicijos inicijuotus pokyčius stebimus bandiniuose, kurių konstrukcijoje naudotos  $TiO_2$  (11 pav.).



11 pav. Dielektrinių veidrodžių atspindžio koeficiento nuostoliai atsiradę po UV ekspozicijos. Matavimai atlikti kiekvieno veidrodžio optimaliame spektriniame ruože.



•

12 pav. Bandinio, paruošto iš Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> šiluminio garinimo su jonų talkinimu metodu, atspindžio koeficiento priklausomybė nuo bangos ilgio, prieš eksponuojant UV šviesa ir po ekspozicijos.



13 pav. Bandinio, paruošto iš TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> šiluminio garinimo elektronų pluoštu metodu, atspindžio koeficiento priklausomybė nuo bangos ilgio, prieš eksponuojant UV šviesa ir po ekspozicijos

Bandiniai parodę didžiausią atspindžio koeficiento pokytį plačiame diapazone buvo papildomai atkaitinti klimatinėje kameroje su santykine drėgme >50%. Atkaitinimui pasirinktos programos su 2 ciklais kaitinant iki 75°C ir laikant po 4 valandas aukštoje temperatūroje. Tap buvo siekta porėtoje sluoksnių struktūroje užtikrinti maksimalų kiekį atmosferinio vandens.



14 pav. Bandinio, paruošto iš Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> šiluminio garinimo su jonų asistavimu metodu, atspindžio koeficiento pokyčio priklausomybė nuo bangos ilgio, bandinį papildomai atkaitinus drėgnoje atmosferoje ir be atkaitinimo.

Lyginant rezultatus galima identifikuoti charakteringų smailių padėtis spektre – esant pilnam šių smailių pozicijų sutapimui gali būti, kad porose esančio vandens įtaką stebimam reiškiniui yra nežymi arba jos išvis nėra. Atliekant atspindžio koeficiento degradacijos matavimus su laikinė skyra buvo stebimas tendencingas nuostolių įsisotinimas per maždaug 300 s bandiniams su Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ir apie 160 s bandiniams su TiO<sub>2</sub> (15 pav.)



15 pav. Bandinių, paruoštų iš Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> ir TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> šiluminio garinimo su jonų talkinimu metodu, atspindžio koeficiento pokyčio priklausomybė nuo laiko, matuojant vienam bangos ilgiui 532nm, kol eksponuojama UV šviesa.

# 4.2 Dielektrinių dangų paviršiaus formos ir temperatūros priklausomybės nuo UV ekspozicijos tyrimas





Lygiagrečiai paviršiaus formos kitimas buvo tirtas bandiniams paruoštiems su skirtingomis aukšto lūžio rodiklio medžiagomis: Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> ir TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> ir skirtingomis dengimo technologijomis: šiluminio garinimo elektronų pluoštu ir joniniu dulkinimu. Apibendrinant rezultatus galima konstatuoti, kad dangos pagamintos Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pagrindu nedemonstravo aptinkamo šiluminio ar paviršiaus išsigaubimo rezultato kitaip negu dielektriniai veidrodžiai pagaminti TiO<sub>2</sub> pagrindu. Detektuoti TiO<sub>2</sub> paviršiaus formos pokyčiai buvo panašūs nepriklausomai nuo dangos tankio ir garinimo technologijos.

Tyrimo metu nustatyta, kad UV spinduliuotės veikiama TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> veidrodžio zona keičiasi (16 pav.) ir jau po 5 sekundžių įžvelgiamas aiškus kontrastas tarp bendrojo veidrodžio paviršiaus ir paveiktosios zonos plokštiškumo. Pateiktose interferogramose raudona spalva žymi skubančia banga t.y. paviršiaus iškilumus, taigi UV spinduliuote veikiamoje zonoje sklindanti ir

atsispindinti banga įveikia mažesnį optinį kelią – t.y. grįžta ankstesnės fazės. Analoginis procesas būtų šiluminis plėtimasis kai danga plečiasi ir jos paviršius lokaliai ir tolygiai išsigaubia. Maksimali eksperimento metu pasiekta lokalios iškylos vertė siekė 66 nm (+/-2nm), kai bendras tiriamos dangos storis buvo apie 3,9 μm iš kurių suminis TiO<sub>2</sub> sluoksnių storis siekė apie 1,5 μm. Žinant maksimalią TiO<sub>2</sub> linijinio temperatūrinio plėtimosi koeficiento vertę, kuri yra 11,8 10<sup>-6</sup>/K buvo apskaičiuota efektinė temperatūra stebimam plėtimuisi, kuri siekė daugiau negu 3500 °C ir nekorialiavo su eksperimentiniais rezultatais. Taigi vien dangos linijinis plėtimasis negali paaiškinti stebėto paviršiaus iškylimo. Realesnis yra viso pagrindėlio išilimas dėl šilumos difuzijos nuo sugeriančios TiO<sub>2</sub> dangos ir to sukelta pagrindėlio deformacija. Paėmus reikiamas skaičiavimams lydyto kvarco vertes:

 $\rho = 2,2 \text{ g/cm}^3$  (tankis),

 $K = 1,38 \text{ W/(m} \cdot \text{K})$  (šilumos laidumas),

C = 740 J/(kg·K) (specifinė šiluma),

šilumos difuzijos ilgį *x*, įmant apšvitinimo trukmę t =100 s, gauname lygų:

$$x = \sqrt{\frac{Kt}{C\rho}} = 0.92 \ cm.$$

Taigi švitinant bent 100 s šiluma nuo sugeriančios TiO<sub>2</sub> dangos difunduos 9,2 mm t. y. daugiau nei veidrodžio pagrindėlio, ant kurio užgarinta danga, storis. Mūsų atveju pagrindėlio storis buvo lygus 5 mm, taigi galime apytiksliai skaityti, kad per jo storį temperatūra gali būti panaši.

Jeigu įmame, kad tą stebimą paviršiaus pakilimą sukelia pagrindėlio deformacija tai tam reikiamas temperatūros pokytis dėl UV spinduliuotės poveikio turi būti:

$$\Delta T = \frac{\Delta l}{\alpha l}$$

čia  $\Delta l$  – paviršiaus pokytis,  $\alpha$  – linijinio plėtimosi koeficientas, l – pagrindėlio storis. Imant eksperimente naudoto lydyto kvarco pagrindėlio vertes  $\Delta l=60$  nm,  $\alpha=0,56$   $\cdot 10^{-6}$  K<sup>-1</sup>, l=5 mm, gauname  $\Delta T=21,4$  K.

Dabar įvertinsime kiek tokiam pokyčiui sukelti reikia sugerti UV šaltinio energijos. Imsime formulę susiejančią tokiam išylimui reikalingą energiją su lydyto kvarco šiluminiais parametrais:

$$E = C\rho V \Delta T,$$

čia  $V = \pi r^2 l$  yra UV šaltiniu apšvytintas pagrindėlio tūris. Įmant apšvytintos dėmės spindulį lygu 2 mm tūris yra lygus V=0,063 cm<sup>3</sup>, o įšildymui reikalinga energija yra E $\approx$ 2,05 J.

Imant UV lazerio spinduliuotės srautą lygų 5 W/cm<sup>2</sup> ir vienodą per visą 4 mm skersmenį gausime ten patenkančią galią P=0,63 W. Įmant apšvitos trukmę lygia 100 s per tokį plotą praeina energija lygi  $E=Pt=0,63\cdot100$  Ws=63 J. Taigi net įskaitant šilumos nuostolius dėl difuzijos visomis trijomis kryptimis padidinančius reikalingą galią 6 kartus, dar galime reikiamą energiją surinkti esant sugerčiai tik 20 %. Tai atrodo artima realiems parametrams.

Tuo tarpu laikinė paveiktos zonos lokalios iškylos evoliucija iš principo sutampa su atspindžio koeficiento degradacijos tyrimo rezultatais pateiktais 15pav. Ekspozicijos pradžioje lokali iškyla sparčiai auga ir apie 60 s pasiekia savo aukščio maksimalią vertę nuo pradžios, sekantys pokyčiai vyksta horizontaliai paveiktajai zonai plečiantis, bet absoliutinėmis vertėmis neaugant. Iškylos aukščio priklausomybė nuo laiko pateikta 17 pav.



17 pav. Bandinio paruošto iš TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> šiluminio garinimo elektronų pluoštu lokalios iškylos aukščio priklausomybės grafikas nuo laiko. Eksperimentas atliekamas eksponuojant 100 s.

	Laikas, s	Lokali iškyla,nm	Šiurkštumas, nm	PV, nm
e II	0	0	7	51
oja	5	23	5	40
Eksponu UV spinduli	10	54	9	77
	30	62	13	91
	60	66	15	107
Nutraukus UV ekspoziciją	100	59	13	92
	105	47	15	77
	110	31	14	60
	120	38	11	67

# 4 lent. Bandinio paruošto iš TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> šiluminio garinimo elektronų pluoštu paviršiaus formos matavimo rezultatai nuo laiko. Eksperimentas atliekamas eksponuojant 100 s vėliau stebima relaksacija.

Paviršiaus temperatūros ir kosmetinės kokybės matavimai jokio atsako į šalutinę UV spinduliuotę nedemonstravo. Vertinant matomus defektus pagal MIL-PRF-13830B standartą naudoti baltos šviesos halogeniniai šaltiniai, kurių galia didesnė negu 15W. Patys defektai įvertinti stebint atspindintį paviršių dviem būdais: sterio mikroskopu ir kompiuterizuotu matavimo prietaisu SavvyInspector SIF. Matvimo metu registruojamas kiekvienas defektas ir įvertintas jo dydis palyginamuoju budu pagal standarte nurodytą brėžinį C7641866. Prieš ekspoziciją ir po jos paviršiaus kokybė pagal MIL-PRF-13830B standartą nustatyta tokia pati, jokių didesnių defektų ar kietų dalelių didesnių negu 50 µm atsiradimo neaptikta.

#### 4.3 TiO<sub>2</sub> plono sluoksnio struktūros tyrimas.

Sistemingai gilinantis į atsiradusių nuostolių prigimtį svarbu suprasti fizikinius procesus medžiagoje ir aiškiai aprašyti tiriamųjų medžiagų kokybę. Todėl siekiant aiškesnių rezultatų buvo matuojamos dvi bandinių grupės: vienasluoksniai bandiniai, kurių sluoksnių storis siekia apie 350 nm ir daugiasluoksniai komerciniai veidrodžiai pagaminti iš dešimčių TiO<sub>2</sub> ir SiO<sub>2</sub> plonų sluoksnių.

Iš atliktų rentgeno difrakcijos matavimų prieš ir po šalutinės UV ekspozijos matyti, kad principinė kristalografinė struktūra nesikeičia, nei vienasluoksniuose bandiniuose nei



daugiasluoksniuose. Charakteringos rentgenogramos smailės leidžia identifikuoti sluoksnį sudarančiu kristalitu kristalografine gardele, kuri yra beveik išimtinai rutilas su maža anatazo koncentracija (atitinkamai anatazo ( $2\theta$  = 25,3°), rutilo  $(2\theta =$ 27,5°)). Pagal smailiu išplitimą apskaičiuotas gardelės tūris atvejais abiem prieš UV ekspozicija ir po jos leidžia prielaida, daryti kad akivaizdaus jos plėtimosi nėra ir nevyksta faziniai virsmai.

18 pav. TiO<sub>2</sub> plono sluoksnio rentgeno spindulių difraktograma prieš (apačioje) ir po (viršuje) apšvytinimo šalutine UV spinduliuote

#### 4.4 Sluoksnių elektrinių parametrų matavimai.

Elektrinių parametrų matavimams skirti bandiniai buvo pagaminti išskirtinai iš vieno sluoksnio TiO<sub>2</sub>, kurio storis siekia 350 +/-20nm, gamybos technologija: šiluminis garinimas elektronų pluošteliu su papildomu jonų asistavimu. Ruošiantis varžos matavimams bandiniai buvo padengti platinos ir sidabro elektrodais, kurių geometrija pademonstruota 19 paveikslėlyje.

Titano dioksido plonų sluoksnių elektrinių parametrų matavimai sluoksnį paveikiant



1 mm (+/-0.1)

19 pav. Bandinių naudotų plono sluoksnio laidumo matavimas geometija

šalutine UV spinduliuote akivaizdžių rezultatų nedave, diapazone nuo 100 Hz iki 2 MHz sluoksnio varža buvo tipinė dielekrikui ir viršijo naudoto prietaiso matavimo ribas. Net ir paveikus spinduliuote, kurios fotono energija buvo didesnė už draustinį energijų juostos plotį (3.2eV) elektrinė nepakito iki matavimo varža aparatūrai išmatuojamų verčiu. Temperatūriniai matavimai taip pat nebuvo rezultatyvus - visą laiką mtuojama buvo tik menama dalis, realios nesimatė iki pat 600 K. O ir ta menama dalis mažai priklausė nuo temperatūros.

Proceso metų nestebint laidumo pakitimų asocijuojamu su fotoelektronais todėl gali būti, kad, kad atsiradę laisvi elektronai ir skylės greitai sudalyvavo chemisorbcijos reakcijose. Išmatuotas aktyvinės ir slinkties srovės medžiagoje santykis skirtingiems bandiniams yra lygus 9,8 (+/-0,3)\*10<sup>-4</sup>. Yra žinoma [17], kad vanduo ant Ti(IV) centrų gali chemosorbuotis dvejose formose – molekulinėje arba OH<sup>-</sup> jonų, kurie susidaro TiO<sub>2</sub> paviršiuje disocijuojant vandens molekulei. Molekulinio vandens absorbcija TiO<sub>2</sub> paviršiuje yra labai greitas procesas. Lyginant su rutilu, anatazui būdinga didesnė geba paviršiuje koncentruoti OH<sup>-</sup> jonus, o tai gali būti viena iš anatazo didesnio fotokatalizinio aktyvumo, palyginus su rutilu, priežasčių. Atlikus vienasluoksnių TiO<sub>2</sub> bandinių matavimus infraraudonajame diapazone ir išanalizavus pralaidumo funkcijos pokyčius lemtus UV spinduliuotės, buvo pastebėtas nuostolių padidėjimas spektriniame diapazone netoli 1400 nm (20 pav.). Toks pralaidumo funkcijos pakitimas gali būti siejamas su OH<sup>-</sup> radikalų charakteringaja sugertimi, Šie rezultatai koreliuoja su atspindžio koeficiento matavimo rezultatais ir sluoksnio kokybės tyrimu,



20 pav. TiO<sub>2</sub> plono sluoksnio pralaidumo nuostoliai spektriniame diapazone nuo 1300 iki 1500 nm po ekspozicijos šalutine UV spinduliuote.

#### 5. Išvados

- UV šviesa paveikus dielektrinius veidrodžius su plonais TiO<sub>2</sub> sluoksniais, naudojamais kaip didelio lūžio rodiklio medžiagomis kartu su SiO<sub>2</sub> sluoksniais naudojamais kaip mažo lūžio rodiklio medžiagomis, stebėtas jų atspindžio koeficiento mažėjimas nuo 0,5% iki 1,48% spektriniame diapazone, kuriame tirti veidrodžiai yra optimizuoti.
- 2. Veidrodžiuose pagamintuose iš HfO<sub>2</sub> ir SiO<sub>2</sub> nebuvo aptikti su ekspozicija UV spinduliuote susiję atspindžio koeficiento nuostoliai.
- Nebuvo rasta ryšio tarp dangų porose esančios drėgmės ir atspindžio koeficiento degradacijos proceso. Taip pat buvo nustatyta, kad visiškai išvengti šio proceso negalima netgi sutankinus sluoksnį keičiant garinimo technologiją.
- 4. Iš TiO<sub>2</sub> plėvelių pagamintų dangų paviršiaus formos pokyčiai dėl šalutinės UV spinduliuotės yra artimi teoriniams šiluminio plėtimosi skaičiavimams sistemoje, kurią sudaro dielektrinė danga ir lydytas kvarcas.
- 5. TiO<sub>2</sub> sluoksnį paveikus išorine UV spinduliuote atsiradę fotoelektronai galimai dalyvauja chemisorbsijos reakcijoje, o struktūroje atsiradęs OH<sup>-</sup> radikalas lemia sugertį (diapazone ~1,4um) ir sklaidą, tačiau nekeičia sluoksnio lūžio rodiklio.
- 6. Norint eliminuoti OH<sup>-</sup> poveikį atspindžio koeficientui, optinį komponentą pakanka nuvalyti etilo alkoholiu.

#### 6. Literatūra

- E. Lorenzo, C. J. Oton, N. E. Capuj, M. Ghulinyan, D. Navarro-Urrios, Z. Gaburro, and L. Pavesi, "Porous silicon-based rugate filters.," *Appl. Opt.*, vol. 44, no. 26, pp. 5415–5421, 2005.
- [2] A. J. Thelen, "Design of optical interference coatings 1992," *Proc. SPIE*, pp. 49–54, 1993.
- [3] Melles Griot, "Optical Coatings," *Opt. Express*, vol. 18, no. 4, pp. 1–36, 2006.
- [4] O. S. Heavens, "Thin-film Optical Filters," *Opt. Acta Int. J. Opt.*, vol. 33, no. 11, pp. 1336–1336, 1986.
- [5] N. Kaiser, "Review of the fundamentals of thin-film growth.," *Appl. Opt.*, vol. 41, no. 16, pp. 3053–3060, 2002.
- [6] M. Friz and F. Waibel, "Coating Materials for Different Deposition Techniques," *Opt. Interf. Coatings*, no. Macleod 1986, p. 26, 2003.
- [7] S. M. Rossnagel, "Magnetron plasma deposition processes," *Thin Solid Films*, vol. 171, no.
  1, pp. 125–142, 1989.
- [8] L. L. C. .E. Bennnett, A.H. Guenther, "Shockwave detection, an efficiant way to determinate multiple-pulse demage thresholds, in induced dmage in optical materials," *NIST spec. Publ*, no. 801, pp. 180–186, 1989.
- [9] M. Vargas, N. R. Murphy, and C. V. Ramana, "Structure and optical properties of nanocrystalline hafnium oxide thin films," *Opt. Mater. (Amst).*, vol. 37, no. C, pp. 621–628, 2014.
- [10] K. Katayama, K. Hasegawa, Y. Takahashi, T. Akiba, and H. Yanagida, "Humidity sensitivity of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-doped TiO<sub>2</sub> ceramics," *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 24, no. 1, pp. 55–60, 1990.
- [11] G. Gu, Z. He, Y. Tao, Y. Li, J. Li, and H. Yin, "Conductivity of nanometer TiO 2 thin films by magnetron sputtering," *Vacuum*, vol. 70, pp. 17–20, 2003.
- M. A. Ponce, R. Parra, R. Savu, E. Joanni, P. R. Bueno, M. Cilense, J. A. Varela, and M. S. Castro, "Impedance spectroscopy analysis of TiO2 thin film gas sensors obtained from water-based anatase colloids," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 139, no. 2, pp. 447–452, 2009.

[13] B. Ohtani, *Photocatalysis by inorganic solid materials: Revisiting its definition, concepts, and experimental procedures*, vol. 63. 2011.

•

- [14] C. W. Carr, H. B. Radousky, and S. G. Demos, "Wavelength dependence of laser-induced damage: determining the damage initiation mechanisms.," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 91, no. 12, p. 127402, 2003.
- [15] S. Xu, X. Yuan, X. Zu, H. Lv, X. Jiang, L. Zhang, and W. Zheng, "Laser-induced defects in fused silica by UV laser irradiation," *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 353, no. 44–46, pp. 4212– 4217, 2007.
- [16] D. Johlen, F. Knappe, H. Renner, and E. Brinkmeyer, "UV-induced absorption, scattering and transition losses in UV\nside-written fibers," *OFC/IOOC*. *Tech. Dig. Opt. Fiber Commun. Conf. 1999, Int. Conf. Integr. Opt. Opt. Fiber Commun.*, vol. 3, pp. 4–6, 1999.
- [17] V. E. Henrich and P. A. Cox, *The Surface Science of Metal Oxides*, vol. 7, no. 1. 1994.

### Santrauka

#### Laurynas Šatas

Šalutinės UV spinduliuotės paveiktų daugiasluoksnių dielektrinių veidrodžių tyrimas.

Ištobulėjus lazerinėms technologijoms, monochromatiniai koherentiniai šviesos šaltiniai tapo plačiai naudojamu ir patikimu įrankiu ne tik moksiniuose tyrimuose, bet ir pramonėje, medicinoje ir karyboje . Dar platesnis lazerių paplitimas yra galimas tik atpiginus jų gamybą ar pritaikius didesniam taikymų ratui, o tam lazerių ir jų komponentų gamybos procesą gali būti sukuriami komponentai jautrūs papildomiems dirgikliams ar aplinkos sąlygoms, kurios paprastai nebūdavo įskaitomos. Akivaizdu, kad optinių komponentų kokybė apribos tokios lazerinės sistemos patikimumą ir veikimo tikslumą. Dielektrinėmis dangomis padengta optika tiek rezonatoriaus viduje tiek ir už jo privalo neprarasti savo savybių plačiame temperatūrų diapazone, esant išoriniam gniuždymui ar tempimui taip pat susiduriant su išorinės aplinkos poveikiu. Šiame darbe nagrinėjamos dielektrinių veidrodžių pagamintų iš populiariausių metalų oksidų (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, HfO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>) charakteristikos ir jų pokytis siejamas su plačiai praktikoje sutinkama išorine UV spinduliuote.

Komerciniai dielektriniai veidrodžiai, optimizuoti NIR spektiniame diapazone, buvo tiriami spektrofotometru, bei keletu jautresniu atspindžio koeficiento matavimo schemu siekiant identifikuoti veidrodžius jautrius UV spinduliuotei. Visų tyrimų metu lyginami rezultatai prieš ir po paviršiaus apšvietimą intensyvia 365 nm spinduliuote. Atrinkus medžiagų grupes, kurios yra jautrios minėtajai UV spinduliuotei buvo gilinimasi į vykstančius procesu. Atlikti elektrinių savybių, rentgeno difrakcijos, IR spektroskopoijos matavimai leido geriau suprasti galimo proceso prigimti.

Lyginant atspindžio koeficiento mažėjimo rezultatus galima padaryti išvada, kad TiO<sub>2</sub> pagrindu pagaminti veidrodžiai yra išskirtinai jautrus ultravioleteiniai spinduliuotei. Išanalizavus impedanso spektroskopijos, rentgeno difraktometrijos ir IR spktroskopijos rezultatus galime daryti prielaidą, kad TiO<sub>2</sub> sluoksnį paveikus išorine UV spinduliuote atsiradę fotoelektronai galimai dalyvauja chemisorbsijos reakcijoje, o struktūroje atsiradęs OH- radikalas lemia sugertį (diapazone ~1,4um) ir sklaidą, tačiau nekeičia sluoksnio lūžio rodiklio.

## **Summary**

#### Laurynas Šatas

Investigation of multilayer dielectric mirrors after extraneous UV exposure

Nowadays laser sources are widely used in material processing and military market as a tool for precision cutting application or ultrahigh resolution measurements. At this moment high price of laser sources are still limiting range of commercial application. Reducing cost of laser sources and components are the main task of global manufactures. Meanwhilke it is obvious that dielectric coated optics are key components limiting performance of final system. These components have to handle wide range of temperatures, physical pressure and various extraneous exposures. The aim of this work is to determinate which commercially available metal oxide based dielectric mirror are sensitive to UV exposure and to understand mechanism of losses. Some deeper investigation results of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, HfO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, are presented in this work.

Commercially available dielectric mirrors optimized for use in NIR spectral range were investigated with spectrophotometer and custom laser based reflectivity measurement set-us. These measurements were held in dark and under UV exposure in order to determinate changes in reflectivity. To understand changes in thin films which resulted in degradation of reflectivity additional X-ray diffraction, IR spectroscopy and impedance spectroscopy measurements were done.

It is clear that  $TiO_2$  based laser mirrors are sensitive to UV exposure and final reflectivity decrease after exposure. Impedance spectroscopy, X-ray diffraction and IR spectroscopy results suggests that generated photoelectrones are participating in chemisorbtion which results OHions, OH- ions in the structure might be the source of absorption and scattering losses, but refractive index of TiO<sub>2</sub> layer is not changing.