

VILNIAUS UNIVERSITETAS
FIZIKOS FAKULTETAS
KIETOJO KŪNO ELEKTRONIKOS KATEDRA

Mantas Vitkus

ELEKTRONŲ PLUOŠTU NUSODINTŲ TiO_2 IR Al_2O_3 MIŠINIŲ SU
 Pr_6O_{11} IR La_2O_3 PLONŲ SLUOKSNIŲ SAVYBIŲ TYRIMAS

Magistratūros baigiamasis darbas

Fizikinės technologijų ir jų vadybos
studijų programa

Studentas	M. Vitkus
Darbo vadovas	S. Kičas
Recenzentas	Dr. K. Juškevičius
Katedros vedėjas	prof. K. Arlauskas

Vilnius 2016

Turinys

Įvadas	4
1 Literatūros apžvalga	5
1.1 Plonų sluoksnių interferencinės dangos	5
1.2 Dangų formavimo technologijos	9
1.2.1 Dangų formavimas elektronų pluoštu	9
1.2.2 Dangų formavimas elektronų pluoštu su papildomu jonų sutankinimu.....	10
1.2.3 Dulkinimas jonų pluoštu	10
1.3 Pagrindinės interferencinių dangų charakteristikos	12
1.3.1 Optinis nevienalytiškumas	12
1.3.2 Paviršiaus sklaida	15
1.3.3 Įtempiai plonuose sluoksniuose	16
1.3.4 Pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis	18
1.3.5 Garinimo procesų stabilumas ir taškiniai defektai	18
1.4 Oksidinės medžiagos ir jų savybės	20
1.5 Oksidinių medžiagų mišiniai ir jų savybės	23
2 Tyrimo metodika	29
2.1 Plonų sluoksnių formavimas naudojant elektronų pluoštą.....	29
2.2 Plonų sluoksnių optinių charakteristikų nustatymas	30
2.3 Plonų sluoksnių įtempių matavimai	32
2.4 Kristališkumo ir sluoksnių paviršiaus šiurkštumo nustatymas naudojant AFM technologiją.....	33
2.5 PLSS matavimai	34
3 Eksperimentai	35
3.1 Naudotos medžiagos	35
3.2 Suformuoti bandiniai.....	36
3.3 Plonų dielektrinių sluoksnių charakterizavimas.....	37
3.3.1 Optinės savybės.....	37
3.3.2 Nevienalytiškumas sluoksniuose.....	40
3.3.3 Įtempiai sluoksniuose.....	41
3.3.4 Paviršiaus morfologija	42
3.3.5 Taškiniai defektai	45
3.3.6 Pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis	46

3.4 Oksidiniai mišiniai daugiasluoksnėse dielektrinėse dangose.....	51
3.4.1 Skaidrinančioji danga.....	51
3.4.2 Dielektrinis veidrodis	52
Rezultatai ir išvados	55
Literatūros sąrašas	56
Santrauka.....	59
Summary	60

Ivadas

Augant lazerių ir fotonikos rinkai, ir progresuojant lazerinėms technologijoms auga poreikis vis sudėtingesnėms optinių dangų technologijoms [1]. Dažnai optinių dangų technologiją riboja ribotas medžiagų su tiksliai žinomomis charakteristikomis pasirinkimas bei šių charakteristikų ribotumas. Norint sukurti optines dangas su unikalėmis charakteristikomis reikia ieškoti ir tirti naujas medžiagas ar jų mišinius. [2]

Pagrindiniai ribojantys veiksniai susiję su medžiagų pasirinkimu formuojant optines dangas – lūžio rodiklis, sugertis, lūžio rodiklio nevienalytiškumas, vidiniai įtempiai dangose, mechaninis dangos atsparumas, lazerio spinduliuotės pažeidimo slenkstis, bei atmosferinis stabilumas [3]. Kuriant optines dangas būtina parinkti medžiagas taip, kad būtų pasiektas optimaliausias šių parametru rinkinys. Dažnai tai nėra labai paprasta, nes nuodugnai ištyrinėtos šios savybės yra tik populiariausių medžiagų, tokių kaip ZrO_2 , HfO_2 , SiO_2 , Ta_2O_5 , Nb_2O_5 ir kitų. Šios medžiagos kartais nepasižymi reikiamomis charakteristikomis, todėl riboja medžiagų pasirinkimą kuriant ir projektuojant sudėtingas, specialių parametru interferencines dangas [4].

Vienas iš sprendimo būdų – oksidų mišiniai. Šie mišiniai patrauklūs formuojant homogeniškas dangas pasižyminčias mažais mechaniniais įtempiais mažu taškinių defektų skaičiumi, mechaniniam poveikiui atsparesnes dangas, dengimo procesų stabilumu [3].

Plonus sluoksnius iš oksidinių mišinių galima formuoti keliais būdais: vienu metu garinant du skirtingus oksidus arba garinimui naudoti jau tam tikromis oksidų frakcijomis suformuotus mišinius [3]. Metodas kai yra garinamos dvi oksidinės medžiagos vienu metu nėra paprastas ir patogus, kadangi garinant elektronų pluoštu reikia tiksliai nustatyti pagrindukams tenkančių skirtingų oksidų santykį, bei reikia naudoti du atskirus garinimo šaltinius [5]. Garinant iš jau suformuotų oksidinių mišinių, procesas tampa toks pats paprastas, kaip ir garinant standartines oksidines medžiagas.

Šio darbo tikslas – suformuoti ir charakterizuoti plonus dielektrinius sluoksnius suformuotus iš TiO_2/Pr_6O_{11} , TiO_2/La_2O_3 , Al_2O_3/Pr_6O_{11} ir Al_2O_3/La_2O_3 oksidinių mišinių, bei pritaikyti šiuos oksidus formuojant daugiasluoksnes interferencines dangas.

1 Literatūros apžvalga

1.1 Plonų sluoksnių interferencinės dangos

Optiniai pagrindai dažniausiai netenkina norimų optinių charakteristikų, tokių kaip atspindys ar optinio pagrindo pralaidumas, todėl norint pagerinti šias charakteriskas dažniausiai optinis pagrindas yra dengiamas plonais sluoksniais su skirtingu optiniu lūžio rodikliu, siekiant sukurti konstruktyvios arba destruktivos interferencijos efektą, kurio dėka gerėtų atspindžio arba pralaidumo parametrai. Optinės interferencinės dangos yra neatsiejama lazerinės technologijos dalis. [6]

Plonų sluoksnių interferencija remiasi dviem optiniais efektais – atspindžių tarp dviejų skirtingo lūžio rodiklių aplinkų ir koherentinių bangų interferencija. Atspindį tarp dviejų aplinkų aprašo Frenelio sąryšiai:

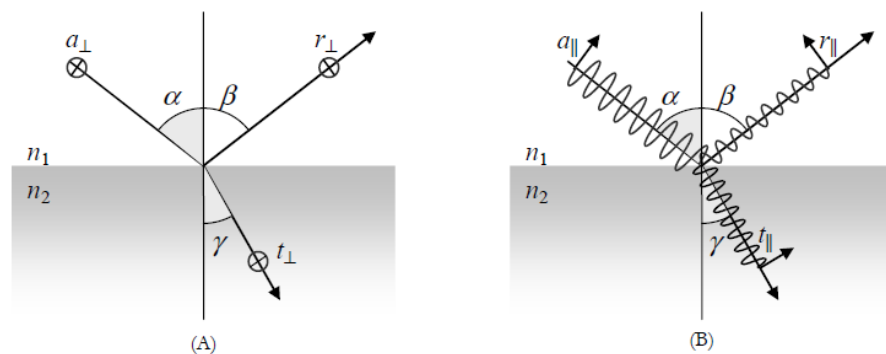
$$t_{\parallel} = \frac{2n_1 \cos \alpha}{n_2 \cos \alpha + n_1 \cos \gamma} a_{\parallel}; \quad (1)$$

$$t_{\perp} = \frac{2n_1 \cos \alpha}{n_1 \cos \alpha + n_2 \cos \gamma} a_{\perp}; \quad (2)$$

$$r_{\parallel} = \frac{n_1 \cos \alpha - n_2 \cos \gamma}{n_1 \cos \alpha + n_2 \cos \gamma} a_{\parallel}; \quad (3)$$

$$r_{\perp} = \frac{n_1 \cos \gamma - n_2 \cos \alpha}{n_1 \cos \gamma + n_2 \cos \alpha} a_{\perp}. \quad (4)$$

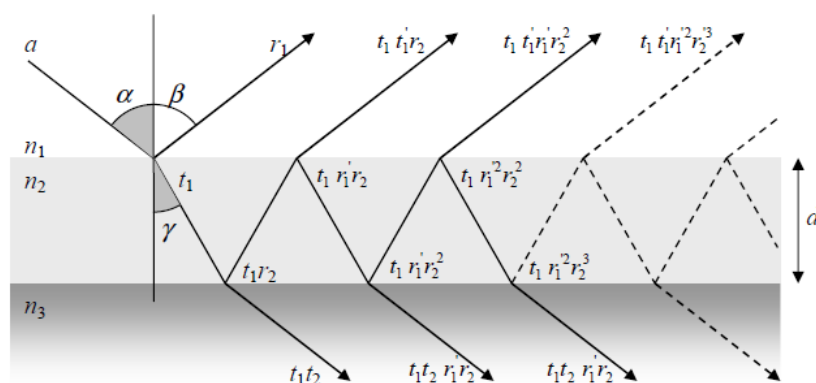
$t_{\parallel}, t_{\perp}, r_{\parallel}, r_{\perp}$ - lūžusios ir atspindėtos spinduliuotės lygiagrečiai ir statmena dedamosios; n_1 - pirmosios aplinkos lūžio rodiklis; n_2 - antrosios aplinkos lūžio rodiklis; α - spinduliuotės kritimo kampas; γ - lūžusios spinduliuotės eigos kampas.



1 pav. Kritusios spinduliuotės tam tikru kampu α į sandūrą tarp dviejų medžiagų su skirtingais lūžio rodikliais atspindžio ir lūžio eiga. A – statmena spinduliuotės dedamoji, B – lygiagrečioji spinduliuotės dedamoji. (a – kritusi spinduliuotė, r – atspindėjusi spinduliuotė, t – lūžusi spinduliuotė) [7]

Šios formulės aprašo krintančios šviesos tam tikru kampu į medžiagų sandūrą su skirtingais lūžio rodikliais elgseną (1 pav.). Iš šių sąryšių aiškiai matome, kad kuo antrosios aplinkos n_2 lūžio rodiklis bus didesnis už pirmosios n_1 , tuo daugiau šviesos bus atspindėta. Iš formulių ir iš sąryšio $R+T=1$, galime matyti priešingą priklausomybę lūžusiai šviesai t_{\parallel} ir t_{\perp} . Taip pat iš šių formulių matome, kad jei $n_2 > n_1$, tai atspindėtoje šviesoje atsiranda 180° fazės poslinkis lyginant su kritusia šviesa. Priešingu atveju, kai $n_2 < n_1$, fazės poslinkio nėra. [6]

Tuo tarpu interferencija tai dviejų ar daugiau koherentinių bangų sąveika, pasireiškianti jų superpozicija, kuri gali būti konstruktyvioji (šviesos intensyvumai sumažėja) arba destruktvyioji (šviesos intensyvumas padidėja).



2 pav. Daugkartinis atspindys esant trijų medžiagų sistemai su skirtingais lūžio rodikliais [7]

Trijų aplinkų sistemoje (2 pav.) kurią sudaro aplinkos su skirtingais lūžio rodikliais susidaro daugkartiniai atspindžiai nuo skirtingų medžiagų sandūrų, kurie gali sąveikauti ir interferuoti, jei tik išlaikomas koherentiškumo reikalavimas. Plonuose sluoksniuose šis reikalavimas dažniausiai yra išlaikomas, todėl vyksta interferenciniai reiškiniai. [6]

Norint sukurti konstruktyviąją arba destruktvyviąją interferenciją reikia sukurti eigų skirtumą tarp atsispindėjusių bangų tokį, kad susidarytų fazių skirtumas 0 (konstruktyviosios interferencijos atveju) arba π (destruktyviosios interferencijos atveju).

Krintančių spindulių superpozicijos intensyvumas bus šių bangų intensyvumo suma, todėl kai nėra fazės skirtumo tarp interferuojančių bangų jos viena kitą stiprina, o esant fazių skirtumui π – jos viena kitą silpnina. Formuojant interferencines dangas reikia parinkti plono sluoksnio storį tokį, kad tarp atsispindėjusių bangų susidarytų norimas eigų skirtumas (0 arba π). Eigų skirtumas tarp atsispindėjusių bangų:

$$\begin{aligned} \text{Jei } n_2 < n_1, \text{ tai } \Delta_1 &= 0, & \Delta_2 &= 2d \Rightarrow \Delta = \Delta_2 - \Delta_1 = 2d; \\ \text{Jei } n_2 > n_1, \text{ tai } \Delta_1 &= \frac{\lambda}{2}, & \Delta_2 &= 2d \Rightarrow \Delta = \Delta_2 - \Delta_1 = 2d - \frac{\lambda}{2}. \end{aligned}$$

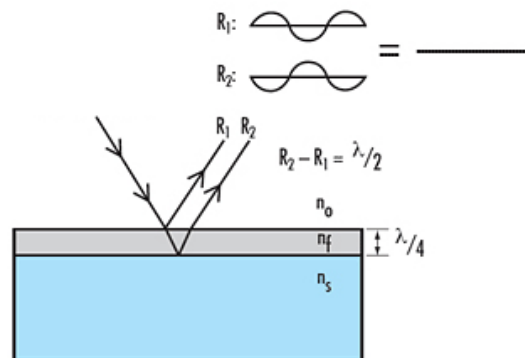
Ir pritaikius interferencijos maksimumo sąlygą $\Delta = m\lambda$ ($m=0,1,2,3,\dots$) gauname:

$$\text{Jei } n_2 < n_1, \Delta = 2d = m\lambda; \mathbf{d} = \mathbf{m} \frac{\lambda}{2};$$

$$\text{Jei } n_2 > n_1, \text{ ir } m = 0, \Delta = 2d - \frac{\lambda}{2} = m\lambda; \mathbf{d} = \mathbf{m} \frac{\lambda}{2} + \frac{\lambda}{4};$$

Jei turime nulinės eilės interferencinį maksimumą ($m=0$), gauname, kad pirmuoju atveju $d = 0$, o antruoju – $d = \lambda/4$. Praktikoje dažniausiai naudojamas antrasis variantas (kai $n_2 > n_1$), nes pirmuoju atveju egzistuoja sąlyga $n_2 < n_1$, kuri yra sunkiai pasiekiamą, dėl to, kad $n_1 \approx 1$ (dažniausiai oras arba vakuumas), o $d = 0$ (kai $m=0$), kas savaime suprantama yra neįmanoma daugiasluoksniuose dangose [8]. Šiais principais vadovaujasi visos pagrindinės interferencinių dangų sistemos. Vienos populiariausių interferencinių dangų tipų yra skaidrinančios ir didelio atspindžio dangos (dielektriniai veidrodžiai).

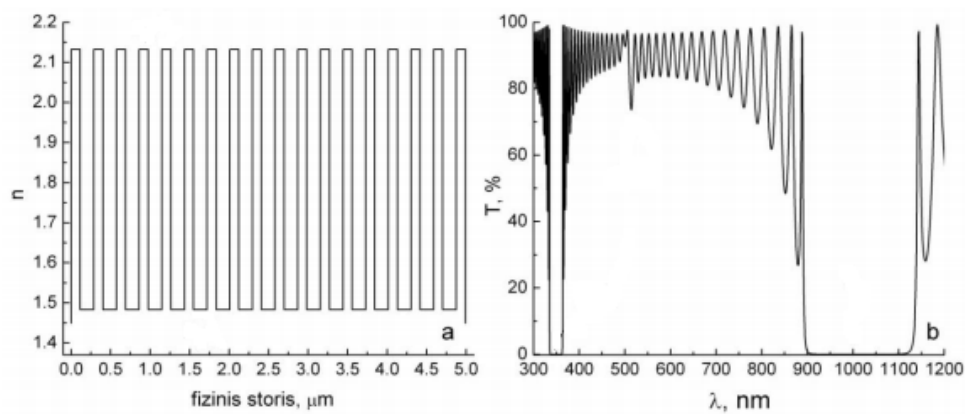
Skaidrinančios dangos labai plačiai naudojamos lazerių srityje norint padidinti optinio elemento pralaidumą. Yra pagrindinės kelių tipų skaidrinančios dangos: vieno sluoksnio, kelių sluoksnių arba daugiasluoksnių skaidrinimai [8]. Vieno sluoksnio skaidrinančios dangos (3 pav.) remiasi tuo, kad parenkamas plono sluoksnio ($\lambda/4$) lūžio rodiklis toks ($n_2 = \sqrt{n_1}$), kad kuo geriau tenkintų minimalaus atspindžio sąlygą ($R = \left(\frac{n_2 - n_1^2}{n_2 + n_1^2}\right)^2 = 0$).



3 pav. Vienasluoksnės skaidrinančios dangos principinė schema [9]

Kelių sluoksnių ir daugiasluoksnės skaidrinančios dangos remiasi tuo pačiu principu kaip ir vieno sluoksnio, tik papildomai į lygtį įrašomas atspindys nuo papildomo sluoksnių, bei įskaitomas visų bangų superpozicijos rezultatas. Daugiasluoksnės skaidrinančios dangos paprastai būna sudarytos iš periodiškai pasikartojančių didelio ir mažo lūžio rodiklių $\lambda/4$ optinio storio sluoksnių.

Dielektrinei veidrodžiai formuojami tuo pačiu principu kaip ir daugiasluoksnės skaidrinančios dangos, formuojami periodiškai pasikartojantys aukšto ir žemo lūžio rodiklio $\lambda/4$ optinio storio sluoksniai, tik šiuo atveju stengiamasi sukurti konstruktyviąją interferenciją ir taip padidinti optinio elemento atspindį (3 pav.). [8]



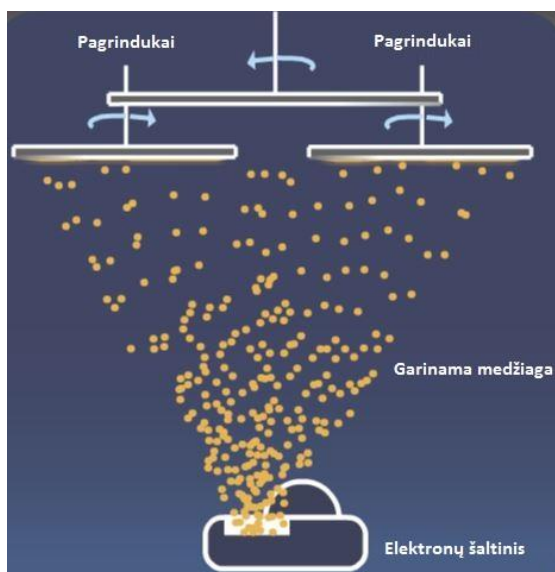
3 pav. Periodiškai kintantis lūžio rodiklis (periodiškai kintantys aukšto ir žemo lūžio rodiklių sluoksniai) (a), tokios sistemos pralaidumo spektras (b).

1.2 Dangų formavimo technologijos

Optinių elementų padengimas interferencinėmis dangomis yra sudėtingas procesas, reikalaujantis daug technologinių žinių. Dažniausiai naudojamos plonųjų dielektrinių sluoksnių formavimo technologijos yra fizinis garų nusodinimas naudojant elektronų pluoštą (*angl.* physical vapour deposition using electron beam), elektronų pluoštą ir jonų šaltinį sluoksnių sutankinimui (*angl.* IAD – ion assisted deposition), dulkinimas jonų pluoštu (*angl.* IBS – ion beam sputtering) ir magnetroninis dulkinimas (*angl.* MS – magnetron sputtering) [3].

1.2.1 Dangų formavimas elektronų pluoštu

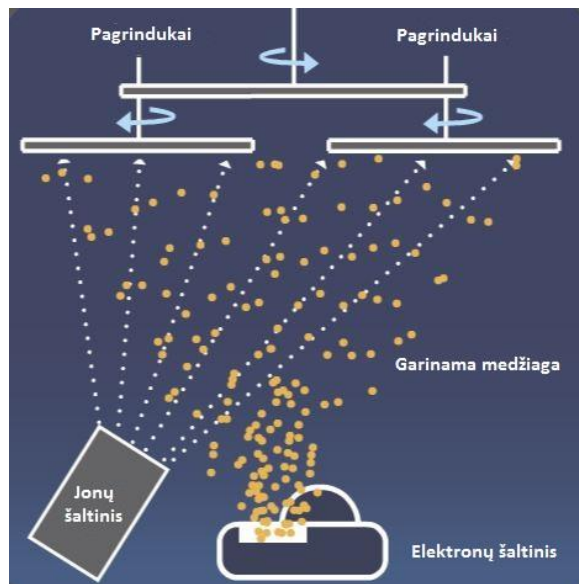
Viena iš paprasčiausių ir seniausiai naudojama optinių dangų formavimo technologija – garinimas elektronų pluoštu (4 pav.). Medžiaga kurią norime išgarinti yra kaitinama koncentruotu elektronų spinduliu iki tol kol ji įkaista, lydosi ir garuoja. Toliau medžiaga kondensuojasi ant viršuje esančio pagrinduko ir taip formuojasi plonas medžiagos sluoksnis. Visas procesas vyksta vakuumo aplinkoje, kurią kuria vakuuminiai siurbliai. Iš principo elektronų pluoštu sluoksnių formavimas yra mažų energijų procesas (tipiškai dalelės energija ~ 0.1 eV) dėl to sluoksniai dažnai sudaro porėtą struktūrą, kuri atmosferos sąlygomis gali absorbuoti drėgmę, ko pasekoje keičiasi sluoksnių lūžio rodiklis, o taip pat ir kitos dangos optinės ir fizinės charakteristikos. Vakuuminėje kameroje gali būti keli ar daugiau elektronų pluošto šaltinių, todėl vieno proceso metu galima garinti kelias skirtingas medžiagas. Šiuo būdu galima kokybiškai garinti metalus, oksidus ir fluoridus. Elektronpluoščio garinimo (EG) technologija tinka daugiasluoksnių dangų formavimui, todėl yra labai plačiai taikoma interferencinių dangų gamyboje. [3, 10]



4 pav. Sluoksnių formavimo elektronų pluoštu principinė schema

1.2.2 Dangų formavimas elektronų pluoštu su papildomu jonų sutankinimu

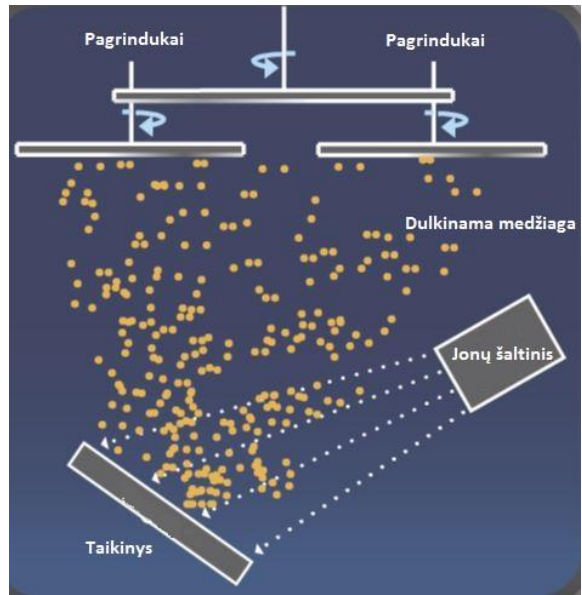
Kadangi formuojant sluoksnius elektronų pluoštu formuojasi porėta struktūra galima patobulinti procesą naudojant papildomą jonų šaltinį dangos sutankinimui. Elektronpluošis garinimas su jonų sutankinimu (EGJS) nuo EG proceso skiriasi tik tuo, kad EGJS procese yra papildomas jonų šaltinis (5 pav.), kuris generuoja didelės energijos jonus (50-300 eV), kurie nukreipti į pagrinduką ant kurio formuojama danga, tokiu būdu ji yra sutankinama. Dažniausiai didelės energijos jonų generavimui naudojamos Xe, Ar ar O₂ dujos. Suformuotos dangos pasižymi dideliu tankiu, didesniu optiniu lūžio rodikliu, bei stabilumu atmosferiniam poveikiui (nėra ertmių į kurias galėtu įsiskverbti drėgmė). [3, 11]



5 pav. Sluosnių formavimo elektronų pluoštu su joniniu sutankinimu principinė schema

1.2.3 Dulkinimas jonų pluoštu

Skirtingas principas naudojamas formuojant plonus sluoksnius dulkinant medžiagą jonų pluošto pagalba (6 pav.). Šiame procese taip pat naudojamas jonų šaltinis kuriame generuojami dažniausiai Ar jonai, kurie pasižymi didesne energija (< 1 keV) nei elektronpluoščio garinimo atveju. Tik šiuo atveju energingų jonų srautas nukreiptas ne į pagrinduką ant kurio formuojami sluoksniai, o į medžiagą – taikinį iš kurio yra išmušami atomai. Pastarieji vėliau lėkdami su didele energija nusėda ant pagrinduko. Taip suformuojami itin tankūs sluoksniai. Šiuo dengimo būdu galima formuoti sluoksnius, kurie pasižymi dideliu tankiu, šiluminiu ir cheminiu stabilumu, galima suformuoti labai mažų nuostolių dangas. Deja tai vienas iš lėčiausių sluoksnių formavimo būdų. [3, 12]



6 pav. Sluoksnių formavimo dulkinant jonų pluoštu principinė schema [7]

1.3 Pagrindinės interferencinių dangų charakteristikos

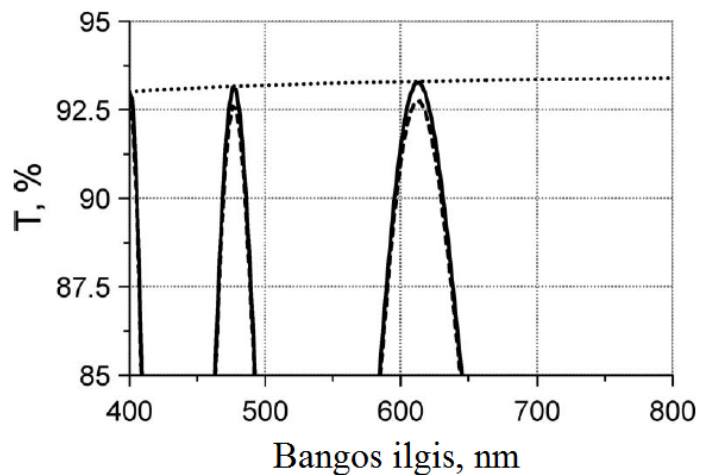
Yra žinoma, kad renkantis medžiagas skaidrių plonų sluoksnių formavimui būtina atkreipti dėmesį į medžiagos lūžio rodiklį bei sugerties koeficiento dispersiją. Šie du parametrai labai svarbūs optinėms dangoms, bet formuojant dangas praktikoje, to nepakanka. Ne mažiau svarbūs parametrai yra sluoksnių optinis homogeniškumas, kuris parodo kaip keičiasi lūžio rodiklis augant dangai, taip pat mechaniniai įtempiai, kurie nusako kokią įtaką plonas sluoksnis daro pagrinduko geometrijai. Optinėms dangoms su specifiniais reikalavimais (pvz. dideliu atspindžio koeficientu 99,99%) svarbu sluoksnių paviršinė sklaida, bei taškinių defektų koncentracija dangoje. Taikant optines dangas praktikoje reikėtų atsižvelgti ir į aplinkos poveikį joms, bei mechaninį atsparumą jei to reikalauja taikymas. Visi šie parametrai glaudžiai susiję su formavimui naudojamomis medžiagomis, o netinkamas medžiagų parinkimas gali stipriai riboti optinių dangų charakteristikas. [3]

1.3.1 Optinis nevienalytiškumas

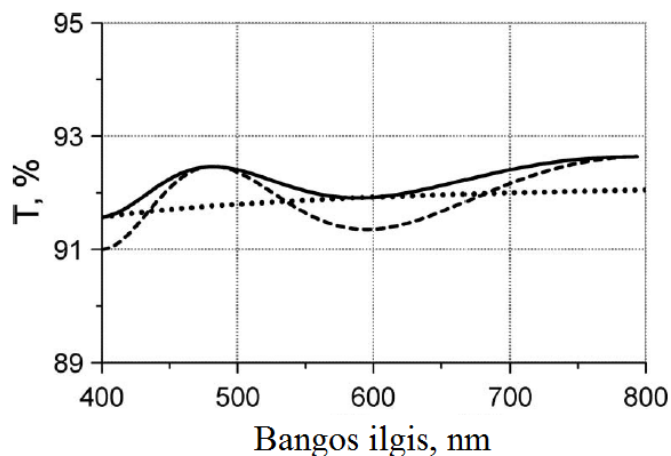
Dažnai formuojant plonus sluoksnius fizinio garų nusodinimo (angl. PVD – physical vapor deposition) technologijomis nepavyksta sukurti teorinius parametrus atitinkančių dangų dėl tam tikrų medžiagos ir sluoksnių augimo dėsningumų. Vienas iš dažniausiai pasitaikančių netobulų plonų sluoksnių savybių yra optinis nehomogeniškumas. [13]

Optinis nehomogeniškumas – tai skaidrių plonų sluoksnių savybė susijusi su šviesos lūžio rodiklio kitimu sluoksnio augimo kryptimi. Jei daugiasluoksnėje struktūroje sluoksniai yra nehomogeniški teorinis interferencijos modelis tokios struktūros nebeatitinka, nes modeliuojant pralaidumo ar atspindžio spektrus dažniausiai naudojami homogeniški sluoksniai su pastoviu lūžio rodikliu. Net ir bandant įvesti nehomogeniškumo parametą į teorinį modelį iškyla sunkumų, nes nehomogeniškumas gali kisti pagal sudėtingą funkciją. [13]

Paprasčiausias būdas kokybiškai įvertinti ar ploni sluoksniai yra homogeniški – plono sluoksnio (<200 nm) garinimas bei pralaidumo ir atspindžio spektrų matavimas. Lyginant pagrinduko atspindžio ir pralaidumo spektrus (taškinė linija 8 ir 9 pav.) su išmatuotu sluoksnio atspindžio ir pralaidumo spektru (brūkšninė linija 8 ir 9 pav.) galime kokybiškai nustatyti nehomogeniškumo lygį. Jei pralaidumo spektro maksimumai ir atspindžio spektro minimumai sutampa su pagrinduko atspindžio ir pralaidumo kreivės taškais, tuomet sluoksnis homogeniškas, priešingu atveju, jei tai ne sugertis, sluoksnis nehomogeniškas. [13]

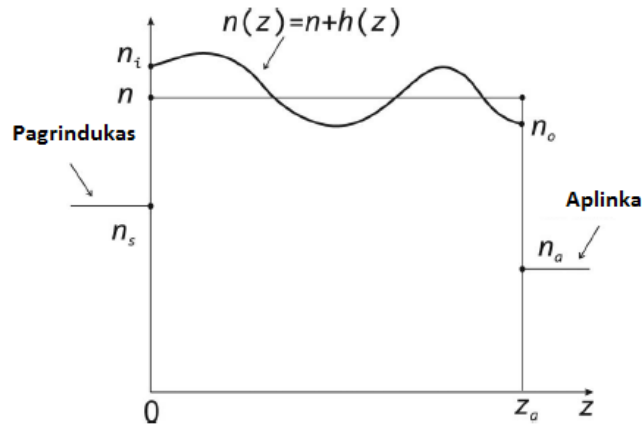


8 pav. Optinio pralaidumo spektras kai pagrinduko lūžio rodiklis n_s yra mažesnis nei skaidraus sluoksnio lūžio rodiklis n_a . Brūkšninė linija – išmatuotas sluoksnio pralaidumo spektras; vientisa – teorinis sluoksnio pralaidumo spektras. [13]



9 pav. Optinio pralaidumo spektras kai pagrinduko lūžio rodiklis n_s yra didesnis nei skaidraus sluoksnio lūžio rodiklis n_a . Brūkšninė – išmatuotas sluoksnio pralaidumo spektras; vientisa – teorinis sluoksnio pralaidumo spektras. [13]

Kiekybiškai nustatant sluoksnio nehomogeniškumą dažniausiai naudojamas Šrioderio (*angl.* Schroder) lūžio rodiklio aproksimacija [14]. Ji remiasi tuo, kad lūžio rodiklis sluoksnyje kinta tolygiai ir mažai svyruoja aplink teorinę lūžio rodiklio reikšmę (10 pav.).



10 pav. Lūžio rodiklio kitimas sluoksnyje pagal Šrioderio aproksimaciją [13]

Karniglis (*angl.* C. K. Carniglia) supaprastino šią aproksimaciją ir parodė, kad lūžio rodiklio kitimas gali būti laikomas tiesiškai kintančiu tarp n_i ir n_o verčių [15]. Todėl nehomogeniškumo laipsnis gali būti išreiškiamas taip:

$$\delta = \frac{n_o - n_i}{n}. \quad (5)$$

Pritaikius nehomogeniškumo laipsnį Šrioderio aproksimacijai:

$$r = \frac{\left[(n_a - n_s) - \frac{\delta}{2}(n_a + n_s) \right] \cos\varphi + i \left(\frac{n_a n_s}{n} - n \right) \sin\varphi}{\left[(n_a + n_s) - \frac{\delta}{2}(n_a - n_s) \right] \cos\varphi + i \left(\frac{n_a n_s}{n} + n \right) \sin\varphi}. \quad (6)$$

Kopelmano ir Krebso (*angl.* Koppelman; Krebs) formulė, kuri kiekybiškai aprašo spektrinius pralaidumo verčių poslinkius įtakotus optinio nehomogeniškumo [16]:

$$\delta T = - \frac{4n_a n_s (n_a - n_s)}{(n_a + n_s)^3} \delta. \quad (7)$$

Iš (7) išraiškos matosi, kad jei pagrinduko lūžio rodiklis n_s bus mažesnis už sluoksnio lūžio rodiklį n_s tai spektrinis pralaidumo poslinkis bus neigiamas, tai atitinka δT_{\max} pralaidumo maksimumų skirtumą nuo pagrindukų pralaidumo tame bangos ilgyje, priešingu atveju, kai pagrinduko lūžio rodiklis n_s bus didesnis už sluoksnio lūžio rodiklį n_s ši formulė turi būti taikoma δT_{\min} pralaidumo spektro minimumo ir pagrinduko pralaidomo pokyčiui įvertinti (1 ir 2 pav.). Šis modelis tinka kiekybiniam sluoksnio nehomogeniškumo aprašymui ir dažnai yra naudojamas modeliuojant interferencines dangas naudojant komercinius programinius paketus, tokius kaip „OptiLayer“ [13].

Projektuojant ir formuojant sudėtingas optines interferencines dangas nebeužtenka parinkti medžiagą su tinkamu lūžio rodikliu ir sugerties spektru, bet taip pat yra labai svarbu tiksliai žinoti

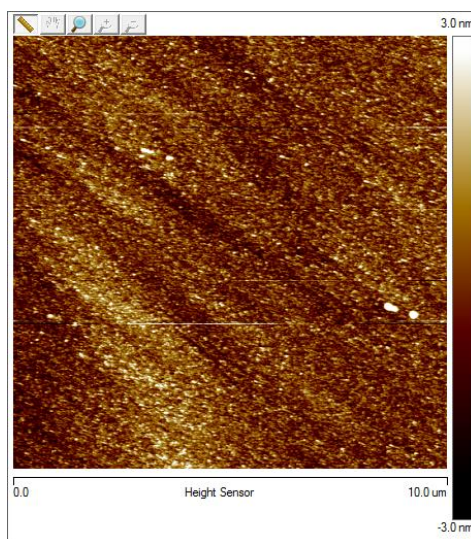
kitas plonų sluoksnių savybes, tokias kaip sluoksnio optinis homogeniškumas, bei jų atsikartojamumą, todėl dažnai tenka ieškoti naujų medžiagų pasižyminčių šiomis savybėmis.

1.3.2 Paviršiaus sklaida

Kuriant labai didelio atspindžio veidrodžius (kai atspindys siekia >99,99%) su mažais spinduliuotės nuostoliais itin svarbu atkreipti dėmesį į tūrinę ir paviršinę sklaidą, kuri gali riboti interferencinės dangos specifikacijas.

Formuojant plonus sluoksnius PVD technologija labai sunku gauti struktūriškai homogenišką ir amorfinę struktūrą, ji dažniausiai primena tankiai suglaustų netvarkingų kolonų struktūrą, su nanometriniu dydžio tarpais tarp jų [17]. Dėl šios priežasties atsiranda „mažų matmenų“ paviršinio šiurkštumo sklaida. [18]

„Didelių matmenų“ paviršinė sklaida plonuose skaidriuose dielektriniuose sluoksniuose atsiranda dėl sluoksnio struktūros netolygumų, paviršiaus šiurkštumo dėl dangoje esančių kristalitų arba dangos struktūrinių netolygumų [18]. Todėl stengiamasi plonuose sluoksniuose išvengti medžiagų kristalizacijos ir pasiekti kuo amorfiškesnę struktūrą, kuri būtų tolygi ir jos šiurkštumas, taip pat ir sklaida būtų minimalūs. Be to, itin stiprią įtaką paviršiaus sklaidai daro pagrinduko šiurkštumas ir paviršiaus tolygumas. Tokiems taikymams dažniausiai stengiamasi naudoti superpoliruotus optinius pagrindukus, kurių šiurkštumas siekia < 0,2 nm (RMS).



11 pav. Tipinis plono sluoksnio paviršiaus atominių jėgų mikroskopo skenograma (*angl.* AFM). Šiurkštumas 0,8 nm (RMS).

Paviršinė sklaida didele dalimi atsiranda dėl specifinių medžiagos savybių sluoksnio formavimo metu, todėl norint gauti itin mažo šiurkštumo, o taip pat ir mažų optinių nuostolių dangas,

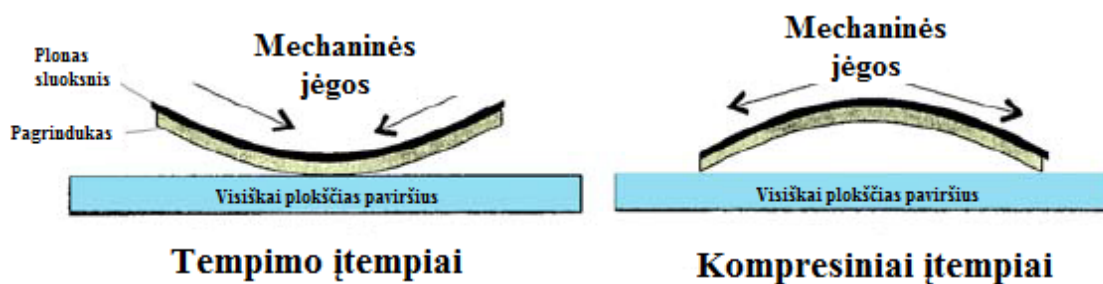
būtina ieškoti medžiagų, kurios formuojant plonus sluoksnius pasižymėtų šiomis išskirtinėmis savybėmis (pvz. nebūtų linkusios kristalizuotis esant tam tikriems dengimo parametrams).

1.3.3 Įtempiai plonuose sluoksniuose

Optinėms dangoms labai svarbus aspektas yra mechaniniai dangų įtempiai, kurie gali stipriai paveikti optinio elemento geometriją, o tuo pačiu ir optines savybes.

Ploni sluoksniai iš principo yra elastinių mechaninių įtempčių būsenoje, kurie gali pasireikšti kaip spaudžiamieji įtempčiai (*angl.* Compressive stress) arba tempimo įtempčiai (*angl.* Tensile stress) (12 pav.) [3]. Spaudžiamieji įtempčiai pasireiškia tada, kai plonieji sluoksniai yra linę plėstis išilgai pagrinduko paviršiaus, dažniausiai dėl didelio medžiagos sutankinimo. Tuo tarpu tempiamieji įtempčiai dangose pasireiškia tada, kai ploni sluoksniai yra linę trauktis išilgai pagrinduko paviršiaus dėl mažo plonų sluoksnių tankio. Šie įtempimai yra sukurti pačios medžiagos bei jos struktūrinių savybių ir yra vadinami savitaisiais įtempiais σ_{savit} . Įtempiai plonuose sluoksniuose taip pat gali atsirasti ne vien tik dėl medžiagos ir jos struktūros, bet ir dėl to, kad skiriasi pagrinduko ir plono sluoksnio šiluminiai plėtimosi koeficientai. Skirtingai plėsdamosis medžiagos sukuria tarp jų jėgas, kurios veikia visą sistemą. Tai – terminiai įtempiai σ_{term} . Įskaičius ir išorinių jėgų sukurtus įtempčius σ_{isor} bendru pavidalu mechaninį plonų sluoksnių įtempimus galime užrašyti taip [19]:

$$\sigma = \sigma_{isor} + \sigma_{term} + \sigma_{savit}$$



12 pav. Tempiamieji (kairėje) ir spaudžiamieji (dešinėje) įtempiai. [19]

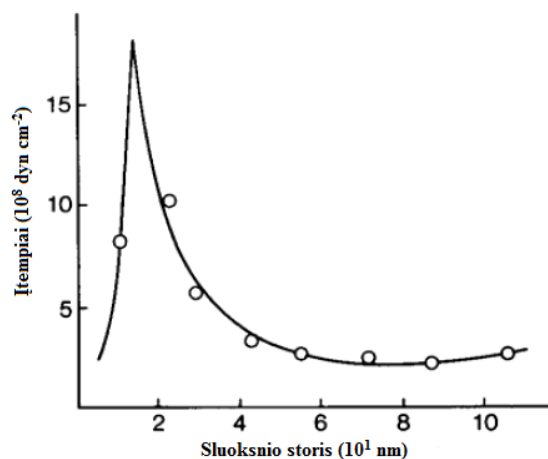
Be abejo, savitieji įtempčiai yra svarbiausi, kai kalbame apie plonų sluoksnių formavimą. Nors tai pakankamai senai tyrinėjama sritis, bet kol kas nėra vieno modelio kuris aprašytų visus struktūrinius efektus kurie daro įtaką įtempimams. Aiškinant įtempčių priežastis dažniausiai yra naudojami pagrindinių modelių deriniai. [3,19]

Pagrindiniai modeliai aprašantys įtempčius dangose – struktūrinių defektų, paviršinio įtempčio ir salelių formavimosi modeliai. Struktūrinių defektų modelis teigia, kad savitąjį stresą kuria taškiniai defektai ar jų sankaupos ploname sluoksnyje, aplink kuriuos atsiranda nesukompensuotos

mechaninės jėgos. Dažniausiai tokio tipo įtempiai yra sukompensuojami atkaitinant sluoksnį ir taip sumažinant defektų kiekį dangoje dėl šiluminės migracijos. Šis modelis yra per paprastas, kad tiksliai aprašyti plonų sluoksnių įtempius ir dažniausiai yra naudojamas labai porėtose dangose, kuriuose vyrauja tempimo įtempiai. Tuo tarpu paviršiaus įtempio modelis aprašo įtempius, atsirandančius dėl nusukompensuotų paviršinių jėgų. Jei turime suformuotą ploną sluoksnį ant pagrinduoko, tai bendras mechaninis stresas bus įtakotas paviršiaus įtempimo tarp aplinkos ir plono sluoksnio γ_1 , bei paviršiaus įtempimo tarp plono sluoksnio ir pagrinduoko γ_2 , o bendri įtempiai plonam sluoksniui šiuo atveju bus užrašomas taip [19]:

$$\sigma = \frac{\gamma_1 + \gamma_2}{t}. \quad (8)$$

Salelių formavimosi modelis nagrinėja kokią įtaką plono sluoksnio formavimasis ant sąlyginai šalto pagrinduoko (kambario temperatūra 20°C) daro plono sluoksnio įtempimams. Kadangi formuojant sluoksnį pirmiausiai ant pagrinduoko paviršiaus formuojasi salelės, tam tikri medžiagos klasteriai, o vėliau šie klasteriai susijungia į vientisą sluoksnį, tai ir įtempiai priklauso nuo sluoksnio storio (13 pav.). Pradžioje, formuojantis salelėms ant pagrinduoko paviršiaus mechaniniai įtempiai sluoksnyje didėja tol, kol salelės nepradedą jungtis į vientisą sluoksnį ir taip sumažinant laisvąją paviršiaus energiją, bei nesukompensuotu ryšių tarp atomų skaičių (14 pav.). Taip pat šis modelis įtraukia ir koloninės mikrostruktūros, kolonų šešėliavimo formavimo metu ir rekristalizacijos procesus. [3, 19]



13 pav. Įtempių priklausomybė nuo sluoksnio storio [19]



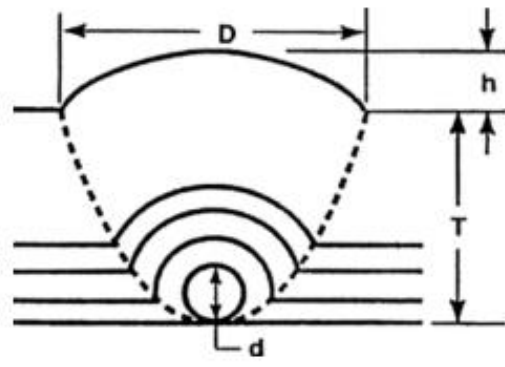
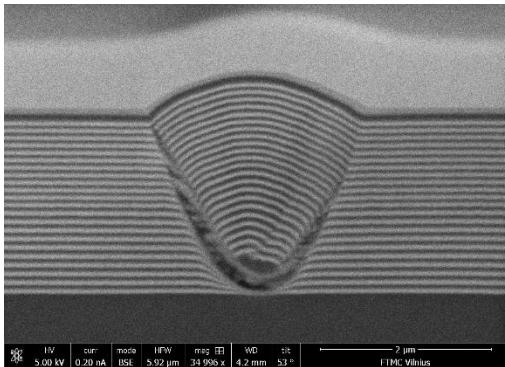
14 pav. Pirminės plono sluoksnio susidarymo fazės: salelių formavimasis, salelių susijungimas, vienalyčio sluoksnio augimas [19]

1.3.4 Pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis

Vienas iš svarbiausių optinių interferencinių dangų parametru yra pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis PLSS (*angl.* LIDT – laser induced damage threshold). Plonajam sluoksniui sąveikaujant su didelio intensyvumo lazerine spinduliuote gali įvykti optinis pažeidimas, kuris yra negrįžtamas procesas. PLSS, tai didžiausias lazerinės spinduliuotės energijos įtėkis, kuriuo veikiant optinį elementą jis lieka nepažeistas. Optinio elemento pažaidą galima išmatuoti ISO 21254-1:2011 standarte nurodytais būdais/parametrais. Tinkamiausias metodas nustatyti elemento pažaidą yra paviršiaus pokyčių inspektavimas Nomarskio interferencinio kontrasto mikroskopu. Kiekviena medžiaga pasižymi savitu optinės pažaidos slenkščiu, kuris priklauso tiek nuo pačios medžiagos, tiek nuo jos struktūrinių savybių, tiek nuo naudojamos lazerinės spinduliuotės ir jos parametru. Dėl šių priežasčių neegzistuoja absoliutinis optinio elemento PLSS, todėl nurodant PLSS vertę visais atvejais būtina nurodyti spinduliuotės parametrus kuriems esant buvo nustatytas slenkstis. [20, 21]

Pažeidimai sukelti lazerio spinduliuotės gali būti trijų rūšių: pagrinduko pažeidimas, plono sluoksnio pažeidimas dėl pačios medžiagos sąveikos su šviesa ir interferencinės dangos pažeidimas, pavyzdžiui dėl dangoje esančio taškinio defekto. [22]

1.3.5 Garinimo procesų stabilumas ir taškiniai defektai



15 pav. Tipinis taškinis defektas daugiasluoksnėje struktūroje (kairėje). Taškinį defektą apibūdinantys parametrai (dešinėje).

Kaip jau minėta anksčiau, taikant plonų sluoksnių auginimo technologijas formuoti optinems interferencinėms dangoms, vienas iš esminių parametru yra pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis, kuris nepaisant to, kad yra nulemtas naudojamų medžiagų savybių, taip pat priklauso ir nuo plonų dangų dengimo proceso stabilumo.

Esant nestabiliam procesui, galimai vyksta garinamos medžiagos dujinimasis, , didelių medžiagos dalelių išmetimas ir patekimas į formuojamą sluoksnį, dėl to suardoma daugiasluoksnė struktūra, o ant taškinio defekto auga sferiškai išgaubta dangą, kuri vėliau gali veikti kaip mikrolęšis, fokusuojantis lazerio spinduliuotę, ir taip žymiai sumažinti PLSS. Taip pat taškinio defekto užuomazga formuoja šešėlių sluoksnių formavimo metu, todėl defekto srityje formuojasi įvairios formės ir mechaniškai nestabilios sritys, kurios gali stipriai sumažinti ne tik lazerinio pramušimo slenkstį, bet ir padidinti sklaidą, bei daryti įtaką lūžio rodikliui. Taškinio defektų geometrijai aprašyti daugiasluoksneje struktūroje egzistuoja paprastas modelis siejantis taškinio defekto paviršinio diametrą D , augimo konstanta A , mazginio defekto diametrą d ir defekto gylį t (15 pav.) [23]:

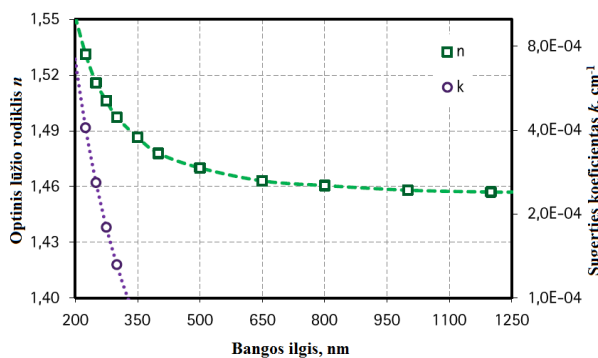
$$D = \sqrt{Adt}. \quad (9)$$

Dažniausiai šių defektų, dangų formavimo procese, visiškai išvengti nepavyksta, nes jų atsiradimas yra apspręstas ne tik naudojamos medžiagos savybių, bet ir aplinkos švaros. Įvairios aplinkoje esančios dalelės ir aerosoliai gali nusėsti ant pagrindukų paviršiaus prieš plonųjų sluoksnių formavimo procesą arba proceso metu. Dažniausiai aplinkos švarą technologiniu požiūriu yra užtikrinti žymiai paprasčiau, todėl sunkiausia užduotis yra išspręsti medžiagos dujinimosi (kartais taškymosi) problemą, kuri iš principo yra apspręsta pačios medžiagos savybių.

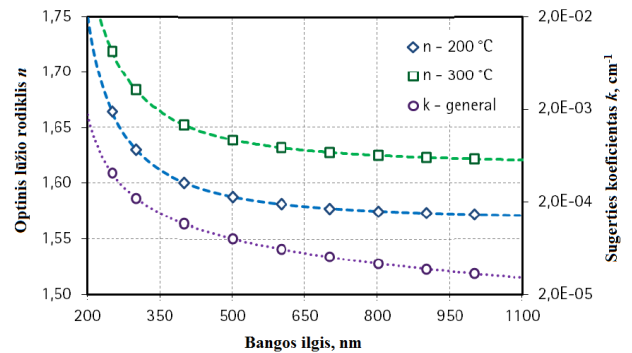
1.4 Oksidinės medžiagos ir jų savybės

Formuojant optines interferencines dangas regimajame spektro diapazone, bei artimame ultraviolete ir infraraudonųjų spindulių diapazone ($\lambda \sim 350\text{-}2000\text{ nm}$), dažniausiai yra naudojamos oksidinės medžiagos, dėl jų tinkamo draustinės energijos juostos pločio, plataus lūžio rodiklių pasirinkimo, bei dėl šių medžiagų netoksiškumo. [3]

Dažniausiai naudojami oksidai regimojo spektro interferencinėse dangose yra SiO_2 ir Al_2O_3 – kaip mažo lūžio rodiklio medžiagos (16 pav.), ir HfO_2 , ZrO_2 – kaip aukšto lūžio rodiklio medžiagos (17 pav.). [3]

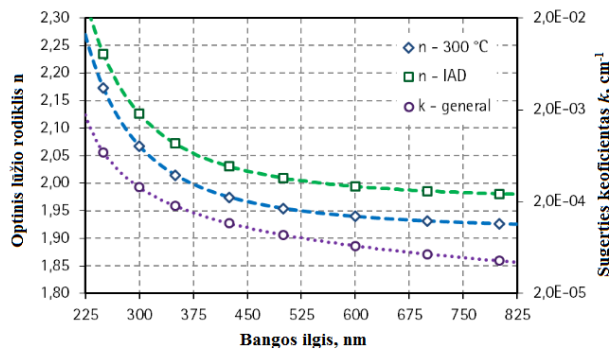


a)

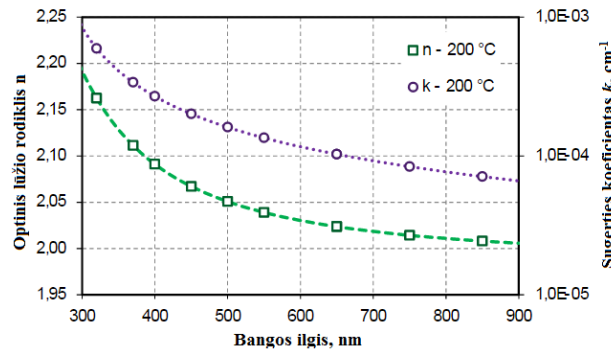


b)

16 pav. a) SiO_2 ir b) Al_2O_3 lūžio rodiklio ir sugerties koeficiento dispersijos [24]



a)



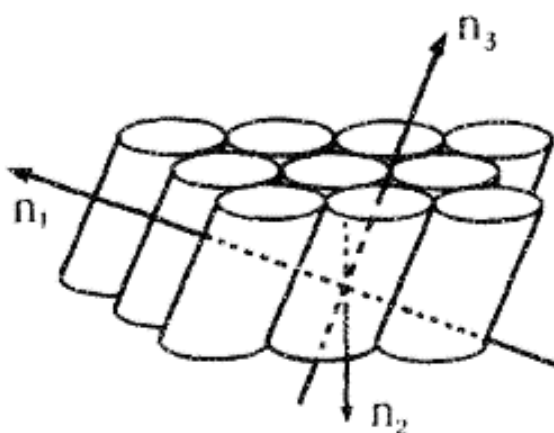
b)

17 pav. a) HfO_2 ir b) ZrO_2 lūžio rodiklio ir sugerties koeficiento dispersijos [24]

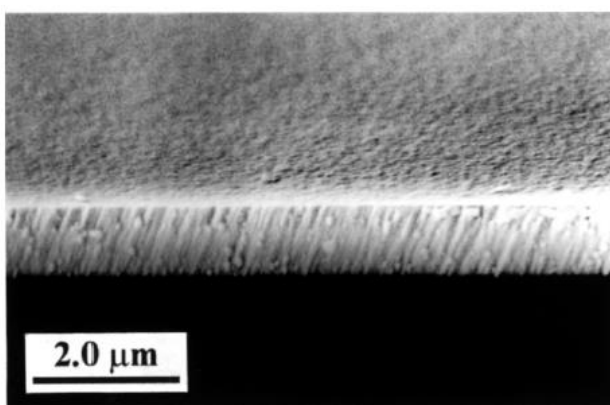
Šios medžiagos ir yra populiariausios formuojant daugiasluoksnes interferencines dangas dėl mažo ekstinkcijos koeficiento visame matomos šviesos spektro diapazone, bei tinkamų didelio ir mažo lūžio rodiklių, kurie lemia didelį jų kontrastą.

Viena iš netenkinančių šių oksidų savybių yra blogas optinis vienalytiškumas. Sluoksnių nehomogeniškumas dažniausiai yra siejamas su dviem procesais: medžiagų savybe formavimo metu augti kolonine struktūra ir sluoksnių tūryje netolygiai pasiskirsčiusiais polikristalais. Stiprus nehomogeniškumas pasireiškia sluoksnių formavimui naudojant prieš tai išvardintas populiariausias oksidines medžiagas. [13, 17, 25, 26]

Koloninėje struktūroje, dėl esančių kolonų ir tarp jų esančių mikro tarpų atsiranda lūžio rodiklio nehomogeniškumas sluoksnyje tam tikromis kryptimis (18 ir 19 pav.). Sluoksnių augimo pradžioje sluoksnis yra tankesnis, o augant toliau sluoksnių tankis mažėja, dėl koloninės struktūros šėseliavimo. Šis sluoksnių tankio kitimas ir kuria optinį nehomogeniškumą dangoje. [25]



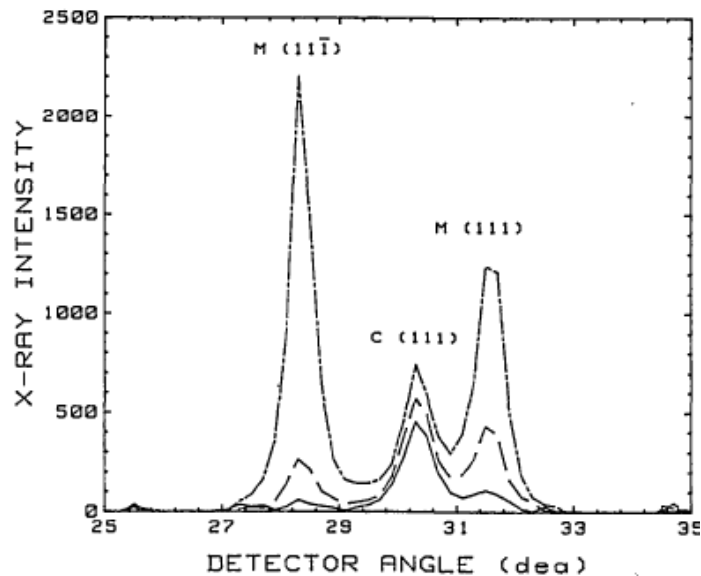
18 pav. Koloninė struktūra [17]



19 pav. Tipinė ZrO_2 plono sluoksnių koloninės struktūros skenuojančio elektroninio mikroskopo nuotrauka [26]

Sluoksnyje gali formuotis maži, 10^{-9} m eilės kristalitai, kurie gali būti netaisyklingai pasiskirstę sluoksnyje arba turėti skirtingą kristališkumo lygį skirtingame sluoksnių gylyje, ir taip kurti lūžio rodiklio nehomogeniškumą tūryje (20 pav.). ZrO_2 atveju sluoksnis augdamas pradžioje turi kubinės

fazės polikristališkumą, kuris vėliau pereina į monoklininę fazę. Toks sluoksnis turi skirtingas kristališkumo fazes tūryje, o taip pat ir skirtingus lūžio rodiklius. [23, 27]



20 pav. ZrO₂ sluoksnio difraktogramos [27].

Plonų sluoksnių struktūra taip pat yra glaudžiai susijusi su paviršiaus sklaida. Tūrinė sluoksnio struktūra dažniausiai atsikartoja ir sluoksnio paviršiuje, sukurdamą netolygumus, paviršiaus šiurkštumą, kuris kuria paviršinę sklaidą – interferencinės dangos nuostolius. [13]

Cirkonio, hafnio, silicio bei aliuminio oksidai pasižymi labai prastomis garavimo savybėmis naudojant elektronų pluoštą. Abi medžiagos sublimuoja garinimo metu, taip pat keičiantis temperatūrai keičiasi jų kristališkumo fazės, todėl keičiasi medžiagos tankis, bei tūris, todėl atsiradus stipriems temperatūriniam gradientams ir keičiantis medžiagos tūriui dažnai medžiaga taškosi, išmesdama sąlyginai didelius medžiagos kiekius ant pagrinduko paviršiaus ir taip sukurdamą taškinius defektus dangoje. Tuo tarpu taškiniai defektai mažina optinės dangos PLSS, didina sklaidą. [18, 23]

1.5 Oksidinių medžiagų mišiniai ir jų savybės

Norint išvengti nepageidaujamų populiariausių oksidinių medžiagų savybių tokių kaip nehomogeniškų sluoksnių, medžiagos taškymosi garinimo metu, procesų nestabilumo ir ne visada tinkamo atsikartojamumo, reikia ieškoti naujų medžiagų, kurios tenkintu šiuos poreikius. Vienas iš sprendimo būdų – oksidiniai mišiniai.

Ieškant naujų oksidinių mišinių buvo siekta surasti medžiagas kurios neturētu grynų oksidinių medžiagų trūkumų, bet išlaikytu neblogesnes arba pasižymėtu geresnėmis pagrindinėmis charakteristikomis, tokiomis kaip optinis lūžio rodiklis, sugerties koeficiento dispersija, mechaniniai įtempimai, sluoksnio homogeniškumas. Dažnai į standartines oksidines medžiagas yra įdedami kiti oksidai, taip pagerinant įvairias medžiagos charakteristikas. Vien naudojant grynus oksidus dažnai sunku rasti tinkamą medžiagą norimam lūžio rodikliui (mažai medžiagų pasižymi optiniu lūžio rodikliu tarp 1.63 ir 1.85), o maišant oksidus, lūžio rodiklių spektras stipriai prasiplečia. Be to, sluoksnių mikrostruktūra, tankis ir įtempiai gali būti modifikuojami naudojant tam tikrus oksidų mišinius. [3]

Pagrindiniai šiuo metu naudojami oksidiniai mišiniai pateikti 1 lentelėje.

1 lent. Pagrindiniai oksidiniai mišiniai ir jų charakteristikos [3]

Medžiaga	Lūžio rodiklis ($\lambda \sim 550\text{nm}$)	Pralaidumo intervalas, μm	Privalumai
SiO₂/Al₂O₃	1.48-1.50	0.20-7	Mažesni įtempiai dangoje, nei SiO ₂ sluoksniuose. Taip pat geresnis cheminis stabilumas.
Al₂O₃/Pr₆O₁₁	1.7-1.9	0.38-9	Nesublimumoja. Galima garinti iš lygaus paviršiaus. Galimas medžiagos papildymas proceso metu. Galimybė formuoti mechaniškai tvirtas dangas ant plastiko ir stiklo.
Al₂O₃/La₂O₃	1.7-1.8	0.21-10	Nesublimumoja. Galima garinti iš lygaus paviršiaus. Galimas medžiagos papildymas proceso metu. Galimybė formuoti mechaniškai tvirtas dangas ant plastiko ir stiklo.
ZrO₂/Ta₂O₅	2.05	0.35-10	Pasižymi homogenišku lūžio rodikliu sluoksniuose, lyginant su ZrO ₂ sluoksniais.
ZrO₂/TiO₂	2.1	0.40-7	Pasižymi vienalytišku lūžio rodikliu sluoksniuose, lyginant su ZrO ₂ sluoksniais.
ZrO₂/Al₂O₃	1.68-1.75	0.35-10	Keičiant oksidų santykį galima keisti lūžio rodiklį nuo 1.63 iki 1.75.
TiO₂/Pr₆O₁₁	2.1	0.40-7	Nesublimumoja. Galima garinti iš lygaus paviršiaus. Galimas medžiagos papildymas proceso metu. Galimybė formuoti mechaniškai tvirtas dangas ant plastiko ir stiklo.
TiO₂/Al₂O₃	2.2	0.40-7	Mažesni mechaniniai įtempiai nei Al ₂ O ₃ atveju.
TiO₂/La₂O₃	2.1-2.2	0.40-7	Nesublimumoja. Galima garinti iš lygaus paviršiaus. Galimas medžiagos papildymas proceso metu. Galimybė formuoti mechaniškai tvirtas dangas ant plastiko ir stiklo.

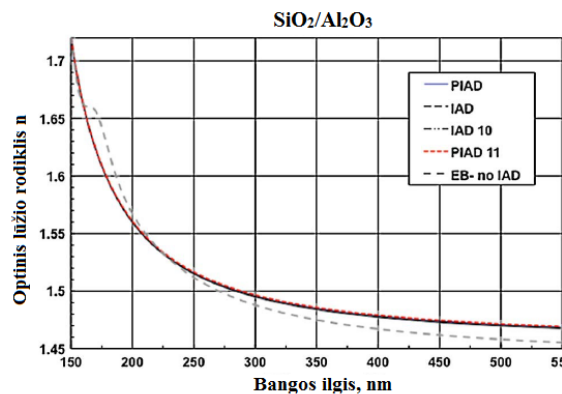
Iš 1 lent. matome, kad oksidų mišiniai turi didelių pranašumų (ypač sluoksnių homogeniškumo ir garinimo charakteristikų atžvilgiu) lyginant juos su gryniais oksidais.

Nors ir pateikti lentelėje oksidiniai mišiniai komerciškai prieinami jau daugiau nei 10 metų, tačiau mokslinių straipsnių, detaliai tyrinėjančių šias medžiagas nėra daug. Dažniausiai juose rašoma apie siaurą taikymų sritį arba tik apie pagrindinių charakteristikų tyrimus. [28-32]

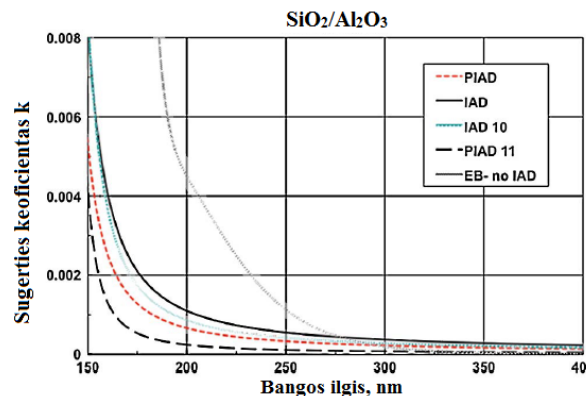
Didėjant plastikinių optinių elementų rinkai vienas iš perspektyvių šių medžiagų taikymų - skaidrinančių dangų žemoje temperatūroje formavimas ant plastikinių pagrindukų. Dažniausiai formuojant tokias dangas reikia medžiagų, kurių sluoksniai turėtų mažus įtempimus (artimus nuliui), pasižymėtu tinkamomis spektrinėmis charakteristikomis (dažniausiai reikalingos medžiagos su optiniais lūžio rodikliais 1.4, 1.7 ir 2.1), ir kad jas būtų galima formuoti žemoje temperatūroje, ant nekaitintų pagrindukų (plastikas lydosi pakankamai žemoje temperatūroje). Šiam taikymui yra tinkami šie oksidų mišiniai: $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$, $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$. Dengiant skaidrinančias dangas ant plastikinių pagrindukų šios medžiagos dažniausiai dengiamos jonapluoščio dulkinimo technologinio proceso pagalba, tam kad išlaikyti tankius, kokybiškus, gerų optinių charakteristikų, bei gero atmosferinio stabilumo dangas. [3, 28-30]

Naudojant oksidinius mišinius, kurių sluoksniai dažniausiai pasižymi amorfine struktūra, bei maža paviršine sklaida, galima suformuoti mažų nuostolių ir didelio atspindžio lazerinių groskopų veidrodžius. [3, 31] Šiam taikymui geriausiai tinkančios medžiagos yra $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$ ir $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$, dėl savo didelio optinio lūžio rodiklio, gerų garavimo charakteristikų (stabilus procesas – mažiau taškinių defektų ir homogeniškesnis lūžio rodiklis), bei galimybės naudoti jonų pluoštą sluoksnių sutankinimui, taip pagerinant sluoksnių optines charakteristikas. [3, 31]

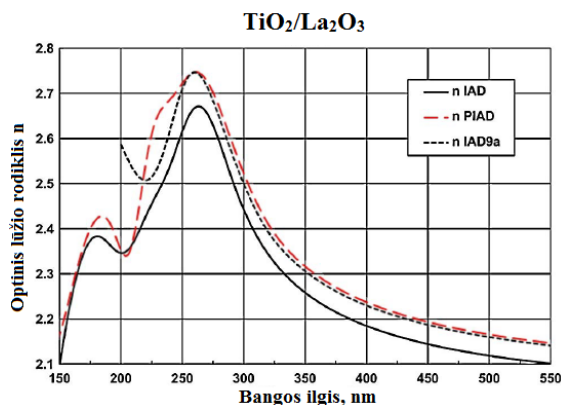
Įvairūs oksidų mišiniai, taip pat, yra naudojami UV dangų formavimui (24 pav.) [33], bei formavimui elektronų pluoštu dangų, kurios pasižymi artimomis IAD technologija suformuotu dangų savybėmis [32].



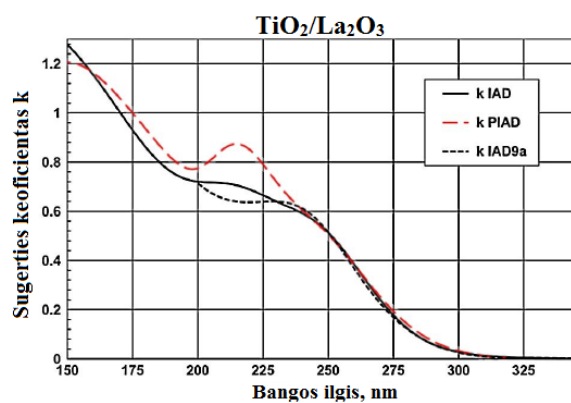
a)



b)



c)

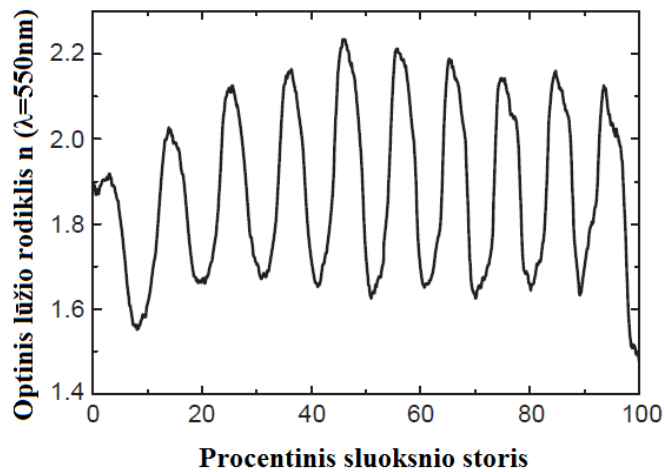


d)

24 pav. a) ir b) – $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, c) ir d) – $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$ lūžio rodiklio ir sugerties dispersijos UV ir matomos šviesos spektro diapazone [33]

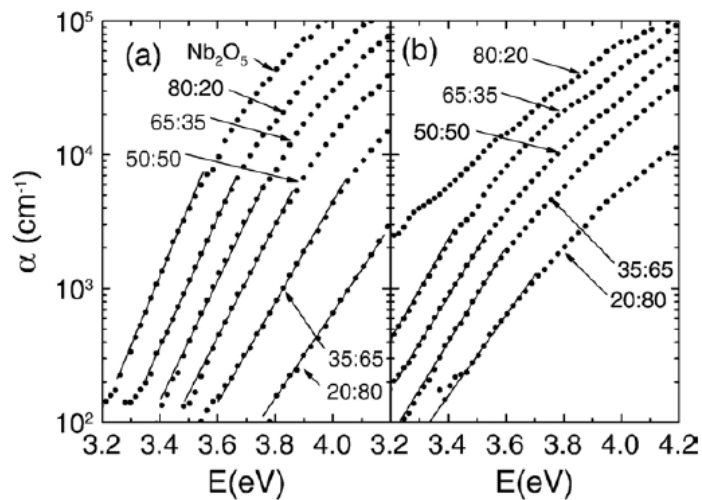
Oksidiniai mišiniai taip pat gali būti panaudoti formuojant kintamo optinio lūžio rodiklio dangas (*angl.* rugate coatings) sluoksnio formavimo metu maišant didelio lūžio rodiklio medžiagas su mažu taip gaunant tarpinio lūžio rodiklio vertes sluoksnyje (25 pav.). [5, 34, 35]

Formuojant kintamo lūžio rodiklio dangas su oksidiniais mišiniais vienu metu garinami du skirtingi oksidai (aukšto lūžio rodiklio medžiaga su žemo lūžio rodiklio medžiaga), kurie garuodami ant pagrindo sudaro ploną sluoksnį, sudaryta iš oksidų mišinio, kurio santykinė oksidų sudėtis gali būti keičiama ir taip keičiamas optinis lūžio rodiklis. Šiuo būdu formuoti rugate tipo dangas galima elektronų pluošto, joninio ir magnetroninio dulkinimų procesais. [5, 35, 36]



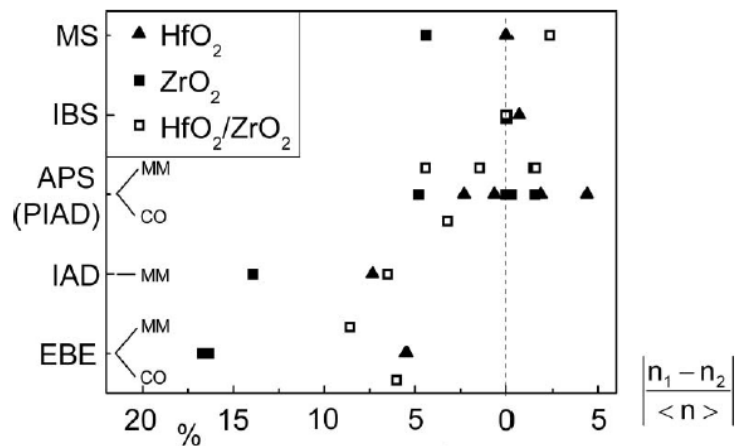
25 pav. Optinio lūžio rodiklio kitimas „rugate“ tipo dangoje [5]

Tokio tipo sluoksniuose suformuotuose su tam tikrais oksidais (pvz.: Nb_2O_5 ir SiO_2 arba HfO_2 ir SiO_2) galima keisti plono sluoksnio sugerties koeficiento vertes tam tikrame spektriniame diapazone tiesiog keičiant užgarintų oksidų santykį (26 pav.). [34, 36]



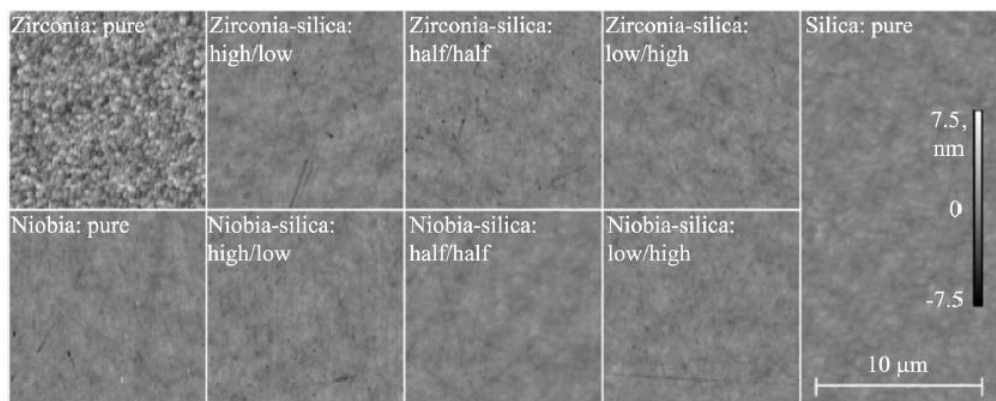
26 pav. Sugerties koeficientų priklausomybė nuo draustinės energijos juostos pločio (naudojant skirtingas frakcijos oksidų mišinius) [36]

Garinant kelis oksidus vienu metu taip pat galima gauti kokybiškesnius sluoksnius homogeniškumo prasme (pavyzdžiui naudojant HfO_2 ir ZrO_2 oksidus) (27 pav.) [36].



27 pav. Plonų sluoksnių iš skirtingų oksidinių medžiagų nehomogeniškumo vertės naudojant skirtingas formavimo technologijas [36]

Be to, naudojant HfO₂ ir ZrO₂ oksidus formuojant oksidų mišinių plonus sluoksnius galima padidinti sluoksnių amorfiškumą (28 pav.), o tuo pačiu sumažinti paviršinį šiurkštumą ir paviršinę šviesos sklaidą [35].



28 pav. Plonų sluoksnių paviršiaus morfologija formavimui naudojant grynas medžiagas, bei oksidų mišinius [35]

Sluoksnių PLSS vertės taip pat galime keisti pasitelkiant oksidų mišinius [35].

2 Tyrimo metodika

2.1 Plonų sluoksnių formavimas naudojant elektronų pluoštą

Šiame tyrime plonų sluoksnių formavimui buvo naudota „VU-2M“ vakuuminė kamera su dviem 2kV elektronų patrankomis (29 pav.). Elektronų patrankos yra 180° tipo, kai elektronus generuojantis katodas ir medžiaga yra toje pačioje plokštumoje, todėl norint, kad spindulys pasiektų garinamą medžiagą jis yra užlenkiamas 180° kampu. Šio įrenginio darbinis vakuumas yra $2.66 \cdot 10^{-4}$ Pa. Įrenginys turi pusiau rankinį elektronų spindulio valdymą su galimybe spindulį valdyti x-y kryptimis, keisti jo diametrą, bei kurti periodinį judėjimą x ir y ašimis. Šiomis patrankomis galime pasiekti 0-200 mA emisines sroves, to pakanka išlydyti ir garinti oksidines medžiagas vakuume. Kamoje taip pat yra besisukantis aplink savo ašį kupolas, į kurį dedami pagrindukai. Sluoksniu storio valdymui naudojama optinė matavimo sistema, kurios principas yra nuolatinis atspindžio matavimas nuo specialaus liudininko, kuris yra įmontuotas kupolo viduryje.



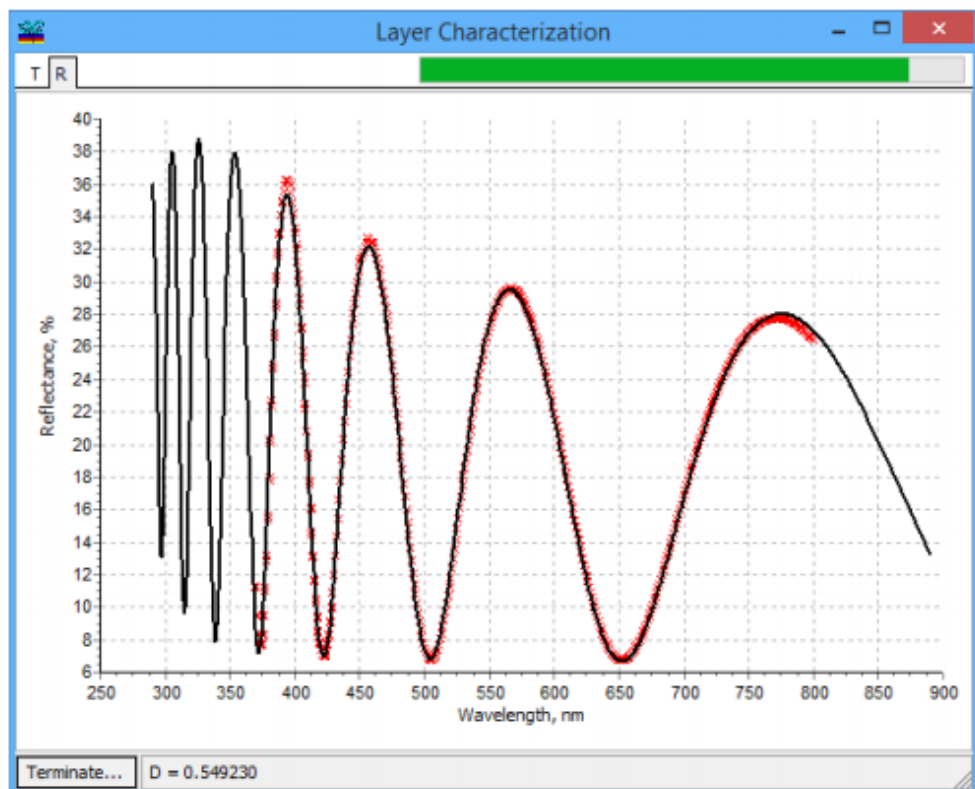
29 pav. „VU-2M“ vakuuminio garinimo įrenginys [37]

2.2 Plonų sluoksnių optinių charakteristikų nustatymas

Charakterizuojant plonųjų oksidinių sluoksnių lūžio rodiklio, sugerties koeficiento dispersijas, bei sluoksnio nevienalytiškumą buvo naudojamas „OptiLayer“ programinis paketas.

Siekiant tiksliai sucharakterizuoti dangas reikėjo pirmiausia tiksliai išmatuoti sluoksnio pralaidumo ir atspindžio spektrus. Spektrai buvo matuojami 190-1200 nm bangos ilgių diapazone, naudojant 0,5 nm matavimo žingsnį. Iš atspindžio ir pralaidumo spektrų šiame diapazone galima tiksliai sumodeliuoti sluoksnio charakteristikas, naudojant OptiLayer programinį paketa, kuris remiasi Frenelio saryšiais (2-4).

Įkėlus pralaidumo ir atspindžio spektro duomenis į „OptiLayer“ paprogramę „OptiChar“ ir pasirinkus charakterizavimo fizikinius modelius, tokius kaip normalioji lūžio rodiklio dispersija (pagal Košy dispersijos formulę, formulė pateikta apačioje) ir sugertis ultravioletinėje-matomoje srityje (pagal eksponentinį dėsnį, formulė pateikta apačioje), bei nurodant kraštines sluoksnio storio, optinio lūžio rodiklio, bei sugerties ribas, gauname sluoksnio charakteristikas.



30 pav. Charakterizavimo metu tipinis vaizdas naudojant „OptiChar“ paprogramę. Raudona kreivė – matavimo rezultatas, juoda – modeliavimo rezultatas.

Košy lūžio rodiklio ir eksponentinė sugerties koeficiento dispersijų, bei nehomogeniškumo formulės taikytos charakterizavimo modelyje [38]:

$$n(\lambda) = A_0 + \frac{A_1}{\lambda^2} + \frac{A_2}{\lambda^4}; \quad (10)$$

$$k(\lambda) = B_1 \exp(B_2 \lambda^{-1} + B_3 \lambda); \quad (11)$$

$$\delta = \frac{n_i - n_0}{n} \cdot 100\%, \quad n = \frac{n_i + n_0}{2}. \quad (12)$$

Visas modeliavimas vyksta tam tikra tvarka keičiant modelio konstantų vertes (iš viso 7 vertės įskaitant bandinio storį) ir lyginant sumodeliuoto spektro vertes (pralaidumo ir atspindžio) su matavimų duomenimis. Lyginimui yra naudojama „atitikimo“ funkcija (*angl.* Merit function), kuri nusako, kaip tiksliai sumodeliuoti spektrai atitinka matavimus:

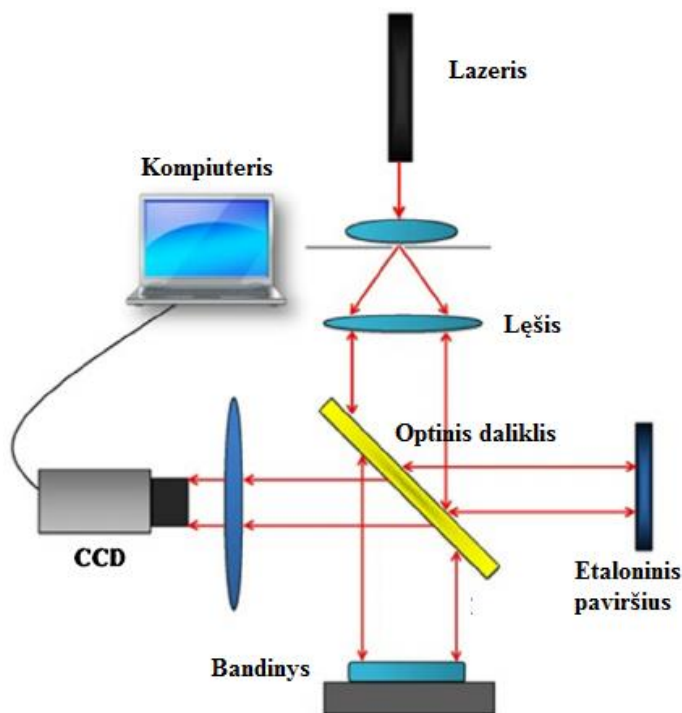
$$MF = \left[\frac{1}{L} \sum_{j=1}^L \left(\frac{R(X, \lambda_j) - R(\lambda_j)}{\Delta R_j} \right) \right]. \quad (13)$$

Kai sumodeliuoti spektrai tam tikru nurodytu tikslumu sutampa su matavimo duomenimis modeliavimas yra baigiamas ir iš sumodeliuotų spektrų pateikiamos sluoksnio charakteristikos.

2.3 Plonų sluoksnių įtempių matavimai

Plonų sluoksnių mechaniniai įtempiai buvo matuojami naudojant interferometrinių prietaisą „Mahr ESDI MarSurf FI 1040 Z“.

Lazerio pluoštas (kurio bangos ilgis $\lambda = 633 \text{ nm}$) yra išplečiamas, tada dalis jo per srauto daliklį yra nukreipiama į etaloninį veidrodį ($\lambda/10$ plokštiškumo), o dalis į bandinį. Sugrįžę pluoštai nuo bandinio ir etalono paviršių interferuoja ir taip sukuriama interferencinis vaizdas, kuris vėliau nukreipimas į CCD kamerą ir yra apdorojamas programine įranga (IntelliWave), kuri pateikia matuojamo paviršiaus charakteristikas (31 pav.).



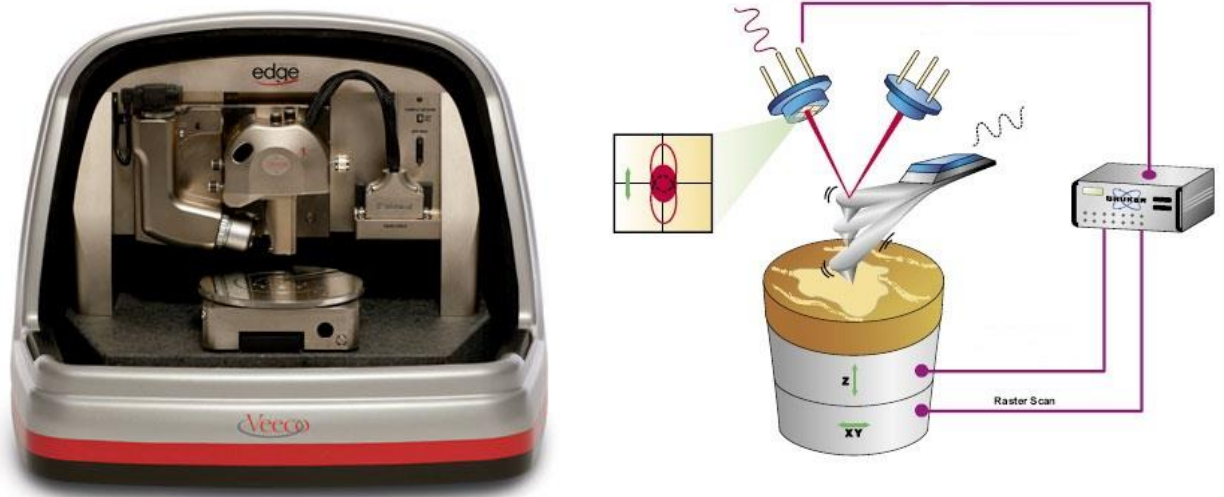
31 pav. Interferometro principinė schema

Tokiu būdu nustatomas bandinio paviršiaus kreivumas ir pritaikius Staunio formulę (*angl.* Stoney's formula) suskaičiuoti likutinius įtempius sluoksnyje. Staunio formulė [3]:

$$\sigma = \frac{1}{6} \left(\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right) \frac{E}{(1-\nu)} \frac{t_s^2}{t_f}. \quad (14)$$

2.4 Kristališkumo ir sluoksnių paviršiaus šiurkštumo nustatymas naudojant AFM technologiją

Siekiant ištirti plonų sluoksnių paviršiaus morfologiją buvo pasitelktas atominių jėgų mikroskopas (*angl.* AFM – atomic-force microscopy) „Veeco Dimension Edge“ (32 pav.).



32 pav. Kairėje - „Veeco dimension Edge“ AFM įrenginys. Dešinėje - „tapping“ režimo principinė schema [39]

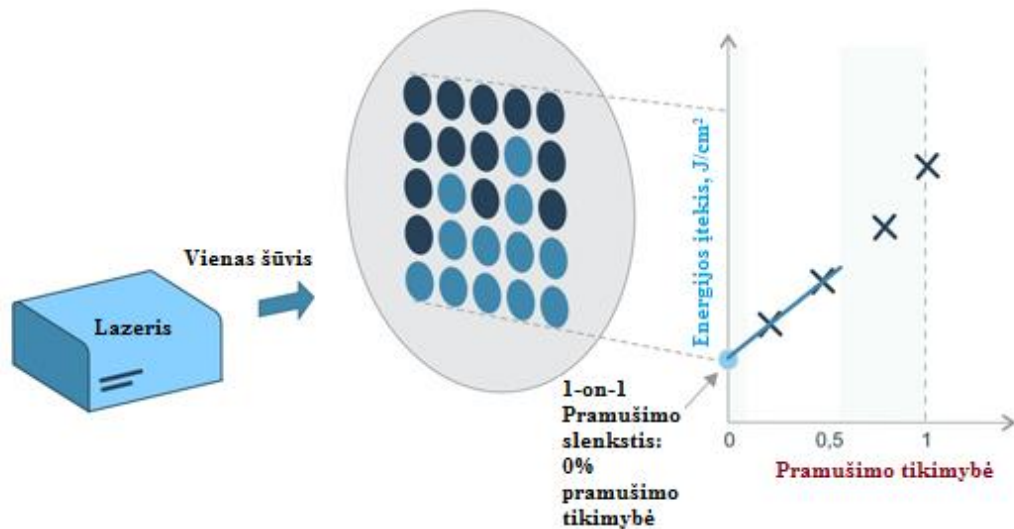
Matuojant AFM įrenginiu buvo naudojamas virpančio zondo režimas (*angl.* Tapping mode). „Tapping“ režimo principas yra silpnųjų atominių jėgų (Van der Valsinės, dipolinės-dipolinės, elektrosstatinės ir panašaus pobūdžio jėgos) fiksavimas ir šios informacijos atvaizdavimas grafiškai. Tai nekontaktinis matavimo režimas, kai AFM mikroskopo adatėlė virpa periodiniu dažniu (artimu rezonansiniam dažniui) ir priartėjus prie matuojamo paviršiaus reaguoja į jo kuriamas jėgas ir dėl to keičiasi adatėlės virpėjimo dažnis, o grįžtamojo ryšio sistema tai fiksuoja ir keičia adatėlės aukštį atitinkamai, tam kad dažnis grįžtų į pradinę vertę. Iš aukščio pokyčio verčių suformuojamas paviršiaus vaizdas (32 pav.).

2.5 PLSS matavimai

Atsparumo lazerio spinduliuotei slenkstis buvo matuojamas Nacionalinio fizinių ir technologijos mokslų centro, optinių dangų laboratorijoje.

PLSS buvo matuotas 1-on-1 matavimo metodika, kai lazerio impulsais eksponuojama daug bandinio vietų keičiant lazerio energiją, fiksuojant koordinatę, energijos vertę, bei sklaidos koeficientą (33 pav.). Iš gautų rezultatų sudaroma energijos įtekio priklausomybė nuo pramušimo tikimybės ir nustatoma didžiausia energijos įtekio vertė, kurioje pramušimo tikimybė yra lygi 0%, ši vertė atitinka pažaidos slenkščio vertę.

Slenkščio nustatymui buvo naudojamas lazerinė sistema generuojanti 532 nm bangos ilgio spinduliuotę 3 ns trukmės impulsais. Impulsų pasikartojimo dažnis 15 Hz.



33 pav. Principinė 1-on-1 matavimo schema [40]

3 Eksperimentai

3.1 Naudotos medžiagos

Plonų sluoksnių formavimui bei tyrimams buvo naudoti šie oksidų mišiniai: $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$, $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$. Visos medžiagos buvo pirktos iš „Merck“ cheminių medžiagų tiekėjo. Pagrindinės medžiagų charakteristikos pateiktos 2 lentelėje.

2 lent. Tyrime naudotų medžiagų pagrindinės charakteristikos

Medžiaga	Optinis lūžio rodiklis ($\lambda=500$ nm)	Optinio pralaidumo intervalas, nm	Garavimo temperatūra, °C	Medžiagos tankis, g/cm ³	Medžiagos grynumas, %
$\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$	2.0	350-7000	2200-2300	5.9	≥ 99.95
$\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$	2.1	400-5000	2200-2400	6.2	≥ 99.95
$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$	1.7	300-9000	2100	4.8	≥ 99.9
$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$	1.73	220-10000	2100	4.2	≥ 99.95

Visos medžiagos yra 1-4mm diametro granulių pavidalu ir garintos EG technologija iš molibdeninio įdėklo.

3.2 Suformuoti bandiniai

Šio tyrimo metu buvo suformuota 18 bandinių. Tarp jų buvo suformuotos kelios daugiasluoksnės struktūros (skaidrinimas ir dielektrinis veidrodis). Visi bandiniai buvo formuojami ant kvarcinio stiklo pagrindukų, kurių diametras 25,4 mm, o storis 1 mm. Vienasluoksnių bandinių formavimo parametrai, bei storiai pateikti 3 lentelėje.

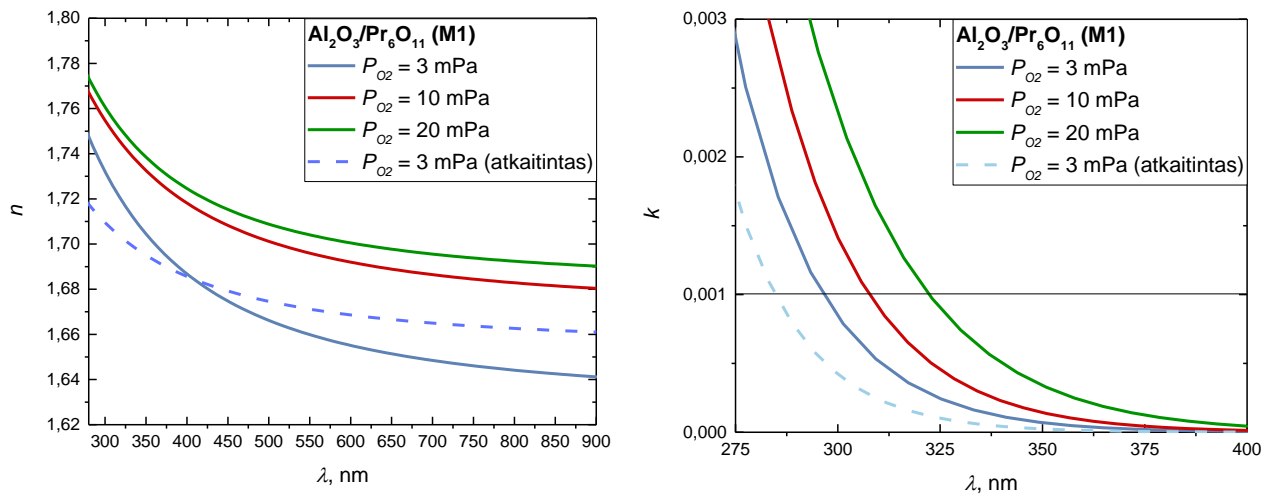
3 lent. Vienasluoksnių bandinių storiai bei formavimo parametrai

Bandinio pavadinimas	Naudota medžiaga	Dangos storis, nm	Pagrinduko temperatūra garinimo metu, °C	Garinimo greitis, Å/s	O ₂ dujų fonas, mPa	Elektroninės patrankos emisija, mA
M1_L	Al ₂ O ₃ /Pr ₆ O ₁₁	200	200	7	3	~110
M2_L	Al ₂ O ₃ /La ₂ O ₃					
H2_L	TiO ₂ /Pr ₆ O ₁₁	170				
H4_L	TiO ₂ /La ₂ O ₃					
M1_M	Al ₂ O ₃ /Pr ₆ O ₁₁	250	250	7	10	~105
M2_M	Al ₂ O ₃ /La ₂ O ₃					
H2_M	TiO ₂ /Pr ₆ O ₁₁					
H4_M	TiO ₂ /La ₂ O ₃					
M1_H	Al ₂ O ₃ /Pr ₆ O ₁₁	250	300	7	20	~105
M2_H	Al ₂ O ₃ /La ₂ O ₃					
H2_H	TiO ₂ /Pr ₆ O ₁₁					
H4_H	TiO ₂ /La ₂ O ₃					
M1_D	Al ₂ O ₃ /Pr ₆ O ₁₁	800	200	7	3	~105
M2_D	Al ₂ O ₃ /La ₂ O ₃					
H2_D	TiO ₂ /Pr ₆ O ₁₁					
H4_D	TiO ₂ /La ₂ O ₃					

3.3 Plonų dielektrinių sluoksnių charakterizavimas

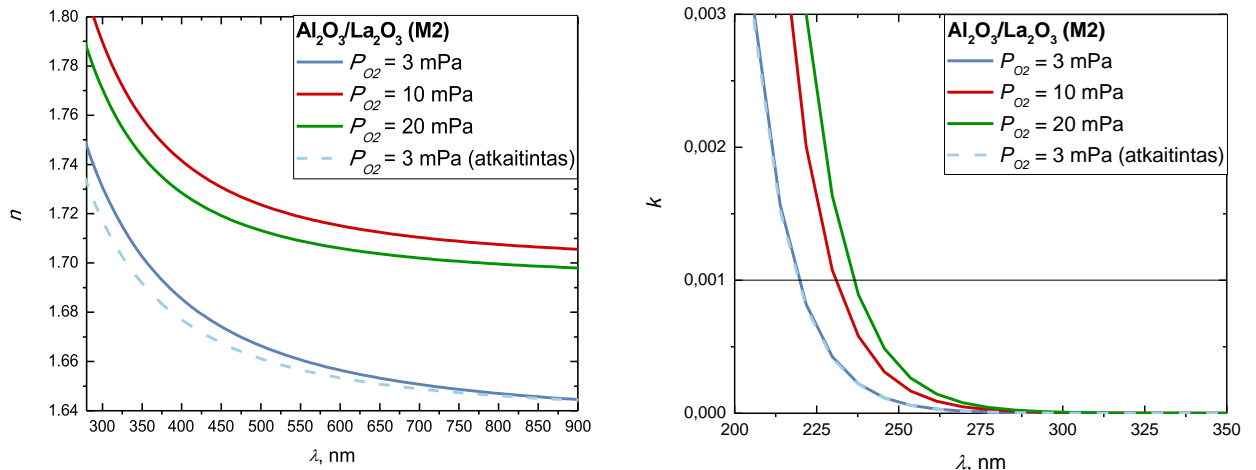
3.3.1 Optinės savybės

Suformuoti ploni sluoksniai naudojant skirtingas medžiagas pirmiausia buvo išmatuoti panaudojant spektrofotometrą. Iš gautų atspindžio ir pralaidumo spektrų buvo nustatytos plonų sluoksnių lūžio rodiklio ir ekstinkcijos koeficiento dispersijos (34, 35, 36 ir 37 pav.). Taip pat, bandiniai formuoti esant O₂ fono slėgiui $P = 3$ mPa buvo atkaitinti oro atmosferoje, 300°C temperatūroje, ir jų išmatuotos lūžio rodiklio ir sugerties dispersijos pateiktos grafikuose brūkšniuota linija (34, 35, 36 ir 37 pav.).



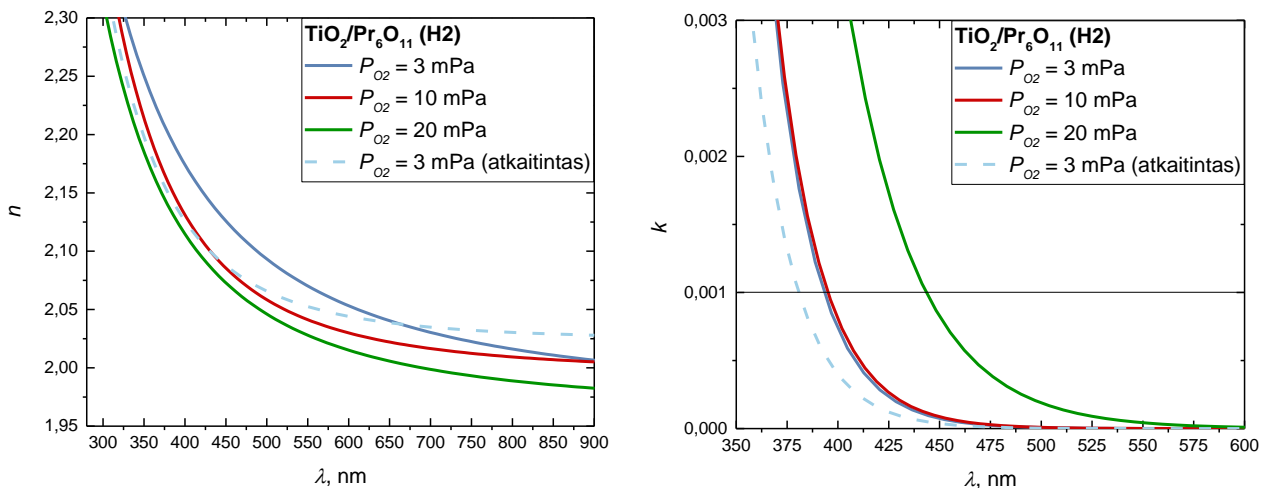
34 pav. Al₂O₃/Pr₆O₁₁ plono sluoksnio lūžio rodiklio ir sugerties koeficiento dispersijos esant skirtingiems deguonies fono slėgiams formavimo metu

Plonų sluoksnių garinimui naudojant M1 (Al₂O₃/Pr₆O₁₁) oksidinių mišinį gautos lūžio rodiklio vertės (ties $\lambda = 600$ nm), kurios kinta nuo 1,65 iki 1,7 priklausomai nuo formavimo metu naudoto deguonies dujų fono slėgio vakuuminės kameros viduje (34 pav.). Didėjant deguonies slėgiui plono sluoksnio lūžio rodiklis taip pat didėja. Tai susiję su didesnio kristališkumo plonais sluoksniais esant didesniai reaktyviųjų dujų fonui. Be to, pastebime, kad didėjant O₂ dujų fonui didėja ne tik lūžio rodiklis, bet ir ekstinkcijos koeficientas (ekstinkcijos koeficiento dispersijos mėlynasis kraštas slenkasi į ilgesniųjų bangų pusę). Sugerties dispersija pavaizduota 34 pav. Šis sugerties didėjimas susijęs su Pr₆O₁₁ oksidų susidarymų sluoksnyje, kurie ir įneša papildomą sugertį esant didesniems O₂ kiekiams. Tuo tarpu atkaitinus vieną iš bandinių matome, kad šiuo atveju padidėjo lūžio rodiklis ir sumažėjo sugertis sluoksnyje. Reikšminga sugertis sluoksnyje (kai $k > 0.001$) pasireiškia intervale nuo 284 nm iki 322nm, priklausomai nuo naudojamo deguonies fono sluoksnio formavimo metu.



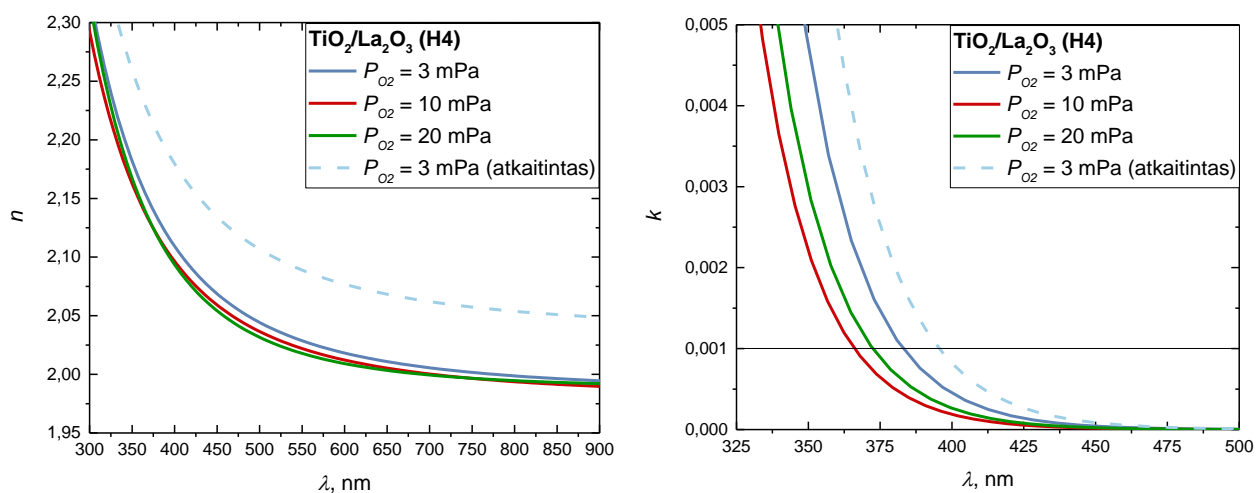
35 pav. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$ plono sluoksnio lūžio rodiklio ir sugerties koeficiento dispersijos esant skirtingiems deguonies fono slėgiams formavimo metu

Naudojant M2 ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$) medžiagą gaunami šiek tiek kitokie rezultatai (35 pav.). Visų pirma matome, kad didėjant deguonies slėgiui lūžio rodiklis pirmiausia padidėja (nuo 1.65 iki 1.72, ties $\lambda = 600$ nm) padidinus dujų slėgį iki 10 mPa, bet formuojant sluoksnį su 20 mPa deguonies slėgiu lūžio rodiklis tampa mažesnis (nuo 1.72 iki 1.70, ties $\lambda = 600$ nm). Sugerties dispersijoje, kaip ir M1 medžiagos atveju didėjant deguonies slėgiui slenkasi sugerties mėlynasis kraštas į didesnių bangų pusę. Atkaitintas bandinys nepasižymėjo dideliais dispersijų pokyčiais. Sugertis beveik nepakito, o lūžio rodiklis truputi sumažėjo mažesnių bangų intervale. Reikšminga sugertis sluoksnyje pasireiškia intervale nuo 220 iki 236 nm, priklausomai nuo naudojamo deguonies fono sluoksnio formavimo metu.



36 pav. $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ plono sluoksnio lūžio rodiklio ir sugerties koeficiento dispersijos esant skirtingiems deguonies fono slėgiams formavimo metu

Bandiniai formuoti su H2 ($\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$) medžiaga pasižymėjo lūžio rodikliais, kurie priklausė intervalui nuo 2.01 iki 2.05 (ties $\lambda = 600$ nm). Šiuose bandiniuose didelės dujų fono įtakos nėra, bet tendencija didėjant O_2 fonui mažėjančio lūžio rodiklio matoma (36 pav.). Tai greičiausiai susiję su blogėjančio vakuomo efektu, kai dėl blogesnio vakuomo formuojasi mažiau tanki, labiau porėta danga pasižyminti mažesniu lūžio rodikliu. Sugertis naudojant 3 mPa ir 10 mPa dujų foną yra beveik tokia pati, bet padidinus foną iki 20 mPa sugerties kraštas drastiškai pasislenka į didesnių bangų pusę (nuo 395 iki 444 nm, ties $k > 0.001$). Atkaitinus bandinį matomas lūžio rodiklio padidėjimas didesnių bangų intervale ir sugerties sumažėjimas (reikšminga sugertis ties 385nm).



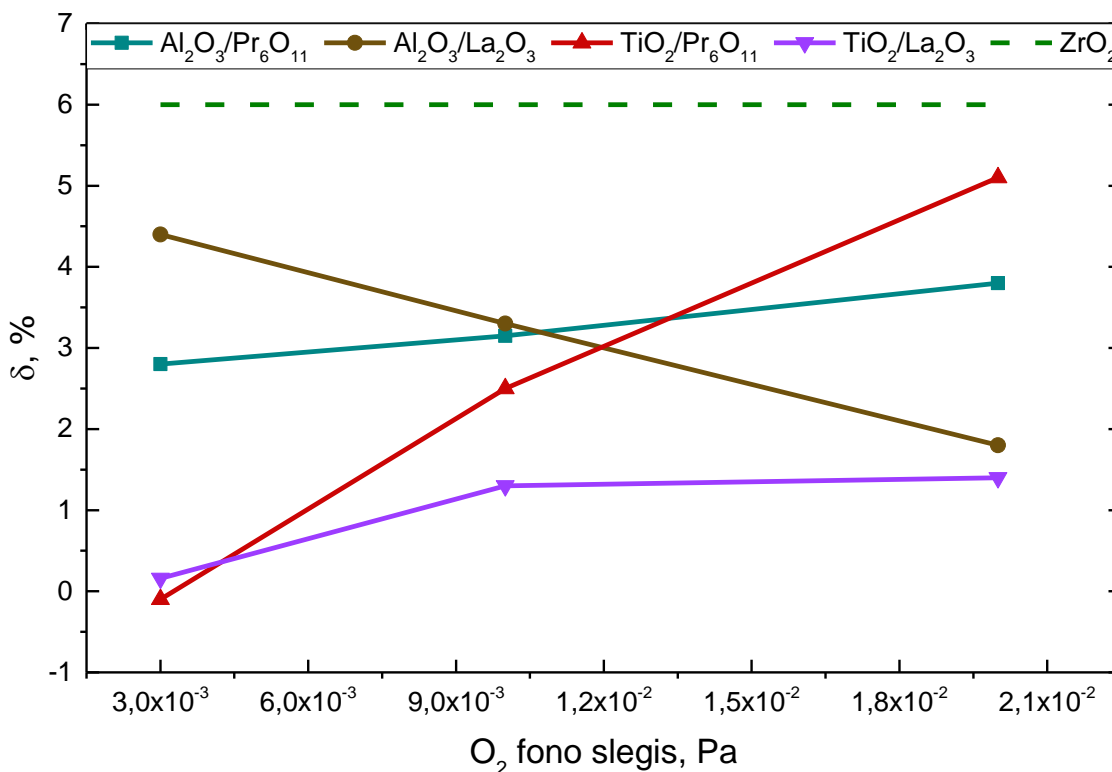
37 pav. $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$ plono sluoksnio lūžio rodiklio ir sugerties koeficiento dispersijos esant skirtingiems deguonies fono slėgiams formavimo metu.

Lūžio rodiklių intervalas bandiniuose suformuotose naudojant H4 ($\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$) medžiagą (37 pav.) yra nuo 2.00 iki 2.02 (ties $\lambda = 600$ nm). Kaip ir bandiniuose, kuriuose naudota H2 medžiaga lūžio rodiklis šį kartą dar mažiau priklauso nuo naudojamo dujų fono slėgio vakuuminėje kameroje. Tačiau, O_2 fono slėgis darė įtaką sugerties koeficiento dispersijai. Padidėjus dujų slėgiui nuo 3 iki 10 mPa sugerties kraštas pasislinko nuo 383 iki 366 nm (ties $k > 0.001$), tačiau esant dar didesniai slėgiui (20 mPa) sugerties kraštas pasislinko į 372 nm vertę. Atkaitinus bandinį lūžio rodiklis iki 2.07 vertės (ties $\lambda = 600$ nm), tačiau sugertis padidėjo, o jos krašto vertė – 396 nm (ties $k > 0.001$).

H2 medžiaga pasižymėjo didžiausiu pasiektu lūžio rodikliu ($n = 2.05$), H4 medžiaga tarp aukšto lūžio rodiklio medžiagų pasižymėjo mažesne sugertimi ultravioletinėje srityje, bei labai mažu lūžio rodiklio pokyčiu keičiant dujų fono slėgį procesų metu (~1%). Be to, visi bandiniai pasižymėjo geriausiu lūžio rodikliu ir ekstinkcijos dispersija kai buvo naudojamas mažiausias dujų fono slėgis ($P = 3$ mPa). Visuose sluoksniuose, kuriuose naudota medžiaga turėjo Pr_6O_{11} oksido, atkaitinimas pasislinko į mėlynąją pusę sugerties krašto vertes, bei padidino lūžio rodiklį.

3.3.2 Nevienalytiškumas sluoksniuose

Iš bandinių atspindžio ir pralaidumo spektrų, bei pagrinduko atspindžio ir pralaidumo spektrų buvo nustatyti plonų sluoksnių nehomogeniškumo koeficientai (38 pav. ir 4 lent.). Palyginimui taip pat pateiktas ZrO_2 medžiagos plono sluoksnio tipinis nehomogeniškumas.



38 pav. Nehomogeniškumo koeficiento priklausomybė nuo fono dujų slėgio naudojant skirtingas medžiagas sluoksnio formavimui

Iš 38 pav. matome, kad tyrinėjamų medžiagų sluoksnių nevienalytiškumas visais atvejais yra mažesnis nei ZrO_2 plonų sluoksnių. Taip pat, beveik visose medžiagose matoma didėjantis nehomogeniškumas didėjant O_2 dujų fono vakuuminėje kameroje garinimo metu slėgiui. Tik sluoksnių formavimui naudojant Al_2O_3/La_2O_3 medžiagą pastebimas nehomogeniškumo mažėjimas didėjant dujų slėgiui. Be to, H2 ir H4 medžiagose bendras nehomogeniškumo lygis yra žemiausias tarp visų medžiagų, prie sąlyginai mažo dujų fono slėgio (3 mPa) jis artimas 0%. Iš visų medžiagų geriausią vienalytiškumą visose dujų fono slėgių taškuose turi H4 (TiO_2/La_2O_3) medžiaga. Ploni sluoksniai formuoti su aukšto lūžio rodiklio medžiagomis optimaliomis formavimo sąlygomis ($P_{O_2} = 3$ mPa) pasižymėjo iki 6% geresniu nehomogeniškumu, nei ploni sluoksniais suformuoti su ZrO_2 oksidu. Optinio nevienalytiškumo didėjimas didėjant dujų fono slėgiui gali būti siejamas su vakuumo sąlygų blogėjimu.

4 lent. Nehomogeniškumo koeficiento vertės esant skirtingam fono dujų slėgiui ir naudojant skirtingas medžiagas sluoksnio formavimui

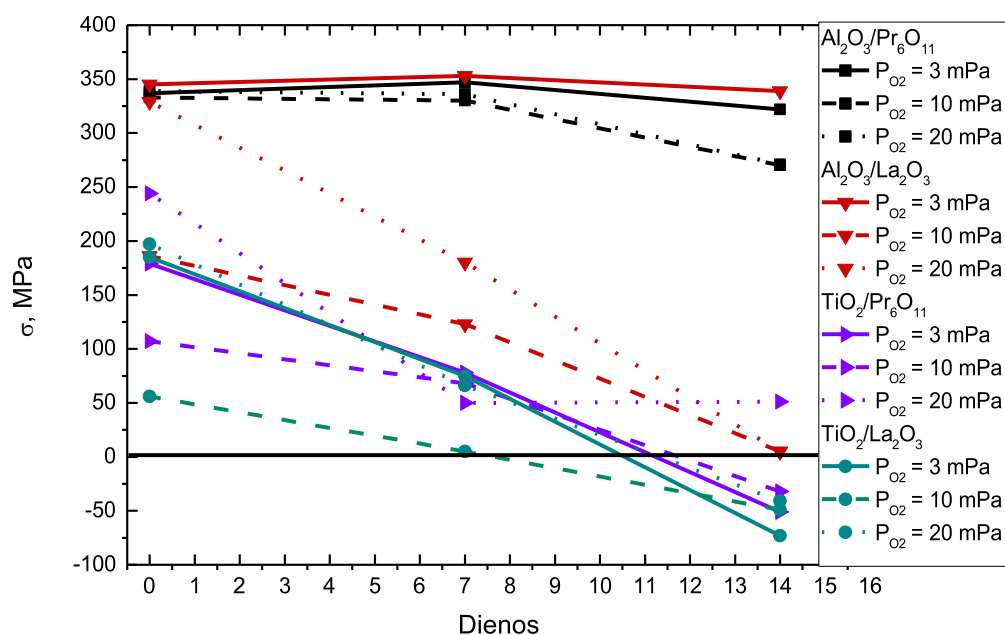
O ₂ fono slėgis	$P_{O_2} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$	$P_{O_2} = 1 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$	$P_{O_2} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$
Medžiaga	Lūžio rodiklio nehomogeniškumas sluoksnyje δ		
Al ₂ O ₃ / Pr ₆ O ₁₁	+2.8 %	+3.15 %	+3.8 %
Al ₂ O ₃ /La ₂ O ₃	+4.4 %	+3.3 %	+1.8 %
TiO ₂ /Pr ₆ O ₁₁	-0.1 %	+2.5 %	+5.1 %
TiO ₂ /La ₂ O ₃	-0.16 %	-1.3 %	+1.4 %
ZrO ₂	+6%		

3.3.3 Įtempiai sluoksniuose

Kiekvieno bandinio įtempiai interferometriniu prietaisu buvo matuoti du kartus. Pirmąjį kartą bandinys matuojamas po plono sluoksnio suformavimo vakuuminėje kameroje, o antrąjį – po 7 dienų laikotarpio, kurį bandinys praleido oro aplinkoje, standartinėmis sąlygomis. Taip pat, prieš kiekvieną pagrinduko dengimą plonu sluoksniu buvo išmatuojamas pačio pagrinduko plokštiškumas, tam, kad tiksliau įvertinti plono sluoksnio poveikį geometrijai. Visi išmatuoti plonų sluoksnių įtempiai yra tempimo įtempio tipo („tensile“). Matavimo rezultatai pateikti 5 lentelėje ir 39 paveiksle.

5 lent. Įtempių vertės sluoksniuose esant skirtingiems O₂ dujų fono slėgiams

O ₂ fono slėgis	$P_{O_2} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$			$P_{O_2} = 1 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$			$P_{O_2} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$		
	Įtempiai sluoksnyje, MPa								
Medžiaga	Po 1h	Po 7 dienų	Po 14 dienų	Po 1h	Po 7 dienų	Po 14 dienų	Po 1h	Po 7 dienų	Po 14 dienų
Al ₂ O ₃ / Pr ₆ O ₁₁	337	347	322	333	330	270	339	336	271
Al ₂ O ₃ /La ₂ O ₃	345	353	339	186	123	5	329	180	5
TiO ₂ /Pr ₆ O ₁₁	179	78	-51	107	68	-32	244	50	51
TiO ₂ /La ₂ O ₃	185	75	-73	56	5	-49	197	66	-41



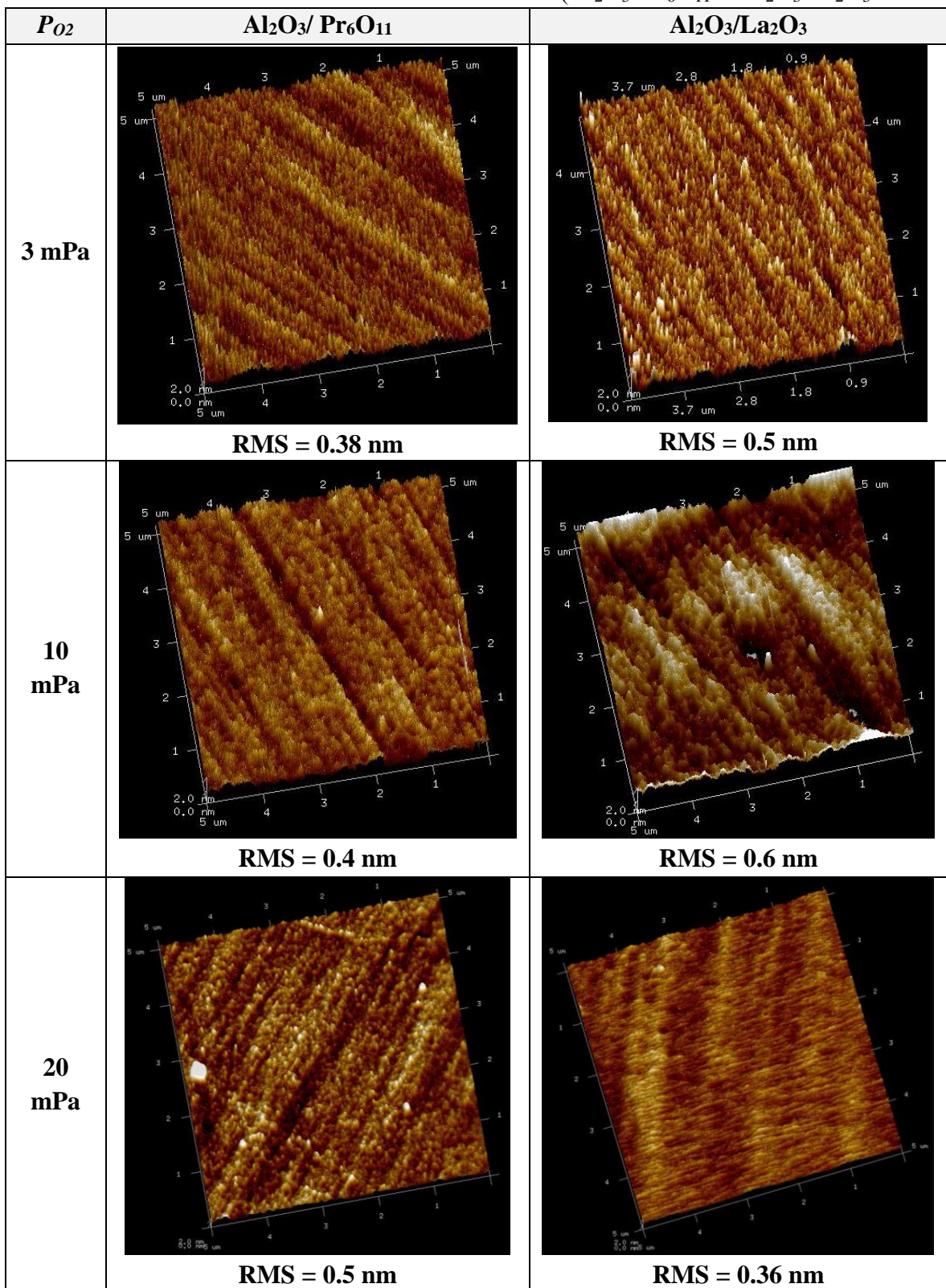
39 pav. Įtempčių sluoksnyje priklausomybė nuo laiko po garinimo skirtingomis medžiagomis su skirtingais dujų fono slėgiais

Iš 39 pav. matome, kad beveik visų bandinių įtempiai bėgant laikui mažėja, tik bandinių su Al₂O₃/Pr₆O₁₁ oksidų mišiniu įtempiai sąlyginai mažai keičiasi, tačiau vis tiek turi mažėjimo tendenciją. Mažiausi įtempiai, kaip ir homogeniškumo atveju yra TiO₂/Pr₆O₁₁ ir TiO₂/La₂O₃ plonuose sluoksniuose. TiO₂/La₂O₃ ploname sluoksnyje, kuris garintas 10 mPa O₂ dujų fono slėgyje po savaitės matomi netgi artimi nuliui įtempiai, tačiau po dviejų savaičių jie tapo neigiami (kompresiniai įtempiai). Lyginant įtempius su populiariai naudojamu aukšto lūžio rodiklio ZrO₂ medžiagos įtempiais sluoksniuose (~171 MPa, esant tiems patiems garinimo parametrų ir matuojant po savaitės), šios medžiagos įtempiai yra didesni už TiO₂/Pr₆O₁₁ ir TiO₂/La₂O₃ medžiagų, bet mažesni nei Al₂O₃/Pr₆O₁₁ ir Al₂O₃/La₂O₃ esant tam tikram garinimo dujų fonui. Nors ir Al₂O₃/Pr₆O₁₁ plonuose sluoksniuose įtempiai yra didžiausi, bet šie sluoksniai pasižymi geru mechaniniu stabilumu.

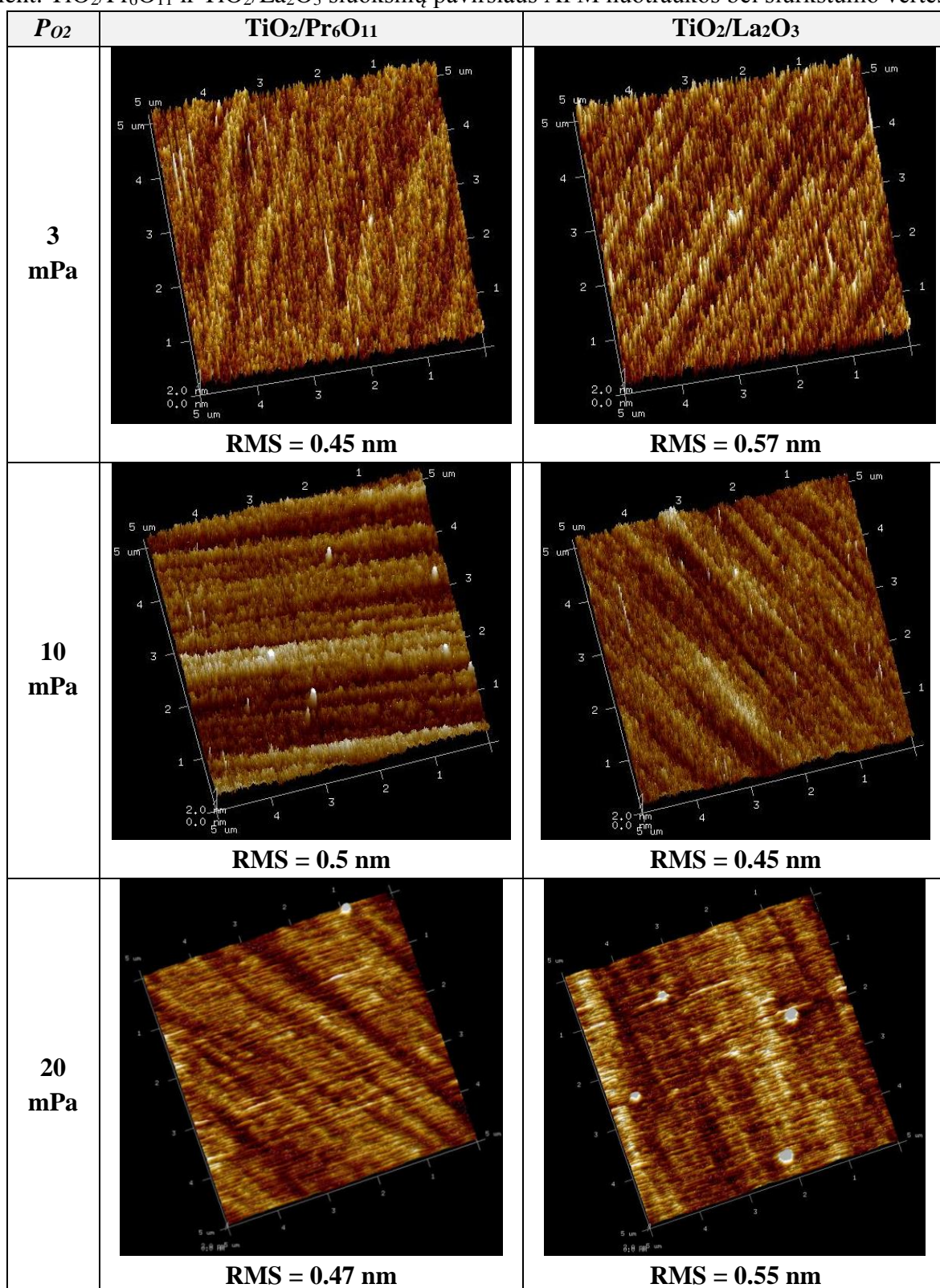
3.3.4 Paviršiaus morfologija

Visi bandiniai matuoti AFM įrenginiu po savaitės nuo jų suformavimo. Prieš matavimus bandiniai buvo nuplauti ultragarsinio valymo įrenginyje, naudojant itin trumpus režimus (~15 sekundžių ultragarse). Bandiniai matuoti „tapping“ režime, matavimo plotas 5x5 μm, matavimo dažnis 1 Hz, o skiriamoji geba - 512 eilučių per matavimą. Bandinių paviršiaus nuotraukos su paviršiaus šiurkštumo vertėmis (RMS) pateiktos 6 ir 7 lentelėse.

6 lent. Paviršiaus AFM nuotraukos bei šiurkštumo vertės ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$ sluoksniu)



7 lent. $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$ sluoksnių paviršiaus AFM nuotraukos bei šiurkštumo vertės. ()



Paviršiaus morfologija visuose bandiniuose gana panaši, su šiurkštumo vertėmis artimomis 0.4 – 0.5 nm. Išsiskiria tik bandiniai kuriuose naudotas $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$ oksidų mišinys (6 lent.). Esant O_2 dujų slėgiui 10 mPa paviršiaus nuotraukoje matosi daug didesni kristalitai, nei kitose nuotraukose,

taip pat pastebimas išaugęs paviršiaus šiurkštumas (iki 0.6 nm). Be to, esant dar didesniai O₂ dujų slėgiui (20 mPa) paviršius tampa labai švelnus (šiurkštumas tik 0.36 nm) ir nėra matomų didelių darinių, kristalinių.

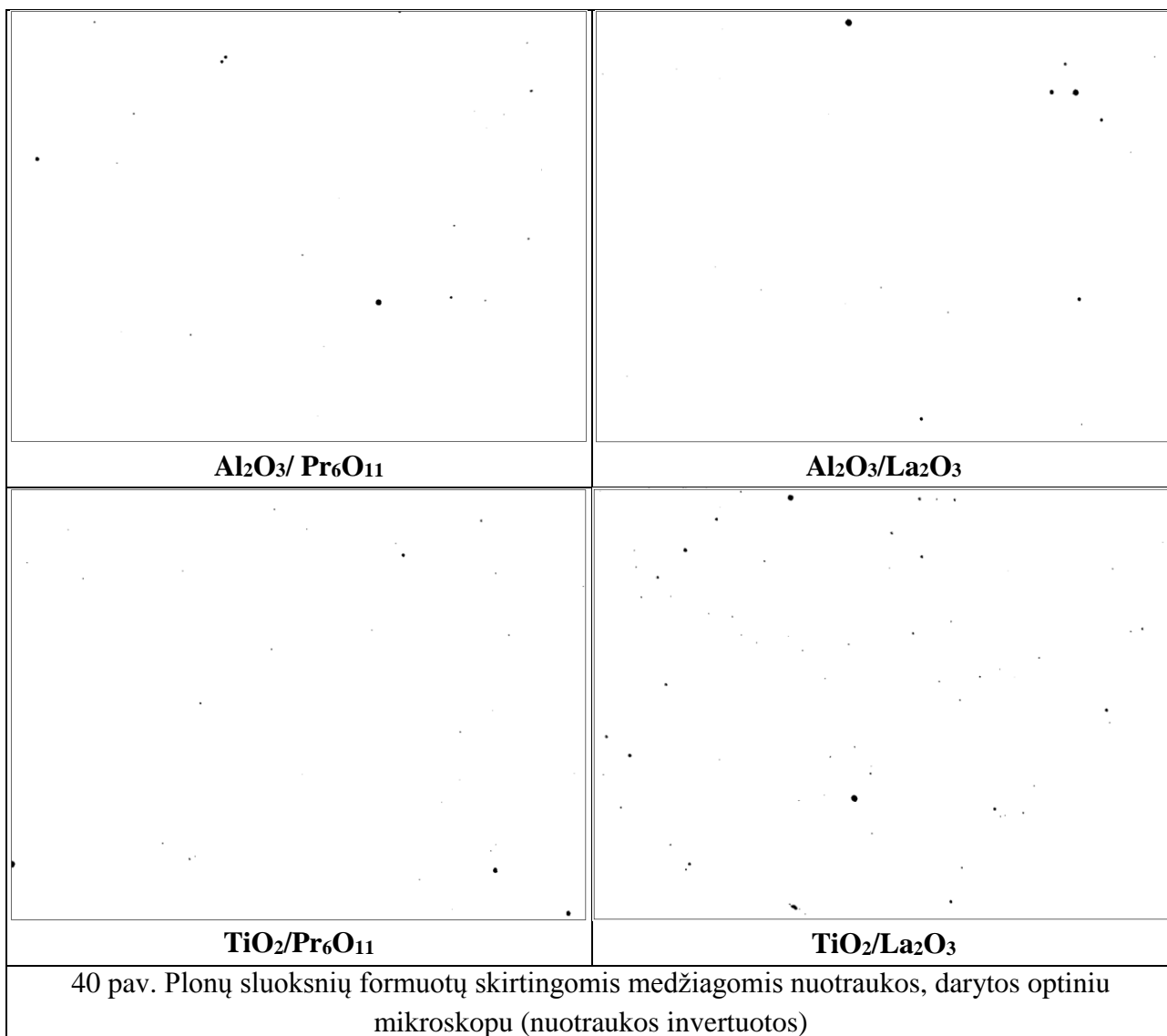
3.3.5 Taškiniai defektai

Siekiant tinkamai nustatyti garinamų medžiagų defektingumą, kiek jos linkusius taškutis ir kurti taškinius defektus dangoje, buvo suformuoti stori (~800 nm) sluoksniai, kurie po garinimo buvo nufotografuoti naudojant optinį mikroskopą (40 pav.). Pasitelkiant specialią taškų skaičiavimo programą pavyko gauti defektų tankio vertes (8 lent.). Padarytos 5 kiekvieno bandinio nuotraukos, o defektų tankio vertės pateiktos suskaičiavus vidurkį visų matavimų verčių.

8 lent. Defektų tankio vertės naudojant skirtingas medžiagas storų sluoksnių garinimui

Medžiaga	Defektų tankis, vnt./mm ²	Plono sluoksnio storis, nm	Pagrinduko temperatūra garinimo metu, °C	Garinimo greitis, Å/s	O ₂ fono slėgis, Pa	Elektronų patrankos emisija, mA
Al ₂ O ₃ / Pr ₆ O ₁₁	13	800	200	7	3 · 10 ⁻³	~105
Al ₂ O ₃ /La ₂ O ₃	9					
TiO ₂ /Pr ₆ O ₁₁	14					
TiO ₂ /La ₂ O ₃	25					
ZrO ₂	35	900	200	7	3 · 10 ⁻³	~90

Iš nuotraukų ir defektų tankio verčių matome, kad visos medžiagos pasižymi gana mažu defektingumu, tik TiO₂/La₂O₃ medžiaga turėjo didesnę defektingumą, bet lyginant su ZrO₂ sluoksniu defektingumas vis tiek buvo mažesnis. Mažiausiai defektų generavusi medžiaga - Al₂O₃/La₂O₃.



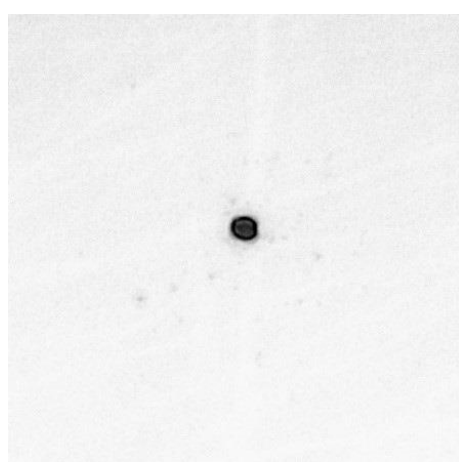
3.3.6 Pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis

Buvo išmatuoti penkių bandinių PLSS bei ištirtos tipinės pažeidimų morfologijos (9 lent. ir 41-45 pav.). Bandiniai buvo suformuoti naudojant tyrinėjamus keturių oksidų mišinius šiame darbe, bei populiariai naudojamo ZrO₂ oksido, su kuriuo ir buvo lyginamos vertės bei pažeidimų morfologijos. Pramušimų morfologijos buvo užfiksuotas su optiniu mikroskopu.

9 lent. Matuotų medžiagų lazerinio pramušimo slenksčio vertės

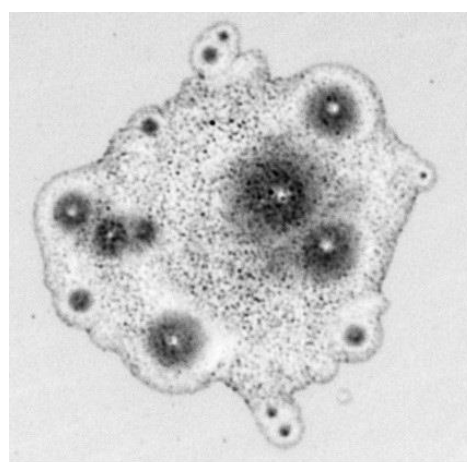
Medžiaga	PLSS, J/cm ² ($\lambda = 532$ nm, 3 ns)	Sunormuotas lazerinio pramušimo slenkstis
ZrO ₂	76,8	1
Al ₂ O ₃ /Pr ₆ O ₁₁	98,4	1,44
Al ₂ O ₃ /La ₂ O ₃	79,1	1,16
TiO ₂ /Pr ₆ O ₁₁	38,1	0,56
TiO ₂ /La ₂ O ₃	37,5	0,55

Iš 9 lentelės matome, kad didžiausia pramušimo slenkstį turi sluoksnis suformuotas iš Al₂O₃/Pr₆O₁₁ oksidų mišinio. „Sunormuotas lazerinio pramušimo slenkstis“ stulpelyje pateiktas pramušimo slenksčio santykis su ZrO₂ sluoksnio pramušimo slenksčiu. Kaip ir tikėtasi dėl didesnio draustinių energijų tarpo visos mažesnio lūžio rodiklio medžiagos (Al₂O₃/Pr₆O₁₁ ir Al₂O₃/La₂O₃) pasižymi didesniu nei visų kitų medžiagų pramušimo slenksčiu. Tuo tarpu aukšto lūžio rodiklio medžiagų pramušimo slenkstis buvo du kartus mažesnis nei ZrO₂.



15 μ m

a)



15 μ m

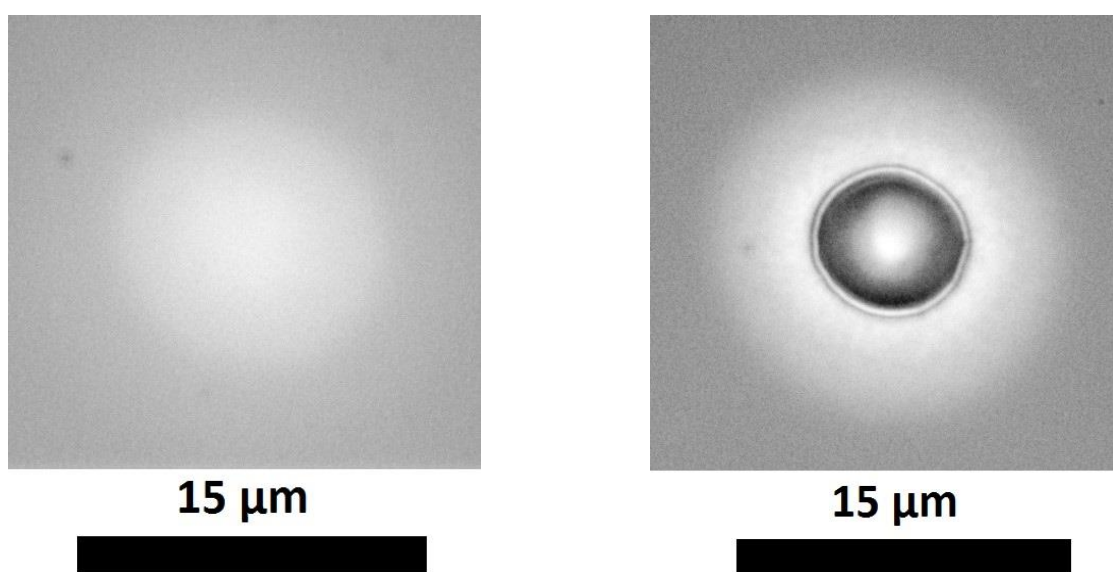
b)

41 pav. Tipiniai pažeidimai sluoksnyje (ZrO₂): a) eksponuota su 76 J/cm² energija; b) eksponuota su 160 J/cm² energija.

Iš 41 pav. matome, kad ZrO₂ ploname sluoksnyje pažeidimas prasideda (nuotrauka a)) taškiniuose pažeidimų centruose (šiuo atveju – vienas taškinis centras). Šis pažeidimo mechanizmas

susijęs su mažais struktūriniais defektais dangos tūryje, kurie yra mažiau atsparūs lazerio spinduliuotei. Toliau padidinus energiją prasimuša ir dangos dalis be defektų (nuotrauka b)).

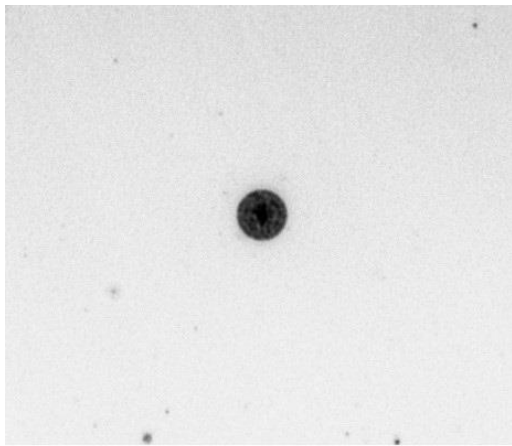
Kitoje nuotraukoje (42 pav.) matome, kaip esant mažoms lazerio spinduliuotės energijoms pirmiausiai pasikeičia tos srities spalva (intensyvumo pokytis a) nuotraukoje) ir tik vėliau prie didesnių energijų vyksta stipri dangos pažaida (nuotrauka b)). Šis spalvos pokytis yra siejamas su sugertimi ploname sluoksnyje. Esant didesnėms energijoms matome visai kitokią pažaidos morfologiją nei ZrO_2 atveju (41 pav., nuotrauka b)). Pažaidos vietoje danga tolygiai išsilydžiusi ir nėra jokių taškinių pažaidos centrų.



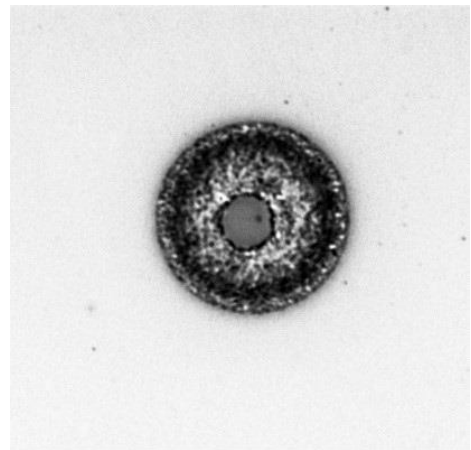
42 pav. Tipiniai pažeidimai sluoksnyje (Al_2O_3/Pr_6O_{11}). Kairėje eksponuota su $95 J/cm^2$ energija, o dešinėje – su $160 J/cm^2$ energija.

Plonuose sluoksniuose, kuriuose naudotas Al_2O_3/La_2O_3 oksidų mišinys (43 pav.) matome, kad pažeidimas prasideda nuo vieno taško ir yra sferos formos su viduje esančia sferine erdve, o per vidurį maža skylute (nuotrauka kairėje). Esant didesnėms energijoms ši struktūra tiesiog pasidaro didesnė (nuotrauka dešinėje).

Sluoksnio formavimui naudojant TiO_2/Pr_6O_{11} medžiagą gautos tipinės pramušimo morfologijos labai panašios į Al_2O_3/La_2O_3 plono sluoksnio pramušimo nuotraukas, tik šį kartą pastebėta papildomų taškinių pažaidos centrų, kurie gali byloti apie struktūrinius defektus dangoje.



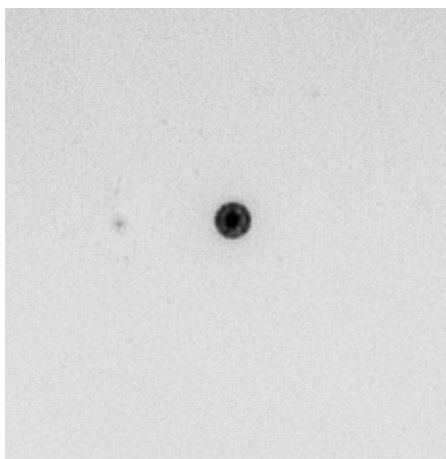
15 μm



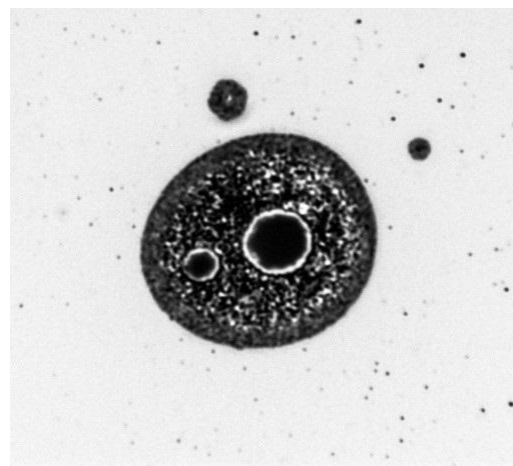
15 μm



43 pav. Tipiniai pažeidimai sluoksnyje ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$). Kairėje eksponuota su 85 J/cm^2 energija, o dešinėje – su 160 J/cm^2 energija.



15 μm



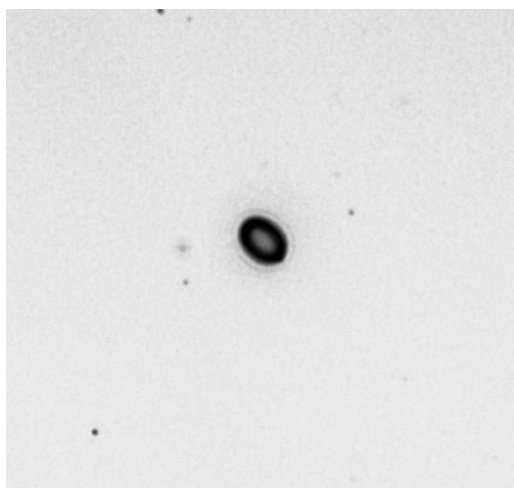
15 μm



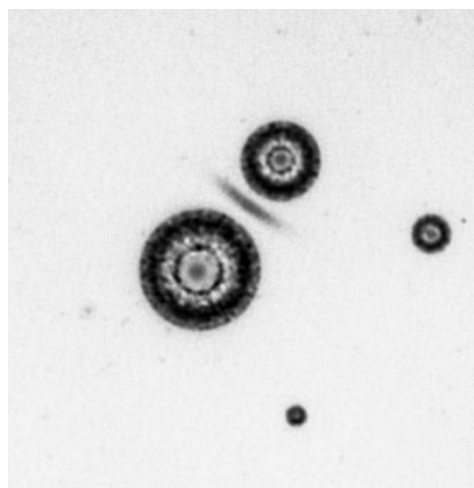
44 pav. Tipiniai pažeidimai sluoksnyje ($\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$). Kairėje eksponuota su 35 J/cm^2 energija, o dešinėje – su 160 J/cm^2 energija.

Kaip ir $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ plono sluoksnio atveju pažaidos morfologijos $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$ sluoksnyje (45 pav.) yra susijusios struktūriniais tūriniais defektais dangoje.

Taip pat, verta paminėti, kad visais trimis pastaraisiais atvejais nepastebėta spalvinių dangos pokyčių, kurie buvo pastebėti $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ sluoksnyje.



15 μm



15 μm



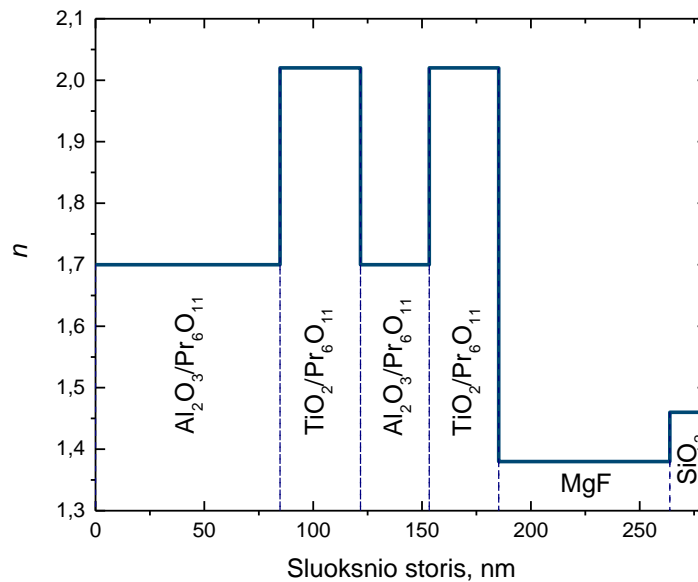
45 pav. Tipiniai pažeidimai sluoksnyje ($\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$). Kairėje eksponuota su 37 J/cm^2 energija, o dešinėje – su 160 J/cm^2 energija.

3.4 Oksidiniai mišiniai daugiasluoksnėse dielektrinėse dangose

Kadangi mūsų tiriamos medžiagos pasižymėjo geresnėmis homogeniškumo, įtempimų, bei defektingumo vertėmis, nuspręsta suformuoti daugiasluoksnės dangas naudojant šias medžiagas.

3.4.1 Skaidrinančioji danga

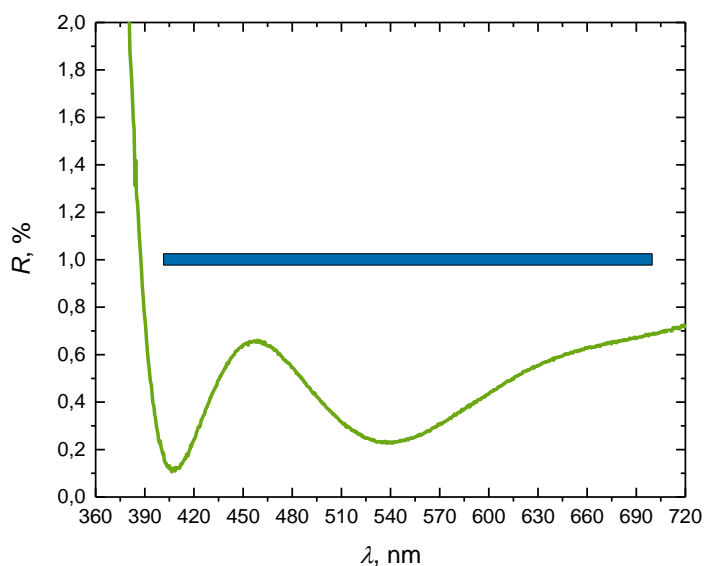
Pirmiausia buvo suformuotas skaidrinimas, kurio atspindys spektro diapazone nuo 400 iki 700 nm turi būti mažiau nei 1% (esant 0° šviesos kritimo kampui). Tai gana sudėtinga danga, kadangi apima visą matomos šviesos diapazoną, bei reikalauja mažų atspindžio verčių jame. Taip pat ši danga labai jautri sluoksnio lūžio rodiklio pokyčiams, bei nehomogeniškumui.



41 pav. Skaidrinančios dangos „AR <1% @ 400-700 nm i0“ struktūra

Formuotos dangos struktūra pateikta 41 pav. Formuojant šią dangą buvo panaudotos $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ oksidų mišiniai dėl savo gerų homogeniškumo verčių, bei garavimo stabilumo.

Suformuoto skaidrinimo atspindžio spektras pateiktas 42 pav. Kaip matome iš spektro visame diapazone atspindžio vertė mažesnė nei 0.7%, $R = <1\%$ (stora mėlyna linija žymi viršutinę atspindžio ribą nustatyta prieš formuojant dangą).

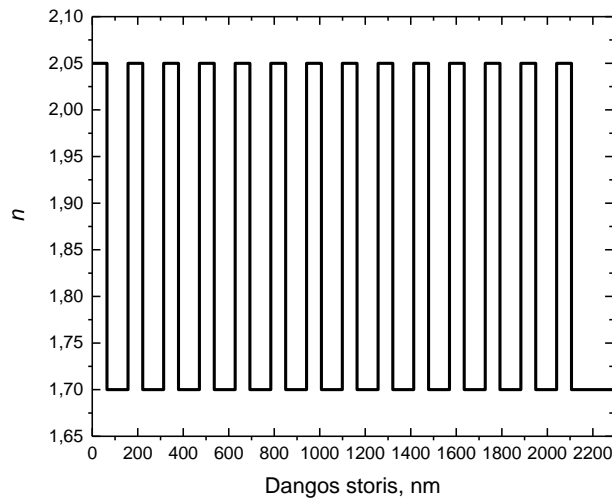


42 pav. Suformuotos skaidrinančios dangos „AR <1% @ 400-700 nm i0“ atspindžio spektras (stora mėlyna linija – specifikacijų riba)

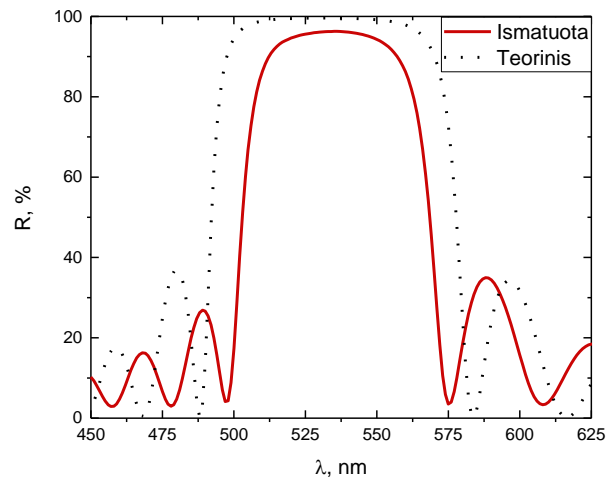
3.4.2 Dielektrinis veidrodis

Nors ir $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ medžiagų lūžio rodikliai nėra patys tinkamiausi dielektrinio veidrodžio formavimui, nes $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ lūžio rodiklis ~ 1.70 , dielektrinio veidrodžio formavimui jis yra per didelis, todėl tenka formuoti veidrodį su daugiau sluoksnių. Kadangi dielektriniai veidrodžiai yra storos dangos, pasižyminčios dideliu defektingumu, o pasirinktos medžiagos pasižymi mažu defektingumu, nuspręsta suformuoti 28 sluoksnių dielektrinį veidrodį.

Suformuoto veidrodžio dizainas, tai $\lambda/4$ periodinių sluoksnių sistema su paskutiniu dvigubu sluoksniu ($\lambda/2$). Šis veidrodis buvo suformuotas atspindėti šviesos spektrą 532 nm bangoje su 99,5% atspindžio koeficientu. Formuotos dangos struktūra pavaizduota 43 pav. Suformuoto dielektrinio veidrodžio atspindžio spektras pateiktas 44 pav.

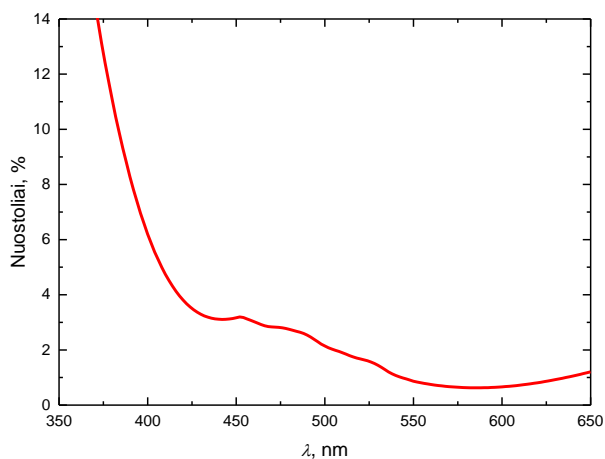


43 pav. Dielektrinio veidrodžio dangos struktūra



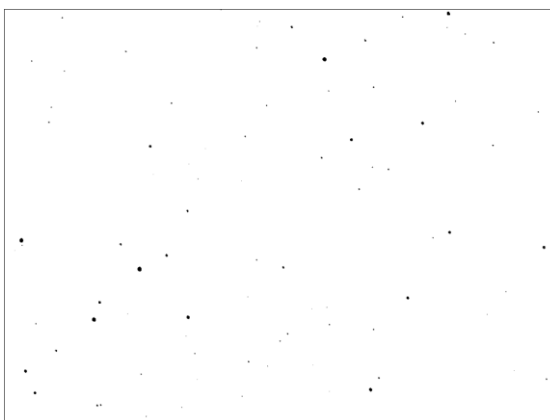
44 pav. Suformuoto dielektrinio veidrodžio su $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ medžiagomis, atspindžio spektras

Kaip matome iš atspindžio spektro (44 pav.) suformuotas dielektrinis veidrodis netenkina užsibrėžtų reikalavimų ir neatspindi panaudotos struktūros sąvybių. Tikslī priežastis nėra aiški, net ir pakartojus garinimo procedūrą rezultatas gavosi panašus. Paanalizavus atspindžio ir pralaidumo spektrus gautoje nuostolių kreivėje (45 pav.) matosi, kad šioje dangoje pasireiškia labai dideli nuostoliai visame spektro diapazone. Nuostolių kilmė nėra tiksliai aiški, bet spėjama, kad tokie dideli nuostoliai galėjo atsirasti tik nuo sugerties plonuose sluoksniuose. Viena iš hipotezių, kad vykstant ilgiems procesams ant molibdeno tiglių sienelių susidaro garinamos medžiagos metalinės frakcijos, kurios garinimo metu artėjant garinimo procesui į pabaigą susikaupia ir yra efektyviai nugarinamos nuo sienelių ir užnešamos ant pagrindukų. Kadangi medžiaga esanti ant sienelių galbūt yra panaši į metalą, ji garuodama nespėja oksiduotis ir sudaryti skaidrių oksidų.



45 pav. Suformuoto dielektrinio veidrodžio su $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ medžiagomis, nuostolių spektras

Išmatavus dielektrinio veidrodžio taškinių defektų tankį gautas 79 vnt./mm^2 defektingumas (46 pav.). Tai gana didelis defektų tankis, nes tokio pačio tipo dangoje suformuotoje su SiO_2 ir ZrO_2 oksidais tipinis defektingumas yra $\sim 40 \text{ vnt./mm}^2$.



46 pav. Suformuoto dielektrinio veidrodžio su $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ medžiagomis, defektingumas

Rezultatai ir išvados

- Iš spektrinių plonų sluoksnių matavimų paaiškėjo, kad $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ploname sluoksnyje gautas didžiausias lūžio rodiklis ($n = 2.05$). Ploname $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$ sluoksnyje keičiant dujų fono slėgį labai minimaliai keitėsi lūžio rodiklio dispersijos (apie 1%). Geriausios visų medžiagų charakteristikos gautos naudojant mažiausią ($P = 3$ mPa) deguonies dujų fono slėgį. Atkaitinus bandinius, kuriuose buvo Pr_6O_{11} pastebėtas lūžio rodiklio ir sugerties dispersijų pagerėjimas.
- Visų medžiagų plonuose sluoksniuose, išskyrus $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$ medžiagos sluoksnius, didėjant deguonies dujų fono slėgiui nehomogeniškumas padidėjo nuo 1% iki 5%, tai yra siejama su vakuumo sąlygų blogėjimu. Ploni sluoksniai formuoti su aukšto lūžio rodiklio medžiagomis optimaliomis formavimo sąlygomis ($P = 3$ mPa) pasižymėjo iki 6% geresniu nehomogeniškumu, nei ploni sluoksniais suformuoti su ZrO_2 oksidu.
- Sluoksniai formuoti iš $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$ oksidinių mišinių pasižymi mažiausiais įtempiais, kurie laikui bėgant pereina iš „tensile“ tipo į „compressive“. Nors ir formuojant sluoksnius iš $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ mišinio gauti įtempiai yra didžiausi, bet jie pasižymėjo geru stabilumu laike. $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$ medžiagų sluoksniai formuoti optimaliomis sąlygomis ($P = 10$ mPa) pasižymėjo iki 166 MPa mažesniais įtempiais nei tipiniai ZrO_2 sluoksniai.
- Tyrinėjant paviršiaus morfologiją AFM įrenginiu didelių pokyčių dangoje, keičiant formavimo parametrus, nepastebėta. Plonų sluoksnių paviršiaus šiurkštumas (RMS) vyravo nuo 0.4 iki 0.6 nm.
- Visų medžiagų stori sluoksniai pasižymėjo mažesniu taškinių defektų tankiu (iki 4 kartų), nei tipinių ZrO_2 sluoksniu atveju. Mažiausiai defektų generavusi medžiaga - $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$ (defektų tankis 9 vnt./mm²).
- Didžiausiu lazerinio pramušimo slenksčiu pasižymėjo $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$ medžiagų ploni sluoksniai, pramušimo slenksčiai iki 1.44 karto didesni nei ZrO_2 sluoksnyje. Tuo tarpu $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$ plonuose sluoksniuose pažaidos slenkstis buvo apie du kartus mažesnis.

Literatūros sąrašas

- [1] „Annual Laser Market Review & Forecast,“
<<http://www.laserfocusworld.com/articles/print/volume-52/issue-01/features/annual-laser-market-review-forecast-can-laser-markets-trump-a-global-slowdown.html>>, [Žiūr. 2016-04-05].
- [2] Ove Lyngnes, Nick Traggis, Kathy Li Dessau, and Chris Myatt, *Coating Technologies for High-Damage-Threshold Optics*, *Optics & Photonics News* 17(6), 28-33. 2006.
- [3] N. Kaiser, H.K. Pulker, „Optical Interference Coatings,“ 2003.
- [4] M. Harris, H. A. Macleod, S. Ogura, E. Pelletier, and B. Vidal, „The Relationship Between Optical Inhomogeneity and Film Structure,“ *Thin Solid Films* 57, 173, 1979.
- [5] Robert Leitel, Olaf Stenzel, Steffen Wilbrandt, Dieter Gabler, Vesna Janicki, Norbert Kaiser, „Optical and non-optical characterization of Nb₂O₅–SiO₂ compositional graded-index layers and rugate structures,“ *Thin Solid Films* 497, 2006.
- [6] Emil Wolf Max, „Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light. 6 ed.,“ *Oxford: Cambridge University Press*. 836, 1997.
- [7] A. Melninkaitis, „OPTICAL RESISTANCE OF DIELECTRIC COATINGS TO MULTI-PULSE FEMTOSECOND LASER RADIATION,“ *Doctoral dissertation.*, Vilnius, 2009.
- [8] V. A. Šalna, „Optika. 1 ed.,“ *Enciklopedija*. 272., Vilnius, 2004.
- [9] „Introduction to optical coatings,“
<<http://www.edmundoptics.com/resources/application-notes/optics/an-introduction-to-optical-coatings/>>, [Žiūr. 2016-05-01].
- [10] M. Bass, „Handbook of Optics. 2 ed. Vol. 1,“ 1994.
- [11] Jonathan H. Herringer and Thomas A. Caughey, „Ion-assisted versus nonionassisted high-laser-damage resistant coatings on BBO,“ 4932, p. 35-37, 2003..
- [12] David T. Wei and Anthony W. Louderback, „Method for fabricating multi-layer optical films,“ 1978.
- [13] Alexander V. Tikhonravov et al., „Optical parameters of oxide films typically used in optical coating production,“ *APPLIED OPTICS, Vol. 50, No. 9.*, 2011.

- [14] H. Schröder, „Bemerkung zur Theorie des Lichtdurchgangs durch Inhomogene durchsichtige Schichten,“ *Ann. Phys.* 39, 55–58, 1941.
- [15] C. K. Carniglia, „Ellipsometric calculations for nonabsorbing thin films with linear refractive-index gradients,“ *J. Opt. Soc. Am. A* 7, 848–856, 1990.
- [16] Krebs, G. Koppelman and K., „Die Optischen Eigenschaften Dielektrischer Schichten mit Kleinen Homogenitätsstörungen,“ *Z. Phys. D* 164, 539–556, 1961.
- [17] H. A. Macleod, „Structurerelated optical properties of thin films,“ *Journal of Vacuum Science & Technology A* 4, 418, 1986.
- [18] Alexander V. Tikhonravov, Michael K. Trubetskov, Andrei A. Tikhonravov, and Angela Duparre., „Effects of interface roughness on the spectral properties of thin films and multilayers,“ *APPLIED OPTICS Vol. 42, No. 25*, 2003.
- [19] G. N. Strauss, „Mechanical stress in optical coatings,“ *PhysTech Coating Technology GmbH.*, 2005-7.
- [20] „Test methods for laser-induced damage threshold – part 1: Definitions and general principles, ISO 21254-1:2011, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland,“ 2011.
- [21] „Test methods for laser-induced damage threshold – part 2: Threshold determination, ISO 21254-2:2011, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland,“ 2011.
- [22] R. Wood, „Laser-Induced Damage of Optical Materials,“ *IOP Publishing, Bristol and Philadelphia, USA*, 2003.
- [23] K. H. Guenther, „Nodular defects in dielectric multilayers and thick single layers,“ *Applied Optics Vol. 20, Issue 6, pp. 1034-1038*, 1981.
- [24] „Patinal materials,“ <http://www.merck-performance-materials.com/en/photonics/patinal_materials/patinal_materials.html>, [Žiūr. 2016-04-01].
- [25] D. Franta, I. Ohlídal, P. Klapetek, P. Pokorný and M. Ohlídal, „Analysis of inhomogeneous thin films of ZrO₂ by the combined optical method and atomic force microscopy,“ *Surf. Interface Anal.* 32: 91-94., 2001.
- [26] M. Levichkova, V. Mankov, N. Starbov, D. Karashanova, B. Mednikarov, K. Starbova, „Structure and properties of nanosized electron beam deposited zirconia thin films,“ *Surface and Coatings Technology*, 2001.
- [27] Carniglia, R. E. Klinger and C. K., „Optical and crystalline inhomogeneity in evaporated zirconia films,“ *APPLIED OPTICS / Vol. 24, No. 19*, 1985.

- [28] F. König, „Evaporation Materials for Optical Applications: Reasons for the success of Ternary Oxides.,“ *Vacuum 's Best VIP*, 2005.
- [29] H. Niederwald, „Low-temperature deposition of optical coatings using ion assistance,“ *Thin Solid Films* 377-378, 21-26, 2000.
- [30] Hansjorg Niederwald, Sven Laux, Michael Kennedy, Uwe Schallenberg, Angela Duparre, M. Mertin, Norbert Kaiser, and Detlef Ristau, „Ion-assisted deposition of oxide materials at room temperature by use of different ion sources.,“ *APPLIED OPTICS y Vol. 38, No. 16*, 1999.
- [31] D. R. Schmitt, „High reflectance low scatter laser mirrors. Institut für Flugführung,“ *SPIE Vol. 1125 Thin Films in Optics*, Germany, 1989.
- [32] Naba K. Sahoo and Alan P. Shapiro, „MgO–Al₂O₃–ZrO₂ amorphous ternary composite: a dense and stable optical coating.,“ *APPLIED OPTICS, Vol. 37, No. 34*, 1998.
- [33] Martinez, Samuel F. Pellicori and Carol L., „UV optical properties of thin film oxide layers deposited by different processes.,“ *APPLIED OPTICS / Vol. 50, No. 28 /*, 2011.
- [34] Jordi Sancho-Parramon, Vesna Janicki, Hrvoje Zorc, „Compositional dependence of absorption coefficient and band-gap for Nb₂O₅–SiO₂ mixture thin films.,“ *Thin Solid Films* 516, 5478–5482, 2008.
- [35] Andrius Melninkaitis et al., „Characterization of zirconia– and niobia–silica mixture coatings produced by ion-beam sputtering.,“ *APPLIED OPTICS / Vol. 50, No. 9*, 2011.
- [36] Olaf Stenzel et al., „Mixed oxide coatings for optics.,“ *APPLIED OPTICS Vol. 50, No. 9*, 2011.
- [37] „Fair products,“
<http://www.minprom.gov.by/eng/fair_products?page=1&ItemID=9420&SubSection_ID=1.08.08>, [Žiūr. 2016-03-23].
- [38] „OptiLayer Glossarium,“ <<http://www.optilayer.com/glossarium>>, [Žiūr. 2016-05-15].
- [39] „Bruker equipment,“ <<https://www.bruker.com/>>, [Žiūr. 2016-04-15].
- [40] „LIDT testing,“ <<http://lidaris.com/laser-damage-testing/s-on-1-test/>>, [Žiūr. 2016-04-10].

Santrauka

Pagrindiniai ribojantys veiksniai susiję su medžiagų pasirinkimu optinių dangų formavime – lūžio rodiklis, sugertis, lūžio rodiklio nevienalytiškumas, vidiniai įtempimai dangose, mechaninis dangos atsparumas, lazerio spinduliuotės pažeidimo slenkstis, bei atmosferinis stabilumas.

Oksidiniai mišiniai dažnai pasižymi geresnėmis savybėmis tokiomis kaip optinis homogeniškumas, mechaniniai įtempimai, procesų stabilumas ir mechaninis atsparumas. Šio darbo tikslas – suformuoti ir charakterizuoti plonus dielektrinius sluoksnius suformuotus iš $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$, $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$ oksidinių mišinių, bei iš šių oksidų pabandyti suformuoti daugiasluoksnes interferencines dangas. Plonų sluoksnių formavimui bei tyrimams buvo naudotos šie oksidų mišiniai: $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$, $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ir $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$.

Tyrimo metu buvo suformuota 18 bandinių. Tarp jų buvo suformuotos kelios daugiasluoksnės struktūros (Skaidrinimas ir dielektrinis veidrodis). Ištyrus plonų sluoksnių charakteristikas, tokias kaip lūžio rodiklio ir sugerties dispersijos, nehomogeniškumas, įtempiai, taškiniai defektai, lazerinio pramušimo slenkstis, tyrinėtose medžiagose daugumoje atveju parodė daug geresnes charakteristikas nei ZrO_2 oksido atveju.

Summary

The main limiting factors related to the choice of materials for optical coatings formation - refractive index, absorption, refractive index inhomogeneity, internal stresses in coatings, mechanical resistance of the coating, laser breakdown threshold, and atmospheric stability.

Oxide mixtures often have better properties such as optical homogeneity, mechanical stress, process stability and mechanical strength. The purpose of this work to form and characterize thin dielectric layers formed of $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$, $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ and $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$ oxide mixtures of these oxides and try to form several multilayer interference coatings. Thin-layer formation and testing were used, these mixtures of oxides: $\text{TiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$, $\text{TiO}_2/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ and $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{La}_2\text{O}_3$.

In this study we formed 18 samples. Among them were formed several multi-layered structures (anti-reflective coating and dielectric mirror). Investigation of thin-layer characteristics such as the refractive index and absorption, inhomogeneity, stress, nodular defects, laser breakdown threshold showed that in most cases a much better performance was achieved than in ZrO_2 oxide case.