https://doi.org/10.15388/vu.thesis.126 https://orcid.org/0000-0002-3166-1974

VILNIAUS UNIVERSITETAS FIZINIŲ IR TECHNOLOGIJOS MOKSLŲ CENTRAS

Lina MAŽULĖ

Visuminės integruotos sklaidos matavimai, naudojant moduliuotos kokybės Nd:IAG lazerio harmonikas, ir jų taikymai įvairiuose lazerinių komponentų gamybos procesuose

DAKTARO DISERTACIJA

Technologijos mokslai, Medžiagų inžinerija (T 008)

VILNIUS 2020

Disertacija rengta 2012 – 2020 metais Vilniaus universite
to Fizikos fakulteto Lazerinių tyrimų centre

Mokslinis vadovas:

Prof. habil. dr. Valdas Sirutkaitis (Vilniaus universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija, T 008).

Mokslinis konsultantas:

Doc. dr. Andrius Melninkaitis (Vilniaus universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija, T 008).

Gynimo taryba:

Primininkas – prof. dr. Aidas Matijošius (Vilniaus universitetas, gamtos mokslai, fizika, N 002).

Nariai:

Prof. dr. Zigmas Balevičius (Fizinių ir technologijos mokslų centras, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija, T 008);

Prof. habil. dr. Valdas Pašiškevičius (Karališkas technologijos institutas, Stokholmas Švedija, gamtos mokslai, fizika, N 002);

Dr. Tomas Tamulevičius (Kauno technologijų universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija, T 008);

Dr. Arūnas Varanavičius (Vilnaius universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija, T 008).

Disertacija ginama viešame Gynimo tarybos posėdyje 2020 m. gruodžio mėn. 18 d. 13 val. Lazerinių tyrimų centre 306 auditorijoje.

Adresas: Saulėtekio al., 10, 306 aud., Vilnius, Lietuva.

Disertaciją galima peržiūrėti Vilniaus universiteto bei Fizinių irtechnologijos mokslų centro bibliotekose ir VU interneto svetainėje adresu: https://www.vu.lt/naujienos/ivykiu-kalendorius.

https://doi.org/10.15388/vu.thesis.126 https://orcid.org/0000-0002-3166-1974

VILNIUS UNIVERSITY CENTER FOR PHYSICAL SCIENCES AND TECHNOLOGY

Lina MAŽULĖ

Measurements of total integrated scattering using Q-switched Nd:YAG laser harmonics and their applications for Different Manufacturing Processes of Laser Optical Components

DOCTORAL DISSERTATION

Technological sciences, Materials engineering (T 008)

VILNIUS 2020

This dissertation was written between 2012 and 2020 at Vilnius University, Faculty of physics

Academic supervisor:

Prof. Habil. Dr. Valdas Sirutkaitis (Vilnius University, Technological sciences, Materials engineering, T 008)

Academic consultant:

Dr. Andrius Melninkaitis (Vilnius University, Technological sciences, Materials engineering, T 008).

This doctoral dissertation will be defended in a public meeting of the Dissertation Defence Panel:

Chairman - Prof. Dr. Aidas Matijošius (Vilnius University, Natural sciences, Physics, N 002).

Members:

Prof. Dr. Zigmas Balevičius (Vilnius University, Technological sciences, Materials engineering, T 008);

Prof. Dr. Habil. Valdas Pašiškevičius (Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden, Natural sciences, Physics, N 002);

Dr. Tomas Tamulevičius (Kaunas University of Technology, Technological sciences, Materials engineering, T 008);

Dr. Arūnas Varanavičius (Vilnius University, Technological sciences, Materials engineering, T 008).

The dissertation shall be defended at a public meeting of the Dissertation Defense Panel at 13 p.m. on the 18^{th} of December, 2020 at Vilnius University Laser Research Center, room 306.

Address: Sauletekio av., 10, Room 306, Vilnius, Lithuania.

The text of this dissertation can be accessed at the libraries of Vilnius University and Center for Physical Sciences and Technology, as well as on the website of Vilnius University: www.vu.lt/lt/naujienos/ivykiu-kalendorius.

Turinys

Т	urinys		5
$\mathbf{S}_{\mathbf{I}}$	ANTRUMPŲ	SĄRAŠAS	8
Į٧	ADAS		9
1	LITERATŪ	ROS APŽVALGA	19
	1.1 Šviesos	sklaidos prigimtis, jos matavimas ir matavimu taikymai	19
	1.1.1 Skl	laidos matavimu metodai	21
	1.1.2 Švi	iesos sklaidos nuo lygių paviršių teorija	25
	1.1.2.1	Paviršiaus šiurkštumas	25
	1.1.2.2	Difrakcijos teorija	27
	1.1.2.3	Skaliarinė sklaidos teorija	27
	1.1.2.4	Vektorinė sklaidos teorija	29
	1.1.2.5	Šviesos sklaida nuo optinių komponentų	31
	1.2 Optinių	padėklų gamyba ir kokybės vertinimas	32
	1.2.1 Pa	pildomas optinių padėklų apdirbimas	33
	1.2.1.1	Cheminis ėsdinimas	33
	1.2.1.2	Lazerinis poliravimas	34
	1.2.1.3	Ėsdinimas jonų srautu	35
	1.2.1.4	Magneteorologinis poliravimas	35
	1.2.1.5	Kiti poliravimo metodai	36
	1.2.2 Op	tinių padėklų charakterizavimo metodai	37
	1.3 Optinių	dangų gamyba ir jų savybės	39
	1.3.1 Op	tinių dielektrinių dangų veikimo principai	40
	1.3.2 Op	tinių dielektrinių dangų garinimo technologijos	42
	1.3.2.1	Vakuuminis garinimas	43
	1.3.2.2	Varžinis garinimas	43
	1.3.2.3	Garinimas elektronų pluoštu	44
	1.3.2.4	Dulkinimo technologija	45
	1.3.2.5	Jonapluoščio dulkinimo technologija	45
	1.3.2.6	Magnetroninis dulkinimas	46
	1.3.2.7	Garinimas talkinant jonų pluoštui	47
	1.3.2.8	Dulkinimas reaktyvių dujų aplinkoje	47
	1.3.3 Op	tinių dangų medžiagos	48

	1.3.3.1 Grynų medžiagų dangos	51
	1.3.3.2 Oksidų dangos	53
	1.3.3.3 Fluoridų dangos	55
	1.3.3.4 Kitų junginių dangos	57
	1.4 Nanogardelių įrašymas tūryje ir taikymai kuriant naujos kartos	
	optinius komponentus	59
	1.4.1 Nanogardelių susidarymas skaidriose dielektrinėse medžiagose	59
2	VISUMINĖS INTEGRUOTOS SKLAIDOS MATAVIMŲ STENDO	
	SURINKIMAS IR TESTAVIMAS	62
	2.1 Visuminės integruotos sklaidos matavimo stendas	63
	2.1.1 Kameros valymas	65
	2.1.2 Matavimų programa	69
	2.1.3 Pralaidžių optinių elementų paviršiaus šiurkštumo įvertinimas	70
	2.1.4 Apibendrinimas	73
3	OPTINIŲ PADĖKLŲ PAVIRŠIAUS KOKYBĖS GERINIMAS PA-	
	VIRŠIŲ ĖSDINANT ARGONO PLAZMA	75
	3.1 Bandinių paruošimas	75
	3.1.1 Plazminis bandinių ėsdinimas	78
	3.1.2 Valymas deguonies jonais	79
	3.1.3 Atkaitinimas	79
	3.2 Optinių padėklų kokybės testavimas	80
	3.2.1 Visuminės integruotos sklaidos matavimai ir analizė	81
	3.2.2 Šiurkštumo matavimai atominės jėgos mikroskopu	83
	3.2.3 Pralaidumo matavimai spektrofotometru	84
	3.2.4 Plokštiškumo ir lęšiškumo matavimai interferometru	84
	3.2.5 Pažaidos lazerinei spinduliuotei slenksčio matavimas	85
	3.3 Rezultatai	85
	3.3.1 Optinių padėklų charakterizavimas prieš ėsdinimą plazma.	85
	3.3.2 Optinių padėklų charakterizavimas po plazminio ėsdinimo.	88
	3.3.2.1 Optinių padėklų kokybė po ėsdinimo skirtingais gyliais	88
	3.3.2.2 Optinių padeklų kokybe po esdinimo skirtingomis plaz-	0.4
	mos gallomis	94
	3.3.2.3 Optimų padekių kokybė po esdinimo ir valymo deguo-	101
	3324 Optiniu padėklų kokybė po ėsdinimo ir kaitinimo	101
	3.4 Apibendrinimes	110
4		110
4	VIƏ MATAVIMŲ TAIKYMAI OPTINIŲ DANGŲ IK NAUJOS KAPTOS OPTINILI KOMDONENTU CAMVDOS DROCESUOSE	110
	AATIOS OF HINIŲ KOMPONENIŲ GAMYBOS PROCESUOSE	112 119
	4.1 Optimų dangų tyrinias vio metodu	110
	4.1.1 Onkomo n mobio oksidų ir jų misinių su sincio dioksidu	112
	ahumid aanga ahumaa	т т О

4.1.1.1 Bane	dinių paruošimas	113		
4.1.1.2 Tyri	mo metodai	114		
4.1.1.3 Rezu	ıltatai	115		
4.1.2 Didelio atspindžio veidrodžių, pagamintų tik iš SiO_2 sluoks-				
nių, sklai	dos nuostolių ir kitų kokybės parametrų tyrimas .	119		
4.1.2.1 Dide	elio atspindžio veidrodis tik iš ${\rm SiO}_2$ sluoksnių $~.~.$	119		
4.1.2.2 Dide	elio atspindžio veidrodžių gamyba kombinuojant			
stan	dartinį garinimą ir skulptūrines dangas	123		
4.2 Naujos kartos	optinių komponentų, kurie sukurti modifikuojant			
FS stiklo tūrį	fs impulsais, VIS tyrimas	127		
4.2.1 Radialinė	es poliarizacijos keitiklių tyrimas VIS metodu	127		
4.2.1.1 Rad	ialinės poliarizacijos keitiklių gamyba	127		
4.2.1.2 Rad	ialinės poliarizacijos keitiklių tyrimo metodai	128		
4.2.1.3 Rad	ialinės poliarizacijos keitiklių matavimo rezultatai	128		
4.2.1.4 Rad	ialinės poliarizacijos keitikliai įrašyti tūryje modifi-			
kuoj	ant nanoporas	131		
4.2.2 Difrakcin	ių gardelių įrašytų lydytame kvarce tyrimas VIS			
metodu		133		
4.2.2.1 Difra	akcinių gardelių įrašymas tūryje	133		
4.2.2.2 Difra	akcinių gardelių tyrimo metodai	134		
4.2.2.3 Difra	akcinių gardelių įrašytų lydytame kvarce matavimo			
rezu	ltatai	135		
4.3 Apibendrinim	as	137		
PAGRINDINIAI REZULTATAI IR IŠVADOS 1				
SUMMARY OF DOC	TORAL DISSERTATION	142		
LITERATŪRA				
PRIEDAI				
PADĖKA				
PUBLIKACIJU KOPIJOS				
UŽBAŠAMS 2				
02101011010 20				

SANTRUMPŲ SĄRAŠAS

AJM	Atominės jėgos mikroskopas
DSPF	Dvikryptės sklaidos pasiskirstymo funkcija
SKGT	Slystančio kampo garinimo technologija
APPP	Aukščiausias prieš pirmą pažeidimą
GTJ	Garinimas talkinant jonais
DJP	Dulkinimas jonų pluoštu
KS	Kampinė sklaida
PLSS	Pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis
PPĮ	Popaviršiniai įtrūkimai
RPK	Radialinės poliarizacijos konverteris
SEM	Skenuojantis elektronais mikroskopas
SO	Suspaustas oras
STM	Skenuojantis tunelinis mikroskopas
UG	Ultragarsinis
VIS	Visuminė integruota sklaida
VS	Visuminė sklaida

ĮVADAS

Optiniai komponentai ir optiniai prietaisai buvo pradėti naudoti dar antikos laikais [1]. Egipto piramidėse randami 2000 metu pr. Kr. gaminti veidrodžiai, taip pat akinių pirmtakai randami dar 1200 m. pr. Kr. Plačiau optiniai komponentai pradėti naudoti 17-ame amžiuje, kai sukurti tokie prietaisai kaip, laužiantis teleskopas (Hans Lippershey), Galilėjaus teleskopas ir šių dienų mikroskopo pirmtakas (Zacharias Janssen) [1,2]. Visų optinių komponentų ir optinių prietaisų veikimas pagristas šviesos saveikos su medžiaga reiškiniais: šviesos atspindžiu ir medžiagą praėjusios šviesos lūžimu. Kiti svarbūs reiškiniai pasireiškiantys šviesai sklindant medžiagoje yra šviesos sugertis ir sklaida. Skaidriuose optiniuose komponentuose sugertis ir sklaida paprastai yra nepageidaujami reiškiniai, kurie mažina praėjusios ir atspindėtos spinduliuotės dalis, nes dalis sklindančios šviesos yra sugeriama ir virsta šiluma arba yra išsklaidoma difuziškai. Tačiau sugerties reiškinys yra svarbus lazeriniuose elementuose užpildos apgražos sudarymui, neutralių ir spalvotų šviesos filtrų gamyboje, nes taip galima sukurti reikiamą šviesos silpninimą ar plačioje arba siauroje spektrinėje srityje. Šviesos sklaidos reiškinys taip pat yra svarbus norint gauti tolygų apšvietimą. Tačiau mano disertacijos tyrimo objektas daugiau yra lazeriniai optiniai komponentai, kuriems net labai maži sugerties ar sklaidos nuostoliai yra nepageidaujami, nes didina lazerio generavimo slenksčius, mažina lazerinių komponentų pažeidimo slenksčius ir taip riboja maksimalias galias ar impulsu energijas.

Optikos kokybė buvo svarbi nuo pat jos atsiradimo ieškant geresnių medžiagų veidrodžiams dar antikos laikais [1], toliau 17-ame amžiuje pradėjus gaminti teleskopus, vėliau išradus fotoaparatus iki šių dienų. Ypač didelis susidomėjimas atsirado, kai T. Meimenas 1960 m. sukūrė lazerį [2]. Sparčiai tobulinant lazerius ir kuriant lazerines sistemas, pastebėta, kad kritinę reikšmę turi naudojami optiniai komponentai, jų parametrai ir kokybė.

Jei gerai matanti žmogaus akis gali išskirti 25 μ m dydžio daleles ir ganėtinai storas sluoksnis nešvarumų ant žmogaus nešiojamų akinių nesukelia didesnių kliūčių žmogui stebėti aplinką, tai lazerinė spinduliuotė, o ypač galinga, ganėtinai stipriai sąveikauja su kiekviena savo kelyje sutikta kliūtimi. Tos "kliūtys" gali sugerti lazerinę spinduliuotę ir nuo jos sudegti, taip sugadindamos optiką, bet gali ir pakeisti lazerinės spinduliuotės kryptį. Abu atvejai dažniausiai būna nepageidaujami kuriant lazerius ir lazerines sistemas, todėl stengiamasi eliminuoti visus šiuos efektus.

Žiūrint iš optinių komponentų gamybos ir kokybės užtikrinimo pusės, kiekvienas defektas, nešvarumas, oro burbuliukas stikle, ibrėžimas ar taškelis paviršiuje yra suprantamas kaip "kliūtys", kurios gali inicijuoti optinių komponentų pažeidimą, spindulio nukrypimą nuo norimos krypties arba nepageidaujama šviesos pluošto kokybės prastėjima, intensyvumo skirstinio homogeniškumo "išardymą". Gilinantis i optinių komponentų, vpač naudojamų lazeriuose, gamybos procesus ir jų optimizavimą tiek kokybės, tiek laiko atžvilgiu, stebima, kad kiekvienas žingsnis yra svarbus: nuo stiklo gamybos procesų priklauso tūrio kokybė, burbuliukų kiekis stikle, stiklo švarumas, tolygus lūžio rodiklio pasiskirstymas. Tuo tarpu nuo paviršiaus šlifavimo kokybės priklauso optinių komponentų poliravimo kokybė. Nuo poliravimo kokybės ir po gamybos atliekamo plovimo procesu priklauso galutinio optinio langelio kokybė. Toliau optiniai langeliai naudojami ivairių optinių komponentų gamyboje, kai užgarinamos įvairių medžiagų optinės dangos. Šių dangų kokybė priklauso ne tik nuo pačių dangų medžiagų švarumo, dangų susidarymo mechanizmo (kristalinės, amorfinės ar mišrios), gamybos - garinimo technologijos, bet ir nuo pačiu optinių langelių kokybės ir apdirbimo iki dangų garinimo [3].

Norint užtikrinti optinių komponentų kokybę kiekviename gamybos žingsnyje atliekami įvairūs matavimai: nuo pradinės medžiagos tikrinimo švarumo iki lūžio rodiklio matavimo, nuo praėjusio pluošto kokybės iškraipymo iki lūžio rodiklio priklausomybės nuo bangos ilgio. Taip pat nuo fizinės formos toleranciju atitikimo iki paviršiaus kokybės, kuri prasideda makrodydžio ibrėžimais ir baigiasi angstremo dalių paviršiaus šiurkštumo įvertinimu. Matavimams atlikti naudojamai įvairūs prietaisai ir kaip įprasta visi turi savo privalumų ir savų trūkumų. Šiame darbe optinių elementų kokybės gerinimo procesų stebėjimui naudojamas visuminės integruotos sklaidos (toliau sutrumpintai VIS) metodas. Šis metodas patrauklus tuo, kad optiniai komponentai gali būti matuojami bekontakčiu metodu, o iš sklaidos nuostolių rezultatų galima įvertinti paviršiaus šiurkštumą, jei paviršius yra neskaidrus matavimuose naudojamai spinduliuotei [4,5]. Optiškai skaidriems komponentams paviršiaus šiurkštuma galima tiksliai įvertinti, jei ant matuojamo paviršiaus padengiama plona metalo plėvelė, kuri atkartoja paviršiaus šiurkštumą ir gerai atspindi spinduliuotę, kad ji beveik nepatektu i skaidraus komponento tūri ir ant antrojo paviršiaus, ir sklaida nuo jų neiškreiptų matavimų rezultatų [6,7]. Mūsų eksperimentuose tiriant iš abiejų pusių vienodai poliruotus optinius padėklus, kurie turėtų būti naudojami tolimesniuose technologiniuose dengimo procesuose tokiu metalo dangų dengti ir sudėtingai nuiminėti negalėjome, todėl priėmėme, kad abu poliruoti paviršiai sklaido vienodai, o tūrinė sklaida buvo daug mažesnė ir į ją nebuvo atsižvelgta. Nors toks VIS matavimo metodas duoda nevisai tikslius paviršiaus šiurkštumo rezultatus, tačiau yra pilnai pakankamas ir informatyvus siekiant geriau suprasti optinių padėklų paviršiaus šiurkštumo pokyčius naudojant įvairius jų apdirbimo metodus. Taip pat VIS nuostolių matavimuose kai kurie esami defektai yra išreiškiami ryškiau, nei matuojant kitais metodais [8].

Šioje disertacijoje aprašyta VIS nuostolių matavimų stotis (antras skyrius), kuri buvo parengta pagal ISO 13696 standartą [9]. Pagrindinis skirtumas nuo įprastų tokių sistemų yra tai, kad sistema sukonstruota su matavimais uždaroje kameroje, taip išvengiant brangaus švaraus kambario įrengimo, o matavimų ribas išplečiant iki galimybių kaip švariame kambaryje (4×10^{-4} % prie 532 nm bangos ilgio). Taip pat matavimų galimybės išplėstos naudojant Nd:IAG lazerio pirmą, antrą ir trečią harmonikas. Esant poreikiui, galimas paprastas kitų lazerių su kitais bangos ilgiais įvedimas į sistemą. Parengta VIS sistema toliau naudojama įvairių optinių komponentų kokybės testavime ir gamybinių procesų gerinime.

Jau minėjau optinių elementų gamybos kelią, bet šiai dienai tas kelias nesibaigia vien tik poliravimu. Siekiant dar aukštesnės optinių komponentų kokybės ir gamybos laiko sutrumpinimo, ieškoma naujų būdų optinių komponentu apdirbime [10–14]. Nors pažanga milžiniška, bet itin aukštos kokybės optiniu elementu gamyba lieka komplikuota ir labai sudėtinga. Stengiamasi ieškoti pigesnių gamybos metodų, kurie leistų pagaminti aukštos kokybės optinius komponentus, kurie pasižymėtu mažais sugerties ir sklaidos nuostoliais, taip pat aukštu pažeidimo slenksčiu. Nors ruošiant disertacija neteko prisiliesti tiesiogiai prie optinių komponentų šlifavimo ir poliravimo, bet tolimesni papildomo apdirbimo procesai, ėsdinant optinius padėklus argono plazma, tyrinėti atidžiau. Trečioje disertacijos dalyje pateikti tyrimai kaip optinių padėklų kokybė priklauso nuo paviršiaus ėsdinimo Ar plazma varijuojant Ar plazmos galią, taip pat ėsdinant skirtingais gyliais, papildomai valant deguonimi ir kaitinant. Ieškoma optimaliausių ėsdinimo parametrų, siekiant padidinti pažaidos lazerinei spinduliuotei slenkstį ir išlaikyti optinių padėklų paviršiaus kokybę nepakitusią arba netgi ją pagerinant.

Ketvirtame disertacijos skyriuje pateikiami dviejų skirtingų procesų VIS matavimų pavyzdžiai. Pirmoje dalyje tiriami sklaidos nuostoliai bandinių su standartinėmis medžiagomis kaip ZrO_2 , Nb_2O_5 ir SiO_2 . Taip pat ZrO_2 ir Nb_2O_5 mišinių su SiO_2 įvairiomis proporcijomis. Tokių medžiagų panaudojimas svarbus kuriant plačiajuosčius filtrus, taip pat plačiajuosčius skaidrinančius langelius. Toliau aprašyti didelio atspindžio veidrodžiai¹, kurie pagaminti naudojant tik SiO_2 sluoksnius užgarintus slystančio kampo garinimo technologija (toliau trumpinama SKGT), kas leidžia pasiekti gana aukštą pažeidimo slenkstį, bet kritinis parametras yra būtent sklaidos nuostoliai.

Antrojoje ketvirto skyriaus dalyje aprašyti naujos kartos optinių komponentų, pagamintų lazerine spinduliuote modifikuojant tūrį [16–18], VIS ma-

 $^{^1}$ Didelio atpindžio veidrodžiai – tai Brego veidrodžiai, kurių atspindžio koeficientas yra didenis nei 98%, o jų gamybai naudojami dielektrinių dangų sluoksniai [15].

tavimai. Nors optinių stiklų tūrio gamybos procesuose pasiekta jau nemažai ir didžiausią įtaką daro paviršiaus netolygumai [19], šiai dienai optinių komponentų gamintojai siūlo įvairių optinių komponentų, kurie pagaminti lazeriu modifikuojant optinių stiklų tūrį, t. y. tikslingai pažeidžiant optinio stiklo tūrį ir tuos pažeidimus išdėliojant tam tikra tvarka, galima pasigaminti optinius komponentus, kurie veikia kaip poliarizuojanti optika, difrakcinės gardelės, lęšiai ar kiti standartiniai optiniai komponentai. Šie optiniai elementai pasižymi tuo, kad gali būti įrašyti įvairiose medžiagose, taip pat kompaktiškai įvairių dydžių optiniuose padėkluose, bet vienas iš trūkumų, kuriuos siekiama sumažinti ir jei įmanoma eliminuoti, yra sklaidos nuostoliai. Pristatomi radialinės poliarizacijos keitiklių ir difrakcinių gardelių VIS nuostolių matavimai ir kaip VIS nuostoliai priklauso nuo modifikacijų įrašymui naudojamų lazerinės spinduliuotės parametrų.

Disertacijos tikslas

Parengti visuminės integruotos sklaidos matavimų sistemą su keičiamu spinduliuotės bangos ilgiu, kuri gebėtų matuoti sklaidos nuostolius, atsirandančius dėl 1 Å paviršiaus šiurkštumo, spektrinėje srityje dengiančioje Nd:IAG pirmąją (1064 nm), antrąją (532 nm) ir trečiąją (355 nm) harmonikas ir užtikrintų sklaidos matavimų jautrumą ir erdvinę skyrą tinkamą automatizuotam lazerinių optinių komponentų gamybos procesų optimizavimui.

Pagrindinės užduotys

Visas darbas, rengiant šią disertaciją, susidėjo iš tokių užduočių:

- 1. Remiantis ISO 13696 standartu surinkti visuminės integruotos sklaidos nuostolių matavimų sistemą, automatizuoti matavimus, atlikti sistemos testavimo tyrimus: švarumo klasės nustatymo, efektyvaus kameros valymo trukmės nustatymą, sklaidos matavimų atsikartojamumo tyrimus, šiurkštumo įvertinimo iš VIS nuostolių palyginimo su AJM pamatuojamu šiurkštumu.
- 2. Visuminės integruotos sklaidos matavimo metodu, naudojant 355 nm bangos ilgio spinduliuotę, ištirti optinių padėklų paviršiaus kokybės pasikeitimą atsirandantį po ėsdinimo AR plazma. Taip pat ištirti ėsdinimo poveikį optinių padėklų plokštiškumo, pralaidumo ir šiurkštumo parametrams. Nustatyti aukščiausius pasiektus paviršiaus kokybes parametrus priklausomai nuo papildomo apdirbimo parametrų.
- VIS nuostolių matavimo metodu, naudojant 532 nm bango ilgio spinduliuotę, ištirti optinių padėklų su ZrO₂, Nb₂O₅ ir SiO₂ grynų medžiagų ir jų mišinių dangomis, užgarintų jonapluoščio dulkinimo technologija,

sklaidos nuostolių priklausomybę nuo ${\rm SiO}_2$ medžiagos santykio mišiniuose. Iš VIS nuostolių apskaičiuoti šiurkštumą ir palyginti su paviršiaus šiurkštumu, įvertintu iš kampinės sklaidos matavimų ir matavimų atliktų atominės jėgos mikroskopu.

- 4. Naudojant 532 nm bangos ilgio spinduliuotę, ištirti visuminės integruotos sklaidos nuostolius nuo standartinių didelio atspindžio veidrodžių ir veidrodžių, pagamintų SKGT metodu varijuojant tankius ir porėtus SiO₂ sluoksnius. Parinkti optimalų dangų garinimo derinį atsižvelgiant į minimalius sklaidos nuostolius ir aukščiausią pažeidimo lazerine spinduliuote slenkstį.
- 5. Atlikti visuminės sklaidos nuostolių priklausomybės nuo poliarizacijos tyrimus radialinės poliarizacijos keitikliams (RPK), pagamintiems tūryje kuriant nanogardeles. Ištirti lazerio pluošto intensyvumo homogeniškumą, pluoštui praėjus RPK. Taip pat atlikti visuminės sklaidos nuostolių matavimus RPK, kuris pagamintas tūryje kuriant nanoporas.
- 6. Atlikti visuminės sklaidos nuostolių priklausomybės nuo Brego difrakcinių gardelių storio ir, įrašymui tūryje naudotos, lazerinės spinduliuotės energijos tyrimą. Įvertinti sklaidos nuostolių įtaką difrakcijos efektyvumui. Parinkti įrašymo parametrus su mažiausiais sklaidos nuostoliais ir aukščiausiu difrakcijos efektyvumu.

Mokslinių tyrimų naujumas ir praktinė nauda

Atliktų mokslinių tyrimų naujumą pagrindžia tokie faktai:

- Surinkta VIS nuostolių matavimu sistema, kuri geba matuoti 10⁻⁶ eilės sklaidos nuostolius, o matavimai atliekami ne švariame kambaryje, o uždaroje kameroje. Tokia sistema leidžia greitai ir paprastai įgyvendinti įvairių bandinių sklaidos nuostolių matavimus.
- Pirmą kartą atliktas plataus masto optinių padėklų papildomo apdirbimo ėsdinant Ar plazma ir keičiant įvairius ėsdinimo parametrus kokybės tyrimas ir įvertinti sklaidos nuostoliai po apdirbimo procesų, bei rastos optimalios papildomo apdirbimo sąlygos.
- 3. Pirmą kartą atlikti $\rm Nb_2O_5$ ir $\rm ZrO_2$ mišinių su $\rm SiO_2,$ užgarintų jonapluoščio dulkinimo metodu sklaidos nuostolių tyrimai;
- 4. Pirmą kartą atlikti didelio atspindžio veidrodžių pagamintų tik iš ${\rm SiO}_2$ sluoksnių sklaidos nuostolių matavimai;
- 5. Sklaidos nuostolių matavimai pritaikyti naujos kartos optinių komponentų, pagamintų femtosekundiniais impulsais modifikuojant tūrį, charakterizavimui.

Mokslinių tyrimų praktinę vertę įrodo šie faktai:

- 1. Šiame darbe parodyta, kad visuminės integruotos sklaidos nuostolių matavimai turi platų taikymu spektrą: optinių padėklų paviršiaus apdirbimo technologijų perspektyvumo įvertinimas, optiniu dangų medžiagų įtakos dangų kokybei nustatymas, tūrinių darinių ir iš jų suformuotų naujos kartos optinių komponentų gamybinių procesų optimizavimas.
- 2. Visuminės integruotos sklaidos nuostolių matavimas yra daug jautresnis už daugumą tradicinių optinių komponentų kokybės vertinimo metodų, nes leidžia patikimai kiekybiškai įvertinti ir užfiksuoti mažus pokyčius, kuriuos sukelia įvairūs technologiniai procesų pakeitimai.
- 3. Yra nekontaktinis optinis kokybės vertinimo metodas su visais jam būdingais privalumais.

Ginamieji teiginiai

- 1. Norint atlikti VIS nuostolių matavimus ir įvertinti kelių angstremų paviršiaus šiurkštumą užtenka matavimus atlikti uždaroje kameroje su lokaliu valymu ir nebūtina įrengi švaraus kambario. Uždaroje kameroje su lokaliu valymu galima pasiekti 6 ISO švarumo klasę ir ją užtikrinti viso matavimo metu.
- 2. Vertinant optinių padėklų prieš ėsdinimą Ar plazma ir po jo paviršiaus kokybės parametrus, tokius kaip plokštiškumas ir šiurkštumas, taip pat kokybinius parametrus kaip pralaidumas ir sklaidos nuostolius, nustatyta, kad galima pagerinti paviršiaus kokybę. VIS nuostolių matavimai parodo, kad pradinis poliravimas atliekamas netolygiai, o ėsdinti optiniai padėklai pasižymi atskirais defektais.
- 3. Matuojant visuminę integruotą sklaidą su mažo M² lazerio pluoštu galima užregistruoti ne tik bendrą paviršiaus sukeliamą sklaidą, bet ir užfiksuoti atskirus paviršiaus ir tūrio defektus, kurie neužfiksuojami optiniais mikroskopais. VIS nuostoliai nuo tankiai užgarintų skaidrių amorfinių dangų atsiranda dėl atkartojamo optinių padėklų paviršių šiurkštumo, tuo tarpu polikristalinėms ar kristalinėms dangoms taip pat porėtoms dangoms stebimi daug didesni tūriniai sklaidos nuostoliai.
- 4. Optinių dangų su porėtais sluoksniais sklaidos nuostoliai didėja, didėjant porėtų sluoksnių skaičiui, o veidrodžių pagamintų standartiniu būdu ir iš porėtų sluoksnių sklaidos nuostoliai skiriasi daugiau nei 10 kartų, matuojant 532 nm bangos ilgio spinduliuote. Kombinuojant standartinio veidrodžio garinimą su porėtais sluoksniais įmanoma sumažinti sklaidos nuostolius 2,5 kartus.

5. Femtosekundiniais impulsais tūryje užrašytos nanogardelės sukelia daugiau nei 10% siekiančius sklaidos nuostolius, kai matavimo bangos ilgis yra 532 nm. Sklaidos nuostoliai taip pat priklauso nuo įrašytų nanogardelių sluoksnių skaičiaus. Sklaidos nuostolius galima sumažinti daugiau nei 100 kartų tinkamai parinkus tūrio modifikavimui naudojamos spinduliuotės parametrus, bet neprarandant modifikacijų naudojimo funkcionalumo.

Disertacijos struktūra

Disertacija suskirstyta į keturis skyrius, o pirmas skyrius susideda taip pat iš keturių dalių: pirmo skyriaus pirmoje dalyje apžvelgiamos sklaidos susidarymo teorijos, taip pat sklaidos matavimų sistemos ir teorija, kuri aprašo praktinį sklaidos nuostolių matavimo taikymą, kai iš visuminės integruotos sklaidos apskaičiuojamas paviršiaus šiurkštumas. Antroje pirmo skyriaus dalyje aprašyti optinių komponentų gamybos etapai ir didžiausias dėmesys skirtas papildomo apdirbimo po poliravimo apžvalgai. Trečioje pirmo skyriaus dalyje aprašytos dangų garinimo technologijos, dangų susidarymo mechanizmai ir dangų garinimui naudojamos medžiagos. Ketvirtojoje pirmo skyriaus dalyje aprašytos sąlygos, reikalingos optinių medžiagų tūrio modifikavimui ultratrumpais impulsais.

Antrajame skyriuje aprašyta autorės surinkta visuminės integruotos sklaidos matavimų stotis, jos automatizavimas ir veikimo galimybių testavimas.

Trečiajame skyriuje pateikti optinių padėklų kokybės tyrimų rezultatai prieš ir po papildomo apdirbimo ėsdinant Ar plazma skirtingomis plazmos galiomis, taip pat nuėsdinant nuo padėklų skirtingus medžiagos gylius, papildomai valant deguonimi ir kaitinant.

Paskutinis ketvirtas skyrius susideda iš dviejų dalių: tai pavyzdiniai visuminės integruotos sklaidos nuostolių matavimų taikymai. Pirmoje ketvirto skyriaus dalyje aprašyti dangų tyrimai, taip pat iš dangų suformuotų didelio atspindžio veidrodžių tyrimai. Antroje ketvirto skyriaus dalyje pateikti naujos kartos lazerinių komponentų, kurie pagaminti femtosekundiniais impulsais modifikuojant lydyto kvarco tūrį, visuminės integruotos sklaidos nuostolių matavimai ir jų priklausomybė nuo įvairių apdirbimo parametrų.

Bendraautorių indėlis

Visi visuminės integruotos sklaidos sistemos surinkimas, testavimas ir nuostolių matavimai ir su šiais matavimais susiję tyrimai atlikti Vilniaus universitete Lazerinių tyrimų centre 2008-2020 metais, vadovaujant prof. V. Sirutkaičiui. Doktorantūros studijos išsitęsė, nes doktorantė studijas derino su dviejų dukryčių auginimu. Rengiant VIS matavimų sistemą autorė surinko sistemą, organizavo ir atliko jos veikimo testavimus, taip pat atliko matavimų automatizavimą. Bet atliekant šiuos darbus svariais darbais ir patarimais prisidėjo ir kiti bendraautoriai:

Prof. Valdas Sirutkaitis vadovavo ruošiant bakalauro ir magistro darbus, taip pat vadovavo doktorantūros studijoms. Taip pat buvo VIS sistemos kūrimo uždaroje kameroje iniciatorius. Konsultavo sistemos testavimo, publikacijų rengimo ir rezultatų pristatymo klausimais.

Dr. Andrius Melninkaitis prisidėjo nuolatinėmis konsultacijomis ne tik rengiant VIS sistemą, bet ir toliau atliekant eksperimentus, automatizuojant matavimus, analizuojant matavimų rezultatus. Taip pat prisidėjo pažaidos lazerinei spinduliuotei slenksčių matavimais. Ženkliai prisidėjo eksperimentų idėjomis ir rengiant publikacijas [20–23].

Dr. Mikas Vengris prisidėjo vertingomis konsultacijomis, praktiniais patarimais ir parodymais automatizuojant matavimų sistemą.

Dr. Simona Liukaitytė prisidėjo VIS sistemos testavimo darbais ir atliko pirminius atsikartojamumo matavimus.

Dr. Tomas Tolenis paruošė bandinius su dangomis, didelio atspindžio veidrodžius skirtingomis garinimo technologijomis, atliko jų šiurkštumo, pralaidumo ir kitus matavimus. Ženkliai prisidėjo rengiant publikacijas [20,22,23].

Taip pat **Dr. Titas Gertus** paruošė radialinės poliarizacijos keitiklius nanogardelių įrašymo būdu, **Mindaugas Mikutis** atliko difrakcinių Brego gardelių įrašymą tūryje ir difrakcijos efektyvumo matavimus. Plokštiškumo, lęšiškumo, pralaidumo ir atspindžio matavimus autorė atliko UAB "Altechna".

Aprobacija

Mokslinės publikacijos Clarivate Analytics Web of Science duomenų bazėje

- P1. Lina Grinevičiūtė, Rytis Buzelis, Lina Mažulė, Andrius Melninkaitis, Simonas Kičas, Tomas Tolenis "Enhancement of high reflectivity mirrors using the combination of standard and sculptured thin films", Optics and Laser Technology 129, 106292 (2020).
- P2. T. Tolenis, L. Grinevičiūtė, L. Smalakys, M. Ščiuka, R. Drazdys, L. Mažulė, R. Buzelis ir A. Melninkaitis "Next generation highly resistant mirrors featuring all-silica layers", Scientific Reports 7, 10898 (2017).
- P3. L. Mažulė, S. Liukaityte, R. C. Eckardt, A. Melninkaitis, O. Balachninaitė, V. Sirutkaitis, "A system for measuring surface roughness by total integrated scattering", JOURNAL OF PHYSICS D-APPLIED PHYSICS, IOP PUBLISHING LTD, 44 (2011).
- P4. A. Melninkaitis, T. Tolenis, L. Mažulė, J. Mirauskas, V. Sirutkaitis, B. Mangote, X. Fu, M. Zerrad, L. Gallais, M. Commandre, S. Kičas, R.

Drazdys, "Characterization of zirconia- and niobia- Silica mixture coatings produced by ion-beam sputtering", APPLIED OPTICS, OPTICAL SOC AMER, **50**, C188-C196 (2011).

Mokslinės publikacijos konferencijų leidiniuose

- PR1. A. Melninkaitis, L. Grinevičiūtė, G. Abromavičius, L. Mažulė, L. Smalakys, E. Pupka, M. Ščiuka, R. Buzelis, S. Kičas, T. Tolenis, GJ. Exarhos, VE. Gruzdev, JA. Menapace, D. Ristau, MJ. Soileau (Eds.), "Nextgeneration all-silica coatings for UV applications, Laser-Induced damage in optical materials", SPIE-INT SOC OPTICAL ENGINEERING, 10447 (2017).
- PR2. T. Tolenis, L. Grinevičiūtė, A. Melninkaitis, A. Selskis, R. Buzelis, L. Mažulė, R. Drazdys, YJ. Jen, A. Lakhtakia, TG. Mackay, "New generation all-silica based optical elements for high power laser systems, Nanostructured thin films X", SPIE-INT SOC OPTICAL ENGINEE-RING, 10356 (2017).
- PR3. L. Mažulė, S. Liukaitytė, V. Sabonis, T. Gertus, M. Mikutis, D. Paipulas, T. Puodžiūnas, V. Sirutkaitis, "Characterization of the optical components fabricated by femtosecond pulses in transparent material", Proc. SPIE 8839, Dimensional Optical Metrology and Inspection for Practical Applications II, 883909 (2013).
- PR4. A. Melninkaitis, T. Tolenis, L. Mažulė, J. Mirauskas, V. Sirutkaitis, B. Mangote, X. Fu, M. Zerrad, L. Gallais, M. Commandre, S. Kičas, R. Drazdys, "Complex study of zirconia-silica and niobia-silica composite coatings produced by ion beam sputtering", in Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2010, Boulder, Colorado, USA, 2010, p. 784203.

Kitos publikacijos

- PK1. T. Tolenis, L. Grinevičiūtė, L. Mažulė, A. Selskis ir R. Drazdys, "Lowstress phase plates produced by serial bideposition of TiO2 thin films", Journal of Nanophotonics 10 (2016).
- PK2. I. Reklaitis, T. Grinys, R. Tomašiūnas, T. Puodžiūnas, L. Mažulė, V. Sirutkaitis, C. H. Lin, and C. C. Yang, "A new geometrical approach for rapid LED processing by using femtosecond laser," Optics and Lasers in Engineering 74, 17–21 (2015).

Pranešimai konferencijose

1. <u>L. Mažulė</u>, V. Sabonis, T. Puodžiūnas, T. Gertus, V. Sirutkaitis, "Įvairių optinių komponentų visuminės integruotos sklaidos nuostolių tyrimas",

40-oji Lietuvos nacionalinė fizikos konferencija (2013). Stendinis pranešimas.

- L. Mažulė, S. Liukaitytė, V. Sabonis, T. Gertus, M. Mikutis, D. Paipulas, T. Puodžiūnas, V. Sirutkaitis, "Characterization of the optical components fabricated by femtosecond pulses in transparent materials", Proc. SPIE. San Diego, CA (2013) doi:10.1117/12.2022823. Žodinis pranešimas.
- L. Mažulė, M. Mikutis, T. Gertus, T. Puodžiūnas, D. Paipulas, V. Sirutkaitis, "Characterization of Optical Components Fabricated with Femtosecond Pulses by Total Integrated Scattering", XX-th Lithuania – Belarus seminar "LASERS AND OPTICAL NONLINEARITY" (2013) Vilnius. Stendinis pranešimas.
- 4. <u>L. Mažulė</u>, M. Mikutis, T. Gertus, T. Puodžiūnas, D. Paipulas, V. Sirutkaitis, "Characterization of Optical Components Fabricated with Ultrashort Pulses by Total Integrated Scattering from the volume", 10th International Young Scientist conference "Developments in Optics and Communications" and Laserlab III Training School for Potential Users "Laser Applications in Spectroscopy, Industry and Medicine" (2014), Riga, Latvia. Stendinis pranešimas.
- <u>Lina Mažulė</u>, T. Tolenis, V. Sirutkaitis, "Visuminės integruotos sklaidos panaudojimas optinių komponentų gamybos ir plovimo procesų kokybės kontrolei", 43-oji Lietuvos nacionalinė fizikos konferencija (2019), Kaunas. Stendinis pranešimas.
- 6. <u>Lina Mažulė</u>, Justinas Butkus, Kestutis Juskevicius, Valdas Sirutkaitis, "Quality improvement of the fused silica substrates for laser grade optics by argon plasma etching". Turėjo būti skaitytas žodinis pranešimas tarptautinėje konferencijoje Pacific Rim Laser Damage (2020) (PLD2020), Japonija, bet konferencija atšaukta dėl COVID-19 pandemijos.

1. LITERATŪROS APŽVALGA

1.1. Šviesos sklaidos prigimtis, jos matavimas ir matavimų taikymai

Šviesos sklaida yra mus nuolat supantis ir regimas reiškinys. Būtent išsklaidytą šviesą mes matome mėlyname danguje. Mėlyno dangaus fenomenas domino dar senų senovėje. Mėlynos spalvos dangų bandė paaiškinti dar Niutonas kaip atspindį nuo plonų plėvelių, bet ši ir dar kitos kitų mokslininkų teorijos nepasitvirtino iki kol lordas Reilėjus paskelbė sklaidos teoriją nuo dalelių, kurių dydis buvo daug kartų mažesnis nei šviesos bangos ilgis, (1.1 pav. kairėje) [24, 25], o išsklaidytos šviesos intensyvumas, pasiskirstantis tolygiai apie dalelę, yra atvirkščiai proporcingas bangos ilgiui ketvirtuoju laipsniu:

$$I_s = I_0 \frac{8\pi^4 r^6}{\lambda^4 R^2} \left| \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \right|^2 (1 + \cos^2 \Theta); \tag{1.1}$$

čia I_0 – pradinis spinduliuotės intensyvumas, r – dalelės spindulys, n – aplinkos lūžio rodiklis, R – atstumas nuo dalelės iki sklaidos matavimo taško, λ – bangos ilgis [26]. Bendra mums svarbi informacija šioje lygtyje yra ta, kad šviesos sklaida nuo dalelių mažesnių nei bangos ilgis priklauso nuo bangos ilgio ketvirtuoju laipsniu, kas vėliau padeda paaiškinti didesnį sklaidos foną matuojant trečiąja Nd:IAG lazerio harmonika, lyginant su antrąja harmonika, kas sudaro sklaidą jau ne nuo dulkių, bet nuo deguonies, azoto ir kitų aplinkos dujų.

Dar 1908 metais paskelbta ir kita sklaidos teorija nuo dalelių, kurių dydis buvo palyginamas su šviesos bangos ilgiu. Tai Mie sklaidos teorija. Pats išsklaidytos šviesos intensyvumas stipriai priklauso nuo dalelių dydžių ir formų ir yra stipresnis priekinėje sklaidoje, nei atgalinėje (1.1 pav. dešinėje). Patys sklaidos skaičiavimai šiuo atveju neturi vienos konkrečios išraiškos, kaip Reilėjaus sklaidos atveju, ir praktikoje nepateikia tikslių sprendinių. Sklaidos matavimų atveju, kai bangos ilgio dydžio dalelių yra gana mažas kiekis, tai Mie sklaida stebima tik nuo pavienių dalelių, kurios vidurkinant matavimus išsilygina su Reilėjaus sukeliama sklaida.

Didesnėms dalelėms nei spinduliuotės bangos ilgis užtenka geometrinės spinduliuotės teorijos. Šios teorijos pritaikomos ne tik aprašant sklaidą nuo aplinkoje esančių dalelių, bet nuo optinių komponentų paviršiaus ar tūrio defektų,



1.1 pav.: Sklaidos mechanizmas nuo dalelių: Reilėjaus sklaida kairėje - kai dalelės dydis mažesnis nei spinduliuotės bangos ilgis ir Mie sklaida dešinėje - kai dalelės dydis palyginamas su bangos ilgiu

kuriems yra žinomos dalelių ar paviršiaus defektų (įbrėžimų ar defektų) formos, bet praktikoje atskirti tokią sklaidą yra gana sudėtingas uždavinys [26,27].

Be aplinkos dalelių, kitas išskiriamas šviesos sklaidos šaltinis yra mus supantys paviršiai. Šie paviršiai ne tik išsklaido šviesą, bet ir atspindi, praleidžia ir sugeria. Šviesos srauto elgesiui aprašyti dar 1977 metais F. E. Nikodemas (F. E. Nicodemus) išvedė dvikryptės sklaidos pasiskirstymo funkciją (DSPF). Ši funkcija aprašo išsklaidytos šviesos išsibarstymą erdvėje, o terminas dvikryptis nusako vertės priklausomybę nuo dviejų parametrų: krintančio pluošto koordinačių ir išsklaidytos šviesos srauto matavimo koordinačių. Analogiškai aprašomos dvikryptės atspindžio (DAPF), pralaidumo (DPPF) ir tūrinės (DTPF) pasiskirstymo funkcijos [28,29]. DSPF aprašymo forma yra gana paprasta ir ji leidžia geriau susikalbėti skirtingų sričių specialistams [26].

DSPF geometrija pavaizduota 1.2 paveiksle. Žymėjimai k ir s reiškia krintančią ir išsklaidytą spinduliuotę. Supaprastinant funkcijos išvedimą, buvo priimtos prielaidos, kad krintantis į paviršių šviesos pluoštas yra kolimuotas, o jo intensyvumo skirstinys homogeniškas. Pluoštas krinta į izotropinį paviršių A ir yra išsklaidomas tik paviršiuje (nėra tūrinės sklaidos). Tokiu būdu DSPF aprašoma radiometriniais parametrais: paviršiaus išsklaidytos šviesos skaistis P_s padalintas iš krintančios spinduliuotės apšvietos P_k . Išsklaidytos šviesos skaistis aprašomas kaip šviesos srautas išsklaidytas erdviniu kampu Ω_s iš apšviesto ploto vieneto per vienetinio erdvinio kampo projekciją. Erdvinio kampo projekcija lygi erdvinio kampo ir $\cos \Theta_s$ sandaugai. Krintančios spinduliuotės apšvieta skaičiuojama šviesos srautu vatais tenkančiu paviršiaus ploto vienetui (ne pluošto skerspjūviui). Tada DSPF išraiška atrodo taip [26]:

$$DSPF = \frac{\text{diferencialinis skaistis}}{\text{diferencialine apšvieta}} \simeq \frac{dP_s \setminus d\Omega_s}{P_k \cos \Theta_s} \simeq \frac{P_s \setminus \Omega_s}{P_k \cos \Theta_s}.$$
 (1.2)

Aprašytoji lygtis nusako DSPF visiems šviesos pluošto kritimo ir išsklaidytos šviesos srauto kampams. DSPF matavimo vienetai yra atvirkštiniai steradianai, o pati funkcija priklauso nuo P_s ir Ω_s ir gali įgyti labai dideles vertes, kai sklaida sąlygota veidrodinio atspindžio ir skaičiuojama atspindžio kampui, arba gali įgyti labai mažas vertes, kai sklaida skaičiuojama ne veidrodinio at-



1.2 pav.: Sklaidos pasiskirstymo geometrija [30]. $d\omega_i$ yra krintančios šviesos erdvinis kampas, $d\omega_s$ yra išsklaidytos šviesos erdvinis kampas iš plotelio dA

spindžio srityje.

Diferencialinė 1.2 lygties forma yra teisingesnė, nei paprasta apytikslė, bet artinys yra gana teisingas, kai šviesos srauto tankis yra pastovus per nedidelių¹ matmenų matavimo apertūrą. Taip pat reiktų atsižvelgti į tai, kad dažniausiai naudojami ne homogeniški pluoštai, o Gauso, taip pat neegzistuoja izotropiniai paviršiai, o atliekant sklaidos matavimus lazerinei optikai, sklaida atsiranda ne tik nuo paviršiaus, bet ir tūrio elementų (dielektrinių dangų, jų tarpsluoksnių ir t. t.). Dažniausiai sklaidos nuostolių matavimuose ir skaičiavimuose naudojamas 1.2 lygties paskutinis narys iš jo eliminuojant cos Θ_s narį, tokia išraiška yra vadinama kosinusu koreguota DSPF arba sklaidos funkcija [26]. Toliau bus apžvelgiami sklaidos matavimų metodai.

1.1.1. Sklaidos matavimų metodai

Pagal sklaidos aprašymą nuo paviršių ir DSPF išskiriami pagrindiniai du sklaidos matavimų metodai: visuminės integruotos sklaidos metodas, kuris aprašomas jau nuo 1961-ųjų metų [4, 31] ir kampinės sklaidos metodas, kuris pirmą kartą aprašytas 1971 metais [31, 32]. Tūrinei sklaidai matuoti naudojamas koherentinės sklaidos tomografijos metodas. Iš principo visais matavimų atvejais pagrindinės matavimų sistemų dalys yra šviesos šaltinis, detektorius ir bandinio pozicionavimo sistema. Priklausomai nuo šviesos kritimo į bandinį ir išsklaidytos šviesos surinkimo pusės išskiriami atgalinės sklaidos matavimai, kai sklaida matuojama atspindyje, t. y. toje pačioje pusėje kaip ir krintantis pluoštas ir priekinės sklaidos matavimai, kai sklaida matuojama pralaidume, t. y. kitoje bandinio pusėje nei krintantis šviesos pluoštas (1.3 pav.).

Matuojant sklaidą kampinės sklaidos metodu galimos skirtingos matavimo konfigūracijos: standartinis ir dažniausiai naudojamas, kai bandinys įstatytas goniometro centre, o apie jį sukamas detektorius [32–39]; kitas būdas, kai ban-

 $^{^1{\}rm Matavimo}$ apertūra laikoma didele, kai į vis
ą apertūrą galime surinkti veidrodiškai atspindėtą sufokusuotą pluoštą



1.3 pav.: Atgalinės ir priekinės sklaidos atvaizdavimas erdvėje

dinys keičia kampa, o detektorius yra stacionarus [40–42], taip pat gali būti detektorius ir bandinys stacionarūs, o keičiama šviesos šaltinio padėtis [43] arba bandinys stacionarus, o sukami šviesos šaltinis ir detektorius [44]. Visais šiais atvejais matuojama išsklaidytos šviesos priklausomybė nuo kampo (1.4 pav.). Atliekant kampinės sklaidos matavimus lazerinei optikai, kurios paviršiaus šiurkštumas siekia kelis angstremus būtina užtikrinti itin žema fono signala (geriau nei $0, 1 \times 10^{-6}$) [44], kas apsunkina kampinės sklaidos matavimus nes būtina irengti švarius kambarius matavimams [32–34, 40, 41, 43, 45]. Nors stebima sukurtu kampinės sklaidos matavimų sistemų uždarose kamerose, bet uždaros kameros riboja matuojamų bandinių matmenis ir kampinės sklaidos matavimo galimybes [44]. Atliekant kampinės sklaidos matavimus, sklaidos matavimų rezultatai stipriai priklauso nuo aplinkybių ir net nedideli neatitikimai tarp sklaidos matavimų sistemų, tokie kaip sklaidos surinkimo kampai, pačios sistemos derinimas, detektorių padėtis ar kita, gali įnešti nemažus matavimų rezultatų skirtumus [46,47]. Kitas šios sistemos trūkumas yra tai, kad visada matuojamas vienas taškas paviršiuje visais įmanomais kampais ir neišskiriamos atskiros paviršiaus detalės, bet geriau matomas viso bandinio veikimas išsklaidant šviesa, o bent kažkiek pakeitus pluošto diametra ant bandinio ar detektoriaus apertūra būtina prietaisa perkalibruoti [44]. Nepaisant visų šių trūkumų, lyginant su visuminės sklaidos matavimais, kampinė sklaida nepraranda informacijos apie išsklaidytos šviesos poliarizacija. Taip pat iš kampinės sklaidos galima įvertinti ir visuminės sklaidos nuostolius, o iš pastarųjų ir paviršiaus šiurkštumą, tuo tarpu iš visuminės sklaidos sugrįžti prie kampinės neimanoma, bet visuminės sklaidos matavimas turi savų privalumų.

Visuminė sklaida, tai priekinės arba galinės išsklaidytos spinduliuotės galia padalinta iš kritusios spinduliuotės galios [9]. Tuo tarpu visuminė integruota sklaida, tai atgalinės sklaidos galia padalinta iš visos atspindėtos spinduliuotės [36].

Visuminės sklaidos matavimas arba visuminės integruotos sklaidos matavimai yra paprastesni ir lengviau įgyvendinami. Lazerinės optikos matavimams užtenka pasiekti 10^{-6} eilės sklaidos foną [36]. Kitas VIS matavimo privalu-



1.4 pav.: Kampinės sklaidos matavimo principinė schema: D1-D4 apertūros, P1 – poliarizatorius, PD1 – pluošto daliklis, A1 – analizatorius, F1 – fazinė plokštelė, FD – fotodiodas

mas yra lengvas matavimų sistemos parengimas ir kalibravimas [47], taip pat lengvesnė matavimo duomenų analizė. Kitas privalumas yra galimybė atlikti viso bandinio skenavimą, taip gaunant viso paviršiaus sklaidos žemėlapius, iš kurių stebimi pavieniai defektai, kurie pasislepia matuojant kampinę sklaidą. Išmatavus visuminė sklaidą galima įvertinti viso paviršiaus šiurkštumą, bet prarandama informacija apie išsklaidytos šviesos poliarizaciją.

VS ir VIS matuoti galima pasitelkti kampinės sklaidos matavimus, bet paprasčiau tai atlikti naudojantis integravimo sferomis. Pagrindinės yra dviejų tipų: Ulbrichto sfera (1.5 pav. kairėje) ir Koblenco pussferė (1.5 pav. dešinėje). Gilioje UV srityje (<200 nm) naudojama tik Koblenco sfera, nes nėra tokių difuzinių dangų, kurios tiktų tokiai spektrinei sričiai [36]. Koblenco pussferės vidus padengtas aliuminio danga, todėl galimi sklaidos matavimai plačioje spektro srityje nuo 200 nm iki 10,6 μ m ar daugiau [9]. Dėl savo formos ir didelio atspindžio dangos Koblenco pussferė veikia kaip sferinis veidrodis ir sklaida nuo bandinio atvaizduojama į detektorių. Bet detektorius ir bandinys turi būti statomi kuo arčiau pussferės centro, kas apriboja bandinio judėjimą, norint atlikti sklaidos matavimus per visą bandinio plotą. Tokių apribojimų išvengiama naudojant Ulbrichto integruojančią sferą, kuri aprašyta sklaidos nuostolių matavimo ISO 13696 standarte [9].

Standarte išskiriamos keturios matavimo įrangos funkcionavimo grupės: pirma svarbi matavimui įrangos grupė yra šviesos šaltinis ir pluošto parengimo matavimui sistema; antra grupė išskiria sklaidos integravimo įrenginį, trečia – išsklaidytos ir suintegruotos šviesos užregistravimas; ketvirtoje grupėje išskiriamas bandinio įtvirtinimas ir papildomi reikalavimai.

Dėl pluošto labai gerų charakteristikų (koherentiškumo, monochromatiškumo, mažos lazerio pluošto skėsties, didelio galios tankio) lazeris yra tinkamiausias šviesos šaltinis sklaidos matavimams. Laikinas lazerio spinduliuotės galios



1.5 pav.: Visuminės sklaidos matavimas naudojant Ulbrichto sferą (kairėje) ir Koblenco pussferę (dešinėje): D1-D4 apertūros, P1 – poliarizatorius, PD1 – pluošto daliklis, FD – fotodiodas

kitimas turi būti nuolat stebimas ir registruojamas. Tai galima atlikti pluošto dalikliu, atskeliant nedidelę dalį spinduliuotės ir nukreipiant ją į detektorių. Būtinas sistemos kalibravimas žinomu etalonu.

Pluošto paruošimo sistema susideda iš erdvinio filtro ir papildomų apertūrų, jei tai yra reikalinga. Pluošto diametras bandinio plokštumoje turi būti didesnis nei 0,4 mm. Toks reikalavimas kyla iš sklaidos ir difrakcijos teorijos, norint teisingai įvertinti paviršiaus šiurkštumą iš sklaidos matavimų. Pluošto profilis ant bandinio paviršiaus turi būti vienalytis (t. y. pluošto profilis negali turėti lokalių galios tankio verčių pokyčių). Sklaidos matavimams atlikti rekomenduojama naudoti Gauso pluoštus (TEM₀₀ skersinė moda).

Integruojanti sfera (Ulbrichto sfera) turi būti su pluošto įvedimo ir išvedimo angomis, taip pat turi būti išėjimas veidrodiškai atsispindėjusiai šviesai nuo bandinio. Vidinis paviršius turi būti padengtas didelio atspindžio difuzine danga. Pluošto įėjimo ir išėjimo angos turi būti bent 5 kartus didesnės nei pluošto diametras. Sferoje turi būti išvadas pritaikytas detektoriui. Į detektorių negali patekti tiesioginė spinduliuotė, detektoriaus jautrus paviršius turi būti pridengtas nuo šviesos šaltinio įvedimo ir išvedimo angų. Pertvaros taip pat turi būti padengtos didelio atspindžio difuzine danga. Erdviniams nevienalytiškumams išlyginti prie detektoriaus turi būti pritvirtintas papildomas difuzinis elementas. Difuziškai išsklaidomos šviesos bangų ilgių diapazonas priklauso nuo medžiagos, kuria padengta sfera. Medžiagos ir jų sklaidomos šviesos bangos ilgiai yra pateiktos 1.1 lentelėje.

Sfera gali surinkti išsklaidytą šviesą minimaliame kampų diapazone nuo 2° iki 85°. Jei sklaidos matavimai atliekami srityje, kur bangos ilgis $\lambda < 250$ nm, tai Ulbrichto sferą reikia pakeisti Koblenco pussfere.

Integruotos sklaidos registravimui turi būti naudojamas detektorius, kuris jautrus sklaidomai šviesai. Detektorius turi įsitvirtinti į sferą, jautrus detektoriaus paviršius turi būti optimizuotas, kad nekliudytų šviesos integravimui. Detektorius turi būti susinchronizuotas su šviesos šaltinio spinduliavimu.

Bandinio laikiklis turi būti negadinantis bandinio ir lengvai pastatomas

prie sferos taip, kad išsklaidyta šviesa patektų į sferą. Skenuojant visą paviršių, laikiklis turi įsitvirtinti į pozicionavimo sistemą. Atliekant visuminės integruotos sklaidos matavimus bandinys turi būti statomas kuo arčiau pluošto išėjimo angos, kad išsklaidyta spinduliuotė būtų surinka kuo platesniame kampų diapazone.

Kad sistemos jautrumas būtų didesnis, integruojanti sfera turi būti pakankamai toli nuo paskutinio atspindinčio optinio komponento, taip pat turi būti vengiama pašalinės šviesos bei Mi ir Reilėjaus sklaidos. Iš visuminės integruotos sklaidos norint įvertinti optinių paviršių šiurkštumą, kuris yra nanometrų dalių ar dar mažesnis, būtina užtikrinti matavimų aplinkos švarą pagal ISO 7 ar aukštesnę klasę [9]. Tokia švarumo klasė užtikrina, kad matuojama sklaida yra nuo paviršiaus, o ne nuo aplinkoje esančių dalelių.

1.1 lentelė: Integruojančios sferos dangų medžiagos ir jų išsklaidomos šviesos diapazonas

Medžiaga	Spektrinis diapazonas, nm
Bario sulfatas	350-1400
Magnio oksidas	250-8000
Politetrafluoretilenas	200-2500
Aukso danga (matinė)	700 - 20000

1.1.2. Šviesos sklaidos nuo lygių paviršių teorija

Šviesos sklaida nuo lygaus švaraus ir neskaidraus paviršiaus vertinama kaip visa atspindėta spinduliuotė įvairiais kampais, kai kryptis nesutampa su veidrodiško atspindžio kryptimi. Jei paviršius būtų idealiai lygus, tai sklaidos nuo paviršiaus nebūtų. Sklaidos teorijoje lygaus paviršiaus sąvoka nusakoma, kad paviršiaus šiurkštumas yra mažas, lyginant su spinduliuotės bangos ilgiu [26]. Šiai dienai pasiekiami angstremo² dalių paviršiaus šiurkštumai, kurie sukelia milijoninės dalies ar dar mažesnę kritusios spinduliuotės sklaidą. Atrodytų, kad tai itin maža dalis, bet esant didelėms lazerių galioms ir gausiam kiekiui optinių komponentų lazerinėse sistemose, patiriami nuostoliai ženkliai išauga. Todėl paviršiaus, o kartu ir dielektrinių dangų tūrio kokybės gerinimas yra svarbus uždavinys optinių komponentų gamyboje. Prieš aptariant sklaidos teorijas svarbu suprasti lygaus paviršiaus sąvoką ir kaip paviršiaus šiurkštumas susiejamas su sklaida. Tam toliau pateikiami skyriai apie paviršiaus šiurkštumą ir difrakcijos teoriją.

1.1.2.1. Paviršiaus šiurkštumas

Paviršius apibūdinamas, kaip paviršiaus iškilimų ir įdubų periodinis pasikartojimas. Šis apibūdinimas taikomas paviršiaus šiurkštumui, banguotumui ir

²Angstremas - žymimas Å, lygus 10^{-10} metro.

formos nuokrypiui nuo normos nusakyti (1.6 pav.). Paviršių suskaidžius į mažus vienodus segmentus galime apsibrėžti dydžius S_{ω} - suskaidymo žingsnis ir W_z - suskaidymo žingsnyje esančio paviršiaus santykinis aukštis. Labai svarbu tinkamai pasirinkti suskaidymo žingsnį, nes santykiniai aukščiai tiek banguotumo, tiek šiurkštumo ar formos nuokrypio nuo vidurkio gali būti vienodi (1.7 pav.) [26]. Tokiu atveju santykis S_{ω}/W_z leidžia išskirti paviršiaus pobūdį: kai $1000 \ge S_{\omega}/W_z \ge 40$ - tai banguotumas, kai $S_{\omega}/W_z \ge 1000$ - formos nuokrypis, kai $S_{\omega}/W_z < 40$, tai turime šiurkštumą [48]. Praktikoje optinių komponentų gamyboje stebimi visi šie reiškiniai.



1.6 pav.: Paviršiaus profilio variacijos: kairėje - banguotumas, viduryje - formos nuokrypis, dešinėje - paviršiaus šiurkštumas [27]



1.7 pav.: Paviršiaus profilio variacijos a) apibūdintų šiurkštumą, o b) banguotumą ar net formos nuokrypį, todėl labai svarbu pasirinkti matavimo žingsnį [26]

Šiurkštumui įvertinti naudojami įvairūs statistiniai dydžiai, kaip aukščiausios ir žemiausios vietos skirtumas (PV – ang. peak to valley), vidutinis šiurkštumas [49], bet šiame darbe aktualesnis iš visuminės integruotos sklaidos apskaičiuojamas vidutinis kvadratinis šiurkštumas σ_{RMS} :

$$\sigma_{RMS} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} z_i^2},\tag{1.3}$$

čia N – matavimų skaičius arba matavimo žingsnio dydis, z_i – paviršiaus nuokrypis nuo vidutinio šiurkštumo (1.8 pav.).

Pats paviršiaus šiurkštumas yra fizinis paviršiaus parametras ir optikos gamybos metu šis parametras matuojamas įvairiais prietaisais nuo mechaninių ir optinių profilometrų iki atominės jėgos mikroskopų. Šių prietaisų gebėjimas išskirti įvairaus dydžio paviršiaus šiurkštumą skiriasi nuo mikrometrų iki angstremų (1.9 pav.), taip pat skiriasi pamatuojamo ploto dydžiai ir tų plotų matavimo greitis. Mikroskopais dažniausiai pamatuojami plotai siekia 100×100 µm. Dar vienas svarbus aspektas yra gebėjimas matuoti paviršiaus šiurkštumą neliečiant paviršiaus - bekontakčiu metodu. Tam pasitelkiami optiniai profilometrai, interferometrai ir paviršių sklaidos matavimai. Paviršiaus šiurkštumas ir sklaida susiejami per difrakcijos teoriją, kuri bus glaustai pristatyta kitoje dalyje.



1.8 pav.: Paviršiaus šiurkštumo statistinių parametrų schema: Z_i – aukštis viename pamatuotame taške, N – pamatuotų verčių kiekis, σ - paviršiaus šiurkštumas [27]

1.1.2.2. Difrakcijos teorija

Bendram suvokimui, aiškinant paviršiaus šiurkštumą ir sklaidos nuostolių sąryšį yra naudojamas difrakcinės gardelės modelis [26]. Į paviršių su įvairiais nelygumais galima žiūrėti kaip į skirtingo pobūdžio, skirtingais kampais išdėliotas, ir skirtingo periodo difrakcinių gardelių sumą (1.10 pav.). Tada priklausomai nuo šių gardelių periodo (atvirkščiai priklausančio nuo rėžių esančių 1 mm skaičiaus), skirtingai išsklaidoma ir šviesa. Taip pat šis šviesos išsklaidymas priklauso ir nuo bangos ilgio [51]: pagal gardelės ir išskiriamo vieno plyšio modelį, plyšio pločiui sumažėjus iki bangos ilgio ir toliau mažinant plyšio plotį, matomas nebe difrakcinis vaizdas, bet tolygus intensyvumo mažėjimas.

Remiantis sinusoidinės gardelės modeliu išvedamos skaliarinės ir vektorinės sklaidos teorijos. Dėl pačių difrakcinių gardelių prigimties (veikimo plačiu kampu) paraksialinis difrakcijos teorijos naudojimas aprašant skaliarinę sklaidą nėra visiškai teisingas. Laikoma, kad teorija gerai nebeaprašo sklaidos jei bangos ilgio ir gardelės periodo santykis λ/d yra didesnis nei 0,1 [30].

1.1.2.3. Skaliarinė sklaidos teorija

Skaliarinė sklaida aprašoma remiantis Bekmano-Kirchofo (Beckmann-Kirchhoff) difrakcijos teorija. Ši teorija sieja visuminės sklaidos nuostolius ir optinio elemento paviršiaus šiurkštumą [26,52]. Sklaida nuo lygaus paviršiaus pirmiausiai buvo aprašyta 1954 metais H. Davies, aprašant jūros dugną ir išsklaidytą radaro spinduliuotę [53]. Buvo priimta, kad paviršiaus nelygumų aukščių pasiskirstymas atitinka Gauso pasiskirstymą ir paviršius yra idealus laidininkas. Sprendžiant elektromagnetinės bangos atspindžio nuo tokio pavir-



1.9 pav.: Paviršiaus šiurkštumo matavimo metodai ir jų matavimo ribos: horizontalioje ašyje atidėti matavimų erdviniai dažniai, rodyklės nurodo matavimo metodą, o virš rodyklių nurodytos šiurkštumo matavimų aukščių ribos [27,50]

šiaus lygtį buvo išvesta išsklaidytos šviesos S_e priklausomybė nuo paviršiaus, kurio šiurkštumas σ yra mažas, lyginant su išsklaidytos spinduliuotės bangos ilgiu λ :

$$S_e = \frac{16\pi^2 \sigma^2}{\lambda^2} \cos^2 \psi \tag{1.4}$$

čia ψ - atspindėtos šviesos kampas.

H. Davies aprašyta priklausomybė 1961 metais H. E. Bennett ir J. O. Porteus buvo pritaikyta įvertinant sklaidą nuo optinių paviršių, tik papildomai atsižvelgta į tai, kad realiai neegzistuoja idealių laidininkų [4]. Jei idealiu atveju paviršiaus veidrodinio atspindžio koeficientas yra R_0 , tai realiu atveju esant sklaidos nuostoliams, paviršiaus veidrodinio atspindžio koeficientas yra mažesnis ir gali būti išreikštas tokia priklausomybe:

$$R_s = R_0 \exp\left[-\left(\frac{4\pi\sigma}{\lambda}\right)^2\right].$$
 (1.5)



1.10 pav.: Paviršiaus šiurkštumą galima traktuoti kaip daugybės skirtingų periodų ir skirtingo gylio difrakcinių gardelių visumą išdėliotą paviršiuje skirtingomis kryptimis

Dabar galima aprašyti difuziškai išsklaidytą šviesą, kuri nusakoma visumine sklaidos verte S:

$$S = R_0 - R_s = R_0 - R_0 \exp\left[-\left(\frac{4\pi\sigma}{\lambda}\right)^2\right] \approx R_0 \left(\frac{4\pi\sigma}{\lambda}\right)^2.$$
(1.6)

Žinodami visuminės sklaidos vertę S ir pasinaudoję šia išraiška, galime apskaičiuoti paviršiaus šiurkštumą:

$$\sigma = \frac{\lambda}{4\pi} \sqrt{\frac{S}{R_0}}.$$
(1.7)

1.1.2.4. Vektorinė sklaidos teorija

Vektorinė sklaidos teorija (arba Reilėjaus-Raiso (Rayleigh-Rice)) yra sudėtingesnė už skaliarinę sklaidos teoriją, bet tuo pačiu ir informatyvesnė, nes aprašo ir sklaidos kampus, ir poliarizacines išsklaidytos šviesos savybes [52]. Ši sklaidos teorija remiasi pirmos eilės perturbacijų teorija ir efektyviausia, kai $\sigma \ll \lambda$. Šviesai krintant į paviršių kampinė jos sklaida išreiškiama lygtimi:

$$\frac{\mathrm{d}P}{P_0\mathrm{d}\Omega} = Fg(k-k_0),\tag{1.8}$$

čia dP/d Ω yra galia išsklaidyta erdviniame kampe d $\Omega = \sin \Theta d\Theta d\phi$; F - vadinamas optiniu daugikliu; $k = (\omega/c) \sin \Theta$; $k_0 = (\omega/c) \sin \Theta_0$.

Funkcija $g(k - k_0)$ aprašo galios spektrinį tankį ir apibūdina paviršiaus šiurkštumą, o k ir k_0 išreiškia kritusios ir išsklaidytos bangų bangos vektorius. Galios spektrinis tankis yra autokovariacijos funkcijos $G(\tau) = \langle \zeta(r)\zeta(r+\tau) \rangle$ Furjė transformacija. Čia $|\tau|$ - delsos trukmė, $\zeta(r)$ - paviršiaus aukščio profilis. Kai $\tau = 0$, tai $G(0) = \sigma^2$. Analizinės autokovariacijos formos funkcijos dažniausiai naudojamos šviesos sklaidai numatyti ar apskaičiuoti šiurkštumo parametrus tiriant sklaidos metodais. Eksperimentinius rezultatus labai gerai atspindi eksponentinė ir Gauso funkcijų suma:



1.11 pav.: Sklaidos geometrija [26]. Θ_0 yra pluošto kritimo kampas, Θ - išsklaidytos šviesos kampas

$$G(\tau) = \sigma_l^2 \exp\left(-\left|\frac{\tau}{\tau_{c,l}}\right|\right) + \sigma_s^2 \exp\left(-\left(\frac{\tau}{\tau_{c,s}}\right)^2\right).$$
(1.9)

Atskiros šios lygties dalys nusako ilgos koreliacijos (l) ir trumpos koreliacijos (s) mikronelygumus, o $\tau_{c,l}$ ir $\tau_{c,s}$ yra koreliacijos ilgiai.

Šiuo atveju sklaida randama integruojant 1.8 lygtį. Izotropiniams paviršių nelygumams gauname:

$$S = 2\pi \int_0^{\frac{\pi}{2}} \left(\frac{\mathrm{d}P}{P_0 \mathrm{d}\Omega}\right) \sin \Theta \mathrm{d}\Theta.$$
 (1.10)

Iš čia galimi du atvejai:

1. kai $\tau_c >> \lambda$, tai

$$S = \left(\frac{4\pi\sigma}{\lambda}\right)^2. \tag{1.11}$$

2. kai $\tau_c \ll \lambda$, tai

$$S = \frac{64}{3}\pi^4 \frac{\sigma^2 \tau_c^2}{\lambda^4}.$$
 (1.12)

Iš pastarųjų lygčių matome, kad šviesos sklaidos nuostolių vertė stipriai priklauso nuo mikronelygumų išsklaidytos šviesos bangos ilgio [52], o šio skyriaus pradžioje buvo parodyta, kad sklaida nuo mažų dalelių (mažesnių nei bangos ilgis) taip pat priklauso ketvirtuoju laipsniu nuo bangos ilgio, kas yra labai svarbu tiriant įvairius optinius komponentus.

1.1.2.5. Šviesos sklaida nuo optinių komponentų

Pagal savo paskirtį optiniai komponentai gali būti skirstomi į pralaidžius šviesai ir atspindinčius, o atspindėtas ar praėjęs spindulys gali būti suprantamas kaip suma išsklaidytos šviesos komponenčių, kurios panašios faze, dažniu ir sklinda ta pačia kryptimi. Komponentės nukrypstančios nuo atspindėto ar praėjusio spindulio laikomos fliuktuacijomis nuo nehomogeniškos medžiagos. Jei medžiagos netolygumai pasiskirstę homogeniškai, tai toks pasiskirstymas stebimas ir išsklaidytų komponenčių. Jei medžiagos netolygumai pasiskirstę atsitiktinai, taip bus ir su sklaidos komponentėmis.



1.12 pav.: Optiniuose komponentuose šviesos sklaidą sukeliantys veiksniai: kairėje - paviršiaus sukeliama sklaida, viduryje - tūrio sukeliama sklaida, dešinėje mišri sklaida ir iš paviršiaus, ir iš tūrio (čia dm - metalo danga, dd - dielektrinė danga ir p - optinis padėklas) [54]

Pagal šį skirstymą išskiriami ir šviesos sklaidos šaltiniai (1.12 pav.):

- Jei optinis komponentas skirtas atspindžiui ir jo pagrindinis paviršius padengtas stora metalo danga, tai toks optinis komponentas gali turėti tik du šviesos sklaidos šaltinius: sklaida nuo įvairių dalelių ar jų sankaupų, kurios išskiriamos kaip nešvarumai esantys paviršiuje. Kitas šviesos sklaidos šaltinis yra jau pačio optinio komponento paviršiaus netolygumų ar dangos dalelių sukeliamas šviesos išbarstymas, kuris priklauso nuo gamybos procesų (1.12 pav. kairėje).
- Jei optiniai komponentai yra pralaidūs šviesai, tai šviesos sklaida susidaro ne tik nuo paviršiaus nelygumų ir nešvarumų, bet ir tūrio medžiagos nehomogeniškumo, dalelių ar oro burbuliukų esančių tūryje (1.12 pav. viduryje) [26].
- Jei optinis komponentas pagamintas ne su metalo danga, o garinant dielektrines dangas ant pralaidaus optinio padėklo, tai stebima sklaida ir nuo paviršiaus, ir iš tūrio (1.12 pav. dešinėje).

Toliau apžvelgsime optinių komponentų gamybos etapus ir svarbius veiksnius lemiančius sklaidos nuostolius nuo jų.

1.2. Optinių padėklų gamyba ir kokybės vertinimas

Šiame skyriuje aptariamas optinių padėklų paruošimas dangų garinimui. Pats paruošimas pradedamas dar pasirenkant optinių padėklų šlifavimo ir poliravimo technologijas. Dar prieš šlifavima medžiagos supjaustomos į reikiamo dydžio formos gabalus. Nors pjovimo metu galima išpjauti ir galutine elemento formą, bet sudėtingesnės formos išgaunamos šlifavimo metu. Šlifavimo metu ištaisomi pažeidimai, likę po pjovimo, arba užapvalinamos formos. Pats šlifavimas atliekamas keliomis pakopomis naudojant vis mažesnio dydžio abrazyvines medžiagas [55]. Šlifavimas atliekamas traiškant paviršių ir nuo to paviršiaus pašalinant nutrupėjusias daleles. Tokio proceso metu paviršiuje lieka gilūs įtrūkimai, kurie vadinami popaviršiniais itrūkimais PPI (ang. subsurface damage SSD). Mažinant šlifavimo abrazyvų dydį siekiama pašalinti didesnių dalelių padarytus įtrūkimus (1.13 pav. kairėje) [56,57]. Nepaistant mažėjančios šlifavimo ir poliravimo dalelių frakcijos, standartiniu būdu apdirbtas galutinis nupoliruotas paviršius visada turi vandeningą sluoksnį, kuris susideda iš poliravimo medžiagos ir išpoliruotos medžiagos (1.13 pav. dešinėje). Toks paviršius atrodo pakankamai lygus (paviršiaus šiurkštumas, plokštiškumas yra aukštos, lazerių optikai tinkamos, kokybės) [58], bet tokiame sluoksnyje sukauptos poliravimo medžiagos blogina pažaidos lazerio spinduliuotei slenksti, taip pat didina optinio stiklo sugerti [59].



1.13 pav.: Šlifavimas atliekamas pakopomis: kiekvieno šlifavimo metu pašalinamas prieš tai buvusio šlifavimo sukurtas pažeidimų sluoksnis (kairėje); nupoliruotas paviršius turi vandeningą sluoksnį (Bilbio sluoksnį), o po juo esama dar likusių nepašalintų įtrūkimų (dešinėje) [56]

Siekiant sumažinti standartinio šlifavimo ir poliravimo sukeltus popaviršinius pažeidimus pradėtos plėtoti papildomos paviršiaus apdirbimo technologijos. Bendra optinių komponentų gamybos etapų schema pateikta 1.14 paveiksle. Kadangi toliau šiame darbe bus pristatomi rezultatai naudojant papildomą optinių komponentų apdirbimą, tai toliau apžvelgsime įvairius papildomus apdirbimo būdus.



1.14 pav.: Optinių komponentų gamybos eiga [55, 57]

1.2.1. Papildomas optinių padėklų apdirbimas

Prieš atliekant papildomą apdirbimą, optiniai padėklai šlifuojami ir poliruojami standartiniais metodais. Standartinio šlifavimo būdu pasiekiamas vidutinis 12,5-16 μ m paviršiaus šiurkštumas. Precizinio šlifavimo būdu pasiekiamas vidutinis 3,2-0,1 μ m paviršiaus šiurkštumas, ultraprecizinio šlifavimo metu pasiekiamas 200-25 nm vidutinis paviršiaus šiurkštumas [60]. Nors šiuo metu yra šlifavimo mašinų gamintojų, kurie siūlo šlifavimo mašinas galinčias optinius padėklus nušlifuoti iki 1 nm vidutinio paviršiaus šiurkštumo. Iš principo, kuo geriau atliekamas šlifavimas, tuo geriau nupoliruojama. Pats poliravimas yra ilgiausia ir brangiausia gamybos dalis. Jei grubaus šlifavimo metu stiklo pašalinimo greitis siekia 100 μ m/min ir nušlifuojama apie 1000 μ m med žiagos, toliau švelnaus šlifavimo metu nušlifuojama apie 1000 μ m med žiagos, toliau švelnaus šlifavimo metu pašalinama iki 25 μ m med žiagos, o poliravimo greitis siekia 0,1 μ m/min [61]. Standartinio poliravimo metu pasiekiamas šiurkštumas nuo kelių nm iki kelių Å.

Po standartinio poliravimo toliau atliekamas papildomas apdirbimas, kurio tikslas sumažinti arba pašalinti PPĮ ir šlifavimo bei poliravimo abrazyvų likučius nuo optinio padėklo paviršiaus ir įtrūkimų, bet nepabloginti paviršiaus šiurkštumo ir formos kokybės.

1.2.1.1. Cheminis ėsdinimas

Stiklo cheminis ėsdinimas HF rūgštimi pademonstruotas dar 1771 metais švedų kilmės chemiko Karlo Viljamo Šylo (Carl Wilhelm Scheele) [62]. Komercinis stiklo ėsdinimas išplėtotas Britanijoje 1800-ujų viduryje stiklo matinimui. Ėsdinimas rūgštimi itin išpopuliarėjo 1850 metais. Nors visi šie ėsdinimai buvo naudojami stiklo ir jo gaminių dekoravimui, tai nesutrukdė šios technologijos panaudoti puslaidininkių ir aukštos kokybės stiklo pramonėje.

Šiuo metu nemažai darbų padarytų tiriant optinių padėklų kokybės ir PLSS pasikeitimą atlikus optinių padėklų ėsdinimą HF rūgštimi [11,13,58,63,64], taip pat HF ir NH₄ arba HNO₃ rūgštimis [11,64,65]. Dauguma atvejų publikacijose minima, kad ėsdinant HF rūgštimi pašalinami poliravimo likučiai ir PPĮ sluoksnis nuo optinio paviršiaus. Taip pat iki tam tikro gylio gerėja PLSS vertės, bet prastėja paviršiaus šiurkštumas (žr. 4.6 lentelę skyriuje "Priedai").

Optinių padėklu ėsdinimui naudojamas ir KOH šarmas [11,66]. Naudojant KOH šarmą ėsdinamas paviršius iki kelių šimtų nm ir retais atvejais ėsdinama giliau. Stengiamasi pašalinti paviršiaus sluoksni su poliravimo medžiagomis, nes jos turi didžiausią įtaką sugerčiai UV srityje. Po ėsdinimo KOH šarmu stebimas aukštesnis PLSS ir paviršiaus kokybė beveik nepakinta. Bet pats palyginimas ėsdinimų HF rūgštimi ar KOH šarmu yra kol kas sudėtingas, nes abiems atvejams reikalingas ėsdinimo procesu optimizavimas ir tik tada būtu galima teisingai įvertinti, kuris metodas geresnis, ką sunku stebėti atliktame tyrime [11]. Pagrindinis trūkumas cheminio ėsdinimo metodo (nepriklausomai nuo ėsdiklio ar tai rūgštis, ar šarmas) yra pats darbas su šiomis medžiagomis. Gana sunku valdyti procesus, kurie priklauso nuo ėsdinamų medžiagų sudėties. Esdinant optinius padėklus, jų medžiagai tirpstant keičiasi ėsdiklio koncentracija, taip pat ėsdiklis ir ėsdinami paviršiai užsiteršia nuėsdintomis dalelėmis [65, 67]. Procesui labai svarbi temperatūra [64], kas gali pagreitinti arba sulėtinti ėsdinimo procesus. Greitėjant procesui prastėja paviršiaus kokybė, tuo tarpu lėtesnis procesas ilgiau užtrunka, kas ėsdinimo procesa daro nebepatraukliu.

Nepaisant cheminio ėsdinimo trūkumų, pats cheminis ėsdinimas lieka patrauklus tuo, kad vienu metu galima ėsdinti daug vienetų optinių padėklų, tuo pačiu metu galima apdirbti arba vieną arba abu paviršius. Atliekant cheminį ėsdinimą ir didėjant nuėsdintam gyliui stebimas ženklus priemaišų optiniame stikle mažėjimas [65]. Šie privalumai ir minėti trūkumai skatina cheminį ėsdinimą derinanti su kitais apdirbimo metodais, tokiais kaip magneteorologinis poliravimas [68], poliravimas jonų pluoštu [13] arba visų procesų apjungimas [58], kai cheminiu ėsdinimu atliekamas gilus ėsdinimas PPĮ sluoksnio panaikinimui po šlifavimo, toliau atliekamas aukštos kokybės poliravimas įprastu metodu ir galiausiai atliekamas paviršinio Bilbio sluoksnio nuėsdinimas jonų pluoštu. Visi metodai parodė didėjančias PLSS vertes (žr. 4.6 lentelę skyriuje "Priedai") ir minimalų paviršiaus šiurkštumo pasikeitimą, bet iki tūrinio stiklo pažeidimo slenksčio yra kur tobulėti.

1.2.1.2. Lazerinis poliravimas

Lazerinis poliravimas pirmą kartą aprašytas dar 1979 metais P. A. Temple publikacijoje [69]. Tuo metu siekta pagerinti pažaidos 1,06 μ m bangos ilgio lazerio spinduliuotei slenkstį. Parodyta, kad naudojant CO₂ nuolatinės veikos lazerį su 10,6 μ m bangos ilgio spinduliuote galima pasiekti geresnį nei 1 nm paviršiaus šiurkštumą, o PLSS galima pagerinti nuo pradinio 10-20 J/cm² iki 20-38 J/cm². Pagrindinės problemos, su kuriomis susiduriama yra susidarantys įtempimai stikle ir paviršiaus banguotumas.

Pats lazerinis poliravimas remiasi medžiagos paviršinio sluoksnio perlydy-

mu ir perlydyto sluoksnio persiskirstymu iš aukštesnių zonu i žemesnes. Perlydymas atliekamas medžiaga veikiant lazerine spinduliuote. Tokiems optiniams stiklams kaip lydytas kvarcas, BK7 ar kitiems optiniams stiklams perlydymui naudojami CO_2 lazeriai su 10,6 μ m bangos ilgio spinduliuote, kurios sugertis optiniuose padėkluose siekia 80% [70]. Lazerinio poliravimo metu pasiekiamas paviršiaus šiurkštumas lydytam kvarcui <0,1 nm, bet toks šiurkštumas išlieka tik 100 μ m srityje, toliau pasireiškia banguotumas, dėl kurio bendras paviršiaus šiurkštumas siekia 5,2 nm. Banguotumui sumažinti naudojamos papildomos lazerinės abliacijos procedūros. Tokiu būdu šiurkštumas sumažinamas iki 1,9 nm, o proceso trukmė siekia 0,6 mm²/min [70]. Siekiant pagreitinti poliravimo procesą buvo atlikti optimizavimo teoriniai skaičiavimai ir ivairūs eksperimentai. Didžiausias pasiekiamas abliavimo greitis 173.7 mm²/min, bet paviršiaus šiurkštumas kinta nuo abliavimo gylio: 2,68 nm, kai gylis 53,5 nm ir 24,8 nm šiurkštumas, kai abliavimo gylis siekia 2414 nm, bet nuabliavus iki 53,5 nm gylio vis dar stebimi PPI itrūkimai medžiagoje [71]. Lazerinio poliravimo pavyzdžių pateikta 4.7 lentelėje skyriuje "Priedai".

1.2.1.3. Ėsdinimas jonų srautu

Ėsdinimas jonų srautu pasiūlytas dar XIX amžiuje [72]. Pats ėsdinimo principas veikia kaip jonapluoštis garinimas, kuris plačiau aptartas 1.3.2.5 skyriuje, tik šiuo atveju taikinys yra ne garinama medžiaga, o optiniai padėklai [73]. Galima išskirti du šio proceso atvejus: kai jonų pluošto skersmuo yra mažas, lyginant su optinio padėklo skersmeniu. Tada atliekamas ne tik ėsdinimas jonais, bet tas ėsdinimas atliekamas kryptingai formuojant ir optinio paviršiaus formą [74–76]. Kitas atvejis yra, kai jonų pluošto skersmuo yra didesnis už optinį padėkla ar padėklus ir ėsdinimas atliekamas visam paviršiui vienu metu [10, 13]. Pastarasis būdas naudojamas atliekant eksperimentus, kurie aprašyti 3.3 skyriuje. Pirmuoju atveju gaunami aukštos kokybės (šiurkštumas 0,06 nm) įvairių formų paviršiai [75], bet dėl reikalingo skenavimo proceso trukmė tampa ilgesnė, nei ėsdinant visą paviršių iškarto. Visą paviršių ėsdinant iškarto naudojamas tas pats irenginys, kuriame garinamos ir dangos, taip galima atlikti du procesus su tuo pačiu vakuumu. Taip sutaupomas vakuumui sudaryti skirtas laikas. Esdintų jonų pluoštu bandinių pavyzdžiai pateikti 4.8 lentelėje skyriuje "Priedai".

1.2.1.4. Magneteorologinis poliravimas

Magneteorologinis poliravimas išrastas 1980 metais Baltarusijoje. Tyrimų komandai vadovavo Viljamas Kordonskis (William Kordonski). Didžiausi ir svarbiausi privalumai šio poliravimo metodo buvo itin aukštas formos tikslumas $<50 \text{ nm} (\lambda/12)$ ir paviršiaus šiurkštumas <1 nm, kuriuos galėjo įgyvendinti bet kokios formos ir gana didelių matmenų optiniams komponentams pagamin-

ti [77]. Tuo metu tai buvo vienas iš didžiausiu pasiekimu. Poliravimo veikimo principas remiasi magneteorologinio skysčio ir valdomo magnetinio lauko naudojimu poliravimui kartu su poliravimo abrazyvais [57]. Magneteorologinis skystis (MRF -magnetorheological fluid) - tai tokia medžiaga, kuri magnetiniame lauke pakeičia savo savybes, tokias kaip klampumas ar takumas [78]. Elektromagnetas MRF irenginyje sulaiko arba paleidžia magneteoroligni skysti su abrazyvinėmis dalelėms ant besisukančio rato. Poliruojamas bandinys laikomas valdomame MRF sraute. Taip MRF kontaktuojanti zona su bandiniu veikia kaip subapertūros poliravimo įrankis. Neatsiejama MRF įrenginio dalis vra matavimo iranga, nes visas irenginys parengtas taip, kad poliravimo metu atliekami ir matavimai ir pagal matavimus ir reikiama optinio komponento forma yra valdomas bandinio judėjimas ir MRF irenginio veikimas. Šio metodo pagrindiniai privalumai yra gana aukštas medžiagos pašalinimo greitis (0,006 mm³/min), geras proceso valdymas, geras atsikartojamumas, aukšta nupoliruotu paviršiu kokybė ir galimybė poliruoti ne tik plokščius paviršius, bet ir sferinius, asferinius ar bet kokias kitas formas [79]. Šiai dienai stebimas paviršiaus šiurkštumas poliruojant MRF technologija siekia 1,5 Åšiurkštuma [68]. Nors MRF irenginys poliravima atlieka itin preciziškai ir beveik nesukeldamas PPI, bet pagrindinis trūkumas yra tai, kad po poliravimo paviršiniame vandeningame sluoksnyje lieka ne tik poliravimo medžiagos (dažniausiu atveju cerio oksido), bet ir geležies daleliu, kurios naudojamos magneteorologiniame skystyje [80]. Šioms dalelėms pašalinti naudojamos papildomos apdirbimo technologijos tokios kaip cheminis ėsdinimas. Po cheminio ėsdinimo paviršiaus šiurkštumas, bangos fronto iškraipymai ir kiti parametrai prastėja, bet gerėja pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis (PLSS) iki 3 kartų [68]. Kiti trūkumai yra vienu metu atliekamas tik vieno optinio komponento poliravimas, taip pat prie poliravimo irenginio reikalinga ir matavimo iranga, kas ženkliai padidina irenginio kainą. Bendras poliravimo technologijų palyginimas pateiktas 4.9 lentelėje skyriuje "Priedai".

1.2.1.5. Kiti poliravimo metodai

Be jau aprašytų poliravimo metodų 0,2 nm šiurkštumas pasiekiamas plūduriuojančio poliravimo metodu [81–83]. Šio poliravimo metu poliravimo padas nekontaktuoja su poliruojamais optiniais padėklais dėl susidariusios poliravimo suspensijos mikrosluoksnio tarp poliravimo pado ir optinių padėklų. Tokiu būdu atliekamas greitas poliravimas (50 nm/val.), kurio metu poliravimo dalelės proceso metu skyla į mažesnes frakcijas, kurios sušvelnina poliravimo procesą. Bet po šio poliravimo lieka gilių rėžių, įtrūkimų, kurie susidaro dėl neskilusių didesnių poliravimo medžiagos dalelių [82,84].

Siekiant pašalinti esamų poliravimo technologijų trūkumus pradėtas taikyti įvairių metodų derinimas: įprastas poliravimas + cheminis ėsdinimas + "plūduriuojantis" poliravimas [67], šios kombinacijos didžiausias pasiekimas –
sumažintas PPĮ gylis nuo 1489 nm (po standartinio poliravimo) iki 413 nm (po cheminio ėsdinimo ir "plūduriuojančio" poliravimo). Bet čia išlieka nesuskilusių dalelių, kurios suraižo paviršių problema. Kita kombinacija reaktyvus ėsdinimas jonais + dinaminis cheminis ėsdinimas: didžiausias pasiekimas PLSS 0% tikimybei padidėjo 2,7 kartus (355 nm, 7 ns (FWHM), 1 Hz, TEM₀₀), bet prastėjo paviršiaus šiurkštumas [13]. Dar vienas kombinuoto apdirbimo pavyzdys, kai apjungtos keturios technologijos: standartinis poliravimas + ėsdinimas HF rūgštimi (300 μ m) + supertikslus poliravimas + ėsdinimas jonų srautu (100 nm). Čia PLSS didėjo 2,8 kartus (266 nm, 4-5 ns, 1-į-1, AOI= 3 - 7°), o šiurkštumas neprastėjo [58]. Aprašyti pavyzdžiai detaliau pateikti 4.10 lentelėje skyriuje "Priedai".

1.2.2. Optinių padėklų charakterizavimo metodai

Optinių komponentų patikrinimas prasideda dar nuo pagamintos medžiagos patikrinimo, kai matuojami tokie parametrai kaip medžiagos lūžio rodiklis, medžiagos homogeniškumas, testuojama ar nėra strijų³, burbuliukų ar inkliuzų [85, 86]. Toliau, gaminant ir jau pagaminus optinius padėklus ar galutinius optinius komponentus, atliekami geometrinių charakteristikų matavimai (skersmuo apvaliems elementams, matmenys, elemento storis, nuožulu dydžiai ir kiti). Kitas matavimas, gal būt labiau ne matavimas, o kokybės vertinimas yra vizualinė optinių komponentų apžiūra. Šios apžiūros metu ivertinama bendra optinių komponentų išvaizda: pamatuojami esami krašto nuskilimai, įvertinami paviršiuje esantys įbrėžimai ir defektai, taip pat dėmės dangose ar po dangomis. Šie vertinimai aprašyti standartuose, o dažniausiai naudojamas MIL-PRF-13830B standartas [87] ir ISO 10110 standarto atskiros dalys [85], nors kiekvienas turi savo privalumų ir trūkumų. Toliau atliekami paviršiaus formos matavimai: plokštiškumas, lešiškumas⁴ (1.15 pav.), pleišto kampo arba lygiagretumo matavimai. Šie matavimai dažniausiai atliekami interferometru, o kartu atliekamas ir bangos fronto iškraipymo matavimas. Čia išvardinti dažniausi optinių padėklų matuojami parametrai. Jei užgarinamos dangos, tai optiniams komponentams su dangomis papildomai atliekami pralaidumo ar atspindžio matavimai, taip pat dangos atsparumas subraižymams, atsilupimui, drėgmės ir temperatūros pokyčiams, pažeidimo lazerine spinduliuote slenksčio matavimas.

Visi minėti parametrai yra matuojami jau pagamintiems optiniams komponentams, kurie parduodami komerciškai. Išdirbant pačias gamybos technologijas dar atliekami paviršiaus šiurkštumo matavimai, PPĮ gylių matavimai, taip

 $^{^3}$ Strijos optiniame stikle – tai medžiagos lūžio rodiklio homogeniškumo netolygumas optiniame stikle. Toks nehomogeniškumas gali būti stebimas per visą optinio stiklo tūrį, bet pačio nehomogeniškumo plotis siekia nuo 0,1 mm iki 2 mm.

⁴Lęšiškumas plokščiai optikai sutampa su saggitos parametru (apskritimo nuopjovos aukštis), o lęšiams, tai atitinka kreivumo radiuso nuokrypį nuo reikalaujamos vertės – kreivumo radiuso netikslumas.

pat medžiagos sudėties spektrinė analizė, paviršiaus ar tūrio struktūros analizė skenuojančiu elektronų mikroskopu ir šiame darbe pateikiami visuminės integruotos sklaidos matavimai.



1.15 pav.: Optinių komponentų profilio matavimas: plokštiškumas, lęšiškumas ir netolygumas [86]

1.3. Optinių dangų gamyba ir jų savybės

Optinės dangos plačiai naudojamos įvairių optinių komponentų gamyboje. Dangų paskirtis yra įvairi: padidinti atspindžio koeficientą, sumažinti atspindžio koeficientą, filtruoti vienus bangos ilgius ir praleisti kitus, praleisti dalį spinduliuotės ir dalį atspindėti. Dangos garinamos siaurai spektro sričiai, plačiai spektro sričiai arba siauroms spektro linijoms. Kiekvienu atveju reikia įvertinti kokiam bangos ilgių diapazonui bus garinama danga, kokiu kampu į optinę dangą kris spinduliuotė, kokios poliarizacijos, intensyvumo ir kokiu tikslu bus naudojamas optinis elementas. Svarbiausi optinių dangų parametrai yra dangos storis ir medžiaga. Dangos storis apsprendžia kokiu kampu ir kokiems bangos ilgiams bus skirti optiniai elementai. Nuo medžiagos lūžio rodiklio, atspindžio koeficiento, sugerties ir pralaidumo taip pat priklauso, kokie optiniai komponentai bus pagaminami.

Galimos įvairios metalų dangos, kurios tiesiogiai naudojamos veidrodžių ir filtrų gamybai. Dažniausiai naudojami didelio atspindžio koeficiento metalai tokie kaip auksas, sidabras, aliuminis ir varis. Metalo dangos naudojamos įvairiose srityse, kur reikalingas didelis atspindžio koeficientas plačioje spektro srityje: lazerių taikymuose, spektroskopijoje, astronomijoje ir kt.

Be metalo optinių dangų dar yra labai plačiai taikomos ir naudojamos dielektrinės dangos, kurios apima milžinišką optinių komponentų dalį. Šių dangų veikimas pagrįstas konstruktyvia arba destruktyvia interferencija. Gaminamos didelio atspindžio dangos (R>98%), taip pat mažinančios atspindį dangos (R<0,5%), siaurajuosčiai filtrai ir plačiajuosčiai veidrodžiai, optiniai dalikliai ir poliarizatoriai [88].

Atsižvelgiant į visas aplinkybes, svarbūs ne tik optinių dangų parametrai, bet ir naudojamų optinių padėklų, kurie priklausomai nuo taikymų gali būti skaidrūs arba neskaidrūs naudojamai spinduliuotei. Taip pat svarbi optinių padėklų paviršiaus ir tūrio kokybė: mažas paviršiaus šiurkštumas (iki kelių nm) ir didelis plokštiškumas ($\lambda/8$ ir geriau), medžiaga turi būti homogeniška, be lūžio rodiklio pokyčių ir defektų (burbulų, inkliuzų). Optinių padėklų paviršiaus šiurkštumas svarbus ir tuo, kad nuo jo priklauso ir tolimesnė pagamintų optinių komponentų paviršiaus kokybė: jei optinio padėklo šiurkštumas žemas (keli angstremai), tai didžiausi sklaidos nuostoliai tikėtini iš pačių dangų, tuo tarpu, jei optinio padėklo šiurkštumas bus artimas garinamų dangų dalelių (granulių) dydžiams, tai dangos atkartos optinio padėklo paviršiaus morfologiją [89].

Dėl skirtingų medžiagų ir jų sąveikos reikalingi skirtingi garinimo procesai. Metalų dangų garinimui naudojami vakuuminiai tiesioginiai (kai garinama medžiaga liečiasi su kaitinimo elementu) ir netiesioginiai (kai garinama medžiaga nesiliečia su kaitinimo elementu: lazerinis garinimas) garinimo procesai. Taip pat naudojami garinimo procesai nekaitinant garinamų medžiagų: garinimas elektronų pluoštu, sunkių jonų pluoštu, garinimas elektronų pluoštu talkinant sunkiems jonams ir kiti metodai. Kiekvienas metodas yra savitas ir duoda skirtingus dangų parametrus. Garinimo procesai pasirenkami pagal reikalingą optinių dangų kokybę ir reikalaujamus parametrus, taip pat atsižvelgiant į garinimo proceso greitį ir kainą.

1.3.1. Optinių dielektrinių dangų veikimo principai

Dielektrinių optinių dangų veikimas pagrįstas interferencijos nuo plonų plėvelių principu. Šviesai atsispindėjus nuo optinės dangos ir optinio padėklo vyksta šių atspindžių interferencija ir esant tam tikroms sąlygoms gali susidaryti interferencijos maksimumas arba minimumas. Kitaip sakant, vyksta konstruktyvi arba destruktyvi interferencija (1.16 pav.). Sudarius palankias sąlygas konstruktyviai interferencijai galime pasigaminti didelio atspindžio dielektrinius veidrodžius (R > 98%), pluošto daliklius, poliarizatorius ir kitus optinius elementus. Tuo tarpu sudarius sąlygas destruktyviai interferencijai mes turėsime skaidrinančias dangas, kurios sumažina naudojamo optinio padėklo atspindį 10 ir daugiau kartų [90].



1.16 pav.: Konstruktyvioje interferencijoje amplitudės susideda (kairėje), o destruktyvioje interferencijoje panaikina viena kitą (dešinėje) [90]

Jei turime nesugeriančią šviesos medžiagą, tai jos atspindžio koeficientas aprašomas lygtimi:

$$R = \frac{(n_0 - n_1)^2}{(n_0 + n_1)^2},\tag{1.13}$$

čia n_0 - terpės, iš kurios krinta spindulys, lūžio rodiklis ir n_1 - terpės, į kurią krinta spindulys, lūžio rodiklis.

Atsispindėjusios spinduliuotės fazė priklauso nuo terpės, kurioje krinta spinduliuotė ir nuo kurios atsispindi, lūžio rodiklių:

$$\phi = \begin{cases} 0, & \text{jei } n_0 > n_1 \\ \pi, & \text{jei } n_0 < n_1 \end{cases}$$
(1.14)

Jei turime optinį padėklą, kurio lūžio rodiklis yra n_S , ant kurio yra užgarinta optinė danga, kurios lūžio rodiklis yra n_F , tai atspindys aprašomas Frenelio formule:

$$r = \frac{r_1 + r_2 \exp(-2i\beta)}{1 + r_1 r_2 \exp(-2i\beta)}.$$
(1.15)

čia r_i yra atspindėta amplitudė nuo *i*-tojo paviršiaus. β yra fazinis dangos storis, kuris aprašomas lygtimi:

$$\beta = \frac{2\pi}{\lambda} n_f d_f, \tag{1.16}$$

čia λ - bangos ilgis,
o $n_f d_f$ - optinis dangos storis. Atspindėtos bangos fazė yra

$$\Phi = \mathrm{tg}^{-1} \frac{r_2(r_1^2 - 1)\mathrm{sin}2\beta}{r_1(r_2^2 + 1) + r_2(r_1^2 + 1)\mathrm{cos}2\beta}.$$
(1.17)

Iš 1.15 lygties gauname, kad atspindys nuo padėklo su optine danga pasiekia ekstremumą, kai eksponentėje argumentas tampa lygiu $\pi/2$. Optinės dangos storis, kuriam esant įvykdoma ši sąlyga, yra vadinamas ketvirčio bangos storiu. Ekstremumo vertė priklauso nuo terpių lūžio rodiklių. Ekstremumas bus minimumas, jei bus įvykdyta viena iš sąlygų:

$$n_0 < n_F < n_S$$
 arba $n_S < n_F < n_0$,

čia n_0 , n_F ir n_S yra atitinkamai aplinkos, dangos ir optinio padėklo lūžio rodikliai. Kitais atvejais ketvirčio bangos ilgio storio dangoje turėsime ekstremumo maksimumą. Jei dangos lūžio rodiklis yra lygus kvadratinei šakniai iš aplinkos ir optinio padėklo lūžio rodiklių sandaugos ($n_F = \sqrt{n_0 n_S}$), tai minimumas yra lygus 0.

Šios sąlygos negalioja sugeriančioms medžiagoms, todėl metalų dangų atspindžiai skaičiuojami kitaip nei dielektrinių paviršių.

Optiniam storiui artėjant prie pusės bangos ilgio storio, eksponentės argumentas artėja prie 2π ir eksponentės vertė tampa lygi nuliui. Toks storis nedaro jokios įtakos krintančiai spinduliuotei, kuri praeina tarsi dangos nebūtų.

Taigi turint ketvirčio bangos ilgio storio dangą ant padėklo galime sumažinti arba padidinti optinių padėklų atspindžio koeficientą. Jei užgarinamas tik vienas dangos sluoksnis, tai priklausomai nuo jo lūžio rodiklio gausime skirtingą nuo optinio padėklo atspindžio koeficientą. Toks principas panaudotas kuriant įvairius optinius filtrus, poliarizatorius ir veidrodžius, bet norint gauti didelio atspindžio veidrodi vieno dangos sluoksnio neužtenka. Reikalingos daugelio sluoksnių dangos (1.17 pav.). Užgarinus daugelį sluoksnių susidedančių iš periodiškai besikeičiančių didesnio ir mažesnio nei optinio padėklo lūžio rodiklio dangu gaunami didelio atspindžio koeficiento veidrodžiai skirti siaurai bangos ilgių sričiai [91]. Taip pat kombinuojant dar daugiau sluoksnių galima pagaminti ir plačiajuosčius dielektrinius veidrodžius, langelius, filtrus ir kitus optinius elementus. Bet čia susiduriama sau naujais iššūkiais, kai didėjant dielektrinių dangų skaičiui, didėja paviršiaus šiurkštumas ir sklaidos nuostoliai [92]. Jei dielektrinės dangos užgarinamos ant standartiškai poliruotų padėklu, tai dielektrinės dangos atkartoja optinio padėklo paviršiaus šiurkštumą ir bendras šiurkštumas ir sklaidos nuostoliai auga [3, 19, 93]. Jei dielektrinės dangos užgarinamos ant superpoliruotų padėklų, tai sklaidos nuostoliai stebimi nuo dielektrinių dangų tarpsluoksnių ir jie yra didesni nei optinio padėklo sukeliami sklaidos nuostoliai [19, 93]. Nors dauguma atvejų dangos padidina paviršiaus šiurkštumą, bet yra pastebėtų atvejų, kai mažinančios atspindį dangos, taip pat išlygina paviršių ir šiurkštumas, o kartu ir sklaidos nuostoliai, sumažėja [94–96].

Nors sklaidos nuostoliai stipriai priklauso nuo optinių padėklų apdirbimo, bei dielektrinių dangų sluoksnių kiekio [89], skirtumai taip pat susidaro ir dėl skirtingų garinimo technologijų [97], bei garinimui naudojamų medžiagų [34, 54], kuriuos toliau ir apžvelgsime.



1.17 pav.: Atspindys nuo dielektriko (kairėje) ir dielektrinių dangų sluoksnių išsidėstymas (viduryje), čia n_0 - padėklo lūžio rodiklis, n_1 ir n_2 - pirmos ir antros dielektrinės medžiagos lūžio rodiklis, d_1 ir d_2 pirmos ir antros medžiagų dangų storiai [51]; atspindžio koeficientas esant skirtingam didelio (H) ir mažo (L) lūžio rodiklio dangų skaičiui [91] (dešinėje)

1.3.2. Optinių dielektrinių dangų garinimo technologijos

Optinių dangų garinimui naudojamos įvairios technologijos. Kiekviena iš jų turi savitus privalumus ir trūkumus. Garinimo technologijas galima suskirstyti į tokias kategorijas [98,99]:

- 1. Garinimas:
 - varžinis kaitinimas: galimi du atvejai: tiesioginis kai kaitinimo elementas liečiasi su garinama medžiaga; ir netiesioginis - kai kaitinimo elementas nesiliečia su garinama medžiaga, o garinama medžiaga talpinama specialiame laikiklyje;
 - garinimas elektronų pluoštu.
- 2. Dulkinimas:
 - diodinis;
 - magnetroninis.
- Cheminis garinimas garinami organiniai junginiai arba halogenų dangos [98,100]. Optinių dangų garinimui šis metodas nėra plačiai taikomas, tai toliau apie jį nebus kalbama.

4. Lazerinis garinimas.

Įvairių technologijų palyginimas pateiktas 1.2 lentelėje.

1.3.2.1. Vakuuminis garinimas

Vakuuminis garinimas remiasi medžiagos kaitinimu iki garavimo temperatūros ir išgarinimu. Garuojančios dalelės surenkamos optiniu padėklu kondensacijos proceso metu. Vakuuminis garinimas pasižymi mažomis garuojančių dalelių kinetinėmis energijomis (T = 1200 K, E = 0, 1 eV). Garinimo procesas yra kryptingas, o aukštas vakuumas užtikrina, kad dalelės nesusidurtų su jokiomis kitomis dalelėmis ar tarpusavyje. Garavimo greitis siekia 10^{-4} g/cm²s. Šiuo būdu įmanoma garinti didelio grynumo medžiagas (medžiagų grynumas didesnis nei 99,99 %). Pagrindinis šio proceso trūkumas yra lydinių ir įvairių junginių garinimas. Dėl skirtingų medžiagų garavimo temperatūrų šios medžiagos išsiskaido ar disocijuoja [99].

Vykstant kondensacijai atomai turi palyginti mažą energiją, todėl danga yra porėta. Atomai ar jų grupės susijungia į ganėtinai dideles grupes įvairiomis kryptimis, sudarydamos dangos tekstūrą [99]. Taip pat medžiagų dalelės kartais išsidėsto stulpeliais, į kuriuos gali patekti vanduo ar kitos medžiagos, kurios keičia dangų savybes.

Garinant medžiagas tiesiogiai, joms liečiantis tik su kaitinimo elementu, išvengiama užteršimo nuo laikiklių, bet išlieka kaitinimo elemento medžiagos įtaka [101].

Garinant medžiagas netiesioginiu būdu, garinama medžiaga patalpinama tam tikrame laikiklyje. Laikikliams taikomi griežti reikalavimai: jų medžiaga turi nesilydyti ir negaruoti, nereaguoti su garinama medžiaga, negali išskirti dujų, tokių kaip deguonis, azotas, vandens garai ar kitų [99].

1.3.2.2. Varžinis garinimas

Varžinio garinimo metu medžiaga išgarinama ją kaitinant tiesiogiai arba netiesiogiai kaitinimo elementu, kuriuo teka srovė ir dėl didelės varžos kaitinimo elementas įkaista. Kaitinimo elementas gaminamas iš volframo, tantalo molibdeno ar kitų didelės varžos medžiagų su aukšta lydymosi ir garavimo temperatūra.

Galimos kelios kaitinimo elementų konfigūracijos [99]:

 Volframo vielos kaitinimo elementas. Volframo viela susukama į spiralę arba į kūgį. Jei garinama medžiaga drėkina⁵ volframo paviršių, tai naudojama spiralė, jei ne - kūgio formos kaitinimo elementas.

 $^{^5}$ Skystis drėkina kietą kūną tada, kai skysčio tarpmolekulinės sąveikos jėga yra mažesnė negu skysčio ir kietojo kūno sąveikos jėga.

- Kaitinimo elementai iš sunkiai besilydančių medžiagų: volframo, tantalo ir molibdeno lakštų. Iš šių medžiagų pagaminami įvairių formų laikikliai: strypeliai su duobutėmis, "laiveliai", "kanojos" formos ar gilios formos laikikliai. Tokiuose laikikliuose patalpinamos garinamos medžiagos, kurios gali būti metalų mišinių milteliai, įvairūs oksidai ar druskos.
- Sublimacinės krosnelės. Kai kurios medžiagos, tokios kaip selenidai, sulfidai ir kai kurie oksidai dar neišsilydę pradeda garuoti. Vyksta sublimacija. Tokioms medžiagoms gaminamos specialios krosnelės, į kurias medžiagos talpinamos suspaustų į tabletę miltelių pavidalu. Krosnelėse įtaisytos pertvaros neleidžia kaitinimo elementui tiesiogiai liestis su garinama medžiaga, bet leidžia palaikyti medžiagos garavimą pastovų visą garavimo laiką. Pagrindinė medžiaga sublimacinių krosnelių gamyboje yra tantalas.
- Keramikiniai tigliai. Dauguma tiglių pagaminti puoduko formos iš oksidų, grafito ar sunkiai besilydančių metalų miltelių juos suspaudžiant ir sukepinant. Medžiagos kaitinamos tiglyje, kuris būna apsuptas volframo kaitinimo elementu. Dar galimi tigliai, kuriuose medžiagos kaitinamos indukciniu būdu ir tigliai iš volframo vielos, padengtos sunkiai besilydančiais oksidais.

1.3.2.3. Garinimas elektronų pluoštu

Garinimo elektronų pluoštu technologija (EBS - electron beam sputtering) (1.18 pav.) kaip garinimo šaltinį naudoja elektronų pluoštą. Dangą sudaranti medžiaga (taikinys) yra apšaudoma elektronais, kurie tą medžiagą įkaitina ir išgarina. Kadangi kaitinimo elementas (elektronai) nesiliečia su jokiais garinimo kameroje esančiais laikikliais ar kitais komponentais, tai išvengiama taršos iš laikiklių ir kaitinimo elementų. Taip pat galima garinti ir aukštoje temperatūroje besilydančias medžiagas, kurių neįmanoma išgarinti varžiniu metodu. Šio garinimo proceso metu laikiklis yra aušinamas, o taikinio medžiaga garinama mažais sluoksniais. Taip pat galimas daugelio taikinių patalpinimas garinimo kameroje garinant daug sluoksnių turinčias dangas [99].



1.18 pav.: Elektronų garinimo šaltinis ir medžiagos laikiklis [91]

Iš daugelio elektronų garinimo šaltinių kaitinimo elementų elektronai išspinduliuojami termioniniu⁶ būdu. Iš katodo išskrieję elektronai pagreitinami anodo (nuo 4 iki 20 kV įtampa), o magnetinis laukas nukreipia juos ir sufokusuoja į taikinį. Katodas yra uždengtas ir elektronai skrieja ne tiesiogiai į taikinį, o 270° lanku. Taip išvengiama užteršimo iš kaitinimo šaltinio [99].

1.3.2.4. Dulkinimo technologija

Dulkinimo technologijos principas yra energingų dalelių judesio kiekio ir kinetinės energijos perdavimas taikinio dalelėms [99, 102]. Šio proceso metu išgarintų iš taikinio dalelių energija ir greitis yra didesnis nei šiluminio garinimo metu (1.19 pav.). Dulkinimas prasideda tada, kai energingos dalelės pašalina taikinio daleles. Procesą apibūdina dulkinimo išeiga - santykis tarp pašalintų dalelių iš taikinio ir kritusių dalelių į taikinį kiekio.

Dulkinimui galima naudoti įvairias daleles: atomus, jonus, elektronus, fotonus, neutronus, taip pat molekules ir molekulinius jonus. Bet dažniausiai dulkinime naudojami inertinių dujų jonai tokie kaip Ar^+ ir Kr^+ arba maži molekulių jonai tokie kaip N_2^+ , O_2^+ ir kiti. Krintančių dalelių energija turi būti šiek tiek didesnė už esančių paviršiuje atomų ryšio energiją. Jei išmušama bent viena dalelė iš paviršiaus, tai skaitoma, kad įvyko dulkinimo procesas [102].



1.19 pav.: Garinamų ir dulkinamų vario atomų greičių ir kiekio palyginimas [102]

1.3.2.5. Jonapluoščio dulkinimo technologija

Jonapluoščio dulkinimo metu (DJP – ang. ion-beam sputtering IBS) vietoj kaitinimo elemento dangai užgarinti naudojami didelės energijos jonai. Atomai ar jų grupės yra išmušami iš garinamos medžiagos ir jie nusėda ant padėklo paviršiaus su didele energija.

 $^{^6\}mathrm{Termioninis}$ garavimas - elektronų garavimas iš medži
agos paviršiaus dėl medžiagos kaitinimo.

Paprasčiausia dulkinimo kamera susideda iš jonų šaltinio, anodo - plokštelė, ant kurios statomi padėklai ir katodo - taikinio (1.20 pav.).

Dangų sudėtis ir struktūra, o taip pat ir optinės, mechaninės ir elektrinės savybės, priklauso nuo dulkinimui naudojamų pirminių jonų kiekio ir tipo. Dulkinimo metu kontroliuojamas jonų srautas, energija ir kritimo kampas [102]. Dulkinimo procesas skirstomas į tris sritis [98]:

- 1. Slenkstinė sritis (< 100 eV);
- 2. Mažos energijos sritis (> 100 eV);
- 3. Didelės energijos sritis (10 60 keV).

Esant skirtingoms jonų energijoms gaunama skirtinga išgarintų dalelių išeiga (1.21 pav.). Dulkinimo procesas yra slenkstinio pobūdžio. Didėjant jonų energijai iš medžiagos išmetamų atomų kiekis pradžioje didėja. Tačiau pasiekus tam tikrą jonų energiją ir jai toliau augant - išmušamų dalelių iš taikinio kiekis pradeda mažėti. Toks mažėjimas aiškinamas jonų įsiskverbimu giliai į medžiagą. Giliai medžiagoje jonams neužtenka energijos atomams pašalinti [98].

Dulkinimo proceso metu išgarinti atomai įgyja didesnius greičius ir energijas nei garinant varžiniu ar elektronų pluošto metodais. Dėl didesnės garinamų dalelių energijos optinės dangos pasižymi labai geromis savybėmis: spektriniu stabilumu, optiniu atsparumu pažeidimams, paviršiaus lygumu (maži sklaidos nuostoliai) [103, 104].



1.20 pav.: Jonapluoščio dulkinimo supaprastinta sistema [99]



1.21 pav.: Didėjant jonų energijai didėja iš taikinio išlėkusių dalelių kiekis [98]

1.3.2.6. Magnetroninis dulkinimas

Magnetroninio dulkinimo technologija yra beveik identiška dulkinimui jonų pluoštu, tik skiriasi tuo, kad statmenai elektriniam laukui šiuo atveju yra kuriamas magnetinis laukas. Tokia dulkinimo schema sukonstruota norint išvengti optinių padėklų, ant kurių garinamos dangos, kaitinimo elektronais. Nors dulkinimas vyksta teigiamais jonais, bet kartu su jonais yra neišvengiami ir elektronų srautai. Tokiu atveju dulkinimo kameroje patalpinus magnetinį lauką, kuris yra statmenas elektriniam laukui, sudaromos sąlygos elektronams pradžioje judėti link anodo (optinių padėklų), bet, patekus į magnetinį lauką, jie apgręžiami ir nukreipiami atgal į taikinį, tokiu būdu išmušant naujas garinamos medžiagos daleles [99].

1.3.2.7. Garinimas talkinant jonų pluoštui

Jonų talkinimo (toliau sutrumpintai GTJ – ang. ion-assisted deposition IAD) metodas yra tarpinis tarp garinimo elektronų pluoštu ir jonų pluoštu. Šio proceso metu dangos užgarinamos taikinį apšaudant elektronų pluoštu, bet skirtingai nuo elektroninio garinimo metodo, čia papildomai užgarinta danga apšaudoma didesnės energijos jonais. Tai lemia tankesnę dangą ir didesnį jos lūžio rodiklį. Tokios dangos atsparesnės atmosferos poveikiui. Taip pat užgarinti sluoksniai yra lygesni [90, 103].

1.3.2.8. Dulkinimas reaktyvių dujų aplinkoje

Šiuo atveju vyksta įprastas dulkinimo energingais jonais procesas, bet papildomai į garinimo kamerą leidžiamos dujos, kurios reaguoja su garinama medžiaga. Tokios dujos gali būti azotas, sieros garai, deguonis ir kitos. Taikiniai šio proceso metu yra įvairūs metalai. Toks procesas pasirenkamas todėl, kad gryni metalų takiniai yra daug lengviau pagaminami, nei metalų mišinių taikiniai su minėtomis medžiagomis, tuo tarpu reaktyvaus garinimo metu susidaro geros kokybės ir grynumo junginiai. Junginių struktūra ir sudėtis priklauso nuo paduodamų reaktyvių dujų srauto, kameroje esančio slėgio, padėklų temperatūros ir kitų sąlygų, kurias galima suderinti ir stebėti.

Garinimo	Garinimas		Dulkinimas	
būdas				
Savybės	Varžinis kaiti-	Elektonų	Diodinis	Magnetroninis
	nimas	pluoštu		
		Medžiagos	Įvairios medžiag	gos, junginiai,
Dangų medžia-	Medžiagos su	su aukštu	lydiniai.	
gos	žemu lydymosi	lydymosi tašku		
	tašku	Lydimuisi	Lydimuisi atspar	ios medžiagos
		atsparios me-		
		džiagos		· ·
Padėklo tem-	Zema		Aukšta ($> 300^{\circ}$	Zema (~ 100°
peratūra			C)	C)
Garinimo grei-	Aukštas. Metala	ms: $\sim 0, 5-5$	Zemas. Meta-	Aukštas.
tis	μ m/min		lams: $\sim 0,02 -$	Metalams:
			$0, 2 \ \mu m/min$	$\sim 0, 5 - 5$
				μ m/min
Dujų slėgis	$\dot{\text{Zemas}} < 10^{-5} \text{ to}$	orų	Aukštas	Žemas
			$\sim 0,01 - 0,1$	$\sim 10^{-4} - 10^{-3}$
			torų	torų
Garintų atomų	$\sim 0 - 0, 2 \text{ eV}$		$\sim 10 - 200 \text{ eV}$	$\sim 10 - 20 \text{ eV}$
energija				
Užterštumas,	$\sim 10^{-2}$		50	1
liekantys dujų				
atomai				

1.2 lentelė: Garinimo procesų palyginimas [98]

1.3.3. Optinių dangų medžiagos

Įvairiems optinių dangų taikymams ir dangų parametrams pasiekti yra naudojamos skirtingos dangų medžiagos. Dangų medžiagų struktūra ir savybės priklauso nuo daugelio parametrų: garinimo greičio, optinio padėklo temperatūros, medžiagos, garinimo aplinkos ir kitų faktorių [98].

Gaminant oksidų dangas dažnai garinamos grynos medžiagos deguonies aplinkoje. Garinimo metu metalas reaguoja su deguonimi sudarydamas metalo oksidą ir ant optinio padėklo kondensuojasi kaip metalo oksido danga. Taip pat reikalingas tinkamas garinimo technologijos parinkimas, nes nuo jos priklauso užgarintos dangos struktūra ir dangos kokybė [98].

Svarbus parametras yra dangos garinimo greitis. Remiantis kinetine dujų teorija galima nustatyti kiek garinamų molekulių kondensuojasi ant padėklo ir kokia užgarintos medžiagos masė ploto vienete per laiko vienetą:

$$m_e = 5.8 \times 10^{-2} p_0 \left(\frac{M}{T}\right)^{1/2} \text{ (g/cm}^2 \text{ s)},$$
 (1.18)

čia p_0 yra užgarintų molekulių dujų garų slėgis (Torais)⁷, M - užgarintų molekulių molinė masė, $T(\mathbf{K})$ - užgarintų dujų molekulių temperatūra [98].

Garinamos dangos augimo greitis, neįskaičiuojant dangos pergarinimo nuo optinio padėklo, apskaičiuojamas pagal lygtį:

$$D = 5.8 \times 10^5 \frac{p_0 (M/T)^{1/2}}{\rho} (\text{nm/s}), \qquad (1.19)$$

čia ρ yra dangos tankis [98].

Garinant dangas svarbu pasirinkti ne tik garinamos medžiagos ir garinimo proceso parametrus, bet ir optinio padėklo, ant kurio bus garinama danga. Optinis padėklas pasirenkamas atsižvelgiant į optinius taikymus: svarbus optinio padėklo pralaidumas reikalingoje spektro srityje. Taip pat nuo optinio padėklo medžiagos struktūros ir temperatūros garinimo proceso metu gaunamos amorfinės arba kristalinės dangos.

Amorfinės struktūros dangos gaunamos garinant medžiagas ant stiklo arba keraminio padėklo, kurio temperatūra yra žemesnė nei dangos kristalizavimosi temperatūra. Jei stiklo ar keraminio padėklo temperatūra yra virš kristalizavimosi temperatūros, tai susidariusi danga yra polikristalinė. Jei ant kristalinio padėklo užgarinamos polikristalinės dangos, tai po garinimo proceso jas kaitinant gaunamos grynai kristalinės dangos [98].

Grynai kristalinės dangos gaunamos medžiagą garinant epitaksiniu⁸ būdu ant kristalinio padėklo, kurio temperatūra yra virš epitaksinės temperatūros:

⁷Toras arba gyvsidabrio stulpelio milimetras (1 mm Hg = 133,322 Pa)

 $^{^8}$ Epitaksija [epi... + gr. taxis — išdėstymas], vienodai tarp savęs orientuotų kristalų augimas ant tos pačios ar kitos medžiagos kristalinio padėklo

$$R = a \exp\left(-\frac{Q}{kT_e}\right),\tag{1.20}$$

čia R - garinimo greitis, T_e - minimali temperatūra reikalinga epitaksiniam augimui ir Q yra epitaksinio augimo aktyvacijos greitis (1.3 lentelė) [98].

1.3 lentelė: Dangų struktūra nuo padėklo temperatūros (T_s – optinio padėklo temperatūra, T_c – dangos temperatūra, T_{ept} – epitaksinio sluoksnio temperatūra [98]

Amorfinės dangos	$T_s < T_c$
Polikristalinės dangos	$T_s > T_c; T_s < T_c$, po kaitinimo
Grynai kristalinė	$T_s > T_{epi}$
(Kristalinis padėklas)	$T_s < T_c$, po kaitinimo (kietos fazės
(Ristannis padekias)	epitaksija)

Apibendrinant būtų galima paminėti, kad svarbiausi veiksniai dangų susidarymui ir augimui priklauso nuo [105–107]:

1. Optinių padėklų:

- (a) Temperatūros;
- (b) Optinio padėklo šiurkštumo;
- (c) Optinio padėklo švarumo;
- (d) Optinio padėklo medžiagos kristališkumo ir orientacijos.
- 2. Garinamų medžiagų specifikacijų:
 - (a) Pačios garinamos medžiagos ir priemaišų joje;
 - (b) Medžiagos srauto;
 - (c) Garinamų dalelių kinetinės energijos;
 - (d) Garinamos medžiagos temperatūros;
 - (e) Garinamos medžiagos sklidimo kampo.
- 3. Optinio padėklo ir garinamos medžiagos sąveikos:
 - (a) Sąveikos jėgų tarp garinamos medžiagos ir padėklo: metalinis, kovalentinis ar joninis ryšys;
 - (b) Garinamos medžiagos mobilumo optinio padėklo paviršiuje;
 - (c) Garinamos medžiagos desorbcijos⁹ nuo optinio padėklo;
 - (d) Garinamų dalelių kritimo kampas į optinį padėklą geometrinio šešėliavimo efektas.

 $^{^9 {\}rm Desorbcija}- {\rm galimas}$ užgarintos medžiagos pašalinimas nuo padėklo dėl antrinio garinimo, kai garinama medžiaga pašalina nuo padėklo jau užgaravusią medžiagą.

- 4. Garinimo procesas ir aplinka:
 - (a) Proceso tipas;
 - (b) Aplinkos temperatūra;
 - (c) Aplinkos slėgis;
 - (d) Aplinkoje esančios dujos.
- 5. Kiti veiksniai.

Kai kurie dangų augimą įtakojantys veiksniai jau apžvelgti, bet dar vienas įdomus veiksnys, kuris pritaikytas naujos kartos optinėms dangoms garinti yra geometrinio šešėliavimo efektas, kuris pasireiškia garinamoms dalelėms krintant į optinį padėklą kampu. Pasireiškiant šešėliavimo efektui garinamos dangos dalelės, nusėdusios ant optinio padėklo, užstoja kitoms dalelėms tiesioginį kelią link optinio padėklo, tokiu būdu padengti optinį padėklą garinamos dalelės gali tik paviršiuje judėdamos difuziškai. Toks garinimo metodas vadinamas garinimas slystančiu kampu (GSK) (1.22 pav. dešinėje) [106].



1.22 pav.: Kairėje: standartinio garinimo principinė schema: garinimo dalelės sklinda į optinį padėklą 0° kampu; dešinėje – garinimas slystančiu kampu χ , kaip garinamos dalelės į optinį padėklą sklinda kampu ir pasireiškia geometrinio šešėliavimo efektas

Garinant dangas GSK metodu gali susidaryti įvairių struktūrų nanoskulptūriniai dariniai. Šie dariniai suskirstomi į dvi dideles grupes:

- 1. Nematinės struktūros skulptūrinius darinius;
- 2. Helikoidinės nano-skulptūrinius darinius.

Nematinės struktūros susidaro garinant kampu, o galimos konfigūracijos apima garinamų dalelių kritimo kampo į padėklą keitimą. Taip sudarytų dangų struktūra turi kolonos formos struktūrą, o kolonos gali būti pasvirusios į padėklą įvairias kampais (1.23 pav. kairėje). Helikoidinės nano-skulptūrinės dangos susidaro garinamos medžiagos dalelėms į optinį padėklą sklindant kampu, kai optinis padėklas sukamas ratu apie savo optinę ašį. Tokiu būdu susidaro susuktos į spiralę koloninės struktūros (1.23 pav. dešinėje).



1.23 pav.: Kairėje: nematinės dangos struktūros pavyzdys; dešinėje – helikoidinės struktūros pavyzdys [106]

Tokiu būdų pagamintos dangos pasižymi porėtumu, kuris vienais atvejais yra išskiriamas kaip trūkumas, o kitais kaip privalumas. Dėl porėtumo, GSK metodu pagamintos dangos pasižymi didesniais šviesos sklaidos nuostoliais ir didesniu paviršiaus šiurkštumu. Bet pats dangų susidarymo mechanizmas leidžia pagaminti amorfines dangas, kurios pasižymi optiniu anizotropiškumu. Varijuojant šiomis savybėmis pagaminami optiniai komponentai, kurie pasižymi didesniu PLSS. Taip pat keičiant garinimo parametrus, galima užgarinti tos pačios medžiagos dangas, kurių lūžio rodiklis priklauso nuo garinimo medžiagos ir susidariusio porėtumo, taip užpildant lūžio rodiklio sritis nuo grynos medžiagos iki aplinkos lūžio rodiklio [106]. Pastarasis reiškinys pritaikytas gaminant didelio atspindžio veidrodžius tik iš SiO₂ medžiagos, kurio sklaidos nuostolių tyrimas pristatytas ir šioje disertacijoje.

Derinant įvairius garinimo, optinių padėklų ir garinimo medžiagų parametrus gaunama didelė optinių komponentų įvairovė. Toliau bus apžvelgtos optinių dangų garinimui naudojamos medžiagos.

1.3.3.1. Grynų medžiagų dangos

Patys pirmieji veidrodžiai buvo gaminami garinant metalo dangas tokias kaip aliuminis, auksas, sidabras, chromas. Šios medžiagos pasižymi dideliu atspindžio koeficientu plačiame bangos ilgių diapazone nuo infraraudonosios iki ultravioletinės spinduliuotės (1.24 pav.). Būtent šios savybės lemia šių medžiagų naudojimą veidrodžių gamyboje.

Aliuminio dangos gaminamos tiek varžiniu metodu, tiek elektronų pluoštu. Technologiniams taikymams dažniausiai naudojamas varžinis garinimas aliuminio kūgio arba vielos pavidalo iš volframo vielos laikiklio. Prieš dengiant aliuminio dangą kartais optinis stiklo padėklas padengiamas plonu nikelio-fosforo lydiniu. Tai leidžia geresnį aliuminio sukibimą su optiniu padėklu [101]. Garinimo metu esant aukštai optinio padėklo temperatūrai ir atitinkamai parinktam garinimo greičiui gaunamos didelės aliuminio dalelės. Susidaro tekstūruotos dangos. Taip pat didėjant temperatūrai mažėja atspindžio koeficientas. Didžiausias atspindžio koeficientas pasiekiamas aukštame vakuume ir dideliais garinimo greičiais [91]. Pats aliuminis turi plačiausią didelio atspindžio koeficiento spektrą (nuo 200 nm iki 30 μ m). Tik užgarinus aliuminio dangą ji labai greitai oksiduojasi, bet plonas oksido sluoksnis stipriai nepablogina atspindžio koeficiento [101].

Sidabras iš visų metalų turi didžiausią atspindžio koeficientą regimojoje ir infraraudonojoje spektro srityje (apie 98%) (1.24 pav.). Geriausias užgarintas dideliu greičiu ir esant žemai padėklo temperatūrai. Jei garinama lėtai ir aukštoje temperatūroje, tai sidabras linkęs aglomeruotis, o tai padidina sugertį. Sidabras nelimpa prie volframo, todėl reikalingas kūgio formos volframo laikiklis, iš kurio sidabras neištekėtų. Taip pat sidabras gali būti garinamas elektronų pluoštu arba jonapluoščio talkinimo metodu. Elektrolizės būdu dengiami veidrodžiai astronominiams stebėjimams [91]. Nepaisant aukšto atspindžio koeficiento, sidabras nėra patraukli medžiaga dangoms, nes jis greitai juoduoja. Todėl reikalingas nuolatinis jo atnaujinimas. Sidabras pradeda sugerti pasiekęs 350 nm bangos ilgį [101].

Auksas turi didžiausią atspindžio koeficientą nuo 1000 nm iki ilgų bangos ilgių. Kaip taurusis metalas auksas yra ilgaamžis, nereaguoja su aplinkoje esančiomis medžiagomis. Kadangi auksas ganėtinai minkštas, tai lengvai susibraižo. Dangos garinamos iš volframo arba boro nitrido laikiklio arba elektronų pluoštu. Aukso garinimui netinkamas tantalo laikiklis, nes auksas yra linkęs su juo sudaryti lydinį. Dėl prasto aukso sukibimo su stiklo paviršiumi reikalingas "klijuojantis" sluoksnis. Dažniausiai tam naudojamas kelių angstremų chromo sluoksnis. Taip pat sukibimui pagerinti gali būti naudojamas titanas, titano ir švino lydinys, titano ir platinos lydinys, chromo ir paladžio lydinys, molibdenas. Naudojant itin didelio vakuumo garinimo sistemas auksas gali būti užgarintas ir be tarpinių medžiagų [99]. Garinant aukso dangą jonapluoščio talkinimo būdu, dangos sukibimas su stiklu nėra geras, bet naudojant garinimo metu deguonies dujas sukibimas stipriai pagerėja, tačiau sumažėja atspindžio koeficientas [91].

Chromas kartais naudojamas pluošto daliklių dangose, bet dažniausiai naudojamas kaip sukibimą su stiklu gerinanti medžiaga. Sukibimui pagerinti užgarinamas sluoksnis nuo 2 iki 50 nm. Chromas naudingas neutralių filtrų gamyboje naudojant kartu su dielektrinėmis dangomis. Garinant iš volframo laikiklio arba elektronų pluoštu gaunama granuliuota struktūra. Pats chromas sublimuoja, bet paviršiuje susidaręs oksidas blogina garavimo sąlygas [91].

Sklaidos nuostolių matavimuose metalų dangos dažnai naudojamos kaip

viršutinė danga ant dielektrinių dangų sluoksnių, taip tiksliau įvertinamas paviršiaus šiurkštumas nuo vieno paviršiaus, o ne visų dielektrinių dangų tarpsluoksnių [19,54,95,108–110].



1.24 pav.: Aukso Au, aliuminio Al, sidabro Ag ir vario Cu atspindžio spektrai [101]

1.3.3.2. Oksidų dangos

Įvairių oksidų dangos dažniausiai naudojamos regimojoje srityje. Dauguma jų yra didelio lūžio rodiklio ir tik maža dalis turi žemą lūžio rodiklį.

Viena plačiausiai naudojamų oksidų dangų yra titano dioksidas TiO₂. Ši danga pasižymi dideliu lūžio rodikliu regimojoje ir artimojoje infraraudonojoje srityje (1.4 lentelė). Tai labai kieta ir aukštoje temperatūroje (1925° C) besilydanti medžiaga. Todėl labai sunku šią medžiagą užgarinti tiesiogiai varžiniu būdu. Geriausia garinti gryną Ti, kuris oksiduojasi kaitinimo metu esant $400 - 500^{\circ}$ C. Norint pasiekti aukščiausią lūžio rodiklį svarbu Ti garinti kuo didesniu greičiu ir kuo žemesniame slėgyje, kad kuo mažiau oksido ištirptų dangoje. Oksidavus ore pasiekiamas lūžio rodiklis yra 2,65. Garinant TiO₂ daugiasluoksnes dangas geriausia naudoti elektronų pluoštu garinimo arba jonapluoščio dulkinimo metodą. TiO₂ išlieka pralaidus iki 300 nm bangos ilgio [100]. Viena iš neigiamų šios dangos savybių yra garinimo metu danga sudaro gana dideles mikrogranules, dėl kurių didėja ir sklaidos nuostoliai. Ištirta, kad TiO₂ užgarinus ant optinio padėklo, kurio šiurkštumas mažesnis nei 0,7 nm, bus stebimi sklaidos nuostoliai jau nuo dangos, o ne nuo optinio padėklo [94,95].

Kita plačiai naudojama (ypač kartu su TiO₂) yra silicio dioksido SiO₂ danga. Ši danga pasižymi žemu lūžio rodikliu. SiO₂ garinamas elektronų pluoštu ir kaip taikinys naudojamas silicio plokštelė. Garinimas vyksta deguonies dujų aplinkoje. Danga yra amorfinio būvio, tanki ir ganėtinai kieta. SiO₂ danga pasižymi vienu iš mažiausiu grūdėtumu – susidarančia mikrostruktūra po gari

nimo [94,95]. Dėl šios priežasties pati danga pasižymi mažais sklaidos nuostoliais, bet gerai atkartoja optinių padėklų defektus ir netolygumus [111]. Aukšta lydymosi temperatūra neleidžia SiO₂ užgarinti varžiniu būdu, bet galimas silicio monoksido (SiO) garinimas reaktyviuoju būdu deguonies aplinkoje. Jei yra pakankamai deguonies, tai susidaro disilicio trioksidas (Si₂O₃), kurio lūžio rodiklis yra 1,52 - 1,55 ir turi labai gerą pralaidumą nuo 300 nm iki 8 μ m. Ši danga naudojama kaip apsauginė danga aliuminio dangai [100], taip pat kaip žemo lūžio rodiklio danga garinant atspindį mažinančias dangas arba didelio atspindžio veidrodžius.

Palaikius Si_2O_3 dangą UV šviesoje, kurios galia 435 W ir atstumas iki šaltinio 20 cm, tai po 5 valandų lūžio rodiklis sumažėja iki 1,48, kai bangos ilgis 540 nm. Toks sumažėjimas atsiranda dėl struktūros pokyčio. Pasikeitus lūžio rodikliui danga pasidaro skaidri iki 200 nm bangos ilgio. Palaikius dangą UV šviesoje 150 valandų kompozicija pasikeičia į SiO₂ [100].

Aliuminio oksido Al_2O_3 dangos lūžio rodiklis yra 1,6 - 1,7. Pralaidumo sritis siekia nuo 200 nm iki 7 μ m. Danga garinama elektronų pluošto garinimo būdu. Al_2O_3 garinamas naudojant plazmą jonapluoščio talkinimo būdu, kartu su SiO₂, gaunama danga tinkanti UV sričiai. Tokia danga pasižymi aukštu pažeidimo slenksčiu ir stabiliomis optinėmis savybėmis aplinkoje [91].

Dar viena plačiai naudojamų dangų yra cirkonio dioksidas ZrO_2 . Ši medžiaga yra labai kieta ir turi gerą pralaidumą plačioje spektro srityje (1.4 lentelė). Dažniausiai gaunamos nevienalytės dangos, kurių nevienalytiškumas priklauso nuo padėklo temperatūros [100]. Nevienalytiškumai susidaro dėl dangos porėtumo [112] ir polikristalizacijos [113]. Šie veiksniai padidina ir sklaidos nuostolius, kuriuos galima sumažinti ZrO_2 maišant su SiO_2 [112] taip išvengiant kristalizacijos ir kartu sutankinant porėtą dangą [54].

Hafnio dioksidas HfO_2 turi gerą pralaidumą ties 235 nm su lūžio rodikliu n = 2, kai bangos ilgis 300 nm. Tai gera didelio lūžio rodiklio medžiaga plačiai taikoma UV spektro srityje [100]. Dangas garinant ant lydyto kvarco atominių sluoksnių garinimo technologija, kai optinių padėklų temperatūra žemesnė nei 300° C gaunamos amorfinės dangos, ties 300° C temperatūra garinamos dangos dar iki 25-30 nm storio išlieka amorfinės, o dangai storėjant susidaro monoklininė struktūra, o optinio padėklo temperatūrai pasiekus ir viršijus 400° C temperatūrą susidaro dielektrinė danga su polikristaline struktūra [114]. Tuo tarpu HfO₂ garinat DJP technologija ant lydyto kvarco 100 nm storio dangos gaunamos amorfinio būvio ir nesikeičia perkaitinant 300° C temperatūroje, kai užgarinus 500 nm storio dangą jau stebima polikristalizacija, kuri sustiprėja po kaitinimo proceso [115].

Skandžio oksidas (Sc₂O₃). Priklausomai nuo garinimo proceso gaunamas lūžio rodiklis kinta nuo 1,87 iki 1,92, kai bangos ilgis 550 nm. Pralaidumo sritis yra nuo 8 iki 12 μ m. Ši danga pasižymi aukštu lazerio indukuotu pažeidimo slenksčiu 248 nm bangos ilgiui. Dangą užgarinus elektronų pluoštu, kai padėk-

lo temperatūra 150° C, lūžio rodiklis 550 nm bangos ilgiui yra 1,86 \pm 0,01. Pagrindinis trūkumas šios medžiagos naudojimui yra jos aukšta kaina [91].

Niobio oksidas (Nb₂O₅). Pasižymi aukštu lūžio rodikliu (n = 2,37, kai $\lambda = 532$ nm [116]), aukštu pralaidumu UV-VIS-NIR srityje. Ši danga garinama elektronų pluoštu, magnetroninio garinimo būdų, jonapluoščiu dulkinimo metodu ir kitais plačiai paplitusiais garinimo metodais. Dangas užgarinus magnetroniniu būdu, kai optinio padėklo temperatūra siekė 300° C, susidarė polikristalinė struktūra, kuri išliko ir po kaitinimo. Polikristalitų dydžiai siekia 13,5 nm, kai RF garinimo šaltinio galia buvo 150 W, ir didėjo iki 25,5 nm, kai RF garinimo šaltinio galia augo iki 200 W [117,118]. Polikristalinė struktūra šiai dangai stebima ir po užgarinimo elektronų pluoštu [119].

Čia paminėti vieni svarbiausių oksidų, bet galimas ir didesnis jų pasirinkimas garinant dangas: berilio oksidas, bismuto oksidas, magnio oksidas ir kiti. Kiekvienas iš jų pritaikomas skirtingose spektro srityse ir įvairiose dangose.

	c	00	LJ
Me- džiaga	Lūžio rodiklis	Pralaidumo sritis	Garinimo technologija
TiO ₂	2,2 - 2,7 ($\lambda = 550 \text{ nm}$) priklauso nuo struktūros	350 nm - 12 μm	$\begin{array}{l} \mbox{Reaktyvus} \\ \mbox{garinimas iš TiO}, \\ \mbox{Ti}_2 {\rm O}_3 \mbox{ arba Ti}_3 {\rm O}_5 \\ \mbox{deguonies} \\ \mbox{aplinkoje.} \\ \mbox{Garinimas} \\ \mbox{elektronų pluoštu.} \end{array}$
SiO_2	1,46 ($\lambda = 500 \text{ nm}$) ir 1,445 ($\lambda = 1, 6\mu\text{m}$)	$< 200 \ { m nm}$ - $8 \mu { m m}$	Elektronų pluoštu. Mišinys volframo laikiklyje.
Al_2O_3	1,62 ($\lambda = 0, 6\mu$ m) ir 1,59 ($\lambda = 1, 6\mu$ m) ,kai $T_s = 300^{\circ}$ C ir $T_s = 40^{\circ}$ C	200 nm - 7 μ m	Elektronų pluoštu
$\rm ZrO_2$	2,1 ($\lambda = 550 \text{ nm}$) ir 2,05 ($\lambda = 9\mu\text{m}$)	340 nm - 12 $\mu \rm{m}$	Elektronų pluoštu.
HfO_{2}	2,088 ($\lambda = 350$ nm); 2,00 ($\lambda = 500$ nm); 1,88 ($\lambda = 8\mu$ m)	220 nm - 12 μ m	Elektronų pluoštu.
Sc_2O_3	1,86 ($\lambda = 550 \text{ nm}$)	350 nm - 13 μm	Elektronų pluoštu.
Nb_2O_5	2,37 ($\lambda = 532 \text{ nm}$)	300 nm - 2 μm	Magnetroninis garinimas.

1.4 lentelė: Oksidų dangų charakteristikos [100]

1.3.3.3. Fluoridų dangos

Iš fluoridinių dangų populiariausia ir plačiausiai naudojama yra magnio fluoridas MgF_2 . Šios medžiagos lūžio rodiklis yra apie 1,39. MgF_2 garinamas tantalo arba molibdeno laikiklyje. Geriausi rezultatai pasiekiami kaitinant padėklą 200 - 300° C temperatūroje. Šios dangos patiria itin didelius įtempimus. Garinant daugiasluoksnes dangas su MgF_2 įtempimai pasidaro tokie dideli, kad įvyksta spontaninis dangos irimas. Todėl dažniausiai naudojamas vienas dangos sluoksnis [100]. MgF_2 dangos užgarintos terminiu būdų priklausomai nuo perkaitinimo temperatūros pasižymi polikristalinėmis savybėmis, o granulių dydis didėja kylant kaitinimo temperatūrai, bet po kaitinimo didėja pralaidumas. Užgarintas dangas papildomai apšaudžius jonais, granulių dydžiai sumažėja ir dar labiau padidėja pralaidumas, bet dangos vis tiek išlieka polikristalinio būvio [120].

Torio fluoridas ThF₄ yra viena iš geriausių žemo lūžio rodiklio medžiagų spektro srityje nuo 260 nm iki 12 μ m. Tačiau ši danga radioaktyvi. Lūžio rodiklis kinta nuo 1,52 regimojoje srityje iki 1,38 ir artėja prie 1,6 esant 10 μ m bangos ilgiui. Ši danga užgarinama iš torio oksifluorido (ThOF₂). Garinimas galimas molibdeno arba tantalo laikiklyje. ThF₄ yra tvirtesnė nei MgF₂. Garinant šią dangą jonapluoščio talkinimo metodu ir naudojant 300 eV argono jonus aplinkos temperatūroje, gauta danga, kurioje atomai tankiai supakuoti ir dangoje beveik nestebima vandens sugertis.

Itrio fluorido YF₃ ketvirčio bangos ilgio storis pralaidus iki 14 μ m ir lūžio rodiklis 1,36, kai bangos ilgis 10,6 μ m. Jei danga užgarinta aukštoje temperatūroje, tai dangoje nestebimos vandens linijos ties 3 ir 6 μ m. Danga garinta elektronų pluoštu 150° C temperatūroje ir jonapluoščiu dulkinimu 60° C temperatūroje yra amorfinės būsenos. Trūkumas - prastas sukibimas su ZnSe [91].

Atlikti tyrimai YF_3 maišant su CaF_2 . Dangos buvo garinamos jonapluoščiu talkinimo metodu, naudojant argono jonus 300 eV energijos ir keičiant jonų srautus. Garinimo temperatūra turi būti žemesnė nei 180° C. Gauta danga pasižymėjo mažais įtempimais ir geru pralaidumu nuo UV, regimojoje srityje ir IR srityje. Lūžio rodiklis priklausomai nuo garinimo sąlygų nuo 300 iki 1100 nm kinta 1,45 - 1,54 srityje [91].

Kalcio fluoridas CaF_2 užgarintas esant 10^{-4} torų slėgiui įgyja nuo 1,23 iki 1,28 lūžio rodiklį, kuris labai artimas lūžio rodikliui dangų reikalingų garinti ant borosilikatinių stiklų (BK7). Bet šios dangos kokybė nėra labai gera: danga silpna, o pradinis įtempimas silpnėja su dangos storiu. Padidėjęs dangos storis padidina sklaidos nuostolius. Ištirta, kad užgarinus dangą elektronų pluoštu naudojant 10 kV įtampą su 250° C temperatūros padėklu, dangos ekstikcijos koeficientas siekė 0,1, kai bangos ilgis 130 nm, ir lūžio rodiklis buvo 1,4, kai bangos ilgis 200 nm. Medžiaga gali būti garinama iš volframo, tantalo arba molibdeno laikiklio ir vyksta medžiagos sublimacija.

Aliuminio fluoridas AlF₃ sublimuoja naudojant molibdeno laikiklį. Ši medžiaga pralaidi nuo 195 nm iki 10 μ m. Lūžio rodiklis 248 nm bangos ilgiui yra 1,36. Tokios dangos naudojamos eksimerinių lazerių veidrodžiams. Danga užgarinta aukštoje temperatūroje (250 - 300° C) neturi sugerties juostų ties 6 μ m. Trūkumas - lengvai užsiteršiantis paviršius [91].

Kiti naudojami fluoridai: bario fluoridas (BaF_2) , cerio fluoridas (CeF_3) , gadolinio fluoridas (GdF_3) , ličio fluoridas (LiF) ir kiti.

Fluoridų dangos plačiai naudojamos optinių komponentų gamyboje UV srityje, bet optinių komponentų gamyba UV srityje susiduria su žemo PLSS, taip pat didelių sklaidos ir sugerties nuostolių ir kitais iššūkiais, kas verčia ieškoti naujų sprendimų šiai spektrinei sričiai.

	c	00	L / J
Me- džiaga	Lūžio rodiklis	Pralaidumo sritis	Garinimo technologija
MgF_{2}	1,38 ($\lambda = 550$ nm) ir 1,35 ($\lambda = 2\mu$ m)	200 nm - 10 $\mu \rm m$	Tantalo laikiklis.
ThF_4	1,53 ($\lambda = 400 \text{ nm}$) ir 1,51 ($\lambda = 750 \text{ nm}$)	200 nm - 15 μ m	Tantalo laikiklis.
YF ₃	1,36 ($\lambda = 10, 6\mu m$)	300 - 1100 nm	Elektronų pluoštu, jonapluoštis dulkinimas
CaF_2	1,23 - 1,26 (λ = 546 nm); 1,4 (λ = 600 nm) ir 1,32 (λ = 9 μ m)	150 nm - 12 μ m	Elektronų pluoštu (puri medžiaga)
AlF ₃	1,36 ($\lambda = 248 \text{ nm}$)	195 nm - 10 μm	Molibdeno laikiklis

1.5 lentelė: Fluoridinių dangų charakteristikos [91, 100]

1.3.3.4. Kitų junginių dangos

Ieškant naujų medžiagų optinėms dangoms su norimais lūžio rodikliais, buvo pradėti garinti įvairių dangų mišiniai.

Silicio nitridas (SiN) ir aliuminio nitridas (AlN₃) yra kietos medžiagos su geromis pralaidumo savybėmis nuo UV iki 10 μ m. Optikoje šios medžiagos plačiai nėra naudojamos dėl sunkaus jų garinimo. Reaktyvus garinimas taip pat sudėtingas dėl azoto, kuris yra atominės būsenos ir paprastai su metalais nesusijungia [100].

Situacija pasikeitė atsiradus jonapluoščio talkinimo metodui. Azoto jonai (N^+) naudojami kaip jonų šaltinis ir stipriai reaguoja su metalais, sudarydami stiprią nitrido dangą su geru pralaidumu [100].

Dar viena danga pagaminama su nitridais yra aliuminio oksinitridas (AlO_xN_y) , kurią galima užgarinti bet kokiomis proporcijomis sudarant dangą nuo gryno oksido iki gryno nitrido. Oksido lūžio rodiklis yra žemesnis nei nitrido, o junginio lūžio rodiklis priklausomai nuo sudedamųjų dalių: kinta nuo gryno oksido iki gryno nitrido: nuo 1,65 iki 1,83, kai bangos ilgis 500 nm [100].

Aliuminio oksinitridas gaminamas aliuminį apšaudant elektronais ir nusėdusi danga ant padėklo papildomai apšaudoma azoto jonais. Kadangi deguonis yra stipriai reaguojanti medžiaga, tai oksidui susidaryti užtenka, kad deguonies būtų nedidelis kiekis garinimo kameroje [100].

Toliau buvo maišomas cerio oksidas (CeO_2) ir cerio fluoridas (CeF). Šio mišinio lūžio rodiklis keičiasi nuo 1,60 iki 2,14. Cerio fluorido (CeF) ir cinko sulfido (ZnS) mišinio lūžio rodiklis keičiasi nuo 1,58 iki 2,40. Mišiniai gaminami maišant medžiagas miltelių pavidalu [100].

Sumaišius cirkonio dioksido (ZrO_2) ir cirkonio titanato (ZrTiO_4) medžiagas ir garinant aukštoje temperatūroje ir aukštame vakuume elektronų pluoštu deguonies aplinkoje, $1 - 210^{-4}$ torų slėgyje, 270° C temperatūros padėklu ir dangos augimo greičiu 10 nm/min, gauta homogeniška danga, kurios lūžio rodiklis 2,15, kai bangos ilgis 500 nm. Toks lūžio rodiklis idealus ketvirčio - pusės - ketvirčio skaidrinančiai dangai regimojoje srityje. Tokie atradimai paskatino daugiau mišinių tyrimų [100]:

- H1: sudėtis Zr/Ti. Lūžio rodiklis 2,1 (500 nm). Pralaidumas nuo 360 nm iki 7 μ m. Trūkumas: garinimo metu išsilydo ne visa medžiaga.
- H2: sudėtis Pr/TiO_2 . Panašiu lūžio rodikliu kaip ir H1. Privalumas lengvai garinasi. Trūkumas: griežtesnė pralaidumo sritis: nuo 400 nm iki 7 μ m. Taip pat atsiranda lokalizuota sugertis regimojoje srityje.
- H4: La/TiO₂. Lūžio rodiklis 2,1 (500 nm). Pralaidumas nuo 360 nm iki 7 $\mu {\rm m}.$
- M1: $\rm Pr/Al_2O_3.~L\bar{u}$ žio rodiklis 1,71 (500 nm), bet reikalingas padėklo kaitinimas. Geras pralaidumas nuo 300 nm iki IR.
- Ge/Se: Germanio dalis mišinyje kinta nuo 30 iki 50%. Lūžio rodiklis nuo 2,4 iki 3,1. Pralaidus nuo 1,5 iki 15 μ m.

Apibendrintas dangų naudojimas optiniams taikymams pateiktas 1.6 lentelėje [99].

	Medžiagos	Taikymai
	Aliuminis	Veidrodžių gamyba
	Chromas	Sluoksniai geresnei adhezijai sudaryti
Metalai	Germanis	IR filtrai
	Auksas	Veidrodžių gamyba
	Sidabras	Veidrodžių gamyba
	Al ₂ O ₃	Veidrodžių apsauginė danga
Obridai	CeO_2	skaidrinanti danga
OKSIUAI	SiO	Apsauginė veidrodžių danga, IR filtrai
	Ta_2O_5 , TiO_2 , ZrO_2 ,	Dielektrinių dangų daugelio sluoksnių optinės
	HfO_2, MgO_2	dangos
Fluoridai	CaF_2 , CeF_3 , MgF_2 ,	Dielektrinių dangų daugelio sluoksnių optinės
Fiuoridai	ThF_4 , Na_3AlF_6	dangos (AR dangos, filtrai ir kt.)
Sulfidai	ZnS	Daugelio sluoksnių optinės dangos
Selenidai	ZnSe	Optinės dangos
Telūridai	PbTe	Optinės dangos

1.6 lentelė: Dulkinimo	proceso	metu	naudojamų	taikinių	medžiagos	[99]	
------------------------	---------	------	-----------	----------	-----------	------	--

1.4. Nanogardelių įrašymas tūryje ir taikymai kuriant naujos kartos optinius komponentus

Nors optinių stiklų tūrio gamybos procesuose pasiekta jau nemažai ir didžiausią įtaką daro paviršiaus netolygumai, šiai dienai optinių komponentų gamintojai siūlo įvairių optinių komponentų, kurie pagaminti lazeriu modifikuojant optinių stiklų tūrį, t. y. tikslingai pažeidžiant optinio stiklo tūrį ir tuos pažeidimus išdėliojant tam tikra tvarka, galima pasigaminti optinius komponentus, kurie veikia kaip poliarizuojanti optika, difrakcinės gardelės, lęšiai ar kiti standartiniai optiniai komponentai. Šie optiniai elementai pasižymi tuo, kad gali būti įrašyti įvairiose medžiagose, taip pat kompaktiškai įvairių dydžių optiniuose padėkluose, bet vienas iš trūkumų, kuriuos siekiama sumažinti ir jei įmanoma eliminuoti, yra sklaidos nuostoliai. Gana dideli sklaidos nuostoliai (iki 20%) susidaro dėl šių optinių komponentų gaminimo technologijos, kurią toliau ir apžvelgsime.

1.4.1. Nanogardelių susidarymas skaidriose dielektrinėse medžiagose

Ultratrumpais impulsais veikiant skaidrias dielektrines medžiagas galima sudaryti sąlygas tūrio modifikavimui. Priklausomai nuo spinduliuotės intensyvumo išskiriami trys modifikavimo tipai: kai medžiagoje pasikeičia lūžio rodiklis (I tipas) [121], toliau didėjant intensyvumui medžiaga pradeda pasižymėti dvigubo šviesos lūžimo savybe ir formuojasi nanogardelės (II tipas) [122], o dar labiau didinant intensyvumą susidaro mikroertmės (III tipas) [123].

I tipo modifikacijos naudojamos bangolaidžių gamyboje [124], taip pat fotoninių kristalų gamyboje [125, 126]. II tipo modifikacijos pritaikytos fazinių plokštelių įrašymui tūryje [127], difrakcinių gardelių įrašymui [128], taip pat radialinės poliarizacijos keitiklių (RPK) gamybai [129, 130]. Pastarųjų įrašymo galimybes aptarsime plačiau, nes būtent difrakcinės Brego gardelės ir radialinės poliarizacijos keitikliai buvo tiriami šiame darbe. Toliau III tipo modifikacijos pritaikomos fotoninių kristalų gamyboje [131].

Ko gero įdomiausias ir labiausiai mokslininkų vaizduotę sužadinantis tipas yra nanogardelių formavimasis. Pirmą kartą nanogardelių terminas pavartotas 2003 metais [132]. Šie tūriniai dariniai pasižymi tokiomis savybėmis kaip priklausomybe nuo poliarizacijos, pasikartojančia periodiška struktūra, fizikine ir chemine anizotropija, savaiminiu išsidėstymu ir kitomis savybėmis [133]. Pastaroji savybė ypač palengvina įvairių optinių komponentų gamybą įvairias struktūras įrašant į skaidrių dielektrinių terpių tūrį. Be šios savybės įrašant įvairias struktūras tūryje labai svarbu teisingai pasirinkti lazerinės spinduliuotės parametrus. Šių struktūrų susidarymui įtakos turi ne tik lazerinės spinduliuotės intensyvumas, bet ir poliarizacija [132], impulsų pasikartojimo dažnis, impulsų trukmė, bangos ilgis, impulsų tankis. Taip pat skenavimo kryptis įrašant struktūras. Struktūros susidaro židinio plokštumoje, o periodinės struktūros išsidėsto statmenai lazerio spinduliuotės poliarizacijai. Atlikus išsamesnius tyrimus parodyta, kad struktūros susideda iš deguonies nuskurdintos ir praturtintos zonų. Deguonies nuskurdintos zonos lengviau ėsdinamos HF rūgštimi, kas vėl gali būti panaudojama gamyboje. Deguonies stokojančios sritys taip pat pasižymėjo žemesniu lūžio rodikliu nei nenuskurdintos zonos. Taip susidaro sąlygos, kad šviesos pluoštui sklindant nanogardelėmis lygiagrečiai ir statmenai, šviesos greitis skiriasi, kas veda prie optinės anizotropijos [134]. Nanogardelių susidarymo priklausomybė nuo poliarizacijos naudojama įrašant radialinės ir azimutinės poliarizacijos keitiklius [125, 130].

Kitas svarbus parametras nanogardelių įrašyme yra spinduliuotės bangos ilgis. Bangos ilgis daro įtaką tokiems parametrams, kaip mažesnis modifikacijų slenkstis dėl geresnės sugerties, taip pat nuo bangos ilgio priklauso pluošto sąsmaukos dydis. Be šių priklausomybių nanogardelių formavimuisi didžiausią įtaką bangos ilgis daro gardelių periodui [135]. Keičiant spinduliuotės bangos ilgi galima reguliuoti nanogardelių periodą, kuris pasiskirsto pagal priklausomybę $\Lambda = \lambda/2n$, n - čia medžiagos lūžio rodiklis.

Bangos ilgio parametras nėra vienintelis parametras atsakingas už nanogardelių periodą. Periodui įtakos turi ir kiti parametrai tokie kaip impulsų kiekis, impulsų pasikartojimo dažnis, modifikuojamos medžiagos savybės ir kitos.

Su impulsais susije parametrai tokie kaip impulsu energija, impulsu trukmė, tankis ir pasikartojimo dažnis itin svarbūs stabilių nanogardelių susidarvmui. Impulsu energijos svarba jau minėta pačioje pradžioje (modifikaciju tipai), toliau impulso trukmė apsprendžia impulso – medžiagos saveikos dinamika. Jei impulsų trukmė bus didelė, tai sukels šiluminius efektus, kurie nuslopins nanogardeliu susidaryma. Yra darbu, kuriuose parodyta, kad impulsu trukmei ilgėjant mažėja slenkstinė energija reikalinga nanogardelėms susidaryti, bet prastėja nanogardelių formavimasis (1.25 pav. viduryje) [136]. Toliau impulsų tankis į skenavimo ploto vienetą turi didelę reikšmę reguliarioms ir tolygioms nanogardelių struktūroms susidaryti (1.25 pav. kairėje), o impulsų pasikartojimo dažnis svarbus dėl šiluminių reiškinių (1.25 pav. dešinėje) [16]. Jei pasikartojimo dažnis yra nuo 1 iki 200 kHz, tai šilumos difuzijos trukmė yra trumpesnė nei tarpas tarp gretimų impulsų ir šiluminiai reiškiniai nestebimi, o modifikacijos susidaro nuo pavienių impulsų. 0,5-2 MHz pasikartojimo dažnių srityje laiko tarpas tarp šilumos difuzijos ir ateinančių impulsų pasidaro mažesnis, todėl šiluma susikaupia židinio tūryje, taip paveikdama ir nanogardelių susidarymą [136].

Be visų šių priklausomybių stebimos ir kitos, tokios kaip priklausomybė nuo bandinio skenavimo krypties, nuo pačių medžiagų savybių ir kitų. Visais atvejais lieka neatsakytų klausimų ir įvairios mokslininkų grupės pastebi prieštaringus rezultatus, kurie iškelia naujų klausimų. Bet šie neatsakyti klausimai netrukdo nanogardelių susidarymo efekto taikyti įvairiose gamybinėse veiklose tokiose kaip naujos kartos optinių komponentų gamyba ir kita.



1.25 pav.: Nanogardelių susidarymas ir homogeniškumas priklausomai nuo impulsų energijos ir jų kiekio į plotą (kairėje), taip pat nanogardelių susidarymas priklausomai nuo impulsų energijos ir trukmės (viduryje) ir nanogardelių susidarymo zona, priklausomai nuo impulsų energijos ir pasikartojimo dažnio (dešinėje) [16,136]

Pats optinių komponentų gamybos principas nėra sudėtingas: valdant lazerio pluoštą ir jį fokusuojant skirtinguose optinio padėklo gyliuose modifikuojamos nanogardelės, kurias priklausomai nuo lazerinės spinduliuotės poliarizacijos, galima išdėstyti pagal norimas struktūras. Taip sukuriant modifikuotas zonas, kurios paveikia pro jas sklindantį pluoštą. Sudėtingiausia dalis, tai pačių struktūrų įrašymo algoritmų sukūrimas, taip pat pritaikymas įrašant skirtingiems optiniams komponentams pagaminti ir optimaliausių gamybos sąlygų suradimas [125].

2. VISUMINĖS INTEGRUOTOS SKLAIDOS MATAVIMŲ STENDO SURINKIMAS IR TESTAVIMAS

Atsižvelgiant į visuminės integruotos sklaidos matavimų paprastumą ir suteikiamas galimybes Lazerinių tyrimų centre buvo pradėta rinkti matavimo sistema. Pati pirmoji sistema surinkta dr. Mindaugo Maciulevičiaus, kaip ir pirmas statomas namas priklauso "priešui", antras – draugui, trečias – sau. Čia pristatoma surinkta jau trečioji VIS sistemos versija (2.1 pav. dešinėje).



2.1 pav.: Lazerinių tyrimų centre surinktos visuminės integruotos sklaidos matavimų kamera: kairėje – antroji versija, dešinėje – trečioji versija

Šioje dalyje bus apibūdinama VIS matavimo sistema, parengta remiantis ISO 13696 standartu [9]. Surinkta sistema pristatyta parengtoje publikacijoje **P3**. Publikacijoje pristatyti matavimai, atliekami su 532 nm ir 355 nm bangos ilgių spinduliuote. Šiai dienai, matavimų galimybės yra praplėstos ir sistema leidžia matavimus ir su 1064 nm bangos ilgio spinduliuote. Autorės indėlis: autorė konsultuojama savo mokslinio vadovo ir kitų kolegų Lazerinių Tyrimų Centre parengė ir ištestavo VIS matavimų sistemą. Atsikartojamumo testas buvo atliktas dr. Simonos Liukaitytės, o programinė įranga buvo autorės sukonstruota iš atskirų programinių dalių, kurias parengė Julius Mirauskas ir Andrius Melninkaitis (skenavimo matrica), koordinačių staliukų valdymas ("Standa" pateikiamas pavyzdys) ir fotodetektorių valdymas (National instruments pavyzdys ir dr. Miko Vengrio papildomai suprogramuoti funkcionalumai darbui palengvinti).

2.1. Visuminės integruotos sklaidos matavimo stendas

Dauguma sklaidos nuostolių tyrimų yra atliekami naudojant nuolatinės veikos lazerius (He-Ne lazerius) arba lempas (D₂ lempas) [34, 43, 109, 137–144]. Skirtingai nuo kitų skaidos matavimų sistemų šiame darbe yra naudojamas impulsinis moduliuotos kokybės Nd:IAG lazeris ("Ekspla" NL 202). Lazerio spinduliuojamas bangos ilgis ir impulso energija: 1064 nm - \geq 1, 9 mJ. Naudojant antros harmonikos generatorių ir antros harmonikos atskyriklį galima gauti 532 nm bangos ilgio impulsus su energija \geq 0, 9 mJ; ir naudojant trečios harmonikos generatorių su trečios harmonikos atskyrikliu galima gauti 355 nm bangos ilgio impulsus su energija \geq 0, 6 mJ. Lazerio impulsų pasikartojimo dažnis – 1 kHz; pluošto profilis: TEM₀₀ M² < 1,3; pluošto diametras ~ 0,4 mm; impulso trukmė: \leq 9 ns.

Matuojant sklaidos nuostolius 1064 nm bangos ilgio spinduliuote sklaidos signalas registruojamas Hamamatsu firmos fotodaugintuvu (modelis R5108), kurio spektrinė sritis yra nuo 400 iki 1200 nm, fotokatodo matmenys 16×18 mm. Sklaidos nuostolių registravimui antra ir trečia harmonikomis naudojamas Hamamatsu firmos fotodaugintuvas (modelis H5784-20); spektrinė sritis: 300 - 900 nm; jautriausias 630 nm bangos ilgiui; fotokatodo diametras 8 mm. Tiesio-giniam lazerio spinduliuotės fliuktuacijų registravimui naudojamas Hamamatsu fotodiodas (modelis S3994-01). Taip išvengiama matavimo klaidų esant lazerio nestabilumui. Fotodiodo spektrinė sritis 320-1100 nm, jautriausias 960 nm bangos ilgio spinduliuotei.

Išsklaidyta šviesa surenkama ir integruojama Ulbrichto sferoje, kurios vidus padengtas bario sulfato milteliais. Šie milteliai difuziškai atspindi šviesą nuo 350 iki 1400 nm spektrinėje srityje [9]. Bandiniai statomi kuo arčiau sferos, kad išsklaidyta šviesa būtų surenkama plačiame kampų diapazone (nuo 5 iki 85 laipsnių kampais). Pluoštas į bandinį krinta $1 - 2^{\circ}$ kampu, kad grįžtantis atspindėtas pluoštas nepatektų atgal į lazerį.

Dažniausiai sklaidos matavimai atliekami skenuojant visą bandinio plotą, bandinį stumdant dviejų ašių motorizuotu transliaciniu staliuku (8MT173 gamintojas "Standa"). Transliacinių staliukų žingsnis yra 1,25 μ m. Taip pat yra galimybė judėti 1/4 žingsnio dalimi. Maksimalus galimas judėjimo greitis yra 5 mm/s. Standartinio diametro (25,4 mm) bandiniai su 0,4 mm diametro pluoštu yra ištiriami per 20 min. Pluošto diametras ant bandinio yra parinktas pagal standarto [9] reikalavimą. Toks reikalavimas yra pagrįstas tuo, kad norint įvertinti paviršiaus šiurkštumą naudojantis sklaidos matavimais, krintantis pluoštas turi apimti bent kelias difrakcinių gardelių eiles, kitokiu atveju matavimai nėra teisingi ir neatspindi realaus šiurkštumo.

Surinktos VIS matavimų sistemos principinė schema pavaizduota 2.2 paveiksle.



2.2pav.: Lazerinių tyrimų centre surinktos visuminės integruotos sklaidos matavimų schema

1 – Nd: ĪAG lazeris su harmonikų generatoriumi, 2 – nukreipiantieji veidrodžiai 1064, 532 ir 355 nm bangos ilgio spinduliuotei, 3 – atenuatorius susidedantis iš fazinės plokštelės ir Briusterio tipo poliarizatoriaus, 4 – erdvinis filtras, 5 - speciali apertūra surenkanti pašalinius atspindžius ateinančius iš atenuatoriaus ir erdvinio filtro, 6 – pluošto daliklis, nukreipiantis dalį spinduliuotės į fotodiodą, 7 – neutralūs sugerties tipo filtrai, spinduliuotės intensyvumui sumažinti testuojant skirtingus bandinius, 8 – fotodiodas, lazerio spinduliuotės fliuktuacijų stebėjimui, 9 – lęšis, fokusuojantis lazerio pluoštą į bandinio pirmą paviršių, 10 – uždara matavimų kamera, 11 – transliaciniai staliukai su bandiniu, 12 – integruojanti Ulbrichto sfera, 13 – fotodaugintuvas, išsklaidytos šviesos registravimui, 14 – praėjusio pluošto gaudyklė, 15 – kompiuteris

Integruojanti sfera su detektoriumi ir transliacinis staliukas, ant kurio yra tvirtinamas bandinys yra įstatyti kameroje (2.1 pav. dešinėje). Pluoštas į kamerą yra įvedamas pro Briusterio kampu įstatytą langelį. Nors toks langelis sumažina krintančio pluošto atspindį, bet pro langelį gali patekti atsitiktinė šviesa iš aplinkos. Tokiai šviesai eliminuoti kameroje yra įrengta specialiai pagaminta diafragma, kuri išvalo ir uždengia išsklaidytą šviesą, praėjusią pro kameros langą.

Matavimą sudaro sklaidos etalono, fono ir optinio komponento sklaidos matavimas. Šioje schemoje naudojamas "Ocean optics" firmos sklaidos etalonas WS-1, kurio spektrinė sritis 250-2000 nm. Sklaidos koeficientas 1064 ir 532 nm bangos ilgiams yra 98%, o 355 nm bangos ilgio spinduliuotei 95%. Šis etalonas difuziškai išsklaido šviesą pagal Lamberto dėsnį [26,140].

Matuojant sklaidos etalono signalą naudojami papildomi filtrai, lazerio energijai sumažinti. Pradiniam energijos sumažinimui yra naudojamas atenuatorius (poliarizatorius ir $\lambda/2$ fazinė plokštelė). Galutiniam energijos mažinimui matuojant skirtingų bandinių sklaidos nuostolius naudojami neutralūs sugerties tipo filtrai.

Atliekant sklaidos nuostolių įvertinimą fono sklaidos nuostoliai apskaičiuojami pagal formulę:

$$S_f = \frac{U_f}{U_e},\tag{2.1}$$

čia U_f yra sklaidos signalas matuojant tuščią išvalytą kamerą be bandinio; U_e - etalono sklaidos signalas. Prieš skaičiuojant sklaidą, šie signalai dar perskai-

čiuojami pagal filtrų vertes.

Atitinkamai įvertinant bandinių sklaidos nuostolius, jie apskaičiuojami pagal lygtį:

$$S_b = \frac{U_b - U_f}{U_e} \times 100\%,$$
 (2.2)

čia U_b yra sklaidos signalas nuo bandinio. Prieš skaičiuojant sklaidą, šie signalai dar perskaičiuojami pagal filtrų vertes.

Fono sklaida, registruota šiame darbe naudojamoje VIS matavimų sistemoje, skirtingiems bangos ilgiams pateikta 2.1 lentelėje.

2.1 lentelė: Fono sklaidos nuostoliai skirtingiems bangos ilgiams užregistruoti šiame darbe naudojama VIS matavimų sistema

Bangos ilgis, nm:	1064	532	355
Fono sklaidos nuostoliai, $10^{-4}\%$ (apskaičiuoti pagal 2.1 lygtį):	$7, 2 \pm 0, 1$	$4, 0 \pm 0, 5$	$9,6\pm0,9$

Žinant, kad fono sklaida (sklaida nuo ore esančių dalelių) yra aprašoma Reilėjaus dėsniu ir išsklaidyta šviesa yra atvirkščiai proporcinga bangos ilgiui ketvirtuoju laipsniu, fono sklaida 1064 nm bangos ilgio spinduliuotei turėjo būti mažesnė už 532 nm bangos ilgio spinduliuotės sklaidą ore. Iš lentelės matome, kad mūsų sklaidos sistemoje pirmajai harmonikai sklaidos fonas yra didesnis nei antrajai harmonikai. Tai galima paaiškinti ribotu detektoriaus jautriu, kuris 1064 nm bangos ilgiui yra beveik 14 kartų mažesnis nei 532 nm bangos ilgiui [145, 146], nors mažesnį detektoriaus jautrumą dalinai kompensuoja didesnė pirmos harmonikos energija, kuri yra 2 kartus didesnė, nei antrosios harmonikos. Detektorius neužregistruoja žemesnio signalo. Taip pat galima sklaida nuo kameros langelių ar kita, priklausanti nuo aplinkos faktorių sklaida, kuri padidina foną.

2.1.1. Kameros valymas

Dauguma sklaidos nuostolių tyrėjų matavimus atlieka švariuose kambariuose ar vakuuminėse kamerose [3, 36, 147], kurių įrengimas yra brangus, o sistemos paruošimas bandinių matavimui užtrunka santykinai ilgai. Laiko ir išteklių sąnaudos paskatino ieškoti tyrimų metodo, kuris leistų pasiekti aukštą skyrą sumažinant pastarųjų kiekį. Dar dr. M. Maciulevičiaus 2004 metais buvo pradėta konstruoti visuminės integruotos sklaidos sistema, kuri funkcionavo ne švariame kambaryje, o uždaroje kameroje. Taip buvo pasiekti geresni sklaidos matavimų rezultatai lyginant su sklaidos matavimais laboratorijos patalpoje, kas leido tirti bandinius, kurių sklaida siekė $10^{-2} - 10^{-3}\%$ priklausomai nuo bangos ilgio. Vėliau buvo atlikti bandymai į uždarą kamerą leidžiant azoto dujas, kas turėjo išstumti nešvarų orą ir sumažinti deguonies molekulių įtaką fono sklaidai, bet eksperimentų metu pasirodė, kad pačios azoto dujos nėra švarios, o švarių azoto dujų kaina buvo nepriimtina, be to azoto dujų sąnaudos ir jų kaina ilgalaikėje perspektyvoje neatrodė patrauklios. Tokiu būdu buvo padaryta išvada, kad reikalingas lokalus kameros oro valymas, kai kameroje esantis oras yra ištraukiamas, perleidžiamas per orą valančius filtrus ir įpučiamas į kamerą.



2.3 pav.: Sumontuota 3 pakopų oro valymo filtrų sistema (kairėje) leidžia greitai (per 3 min.) ir efektyviai pasiekti ISO 6 švarumo klasę matavimų kameroje: dalelių kiekio N kitimas laike dt, atliekant oro valymą (dešinėje). 1 – priešfiltris valantis daleles iki 10 μ m dydžio, 2 – priešfiltris valantis daleles nuo 1 iki 10 μ m dydžio, 3 – HEPA 14 filtras valantis daleles iki 0,3 μ m dydžio, 4 – ištraukiamo nešvaraus oro srautas, 5 – filtrų valdymo blokas, leidžiantis reguliuoti valymo greitį, 6 – švaraus oro srautas

Kamerai valyti buvo pagaminti specialūs trijų pakopų oro filtrai¹ (2.3 pav. kairėje): pirma filtrų pakopa yra priešfitriai prieš aukštesnės pakopos filtrus, jie išvalo daleles didesnes nei 10 μ m. Antros pakopos filtras yra priešfiltris prieš aukščiausios pakopos filtrą ir jis išvalo daleles nuo 1 iki 10 μ m dydžio. Trečias ir paskutinis filtras yra aukščiausios klasės HEPA 14 filtras, kuris išvalo 99,995% dalelių, kurių matmenys yra nuo 0,3 μ m (žr. 2.2 lentelę). Ore esančių dalelių skaičiui matuoti buvo naudojamas dalelių skaitiklis Handilaz®Mini. Šių filtrų pagalba kameroje pasiekiama 6 ISO švarumo klasė (pagal US FED STD 209E švarumo klasė 1000)² [148]. Lyginant su pradine sklaidos nuostolių kamera, švarumas pagerintas per 2 klases. Ši švarumo klasė tenkina ISO sklaidos nuostolių matavimo standarto reikalavimus [9]. Kameros valymas trunka apie 3 minutes (2.3 pav. dešinėje), o matavimo jautrumas padidėja 10 kartų (t. y. 10 kartų sumažėja fono/etalono sklaidos signalo santykis).

¹Gamintojas: UAB "Ekofiltras"

 $^{^2\}mathrm{Paprasto}$ kambario ISO švarumo klasė yr
a9,o geriausia švaraus kambario - 1

Dalelių dydis, μm	0,3	0,5	5,0
Matavimo vieta:	Likusių da	alelių vidurkis, ×10	4 dal/m ³ :
Laboratorijoje:	4810	777	4,15
Matavimų kameroje:	16,7	4,36	0,00
Santykis, %:	0,3	0,6	0,0

2.2 lentelė: Dulkių kiekio, esančių laboratorijoje ir išvalytoje kameroje, palyginimas

Testuojant kameros sandarumą ir matavimų atsikartojimą buvo atlikti testai su antra (2.4 pav.) ir trečia (2.5 pav.) harmonikomis [21]. Matavimo metu buvo testuoti du didelio atspindžio veidrodžiai skirti 532 nm bangos ilgio spinduliuotei (optinio padėklo medžiaga BK7, atspindžio koeficientas 98%) ir 355 nm bangos ilgio spinduliuotei (padėklo medžiaga UVFS, atspindžio koeficientas 98%). Atliekant atsikartojimo testą kiekvienu atveju bandiniai nebuvo išimami iš kameros, o kamera laikoma sandariai uždaryta. Kiekvieną kartą buvo skenuojamas visas bandinio paviršius ir iš sklaidos nuostolių įvertinamas paviršiaus šiurkštumas.

Atsikartojimo matavimai buvo atlikti nepriklausomai vienas nuo kito ir truko keletą dienų: pirmą dieną pamatuotas veidrodis skirtas 532 nm bangos ilgio spinduliuotei (2.4 pav. Nr. 1), po dviejų dienų matavimas pakartotas dar du kartus, tarp matavimų praėjus keletui valandų (2.4 pav. Nr. 2 ir 3) ir ketvirtas matavimas atliktas dar kitą dieną (2.4 pav. Nr. 4). Iš šiurkštumo žemėlapių (2.4 viršuje) ir verčių kiekių diagramų (2.4 apačioje) stebima, kad minimalios ir maksimalios šiurkštumo vertės per laiką fliuktuoja, bet statistiniai parametrai (2.6 pav. kairėje) parodo, kad kitimas siekia tik 1%.



2.4 pav.: Sistemos stabilumui ir atsikartojamumui įvertinti atlikti viso bandinio paviršiaus sklaidos nuostolių matavimai ir šiurkštumo įvertinimai 532 nm bangos ilgiu. Viršuje pateikti paviršiaus šiurkštumo žemėlapiai, apačioje – verčių dažnių stulpelinė diagrama. Visi matavimai atlikti skirtingu laiku nepriklausomai nuo prieš tai buvusių matavimų. Testavimui naudotas 532 nm bangos ilgiui skirtas didelio atspindžio veidrodis

Panašiai buvo testuotas veidrodis skirtas trečiai harmonikai: pirmas ir antras matavimai buvo atlikti skirtingomis dienomis (2.5 pav. Nr. 1 ir Nr. 2), o trečias ir ketvirtas (2.5 pav. Nr. 3 ir Nr. 4) buvo atlikti tą pačią dieną praėjus keletui dienų nuo antro matavimo. Analizuojant šiurkštumo verčių kiekius (2.5 pav. apačioje), stebima didesnių šiurkštumo verčių sumažėjimas. Iš šiurkštumo žemėlapių matoma (2.5 pav. Nr. 2 ir 3), kad šiurkštumo vertės pakito dėl matavimo poslinkio, t. y. pirmo ir antro matavimo atžvilgiu, trečias ir ketvirtas matavimai yra identiški, tik vertės pasislinkusios horizontaliai į kairę. Šis poslinkis galėjo atsirasti dėl lazerio pluošto pasislinkimo esant laboratorijos temperatūros svyravimams. Nepaisant šio poslinkio, statistinės vertės (2.6 pav. dešinėje) parodo, kad kitimas yra gana mažas (0,7%).



2.5 pav.: Sistemos stabilumui ir atsikartojamumui įvertinti atlikti viso bandinio paviršiaus sklaidos nuostolių matavimai ir šiurkštumo įvertinimai 355 nm bangos ilgiu. Viršuje pateikti paviršiaus šiurkštumo žemėlapiai, apačioje – verčių dažnių stulpelinė diagrama. Visi matavimai atlikti skirtingu laiku nepriklausomai nuo prieš tai buvusių matavimų. Testavimui naudotas 355 nm bangos ilgiui skirtas didelio atspindžio veidrodis



2.6 pav.: Atsikartojamumo statistika: 532 nm (kairėje) statistiniai parametrai laike kinta 1% ir 355 nm (dešinėje) statistiniai parametrai laike kinta 0.7%

2.1.2. Matavimų programa

Automatizuojant matavimus paruošta matavimų programa LabView terpėje, kuri atlieka visą matavimą. Matavimo prietaisai prijungti prie kompiuterio per jungčių bloką BNC 2110 (National Instruments). Rašant programą, dalis programos buvo parsisiųsta iš koordinačių staliukų gamintojų ("Standa")³ ir pritaikyta sklaidos sistemos matavimų programai (2.7 pav.).



2.7 pav.: Koordinačių stalų valdymo langas, reikalingas nustatant koordinačių pradžią ir valdant bandinį norint pluoštą nustatyti per bandinio centrą

Matavimų programa leidžia registruoti fono ir etalono signalus (arba pavienius sklaidos nuostolių matavimus viename taške). Yra galimybė atlikti eilę matavimų ir juos suvidurkinti. Taip pat yra atskira programos dalis, kurioje parengiamas bandinio skenavimo planas (2.8 pav.). Planas parengiamas pagal matmenis ir norimą skenavimo žingsnio dydį. Taip pat nustatomas matavimo atstumas nuo bandinio krašto, kas yra labai svarbu norint išvengti sklaidos nuo šlifuotų šonų ar bandinio laikiklio.

Programa registruoja sklaidos signalą ir lazerio fliuktuacijų signalą ir apskaičiuoja jų santykį, taip išvengiama matavimo klaidų dėl lazerio spinduliuotės fliuktuacijų. Be lazerio fliuktuacijų registravimo ir signalų vidurkio skaičiavimų papildomam tikslumui yra suprogramuota galimybė suvidurkinti tą patį signalą keletą kartų (ang. k. oversampling) [149, 150]. Tokiu būdu galima sumažinti vidurkinimo skaičių išlaikant matavimų tikslumą ir padidinant matavimų greitį (2.9 pav. kairėje). Atlikus testavimą su 1064 nm bangos ilgiu stebėta, kad atliekant to paties signalo nuskaitymą kelis kartus ir nuskaitant

 $^{^{3}}http://www.standa.lt/products/catalog/motorised_positioners?item = 175$



2.8 pav.: Bandinio skenavimo planas parengtas pagal bandinio matmenis ir norimą skenavimo žingsnį

to signalo vidutinę vertę pasiekiamas geresnis verčių atsikartojimas jau tarp skirtingų matavimų (2.9 pav. dešinėje). Nors nuskaitant to paties signalo kelias vertes ir imant jų vidurkį, o po to dar ir imant kelis skirtingus signalus (2.9 pav. dešinėje "Taip Vid.10" rezultatas), signalo vertė augo, bet mažiau nei be to paties signalo nuskaitymo po kelis kartus (2.9 pav. dešinėje "Taip" rezultatas). Tuo tarpu nenuskaitant to paties signalo po kelis kartus, imant po vieną signalą (2.9 pav. dešinėje "Ne" rezultatas) ir skaičiuojant kelių signalų vidurkį (2.9 pav. dešinėje "Ne Vid.10" rezultatas), stebima, kad verčių nuokrypiai yra didesni. Šis procesas labiau aktualus, kai matuojami bandiniai skenuojant itin mažu žingsniu, o matavimų skaičius siekia kelis tūkstančius ir daugiau. Tuo tarpu jei matuojama standartiniu pluošto skersmeniu (0,4 mm) ir matavimų skaičius siekia kelis šimtus, tai pagreitėjimo matavimuose nesijaučia.

Duomenų apdorojimui ir analizei paspartinti paruošta atskira programa, kuri palengvina sklaidos nuostolių skaičiavimą, taip pat iš sklaidos duomenų apskaičiuoja paviršiaus šiurkštumą ir statistinius duomenis: vidurkį, standartinį nuokrypį; randa minimumą, maksimumą ir medianą. Visi pamatuoti ir apskaičiuoti rezultatai išsaugomi nurodytame kataloge.

2.1.3. Pralaidžių optinių elementų paviršiaus šiurkštumo įvertinimas

Optinių elementų, kurių paviršiaus nelygumai yra daug mažesni nei bangos ilgis, paviršiaus šiurkštumas apskaičiuojamas pagal 4.1 lygtį. Tačiau paviršiaus šiurkštumas yra matomas tik nuo pirmo paviršiaus, o atliekant sklaidos matavimus sklaida surenkama ne tik nuo pirmojo paviršiaus, bet ir nuo visų dielektrinių dangų sluoksnių, taip pat nuo antrojo paviršiaus (ypač jei bandiniai



2.9 pav.: Kairėje – signalo nuskaitymo galimybių ir tikslumo pavyzdys: juoda kreivė – matuojamas signalas, tamsiai mėlyni taškai parodo, kaip atrodo registruojamas signalas iš pavienių signalo taškų, šviesūs taškai parodo, kaip atrodo registruojamas signalas, jei imamas to paties signalo kelių verčių vidurkis; dešinėje: signalo nuskaitymo VIS sistemoje, kai bangos ilgis 1064 nm tikslumo įvertinimas: atliekant signalo nuskaitymą jį suvidurkinant keliose vietose (Taip ir Taip Vid. 10) gauname panašų tikslumą, kaip vidurkinant kelis skirtingus signalus (Ne ir Ne Vid. 10)

skaidrūs).

Kadangi testuojami ne tik didelio atspindžio veidrodžiai, bet ir optiniai padėklai ar kiti elementai, tai įvertindami optinių padėklų ar kitų pralaidžių elementų paviršiaus šiurkštumą priimame, kad abu paviršiai yra vienodo poliravimo ir vienodo šiurkštumo. Tokiomis pat prielaidomis naudojasi ir kiti autoriai [34]. Toliau atliekame surenkamos sklaidos skaičiavimus priklausomai nuo bandinio padėties iki integruojančios sferos ir bandinio storio. Kuo tiriamas paviršius toliau nuo integruojančios sferos apertūros, tuo mažesniais kampais surenkama šviesa (2.10 pav. kairėje). Taip pat stebint kampinės sklaidos nuostolių matavimų rezultatus kitų autorių darbuose [89, 140] pastebime, kad 0 laipsnių kampu išsklaidoma daugiausiai šviesos ir tolstant nuo šio kampo sklaidos nuostoliai mažėja (2.10 pav. viduryje) [6]. Suintegravus kampinės sklaidos priklausomybę nuo kampo ir rezultatus normalizavus pagal maksimumą (2.10 pav. dešinėje) apskaičiuojame, kokiems kampams esant kiek šviesos surenkama. Pasinaudoję šiais rezultatais įvertiname vieno optinio paviršiaus galimus sklaidos nuostolius, o iš jų ir vieno paviršiaus šiurkštumą.

Šioje matavimų sistemoje bandinio pirmo paviršiaus atstumas iki integruojančios sferos yra apie 1 mm. Integruojančios sferos apertūros diametras 10 mm. Lazerio pluoštas eina per sferos apertūros centrą. Tokiu atveju išsklaidyta šviesa surenkama 79 laipsnių kampais. Tiriant standartinių bandinių (25,4 mm diametro ir 6 mm storio) sklaidos nuostolius nuo antro paviršiaus ateina šviesa išsklaidyta 35 laipsnių kampais ir tai sudaro apie 92,5% visos antrame paviršiuje išbarstytos šviesos. Galutiniame skaičiavime, vertinant sklaidos nuostolius nuo vieno paviršiaus ir atimant sklaidos nuostolius nuo antro paviršiaus, išmatuotos sklaidos vertę padaliname iš 1,93 ir tada skaičiuojame paviršiaus šiurkštumą pagal 4.1 lygtį.



2.10 pav.: Įvertinant skaidrių optinių elementų paviršiaus šiurkštumą iš VIS matavimų naudojamės prielaida, kad abu paviršiai vienodi. Tada atimame sklaidos nuostolius, kurie ateina nuo antrojo paviršiaus. Kuo tiriamas paviršius toliau nuo integruojančios sferos apertūros, tuo mažesniais kampais surenkama šviesa (pav. kairėje). Nulio laipsnių kampu išsklaidoma daugiausiai šviesos ir tolstant nuo šio kampo sklaidos nuostoliai mažėja (pav. viduryje) [6]. Suintegravus kampinės sklaidos nuostolius ir juos normalizavus pagal maksimumą, įvertiname kiek šviesos išsklaidoma tam tikrame kampų diapazone (dešinėje)



2.11 pav.: Šiurkštumo įvertinimo iš sklaidos matavimų 532 nm (šviesiai mėlyni taškai) ir 355 nm (mėlyni trikampiai) bangos ilgiais palyginimas su šiurkštumo matavimu atominės jėgos mikroskopu (juodi kvadratai)

Siems skaičiavimams ir šiurkštumo įvertinimui patikrinti buvo atlikti optinių padėklų (UVFS medžiagos) matavimai. Padėklai buvo tirti visuminės integruotos sklaidos nuostolių sistema (naudojant 532 ir 355 nm bangos ilgius) ir po tris vietas ($10 \times 10 \mu$ m ploteliai) kiekvienam iš padėklų buvo tirti atominės jėgos mikroskopu. Vidutinės šiurkštumo vertės apskaičiuotos iš VIS nuostolių ir iš AJM matavimų pateiktos 2.11 pav. Iš šių verčių matome, kad VIS ir AJM metodų rezultatai yra panašūs ir koreliuoja, bet šiurkštumų vertės apskaičiuotos iš visuminės integruotos sklaidos matavimų yra 1,2 karto didesnės skaičiuojant iš 532 nm bangos ilgio matavimų, lyginant su AJM matuotomis vertėmis, ir net 2,5 karto didesnės skaičiuojant iš 355 nm bangos ilgio matavimų lyginant
su AJM matuotomis vertėmis. Toks nesutapimas galimas dėl įvairių priežasčių: tūrio sklaidos padėkluose, taip pat iš VIS matavimo šiurkštumas buvo įvertinamas iš viso paviršiaus, o AJM tik labai mažų plotelių. UV srityje prie didesnio skirtumo prisideda ir didesnis stebimas fonas, nei 532 nm matavimuose. Taip pat šis nesutapimas gali būti dėl vertinimo, kad abu paviršiais sklaido vienodai, nors esama dabų, kuriuose parodoma, kad nuo antro paviršiaus registruojama sklaida yra didesnė nei nuo pirmo paviršiaus dėl destruktyvios ir konstruktyvios sklaidos interferencijos nuo pirmo ir antro paviršių atitinkamai [143], nors vertinant šiurkštumą, taip pat priima, kad abi pusės yra identiškos. Panašius nesutapimus, kai paviršiaus šiurkštumas apskaičiuotas iš VIS matavimų yra didesnis nei matuotas AJM, gauna ir kiti tyrėjai [109, 151], kas parodo, kad aprašyta VIS sistema yra tinkama kelių angstremų šiurkštumo matavimams.

2.1.4. Apibendrinimas

Nors pasaulyje yra ne viena VIS matavimų sistema, bet šios sistemos dažniausiai surenkamos švariuose kambariuose ar vakuuminėse kamerose, kas didina šių matavimų kainą ir padaro bandinių testavimą sudėtingesniu. Šiame skyriuje pristatyta visuminės integruotos sklaidos matavimų sistema, kuri surinkta ir ištestuota Lazerinių tyrimų centre. Didžiausias skirtumas nuo egzistuojančių VIS matavimų sistemų yra tai, kad visas matavimų stendas stovi įprastoje laboratorijoje, o matavimai atliekami uždaroje kameroje, kur atliekamas lokalus aplinkos valymas. Valymas trunka vos 3 minutes, o kameroje pasiekiama ISO 6 švarumo klasė. Taip pasiekiamas matavimų fonas, kuris 1064 nm bangos ilgiui siekia $(7, 2 \pm 0, 1)10^{-6}$ signalą lyginant etalono atžvilgiu, 532 nm bangos ilgiui – $(4, 0 \pm 0, 5)10^{-6}$ signalą ir 355 nm bangos ilgiui pasiekiamas $(9, 6 \pm 0, 9)10^{-6}$ fono signalas etalono atžvilgiu. Esant tokiam kameros švarumui įmanoma tirti lazerinius optinius komponentus, kurių paviršiaus šiurkštumas siekia vos kelis angstremus.

Atlikti atsikartojamumo testai parodė, kad pati sistema veikia patikimai. Atlikus pakartotinius matavimus su 532 nm bangos ilgiu stebėtas rezultatų nuokrypis 1%, o matavimams 355 nm bangos ilgiu stebėtas rezultatų nuokrypis 0,7%.

Matavimų automatizavimui parašyta programa, kuri leidžia atlikti fono, etalono matavimus ir bandinio VIS matavimus skenuojant visą bandinio paviršių, taip gaunami bandinių sklaidos nuostolių ar paviršiaus šiurkštumo žemėlapiai. Suprogramuota galimybė registruoti norimą skaičių impulsų vienoje bandinio vietoje ir apskaičiuoti vertės vidurkį, taip pat galimybė registruoti tą patį signalą kelis kartus ir apskaičiuoti jų vidurkį (ang. oversample), taip padidinant matavimų tikslumą ir atsikartojamumą.

Be atsikartojamumo matavimų atlikti ir VIS matavimai optiniams padėklams, o iš sklaidos nuostolių įvertintas paviršiaus šiurkštumas, kuris palygintas su paviršiaus šiurkštumu pamatuotu atominės jėgos mikroskopu. Šiurkštumo vertės koreliuoja, nors VIS matavimu nustatytos vertės yra didesnės nei AJM pamatuotos. 532 nm bangos ilgiui šiurkštumo vertės skiriasi 1,2 karto, o 355 nm bangos ilgiui šiurkštumo vertės skiriasi 2,5 kartus. Toks nesutapimas stebimas ir kitų autorių darbuose [109,151], o paaiškinama sklaida iš dviejų paviršių, taip pat tūrio. Didesnis nuokrypis stebimas 355 nm bangos ilgio spinduliuotei dėl didesnės Reilėjaus sklaidos tiek matavimų aplinkos, tiek iš bandinių tūrio.

3. OPTINIŲ PADĖKLŲ PAVIRŠIAUS KOKYBĖS GERINIMAS PAVIRŠIŲ ĖSDINANT ARGONO PLAZMA

Nemaža dalis optinių dangų garintojų patys neruošia optinių padėklų, o perka juos iš įvairių tiekėjų. Bet dažnai susiduriama su problema, kad tie optiniai padėklai transportavimo metu užsiteršia, taip pat nevisada būna aiškus tų optinių padėklų paruošimas ir po garinimo procesų pasimato tų padėklų įvairūs defektai. Taip pat prastėja ne tik paviršiaus kokybė bet ir pažeidimo lazerine spinduliuote slenkstis. Kokybiškesni optiniai padėklai masiniu būdu negaminami, todėl jų kaina išauga, lyginant su standartiniais komerciškai parduodamais optiniais padėklais. Todėl ieškoma būdų, kaip masiškai pagerinti optinių padėklų kokybę po standartinės komercinės gamybos. Vienas iš tokių būdų yra plazminis paviršiaus ėsdinimas prieš dangų garinimą. Šis metodas patrauklus tuo, kad jį galima atlikti tame pačiame įrenginyje, kaip ir dangų garinimą, tik vietoj dangų medžiagos taikinio Ar plazma apšaudomi optiniai padėklai.

Šiame skyriuje pristatomi eksperimentai atlikti papildomai apdorojant komerciniam naudojimui paruoštus optinius padėklus. Šis darbas yra tęstinis optinių padėklų kokybės ir pažaidos lazerinei spinduliuotei gerinimas, papildomam apdorojimui naudojant Ar jonų ėsdinimą. Ėsdinimo metodika aprašyta dr. Kęstučio Juškevičiau publikacijoje [10] ir dr. Giedriaus Abromavičiaus disertacijoje [152]. Dr. G. Abromavičius atliko ėsdinimus skirtingais gyliais, tuo tarpu šiame darbe toliau nagrinėjami ėsdinimai skirtingais Ar plazmos režimais. Šio skyriaus rezultatai turėjo būti pristatyti tarptautinėje konferencijoje "Pacific Rim Laser Damage 2020" (Japonija) skaitant žodinį pranešimą, bet konferencija buvo atšaukta dėl COVID-19 pandemijos.

Prieš apdirbimą pirmiausiai buvo ištirta dalis bandinių, kad būtų užtikrinta pradinė kokybė pagal dažniausius lazerinei optikai taikomus reikalavimus. Matavimai atliekami ir po kiekvieno papildomo proceso. Toliau skyriuose bus pateiktas detalesnis bandinių paruošimas ir matavimai.

3.1. Bandinių paruošimas

Eksperimentams naudojami iš to paties tiekėjo nupirkti optiniai padėklai, kurių specifikacijos atitinka lazerių optikai taikomas reikalavimus: bandinių diametras yra 25,4 mm, storis 6,35 mm, visi bandiniai turi 0,1 mm nuožulas, kurios apsaugo nuo krašto trupėjimo ir darbinio paviršiaus pažeidimų. Bandiniams taikoma švarumo klasė pagal MIL-PRF-13830B standartą 10-5, plokštiškumas turi būti geresnis nei $< \lambda/10$, lęšiškumui konkrečių reikalavimų netaikoma, bet siekiama, kad jis kistų kuo mažiau, rms šiurkštumas < 5 Å.

Visi bandiniai buvo poliruoti pagal vienodą technologiją ir naudojant vienodas poliravimo medžiagas. Tiekėjas vienu metu nupoliruoja 50 vienetų bandinių, iš tų bandinių atrenka kokybės reikalavimus atitinkančius bandinius ir toliau perpoliruoja kokybės neatitinkančius bandinius, kol jie pasiekia optikai keliamus reikalavimus. Šis antrinis perpoliravimas greičiausiai turi tam tikros įtakos kitame skyriuje pateiktiems papildomo apdirbimo rezultatams.

Tiekėjo paruošti bandiniai yra plaunami ultragarso vonelėse, toliau patikrinama kokybė pagal MIL-PRF-13830B standartą. Kadangi tarp matavimų ir apdirbimo procesų yra atliekami papildomi plovimai, tai prieš ėsdinimo eksperimentus įvertinama ultragarso plovimų skaičiaus įtaka optinių padėklų kokybei atliekant visuminės sklaidos nuostolių matavimą. Tyrimui atlikti pradžioje buvo pamatuoti VIS nuostoliai neplautų bandinių, po to bandiniai plaunami nuo 1 iki 11 kartų. Bandiniai pradedami plauti visi kartu ir po kiekvieno plovimo ciklo po 1 bandinį išimama. Plovimo ciklą sudaro plovimas šarme, skalavimas vandenyje, pakartotinas plovimas šarme, toliau perplovimas distiliuotu vandeniu ir džiovinimas. Po pirmo ir antro plovimo sklaidos nuostoliai mažėjo (3.1 šviesiai mėlyni taškai), po to padidėjo, bet padidėjimas buvo nežymus lyginant su neplautais bandiniais (3.1 juodi kvadratai). Lyginant geriausiai nusiplovusį bandinį (Nr. 4) su prasčiausiai nusiplovusiu bandiniu (Nr. 10) sklaidos nuostolių santykis buvo 1,5 karto.



3.1 pav.: Sklaidos nuostolių kitimas priklausomai nuo optinių padėklų plovimų skaičiaus UG vonelėje. Po pirmųjų dviejų plovimų UG vonelėje sklaidos nuostoliai mažėjo (šviesiai mėlyni rutuliukai), o toliau didėjo, bet lyginant su neplautais bandiniais (juodi kvadratai) didėjimas nėra žymus

Toliau ruošiant bandinius eksperimentams ir atliekant matavimus laikome, kad plovimų skaičiaus įtaka yra nežymi, o plovimams naudojamas toks pats plovimo ciklas kaip aprašyta aukščiau.

Plazminio ėsdinimo bandiniams buvo atlikti tokie procesai:

- 1. Plovimas ultragarso vonelėje;
- 2. Sklaidos nuostolių matavimas jokios įtakos darbiniam paviršiui;
- Pralaidumo spektro matavimas S1¹ darbinis paviršius liečia optikos laikiklį;
- Plokštiškumo ir lęšiškumo matavimas S2 paviršius užklijuojamas specialia plėvele atspindžiui nuo antro paviršiaus sumažinti, plėvelė palieka nežymią įtaką;
- Šiurkštumo matavimai atominės jėgos mikroskopu S2 paviršius liečiasi su metaliniu mikroskopo pagrindu;
- 6. Plovimas ultragarso vonelėje;
- 7. Plazminis ėsdinimas;
- 8. Kiti procesai (aprašyti eksperimentų plane (3.1 lentelė));
- 9. Sklaidos nuostolių matavimas;
- 10. Pralaidumo spektro matavimas;
- 11. Plokštiškumo ir lęšiškumo matavimas;
- 12. Šiurkštumo matavimas atominės jėgos mikroskopu.

Lygiagrečiai šiems procesams buvo paruošti bandiniai pažeidimo slenksčio matavimams, kuriems atlikti šie procesai:

- 1. Plovimas ultragarso vonelėje;
- 2. Plazminis ėsdinimas;
- 3. Kiti procesai (aprašyti eksperimentų plane 3.1 lentelė);
- 4. Pažaidos lazerio spinduliuotei slenksčio matavimas.

Pagal ankstesnius tyrimus [10] ir atsižvelgiant į kitas publikacijas [14,73], taip pat į ėsdinimo trukmes, buvo priimta atlikti ėsdinimus iki 1000 nm gylio, taip pat ištirti kaitinimo ir valymo aktyviais O_2 jonais poveikį. Visų eksperimentų planas pateiktas 3.1 lentelėje. Lyginant su kitais darbais [13,14,58,153], kuriuose siekiama pašalinti PPĮ sluoksnį, šio darbo tikslas buvo pažeisto paviršiaus (Bilbio sluoksnio) nuvalymas siekiant pagerinti pažeidimų slenkstį, bet nesumažinant paviršiaus kokybės.

 $^{^1{\}rm S1}$ - pirmas paviršius, kurį pirmiausiai veikia lazerinė spinduliuotė, S2 - antras paviršius, kurio neveikia lazerinė spinduliuotė, jei S1 pusė būna su didelio atspindžio danga.

Bandinys:	Ėsdinimo galia, kW	Ėsdinimo gylis, nm	Valymas O ₂ jonais, min	Plovimas po ėsdinimo	Atkaitinimas	Plovimas po atkaitinimo	NIS	Pralaidumas	Plokštiškumas ir lęšiškumas	PLSS
L25 A27	1	50	0	UG	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
L26 A28	1	100	0	UG	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
L23 A29	1	200	0	UG	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
A21 A22	1	500	0	UG	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
L10 A10	1	1000	0	UG	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
A39 A40	1,5	100	0	UG	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
A21 A20	1,5	500	0	UG	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
A31 A32	2	100	0	UG	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
L18 A18	2	500	0	UG	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
A03 A04	1	0	0	Ne	Taip	UG	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
A23 A24	1	500	0	Ne	Taip	UG	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
A25 A26	1	500	0	Ne	Taip	SO	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
A37 A38	1	100	X	Ne	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
L16 A16	1	500	X	Ne	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
L17 A17	1	100	6X	Ne	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne
A33 A34	1	500	6X	Ne	Ne	Ne	Ne Taip	Ne Taip	Ne Taip	Taip Ne

3.1 lentelė: Eksperimentų planas: UG - plovimas ultragarso vonelėje; SO - dulkių nupūtimas suspaustu oru; PLSS - pažaidos lazerio spinduliuotei slenkstis

3.1.1. Plazminis bandinių ėsdinimas

Plazminis ėsdinimas atliktas magnetroninio garinimo kameroje ("Radiance" Evatec AG), kurios viduje įtaisyti trys magnetroninio garinimo šaltiniai ir radijo dažnio plazmos šaltinis. Ėsdinimas atliktas naudojant 0,23 Pa slėgio ir keičiamos galios argono plazmą. Optinių padėklų laikiklis esantis po plazmos šaltiniu buvo sukami 53 aps./min greičiu. Visi optiniai padėklai sudėti vienodais atstumais nuo besisukančio optinių padėklų laikiklio centro, taip išlaikant kuo vienodesnes ėsdinimo sąlygas.

Pradžioje atlikti plazmos stabilumo nustatymo testai ir ėsdinimo gylio nustatymo eksperimentai: gylio nustatymui pusė optinio padėklo buvo uždengiama specialia kauke, kurios neveikė Ar plazma. Taip ėsdinant susidarė laiptelis tarp paveikto optinio padėklo paviršiaus ir nepaveikto. Toliau profilometru Dektak150 (gamintojas "Veeco") buvo pamatuotas laiptelio aukštis. Iš ėsdinimo trukmės ir susidariusio laiptelio gylio buvo apskaičiuotas ėsdinimo greitis. Stabilumo ir ėsdinimo gylio testai atlikti visoms trims eksperimente naudotoms plazmos galioms: 1 kW, 1,5 kW ir 2 kW. Atliktų ėsdinimų ir matavimų tikslumas siekia 7%. Daugiau apie šį procesą galima pasiskaityti dr. K. Juškevičiaus publikacijoje [10].

3.1.2. Valymas deguonies jonais

Valymas deguonies jonais buvo atliktas toje pačioje garinimo kameroje kaip ir plazminis ėsdinimas. Viso paveikti 8 bandiniai. Keturi iš jų buvo skirti pažeidos lazerinei spinduliuotei slenksčio matavimams, likę bandiniai skirti paviršiaus kokybės charakterizavimui. Prieš valymą deguonimi keturi bandiniai buvo nuėsdinti Ar plazma iki 100 nm gylio, o kiti keturi – iki 500 nm gylio. Toliau keturi (2 vienetai 100 nm ir 2 vienetai 500 nm ėsdinimo gylio) bandiniai kelias minutes buvo veikiami deguonies jonais, o dar keturi bandiniai buvo veikiami deguonies jonais 6 kartus ilgiau, nei prieš tai aprašyti bandiniai (žr. 3.1 lentelę).

3.1.3. Atkaitinimas

Dalis bandinių buvo kaitinami ir tiriamas kaitinimo poveikis. Viso kaitinimui buvo naudoti 6 bandiniai. Keturi bandiniai buvo nuėsdinti plazminiu ėsdinimu, bet naudoti skirtingi valymo metodai prieš kaitinimą: plovimas ultragarso vonelėje ir dulkių nupūtimas suspaustu oru. Trims bandiniams buvo atlikti pažaidos lazerio spinduliuotei slenksčio matavimai, kiti trys bandiniai naudoti paviršiaus kokybės matavimuose. Nuėsdintas gylis siekė 500 nm. Nuėsdinimui naudota 1 kW RF šaltinio galia. Kaitinimas vyko laboratorinėje krosnelėje SNOL 8,2/1100. Kaitinimo temperatūra siekė 400°C. Bandiniai kaitinami palaipsniui didinant temperatūrą krosnelėje, toliau kelias valandas palaikant maksimalią temperatūrą ir galiausiai leidžiama bandiniams natūraliai atvėsti. Visas procesas užtrunka iki 12 valandų (žr. 3.1 lentelę).

3.2. Optinių padėklų kokybės testavimas

Optinių padėklų kokybei prieš ir po ėsdinimo tirti buvo pasirinkti standartiniai parametrai, kurie dažniausiai reikalaujami lazerių gamintojų:

- 1. Paviršiaus šiurkštumas;
- 2. Pralaidumas;
- 3. Plokštiškumas;
- 4. Pažaidos lazerinei spinduliuotei slenkstis.

Kaip papildomas parametras buvo vertinamas optinių padėklų lęšiškumas, kuris idealiu atveju turėtų būti lygus 0, bet dažniausiai praktika rodo, kad šis parametras būna artimas 0 arba tam tikrais atvejais stipriai nukrypsta nuo 0. Taip pat formuojant dangas, kurios sukelia didelius optinių padėklų įtempimus, viena iš praktikų yra optinių padėklų poliravimas su lęšiškumu priešingu optinių dangų įtempimams, taip sumažinant dangų sukeliamą lęšiškumą.

Be šių parametrų matuoti ir visuminės sklaidos nuostoliai (matavimo metodika aprašyta 2 skyriuje. Sklaidos nuostoliai yra susiję su paviršiaus šiurkštumu, bet šiurkštumas stebimas tik mažame paviršiaus plote $10 \times 10 \ \mu$ m. Tuo tarpu sklaidos nuostoliai matuojami kelių mm plote, taip stebint platesnį ėsdinimo vaizdą. Paviršiaus šiurkštumo matavimas atominės jėgos mikroskopu ir VIS matavimai papildo vienas kitą, o jų privalumai pateikti 3.2 lentelėje.

Parametras:	AJM	VIS			
Matuojamas plotas:	Palyginti mažas $100 \times 100 \mu m$	Riboja lazerio pluošto dydis ir atstumas iki krašto ²			
Pastebimos detalės:	Stebimi subnanometriniai defektai, nors dėl didesnių ar mažesnių defektų, gali praleisti tam tikras matavimo vietas ir jų nepamatuoti	Užfiksuojamas bendras paviršiaus apdirbimo netolygumas			
Aplinkos vibracijos:	Didelis jautrumas	Mažas jautrumas, bet nefiksuojamos smulkios detalės, o paviršiaus visuma			
Matavimo greitis:	Palyginti mažas	Palyginti didelis			
Matavimo metodas:	Kontaktinis, gali palikti žymes paviršiuje	Bekontaktis matavimas			
Matavimų ribojimai arba galimybės:	Priklauso nuo naudojamos matavimo adatos"	Priklauso nuo matavimui naudojamo šviesos bangos ilgio			
gamiy bes.	"auatos	Dangos lígio			

3.2 lentelė: AJM ir VIS matavimų privalumai [154]

3.2.1. Visuminės integruotos sklaidos matavimai ir analizė

Visi optinių padėklų prieš apdorojimą ir po apdorojimo ėsdinant sklaidos nuotolių matavimai atlikti naudojant 355 nm bangos ilgį. Šis bangos ilgis pasirinktas todėl, kad visų ėsdinimų tikslas yra pagerinti optinių padėklų pažeidimo slenkstį ultravioletinėje srityje nesumažinant optinių padėklų kokybės. Sklaidos nuostolių fonas matavimų metu buvo $(1,99 \pm 0,14) \times 10^{-6}$. Pluošto diametras $1/e^2$ intensyvumo aukštyje buvo 0,251 mm horizontalia ašimi ir 0,246 mm vertikalia ašimi. Pluošto profilio vaizdas pateiktas 3.2 pav. Matavimai atlikti bandinio centre paliekant 10 mm plotį iki krašto nematuojamą. Matavimo žingsnis buvo 0,35 mm. Lazerio pluoštas į bandinius krito artimu 0°kampu. Atspindys ir praėjęs pluoštai buvo išvedami iš matavimų kameros. Iš viso pamatuotos 186 vietos paviršiuje.



3.2 pav.: Pluošto profilio vaizdas iš kairės į dešinę: horizontaliai, vertikaliai ir 2D vaizdas

Atlikus VIS matavimus standartiškai pateikiami sklaidos nuostolių žemėlapiai (3.3 pav.), statistiniai parametrai, apskaičiuoti iš viso duomenų masyvo: vidurkis, standartinis nuokrypis, mediana, minimali ir maksimali vertės. Kadangi vidutinė vertė ir standartinis nuokrypis yra ženkliai įtakojami maksimalios vertės, tai vertinant sklaidos nuostolius atsižvelgiama i medianos vertę [155]. Bet vėl, galima situacija, kad dviejų bandinių mediana yra panaši arba netgi vieno bandinio mediana mažesnė už kito, bet labai skiriasi verčių išsibarstymas, pavyzdžiui: 3.3 paveiksle kairėje bandinio mediana vra 0.012%, o dešinėje – 0,008%. Tai pagal medianą dešinėje atvaizduoti rezultatai turėtu būti geresni, bet lazerių optikoje reikalingi kiek imanoma homogeniškesni paviršiai, tada geriau naudoti optinį padėklą su didesniais sklaidos nuostoliais, bet tolygiu paviršiumi. Tolygumo įvertinimui dar naudojamas imties plotis, tai skirtumas tarp maksimalios ir minimalios vertės. Bet šiuo atveju vėl, galimas variantas, kad turime vienodus imčių pločius, bet vienam bandiniui sklaidos nuostoliai pasiskirstę tolygiai visame imties plotyje (3.4 pav. apačioje), o kito bandinio sklaidos nuostoliai pasiskirstę atskiruose paviršiaus taškuose (3.4 pav. viršuje).



3.3 pav.: Apskaičiuojami ir atvaizduojami sklaidos nuostolių žemėlapiai: kairėje sklaida pasiskirsčiusi tolygiau nei dešinėje atvaizduotame žemėlapyje



3.4 pav.: Imties pločiai vienodi, bet apačioje A32 bandinio sklaidos nuostoliai pasiskirstę tolygiau, nei viršuje A26 bandiniui

Netolygiai pasiskirsčiusių duomenų analizei ir stebėjimui patogu naudoti dažnio skaičiavimą ir grafinį atvaizdavimą stulpeline diagrama (3.5 pav.). Dažnio skaičiavimas atliekamas suskaičiuojant visas matavimų vertes nustatytuose intervaluose ir atvaizduojant intervalus, kaip sklaidos nuostolių vertes nuo kiekio. Skaičiuojant optinių padėklų prieš ir po ėsdinimo dažnio vertes, verčių skaičiavimui parinktas žingsnis 0,0002%. Vertės skaičiuotos intervale nuo $3 \times 10^{-4}\%$ iki 0,04%. Iš dažnių skaičiavimo galima vertinti kiek duomenys pasiskirste tolygiai. Bet čia tenka peržiūrėti visus matavimu rezultatus ir sunku lyginti duomenis turint daug bandiniu, kuriu matavimo medianos ar vidurkiai gali skirtis net visa eile. Norint palvginti tokius duomenis naudojamas sklaidos koeficientas (kitaip variacijos koeficientas): tai standartinio nuokrypio ir vidurkio santykis. Šis dydis parodo, kiek matavimų duomenys yra išsisklaidę (tik nesumaišyti su pamatuotais sklaidos nuostoliais). Jei sklaidos koeficientas yra iki 10%, tai suprantama kaip maža sklaida, jei 10-20% – tai vidutinė sklaida, 20-30%, tai didelė sklaida ir jei daugiau nei 30%, tai turėsime labai didelę sklaida [156]. Toliau analizuojant ir apibendrinant rezultatus bus pateikiamas paveikslėlis su verčių skaičiumi, apskaičiuotų pasirinktuose intervaluose, ir variacijos koeficientais. Jei stebimas didelis variacijos koeficientas ir mažas verčių skaičius, tai tikėtina, kad turime gana lygų paviršių su atskirais sklaidos maksimumais. Jei variacijos koeficientas žemas ir verčių skaičius žemas, tai sklaidos nuostoliai pasiskirste labai tolygiai ir jei variacijos koeficientas vidutinis ir verčių skaičius didelis, tai sklaidos nuostoliai taip pat pasiskirste tolygiai, bet su didesniais nuokrypiais nuo medianos ar vidurkio.



3.5 pav.: Apskaičiuojamas ir atvaizduojamas sklaidos nuostolių verčių kiekis: kairėje sklaida pasiskirsčiusi tolygiau nei dešinėje

3.2.2. Šiurkštumo matavimai atominės jėgos mikroskopu

Šiurkštumo matavimai atliekami "Dimension Edge" (gamintojas Bruker) atominės jėgos mikroskopu. Matavimas atliekamas lietimo režimu (ang. tapping mode). Matuojami du ploteliai skirtingose paviršiaus vietose po 10×10 μ m. Pirmiausiai ištiriami optiniai padėklai prieš ėsdinimą, toliau atliekami šiurkštumo matavimai jau apdirbtų optinių padėklų. Matavimo duomenys apdorojami kompiuterine programa "Gwyddion". Prieš atliekant skaičiavimus atliekamos šios duomenų apdorojimo procedūros:

- Plokštumos išlyginimas (Plane Leveling): plokštuma apskaičiuojama iš visų vaizdo taškų ir atimama iš duomenų;
- Segmentų išlyginimas (Facet Leveling): atskirų segmentų plokštumos išlyginimas, kai atskirus segmentus padaro kiek įmanoma horizontalesnius;

- Eilutės korekcija (Align Rows): tam tikras dėl matavimo artefaktų susidariusias eilutes pakoreguoja pagal aplinkinių eilučių medianą;
- 4. Atsitiktinių juostų pašalinimas (Remove Scars): tokios juostos susidaro skenavimo kryptimi dėl paviršiaus artefaktų ir zondo aukščio staigaus pasikeitimo ir negebėjimo greitai (lyginant su skenavimo greičiu) atsistatyti į paviršiaus padėtį. Atliekant atsitiktinių juostų pašalinimą, tokių eilučių duomenys nėra ištrinami, o pakeičiami šalia esančiomis eilutėmis;
- Fono pašalinimas (Background Substraction): pašalinamas fonas išlyginant visas matavimų eilutes po vieną.

Atlikus duomenų apdorojimą įvertintas vidutinis kvadratinis šiurkštumas σ_{RMS} 1.3 lygtis (žr. 1.1.2.1 skyrių).

3.2.3. Pralaidumo matavimai spektrofotometru

Pralaidumo matavimas atliekamas spektrofotometru "Photon RT" (gamintojas "Essent Optics"). Prietaiso spektrinė skyra yra 1,8 nm, kai plyšio plotis 200 μ m. Bangos ilgio nustatymo tikslumas – 0,24 nm, bangos ilgio atsikartojamumas ±0,12 nm. Fotometrinis tikslumas – ±0,003%. Fotometrinis atsikartojamumas – ±0,0004%.

Optinių padėklų prieš ir po ėsdinimo pralaidumo matavimo žingsnis buvo 0,5 nm, tikslumui pagerinti tam pačiam bangos ilgiui matuojamas signalas 20 kartų ir kaip pralaidumo rezultatas pateikiamas vidurkis, matavime naudotas 180 μ m pločio plyšys. Pralaidumo matavimai atlikti 185 – 350 nm spektro srityje 0° kampu.

3.2.4. Plokštiškumo ir lęšiškumo matavimai interferometru

Plokštiškumo ir lęšiškumo matavimas yra atliekamas vienu metu. Matavimams yra naudojamas Fizeau konfigūracijos "ZYGO Verifire XP/Z"' (gamintojas Zygo) interferometras. Matavimas atliekamas 632,8 nm bangos ilgio spinduliuote. Atraminei bangai sudaryti naudojama pralaidumo/atspindžio plokštuma, kurios plokštiškumas siekia $\lambda/20$ per 100 mm apertūrą.

Siekiant išvengti optinių padėklų krašto įtakos, plokštiškumo ir lęšiškumo matavimas atliktas per 90% optinio padėklo apertūros³. Kadangi visų optinių padėklų lygiagretumas yra aukštas (< 1 arcmin), tai matavimo metu būtų neišvengiama antros optinio padėklo pusės įtaka matavimui. Todėl antras paviršius matavimo metu padengiamas specialia kauke, kuri sumažina šviesos atspindį nuo antros pusės, taip eliminuojant antro paviršiaus įtaką matavimui. Po matavimo kaukė pašalinama, o kaukės įtaka paviršiui buvo nežymi.

³Bandinio skersmuo lygus 25, 4 + 0/-0, 1 mm.

3.2.5. Pažaidos lazerinei spinduliuotei slenksčio matavimas

Pažaidos lazerinei spinduliuotei slenksčio matavimai buvo atlikti įmonėje UAB "Lidaris". Pažaidos lazerinei spinduliuotei slenksčio matavimai atlikti serijai bandinių, kurie buvo iš tos pačios pirkimo partijos, kaip ir kituose matavimuose tirti bandiniai.

Pažaidos lazerinei spinduliuotei slenksčio matavimui atlikti buvo naudojama Nd:IAG lazerio trečia harmonika (355 nm bangos ilgis), impulso trukmė 5.2 ns (FWHM), pasikartojimo dažnis 100 Hz. Lazerio pluošto kritimo kampas i bandinį buvo 0°, pluošto skersmuo $1/e^2$ intensyvumo aukštyje – 86 μ m. Pažaidos lazerinei spinduliuotei slenksčio matavimas atliktas pagal 1-j-1 matavimo ir vertinimo standarta, kuris nusako, kad pažaidos lazerinei spinduliuotei slenksčio matavimui į vieną bandinio vietą naudojamas tik vienas impulsas. Taip paveikiama 50 bandinio vietų. Toliau per nustatytą žingsnį didinamas impulso energijos tankis ir paveikiama dar 49 vietos (viso 50 vietu su tuo pačiu impulso energijos tankiu). Viso per bandini paveikiama 1500 bandinio vietų. Iš paveiktų vienodos energijos zonų skaičiuojama pažeidimų tikimybė: pažeistų vietų kiekis padalinamas iš 50 (visų, tokiu pat impulso energijos tankiu, paveiktų zonų skaičiaus). Taip atidedamos pažaidos lazerio spinduliuotei tikimybės kreivės. Rezultatuose toliau bus pateikiamos aukščiausios pažeidimų vertės prieš pirmą pažeidimą (sutrumpintai APPP, ang. HBFD -Highest Before First Damage), taip pat pažeidimų vertės esant 50% tikimybei. Ši vertė reikalinga platesniam eksperimentų palyginimui su vertėmis pateiktomis literatūroje. Taip pat esant 50% tikimybei labiau galima ivertinti PLSS jau pačios medžiagos, o ne nuo atsitiktinių defektų.

3.3. Rezultatai

Šioje dalyje bus pristatyti visi tyrimų rezultatai prieš ėsdinimą ir po plazminio ėsdinimo. Autoriaus indėlis šioje dalyje yra plokštiškumo, lęšiškumo, pralaidumo spektrų ir sklaidos nuostolių matavimai. Taip pat visų rezultatų apibendrinimas ir analizė.

3.3.1. Optinių padėklų charakterizavimas prieš ėsdinimą plazma

Visi optiniai padėklai nupirkti iš to paties tiekėjo, nuplauti ultragarso vonelėje ir prieš dedant bandinį į VIS matavimų laikiklį kiekvienas bandinys nuvalomas nuo dulkių suspausto oro srove. Pirmiausiai pamatuoti sklaidos nuostoliai (3.6 pav.). Bendra visų bandinių sklaidos nuostolių mediana siekia 0,011% (3.6 pav. kairėje punktyrinė linija). Pagal variacijos koeficientą daugumai bandinių (69%) būdinga maža sklaidos nuostolių variacija (<0,1) (3.6 pav. dešinėje ištisinė linija), 6 bandiniai (13,3%) pasižymi vidutine sklaidos nuostolių variacija ir 8 bandiniai (17,8%) stebimi su didele sklaidos nuostolių variacija paviršiuje. Iš verčių kiekio histogramos (3.6 pav. dešinėje), matome, kad bandinys Nr. 45 pasižymi mažu verčių kiekiu, bet didele sklaidos nuostolių variacija (kvadratukas). Tai reiškia, kad bandinio paviršius greičiausiai gana tolygus ir sklaidos nuostoliai pasiskirsto tolygiai, bet stebimos viena ar kelios didelės sklaidos nuostolių vertės, kas ir stebima iš paviršiaus žemėlapio (3.7 pav. kairėje) ir verčių kiekių (3.7 pav. dešinėje).



3.6 pav.: Kairėje: sklaidos nuostolių statistika iš 45 bandinių, punktyrinė linija ties 0,011% apibūdina bendrą visų bandinių medianą; dešinėje: verčių kiekiai parinktose imtyse (stulpeliai) ir sklaidos koeficientai (kvadratukai). Tamsiai mėlyna linija rodo ribą tarp bandinių su dideliu variacijos koeficientu ir mažu variacijos koeficientu



3.7 pav.: Bandinio Nr. 45 paviršiaus žemėlapis (kairėje) ir verčių dažnių stulpelinė diagrama (dešinėje): kaip numatoma iš variacijos koeficiento ir verčių imtyse kiekio, stebime vieną didelės sklaidos maksimumą paviršiuje, kai likęs paviršius atrodo gana homogeniškas

Optinių padėklų vidutinė pralaidumo kreivė su standartiniu nuokrypiu pavaizduota 3.8 pav. Stebima, kad pralaidumas tarp padėklų skiriasi nežymiai – prietaiso paklaidų ribose.



3.8 pav.: Optinių padėkliukų pralaidumo vidurkio kreivė (linija), brūkšniukais atvaizduotas vidurkis \pm standartinis nuokrypis

Toliau atlikti plokštiškumo (3.9 pav. kairėje) ir lęšiškumo parametrų matavimai (3.9 pav. dešinėje). Trys bandiniai (6,7%) neatitinka tiekėjui keliamų reikalavimų plokštiškumui ($\langle \lambda/10 \ 3.9 pav.$ kairėje ištisinė linija ties 0,1 verte), nors bendra plokštiškumo mediana siekia 0,069 λ . Stebint lęšiškumo parametrą, matome, kad 4 bandiniai (8,9%) turi teigiamą lęšiškumą, kai visiems kitiems stebimas neigiamas lęšiškumas.



3.9 pav.: Kairėje: visų bandinių plokštiškumas, vientisa linija ties 0,10 nurodo reikalavimą tiekėjui, punktyrinė linija ties 0,069 parodo visų bandinių medianą; dešinėje: lęšiškumo parametro vertės, tamsi vientisa linija ties -0,031 nurodo visų bandinių medianą

Dėl tiesioginio prietaiso sąlyčio su S1 paviršiumi paskutinis matavimas buvo šiurkštumo. Matavimai atlikti dvejose bandinio vietose, o apskaičiuotas vidutinis šiurkštumas visų bandinių pateiktas 3.10 pav. Bendra visų bandinių šiurkštumo mediana siekia 0,33 nm ir visų bandinių šiurkštumas neviršijo 0,5 nm, kas rodo kad optiniai elementai tinkami lazerių optinių komponentų gamyboje.



3.10 pav.: Optinių padėkliukų šiurkštumo vertės: tamsi linija ties 0,33 nm atvaizduoja visų bandinių medianą

3.3.2. Optinių padėklų charakterizavimas po plazminio ėsdinimo

Šiame skyriuje aptariami optiniai padėklai, kuriems buvo atliktas plazminis ėsdinimas, valymas deguonimi ir kaitinimas.

3.3.2.1. Optinių padėklų kokybė po ėsdinimo skirtingais gyliais

Ėsdinimui naudota plazma, kurios galia buvo 1 kW, ėsdinimų gylis apsprendžiamas pagal ėsdinimo trukmę. Ėsdinimo gyliai pasirinkti nuo 50 nm iki 500 nm plius papildomas taškas ties 1000 nm. Tokie gyliai pasirinkti siekiant ne nuėsdinti visą PPĮ sluoksnį, kaip dauguma tyrėjų bando atlikti [13, 14, 58, 65], bet norint nuėsdinti tik Bilbio sluoksnį ir taip pagerinti pažeidimo slenkstį, bet išlaikyti nepakitusią paviršiaus kokybę.

Sklaidos nuostoliai atlikus ėsdinimą skirtingais gyliais visais atvejais mažėjo. 3.11 paveiksle kairėje pateiktos sklaidos nuotolių medianos vertės prieš (šviesus stulpelis) ir po ėsdinimo (tamsus stulpelis). Horizontali linija po stulpeline diagrama su rodyklėmis rodo augimą (rodyklė į viršų) arba verčių mažėjimą (rodyklė žemyn). Skaičius rodo kiek kartų vertė augo arba mažėjo (taip bus patiekti ir kiti pamatuoti paviršiaus kokybės parametrai). Didžiausias sklaidos nuostolių mažėjimas stebimas nuėsdintiems bandinimas iki 500 nm ir 1000 nm gylio, pokytis siekia 29,1 ir 31,5 karto atitinkamai. Stebint variacijos koeficiento vertes (3.11 pav. dešinėje kvadratukai) stebima, kad verčių išsibarstymas 500 nm ir 1000 nm gylio bandiniams yra gana aukštas. Pagal verčių kiekius parinktose imtyse (3.11 pav. dešinėje stulpeliai) matome, kad verčių nėra daug, bet jos nėra artimos vienos kitoms, dėl didelio variacijos koeficiento. Stebint žemėlapius ir verčių skaičiavimus nustatytoje imtyje, tas ir matoma (3.12 ir 3.13 pav.).



3.11 pav.: Kairėje pateiktos sklaidos nuostolių medianos prieš ir po ėsdinimo, o horizontali skalė apačioje rodo santykinį sklaidos nuostolių mažėjimą (rodyklė žemyn) arba didėjimą (rodyklė aukštyn); dešinėje: verčių kiekiai parinktose imtyse (stulpeliai) ir sklaidos koeficientai (kvadratukai). Tamsiai mėlyna linija rodo ribą tarp bandinių su dideliu variacijos koeficientu ir mažu variacijos koeficientu



3.12 pav.: Kairėje sklaidos nuostolių žemėlapis, dešinėje - verčių skaičiavimas nustatytoje imtyje: ėsdinimas atliktas 1 kW galia, nuėsdinta 500 nm



3.13 pav.: Kairėje sklaidos nuostolių žemėlapis, dešinėje - verčių skaičiavimas nustatytoje imtyje: ėsdinimas atliktas 1 kW galia, nuėsdinta 1000 nm

Bandiniams, kurių numeriai yra 27 (ėsdinimo gylis 50 nm) ir 28 (ėsdinimo gylis 100 nm) stebimas 1,3 karto sklaidos nuostolių sumažėjimas (3.11 pav. kairėje). Taip pat jų variacijos koeficientai yra patys mažiausi ir nesiekia 0,1 ribos (3.11 pav. dešinėje). Bet jų verčių kiekiai nustatytose imtyse siekia 17 ir 15 atitinkamai, lyginant su 10 ir 22 bandiniais, jų verčių kiekiai nustatytose imtyse buvo 4 ir 3 vertės atitinkamai. Pagal šią analizę santykių prieš ėsdinimą ir po ėsdinimo lentelėje (3.21 pav.) sklaidos nuostolių eilutėje raudonai pasižymime bandinius numeriais 22 (ėsdinimo gylis 500 nm) ir 10 (ėsdinimo gylis 1000 nm), kurių sklaidos nuostoliai ženkliai sumažėjo ir verčių skaičiai parinktame intervale yra mažiausi, o žaliai pažymime 27 ir 28 bandinius, nes jų sklaidos nuostoliai taip pat mažėjo ir variacijos koeficientai yra mažiausi. Toliau kiti parametrai bus analizuojami tokiu pat principu, o tinkamiausi variantai žymimi santykių lentelėje (3.21 pav.).

Atlikus pralaidumo matavima nuo 185 nm iki 355 nm po ėsdinimo, stebimas maksimaliai iki 0,5% pralaidumo sumažėjimas nuo 92,6% iki 92,1% srityje nuo 240 nm iki 350 nm (3.14 pav. kairėje). Tuo tarpu nuo 185 nm iki 240 nm bangos ilgių diapazone pralaidumas sumažėja maksimaliai per 1,8% vertę nuo 91,5% iki 89,7% ties 185 nm bangos ilgiu. Didžiausias pralaidumo sumažėjimas stebimas optiniam padėklui, kuris nuėsdintas iki 100 nm, tuo tarpu mažiausias pralaidumo sumažėjimas stebimas optiniam padėklui, kuris nuėsdintas iki 500 nm. Toks pralaidumo sumažėjimas atsiranda dėl padidėjusio atspindžio (3.15 pav.). Nors nuo 185 nm iki 210 nm diapazone, bandiniams nuėsdintiems nuo 50 iki 200 nm gylio stebimas ir pralaidumo mažėjimas, ir atspindžio mažėjimas. Šiai sričiai po ėsdinimo, pagal teorinius skaičiavimus, turėjo padidėti sklaida iki 10 kartų. Taip pat susidarė papildomi šaltiniai šviesos nuostoliams, kuriuos reiktų detaliau ištirti. Pralaidumas ties 355 nm bangos ilgiu vidutiniškai mažėjo per 0,12%, o atspindžio koeficientas padidėjo per 0,06%. Kadangi sklaidos nuostoliai atspindyje taip pat mažėjo, tikėtina, kad didėjo sklaida pralaidume ir arba sugertis.



3.14 pav.: Optinių padėkliukų pralaidumas kairėje: prieš ir po optinių padėklų ėsdinimo, o spektras pavaizduotas nuo 185 nm iki 350 nm; dešinėje: optinių padėklų pralaidumas po ėsdinimo nuo 185 iki 240 nm spektrinėje srityje



3.15 pav.: Optinių padėkliukų atspindžio kreivė registruota nuo dviejų paviršių: ištisinė linija visi bandiniai prieš ėsdinimą, taškuota linija - po ėsdinimo įvairiais gyliais

Toliau tirtas bandinių plokštiškumas ir lęšiškumas 3.16 pav. kairėje ir dešinėje atitinkamai. Tiekėjui nurodytas plokštiškumo parametras buvo $\lambda/10$, kai bangos ilgis 632,8 nm. Analizuojant plokštiškumo parametrą siekiama, kad šis parametras mažėtų arba jei didėja, tai kiek įmanoma mažiau. Pagal šį kriterijų geriausias rezultatas nuėsdinus iki 100 nm gylio, kai plokštiškumas mažėjo iki 1,1 karto (santykių lentelėje 3.21 pav. pirma eilutė pažymėta raudonai), o antras pagal gerumą rezultatas, tai ėsdinimas iki 50 nm, kai plokštiškumas padidėjo, bet tas didėjimas itin mažas (per 0,006 λ).



3.16 pav.: Kairėje: visų bandinių plokštiškumas, vientisa linija ties 0,10 nurodo reikalavimą tiekėjui; dešinėje: lęšiškumo parametro vertės; po stulpelinėmis diagramomis parodytas santykinis vertės padidėjimas (rodyklė aukštyn) arba sumažėjimas (rodyklė žemyn)

Analizuojant lęšiškumą siekiama, kad lęšiškumas kiek įmanoma liktų nepakitęs. Nors iš pirmo žvilgsnio atrodytų, kad geriau, kai lęšiškumas keičiasi į mažėjimo pusę ir artėja prie 0, bet gamybos metu nežinant pradinio lęšiškumo, toks pokytis gali lemti tai, kad lęšiškumas iš išgaubto pereis į įgaubtą. Mažiausiai lęšiškumas keitėsi nuėsdinus iki 50 nm gylio ir iki 1000 nm gylio. Didžiausias lęšiškumo pokytis (2,4 kartai) stebimas optiniam padėklui nuėsdintam iki 500 nm.

Jau stebint sklaidos nuostoliu vertes, kurios mažėjo po ėsdinimo, suprantama, kad mažėjo ir paviršiaus šiurkštumas. Tą patvirtina ir matavimai atominės jėgos mikroskopu (3.17 pav.). Stebint šiurkštumo standartinius nuokrypius po ėsdinimo proceso, matoma, kad nuėsdintu bandiniu iki 500 nm ir iki 1000 nm standartiniai nuokrypiai yra didesni nei nuėsdintų nuo 50 iki 200 nm. Iš sklaidos žemėlapių optiniams padėklams nuėsdintų iki 500 nm (3.12 pav.) ir iki 1000 nm (3.13 pav.) matoma, kad paviršiaus sklaida gana maža, bet paviršiuje nemažai maksimaliu verčiu, kurios tolygiai pasiskirsčiusios visame paviršiuje. Toliau analizuojant paviršiaus profili, pamatuota atominės jėgos mikroskopu, matoma, kad optinio padėkliuko nuėsdinto iki 500 nm, vinoje vietoje stebimas tolygenis paviršius (3.18 pav. kairėje) nei kitoje vietoje (3.18 pav. dešinėje). Optiniam padėkliukui, nuėsdintam iki 1000 nm, stebimas ne tik netolygus paviršius, bet ir taškiukai visame paviršiuje (3.19 pav.). Tie taškiukai gali būti isispaudusios poliravimo dalelės [73, 157]. Įvairūs defektai stebimi ir optiniams padėklams nuėsdintiems iki 200 nm. Švariausias (be defektų) ir lygiausias paviršius stebimas optiniam padėklui, nuėsdintam iki 500 nm (3.18 pav.) Šio bandinio paviršiaus šiurkštumas taip pat labiausiai pagerėjo, lyginant su pradine optinio padėklo šiurkštumo verte (1,4 karto) (3.21 pav. 3 eilutė).



3.17 pav.: Optinių padėkliukų šiurkštumo vertės matuotos atominės jėgos mikroskopu



3.18 pav.: Optinio padėkliuko, nuėsdinto iki 500 nm, paviršiaus profiliai matuoti AJM skirtingose vietose: stebima, kad vienoje vietoje paviršius tolygesnis nei kitoje vietoje, bet bendras vaizdas yra be defektų



3.19 pav.: Optinio padėkliuko, nuėsdinto iki 1000 nm, paviršiaus profiliai matuoti AJM skirtingose vietose: stebima, kad vienoje vietoje paviršius tolygesnis nei kitoje vietoje. Be šio netolygumo stebimi ir taškiukai visame paviršiuje, kurie gali būti įsispaudusios poliravimo medžiagos dalelės [73, 157]

Atlikus pažaidos lazerinei spinduliuotės slenksčio matavimus stebima, kad lyginant su pradiniu tik nuplautu optiniu padėklu (3.20 pav. pirmas stulpelis su 0 nm gyliu), PLSS didėjo nuo 3,5 (nuėsdinus 50 nm) iki 5 kartų (nuėsdinus 500 nm) pagal APPP rezultatą (3.20 pav. šviesus stulpelis). Tokia pati situacija stebima ir PLSS, kai tikimybė yra 50%, tiktai PLSS vertė pasikeitė nuo 7,4 kartų, kai nuėsdinta iki 50 nm, iki 9 kartų, kai nuėsdinta iki 500 nm (3.20 pav. tamsus stulpelis). Aukščiausias rezultatas pasiektas nuėsdinus 500 nm.



3.20 pav.: Optinių padėkliukų, nuėsdintų skirtingais gyliais (skaičiai virš stulpelių, matavimų vienetai nm), pažeidimų lazerine spinduliuote slenksčiai: šviesus stulpelis rodo aukščiausią energijos tankį prieš pirmą pažeidimą, tamsus stulpelis rodo 50% tikimybės energijos tankio tendenciją; linijos su rodyklėmis apačioje rodo PLSS santykį: rodyklė aukštyn – didėjimą, rodyklė žemyn – mažėjimą. Pirmas stulpelis (bandinys L13), tai optinis padėklas be jokio papildomo apdirbimo

Visų, išskyrus pralaidumo ir atspindžio, matavimų rezultatai apibendrinti santykių lentelėje (3.21 pav.). Viršuje surašyti nuėsdinti gyliai, toliau eilutėmis: plokštiškumo, lęšiškumo, šiurkštumo, sklaidos nuostolių, PLSS, kai tikimybė 50% ir PLSS aukščiausios vertės prieš pirmą pažeidimą santykiai. Mėlynos rodyklės žemyn rodo kiek vertės mažėjo po ėsdinimo, o rodyklės aukštyn rodo kiek vertės didėjo po ėsdinimo (kaip ir matavimų grafikuose atskiruose matavimuose). Raudonas rėmelis žymi geriausią to matavimo rezultatą, žalias rėmelis - antrą pagal gerumą rezultatą. Stebima, kad su geriausiais rezultatais daugiausiai pažymėtas ėsdinimas iki 500 nm, bet čia prasčiausi plokštiškumo ir lęšiškumo rezultatai, jei žinomas prieš ėsdinimą buvęs plokštiškumas, o po ėsdinimo optiniai padėklai vis dar atitinka jiems keliamus reikalavimus, tai į tokį plokštiškumo ir lęšiškumo pokyti galima būtų nekreipti dėmesio. Toliau antras pagal gerumą būtų ėsdinimas iki 1000 nm. Nors prie visų gylių gauti šiurkštumai yra mažesni nei optinių padėklų prieš papildomą apdirbimą, bet šiurkštumo gerėjimas nuo 500 nm yra stebėtas ir kitų mokslinių grupių [73].



3.21 pav.: Paviršiaus kokybės ir PSLL matavimų santykių palyginimo lentelė, kai optiniai padėklai buvo ėsdinti skirtingais gyliais: viršutinė eilutė rodo apdirbimo parametrus, toliau eilutės nurodo plokštiškumo, lęšiškumo, šiurkštumo, sklaidos nuostolių ir PSLL esant 50% tikimybei ir APPP santykius. Rodyklė į viršų žymi, kad to parametro vertė po apdirbimo didėjo, o rodyklė žemyn rodo, kad parametro vertė po apdirbimo mažėjo

3.3.2.2. Optinių padėklų kokybė po ėsdinimo skirtingomis plazmos galiomis

Toliau atliktas tyrimas optinius padėklus ėsdinant skirtingomis plazmos galiomis. Pasirinkti du ėsdinimo gyliai: iki 500 nm, nes šis gylis parodė geriausius rezultatus. O antras gylis pasirinktas 100 nm, tikintis pagerinti šio gylio rezultatus. Nes kuo didesnį gylį reikia nuėsdinti, tuo procesas užtrunka ilgiau.

Iš sklaidos rezultatų stebima, kad didžiausias sklaidos nuostolių sumažėjimas stebimas nuėsdinus 500 nm, kai plazmos galia siekia 1,5 kW (3.22 pav. kairėje). Sklaidos nuostolių santykis siekia 33,6 karto. Tarp 100 nm gylio ėsdinimų geriausias rezultatas stebimas su 2 kW galia (13,2 karto). Bendrai, ėsdintiems bandiniams iki 100 nm, didėjant plazmos galiai, sklaidos nuostoliai mažėja, bet didėja verčių išsibarstymas (3.22 pav. dešinėje kvadratai). Bandiniams ėsdintiems iki 500 nm tokia tendencija nestebima. Pagal variacijos koeficientus, mažiausias verčių išsibarstymas stebimas bandiniams ėsdintiems 1 kW galia iki 100 nm. Čia matomas aukštas verčių skaičius parinktuose intervaluose, kas rodo, kad vertės koncentruojasi apie vidurkį ir medianą. Toliau pagal variacijos koeficientą ir verčių kiekį imtyje geriausiai atrodo bandinys ėsdintas iki 500 nm su 2 kW plazmos galia. Sklaidos nuostoliai šiam bandiniui taip pat parodė ženklų mažėjimą po ėsdinimo, bet tarp bandinių ėsdintų iki 500 nm, tai prasčiausias rezultatas (sklaida sumažėjo 17,3 karto). Sklaidos sumažėjimo atžvilgiu geriausias bandinys pasireiškia žemu verčių kiekiu nustatytoje imtyje, bet su aukštu (0,35) variacijos koeficientu, kas parodo, kad bandinys nuėsdintas tolygiai, tik pasitaiko atsitiktinių defektų. Tą matome ir iš sklaidos nuostolių žemėlapio (3.23 pav. kairėje) ir verčių kiekių nustatytose imtyse stulpelinės diagramos (3.23 pav. dešinėje).



3.22 pav.: Kairėje: sklaidos nuostolių medianos prieš ėsdinimą (šviesūs stulpeliai) ir po ėsdinimo (tamsūs stulpeliai), apačioje pateikta santykiniai dydžiai, o rodyklės rodo žemyn, kai po ėsdinimo sklaida mažėjo ir į viršų, kai sklaidos nuostoliai didėjo; dešinėje: verčių kiekiai parinktose imtyse (stulpeliai) ir sklaidos koeficientai (kvadratukai). Tamsiai mėlyna linija rodo ribą tarp bandinių su dideliu variacijos koeficientu ir mažu variacijos koeficientu



3.23 pav.: Optinio padėklo, nuėsdinto iki 500 nm gylio, kai plazmos galia 1,5 kW, sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir verčių kiekių parinktoje imtyje stulpelinė diagrama (dešinėje): stebima, kad sklaidos nuostoliai pasiskirsto gana tolygiai, bet matosi keli ryškūs maksimumai

Kaip ir su skirtingais gyliais, taip ir esant ėsdinimui skirtingomis galiomis, stebimas pralaidumo mažėjimas (3.24 pav. kairėje), o ypač spektrinėje srityje nuo 185 nm iki 240 nm (3.24 pav. dešinėje). Pastarojoje srityje pokytis siekia 1,8%. Tuo tarpu nuo 240 nm iki infraraudonosios sryties (1100 nm), pokytis siekia maksimaliai 0,8% ties 240 nm ir po to mažėja iki 0,2% ties 1100 nm (čia grafiškai neparodyta). Pralaidumo vertės ties 355 nm sumažėjo maksimaliai per 0,32%. Tuo tarpu stebimas atspindžio didėjimas: srityje nuo 185 nm iki 350 nm atspindžio vertė maksimaliai padidėjo per 0,2%. Sklaidos nuostoliai atspindyje maksimaliai sudaro 0,01%, tai likusi šviesos dalis gali būti išsklaidyta pralaidume, taip pat sugerta.



3.24 pav.: Optinių padėkliukų pralaidumo kreivės 185-350 nm diapazone (kairėje) ir 185-240 nm diapazone (dešinėje): stebima, kad spektrinėje srityje iki 240 nm pralaidumas prastėjo labiau nei kitoje spektro srityje



3.25 pav.: Optinių padėkliukų atspindžio kreivės registruotos nuo dviejų paviršių 185-350 nm bangos ilgio diapazone: stebima, kad po ėsdinimo daugumos bandinių atspindžio koeficientas didėjo

Plokštiškumo atžvilgiu geriausias rezultatas (mažėjo 1,1 karto) pasiektas optiniam padėklui ėsdintam 1 kW galia iki 100 nm gylio (3.26 pav. kairėje). Antras pagal gerumą rezultatas yra plokštiškumo padidėjimas 1,1 karto, kuris stebimas bandiniams ėsdintiems su 1,5 kW galia, kai ėsdinimo gylis siekė 100

nm ir 500 nm. Toliau didėjant Ar plazmos galiai iki 2 kW plokštiškumas ženkliai prastėja (1,6 karto, optiniams padėklams ėsdintiems ir iki 100 nm, ir iki 500 nm).

Lęšiškumo matavimas parodė, kad mažiausiai lęšiškumas kito bandiniams ėsdintiems 1,5 kW iki 100 nm (bandinio Nr. 40) ir 2 kW iki 500 nm (bandinio Nr. 18) gylio (3.26 pav. dešinėje). Bandinio Nr.40 lęšiškumas šiek tiek mažėjo (santykis prieš ir po 1,0), o bandinio nr.18 lęšiškumas didėjo 1,2 kartus.



3.26 pav.: Kairėje: visų bandinių plokštiškumas, vientisa linija ties 0,10 nurodo reikalavimą tiekėjui; dešinėje: lęšiškumo parametro vertės

Po matavimų atominės jėgos mikroskopu ir paviršiaus šiurkštumo įvertinimo (3.27 pav.) stebima, kad visiems bandiniams šiurkštumas mažėjo išskyrus bandini Nr.32, ėsdinta 2 kW galia iki 100 nm gylio. Šio bandinio šiurkštumas augo 2.7 karto, nors sklaidos nuostoliai mažėjo. Iš sklaidos nuostolių žemėlapio (3.28 pav. kairėje), matoma, kad visas plotas pasižymi dideliais sklaidos nuostolių maksimumais. Taip pat šiam bandiniui stebėtas aukštas variacijos koeficientas (0,63) ir didelis verčių kiekis parinktoje imtyje (14 vnt.) (3.22 pav.)dešinėje). Kas rodo, kad paviršius yra labai netolygus. Pagal sklaidos matavimus, naudojami filtrai, kad fotodaugintuvas neįsisotintų, tokiu būdų tikėtina, kad tie sklaidos maksimumai gali būti dar didesni. Vertinant rezultatus iš atominės jėgos mikroskopu darytų paviršiaus profilių ir skaičiuojant jų šiurkštumą (3.29 pav.) matome, kad vienas plotas yra labai aukštos kokybės (šiurkštumas 0.142 nm – kairėje), o kitas žymiai prastesnis (šiurkštumas vra 1,17 nm – dešinėje). Stebint įvairių bandinių sklaidos nuostolių žemėlapius, taip pat pastebimi skirtingu plotų, skirtingi sklaidos nuostolių lygiai (pvz.: 34 bandinys 3.30 pav.). Nors UAB "Lidaris" turėjo kitus bandinius PLSS matavimams, bet jie buvo iš tos pačios partijos, kaip ir paviršiaus kokybės matavimų bandiniai. UAB "Lidaris" savo tirtiems bandiniams taip pat užfiksavo tam tikras dėmes apdirbtų bandinių paviršiuje (3.31 pav.). Vaizdų registravimui naudota tamsaus lauko mikroskopija. Dėmės stebėtos įvairiuose bandiniuose: ėsdintuose skirtingomis galiomis, ėsdintuose skirtingais gyliais, neėsdintuose, o tik atkaitintuose ir kituose. Dėmės atsitiktinės ir susijusios su netolygiu mechaniniu šlifavimu ir poliravimu. Norint jas pašalinti, reikalingas ėsdinimas per visą dėmių gylį arba šlifavimo ir poliravimo technologijos ar proceso gerinimas.



3.27 pav.: Optinių padėkliukų ėsdintų skirtingomis plazmos galiomis ir gyliais iki 100 nm ir iki 500 nm šiurkštumas (tamsus stulpelis) ir optinių padėklų šiurkštumas prieš ėsdinimą (šviesus stulpelis)



3.28 pav.: Optinio padėklo ėsdinto 2 kW plazmos galia iki 100 nm gylio sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir verčių dažnių parinktose imtyse stulpelinė diagrama (dešinėje)



3.29 pav.: Optinių padėkliukų ėsdintų 2 kW galios plazma iki 100 nm paviršiaus vaizdas, užfiksuotas atominės jėgos mikroskopu: kairėje šiurkštumas ženkliai mažesnis (0,142 nm) nei dešinėje (1,17 nm) pavaizduotame plote



3.30 pav.: Optinio padėklo ėsdinto 1 kW plazmos galia iki 500 nm gylio ir valytu deguonies jonais sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir verčių dažnių parinktose imtyse stulpelinė diagrama (dešinėje)



3.31 pav.: Dėmės, optiniuose padėkluose po apdirbimo, užfiksuotos tamsaus lauko mikroskopu



3.32 pav.: Optinių padėkliukų, nuėsdintų skirtingomis galiomis ir dviem gyliais (100 nm ir 500 nm), pažeidimų lazerine spinduliuote slenksčiai: šviesus stulpelis rodo aukščiausią energijos tankį prieš pirmą pažeidimą, tamsus stulpelis rodo 50% tikimybės energijos tankio tendenciją; linijos su rodyklėmis apačioje rodo PLSS santykį: rodyklė aukštyn – didėjimą, rodyklė žemyn – mažėjimą. Pirmas stulpelis (bandinys L13), tai optinis padėklas be jokio papildomo apdirbimo

Įvertinus optinių komponentų paviršiaus kokybę ir parinkus paviršiuje vietą be dėmių, buvo atlikti PLSS matavimai (3.32 pav.). Aukščiausias PLSS registruotas bandiniui ėsdintam 2 kW plazmos galia iki 500 nm gylio. Lyginant su optiniu padėklu be papildomo apdirbimo, PLSS APPP lygyje padidėjo 9,6 kartus. Tuo tarpu didžiausia PLSS vertė esant 50% tikimybei stebėta bandiniui ėsdinam 2 kW galia iki 100 nm gylio, o santykis prieš ir po apdirbimo yra 10,4 kartai. Stebint tendenciją, tai PLSS didėjimas vyksta didinant galią, kai ėsdinimo gylis yra iki 500 nm, tuo tarpu ėsdinimui iki 100 nm aiškios tendencijos nėra, priešingai nei su sklaidos nuostolių matavimu (3.22 pav.). Iš visų atliktų ėsdinimų ir papildomų veikimų, pastebima, kad ėsdinant iki 500 nm 2 kW AR plazmos galia pasiekta aukščiausia PSLL APPP vertė (77,4 J/cm²).

Apibendrinant rezultatus optinius padėklus ėsdinant skirtingomis galiomis (žr. santykių lentelę 3.33 pav.), stebima, kad didesnė plazmos galia yra geresnis pasirinkimas, nei žemesnė galia. Taip pat nepavyko ženkliai pagerinti kokybės ėsdinimui iki 100 nm. Geriausias pasirinkimas būtų tarp ėsdinimo iki 500 nm gylio ir, priklausomai nuo reikiamų parametrų – geresnis šiurkštumas ir mažesni sklaidos nuostoliai ar aukštesnis PLSS, ėsdinimas 1,5 kW arba 2 kW galia. Lyginant su rezultatais, kai buvo ėsdinti skirtingi gyliai, stebima, kad paviršiaus šiurkštumas nebuvo pagerintas didinant galią, bet sklaidos nuostoliai sumažėjo (nuo 29,1 karto iki 33,6 kartų). Plokštiškumo ir lęšiškumo kitimas yra nepastovus. Tuo tarpu PLSS vertės, ėsdinant iki 500 nm gylio, didėja didėjant plazmos galiai.



3.33 pav.: Paviršiaus kokybės ir PSLL matavimų santykių palyginimo lentelė, kai optiniai padėklai buvo ėsdinti dviem gyliais ir skirtingomis galiomis: viršutinė eilutė rodo apdirbimo parametrus, toliau eilutės nurodo plokštiškumo, lęšiškumo, šiurkštumo, sklaidos nuostolių ir PSLL esant 50% tikimybei ir APPP santykius. Rodyklė į viršų žymi, kad to parametro vertė po apdirbimo didėjo, o rodyklė žemyn rodo, kad parametro vertė po apdirbimo mažėjo; raudonas rėmelis apie vertę rodo, kad tai geriausias rezultatas, o žalias rėmelis rodo, kad rezultatas taip pat tenkina reikalavimus

3.3.2.3. Optinių padėklų kokybė po ėsdinimo ir valymo deguonies jonais

Toliau buvo tirtas valymo deguonies jonais efektas ėsdintiems bandiniams. Kaip tyrime su skirtingomis galiomis, taip ir čia, buvo pasirinkti ėsdinimo gyliai iki 100 nm ir iki 500 nm, tik po ėsdinimo, šie bandiniai papildomai buvo veikiami deguonies jonais. Viena dalis bandinių veikti trumpą laiko tarpą, o kita dalis bandinių paveikti deguonies jonais 6 kartus ilgiau. Palyginimui, taip pat pateikiama nepaveiktų deguonies jonais bandinių paviršiaus kokybės parametrai ir PLSS matavimų rezultatai.

Sklaidos nuostoliai visais atvejais mažėjo, lyginant su neapdirbtais optiniais padėklais (3.34 pav. kairėje). Didžiausias santykis (37,3 kartai) sklaidos nuostolių prieš ir po apdirbimo stebimas bandiniui, kuris ėsdintas iki 500 nm ir trumpai paveiktas deguonies jonais. Antroje vietoje pagal gerumą būtų ėsdinimas iki 100 nm ir veikiant paviršių deguonies jonais 6 kartus ilgiau, nei prieš tai aprašytas bandinys. Tuo tarpu lyginant deguonimi nepaveiktą bandinį ėsdintą iki 500 nm su bandiniu, ėsdintu iki 100 nm, bet ilgai paveiktu deguonimi, stebimas didesnis sklaidos nuostolių mažėjimo santykis (nuo 29,1 karto iki 32,4 kartų). Vadinasi sklaidos nuostolių atžvilgiu būtų galima atlikti ėsdinimą iki 100 nm, bet dar reiktų papildomo apdirbimo deguonies jonais.



3.34 pav.: Kairėje: sklaidos nuostolių medianos prieš (šviesūs stulpeliai) ir po ėsdinimo ir poveikio deguonies jonais (tamsūs stulpeliai); dešinėje: verčių kiekiai parinktose imtyse (stulpeliai) ir sklaidos koeficientai (kvadratukai). Tamsiai mėlyna linija rodo ribą tarp bandinių su dideliu variacijos koeficientu ir mažu variacijos koeficientu

Toliau analizuojant variacijos koeficientus ir verčių kiekius parinktose imtyse (3.34 pav. dešinėje), matome, kad optiniams padėklams paveiktiems deguonimi variacijos koeficientai yra aukšti (virš 0,3), taip pat verčių skaičius didėja pradedant nuo 5 verčių parinktoje imtyje, kas rodo, kad paviršiai turės stebimus sklaidos nuostolių maksimumus. Palyginimui bandinio, nepaveikto deguonimi, bet ėsdinto iki 100, sklaidos nuostoliai yra didžiausi (mediana apie 0,01%), bet variacijos koeficientas mažesnis už 0,1, tai sklaidos žemėlapyje nestebimi žymūs maksimumai, o visos sklaidos nuostolių vertės išsidėsčiusios apie medianą (3.35 pav.). Tuo tarpu bandinys, kuris buvo paveiktas deguonies jonais ir rodo mažiausius sklaidos nuostolius (apie 0,0003%), pasižymi sklaidos maksimumais (3.36 pav.).



3.35 pav.: Optinio padėklo, nuėsdinto iki 100 nm gylio, bet nepaveikto deguonies jonais sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir verčių dažnių stulpelinė diagrama (dešinėje):nors sklaidos nuostolių mediana siekia 0,01%, bet paviršius homogeniškas



3.36 pav.: Optinio padėklo, nuėsdinto iki 500 nm gylio ir paveikto deguonies jonais sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir verčių dažnių stulpelinė diagrama (dešinėje): nors sklaidos nuostoliai siekia 0,0003%, bet paviršiuje stebimi maksimumai, kurių vertės 3,7 kartus ar daugiau didesnės nei mediana

Kaip ir prieš tai ėsdintų bandinių skirtingais gyliais ir po to naudojant skirtingas galias, taip ir veikiant deguonies jonais stebimas pralaidumo mažėjimas (3.37 pav.) ir atspindžio koeficiento didėjimas (3.38 pav.). Didžiausias pralaidumo sumažėjimas siekia 1,8% ties 190 nm, kas stebima ir visuose prieš tai pralaidumo spektruose ėsdintuose skirtingais gyliais ir skirtingomis galiomis. Pralaidumas vidutiniškai sumažėjo tik per 0,2% 355 nm bangos ilgiui.



3.37 pav.: Kairėje: optinių padėkliukų prieš ėsdinimą (ištisinė linija) ir po ėsdinimo (brūkšniuota linija) pralaidumo spektrai nuo 185 nm iki 350 nm spektrinėje srityje; Dešinėje: optinių padėkliukų po ėsdinimo pralaidumo spektrai nuo 185 iki 240 nm spektrinėje srityje



3.38 pav.: Atspindžio koeficiento spektras registruotas nuo dviejų paviršių prieš ėsdinimą (ištisinė linija) ir po ėsdinimo (brūkšniuota linija) 185 nm iki 350 nm spektrinėje srityje



3.39 pav.: Kairėje: visų bandinių plokštiškumas, vientisa linija ties 0,10 nurodo reikalavimą tiekėjui; dešinėje: lęšiškumo parametro vertės

Veikimas deguonies jonais po ėsdinimo paviršiaus plokštiškumui dauguma atvejų didelės įtakos nepadarė (plokštiškumas didėjo 1,1 karto 3.39 pav. kairėje), išskyrus bandinį ėsdintą iki 500 nm ir trumpai paveiktą deguonies jonais (3.40 pav.). Jo plokštiškumas padidėjo 2,2 karto, o lęšiškumas padidėjo 5 kartus. Iš interferogramos (3.40 pav.) matosi, kad apdirbimo metu stipriau buvo paveikta centrinė bandinio dalis. Iš lęšiškumo matavimų matosi, kad visų bandinių, paveiktų deguonies jonais, lęšiškumas kito nežymiai, išskyrus jau aprašytą atvejį. Pagal stebimą lęšiškumo pokytį galima sakyti, kad centrinė bandinių dalis veikiama ne vienodai, lyginant su kraštais.



3.40 pav.: Kairėje: optinio padėklo interferograma prieš
 ėsdinimą; dešinėje: optinio padėklo po ėsdinimo iki 500 nm ir trumpo veikim
o ${\rm O}_2$ jonais interferograma



3.41 pav.: Optinių padėkliukų ėsdintų iki 100 nm ir 500 nm, o po to veiktų $\rm O_2$ jonais šiurkštumas prieš ėsdinimą (šviesūs stulpeliai) ir po ėsdinimo (tamsūs stulpeliai)

Iš matavimų atominės jėgos mikroskopu stebimas nežymus paviršiaus šiurkštumo pagerėjimas po veikimo deguonies jonais: po ėsdinimo Ar plazma optinių padėklų šiurkštumas šiek tiek sumažėjo nuėsdintam iki 100 nm ir 1,4 kartus sumažėjo ėsdintam iki 500 nm gylio (3.41 pav.). Po trumpo poveikio deguonies jonais paviršiaus šiurkštumas sumažėjo 1,3 kartus ėsdintam iki 100 nm ir 1,6 kartus ėsdintam iki 500 nm. Bandiniams paveiktiems deguonies jonais 6 kartus ilgiau, nei prieš tai, šiurkštumas sumažėjo tik 1,2 karto ėsdintam iki 100 nm ir 1,6 kartus ėsdintam iki 500 nm. Ilgesnis veikimas deguonies jonais didesnio poveikio šiurkštumui nepadarė.

Iš PLSS matavimų matoma, kad geriausias rezultatas pasiektas su bandiniu ėsdintu iki 500 nm ir ilgai veikiant deguonies jonais: APPP padidėjo 6,1 kartą, o PLSS 50% tikimybė 14 kartų (3.42 pav.). Nors APPP vertės padidėjo 6,1 kartą taip pat ir ėsdintam iki 500 nm ir trumpai veiktam deguonies jonais ir ėsdintam iki 100 nm ir ilgai veiktam deguonies jonais. Jų PLSS vertė esant 50% taip pat pakilo ženkliai: 12,5 ir 12,3 karto atitinkamai. Žiūrint į PSLL vertes visais ėsdinimo atvejais ir į papildomus poveikius, tai po ėsdinimo iki 500 nm ir ilgo veikimo deguonies jonais stebima aukščiausia PSLL vertė 50% tikimybei, PSLL vertė siekia 202,8 J/cm².



3.42 pav.: Optinių padėkliukų, ėsdintų 100 nm ir 500 nm gyliais ir papildomai valytų O₂ jonais, PLSS: šviesus stulpelis rodo aukščiausią energijos tankį prieš pirmą pažeidimą, tamsus stulpelis rodo 50% tikimybės energijos tankį; linijos su rodyklėmis apačioje rodo PLSS santykį: rodyklė aukštyn – didėjimą, rodyklė žemyn – mažėjimą. Pirmas stulpelis (L13), tai optinis padėklas be jokio papildomo apdirbimo



3.43 pav.: Paviršiaus kokybės ir PSLL matavimų santykių palyginimo lentelė, kai optiniai padėklai buvo ėsdinti dviem gyliais ir papildomai veikti O_2 jonais: viršutinė eilutė rodo apdirbimo parametrus, toliau eilutės nurodo plokštiškumo, lęšiškumo, šiurkštumo, sklaidos nuostolių ir PSLL esant 50% tikimybei ir APPP santykius. Rodyklė į viršų žymi, kad to parametro vertė po apdirbimo didėjo, o rodyklė žemyn rodo, kad parametro vertė po apdirbimo mažėjo

Apibendrinant rezultatus po ėsdinimo ir veikimo deguonies jonais stebime, kad geriausi rezultatai yra po ilgo veikimo deguonies jonais (3.43 pav.), tik reikia neužmiršti, kad stebimi didesni sklaidos maksimumai. Tuo tarpu aukšti rezultatai pasiekti ir su ėsdinimu iki 500 nm ir trumpai veikiant deguonies jonais, tik šiuo atveju didesnis blogėjimas stebimas plokštiškumui ir lęšiškumui.

3.3.2.4. Optinių padėklų kokybė po ėsdinimo ir kaitinimo

Paskutiniai eksperimentai atlikti kaitinant optinius padėklus 400°C temperatūroje. Viso proceso trukmė buvo 12 valandų. Kaitinimui naudoti trys bandiniai. Vienas iš jų neėsdintas, o tik kaitintas ir po to plautas ultragarso vonelėje (UG), ir du bandiniai ėsdinti iki 500 nm, tada kaitinti ir po to vienas plautas ultragarso vonelėje, o kitam bandiniui nupūstos dulkės suspaustu oru (SO).



3.44 pav.: Kairėje: sklaidos nuostolių medianos prieš ėsdinimą (šviesūs stulpeliai) ir po ėsdinimo, kaitinimo ir plovimo (tamsūs stulpeliai); dešinėje: verčių kiekiai parinktose imtyse (stulpeliai) ir sklaidos koeficientai (kvadratukai). Tamsiai mėlyna linija rodo ribą tarp bandinių su dideliu variacijos koeficientu ir mažu variacijos koeficientu

Sklaidos nuostolių matavimas parodė (3.44 pav. kairėje), kad tiek kaitinimas, tiek ėsdinimas ženkliai sumažino sklaidos nuostolius: nuo 29,1 karto ėsdintam iki 500 nm, bet ne kaitintam, iki 40,9 kartų ėsdintam, po to kaitintam ir plautam ultragarso vonelėje. Iš žemų verčių kiekių ir žemo (<0,1) variacijos koeficiento, matyti, kad geriausias rezultatas pasiektas nuėsdinus iki 500 nm gylio, tada kaitinus ir nuplovus ultragarso vonelėje (3.44 pav. dešinėje). Pagal verčių kiekius ir variacijos koeficientą, tai tolygiausiai atrodantis paviršius po ėsdinimo Ar plazma. Tą parodo ir sklaidos nuostolių žemėlapis (3.45 pav.).

Lyginant pralaidumo verčių prieš ir po kaitinimo skirtumą su prieš tai darytais eksperimentais, stebima, kad skirtumas yra mažiausias ir siekia 1,3% ties 190 nm bangos ilgiu ir toliau šis skirtumas mažėja (3.46 pav.). Pralaidumo skirtumas prieš ir po apdirbimo ties 355 nm siekia 0,2%. Kaip ir visuose eksperimentuose prieš tai, taip ir po kaitinimo stebimas atspindžio koeficiento didėjimas, išskyrus optinį padėklą, ėsdintą iki 500 nm be kaitinimo (3.47

pav.). Kaitinimas duoda aiškiai gerėjančius sklaidos nuostolių rezultatus su homogenišku optinio padėklo paviršiumi.



3.45 pav.: Kairėje: optinio padėklo ėsdinto iki 500 nm gylio, po to kaitinto ir plauto ultragarso vonelėje sklaidos nuostolių žemėlapis; dešinėje: verčių dažnių parinktose imtyse stulpelinė diagrama



3.46 pav.: Kairėje: optinių padėkliukų prieš apdirbimą (ištisinės linijos) ir ėsdintų iki 500 nm, kaitintų ir po to nuvalytų (brūkšniuotos linijos) pralaidumo kreivės 185-350 nm bangos ilgių diapazone; dešinėje: optinių padėkliukų po apdirbimo pralaidumo kreivės 185-240 nm bangos ilgių diapazone



3.47 pav.: Optinių padėkliukų prieš apdirbimą (ištisinės linijos) ir po ėsdinimo, kaitinimo ir plovimo (brūkšniuotos linijos) atspindžio kreivės registruotos nuo dviejų paviršių

Atlikus plokštiškumo ir lęšiškumo matavimus, stebimas visų bandinių po apdirbimo plokštiškumo didėjimas, išskyrus optinį padėklą ėsdintą iki 500 nm, po to kaitintą ir plautą ultragarso vonelėje (3.48 pav. kairėje). Iš lęšiškumo matavimo geriausias rezultatas su kaitinimu tik be jokio ėsdinimo (3.48 pav. dešinėje). Vieno bandinio lęšiškumas persikeitė iš teigiamo į neigiamą. Didžiausią poveikį lęšiškumui vis dėlto davė ėsdinimas iki 500 nm, nei pats kaitinimas.



3.48 pav.: Kairėje: visų bandinių plokštiškumas (šviesus stulpelis prieš apdirbimą, tamsus stulpelis – po ėsdinimo, kaitinimo ir valymo procesų), vientisa linija ties 0,10 rodo reikalavimą tiekėjui; dešinėje: lęšiškumo parametro vertės (spalvos analogiškos reikšmės kaip ir plokštiškumui)

Atlikus šiurkštumo matavimus atominės jėgos mikroskopu (3.49 pav.), stebimas šiurkštumo sumažėjimas 1,1 karto bandiniui, kuris buvo atkaitintas ir po to nuplautas ultragarso vonelėje. Tuo tarpu ėsdintiems bandiniams iki 500 nm tiek be atkaitinimo, tiek su atkaitinimu stebimas šiurkštumo sumažėjimas nuo 1,3 iki 1,4 kartų. Vadinasi, didesnio poveikio paviršiaus šiurkštumui atkaitinimas nepadarė.



3.49 pav.: Optinių padėkliukų šiurkštumo vertės

Atlikus PLSS matavimus (3.50 pav.) tik po kaitinimo stebimas PLSS mažėjimas 1,2 kartus tiek APPP vertei tiek esant 50% tikimybei. Tuo tarpu ėsdintiems iki 500 nm ir kaitintiems optiniams padėklams PLSS gerėjimas praktiškai
nesiskiria nuo ės
dinto iki 500 nm, bet nekaitinto. Kaitinimas įtakos PLSS vertei neturi.



3.50 pav.: Optinių padėkliukų, ėsdintų iki 500 nm, kaitintų ir nuvalytų pažeidimų lazerine spinduliuote slenksčiai: šviesus stulpelis rodo aukščiausią energijos tankį prieš pirmą pažeidimą, tamsus stulpelis rodo 50% tikimybės energijos tankio tendenciją; linijos su rodyklėmis apačioje rodo PLSS santykį: rodyklė aukštyn – didėjimą, rodyklė žemyn – mažėjimą. Pirmas stulpelis (L13), tai optinis padėklas be jokio papildomo apdirbimo



3.51 pav.: Paviršiaus kokybės ir PSLL matavimų santykių palyginimo lentelė, kai optiniai padėklai buvo ėsdinti skirtingais gyliais ir kaitinami 400°C temperatūroje: viršutinė eilutė rodo apdirbimo parametrus, toliau eilutės nurodo plokštiškumo, lęšiškumo, šiurkštumo, sklaidos nuostolių ir PSLL esant 50% tikimybei ir APPP santykius. Rodyklė į viršų žymi, kad to parametro vertė po apdirbimo didėjo, o rodyklė žemyn rodo, kad parametro vertė po apdirbimo mažėjo

Apibendrinant rezultatus po kaitinimo didžiausias gerėjimas stebimas VIS nuostolių sumažėjimui (nuo 29,1 karto tik ėsdintam iki 40,9 kartų ėsdintam ir kaitintam, lyginant su optiniu padėklu be papildomo apdirbimo) (3.51 pav.). Lyginant visus rezultatus – ėsdinimas ir kaitinimas šiek tiek pagerina paviršiaus kokybę ir gali būti naudojamas optinių padėklų kokybės gerinimui.

3.4. Apibendrinimas

Šiame skyriuje aprašyti optinių padėklų papildomo apdirbimo procesai: ėsdinimas jonų srautu naudojant skirtingas jonų šaltinio galias, taip pat ėsdinant skirtingus gylius optiniuose padėkluose. Dalis bandinių papildomai kaitinti, o dar dalis buvo paveikti deguonimi. Šių visų procedūrų tikslas buvo pagerinti pažaidos lazerinės spinduliuotės slenkstį optiniams padėklams nepabloginus optinių paviršių kokybės, kuriai apibūdinti naudoti sklaidos nuostolių, paviršiaus šiurkštumo, plokštiškumo ir lęšiškumo matavimai, taip pat matuoti pralaidumas ir atspindžio spektrai.

Skirtingai nuo kitų darbų [13, 14, 58, 153], siekiama nuėsdinti poliravimo dalelėmis užterštą Bilbio sluoksnį nepaliečiant PPĮ sluoksnio. Nors iš kai kurių rezultatų (3.30 pav.) stebima, kad PPĮ sluoksnis pasiekiamas (nuėsdinus iki 500 nm), kas parodo, kad paviršinis Bilbio sluoksnis pasiskirstęs netolygiai ir tai išlieka aktualia problema siekiant greito efekto ėsdinant nedideliais gyliais.

Išsprendus netolygaus pradinio apdirbimo klausimą, toliau būtu galima rinktis papildoma ėsdinimą iki 500 nm, kas leidžia pagerinti paviršiaus šiurkštumą ir pažeidimo slenkstį su nežymiu plokštiškumo ir lęšiškumo prastėjimu. Jei RF plazmos šaltinio, naudojamo ėsdinimui galia gali būti keičiama, tai ėsdinimui naudojant didesnę Ar plazmos galią pasiekiami didesni pažeidimo slenksčiai: PLSS padidėjo nuo 5,0 iki 7,7 kartų lyginant su neėsdintu, ėsdinus 1 kW ir 2 kW galiomis atitinkamai iki 500 nm gylio. Konkrečiai šiam reiškiniui išsiaiškinti reiktų papildomų tyrimų, o šiuo atvejų didesnės galios naudojima apribojo paties prietaiso specifikacijos. Lyginant su kitais darbais, kuriuose stebimas paviršiaus šiurkštumo didėjimas didėjant RF šaltinio galiai [158, 159], šio tyrimo metu dažniausiai stebimas paviršiaus šiurkštumo mažėjimas, išskyrus atvejus, kai pasiekiamas PPI sluoksnis. Skirtumai gali susidaryti dėl skirtingų dujų slėgių [58], taip pat jonų srauto kritimo kampo į optinius padėklus [159], nuėsdinto sluoksnio storio skirtumų ar kitų garinimo sistemos parametrų. Taip pat įtakos turi ir optinių stiklų gamybos procesai: poliravimo technologijos [160,161], taip pat optinių stiklų plovimo sąlygos [160, 162] ar kiti veiksniai.

Stebint plokštiškumo parametrą, kaip ir kituose darbuose [13], taip ir šio tyrimo metu plokštiškumas prastėjo, bet parinkus tinkamas ėsdinimo sąlygas, plokštiškumo pokytis gali būti suvaldytas iki minimalaus 1,1 ar 1,2 kartų didėjimo. Geriausios tam sąlygos pasiekiamos ėsdinant iki 100 nm gylio su 1 ar 1,5 kW RF plazmos šaltinio galia arba ėsdinant iki 500 nm, kai RF šaltinio galia siekia 1,5 kW. Bendrai stebint rezultatus, tai geriausia paviršiaus kokybė pasiekiama ėsdinant iki 500 nm gylio. Plokštiškumo atveju geriausi rezultatai pasiekiami optinius padėklus po ėsdinimo papildomai paveikiant deguonimi 6X kartus. Papildomas bandinių kaitinimas plokštiškumo nepakeičia. Bendrai didžiausią įtaką plokštiškumo pokyčiui daro susidaręs lęšiškumas.

Sklaidos nuostoliai visais atvejais mažėjo, lyginant su optinių padėklų sklaidos nuostoliais prieš papildomą apdirbimą. Sumažėję sklaidos nuostoliai susiję su sumažėjusiu paviršiaus šiurkštumu. Sklaidos nuostolių mažėjimas priklausomai nuo įvairių procesų siekia nuo 1,1 kartų iki 40,9 kartų. Pastarojo bandinio variacijos koeficientas (<0,1) ir verčių kiekis parinktose imtyse (2 vertės) taip pat rodo tolygiai nuėsdintą paviršių. Pagal variacijos koeficientus ir išsibarsčiusias vertes parinktoje imtyje, taip pat sklaidos nuostolių žemėlapius, kurių šiame darbe nepateikiama, stebima, kad dauguma atvejų paviršiai ėsdinasi netolygiai.

Pažeidimo lazerine spinduliuote slenksčiai visais atvejais buvo matuoti švarioje zonoje, kurioje neatsidengė PPĮ sluoksnis. Visais ėsdinimo atvejais PLSS didėjo. Pagal paskutinę PLSS vertę prieš pirmą pažeidimą, didžiausias pokytis siekė 9,1 kartus bandiniui, kuris buvo ėsdintas 1 kW galia, ėsdintas iki 500 nm gylio ir po to dar papildomai kaitintas. Šiam bandiniui stebimas ir didžiausias sklaidos nuostolių kitimas (40,9 karto), nors paviršiaus šiurkštumo didžiausias pokytis stebimas deguonimi paveiktiems bandiniams, kas parodo, kad apdirbimo metu ne tik pakeičiamas paviršiaus šiurkštumas, bet ėsdinimas papildomai atlieka paviršiaus ir gilesnio sluoksnio valymą nuo teršalų. Lyginant su kitais darbais, aukštesnis pažeidimo slenkstis buvo pasiektas ėsdinant HF/HNO₃, o po to užgarinus SiO₂ dangą – iki 10 kartų didėjimas, bet po ėsdinimų buvo stebimas sklaidos nuostolių ir paviršiaus šiurkštumo didėjimas [160]. Kitais atvejais stebimi PLSS didėjimai nuo 1,3 iki 3,3 kartų [13, 14, 58, 65, 163].

Iš šių rezultatų stebima, kad aukštas PLSS ir aukšta paviršiaus kokybė stebimi ėsdinant iki 500 nm gylio su RF jonų šaltinio galia iki 1,5 kW. Kokybei taip pat turi įtakos bandinių kaitinimas ir papildomas valymas deguonimi. Tolimesni tyrimai gali būti tęsiami apjungiant šiuos procesus į vieną gamybos procesą.

4. VIS MATAVIMŲ TAIKYMAI OPTINIŲ DANGŲ IR NAUJOS KARTOS OPTINIŲ KOMPONENTŲ GAMYBOS PROCESUOSE

Šioje disertacijos dalyje pristatomi iš principo du skirtingi optinių elementų tyrimai. Pirmas skyrius apima optinių dielektrinių dangų tyrimus, kurie susideda taip pat iš dviejų dalių:

- Pirma dalis aprašo cirkonio, niobio dangų ir jų mišinių su silicio oksidu charakterizavimą (4.1.1 skyrius). Šios dalies darbai publikuoti dr. Andriaus Melninkaičio (P4, PR4), o disertacijos autorė prisidėjo kaip bendraautorė atlikdama sklaidos nuostolių matavimus ir rezultatų analizę.
- Antra dalis skirta didelio atspindžio veidrodžių, pagamintų ši SiO₂ dangų, sklaidos nuostolių ir kitų kokybės parametrų tyrimui 4.1.2. Šie rezultatai spausdinti dr. Tomo Tolenio (**P2**, **PR2**), dr. Andriaus Melninkaičio (PR1) ir Linos Grinevičiūtės (**P1**), o disertacijos autorė prisidėjo sklaidos nuostolių matavimais ir rezultatų analize.

Antras skyrius skirtas naujos kartos optinių komponentų VIS nuostolių tyrimui. Čia pristatomi rezultatai taip pat suskirstyti į dvi dalis:

- 1. Radialinės poliarizacijos konverterių įrašytų FS stikle modifikuojant tūrį ir sudarant nanogardeles VIS tyrimas;
- Brego difrakcinių gardelių taip pat įrašytų FS stikle modifikuojant tūrį ir sudarant nanogardeles VIS tyrimas.

Skirtingai nuo įprastų tokių optinių elementų šie optiniai elementai buvo pagaminti lydyto kvarco tūryje tam tikra tvarka užrašant modifikacijas – nanogardeles. Radialinės poliarizacijos konverteriai buvo įrašyti dr. Tito Gertaus, naujos kartos RPK buvo įrašyti Justo Baltrukonio, o Brego difrakcinės gardelės įrašytos Mindaugo Mikučio. Autorė prisidėjo VIS matavimais ir rezultatų analize. Rezultatai pristatyti tarptautinėje konferencijoje "Optics and Photonics 2013" (San Diegas, Kalifornija) ir išspausdinti konferencijos leidinyje (**PR3**).

4.1. Optinių dangų tyrimas VIS metodu

Optinės dielektrinės dangos plačiai naudojamos įvairių optinių komponentų gamyboje: didelio atspindžio veidrodžių, langelių su skaidrinančiomis dangomis, poliarizatorių ir kitų optinių komponentų. Užgarintų dangų savybės priklauso ne tik nuo garinimo technologijų [98,164], bet ir nuo aplinkos savybių [165]. Ieškant naujų medžiagų ar galimybių su jau esančiomis medžiagomis, išbandomi įvairūs medžiagų komponavimai ar modifikuoti garinimo metodai [164,166–169]. Čia toliau pateikiami tyrimai ZrO_2 maišant su SiO_2 : Nb₂O₅ maišnat su SiO_2 . Taip pat pateikiamas visiškai naujos kartos didelio atspindžio veidrodžių pagamintų tik iš SiO_2 sluoksnių, užgarintų slystančio kampo metodu.

4.1.1. Cirkonio ir niobio oksidų ir jų mišinių su silicio dioksidu optinių dangų tyrimas

Cirkonio ir niobio oksidų dangų ir jų mišinių su silicio dioksidu tyrimų jau atlikta ir anksčiau, bet dėmesys skirtas ne sklaidos nuostolių tyrimui ir analizei, bet medžiagų įtempių mažinimui [113, 170], mišinių struktūrinei analizei [112, 113, 170, 171], lūžio rodiklio pokyčiams [112, 113, 170–172], sugerčiai [113, 119, 172] ir kitiems parametrams. Tuo tarpu sklaidos nuostoliai tirti atskiroms ZrO_2 [54], Nb_2O_5 [54] ir SiO_2 [94, 95, 144] dielektrinėms dangoms. Čia pristatomi sklaidos nuostolių tyrimas ZrO_2 ir Nb_2O_5 , bei jų mišinių su SiO_2 dangų, užgarintų jonapluoščiu garinimo įrenginiu.

4.1.1.1. Bandinių paruošimas

Optinės dangos buvo garinamos ant 1 mm storio FS stiklo (tinkamo UV srityje KU1 stiklas). Visiems bandiniams naudoti optiniai padėklai iš to paties poliravimo partijos. Optinių dangų garinimui pasirinktas mažiau tyrinėtas jonapluoščio dulkinimo metodas (sutrumpintai DJP). Dulkinimas atliktas "Cutting Edge Coatings GmbH" garinimo sistema. Kamera prieš dangų garinimo procesą buvo iškaitinta 50°C temperatūroje apie 1 val. Siekiant pašalinti nešvarumų sluoksnį nuo taikinio, taikinys dar prieš dangų garinimo kamerą link optinių padėklų buvo leidžiamas deguonies dujų srautas, o su šiuo dujų srautu kameroja palaikomas 3×10^{-5} Pa slėgis. Kaip jonų šaltinis buvo naudojamas radijo dažnio argono dujų šaltinis, o pagrindiniai nustatymai buvo 1200 V/130 mA, kas įtakojo garinimo greičius 1 Å/s – žemo lūžio rodiklio medžiagai ir 0,6 Å/s – didelio lūžio rodiklio medžiagoms.

Kaip taikinys buvo naudojama dviejų medžiagų metalo plokštelė su didelio lūžio rodiklio medžiagomis (Zr arba Nb) ir žemo lūžio rodiklio medžiaga (Si). Į taikinį jonų srautas nukreiptas 57°kampu. Medžiagų maišymui taikinys būdavo pastumiamas į jonų srautą transliaciniu staliuku, taip, kad jonų pluoštas pataikytų į abi medžiagas vienu metu.

Optiniai padėklai dangų garinimo metu buvo laikomi apskritame laikiklyje, kuris buvo sukamas ratu 20 aps./min greičiu. Dangų storių stebėjimui garinimo metu buvo naudota integruota plataus diapazono pralaidumo optinė stebėjimo sistema, kurios bangos ilgių diapazonas siekė nuo 400 iki 1000 nm. Iš viso buvo paruošti dviejų rūšių bandiniai, kurių optinis storis buvo visiems vienodas: $6\lambda/4n_{\lambda}$, kai bangos ilgis $\lambda = 1064$ nm, o n_{λ} nusako garinamos medžiagos lūžio rodiklį. Paruošti 9 bandiniai, kuriems keičiamas Si dalis dangoje nuo 0% iki 100% medžiagos kiekį didinant kas 25%. Kiekvienos medžiagos dalis dangoje buvo derinama jonų šaltinio pluoštą nukreipiant į taikinių sandūrą atitinkama dalimi. Visuose rezultatuose skaičiumi pažymima Si medžiagos dalis %.

4.1.1.2. Tyrimo metodai

Pirmiausiai buvo atlikti pralaidumo ir atspindžio matavimai (LAMBDA 950 spektrofotometras, gamintojas Perkin Elmer). Matavimų metu šviesos pluoštelis į bandinius krito 8,5° kampu, o spektras pamatuotas nuo 200 iki 1200 nm spektrinėje srityje. Atspindžio matavimų rezultatai panaudoti įvertinant paviršiaus šiurkštumą iš kampinės sklaidos (bangos ilgis $\lambda = 632, 8$ nm) ir visuminės integruotos sklaidos (bangos ilgis $\lambda = 532$ nm) matavimų rezultatų.



4.1 pav.: Grynų dangų ir jų mišinių pralaidumo ir atspindžio spektrai: kairėje – Nb_2O_5 ir jo mišinio su SiO₂, dešinėje – ZrO_2 ir jo mišinio su SiO₂

Bandinių paviršiaus kokybei tirti buvo pasitelktos trys technologijos, kurių matavimų rezultatai palyginami tarpusavyje.

Pirmoji matavimų sistema, tai kampinės sklaidos matavimų sistema (Fresnelio institutas, Prancūzija) [140]. Bandinys buvo patalpintas goniometro centre, į kurį buvo nutaikytas nepoliarizuotas lazerio pluoštas. Lazerinės spinduliuotės bangos ilgis $\lambda = 632, 8nm$, pluošto diametras ant bandinio $1/e^2$ intensyvumo aukštyje buvo 2 mm (matuojamas plotas sudarė apie 3 mm²). Išsklaidyta šviesa surenkama ant goniometro rankos įtvirtintu detektoriumi, o detektorius sukamas 2° žingsnio kampu nuo 5° iki 89° kampais. Taip įvertinama BRDF kiekvienam bandiniui. Matavimų rezultatai buvo lyginami su Lamberto paviršiaus sklaidos etalonu, o sklaidos fonas buvo 10^{-5} %. Iš BRDF buvo apskaičiuota VIS nuostolių vertė S, o po to apskaičiuotas ir šiurkštumas pagal lygtį [5]:

$$\sigma_{RMS} = \sqrt{\frac{S}{R}} \cdot \frac{\lambda}{4\pi n_0 \cos(i_0)},\tag{4.1}$$

čia λ – bangos ilgis, n_0 – medžiagos lūžio rodiklis, i_0 – šiviesos pluošto kritimo kampas į bandinį, R – atspindžio koeficientas nuo bandinio vieno paviršiaus, S – VIS nuostoliai lyginant su žinomu Lamberto paviršiaus etalonu. Šiurkštumas vertinamas pagal nelygybę, kai paviršiaus šiurkštumas yra daug mažesnis nei matavimui naudojamas spinduliuotės bangos ilgis ($\sigma_{RMS} \ll \lambda$, o užgarintų dangų paviršiaus nelygumai pilnai koreliuoja su optinio padėklo paviršiaus nelygumais.

Antroji matavimų sistema buvo VIS nuostolių matavimų sistema aprašyta 2 skyriuje. Tik šių dangų tyrimo metu buvo naudojamas $\lambda = 532$ nm bangos ilgis, o pluošto diametras buvo 0,47 mm 1/e² intensyvumo aukštyje. Skirtingai nuo kampinės sklaidos matavimo, VIS nuostolių matavimo metu buvo skenuojamas paviršius ir VIS nuostoliai surinkti iš 482 persidengiančių paviršiaus taškų. Taip pamatuotas 83 mm² plotas, kai pluošto plotas sudarė 0,17 mm².

Trečias metodas paviršiaus kokybei įvertinti buvo atominės jėgos mikroskopas (Quesant Q-scope 250). Naudotas kontaktinis matavimo metodas, o pamatuotas plotas siekė $20 \times 20 \mu$ m. Iš matavimų rezultatų apskaičiuotas šiurkštumas.

4.1.1.3. Rezultatai

Visais metodais įvertinti paviršiaus šiurkštumai pavaizduoti 4.2 pav. kairėje. Stebima, kad šiurkštumo vertės įvertintos iš sklaidos metodais pamatuotų rezultatų koreliuoja su rezultatais apskaičiuotais iš matavimo AJM. Matavimo rezultatai yra tos pačios eilės, taip pat seka tokią pačią tendenciją, kaip matuoti AJM. Susidaręs skirtumas tarp matavimo verčių stebimas ir kitų autorių darbuose, o matavimai vienareikšmiškai sulyginti taip pat negali būti dėl skirtingų erdvinių dažnių matavimuose [173, 174]. Iš šiurkštumo verčių Nb₂O₅ ir ZrO₂ medžiagų mišinių su SiO₂, matoma, kad visų šiurkštumai yra panašūs lyginant su optinio padėklo šiurkštumu, kas yra įprasta dangoms užgarintoms DJP technologija. Didesnis skirtumas apskaičiuotame šiurkštume iš sklaidos rezultatų stebimas ZrO₂ medžiagai, kas nelabai išsiskiria šiurkštumui apskaičiuotam iš AJM matavimų. Toks skirtumas atsiranda dėl to, kad ZrO₂ danga susidaro dėl medžiagos polikristalizacijos [20, 175], kas matosi ir AJM pamatuotame paviršiuje (4.3 pav. ZrO₂). Iš variacijos koeficiento verčių (4.2 pav. dešinėje) matoma, kad grynos dangos iš ZrO_2 variacijos koeficientas iš kitų medžiagų neišsiskiria, kas parodo, kad danga nors ir susideda iš mikrokristalų, bet šie mikrokristalai išsidėsto tolygiai visame paviršiuje ir paviršius sklaidos nuostolių žemėlapis atrodo gana tolygus su lokaliais nuokrypiais (4.4 pav. kairėje Zr IBS), o sklaidos nuostolių vertės išsidėsčiusios gana glaudžiai, lyginant pavyzdžiui su mažesnius sklaidos nuostolius turinčia Nb₂O₅ danga (4.5 pav.). Pastarosios vidutinė sklaidos nuostolių vertė yra mažesnė nei daugumos dangų, bet variacijos koeficientas yra pats didžiausias ir siekia 2,4. Tokią variacijos koeficiento vertę galėtų paaiškinti gal būt Nb₂O₅ dangos polikristalizacija, kuri stebima kitų autorių darbuose su Nb₂O₅ danga [117]. Įdomu tai, kad tiek ZrO₂, tiek Nb₂O₅ mišinių su SiO₂ sklaidos nuostoliai beveik visais atvejais yra mažesni nei grynų medžiagų, ką būtų galima tyrinėti tolimesniuose darbuose. Šiuo metu randama sąsaja tik su mažėjančiais dangų įtempiais užgarintuose mišiniuose [113].



4.2 pav.: Kairėje: paviršiaus šiurkštumai įvertinti trimis skirtingais matavimo metodais (VIS, KS ir AJM); dešinėje – sklaidos nuostolių statistika iš VIS (minimalios vertės – kvadratai ir medianos – apskritimai) ir KS matavimų medianos (trikampiai), taip pat variacijos koeficientai įvertinti iš VIS matavimų (stulpeliai) ir šiurkštumai, pamatuoti AJM (žvaigždės)



4.3 pav.: AJM užregistruoti dangų paviršiai: Nb₂O₅, ZrO₂, SiO₂ ir jų mišinių



4.4 pav.: Optinių padėklų su SiO₂ ir ZrO₂dangomis, bei jų mišinių dangomis, sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir verčių kiekių pasiskirstymas (dešinėje), skaičius prie medžiagų pavadinimo žymi SiO₂ procentą dangoje



4.5 pav.: Optinių padėklų su SiO₂ ir Nb₂O₅dangomis, bei jų mišinių dangomis, sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir verčių kiekių pasiskirstymas (dešinėje), skaičius prie medžiagų pavadinimo žymi SiO₂ procentą dangoje

4.1.2. Didelio atspindžio veidrodžių, pagamintų tik iš SiO₂ sluoksnių, sklaidos nuostolių ir kitų kokybės parametrų tyrimas

Šioje dalyje pristatomi dviejų tipų bandiniai.

Pirmojo tipo bandiniai (4.1.2.1 skyrius), tai standartinis didelio atspindžio veidrodis pagamintas iš standartinių dielektrinių medžiagų HfO₂ (didelio lūžio rodiklio) ir SIO₂ (žemo lūžio rodiklio) naudojant DJP garinimo technologiją. Šis veidrodis naudojamas palyginimui su veidrodžiu, kuris pagamintas tik iš SiO₂ medžiagos, užgarintos naudojant garinimą elektronų pluoštu. Pačio veidrodžio, pagaminto tik iš SiO₂ medžiagos idėja priklauso dr. Andriui Melninkaičiui, tuo tarpu pats veidrodis pagamintas dr. Tomo Tolenio ir Linos Grinevičiūtės. Standartinį didelio atspindžio veidrodį užgarino dr. Ramutis Drazdys. Disertacijos autorė prisidėjo VIS nuostolių matavimu ir analize. Šis darbas ypatingas tuo, kad pirmą kartą pristatoma tokio veidrodžio koncepcija. Nors porėtų medžiagų naudojimas optinių komponentų gamyboje sutinkamas ne pirmą kartą [169, 176], bet didelio atspindžio veidrodžių garinime tai nauja galimybė pasiekti aukštesnį pažeidimo slenkstį nei iki šiol tai buvo padaryta.

Antrojo tipo bandiniai buvo paruošti atlikus tyrimus su pirmojo tipo bandiniais. Tai tęstinis darbas siekiant sumažinti sklaidos nuostolių ir paviršiaus šiurkštumo įtaką dielektrinių veidrodžių kokybei. Šiuo atveju bandinių koncepcija taip pat priklauso dr. Andriui Melninkaičiui kartu su dr. Tomu Toleniu. Tuo tarpu metrologijos rezultatai parengti Linos Grinevičiūrės, o disertacijos autorė atliko VIS nuostolių matavimus ir duomenų analizę.

4.1.2.1. Didelio atspindžio veidrodis tik iš SiO_2 sluoksnių

Prieš garinimą optiniai padėklai iš lydyto kvarco medžiagos buvo nuvalyti etilo-alkoholiu suvilgytu vatos tamponu, toliau optiniai padėklai plauti ultragarsinėse vonelėse su šarminiu plovikliu, 2 kartus perplauti distiliuotu vandeniu ir išdžiovinti naudojant IR spinduliuotę. Toliau užgarinti visų dangoms naudojamų medžiagų sluoksniai, kurių optinis storis buvo ketvirtis bangos ilgio $(\lambda = 355 \text{ nm})$ ir ištirtos jų savybės. Iš šių dangų suformuoti du veidrodžiai: standartinis dielektrinis veidrodis ir veidrodis iš SiO₂ sluoksnių. Pagrindiniai garinimo parametrai pateikti 4.1 lentelėje.

Parametrai	Standartinis dielektrinis veidrodis Hf:Si	Veidrodis iš SiO ₂ sluoksnių Si:Si	
Atspindžio koef. R, %:	99,5	99,0	
Bangos ilgis, nm:	355	355	
Kritimo kampas, °:	0	0	
Sluoksnių skaičius:	22	50	
Visos dangos storis, nm:	1172	3442	
Didelio (H) lūžio rodiklio medžiaga:	HfO ₂	Tankus SiO ₂ garinta 0°kampu	
H-lūžio rodiklio dangos storis, nm:	42	61	
H-lūžio rodiklio dangos garinimo greitis, Å/s:	0,6	3	
Žemo (L) lūžio rodiklio medžiaga:	${ m SiO}_2$	Purus SiO ₂ garinta 70°kampu	
L-lūžio rodiklio dangos storis, nm:	59	72	
L-lūžio rodiklio dangos garinimo greitis, Å/s:	1,2	3	
Paskutinių sluoksnių	2L – du žemo lūžio	3H – 3 didelio lūžio	
sudėtis:	rodiklio sluoksniai	rodiklio sluoksniai	
Carinimo technologija:	DJP (Cutting Edge	e-pluoštu SKGT (Sidrabe,	
Garmino tecinologija.	Coatings, Vokietija)	Latvija)	
Garinamos medžiagos:	Hf ir Si metalai, leidžiant į kamerą ${\rm O}_2$	SiO_2	
Dangų atkaitinimas:	2 val. 300°C	Neatlikta	

4.1 lentelė: Pagrindiniai standartinio dielektrinio veidrodžio ir veidrodžio iš visų SiO₂ sluoksnių garinimo parametrai

Toliau šiems dviems veidrodžiams atlikti veidrodžių kokybės matavimai, tokie kaip atspindžio, VIS nuostolių, paviršiaus šiurkštumo ir pažeidimų slenksčio matavimai. Apibendrinti rezultatai pateikti 4.2 lentelėje.

4.2 lentelė: Pagrindiniai standartinio dielektrinio veidrodžio ir veidrodžio, iš visų ${\rm SiO}_2$ sluoksnių, tyrimų rezultatai

Bandiniai	Atspin- džio koef.	Pralaidu- mo koef.	VIS nuostoliai	Pavir- šiaus šiurkštu- mas	100% PLSS
Hf:Si	99,5%	0,3%	0,072%	0,5 nm	32 J/cm^2
Si:Si	98.6%	0,9%	0,72%	2,58 nm	$>65 \mathrm{J/cm^2}$

Atspindžio ir pralaidumo matavimams atlikti buvo naudotas spektrofotometras RTPhoton (Baltarusija). Atspindys matuotas 8° kampu, o pralaidumas 0° kampu.

Paviršiaus šiurkštumas matuotas atominės jėgos mikroskopu (Dimension Edge, Bruker). Matavimai atlikti liečiant zondu paviršių. Viso pamatuotas $20 \times 20 \mu m^2$ paviršiaus plotas. Lentelėje nenurodyta, kad optinių padėklų, naudotų dangų garinimui, šiurkštumas buvo 0,4 nm. Žinant paviršiaus šiurkštumą, galima įvertinti VIS nuostolių vertę nuo paviršiaus, kas šiuo atveju perskaičia-

vus gaunas
i0,77%Si: Si veidrodžiui ir0,03%Hf: Si veidrodžiui, kas visa
i neblogai sutampa su matavimais.

VIS nuostoliai matuoti matavimų sistema aprašyta 2 skyriuje. Šių matavimų metu naudota trečia lazerio harmonika ($\lambda = 355$ nm). Matuota atgalinė sklaida, o paviršius padalintas į 16031 zoną. Pluošto skersmuo matavimo metu buvo 174 µm 1/e² intensyvumo aukštyje. Tuo tarpu atstumas tarp skirtingų matuojamų zonų buvo 100 µm.

Iš sklaidos nuostolių statistikos (4.6 pav.) matoma, kad tiek Hf:Si, tiek Si:Si veidrodžio atveju vidurkis beveik nesiskiria nuo medianos vertės. Vadinasi maksimalios VIS nuostolių vertės sudaro tik mažą dalį verčių, kas matoma ir iš sklaidos nuostolių verčių kiekių stulpelinių diagramų 4.7 pav. kairėje ir 4.8 pav. kairėje, bet lyginant variacijos koeficientus (4.6 pav. rutuliukai), standartinio veidrodžio variacijos koeficientas yra didesnis nei veidrodžio pagaminto tik iš SiO₂ sluoksnių, kas reiškia, kad sklaidos nuostolių verčių išsibarstymas standartiniam veidrodžiui yra didesnis nei veidrodžiui, pagamintam iš SiO₂ sluoksnių. Toks išsibasrtymas gali būti paaiškintas dėl HfO₂ dangos polikristalizacijos [177–179]. Hf:Si pačios didžiausios sklaidos nuostolių vertės dislokuojasi šalia vienos kitų, kas sutampa su vizualiniu paviršiaus stebėjimu prieš matavimą ir tam tikrais nešvarumais ir įbrėžimais paviršiuje. Tuo tarpu Si:Si bandinio paviršiuje didelių nešvarumų santalkų nebuvo stebėta vizualinės apžiūros metu, o defektai išsidėsto visame paviršiuje pavieniais taškais, kas tikėtina dėl garinimo technologijos metu susidarančių purių sluoksnių.



4.6 pav.: Veidrodžio pagaminto tik iš ${\rm SiO}_2$ sluoksnių ir standartinio veidrodžio sklaidos nuostolių statistiniai parametrai



4.7 pav.: Standartinio didelio atspindžio dielektrinio veidrodžio sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir sklaidos nuostolių verčių kiekių stulpelinė diagrama (dešinėje): stebimas platus verčių pasiskirstymas, nors mediana yra gana žema 0,072%



4.8 pav.: Didelio atspindžio veidrodžio pagaminto tik iš SiO₂ sluoksnių sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir sklaidos nuostolių verčių kiekių stulpelinė diagrama (dešinėje): stebimas siauras verčių pasiskirstymas, bet pasitaiko pavienių verčių nutolusių nuo medianos (0,72%), kas siejama su porėtomis dangomis

Nepaisant didelių sklaidos nuostolių Si:Si veidrodis pasižymėjo ženkliai didesne PLSS verte (4.2 lentelė), kuri siekė 65 J/cm² esant 20% PLSS tikimybei (didesnės vertės nepasiektos dėl matavimų sistemos galimybių ribotumo). Tuo tarpu standartinis veidrodis su 100% tikimybe pasižeidė esant 32 J/cm² energijos tankiui.

Iš matavimų rezultatų matoma, kad šių dangų pasiekti PLSS rezultatai yra žadantys proveržį naujos kartos optinių komponentų gamyboje. Pagrindinė problema, kurią reikia išspręsti yra itin didelis paviršiaus šiurkštumas (kaip lazerinei optikai), dideli sklaidos nuostoliai ir susidarantys lokalizuoti sklaidos centrai. Siekiant išspręsti šias problemas buvo pradėtas naujas eksperimentas, naujoms idėjoms patikrinti.

4.1.2.2. Didelio atspindžio veidrodžių gamyba kombinuojant standartinį garinimą ir skulptūrines dangas

Prieš garinimą optiniai padėklai iš lydyto kvarco medžiagos buvo nuvalyti etilo-alkoholiu suvilgytu vatos tamponu, toliau optiniai padėklai plauti ultragarsinėse vonelėse su šarminiu plovikliu, 2 kartus perplauti distiliuotu vandeniu ir išdžiovinti naudojant IR spinduliuotę. Toliau užgarinti visų dangoms naudojamų medžiagų sluoksniai, kurių storis buvo 150 nm ir ištirtos jų savybės, o informacija panaudota dangų modeliavimui. Iš šių dangų suformuoti penki veidrodžiai. Pagrindiniai dangų užgarinimo parametrai pateikti 4.3 lentelėje, o iš tų dangų užgarinti didelio atspindžio veidrodių parametrai pateikti 4.4 lentelėje.

Atspindžio ir pralaidumo matavimams buvo naudotas spektrofotometras RTPhoton ("EssentialOptics", Baltarusija). Paviršiaus šiurkštumo matavimai atlikti naudojant AJM Dimension Edge ("Bruker"). Sklaidos nuostoliai matuoti šioje disertacijoje aprašytu metodu. Naudotas bangos ilgis matavimams buvo 355 nm. Šio eksperimento metu buvo matuojama 5 mm skersmens centrinė bandinio zona (bandinio skersmuo 25,4 mm). Centrinėje bandinio dalyje iš viso pamatuotos 263 zonos. Tarp zonų atstumas horizontalioje kryptyje buvo 0,35 mm, o pluošto diametras atitiko standarto reikalavimą ir buvo 0,4 mm $(1/e^2 intensyvumo aukštyje).$

Parametrai	Standartinio dielektrinio veidrodžio HR medžiagos	SKGT sluoksniai iš SiO ₂	
Didelio (H) lūžio rodiklio medžiaga:	Al_2O_3	Tankus SiO ₂ garinta 0°kampu	
H-lūžio rodiklio dangos storis, nm:	52	61	
H-lūžio rodiklio dangos garinimo greitis, Å/s:	0,6	5	
Žemo (L) lūžio rodiklio medžiaga:	${ m SiO}_2$	Purus SiO ₂ garinta 70°kampu	
L-lūžio rodiklio dangos storis, nm:	59	72	
L-lūžio rodiklio dangos garinimo greitis, Å/s:	1,2	5	
Garinimo technologija:	DJP (Cutting Edge Coatings, Vokietija)	e-pluoštu SKGT (Sidrabe, Latvija)	
Garinamos medžiagos:	Al ir Si metalai, leidžiant į kamerą ${\rm O}_2$	${ m SiO}_2$	
Dangų atkaitinimas:	2 val. 300°C	Neatlikta	

4.3 lentelė: Dielektrinių sluoksnių, skirtų didelio atspindžio veidrodžiams, savybės ir garinimo specifikacijos

Didelio atspindžio dielektrinio veidrodžio HR atspindžio koeficientas buvo (99,1%), o pralaidumas siekė 0,8%. Tokiu pačiu pralaidumu pasižymėjo ir veidrodis, kuriam ant paviršiaus buvo užgarinti 4 sluoksniai dangų iš SiO₂ medžiagos SKGT metodu. Tik šiuo atveju šiek tiek sumažėjo atspindys (99,0%) ir augo sklaidos nuostoliai 1,8 kartus (nuo 0,048% iki 0,088%). Toliau užgarinus daugiau sluoksnių SKGT metodu, atspindžio koeficientas augo 10 sluoksnių – R = 99, 4%, 14 sluoksnių – R = 99, 5% ir 18 sluoksnių – R = 99, 4%. Visais šiais atvejais (10, 14 ir 18 papildomų sluoksnių) pralaidumas siekė 0.4%, tuo tarpu sklaidos nuostoliai augo, o didžiausias sklaidos nuostolių skirtumas stebimas veidrodžiui su 18 SiO₂ sluoksnių užgarintų SKGT metodu: sklaidos nuostolių mediana pasiekė 0,285%. Toks sklaidos nuostolių augimas susijes net ik su pačiu porėtų dangų prigimtimi, bet ir su didėjančiu dangų skaičiumi ant optinio padėklo [92]. Šioje analizėje svarbu paminėti, kad bandinio su 14 SiO₂ sluoksnių užgarintų SKGT metodu sklaidos nuostolių mediana siekė 0,874%, bet šis rezultatas stebimas dėl didelio paviršiaus užterštumo, todėl jo vertinti kaip dangų sklaidos nuostolių negalima. Be to iš šiurkštumo verčių matoma (4.9 pav. dešinėje), kad didėjant SiO₂ sluoksnių skaičiui užgarintų SKGT metodu, šiurkštumas didėja nuosekliai. Kita vertus iš šiurkštumo verčių perskaičiavus į VIS nuostolius (4.9 pav. kairėje pažymėta kvadratais), matoma, kad vienintelio HR veidrodžio perskaičiuoti VIS nuostoliai yra ženkliai mažesni, nei pamatuoti, kas dažniausiai pasitaiko lyginant rezultatus tarp VIS ir AJM matavimų. Visiems veidrodžiams su papildomomis SiO₂ dangomis užgarintomis SKGT metodu, iš šiurkštumo perskaičiuoti nuostoliai yra didesni nei pamatuoti VIS sistema. Toks skirtumas galėjo susidaryti dėl to, kad matuojant sklaida, nesurenkama sklaida arti atspindėto pluošto (tik nuo 5° kampo) arba didesniais kampais nei registruojama VIS matavimų sistemoje [5]. Šiai idėjai patikrinti reiktų kampinės sklaidos nuostolių tyrimo. Toliau didėjant dangos sluoksnių skaičiui, sklaidos nuostoliai didėja, tokia priklausomybė stebima ir kituose darbuose [92]. Kita priežastis sklaidos nuostolių didėjime yra skirtingos garinimo technologijos ir negana to, tai pati SKGT technologija sudaro ertmes tarp stulpelių, nuo kurių sklaidos nuostoliai taip pat auga. Toliau iš sklaidos nuostolių žemėlapių matoma, kad paviršiai pasidengė gana homogeniškai (4.11 pav. HR+4 žemėlapis (kairėje) ir verčių dažniai (apačioje), 4.12 pav. HR+10, 4.13 pav. HR+18), išskyrus HR veidrodį be SKGT sluoksnių (4.10 pav.), kuriame stebimi keli pavieniai maksimumai, kurie gali būti nuo paviršiaus defektų ar atsitiktinių nešvarumų, patekusių ant paviršiaus prieš VIS matavimą atliekant kitus matavimus.

Lyginant šiuos didelio atspindžio veidrodžius, užgarintus dviem technologijomis, su prieš tai užgarintu veidrodžiu tik iš SiO₂ sluoksnių stebimas sklaidos nuostolių mažėjimas nuo 2,5 kartų (HR+18) iki 8,2 kartų (HR+4). Lyginant PLSS vertes veidrodžiui tik iš SiO₂ sluoksnių buvo pasiekta PSLL vertė 65 J/cm^2 , kai pažeidimo tikimybė siekė apie 20%. Šiuo atveju aukščiausias ener-

gijos tankis PLSS vertės po pirmojo pažeidimo stebėtas optiniam elementui HR+4, tuo tarpu didžiausias energijos tankis (90 J/cm²) su 50% pažeidimo tikimybe stebėtas optiniam elementui HR+18, kas rodo, kad pavyko ne tik sumažinti sklaidos nuostolius bet ir ženkliai padidinti PLSS vertes. Nors pasiektas aukštas rezultatas, dar lieka erdvės tobulėjimui. Didžiausiu PLSS energijos vertė ties 50% tikimybe pasižymi mažiausia PLSS verte po pirmojo pažeidimo. Atvirkštinis variantas galioja ir HR+4 veidrodžiui, nors jo PLSS vertė prie 50% tikimybės yra aukštesnė nei standartinio veidrodžio (40 J/cm²).

Parametrai	HR	HR+4	HR+10	HR+14	HR+18
SKGT sluoksniai:	0	4	10	14	18
Atspindžio koef. R, %:	99,1	99,0	99,4	99,5	99,4
Pralaidumas, %:	0,8	0,8	0,4	0,4	0,4
Bangos ilgis, nm:	355	355	355	355	355
Kritimo kampas, °	0	0	0	0	0
Sluoksnių skaičius:	50	54	60	64	68
Visos dangos storis, nm:	2848	3114	3513	3779	4045
Paskutinių sluoksnių sudėtis:	$2L^1$	$1 H^2$	1H	1H	1H
Šiurkštumas, nm	0,25	0,96	1,37	1,63	1,68
Atgalinės VIS nuostolių mediana, %	0,048	0,088	0,105	Užsiter- šęs bandinys	0,285
PLSS, J/cm ² (po pirmo pažeidimo):	20	35	10	15	10
PLSS, J/cm ² (50% tikimybė):	30	40	55	70	90

4.4 lentelė: Užgarintų veidrodžių ištirti parametrai ir jų vertės



4.9 pav.: Didelio atspindžio veidrodžio (HR) suformuoto iš Al_2O_3 ir SiO₂ sluoksnių DJP garinimo technologija ir didelio atspindžio veidrodžių su papildomai užgarintais SiO₂ porėtais sluoksniais (HR+4, ... HR+18) SKGT metodu sklaidos nuostolių statistiniai parametrai (kairėje) ir paviršiaus šiurkštumai, matuoti AJM (dešinėje)



4.10 pav.: Didelio atspindžio veidrodžio suformuoto iš Al_2O_3 ir SiO_2 sluoksnių DJP garinimo technologija sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir sklaidos nuostolių verčių kiekių stulpelinė diagrama (dešinėje)



4.11 pav.: Didelio atspindžio veidrodžio suformuoto iš Al_2O_3 ir SiO₂ sluoksnių DJP garinimo technologija ir su 4 papildomais SiO₂ porėtais sluoksniais, užgarintais SKGT technologija, sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir sklaidos nuostolių verčių kiekių stulpelinė diagrama (dešinėje)



4.12 pav.: Didelio atspindžio veidrodžio suformuoto iš Al_2O_3 ir SiO₂ sluoksnių DJP garinimo technologija ir su 10 papildomais SiO₂ porėtais sluoksniais, už-garintais SKGT technologija, sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir sklaidos nuostolių verčių kiekių stulpelinė diagrama (dešinėje)



4.13 pav.: Didelio atspindžio veidrodžio suformuoto iš Al_2O_3 ir SiO₂ sluoksnių DJP garinimo technologija ir su 18 papildomais SiO₂ porėtais sluoksniais, užgarintais SKGT technologija, sklaidos nuostolių žemėlapis (kairėje) ir sklaidos nuostolių verčių kiekių stulpelinė diagrama (dešinėje)

4.2. Naujos kartos optinių komponentų, kurie sukurti modifikuojant FS stiklo tūrį fs impulsais, VIS tyrimas

Skyriuje apie dangas visur buvo pabrėžiama didelio pažeidimų lazerinei spinduliuotei slenksčio svarba ir šio reiškinio žala optiniams komponentams. Šiame skyriuje pristatomi naujos kartos optiniai komponentai, kurie sukurti tikslingai pažeidžiant optinio stiklo tūrį femtosekundiniais impulsais ir tuos pažeidimus išdėliojant tam tikra tvarka. Toliau bus pristatomi dviejų rūšių optinių komponentų sklaidos nuostolių tyrimai: tai radialinės poliarizacijos³ keitiklių ir Brego difrakcinių gardelių, kurie buvo pagaminti femtosekundiniais impuslais modifikuojant skaidrių medžiagų tūrį.

4.2.1. Radialinės poliarizacijos keitiklių tyrimas VIS metodu

4.2.1.1. Radialinės poliarizacijos keitiklių gamyba

Radialinės poliarizacijos keitiklio įrašymui tūryje naudotas Yb:KGW lazeris (PHAROS "Šviesos koncersija") ir jo pirmoji harmoniką ($\lambda = 1030$ nm). Lazerinės spinduliuotės impulsų trukmė siekė 300 fs, o pasikartojimo dažnis – 200 kHz. Vidutinė spinduliuotės galia buvo 262 mW, o pluoštas į tūrį fokusuojamas 11 mm židinio nuotolio (NA= 0, 4) lęšiu ir modifikacijų įrašymo padėtyje siekė 3 μ m skersmenį.

Iš viso buvo įrašyti du keitikliai: pirmas su struktūra vienoje plokštumoje nuo paviršiaus (apie 200 μ m gylyje) – skirtas 532 nm bangos ilgio spinduliuotės poliarizacijos keitimui į radialinę poliarizaciją, o antras su dviem struktūromis dviejose plokštumose nuo paviršiaus šiek tiek pasuktomis viena kitos atžvilgiu –

 $^{^3 {\}rm Radialinė}$ poliarizacija – tai tokia poliarizacija, kai elektrinio lauko vektorius rodo į pluošto centrą kiekviename pluošto taške [180].

1064 nm bangos ilgio spinduliuotės keitimui į radialinę poliarizaciją (4.14 pav.). Spiralių periodas struktūrose yra 1 μ .

Keitiklių įrašymui naudotas lydyto kvarco optinis langelis, kurio storis buvo 2 mm, o skersmuo 25,4 mm. Įrašytų struktūrų skersmuo siekė 8 mm.



4.14 pav.: Radialinės poliarizacijos keitiklio įrašymo pavyzdžiai, kai modifikacijos įrašomos vienoje plokštumoje nuo paviršiaus (struktūrų gylis nuo paviršiaus apie 200 μ m, spiralių periodas – 1 μ m) (kairėje) ir dviejose plokštumose nuo paviršiaus (dešinėje)

4.2.1.2. Radialinės poliarizacijos keitiklių tyrimo metodai

Visiems bandiniams buvo atlikti priekinės ir atgalinės visuminės integruotos sklaidos nuostolių matavimai. Matavimai atlikti naudojantis 2 skyriuje aprašyta VIS matavimų stotimi. Matavimams naudota 532 nm bangos ilgio lazerinė spinduliuotė. Matavimo metu aplinkos sklaida siekė 4, 5 × 10⁻⁴% lyginant su etalonu. Bandinių sklaidos nuostoliai apskaičiuoti pagal 2.2 lygtį. Pluošto skersmuo matavimo metu buvo 0,2 mm (1/e² intensyvumo aukštyje), o bandinio skenavimo žingsnis horizontaliai buvo 100 μ . Šiuo atveju VIS nuostolių matavimui pasirinktas mažesnis pluošto skersmuo nei rekomenduojama standarte. Mažesnis pluošto skersmuo padidina matavimo jautrumą ir skyrą nuo mažų detalių, o didesnio pluošto reikalavimas reikalingas tikslesnio paviršiaus šiurkštumo įvertinimui, kas tiriant tūrinę sklaidą nėra aktualu.

Toliau buvo atliekamas pluošto profilio stebėjimas, pluoštui perėjus radialinės poliarizacijos keitiklį, skirtingiems pluošto diametrams. Pluošto profilio registravimas atliktas CCD Spiricon kamera (modelis: BGP-USB-SP503), duomenys registruoti BeamStar programine įranga. Matavimai atlikti naudojant 532 nm bangos ilgio spinduliuotę.

4.2.1.3. Radialinės poliarizacijos keitiklių matavimo rezultatai

Radialinės poliarizacijos keitikliui su viena struktūra buvo pamatuoti priekinės ir atgalinės sklaidos nuostoliai. Sklaidos nuostoliai priklauso nuo šviesos poliarizacijos ir šviesos praėjimo vietos radialinio poliarizacijos keitiklio (4.15 pav.). Atgalinės sklaidos nuostoliai (nuostoliai atspindyje) svyruoja nuo 1 iki 3%, tuo tarpu priekinė sklaida (nuostoliai pralaidume) – nuo 4 iki 22%. Šie svyravimai susidaro dėl įrašomų struktūrų formavimo ir jų pozicijos poliarizacijos atžvilgiu. Nepaisant skirtingų sklaidos nuostolių skirtingose RPK vietose vidutinės sklaidos nuostolių vertės nuo visos struktūros tiek atgalinės sklaidos nuostolių (2, $3 \pm 0, 1\%$), tiek priekinės sklaidos (14, $4 \pm 0, 3\%$) taip drastiškai nuo poliarizacijos nesikeičia (4.16 pav.). RPK pralaidumas priklausomai nuo pluošto diametro keičiasi nuo 45 iki 50%. Likusi dalis šviesos yra sugeriama, atspindėta ir išsklaidyta didesniais nei 85°kampais (maksimalus VIS sistemos surenkamos spinduliuotės kampas).

Toliau buvo stebėtas pluošto intensyvumo skirstinio kitimas nuo pluošto skersmens (4.17 pav.). Skirstinyje stebimos dvi šviesos pluošto komponentės tiek horizontalioje, tiek ir vertikalioje poliarizacijos padėtyje. Šios dvi dalys geriau išsiskiria esant horizontaliai poliarizacijai. Tuo tarpu vertikaliai poliarizacijai struktūros pradeda išsiskirti pluošto skersmeniui pasiekus $d_x = 0,27$ mm, $d_y = 0,26$ mm. Šis skirtumas atsiranda dėl pačių struktūrų įrašymo ypatybių.

Toliau buvo pamatuoti atgalinės VIS nuostoliai RPK su dviem struktūromis (4.18 pav.). Toks keitiklis naudojamas 1064 nm bangos ilgio spinduliuotės poliarizacijai keisti į radialinę poliarizaciją. Vidutiniai sklaidos nuotoliai šiam keitikliui yra daugiau nei penkis kartus didesni nei RPK su viena struktūra. Taip pat sklaidos nuostoliai pasiskirstę netolygiai ne tik žiūrint apie RPK ašį, bet ir išilgai RPK spindulio: arčiau centro stebimi didesni sklaidos nuostoliai (14,8%), toliau link krašto jie mažėja (13,4%) ir prie krašto vėl auga (14,6%). Toks netolygumas pasireiškia dėl netolygios RPK struktūros.

Nepaisant netolygiai išsibarstančios šviesos šie RPK yra pritaikomi medžiagų apdirbime ir vienas iš jų privalumų yra itin aukšta (100 kartų aukštesnė) PLSS vertė nei standartinių RPK pagamintų iš nematinių skystųjų kristalų [125]: $\phi_{1000-i-1} = 22, 80 \pm 2, 74$ J/cm² – lydytame kvarce įrašyto RPK ir $\phi = 0, 2$ J/cm² – RPK pagaminto iš nematinių skystųjų kristalų ($\lambda = 1064$ nm, $\tau = 3, 5$ ns, f = 10 Hz).



4.15 pav.: Radialinės poliarizacijos keitiklių sklaidos nuostolių žemėlapiai: iš kairės į dešinę keičiasi poliarizacijos kampas, o viršutinėje eilutėje pavaizduota atgalinė sklaida, o apatinėje eilutėje – priekinė sklaida



4.16 pav.: Priekinės (apskritimai) ir atgalinės (kvadratai) sklaidos nuostolių vidurkiai per visą RPK paviršių esant skirtingiems poliarizacijos kampams. Paklaidų rėžiai rodo standartinį nuokrypį



4.17 pav.: Pluošto intensyvumo skirstinio priklausomybė nuo pluošto diametro horizontaliai poliarizacijai (viršuje) ir vertikaliai poliarizacijai (apačioje)



4.18 pav.: RPC su įrašytomis dviem struktūromis atgalinės sklaidos nuostolių žemėlapis

4.2.1.4. Radialinės poliarizacijos keitikliai įrašyti tūryje modifikuojant nanoporas

Radialinės poliarizacijos keitikliai įrašyti lydytame kvarce pirmą kartą aprašyti M. Beresnos dar 2011 metais (Optoelektronikos tyrimu centras, Sauthamtonas) [181]. Šiais metais ta pati mokslininkų grupė paskelbė publikacija su naujais tyrimais modifikuojant tūri ir radialinės poliarizacijos keitiklių irašymą, kurių pralaidumas padidėjo iki 99%, o sklaida sumažėjo ženkliai [18]. Pirmos kartos keitikliai buvo įrašyti tūryje modifikuojant nanogardeles (II tipo modifikacijos). Naujai paskelbtame straipsnyje aprašytos salygos susidaryti nanoporoms, kurios yra tarpinis variantas tarp I ir II tipo modifikacijų. Nanoporų susidarymui įtakos turi impulsų tankis (pasiekus 100 impulsų/ μ m modifikacijos tampa matomomis), taip pat nuo impulsų trukmės (jei $t_p < 250$ fs, tai susidaro I tipo modifikacijos, kai $t_p \geq 400$ fs, tai susidaro II tipo modifikacijos). Lemiamos įtakos taip pat turi spinduliuotės bangos ilgis ir skaitinė apertūra: bangos ilgiui trumpėjant, o skaitinei apertūrai didėjant pasidaro neimanomas nanoporų susidarymas. Bet apibrėžtose ribose modifikuojant nanoporas įmanoma pagaminti didelio pralaidumo radialinės poliarizacijos keitiklius, kurių sklaidos nuotoliai pateikti 4.19 ir 4.20 paveiksluose.

Ištirti RPK, kurie pagaminti lydytame kvarce sudarant nanoporas. Bandiniai komerciškai pagaminti įmonėje "WORKSHOP OF PHOTONICS" (UAB "Altechna R&D"). RPK buvo be skaidrinančių dangų. Sklaidos nuostoliai pamatuoti naudojant 532 nm bangos ilgio spinduliuotę, pluošto diametras ant bandinio buvo 0,44 mm horizontalioje ašyje ir 0,374 vertikalioje ašyje $1/e^2$ intensyvumo aukštje. Matavimo žingsnis buvo 150 μ m. Vidutiniškai paviršiuje pamatuoti 1650 taškų.

Iš sklaidos žemėlapių stebimas paviršius priklausantis nuo modifikacijų įrašymo krypties, kaip ir RPK įrašytiems modifikuojant nanogardeles. Skirtingai nuo RPK įrašytų modifikuojant nanogardeles, tūryje sudarant nanoporas priekinė sklaida (sklaida pralaidume) yra mažesnė nei atspindyje, kas ir sudaro didesnį pralaidumą. Sklaidos nuostoliai atspindyje sumažėjo 9,4 karto (4.19 pav. kairėje ir 4.21 pav.), o pralaidume sumažėjo daugiau nei 100 kartų (532 nm bangos ilgio RPK) (4.19 pav. dešinėje ir 4.21 pav.). Tuo tarpu 1030 nm bangos ilgio RPK atspindyje sklaidos nuostoliai sumažėjo 14,6 kartus (4.20 pav. ir 4.21 pav.).



4.19 pav.: Radialinės poliarizacijos keitiklio skirto 532 nm bangos ilgiui ir pagaminto modifikuojant stikle nanoporas sklaidos nuostolių žemėlapiai: kairėje – atgalinė sklaida, dešinėje – priekinė sklaida



4.20 pav.: Radialinės poliarizacijos keitiklio skirto 1030 nm bangos ilgiui ir pagaminto modifikuojant stikle nanoporas sklaidos nuostolių žemėlapiai: kairėje – atgalinė sklaida, dešinėje – priekinė sklaida



4.21 pav.: Radialinės poliarizacijos keitiklių palyginimas: tamsūs stulpeliai – pagaminta modifikuojant nanoporas, šviesūs stulpeliai – pagaminta modifikuojant nanogardeles

4.2.2. Difrakcinių gardelių įrašytų lydytame kvarce tyrimas VIS metodu

Šioje dalyje pristatomas Brego difrakcinių gardelių, įrašytų tūryje sudarant II tipo modifikacijas, sklaidos nuostolių matavimus. Nors šiai dienai jau pasiekiamas 92% efektyvumas (515 nm bangos ilgio spinduliuotei) [182], bet šis darbas svarbus parodant sklaidos nuostolių matavimų privalumus, kai tiesiogiai galima užregistruoti sklaidos nuostolius ir realiai pamatyti kokybės kitimą atliekant optimizavimo tyrimus.

4.2.2.1. Difrakcinių gardelių įrašymas tūryje

Difrakcinių gardelių įrašymui tūryje naudota femtosekundinė sistema FemtoLab (UAB "Altechna R&D"). Difrakcinės gardelės įrašytos naudojant femtosekundinę Yb:KGW (PHAROS "Šviesos konversija") lazerinę spinduliuotę, o bandinys pozicionuotas didelio tikslumo 3D sistemos transliaciniais stalais (Aerotech ANT130-160-XY-PLUS x ir y ašimis ir ANT130-60 – z ašimi (tikslumas 250 nm)). Bandinio pozicionavimo tiesioginio įrašymo metu ir transliacinių stalų valdymui naudota SCA v2 (UAB "Altechna R&D") programinė įranga.

Difrakcinių gardelių įrašymui naudota 1028 nm bangos ilgio lazerinė spinduliuotė, kurios impulsų trukmė 180 fs, pasikartojimo dažnis 200 kHz. Lazerinės spinduliuotės pluošto skersmuo lazerio išvade siekė 6,4 mm (1/e² intensyvumo aukštyje). Pluošto kokybė buvo $M^2 = 1, 2$. Toliau pluoštas buvo konvertuotas į Beselio-Gauso pluoštą ir sferiniu lęšiu (židinio nuotolis f = 300mm), bei ilgo nuotolio objektyvu, kurio didinimas 50 kartų, darbinis nuotolis t = 17, 0mm, NA= 0, 55 ir židinio nuotolis f = 4 mm, buvo sufokusuotas į lydyto kvarco tūrį, o pluošto diametras židinio nuotolyje buvo $\rho = 0, 6\mu$ m (1/e² intensyvumo aukštyje). Principinė difrakcinių gardelių įrašymo schema pavaizduota 4.22 pav.

Iš viso lydytame kvarce (LITHOSIL) įrašyta 15 difrakcinių gardelių. Gardelės įrašytos naudojant tris skirtingas impulsų energijas (1 μ J, 1,09 μ J ir 1,18 μ J) ir penkiais skirtingais storiais (žr. 4.5 lentelę). Skirtingi storiai įrašomi didinant įrašomų modifikacijų plokštumų skaičių (įrašomos modifikacijos keliuose gyliuose). Visais atvejais paskutinė plokštuma būdavo 50 μ m gylyje nuo lydyto kvarco paviršiaus. Difrakcinių gardelių periodas – 1,5 μ m. Plačiau apie Brego difrakcinių gardelių įrašymą ir tyrimus galima pasiskaityti Mindaugo Mikučio magistrantūros studijų baigiamajame darbe [183].



4.22 pav.: Difrakcinių gardelių įrašymo tūryje principinė schema (kairėje) ir Beselio-Gauso pluošto formavimo schema (dešinėje) – eksikono kampas $\alpha = 0, 5^{\circ}, F1$ – lęšis su f = 300 mmžidinio nuotoliu ir F2 – ilgo nuotolio 50 kartų didinantis objektyvas

4.2.2.2. Difrakcinių gardelių tyrimo metodai

Visiems bandiniams buvo atlikti atgalinės visuminės integruotos sklaidos nuostolių matavimai. Matavimai atlikti naudojantis 2 skyriuje aprašyta VIS matavimų stotimi. Matavimams naudota 532 nm bangos ilgio lazerinė spinduliuotė. Matavimo metu aplinkos sklaida siekė $4,5 \times 10^{-4}\%$ lyginant su etalonu. Bandinių sklaidos nuostoliai apskaičiuoti pagal 2.2 lygtį. Pluošto skersmuo matavimo metu buvo 0,2 mm (1/e² intensyvumo aukštyje), o bandinio skenavimo žingsnis horizontaliai buvo 100 μ .

Be sklaidos nuostolių matavimų, dar buvo pamatuotas difrakcijos efektyvumas⁴ (4.23 pav.). Difrakcijos efektyvumo matavimas atliktas naudojant nuolatinės veikos He-Ne lazerį ($\lambda = 632, 8$ nm). Pirmiausia buvo pamatuota krintančio pluošto galia, toliau buvo matuojama pluošto, praėjusio pro švarią lydyto kvarco zoną, pluošto galia, kai pluošto kritimo kampas atitiko maksimalios difrakcijos efektyvumo kampą. Galiausiai buvo matuojamas pirmos difrakcijos eilės (m = 1) pralaidumas. Iš matavimo rezultatų ir atsižvelgiantį Fresnelio atspindžius, sugerties ir sklaidos nuotolius, buvo apskaičiuotos difrakcijos efektyvumo vertės.



4.23 pav.: Difrakcijos efektyvumo matavimo schema: kairėje – švarios zonos be modifikacijų pralaidumo matavimas, dešinėje – pralaidumo matavimas pirmos eilės difrakcijos maksimume (m = 1). $\lambda/2$ – fazinė plokštelė pasukta 45°kampu lyginant su lazerinės spinduliuotės poliarizacija, B – bandinys, E – ekranas ir FD – fotodiodas

⁴Difrakcijos efektyvumo matavimai atlikti Mindaugo Mikučio

4.2.2.3. Difrakcinių gardelių įrašytų lydytame kvarce matavimo rezultatai

Difrakcinėms gardelėms buvo pamatuoti priekinės ir atgalinės sklaidos nuostoliai, taip pat sklaidos nuostoliai buvo pamatuoti zonai be modifikaciju – be difrakcinių gardelių (4.24 pav.). Difrakcinių gardelių sklaidos nuostoliai matuoti 532 nm bangos ilgiu, o difrakcijos efektyvumas matuotas 632,8 nm bangos ilgiu. Pagal teorinius skaičiavimus, sklaidos nuostoliai 632,8 nm bangos ilgiui turėtų būti apytiksliai 2 kartus mažesni, nei pamatuoti 532 nm bangos ilgiui⁵. Priekinės ir atgalinės sklaidos nuostoliai siekia 10%. Analizuojant sklaidos nuostolius nuo difrakcinių gardelių, tiek didėjant gardelių storiui (4.25 pav. kairėje) ar didėjant įrašymo energijai (4.25 pav. dešinėje), sklaidos nuostoliai auga tiesiškai. Tuo tarpu difrakcijos efektyvumas, didėjant difrakcijos gardelės storiui, iš pradžių auga ir pasiekus maksimalią vertę 88%, po to pradeda mažėti. Didžiausias difrakcijos efektyvumas užregistruotas difrakcinėms gardelėms, kurios irašytos $E = 1\mu J$ impulsų energija (storis $t = 351\mu m$) ir $E = 1,09\mu J$ impulsų energija (storis $t = 263 \mu m$). Ju difrakcijos efektyvumas siekė 88% ir 86,8% atitinkamai, o sklaidos nuostoliai buvo vidutiniai lyginant su kitomis gardelėmis (7,23% ir 7,99% atitinkamai) (4.5 lentelė). Tokia difrakcijos efektyvumo tendencija stebėta su visomis irašymo energijomis. Analizuojant difrakcijos efektyvuma pagal irašymo energijas, tai difrkacijos efektyvumo elgsena priklauso nuo difrakcinės gardelės storio: jei 88 μ m storio gardelės difrakcijos efektyvumas auga tiesiškai, tai 175 μ m storio difrakcinės gardelės difrakcijos efektyvumas jau nukrypsta nuo tiesinės priklausomybės (4.25 pav. dešinėje juoda ir raudona kreivės su rutuliukais atitinkamai), bet vis dar stebimas difrakcijos efektyvumo didėjimas, didėjant įrašymo energijai. Idomu tai, kad 263 ir 438 μ m storių difrakcinių gardelių difrakcijos efektyvumai pagal įrašymo energiją rodo priklausomybę su maksimumu, o difrakcinės gardelės su tarpinius storiu $(351 \ \mu m)$, difrakcijos efektyvumas nuo didžiausio (88%) mažėja tiesiškai, priklausomai nuo irašymo spinduliuotės energijos. Kadangi irašytos difrakcinės gardelės neturi idealios struktūros ir periodiškumo, tai dalis nuostoliu stebimi ir kitose difrakcijos eilėse, kas galėji lemti ir tokias difrakcijos efektyvumo ir sklaidos nuostolių vertes.

 $^{^5 \}mathrm{Vertinta}$ priimant, kad sklaida nuo modifikacijų pasireiški
a pagal Reilėjaus sklaidos teoriją

4.5 lentelė: Difrakcinių gardelių parametrai: N
 – įrašytos plokštumos tūryje, t – gardelės storis,
 α_{maks} -kampas kuriuo stebimas maksimalus difrakcijos efektyvumas

N t um	0 °	Difrakcijos efektyvumas, $\%$			
1,	ι (, μ ¹¹¹	$\alpha_{max},$	$1.00 \ \mu J$	$1.09 \ \mu J$	$1.18 \ \mu J$
1	88	10.05	18.7	24.9	31.1
2	175	10.05	56.7	63.6	74.6
3	263	10.00	83.5	86.8	83.3
4	351	10.00	88.0	78.7	67.0
5	438	9.95	76.5	83.2	70.8



4.24 pav.: Difrakcinių gardelių sklaidos nuostolių ir difrakcijos efektyvumo matavimo rezultatai: kairėje – sklaidos nuostolių žemėlapis; viduryje – atgalinės sklaidos nuostoliai (tamsūs stulpeliai ir skalė kairiame šone) ir difrakcijos efektyvumas (šviesūs stulpeliai ir skalė dešiniame šone); dešinėje – priekinės sklaidos nuostoliai (tamsūs stulpeliai ir skalė kairiame šone) ir difrakcijos efektyvumas (šviesūs stulpeliai ir skalė dešiniame šone)



4.25 pav.: Kairėje: visuminės sklaidos nuostoliai (priekinės ir atgalinės sklaidos nuostolių suma) ir difrakcijos efektyvumo priklausomybė nuo difrakcinių gardelių storio; dešinėje: visuminės sklaidos nuostoliai (priekinės ir atgalinės sklaidos nuostolių suma) ir difrakcijos efektyvumo priklausomybė nuo difrakcinių gardelių įrašymo energijos

4.3. Apibendrinimas

Atlikus skirtingų medžiagų ZrO_2 , Nb_2O_5 ir SiO_2 ir jų mišinių sklaidos nuostolių ir šiurkštumo matavimus matoma, kad VIS nuostolių matavimu įvertinus šiurkštumą, rezultatai koreliuoja su AJM atliktais ir įvertintais šiurkštumais, nors iš VIS įvertinti šiurkštumai yra didesni nei iš AJM įvertintų verčių. Didžiausi nesutapimai stebimi ZrO_2 dangai ir jos mišiniams su SiO_2 . Toks nesutapimas siejamas su šios medžiagos polikristalizacija. Šiuo atveju paviršiaus šiurkštumas įvertintas iš VIS matavimų nukrypsta nuo matavimo AJM 3 kartus, o iš kampinės sklaidos įvertintas šiurkštumas nuo AJM įvertinto skiriasi 2,6 kartais. Šis neatitikimas tarp matavimų yra svarbus tuo, kad iš sklaidos nuostolių gauname papildomą informaciją apie paviršių ir tūrį. Šie matavimai vienas kitą papildo. VIS metodu pamatuojamas didesnis plotas ir išskiriamos kitos paviršiaus ir tūrio detalės dangose, kai AJM pamatuoja šiurkštumą tiksliau, bet mažame plote.

Toliau buvo nagrinėti didelio atspindžio veidrodžiai, kurie pagaminti tik iš SiO₂ sluoksnių ir standartinis didelio atspindžio veidrodis, kuris papildytas ${\rm SiO}_2$ sluoksniais, kurie buvo naudoti veidrodžiui tik
 iš ${\rm SiO}_2.$ Veidrodis tik iš SiO_2 sluoksnių pasižymėjo itin aukštu pažeidimų lazeriniai spinduliuotei slenksčiu (> 65 J/cm²), bet dideliais sklaidos nuostoliais (0,72%), lyginant su standartiniu didelio atspindžio veidrodžiu (PLSS 32 J/cm², o VIS 0,072%). Modifikuoti didelio atspindžio veidrodžiai su skirtingais SiO_2 sluoksniais užgarintais SKGT technologija, su 50% PLSS tikimybe visais atvejais pasižymėjo didesnėmis PLSS vertėmis ir didėjant SiO₂ sluoksnių skaičiui, PLSS didėjo, bet taip pat didėjo ir VIS nuostoliai. Iš kitos pusės šio modifikuoto veidrodžio su 18 SiO₂ sluoksnių sklaida buvo 2,5 kartus mažesnė nei veidrodžio tik iš SiO₂ sluoksnių. PLSS tarp šių veidrodžių vienareikšmiškai įvertinti negalima, bet PLSS su 50% tikimybė, standartinio veidrodžio ir modifikuoto su 18 sluoksnių užgarintų SKGT technologija, skyrėsi 3 kartus ir toks rezultatas yra gana aukštas. Probleminė sritis yra defektai ir oro tarpai susidarantys didėjant SKGT metodu užgarintų dangų kiekiui. Šiuo atveju PLSS vertės po pirmo pažeidimo SKGT technologija modifikuotiems veidrodžiams buvo mažesnės nei stebima standartiniam veidrodžiui. Nors standartinio veidrodžio su 4 sluoksniais SiO_2 užgarinto SKGT technologija PLSS po pirmo pažeidimo buvo 1,75 karto didesnė nei standartinio veidrodžio.

Šių dienų optinių komponentų tūris yra pagaminamas itin aukštos kokybės ir didžiausi iššūkiai keliami paviršiaus apdirbimui. Bet šiai dienai pradėti kurti naujos kartos optiniai komponentai, kurie įrašomi optinių medžiagų tūryje. Įrašytos struktūros yra stabilios, pasižymi didesniu pažeidimų lazerinei spinduliuotei slenksčiu nei įprastais metodai pagaminti tam tikti optiniai komponentai, kaip radialinės poliarizacijos keitikliai ir kiti. Lazeriniu būdu tūryje modifikuojant medžiagą sukurtų optinių komponentų pagrindinė problema išlieka gana dideli sklaidos nuostoliai, nors matomas proveržis ir šioje srityje.

Radialinės poliarizacijos keitiklių, įrašytų formuojant tūryje nanogardeles, visuminės integruotos sklaidos nuostoliai yra aukštesni pralaidume nei atspindyje (apie 6,3 kartus) ir priklauso nuo poliarizacijos skirtingose RPK vietose, nors VIS nuostolių vidutinė vertė per visą RPK paviršių skirtingiems poliarizacijos kampams svyruoja nežymiai (0,1% atgalinei sklaidai ir 0,3% priekinei sklaidai). Kita problema yra, kad pakankamam 1064 nm bangos ilgio keitimui reikia įrašyti dvigubą struktūrą, kurios sklaidos nuostoliai atspindyje išauga daugiau nei 5 kartus, lyginant su struktūra įrašyta vienoje plokštumoje.

Šiais metais publikuotame straipsnyje [18] aprašomos tūryje modifikuojamos nanoporos, kurios pasižymi didesniu pralaidumo, o įrašyti radialinės poliarizacijos keitikliai pasižymi 100 kartų mažesniais sklaidos nuostoliais pralaidume ir 9,4 kartais mažesniais sklaidos nuostoliais atspindyje, lyginant su RPK įrašytais modifikuojant nanogardeles. Nors sklaidos nuostoliai netolygiai pasiskirsto per RPC paviršių ir priklauso nuo įrašymo struktūros, bet sumažėję sklaidos nuostoliai pralaidume užtikrina geresnę pluošto kokybę, lengvesnį fokusuojamumą, tolygesnį pluošto profilį [184].

Ultratrumpais impulsais Beselio-Gauso pluoštu modifikuojat tūrį įrašytos difrakcinės gardelės pasižymėjo aukštu difrakcijos efektyvumu (iki 88,0%, kai $\lambda = 632, 8$ nm) ir žemais sklaidos nuostoliai (7,23%, kai $\lambda = 532$ nm). Sklaidos nuostoliai didėja tiesiškai, didėjant difrakcinių gardelių storiui. Panašiai sklaidos nuostoliai auga didinant difrakcinių gardelių modifikavimui naudojamą impulsų energiją. Nors pasiekus difrakcijos efektyvumo maksimumą prie 351 nm storio, toliau difrakcinių gardelių storiui didėjant difrakcijos efektyvumo maksimumą prie mažėja, o sklaida auga.

PAGRINDINIAI REZULTATAI IR IŠVADOS

- 1. Surinkta ir ištestuota visuminės integruotos sklaidos nuostolių matavimų sistema. Matavimai atliekami uždaroje kameroje su lokaliu aplinkos oro valymu, taip išvengiant švaraus kambario irengimo. Kameros valymas užtrunka 3 minutes ir pasiekiama ISO 6 švarumo klasė. Toks kameros švarumas leidžia pasiekti fono signalą $(7, 2 \pm 0, 1) \times 10^{-6}$ 1064 nm bangos ilgiui, $(4, 0\pm 0, 5) \times 10^{-6}$ 532 nm bangos ilgiui ir $(9, 6\pm 0, 9) \times 10^{-6}$ bangos ilgiui. Toks fonas leidžia pamatuoti šiurkštumą iki 1,5 nm 532 nm bangos ilgiu, kai paviršiaus atspindžio koeficientas siekia 4% ir šiurkštumą iki 3 Å 532 nm bangos ilgiu, kai paviršiaus atspindžio koeficientas siekia 90%. VIS nuostolių matavimų sistema veikia patikimai, nuokrypiai nuo atsikartojančių matavimų siekia 1% 532 nm bangos ilgiui ir 0,7% 355 nm bangos ilgiui. Įvertintas optinių padėklų paviršiaus šiurkštumas 532 nm bangos ilgiui skyrėsi 1,2 karto nuo matavimo atominės jėgos mikroskopu, o 355 nm bangos ilgio spinduliuotei 2,5 kartus, lyginant su matavimais AJM, kas atitinka kitų autorių stebėtus nuokrypius ir leidžia vertinti, kad VIS matavimu sistema veikia patikimai.
- 2. Atliktas optinių padėklų papildomas apdirbimas ėsdinant Ar plazma naudojant skirtingus ėsdinimo režimus. Esdinimas atliktas stengiantis nepasiekti PPĮ sluoksnio, nors iš VIS nuostolių žemėlapių matoma, kad kai kuriais atvejais PPI sluoksnis pasiekiamas nuėsdinus iki 500 nm gylio ir tai parodo, kad paviršiai nupoliruoti netolygiai. Nepaisant netolygaus nuėsdinimo kai kuriems optiniams padėklams, geriausi paviršiaus kokybės parametrai, lyginant su padėklų kokybe prieš papildomą apdirbimą, stebėti nuėsdinus Ar plazma iki 500 nm 1,5 kW RF šaltinio galia: plokštiškumas prastėjo minimaliai – tik 1,1 karto, sklaidos nuostoliai mažėjo iki 33,6 kartų; šiurkštumas mažėjo iki 1,4 kartų lyginant su optiniais padėklais prieš papildomą apdirbimą, o PLSS prieš pirmą pažeidimą didėjo iki 5,1 kartą. Papildomas veikimas deguonies jonais leido sumažinti šiurkštumą iki 1,6 kartų ir padidinti PLSS prieš pirmą pažeidimą iki 6,1 karto. PLSS, kai tikimybė yra 50%, didėjo 14 kartų, kas parodo šio papildomo apdirbimo technologijos potencialą. Žemas PLSS ties pirmu pažeidimu rodo, kad paviršiuje lieka nemažai defektų, ta parodo ir VIS nuostolių

žemėlapiuose matomi didesni sklaidos nuostolių centrai. Remiantis šiais rezultatais galimi tolimesni tyrimai, siekiant tolygaus paviršiaus nupoliravimo ir sklaidos centrų pašalinimo.

- 3. Ištirtos skirtingų medžiagų ZrO₂, Nb₂O₅ ir SiO₂ ir jų mišinių dangos užgarintos ant lydyto kvarco optinių padėklų. Atlikti VIS ir KS nuostolių matavimai ir paviršiaus skenavimas AJM. Iš atliktų matavimų įvertinti šiurkštumai. Tiek VIS, tiek KS matavimų rezultatai koreliuoja su AJM atliktais šiurkštumo matavimais, tik ZrO₂ dangos atveju, iš sklaidos matavimų stebimas 3 (VIS metodas) ir 2,6 (KS metodas) kartų nesutapimas su matavimu AJM. Toks nesutapimas atsiranda dėl ZrO₂ dangos polikristalizacijos. ZrO₂ dangos mišiniui su SiO₂ polikristalizacija nestebima, todėl sumažėja ir sklaidos nuostoliai, ir paviršiaus šiurkštumas. Šis matavimas parodo, kad šiurkštumas AJM pamatuojamas tiksliau, bet su VIS metodu stebima daugiau paviršiaus detalių.
- 4. Ištirti didelio atspindžio veidrodžiai, iš kurių du pagaminti iš standartinių medžiagų, vienas pagamintas SKGT metodu garinant tik ${\rm SiO}_2$ sluoksnius žemo lūžio rodiklio medžiagą sudarant iš porėtų SiO₂ sluoksnių ir dar keturi veidrodžiai buvo pagaminti iš standartinių medžiagų, bet viršutinius sluoksnius užgarinant SKGT metodu tik iš SiO₂. Didelio atspindžio veidrodis, pagamintas tik iš ${\rm SiO}_2$ sluoksnių, pasižymėjo itin aukšta PLSS verte $->65 \text{ J/cm}^2$ prie 20% tikimybės, kai standartinio veidrodžio PLSS prie 100% tikimybės buvo 32 J/cm². Deja, didelio PLSS veidrodis pasižymėjo ir dideliais sklaidos nuostoliais, kurie siekė 0,72% ir buvo 10 kartų didesni nei standartiniam didelio atspindžio veidrodžiui. Šiam trūkumui pašalinti ar bent kažkiek sklaidos nuostoliams sumažinti buvo užgarintas standartinis didelio atspindžio veidrodis, kurio viršutiniai sluoksniai buvo sudaryti tik iš ${\rm SiO}_2$ sluoksnių užgarintų SKGT metodu. Didžiausia pasiekta PLSS vertė yra 90 J/cm², kai pažaidos tikimybė siekė 50% standartiniam veidrodžiui su 18 ${\rm SiO}_2$ sluoksnių užgarintų SKGT metodu. Bet šiuo atveju sklaidos nuostoliai sumažėjo tik 2,5 kartus lyginant su veidrodžiu tik iš SiO_2 sluoksnių. Taip pat šio veidrodžio PLSS vertė po pirmojo pažeidimo siekė 10 J/cm², kas rodo didelę porėtų dangų įtaką. Stebima tendencija, kad didėjant ${\rm SiO}_2$ sluoksnių skaičiui, užgarintų SKGT metodu ant standartinio didelio atspindžio veidrodžio, PLSS vertės ties 50% tikimybe, didėja, bet taip pat didėja ir sklaidos nuostoliai. Tuo tarpu PLSS po pirmo pažeidimo didžiausia esant mažiausiam SiO₂ sluoksnių skaičiui užgarintų SKGT metodu ant standartinio didelio atspindžio veidrodžio.
- Ištirti radialinės poliarizacijos konverteriai pagaminti tūryje femtosekundiniais impulsais įrašant struktūras modifikuojant nanogardeles ir nanoporas. RPK, įrašytų formuojant tūryje nanogardeles, VIS nuostoliai yra

aukštesni pralaidume nei atspindyje 6,3 kartus. RPK skirtas 1064 nm bangos ilgio spinduliuotės pluoštui konvertuoti reikalinga dviguba struktūra, kurios sklaidos nuostoliai atspindyje yra daugiau nei 5 kartus didesni nei struktūros įrašytos viename sluoksnyje. Tūryje modifikuojant nanoporas ir iš jų sudėliojant struktūras lazerinės spinduliuotės poliarizacijos konvertavimui į radialinę poliarizaciją, VIS nuostoliai sumažinti iki 100 kartų pralaidume ir iki 9,4 kartų atspindyje lyginant su VIS nuostoliais RPK įrašyto modifikuojant nanogardeles. Sumažėję sklaidos nuostoliai pralaidume užtikrina geresnę pluošto kokybę, lengvesnį fokusuojamumą, tolygesnį pluošto profilį.

6. Ultratrumpais impulsais Beselio-Gauso pluoštu modifikuojat tūrį įrašytos difrakcinės gardelės pasižymėjo aukštu difrakcijos efektyvumu (iki 88,0%, kai $\lambda = 632, 8$ nm) ir žemais sklaidos nuostoliai (7,23%, kai $\lambda = 532$ nm). Sklaidos nuostoliai didėja tiesiškai, didėjant difrakcinių gardelių storiui. Panašiai sklaidos nuostoliai auga didinant difrakcinių gardelių modifikavimui naudojamą impulsų energiją. Nors pasiekus difrakcijos efektyvumo maksimumą prie 351 nm storio, toliau difrakcinių gardelių storiui didėjant difrakcijos efektyvumas mažėja, o sklaida auga. Šiuo atveju reikalingi papildomi eksperimentai, kurie leistų sumažinti sklaidos nuostolius ir dar daugiau padidinti difrakcijos efektyvumą.

SUMMARY OF DOCTORAL DISSERTATION

LIST OF ABBREVIATIONS

AFM	Atomic force microscope
ARS	Angle resolved scattering
BSDF	Bidirectional Scatter Distribution Function
BW	Backward
\mathbf{FS}	Fused silica
\mathbf{FW}	Forward
GLAD	Glancing Angle Deposition
HBFD	Highest before first damage
\mathbf{HR}	High reflection
IAD	Ion assisted deposition
IBS	Ion beam sputtering
LIDT	Laser induced damage threshold
OS	Optical substrates
PA	Pressured air
RMS	Root mean square
RPC	Radial polarization converter
SEM	Scanning electron microscope
SSD	Subsurface damage
TIS	Total integrated scattering
TS	Total scattering
US	Ultrasonic

INTRODUCTION

Optical quality was important since the first production of optical components in antiquity [1]. In the 17th century the telescope and photo-camera were made and these inventions induced the research of new materials and manufacturing methods for optical components with higher quality. But the greatest interest came with invention of laser by T. Maiman in 1960 [2]. With fast development of lasers and laser systems the knowledge of importance of optical components and their quality parameters increased.

Healthy well-seeing eyes can separate particles as small as 25 μ m and thick layer of dirt on human wearable glasses does not cause greater obstruction to human vision. However, the laser light especially powerful interact with all obstacles on the way of light. These obstacles can absorb the light of laser and burn, causing damages on the surface of optical components. Also these obstacles can change the path of laser light too. And both of these factors are not desirable on the surface and in the volume of the optical components. Therefore the large groups of scientists and engineers take a large efforts to eliminate all these defects of the optical components.

These defects are recognized as bubbles or inclusions in the volume of glass, the scratches or digs on the surface, polishing marks or greyness and etc. Each step of manufacturing of optical components are extremely important: the volume quality depends on the glass manufacturing processes; the surface quality depends on the grinding, lapping and polishing processes. Each of these processes are connected and can not be missed and the next process quality depends on the previous process quality. After glass processing there is thin film coating processes. The quality of the final optical component with the coatings depends not only from the quality of the coating materials, but also the quality of the final optical component depends on the thin film evaporation technology, the structure of the coatings (amorphous or crystalline) and the quality of the prepared glass substrate [3].

The measurements are performed in each manufacturing step for better control of the quality. The volume homogeneity, the glass refraction index for different wavelengths, the bubbles and inclusions and other measurements are performed for the bulk of the glass. The physical properties and operational measurements are performed too. The other class of the measurements are the surface quality evaluation. This evaluation starts form the form tolerances of the optical component, then macro measurements of the scratches and digs and the final measurements of the micro and nano surface measurements of the flatness and roughness. The different devices are used for various measurements and everyone have their limits, advantages and disadvantages. The Total Integrated Scattering (TIS) measurements are used in this thesis for the quality evaluation of different optical components. The main advantages of this measurement are non-contact measurement of the optical components and possibility to evaluate the rms surface roughness from scattering losses [4, 5]. The main disadvantage is the lack of accuracy for rms roughness evaluation of transparent optical components. The scattering losses are collected from both sides and from the volume of the transparent optical component. Despite of this disadvantage, TIS measurement method together with other measurement methods allows better understanding of optical components quality and evaluate the small quality changes after modifications of the manufacturing processes [8].

The TIS measurement setup is presented in this thesis in second chapter. This setup is prepared according ISO 13696 standard. The main difference from the other scattering setups is that measurements are performed in closed clean chamber rather than in the clean room. The closed circle of chamber cleaning enable the scattering measurements with losses up to 4×10^{-4} % at 532 nm wavelength. The facilities are extended with the first, the second and the third harmonics of Nd:YAG Q-Switch laser. There is possibility to integrate other lasers to this TIS measurement system if there is a need. The TIS measurement setup is used for the quality control of optical components and for the improvement of the manufacturing processes.

There already has been mentioned about the importance of the optical components manufacturing, but the manufacturing processes of optical substrates (OS) do not finishes with polishing nowadays. There are announced new methods for additional processing of the OS after polishing. The main reason of these additional processes is the intention to reduce the duration of manufacturing and improve the quality of the OS. One of these additional processes are etching of the optical substrate surface with Ar plasma before the deposition of coatings. Therefore the results of etching with different powers of RF plasma and different etching depths are presented in chapter three. The additional treatment with oxygen and annealing after etching are presented here too. The goal of this investigation is to find the best etching parameters for LIDT improvement without losses or even improvement of surface quality.

The forth chapter has two sections. The first section presents two investigations of scattering losses: the first one is on Nd_2O_5 and ZrO_2 mixtures with SiO_2 thin films and the second investigation is on high quality mirrors evaporated with two different methods. The first method is standard high reflection mirror for comparison of results. Therefore the second high reflection mirror was evaporated by glancing angle deposition technique with SiO_2 layers only. The new combination of SiO_2 layers evaporated by GLAD method allows achieve 3 times higher LIDT compared with LIDT from standard high reflection mirror.

The second section of chapter four is about optical components of new generation. The volume quality of fused silica (FS) is sufficiently high compared
with surface [19], but there are new challenges with optical components prepared by writing the nanogatings to the volume of FS. With the proper laser light parameters and appropriate damages in the volume it is possible to form the optical components as polarizers, diffraction gratings, lenses, radial polarization converters and other. These optical components distinct from others by higher LIDT, the possibility to use different materials as OS to write the modifications and these modifications can be written in different sizes. The main and largest disadvantage is high scattering losses and the main goal is to reduce these scattering losses and improve the quality of these components. The evaluation of the scattering losses for radial polarization converters and Bregg diffraction gratings are presented in this PhD thesis. The scattering losses and the quality of these optical components depends on the writing conditions: the wavelength of writing, the duration of laser pulses, the repetition rate of laser pulses, the scanning speed and other parameters.

Objective of the thesis

Develop a total integrated scattering measurement system with variable wavelengths capable of measuring scattering losses arising from 1 Åsurface roughness in spectral range covering first (1064 nm), second (532 nm) and third (355 nm) harmonics the Nd:YAG laser and provide sensitivity and spatial resolution of scatter measurements suitable for automated optimization of manufacturing processes of laser optical components.

Main tasks

- 1. The creation and investigation of total integrated scattering measurement system according ISO 13696 standard. Full automatization and evaluation of measurement capabilities: the clean class evaluation, the evaluation of cleaning duration of chamber, the evaluation of repeatability of measurements, the rms roughness evaluation for TIS and comparision with rms roughness measurements performed with atomic force microscope.
- 2. The characterization of total integrated scattering losses with 355 nm wavelength of usually polished optical substrates before and after Ar plasma etching. Execute the flatness, power, transmission, reflection and rms roughness parameters evaluation before and after additional processing. Select the best parameter set for additional processing with the best surface quality according rms roughness, TIS losses and flatness parameters compared with optical substrates before additional manufacturing.
- 3. Evaluate the TIS losses measured with 532 wavelength for optical substrates with ZrO_2 , Nb_2O_5 and SiO_2 coatings and their mixtures. Com-

pare surface roughness evaluated form TIS losses and angle resolved scattering losses measurements with roughness measured with atomic force microscope.

- 4. Evaluate TIS losses with 532 nm wavelength for high reflectance mirror manufactured with standard materials evaporated by ion-beam sputtering technology and for high reflectance mirror manufactured with SiO_2 material evaporated by GLAD technology. Evaluate TIS losses for standard high reflectance mirror and the same mirror but with different number of layers of coatings with SiO_2 material evaporated by GLAD method. Select the optimal manufacturing set for high reflectance mirrors with the highest LIDT and the lowest scattering losses.
- 5. Measure the TIS losses for different polarizations for radial polarization converters (RPC) prepared by writing nanogratings structures in the fused silica volume. Investigate the homogeneity of laser beam transmitted through the RPC. Compare the TIC losses for RPC prepared by writing the nanogratings in the volume of fused silica and RPC prepared by writing nanopores in the volume of fused silica.
- 6. Measure the TIS losses for Bragg diffraction gratings prepared by writing nanogratings in the volume of fused silica with different laser pulse energies and with different thickness of Bragg diffraction gratings. Prepare the set of parameters for the highest diffraction efficiency and the lowest TIS losses.

Research novelty and practical value

- 1. The prepared TIS measurement system allows sensitive scattering losses measurements (up to 10^{-6}) and the measurements are performed in closed chamber (not in the clean room). This configuration allows fast and simple measurements of scattering losses for different samples.
- 2. The large scale investigation of Ar plasma etched substrates with different parameters of Ar plasma was performed for the first time. The surface quality of the optical components evaluated before and after different treatment. The scattering losses were evaluated.
- 3. For the first time the scattering losses evaluated for Nb_2O_5 and ZrO_2 mixtures with SiO₂ evaporated by IBS technology.
- 4. For the first time the TIS loses evaluated for high reflectance mirrors prepared by GLAD technology evaporated only with SiO_2 material.
- 5. The TIS measurements applied for quality evaluation of new generation optical components that were made by writing the modifications in the fused silica volume with femtosecond pulses.

The scientific novelty of the dissertation is confirmed by the following facts:

- 1. The TIS measurements have wide range of applications for quality control of preparation methods of optical substrates, also for evaluation of thin films prepared with different materials or evaporated by different technologies, either the TIS measurement method is applicable for optimization of quality evaluation for optical components prepared by writing the nanogratings and nanopores in the volume.
- 2. The TIS measurement method is more sensitive quality measurement method compared with other standard measurement methods. This method is reliable and the results of TIS measurements can be evaluated quantitatively even from the low level changes of the surface quality emerged after different technological processes.
- 3. The TIS measurement method is non contact measurement method with all advantages of this type methods.

Statements for Defence

- 1. It is possible to perform TIS measurements and evaluate few angstroms rms surface roughness in closed chamber with local cleaning without clean room environment. It is possible to reach the clean class 6 according ISO standard in local chamber and maintain this cleanliness during all measurement procedure.
- 2. The investigation of optical substrates surface quality with TIS losses measurement, rms roughness, flatness, power and transmittance measurements showed improvement of surface quality after Ar plasma etching. The TIS measurement showed that the polishing of the surfaces of optical substrates are uneven and with separate defects.
- 3. When measuring TIS with low M² laser beams, not only integrated scattering losses are evaluated, but also the individual surface and volume defects that are not detected by optical microscopes are observed. Scattering losses from densely evaporated transparent amorphous coatings arises due to reproducible optical substrate surface rms roughness, while polycrystalline whether crystalline coatings as well as porous coatings are observed due to volume scattering losses.
- 4. The TIS losses evaluated with 532 nm wavelength increase with the higher number of porous coatings and the scattering losses of the mirrors prepared with the porous coatings are 10 times higher than the scattering losses of the standard mirrors. The combined evaporation of standard mirror with porous layers reduce the scattering losses 2,5 times.

5. The nanogratings modified in the volume of fused silica induce the scattering losses higher than 10% for 532 nm wavelength. The scattering losses from the nanogratings depend on the number of layers of nanogratings written in the volume. It is possible to reduce scattering losses more than 100 times and maintain the functionality of nanogratings after selecting proper parameters of the femtosecond pulses.

Structure of the Thesis

This thesis has four chapters. The fist chapter is for review of literature and the first section on the first chapter is about the nature of scattering, the calculations of scattering losses from the surfaces and scattering losses evaluation from the volume. The measurements systems of scattering losses and surface roughness evaluation methods are reviewed in the first section too. The second section of the first chapter is about processes of optical components manufacturing. Therefore the largest attention is for additional processes after polishing of optical substrates before dielectric coating evaporation. The third section is about preparation and evaporation of thin films. The different processes and materials for thin film evaporation are reviewed. The last fourth section is about the method for manufacturing of new generation optical components with volume modification by femtosecond pulses.

The second chapter is about TIS measurement setup prepared by author in Laser research centre of Vilnius University. The automatization and the measurement performance evaluation are presented.

The optical substrates quality evaluation before and after Ar plasma etching is reported in the third chapter. The Ar plasma etching is performed with different powers of RF source, the different depths of the substrates are etched and the treatment with oxygen and annealing after etching are presented.

The last fourth chapter consists with two different sections. The thin film mixtures and their quality investigation are presented in the first section. The investigation of high reflectance mirrors prepared by GLAD method with SiO_2 layers are presented in this section too. The second section is about new generation optical components prepared by written modifications in the volume of fused silica. The scattering losses and alteration of scattering losses according writing parameters of modifications are investigated.

Contributions

The setup of total integrated scattering and all scattering losses measurements are performed at Vilnius University Laser Research Centre under supervision prof. V. Sirutkaitis during 2008-2020 years. Additional measurements: flatness, power, transmittance and reflectance were accomplished in Altechna. The author of this thesis assembled and tested TIS measurement setup, prepared and accomplished the setup testing experiments and automation. All these task and goals of dissertation would not accomplished without the help and guidance of colleagues and co-authors:

Prof. Valdas Sirutkaitis supervised my bachelor and master thesis. Also he supervised the PhD studies. He was the initiator of TIS measurement setup in closed chamber, he consulted about testing of the setup, preparation of publications and he helped to present research results.

Dr. Andrius Melninkaitis not only helped with consultations during TIS measurement setup preparation, but he helped with execution of experiments, automation of measurements and analysis of the measurement results. Also he contributed with LIDT measurements. He significantly contributed with ideas of experiments and with preparations of publications [20–23].

Dr. Mikas Vengris helped with consultations and programming tasks during automation of TIS measurement setup.

Dr. Simona Liukaitytė performed some testing tasks of TIS setup and accomplished repeatability tasks.

Dr. Tomas Tolenis prepared samples with coatings, high reflectance mirrors with different evaporation techniques. He performed rms roughness, transmittance and other measurements for coated samples. He significantly contributed to the preparation of publications [20, 22, 23].

Dr. Titas Gertus prepared the samples of radial polarization converters with nanogratings written in fused silica volume.

Mindaugas Mikutis wrote the Bragg diffraction gratings with femtosecond pulses in the volume of fused silica and performed the measurements of diffraction efficiency.

Approbation

Scientific articles in periodical journals with an impact factor which are included in the Clarivate Analytics database

- P1. Lina Grinevičiūtė, Rytis Buzelis, Lina Mažulė, Andrius Melninkaitis, Simonas Kičas, Tomas Tolenis "Enhancement of high reflectivity mirrors using the combination of standard and sculptured thin films", Optics and Laser Technology 129, 106292 (2020).
- P2. T. Tolenis, L. Grinevičiūtė, L. Smalakys, M. Ščiuka, R. Drazdys, L. Mažulė, R. Buzelis ir A. Melninkaitis "Next generation highly resistant mirrors featuring all-silica layers", Scientific Reports 7, 10898 (2017).
- P3. L. Mažulė, S. Liukaityte, R. C. Eckardt, A. Melninkaitis, O. Balachninaitė, V. Sirutkaitis, "A system for measuring surface roughness by total integrated scattering", JOURNAL OF PHYSICS D-APPLIED PHYSICS, IOP PUBLISHING LTD, 44 (2011).

P4. A. Melninkaitis, T. Tolenis, L. Mažulė, J. Mirauskas, V. Sirutkaitis, B. Mangote, X. Fu, M. Zerrad, L. Gallais, M. Commandre, S. Kičas, R. Drazdys, "Characterization of zirconia- and niobia- ilica mixture coatings produced by ion-beam sputtering", APPLIED OPTICS, OPTICAL SOC AMER, 50, C188-C196 (2011).

Conference proceedings

- PR1. A. Melninkaitis, L. Grinevičiūtė, G. Abromavičius, L. Mažulė, L. Smalakys, E. Pupka, M. Ščiuka, R. Buzelis, S. Kičas, T. Tolenis, GJ. Exarhos, VE. Gruzdev, JA. Menapace, D. Ristau, MJ. Soileau (Eds.), "Next-generation all-silica coatings for UV applications, Laser-Induced damage in optical materials", SPIE-INT SOC OPTICAL ENGINEER-ING, 10447 (2017).
- PR2. T. Tolenis, L. Grinevičiūtė, A. Melninkaitis, A. Selskis, R. Buzelis, L. Mažulė, R. Drazdys, YJ. Jen, A. Lakhtakia, TG. Mackay, "New generation all-silica based optical elements for high power laser systems, Nanostructured thin films X", SPIE-INT SOC OPTICAL ENGINEER-ING, 10356 (2017).
- PR3. L. Mažulė, S. Liukaitytė, V. Sabonis, T. Gertus, M. Mikutis, D. Paipulas, T. Puodžiūnas, V. Sirutkaitis, "Characterization of the optical components fabricated by femtosecond pulses in transparent material", Proc. SPIE 8839, Dimensional Optical Metrology and Inspection for Practical Applications II, 883909 (2013).
- PR4. A. Melninkaitis, T. Tolenis, L. Mažulė, J. Mirauskas, V. Sirutkaitis, B. Mangote, X. Fu, M. Zerrad, L. Gallais, M. Commandre, S. Kičas, R. Drazdys, "Complex study of zirconia-silica and niobia-silica composite coatings produced by ion beam sputtering", in Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2010, Boulder, Colorado, USA, 2010, p. 784203.

Other publications

- PK1. T. Tolenis, L. Grinevičiūtė, L. Mažulė, A. Selskis ir R. Drazdys, "Lowstress phase plates produced by serial bideposition of TiO2 thin films", Journal of Nanophotonics 10 (2016).
- PK2. I. Reklaitis, T. Grinys, R. Tomašiūnas, T. Puodžiūnas, L. Mažulė, V. Sirutkaitis, C. H. Lin, and C. C. Yang, "A new geometrical approach for rapid LED processing by using femtosecond laser," Optics and Lasers in Engineering 74, 17–21 (2015).

Conference presentations, presented by the author

- <u>L. Mažulė</u>, V. Sabonis, T. Puodžiūnas, T. Gertus, V. Sirutkaitis, "Įvairių optinių komponentų visuminės integruotos sklaidos nuostolių tyrimas", 40th Lithuanian National conference of physics (2013). Poster.
- <u>L. Mažulė</u>, S. Liukaitytė, V. Sabonis, T. Gertus, M. Mikutis, D. Paipulas, T. Puodžiūnas, V. Sirutkaitis, "Characterization of the optical components fabricated by femtosecond pulses in transparent materials", Proc. SPIE. San Diego, CA (2013) doi:10.1117/12.2022823. Oral presentation.
- <u>L. Mažulė</u>, M. Mikutis, T. Gertus, T. Puodžiūnas, D. Paipulas, V. Sirutkaitis, "Characterization of Optical Components Fabricated with Femtosecond Pulses by Total Integrated Scattering", XX-th Lithuania – Belarus seminar "LASERS AND OPTICAL NONLINEARITY" (2013) Vilnius. Poster.
- 4. <u>L. Mažulė</u>, M. Mikutis, T. Gertus, T. Puodžiūnas, D. Paipulas, V. Sirutkaitis, "Characterization of Optical Components Fabricated with Ultrashort Pulses by Total Integrated Scattering from the volume", 10th International Young Scientist conference "Developments in Optics and Communications" and Laserlab III Training School for Potential Users "Laser Applications in Spectroscopy, Industry and Medicine" (2014), Riga, Latvia. Poster.
- <u>Lina Mažulė</u>, T. Tolenis, V. Sirutkaitis, "Visuminės integruotos sklaidos panaudojimas optinių komponentų gamybos ir plovimo procesų kokybės kontrolei", 43th Lithuanian National conference of physics (2019), Kaunas. Poster.
- 6. <u>Lina Mažulė</u>, Justinas Butkus, Kestutis Juskevicius, Valdas Sirutkaitis, "Quality improvement of the fused silica substrates for laser grade optics by argon plasma etching". There have had to be presented oral presentation in international conference Pacific Rim Laser Damage (2020) (PLD2020), Japan, The conference was cancelled because of COVID-19.

OVERVIEW OF RESULTS

THE MEASUREMENT SYSTEM OF TOTAL INTEGRATED SCATTERING

The research data of this section has been published in P3.

The TIS measurement setup (Fig. 1) was build and used for all measurements presented in this thesis. There is possibility to measure forward (FW) and backward (BW) scattering losses. The TIS setup consists of Nd:YAG Q-switched laser (Ekspla NL 202) with harmonic generators (for 532 nm and 355

nm wavelengths), an energy attenuator, a signal detection system (integrating Ulbricht sphere and photomultiplier (Hamamatsu H5784-20 for 532 nm and 355 nm and Hamamatsu S3994-01 for 1064 nm) mounted on a top of the integrating sphere), an air filtration system, and computerized measurement control and data acquisition units. The system was developed at the Laser Research Center according to the recommendations of international ISO13696 standard [9].



Figure 1: The measurement setup of Total Integrated Scattering prepared in Laser Research centre

1 – Nd:YAG laser with harmonic generators, 2 –mirrors for 1064, 532 ir 355 nm wavelength, 3 – attenuator, 4 – spatial filter, 5 - special aperture-beam dump, 6 – beam separator for laser signal measurements, 7 – neutral filters, 8 – photodiode for registration of laser fluctuations, 9 – the lens for the focus of laser beam to the sample, 10 – closed measurement chamber, 11 – translation stage, 12 – integrating Ulbricht sphere, 13 –photomultiplier for registration of scattered light, 14 – transmitted beam dump, 15 –computer

The laser beam is focused with a 1-m-focal-length lens to a beam diameter from 0.1 to 0.4-mm on the investigated samples. The incidence angle of laser beam to the sample is up to 5°. Laser beams reflected from the sample and transmitted through the sample are propagated out of the chamber and directed to the beam dumps.

The Ulbricht sphere, photomultiplier and translation stages are mounted in the specially designed hermetic, opaque chamber. The chamber is designed to minimize undesirable light that could influence measurements. The sensitivity defined by ratio of background and Lambertian reflectance standard signals was about 7.2 ± 0.1 ppm at 1064 nm, 4.0 ± 0.5 ppm at 532 nm and 9.6 ± 0.9 ppm at 355 nm. The repeatability of measurements was evaluated and it is 1% at 532 nm and 0.7% at 355 nm. The total integrated scattering for the samples is calculated according to the formula [5,9]:

$$S = \frac{(U_s - U_{bg})}{U_d}.$$
 (4.2)

The scattered signal from the sample is U_S , U_{bg} is the background signal and U_d is the signal of diffuse reflectance standard.

The measurements are totally automated. The software of measurements

allows to register the signal from unloaded system (without sample), the standard measurement. Also the software allows to scan all surface of the sample according the size of the laser beam.

THE FS SUBSTRATE INVESTIGATION AFTER ETCHING WITH AR PLASMA

The research data of this section have had to be presented at conference "Pacific Rim Laser Damage 2020" (Japan). Unfortunately the conference was cancelled because of COVID-19.

First of all, the transmittance measurements were compared before and after etching. For all samples the transmittance decreased in UV range (from 185 to 220 nm). The maximum difference between transmittance values was 1.5%. The reduction of transmittance is low.

Furthermore, the flatness, power, surface roughness, TIS losses in BW side and LIDT were measured and evaluated. The evaluation of results has had to accomplish these criterions:

- the flatness PV value must be better than $\lambda/10$;
- the power ratio before and after etching should stay unchanged or may change as little as possible;
- the rms roughness values must be lower than 0.5 nm;
- the ratio before and after etching must decrease as much as possible for surface rms roughness and TIS losses;
- the LIDT should increase as much as possible.

According these requirements all results were brought to the table. The ratio before etching and after etching or vice versa was evaluated (Fig. 2 and Fig. 3). The ratio of the parameter value depends on the growth or reduction of the parameter after etching, but the arrows on the figures shows the parameter growth \uparrow or reduction \downarrow . The best eligible ratio value is marked with red frame. The green frame marks proper but not the best parameter ratio values.

The best parameter set was evaluated according measured parameters. The highest quality was reached with 500 nm etched depth with 1.5 kW RF power plasma etching. The flatness increased only 1.1 times, but the TIS losses decreased 33.6 times, rms roughness decreased 1.4 times and LIDT before the first damage increased 5.1 times. The additional operation with oxygen allowed to reduce rms roughness up to 1.6 times compared with rms roughness before additional treatment and LIDT increased up to 6.1 times. The LIDT increased up to 14 times for LIDT with 50% probability and this result shows the high potential of this manufacturing process.



Figure 2: Left: ratios of measured parameters before and after etching of OS with different etching depths; Right: ratios of measured parameters before and after etching of OS with 100 nm and 500 nm etching depths and different RF source powers (the blue up arrows show the growth of parameter and the down arrows show decrease of parameter after etching



Figure 3: Left: ratios of measured parameters before and after etching of OS with 100 nm and 500 nm etching depths and oxygen treatment for X and 6X minutes; Right: ratios of measured parameters before and after etching of OS with 100 nm and 500 nm etching depths and annealing after etching (the blue up arrows show the growth of parameter and the down arrows show decrease of parameter after etching

INVESTIGATION OF COATINGS WITH TOTAL INTEGRATED SCATTERING

The research data of this section has been published in **P1**, **P2**, **P4**, **PR1**, **PR2**, **PR2**, **PR4**.

TIS losses investigation of $\rm Nb_2O_5$ and $\rm ZrO_2$ coatings and their mixtures with $$\rm SiO_2$$

The thin films of ZrO_2 and Nb_2O_5 materials and their mixtures with SiO_2 were evaporated with IBS technology. The coatings were deposited on commercially polished FS substrates. The TIS and ARS were measured and rms roughness evaluated (Fig. 4). The surface rms roughness with AFM was evaluated for comparison. The rms roughness evaluated from TIS and ARS measurements correlate with results measured with AFM, except for ZrO_2 and the mixtures of this material with SiO_2 . There is 3 times higher rms roughness value evaluated by TIS method and 2.6 times higher rms roughness value evaluatied from ARS method compared with values measured by AFM. The cause of this difference is because of the volume scattering of polycrystalline ZrO_2 coating. The Nb₂O₅ and SiO₂ mixtures makes amorphous coatings, therefore the TIS losses and rms roughness are lower than pure ZrO_2 coating. This measurement shows that the rms roughness with AFM method is more accurate but we can get more additional details from the TIS or ARS measurements.



Figure 4: Left: surface rms roughnees evaluated by TIS, ARS and AFM measurement methods; Right – Statistics of TIS losses (squares – minimums and circles – medians) and triangles – medians of TIS evaluated form ARS measurements, the columns – variation coefficients from the TIS measurements, stars – rms roughness measured by AFM

TIS losses investigation of high reflection mirrors prepared by GLAD method with ${\rm SiO}_2$ layers

The HR mirrors were investigated. One of the HR mirrors was made by GLAD technology only from SiO_2 layers. This mirror have had high TIS losses

because of the porous structure of low refraction layers (Fig. 5 on the left). The other 4 HR mirrors were made by standard HR mirror technology with different number of SiO₂ layers evaporated by GLAD technology. These four HR mirrors were made for reduction of TIS losses and preserve the high LIDT. The last two HR mirrors were standard HR mirrors evaporated for comparison of measured specifications. The LIDT with 20% probability was more than $65~{\rm J/cm^2}$ for HR mirror evaporated only with ${\rm SiO}_2$ layers. The LIDT with 100% probability was 32 J/cm² for a standard HR mirror. Despite of these extraordinary results of LIDT, the HR mirror evaporated by GLAD method have had 10 times higher TIS losses compared with standard HR mirror (0.72%)for GLAD mirror). The configuration of four other HR mirrors was standard HR mirror with top layers of SiO_2 deposited by GLAD method (Fig. 5 in the middle and on the right). The high LIDT value was 90 J/cm^2 for 50% probability of damage. This value was registered for standard HR mirror with 18 layers of SiO_2 . The TIS losses were 2,5 times lower than for HR mirror evaporated only with ${\rm SiO}_2$ layers. The LIDT after first damage was 10 $\rm J/cm^2$ and this result shows huge influence of the porous layers of SiO_2 evaporated by GLAD method. The LIDT increased at 50% probability with the number for ${\rm SiO}_2$ layers evaporated by GLAD method. The TIS losses grows too. Therefore the higher light damage value after first damage is 20 J/cm^2 for the sample with lowest number of SiO_2 layers evaporated by GLAD method.



Figure 5: The comparison of scattering losses of the mirrors prepared by standard method and with GLAD technology only with SiO_2 layers (left); the scattering losses (middle) and surface roughness (right) of the mirrors prepared by standard technology and with few layers evaporated by GLAD technology on the standard HR mirrors

INVESTIGATION OF NEW GENERATION OPTICAL COMPONENTS MADE WITH VOLUME MODIFICATIONS

The research data of this section has been published in **PR3**.

TIS losses investigation of Radial Polarization Converters

Two types of RPC were written and TIS losses were measured. The first type of RPC was made by modifying nanogratings of FS and the second type of RPC was made by modifying nanopores in the volume of FS. The TIS losses were 6.3 times higher at transmittance than at reflection for the RPC written by modifying nanogratings (Fig. 6). The double written structure is needed for polarization conversion to radial polarization at 1064 nm wavelength. Therefore the TIS losses at reflection is 5 times greater compared with RPC with one structure at 532 nm wavelength. The TIS losses were reduced up to 100 times at transmittance and 9.4 times at reflection for the RPC that was written by modifying the nanopores to the volume by fs pulses. The lower TIS losses at transmittance allows to achieve the better quality of the laser beam, the easier focus and higher homogeneity of the laser beam.



Figure 6: TIS losses of RPC prepared by writing nanopores (dark columns) and nanogratings (light columns)

TIS losses and diffraction efficiency investigation of Bragg diffraction gratings

The FW and BW scattering losses were measured for all diffraction gratings. The TIS losses were measured at 532 nm wavelength and diffraction efficiency was measured at 632.8 nm wavelength. The FW and BW scattering losses are quite the same ($\pm 1\%$). The diffraction efficiency increased as TIS losses increased. The diffraction grating modified with $E = 1 \ \mu$ J pulse energy (thickness $t = 351 \ \mu$ m) had the highest diffraction efficiency (88%) but the TIS losses are not the highest or neither the lowest (7.23%) (Fig. 7). There are some light losses in the other diffraction orders because the diffraction gratings do not preserve ideal structure and periodicity.



Figure 7: The total scattering (sum of the FW and BW scattering) rise linearly as structure thickness (left) and pulse energy (right) used for fabrication increases

MAIN RESULTS AND CONCLUSIONS

- 1. The TIS measurement system was build and tested. The local cleaning was used in closed chamber of measurements. The cleaning of chamber takes 3 minutes and the ISO 6 clean class is achieved. This cleanliness allows the measurements with unloaded chamber up to 7.3 ± 0.1 ppm at 1064 nm wavelength, 4.0 ± 0.5 ppm at 532 nm and 9.6 ± 0.9 ppm at 355 nm. The low TIS signal allows the rms roughness measurements up to 1,5 nm at 532 nm wavelength with surface reflection up to 4% and up to 3 Å at 532 nm with 90% reflection form the surface. The TIS system operates reliably. The TIS losses deviations for repeatability measurements are 1%at 532 nm and 0.7% at 355 nm. The rms roughness of OS was measured with AFM and evaluated from TIS measurements at 532 nm and 355 nm. The rms roughness evaluated from TIS was 1.2 times higher for 532 nm wavelength and 2.5 times higher at 355 nm compared with AFM measurements. The similar results are demonstrated from other authors after rms roughness evaluation form TIS losses. Therefore this means that the TIS measurement system operate reliably.
- 2. The additional manufacturing process with Ar plasma etching was performed for OS. The different depths with different RF Ar plasma source powers were etched. The one part of etched OS were affected with oxygen and other part of etched OS were annealed. The etching depth had to be up to SSD layer, unfortunately for some OS the SSD layer was obtained with etches up to 500 nm depth. It means that the polished surfaces are not homogeneous. Despite of these results, the other samples demonstrated higher surface quality compared with quality before etching. These samples were etched up to 500 nm wit 1.5 kW RF plasma source power. The flatness increased only 1.1 times, but the TIS losses decreased 33.6 times, rms roughness decreased 1.4 times and LIDT before the first damage increased 5.1 times. The additional operation with

oxygen allowed to reduce rms roughness up to 1.6 times compared with rms roughness before additional treatment and LIDT increased up to 6.1 times. The LIDT increased up to 14 times for LIDT with 50% probability and this result shows the high potential of this manufacturing process. The low LIDT values before the first damage shows that there are many defects on the treated optical surface and these defects must be eliminated. According these measurements there are possibilities for new experiments with combined treatment of OS. Also there should be performed changes in the polishing steps for improvement of surface homogeneity.

- 3. The thin films of ZrO_2 and Nb_2O_5 materials and their mixtures with SiO_2 were evaporated with IBS technology. The coatings were deposited on FS substrates. The TIS and ARS measurements were performed. The surface rms roughness with AFM was evaluated for comparison. Both the results of rms roughness evaluated from TIS and ARS measurements correlate with results measured with AFM, except for ZrO_2 coating. There is 3 times higher rms roughness value evaluated by TIS method and 2.6 times higher rms roughness value evaluated from ARS method compared with values measured by AFM. The cause of this difference is because of the volume scattering of polycrystalline ZrO_2 coating. The Nb₂O₅ and SiO₂ mixtures makes amorphous coatings, therefore the TIS losses and rms roughness are lower that pure ZrO_2 coating. This measurement shows that the rms roughness with AFM method is more accurate but we can evaluate more details from the TIS or ARS measurements.
- 4. The HR mirrors were investigated. One of the HR mirrors was made by GLAD technology only from SiO_2 layers. The other 4 HR mirrors were made from standard HR mirror with different number of SiO₂ layers evaporated by GLAD technology. And the last two HR mirrors were standard HR mirrors evaporated for comparison of measured specifications. The LIDT with 20% probability was more than 65 J/cm^2 for HR mirror evaporated only with SiO_2 layers. The LIDT with 100% probability was 32 $\rm J/cm^2$ for a standard HR mirror. Despite of these extraordinary results of LIDT, the HR mirror evaporated by GLAD method have had 10 times higher TIS losses compared with standard HR mirror (0.72% for GLAD mirror). The new combination of HR mirrors were evaporated with intention to reduce TIS losses. The configuration of these mirrors was standard HR mirror with top layers of SiO₂ deposited by GLAD method. The high LIDT value was 90 J/cm^2 for 50% probability of damage. This value was registered for standard HR mirror with 18 layers of SiO_2 . The TIS losses were 2,5 times lower than for HR layers of SiO_2 evaporated by GLAD method. The LIDT increase at 50% probability with the number

for SiO₂ layers evaporated by GLAD method. The TIS losses grows too. Therefore the higher light damage value after first damage is 20 J/cm² for the sample with lowest number of SiO₂ layers evaporated by GLAD method.

- 5. The radial polarization converters were investigated. The RPC were made by modifying the FS volume with femtosecond pulses. There were two types of modifications: the structure with nanopartings were written in the first one RPC and the structure with nanopores were written in the second RPC. The TIS losses was 6.3 times higher at transmittance than at reflection for the RPC written by modifying nanogratings. The double written structure is needed for polarization conversion to radial polarization at 1064 nm wavelength. Therefore the TIS losses at reflection is 5 times greater compared with RPC with one structure at 532 nm wavelength. The TIS losses were reduced up to 100 times at transmittance and 9.4 times at reflection for the RPC that was written by modifying the nanopores to the volume by femtosecond pulses. The lower TIS losses at transmittance allows to achieve the better quality of the laser beam, the easier focus and higher homogeneity of the laser beam.
- 6. The Bragg diffraction gratings were modified by Bessel-Gauss beam of femtosecon laser in the volume of FS. There was achieved high diffraction efficiency (up to 88.0% at $\lambda = 632.8$ nm) and relatively with small TS losses (7.23% at $\lambda = 532$ nm). The TS losses increases linearly with the growth if thickness of diffraction gratings. The same intention of the growth is for the TS losses and for the pulse energy used to write the diffraction gratings. The higher diffraction efficiency is achieved for the diffraction grating with 351 nm thickness. The diffraction efficiency reduces for the thicker diffraction gratings and TS losses grows. More experiments are needed for reduction of TS losses and the growth of diffraction efficiency.

LITERATŪRA

- E. Hecht, *Optics*, Addison-Wesley world student series (Addison-Wesley, 2002), 4th edition.
- [2] B. Walker, Optical Engineering Fundamentals, Optical and electrooptical engineering series (SPIE Optical Engineering Press, 2008), 2nd edition.
- [3] S. Gliech, J. Steinert, A. Duparré, Light-scattering measurements of optical thin-film components at 157 and 193 nm, Appl. Opt. 3224–3235 (2002).
- [4] H. E. Bennett, J. O. Porteus, Relation between surface roughness and specular reflectance at normal incidence, J. Opt. Soc. Am. 51(2), 123– 129 (1961).
- [5] J. M. Elson, J. P. Rahn, J. M. Bennett, Relationship of the total integrated scattering from multilayer-coated optics to angle of incidence, polarization, correlation length, and roughness cross-correlation properties, Appl. Opt. 3207–3219 (1983).
- [6] M. Zerrad, C. Deumié, M. Lequime, C. Amra, M. Ewart, Light-scattering characterization of transparent substrates, Appl. Opt. 1402–1409 (2006).
- [7] Y. Pan, Z. Wu, L. Hang, Investigation of interface roughness crosscorrelation properties of optical thin films from total scattering losses, Applied surface science 256(11), 3503–3507 (2010).
- [8] S. Jakobs, A. Duparré, M. Huter, H. Pulker, Surface roughness characterization of smooth optical films deposited by ion plating, Thin Solid Films 351(1), 141 – 145 (1999).
- [9] International standard iso 13696, optics and optical instruments test methods for radiation scattered by optical components (2002).
- [10] K. Juškevičius, R. Buzelis, G. Abromavičius, R. Samuilovas, S. Abbas, A. Belosludtsev, R. Drazdys, S. Kičas, Argon plasma etching of fused silica substrates for manufacturing high laser damage resistance optical interference coatings, Optical Materials Express 7(10), 3598–3607 (2017).
- [11] M. Pfiffer, P. Cormont, E. Fargin, B. Bousquet, M. Dussauze, S. Lambert, J. Néauport, Effects of deep wet etching in hf/hno3 and koh solutions on the laser damage resistance and surface quality of fused silica optics at 351 nm, Opt. Express 25(5), 4607–4620 (2017).

- [12] G. Abromavičius, T. Juodagalvis, R. Buzelis, K. Juškevičius, R. Drazdys, S. Kičas, Oxygen plasma etching of fused silica substrates for high power laser optics, Applied Surface Science 453, 477–481 (2018).
- [13] L. Sun, J. Huang, T. Shao, X. Ye, Q. Li, X. Jiang, W. Wu, L. Yang, W. Zheng, Effects of combined process of reactive ion etching and dynamic chemical etching on uv laser damage resistance and surface quality of fused silica optics, Opt. Express 26(14), 18006–18018 (2018).
- [14] G. Wang, C. Cai, X. He, J. Y. Huang, P. Ma, D. Y. Yan, The effect of ion beam etching process on laser damage resistance of fused silica, in X. Li, W. T. Plummer, B. Fan, M. Pu, Y. Wan, X. Luo (eds.), 9th International Symposium on Advanced Optical Manufacturing and Testing Technologies: Advanced Optical Manufacturing Technologies, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2019), volume 10838, 269 – 276.
- [15] H. Böhm, S. Gigan, F. Blaser, A. Zeilinger, M. Aspelmeyer, G. Langer, D. Bäuerle, J. Hertzberg, K. Schwab, High reflectivity high-q micromechanical bragg mirror, Applied Physics Letters 89(22), 223101 (2006).
- [16] S. Richter, M. Heinrich, S. Döring, A. Tünnermann, S. Nolte, U. Peschel, Nanogratings in fused silica: Formation, control, and applications, Journal of Laser Applications 24(4), 042008 (2012).
- [17] S. Fedotov, R. Drevinskas, S. Lotarev, A. Lipatiev, M. Beresna, A. Čerkauskaitė, V. Sigaev, P. Kazansky, Direct writing of birefringent elements by ultrafast laser nanostructuring in multicomponent glass, Applied Physics Letters 108(7), 071905 (2016).
- [18] M. Sakakura, Y. Lei, L. Wang, Y.-H. Yu, P. G. Kazansky, Ultralow-loss geometric phase and polarization shaping by ultrafast laser writing in silica glass, Light: Science & Applications 9(1), 15 (2020).
- [19] C. Amra, From light scattering to the microstructure of thin-film multilayers, Applied Optics 32(28), 5481–5491 (1993).
- [20] A. Melninkaitis, T. Tolenis, L. Mažulė, J. Mirauskas, V. Sirutkaitis, B. Mangote, X. Fu, M. Zerrad, L. Gallais, M. Commandré, S. Kičas, R. Drazdys, Characterization of zirconia– and niobia–silica mixture coatings produced by ion-beam sputtering, Appl. Opt. 50(9), C188–C196 (2011).
- [21] L. Mažulė, S. Liukaitytė, R. C. Eckardt, A. Melninkaitis, O. Balachninaitė, V. Sirutkaitis, A system for measuring surface roughness by total integrated scattering, Journal of Physics D: Applied Physics (2011).
- [22] T. Tolenis, L. Grinevičiūtė, L. Smalakys, M. Ščiuka, R. Drazdys, L. Mažulė, R. Buzelis, A. Melninkaitis, Next generation highly resistant mirrors featuring all-silica layers, Scientific Reports 7(10898), 1–9 (2017).

- [23] L. Grinevičiutė, R. Buzelis, L. Mažulė—, A. Melninkaitis, S. Kičas, T. Tolenis, Enhancement of high reflectivity mirrors using the combination of standard and sculptured thin films, Optics & Laser Technology 129, 106292 (2020).
- [24] N. E. Dorsey, On the color and the polarization of blue on the color and the polarization of blue sky light, Monthly weather review (1900).
- [25] N. E. Dorsey, The color and polarisation of blue sky light, Nature Publishing Group (1901).
- [26] J. C. Stover, Optical Scattering: Measurement and Analysis (SPIE Press, Bellingham, WA, 1995), second edition.
- [27] J. M. Bennett, L. Mattsson, Introduction to surface roughness and scattering (Optical Society of America, Washington, D.C., 1999), 2 edition.
- [28] F. E. Nicodemus, Directional reflectance and emissivity of an opaque surface 4(7), 767–775 (1965).
- [29] F. E. Nicodemus, J. C. Richmond, J. J. Hsia, I. W. Ginsberg, T. Limperis, et al., *Geometrical considerations and nomenclature for reflectance*, volume 160 (Citeseer, 1977).
- [30] A. Krywonos, *Predicting surface scatter using a linear systems formulation of non-paraxial scalar diffraction*, Ph.D. thesis, College of Optics and Photonics at the University of Central Florida Orlando, Florida (2006).
- [31] D. R. Cheever, F. M. Cad, K. A. Klicker, J. C. Stover, Design Review Of A Unique Complete Angle Scatter Instrument (CASI), in R. E. Fischer, W. J. Smith (eds.), *Current Developments in Optical Engineering II*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 1987), volume 0818, 13 – 20.
- [32] R. P. Heinisch, Infrared mirror-scatter measurements, J. Opt. Soc. Am. 61(9), 1225–1229 (1971).
- [33] P. Bousquet, F. Flory, P. Roche, Scattering from multilayer thin films: theory and experiment 71(9), 1115–1123.
- [34] P. Roche, E. Pelletier, Characterizations of optical surfaces by measurement of scattering distribution, Appl. Opt. 3561–3566 (1984).
- [35] B. Cimma, D. Forest, P. Ganau, B. Lagrange, J.-M. Mackowski, C. Michel, J.-L. Montorio, N. Morgado, R. Pignard, L. Pinard, A. Remillieux, Original optical metrologies of large components, in R. Geyl, D. Rimmer, L. Wang (eds.), *Optical Fabrication, Testing, and Metrology*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2004), volume 5252, 322 – 333.
- [36] S. Schröder, S. Gliech, A. Duparré, Measurement system to determine the total and angle-resolved light scattering of optical components in the deep-ultraviolet and vacuum-ultraviolet spectral regions, Appl. Opt. 6093–6107 (2005).

- [37] S. Zeidler, T. Akutsu, Y. Torii, Y. Aso, Measuring scattering light distributions on high-absorptive surfaces for stray-light reduction in gravitational-wave detectors, Optics express 27(12), 16890–16910 (2019).
- [38] P. Gadamsetti, K. Kunala, M. K. Poutous, Optical scattering measurements of random anti-reflection subwavelength surface structures on binary gratings, in S. Jiang, M. J. F. Digonnet (eds.), *Optical Components and Materials XVII*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2020), volume 11276, 216 – 223.
- [39] M. Fouchier, M. Zerrad, M. Lequime, C. Amra, Wide-range wavelength and angle resolved light scattering measurement setup, Opt. Lett. 45(9), 2506–2509 (2020).
- [40] E. L. Church, H. A. Jenkinson, J. M. Zavada, Measurement of the Finish of Diamond-Turned Metal Surfaces By Differential Light Scattering, Optical Engineering 16(4), 360 – 374 (1977).
- [41] J. C. Stover, C. H. Gillespie, Design Review Of Three Reflectance Scatterometers, in S. Musikant (ed.), *Scattering in Optical Materials II*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 1983), volume 0362, 172 – 179.
- [42] R. L. Voti, G. L. Leahu, S. Gaetani, C. Sibilia, V. Violante, E. Castagna, M. Bertolotti, Light scattering from a rough metal surface: theory and experiment, J. Opt. Soc. Am. B 26(8), 1585–1593 (2009).
- [43] M. Lequime, M. Zerrad, C. Deumié, C. Amra, A goniometric light scattering instrument with high-resolution imaging, Optics Communications 1265 – 1273 (2009).
- [44] A. von Finck, M. Hauptvogel, A. Duparré, Instrument for close-to-process light scatter measurements of thin film coatings and substrates 50(9), C321-C328 (2011).
- [45] K. H. Guenther, J. A. McCandless, F. D. Orazio, Correlation of lightscattering measurements and visual ranking of optical surfaces, Appl. Opt. 32(19), 3425–3432 (1993).
- [46] R. Driggers, Encyclopedia of Optical Engineering: Pho-Z, pages 2049-3050, Dekker Encyclopedias Series (Marcel Dekker, 2003).
- [47] A. von Finck, T. Herffurth, A. Duparré, S. Schröder, M. Lequime, M. Zerrad, S. Liukaityte, C. Amra, S. Achour, M. Chalony, Q. Kuperman, Y. Cornil, A. Bialek, T. Goodman, C. Greenwell, B. Gur, S. Brinkers, G. Otter, A. Vosteen, J. Stover, R. Vink, A. Deep, D. Doyle, International round-robin experiment for angle-resolved light scattering measurement 58(24), 6638–6654 (2019).
- [48] V. Vekteris, A. Kasparaitis, S. Kiaušinis, R. Kanapėnas, Matavimų teorija ir praktika (Žiburio leidykla, 2000).

- [49] T. Vorburger, J. Raja, N. I. of Standards, T. (U.S.), Surface Finish Metrology Tutorial, NISTIR.: National Institute of Standards and Technology (U.S. Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology, 1990).
- [50] G. Exarhos, *Characterization of Optical Materials*, Materials Characterization (Momentum Press, 2010).
- [51] V. A. Šalna, *Optika* (Enciklopedija, 2004).
- [52] R. E. Hummel, K. H. Guenther, Handbook of Optical Properties: Thin Films for Optical Coatings (CRC-Press, Florida, USA, 1995), 1 edition.
- [53] H. Davies, The reflection of electromagnetic waves from a rough surface, Proceedings of the IEE - Part IV: Institution Monographs 101(7), 209– 214 (1954).
- [54] A. Duparré, S. Kassam, Relation between light scattering and the microstructure of optical thin films., Applied optics 32(28), 5475–80 (1993).
- [55] H. H. Karow, Fabrication Methods for Precision Optics, Wiley Series in Pure and Applied Optics (Wiley, 2004).
- [56] J. Wang, Y. Li, J. Han, Q. Xu, Y. Guo, Evaluating subsurface damage in optical glasses, Journal of the European Optical Society 16 (2011).
- [57] R. Williamson, Field Guide to Optical Fabrication, Field Guide Series (SPIE, 2011).
- [58] T. Kamimura, S. Akamatsu, M. Yamamoto, I. Yamato, H. Shiba, S. Motokoshi, T. Sakamoto, T. Jitsuno, T. Okamoto, K. Yoshida, Enhancement of surface-damage resistance by removing subsurface damage in fused silica, in G. J. Exarhos, A. H. Guenther, N. Kaiser, K. L. Lewis, M. J. Soileau, C. J. Stolz (eds.), *Laser-Induced Damage in Optical Materials:* 2003, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2004), volume 5273, 244 – 249.
- [59] J. Neauport, L. Lamaignere, H. Bercegol, F. Pilon, J.-C. Birolleau, Polishing-induced contamination of fused silica optics and laser induced damage density at 351 nm, Opt. Express 13(25), 10163–10171 (2005).
- [60] M. J. Jackson, *Microgrinding* (Springer US, Boston, MA, 2007), 255–321.
- [61] R. Pal, H. Garg, V. Karar, Material removal characteristics of full aperture optical polishing process, Machining Science and Technology (2017).
- [62] Bergdala glastekniska museum, https://bergdala-glastekniskamuseum.se/eng-etsning-general.html.
- [63] H. Liu, X. Ye, X. Zhou, J. Huang, F. Wang, X. Zhou, W. Wu, X. Jiang, Z. Sui, W. Zheng, Subsurface defects characterization and laser damage performance of fused silica optics during hf-etched process (2014).

- [64] H. Ye, Y. Li, Z. Yuan, J. Wang, Q. Xu, W. Yang, Improving UV laser damage threshold of fused silica optics by wet chemical etching technique, in J. Shao, T. Jitsuno, W. Rudolph, M. Zhu (eds.), *Pacific Rim Laser Damage 2015: Optical Materials for High-Power Lasers*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2015), volume 9532, 255 – 260.
- [65] C. L. Battersby, L. M. Sheehan, M. R. Kozlowski, Effects of wet etch processing on laser-induced damage of fused silica surfaces, in G. J. Exarhos, A. H. Guenther, M. R. Kozlowski, K. L. Lewis, M. J. Soileau (eds.), *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1998*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 1999), volume 3578, 446 – 455.
- [66] Masruroh, D. J. D. H. Santjojo, S. P. Sakti, I. N. Lastria, Koh wet etching technique for patterned formation on surface of quartz crystal with aupd mask, in 2016 International Seminar on Sensors, Instrumentation, Measurement and Metrology (ISSIMM) (2016), 104–106.
- [67] Z. Shen, B. Ma, Z. Wang, Y. Ji, T. Liu, H. Liu, Fabrication of supersmooth surfaces with low subsurface damage, in L. Yang, Y. Chen, E.-B. Kley, R. Li (eds.), 3rd International Symposium on Advanced Optical Manufacturing and Testing Technologies: Advanced Optical Manufacturing Technologies, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2007), volume 6722, 862 – 867.
- [68] K. R. P. Kafka, B. Hoffman, S. Papernov, M. A. DeMarco, C. Hall, K. L. Marshall, S. G. Demos, Methods for improving the damage performance of fused silica polished by magnetorheological finishing, in G. J. Exarhos, V. E. Gruzdev, J. A. Menapace, D. Ristau, M. Soileau (eds.), *Laser-Induced Damage in Optical Materials 2017*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2017), volume 10447, 13 – 17.
- [69] P. A. Temple, D. Milam, W. H. Lowdermilk, CO_2 laser polishing of fused silica surfaces for increased laser damage resistance at 1,06 μ m, National Bureau of Standards 229 (1979).
- [70] C. Weingarten, A. Schmickler, E. Willenborg, K. Wissenbach, R. Poprawe, Laser polishing and laser shape correction of optical glass, Journal of Laser Applications 29(1), 011702 (2017).
- [71] L. Zhao, J. Cheng, M. Chen, X. Yuan, W. Liao, Q. Liu, H. Yang, H. Wang, Formation mechanism of a smooth, defect-free surface of fused silica optics using rapid CO₂ laser polishing, International Journal of Extreme Manufacturing 1(3), 035001 (2019).
- [72] V. M. Donnelly, A. Kornblit, Plasma etching: Yesterday, today, and tomorrow, Journal of Vacuum Science & Technology A 31(5), 050825 (2013).
- [73] F. Shi, Y. Zhong, Y. Dai, X. Peng, M. Xu, T. Sui, Investigation of surface damage precursor evolutions and laser-induced damage threshold improvement mechanism during ion beam etching of fused silica, Opt. Express 24(18), 20842–20854 (2016).

- [74] M. Zeuner, S. Kiontke, Ion beam figuring technology in optics manufacturing, Optik & Photonik 7(2), 56–58 (2012).
- [75] L. Zhou, S. Li, W. Liao, H. Hu, Y. Dai, X. Xie, Ion beam technology: Figuring, smoothing and adding for high-precision optics, in *Classical Optics 2014* (Optical Society of America, 2014), OM4B.4.
- [76] N. Chkhalo, I. Kaskov, I. Malyshev, M. Mikhaylenko, A. Pestov, V. Polkovnikov, N. Salashchenko, M. Toropov, I. Zabrodin, High-performance facility and techniques for high-precision machining of optical components by ion beams, Precision Engineering 48, 338 – 346 (2017).
- [77] D. C. Harris, History of magnetorheological finishing, in R. W. Tustison (ed.), Window and Dome Technologies and Materials XII, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2011), volume 8016, 206 – 227.
- [78] M. Aguilar, J. Román, Smart Polymers and their Applications, Woodhead Publishing in Materials (Elsevier Science, 2014).
- [79] F. Shi, Y. Shu, Y. Dai, X. Peng, S. Li, Magnetorheological elastic supersmooth finishing for high-efficiency manufacturing of ultraviolet laser resistant optics, Optical Engineering 52(7), 1 – 10 (2013).
- [80] J. A. Menapace, B. Penetrante, D. Golini, A. F. Slomba, P. E. Miller, T. G. Parham, M. Nichols, J. Peterson, Combined advanced finishing and UV-laser conditioning for producing UV-damage-resistant fused-silica optics, in G. J. Exarhos, A. H. Guenther, K. L. Lewis, M. J. Soileau, C. J. Stolz (eds.), Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2001, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2002), volume 4679, 56 – 68.
- [81] R. W. Dietz, J. M. Bennett, Bowl feed technique for producing supersmonth optical surfaces, Appl. Opt. 5(5), 881–882 (1966).
- [82] J. M. Bennett, J. J. Shaffer, Y. Shibano, Y. Namba, Float polishing of optical materials, Appl. Opt. 26(4), 696–703 (1987).
- [83] S. Chatterjee, Simple Technique for Polishing Super-Smooth Optical Glass and Fused Silica Substrates, Journal of Optics 34(4), 153–163 (2005).
- [84] Z. Shen, B. Ma, Z. Wang, Y. Ji, T. Liu, H. Liu, Fabrication of flat and supersmooth surfaces with bowl-feed polishing process, in L. Yang, Y. Chen, E.-B. Kley, R. Li (eds.), 3rd International Symposium on Advanced Optical Manufacturing and Testing Technologies: Advanced Optical Manufacturing Technologies, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2007), volume 6722, 205 – 211.
- [85] ISO 10110 Optics and Photonics: Preparation of Drawings for Optical Elements and Systems. Surface treatment and coating (International Organization for Standardization, 2016).

- [86] M. Hausner, Optics Inspections and Tests: A Guide for Optics Inspectors and Designers, Press Monographs (SPIE Press, 2017).
- [87] Mil-prf-13830b optical components for fire control instruments; general specification governing the manufacture, assembly, and inspection of (1997).
- [88] K. Sharma, Optics: Principles and Applications (Elsevier Science, 2006).
- [89] S. Jakobs, A. A. Duparré, H. Truckenbrodt, Afm and light scattering measurements of optical thin films for applications in the uv spectral region, International Journal of Machine Tools and Manufacture 733 – 739, international Conference on Metrology and Properties of Engineering Surfaces (1998).
- [90] J. D. Rancourt, Optical Thin Films (SPIE Press, Bellingham, WA, 1996).
- [91] R. R. Willey, Practical Design and Production of Optical Thin Films, Optical Science and Engineering Series (Marcel Dekker Incorporated, 2002).
- [92] S. Schröder, T. Herffurth, H. Blaschke, A. Duparré, Angle-resolved scattering: an effective method for characterizing thin-film coatings, Appl. Opt. 50(9), C164–C171 (2011).
- [93] M. Trost, S. Schröder, T. Feigl, A. Duparré, A. Tünnermann, Influence of the substrate finish and thin film roughness on the optical performance of mo/si multilayers, Appl. Opt. 50(9), C148–C153 (2011).
- [94] C. Amra, G. Albrand, P. Roche, Theory and application of antiscattering single layers: antiscattering antireflection coatings, Applied Optics 25(16), 2695 (1986).
- [95] C. Amra, P. Roche, E. Pelletier, Interface roughness cross-correlation laws deduced from scattering diagram measurements on optical multilayers: effect of the material grain size, Journal of the Optical Society of America B 4(7), 1087 (1987).
- [96] H. Giovannini, C. Amra, Scattering-reduction effect with overcoated rough surfaces: theory and experiment, Appl. Opt. 36(22), 5574–5579 (1997).
- [97] S. Bosch, N. Leinfellner, E. Quesnel, A. Duparre, J. Ferre-Borrull, S. Guenster, D. Ristau, Optical characterization of materials desposited by different processes: the LaF3 in the UV-visible region, in M. L. Fulton (ed.), *Optical and Infrared Thin Films*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2000), volume 4094, 15 – 22.
- [98] K. Wasa, M. Kitabatake, H. Adachi, *Thin Film Materials Technology:* Sputtering of Compound Materials (Elsevier Science, 2004).
- [99] M. Ohring, Materials Science of Thin Films (Academic Press, NJ, U.S.A., 2001).

- [100] H. Macleod, *Thin-Film Optical Filters, Third Edition*, Series in Optics and Optoelectronics (Taylor & Francis, 2001).
- [101] M. Bass, Handbook of Optics: Fundamentals, techniques, and design, volume 1 (Optical Society of America, 1994).
- [102] K. Seshan, Handbook of Thin Film Deposition, Materials science and process technology series: Electronic materials and process technology (Elsevier Science, 2001).
- [103] A. Melninkaitis, Optical resistance of dielectric coatings to multi-pulse femtosecond laser radiation, Doctoral dissertation, physical sciences, physics, optics, Vilnius University (2009).
- [104] D. Ristau, T. Gross, Ion beam sputter coatings for laser technology (SPIE, 2005), volume 5963, 596313.
- [105] P. Baumeister, Optical Coating Technology (SPIE press, 2004).
- [106] A. Lakhtakia, R. Messier, Sculptured Thin Films: Nanoengineered Morphology and Optics, Press monograph series (Society of Photo Optical, 2005).
- [107] T. Tolenis, Modelling, formation and characterization of nano-sculptured thin films, Ph.D. thesis.
- [108] K. H. Guenther, P. G. Wierer, J. M. Bennett, Surface roughness measurements of low-scatter mirrors and roughness standards, Applied optics 23(21), 3820–3836 (1984).
- [109] H. Hou, K. Yi, S. Shang, J. Shao, Z. Fan, Measurements of light scattering from glass substrates by total integrated scattering, Appl. Opt. (29), 6163–6166 (2005).
- [110] T. Herffurth, S. Schröder, M. Trost, A. Duparré, A. Tünnermann, Comprehensive nanostructure and defect analysis using a simple 3d lightscatter sensor, Applied optics 52(14), 3279–3287 (2013).
- [111] S. Maure, G. Albrand, C. Amra, Low-level scattering and localized defects, Applied optics 35(28), 5573–5582 (1996).
- [112] A. Feldman, E. N. Farabaugh, W. K. Haller, D. M. Sanders, R. A. Stempniak, Modifying structure and properties of optical films by coevaporation, Journal of Vacuum Science & Technology A 4(6), 2969–2974 (1986).
- [113] B. J. Pond, J. I. DeBar, C. K. Carniglia, T. Raj, Stress reduction in ion beam sputtered mixed oxide films, Appl. Opt. 28(14), 2800–2805 (1989).
- [114] J. Aarik, A. Aidla, A.-A. Kiisler, T. Uustare, V. Sammelselg, Influence of substrate temperature on atomic layer growth and properties of hfo2 thin films, Thin Solid Films **340**(1-2), 110–116 (1999).
- [115] M. Bischoff, T. Nowitzki, O. Voß, S. Wilbrandt, O. Stenzel, Postdeposition treatment of ibs coatings for uv applications with optimized thin-film stress properties, Applied optics 53(4), A212–A220 (2014).

- [116] M. Polyanskiy, Refractiveindex.info database.
- [117] A. M. Al-Baradi, M. El-Nahass, A. Hassanien, A. Atta, M. S. Alqahtani, A. O. Aldawsari, Influence of rf sputtering power on structural and optical properties of Nb₂O₅ thin films, Optik **168**, 853 – 863 (2018).
- [118] B. Hunsche, M. Vergöhl, H. Neuhäuser, F. Klose, B. Szyszka, T. Matthée, Effect of deposition parameters on optical and mechanical properties of mf-and dc-sputtered Nb_2O_5 films, Thin Solid Films **392**(2), 184–190 (2001).
- [119] J. Sancho-Parramon, V. Janicki, H. Zorc, Compositional dependence of absorption coefficient and band-gap for Nb₂O₅–SiO₂ mixture thin films, Thin Solid Films **516**(16), 5478 – 5482, thin Films 2006, Singapore (2008).
- [120] F. Perales, J. Herrero, D. Jaque, C. De las Heras, Improvement of mgf2 thin coating films for laser applications, Optical Materials 29(7), 783–787 (2007).
- [121] K. M. Davis, K. Miura, N. Sugimoto, K. Hirao, Writing waveguides in glass with a femtosecond laser, Opt. Lett. 21(21), 1729–1731 (1996).
- [122] L. Sudrie, M. Franco, B. Prade, A. Mysyrowicz, Study of damage in fused silica induced by ultra-short ir laser pulses, Optics Communications 191(3), 333 – 339 (2001).
- [123] E. N. Glezer, M. Milosavljevic, L. Huang, R. J. Finlay, T.-H. Her, J. P. Callan, E. Mazur, Three-dimensional optical storage inside transparent materials, Opt. Lett. 21(24), 2023–2025 (1996).
- [124] K. Hirao, K. Miura, Writing waveguides and gratings in silica and related materials by a femtosecond laser, Journal of Non-Crystalline Solids 239(1), 91 – 95 (1998).
- [125] T. Gertus, Yb:kgw femtosecond laser material micromachining system and applications (2012).
- [126] K. K. Seet, V. Mizeikis, S. Juodkazis, H. Misawa, Three-dimensional circular spiral photonic crystal structures recorded by femtosecond pulses, Journal of Non-Crystalline Solids 352(23), 2390 – 2394, advances in Optical Materials (2006).
- [127] L. P. R. Ramirez, M. Heinrich, S. Richter, F. Dreisow, R. Keil, A. V. Korovin, U. Peschel, S. Nolte, A. Tünnermann, Tuning the structural properties of femtosecond-laser-induced nanogratings, Applied Physics A 100(1), 1–6 (2010).
- [128] V. R. Bhardwaj, E. Simova, P. P. Rajeev, C. Hnatovsky, R. S. Taylor, D. M. Rayner, P. B. Corkum, Optically produced arrays of planar nanostructures inside fused silica, Phys. Rev. Lett. **96**, 057404 (2006).

- [129] E. Bricchi, B. G. Klappauf, P. G. Kazansky, Form birefringence and negative index change created by femtosecond direct writing in transparent materials, Opt. Lett. 29(1), 119–121 (2004).
- [130] M. Beresna, M. Gecevičius, P. G. Kazansky, Polarization sensitive elements fabricated by femtosecond laser nanostructuring of glass, Opt. Mater. Express 1(4), 783–795 (2011).
- [131] M. J. Ventura, M. Straub, M. Gu, Void channel microstructures in resin solids as an efficient way to infrared photonic crystals, Applied Physics Letters 82(11), 1649–1651 (2003).
- [132] Y. Shimotsuma, P. G. Kazansky, J. Qiu, K. Hirao, Self-organized nanogratings in glass irradiated by ultrashort light pulses, Phys. Rev. Lett. 91, 247405 (2003).
- [133] B. Zhang, X. Liu, J. Qiu, Single femtosecond laser beam induced nanogratings in transparent media - mechanisms and applications, Journal of Materiomics 5(1), 1 – 14 (2019).
- [134] M. Lancry, B. Poumellec, J. Canning, K. Cook, J.-C. Poulin, F. Brisset, Ultrafast nanoporous silica formation driven by femtosecond laser irradiation, Laser & Photonics Reviews 7(6), 953–962 (2013).
- [135] M. Beresna, M. Gecevičius, M. Lancry, B. Poumellec, P. G. Kazansky, Broadband anisotropy of femtosecond laser induced nanogratings in fused silica, Applied Physics Letters 103(13), 131903 (2013).
- [136] C. Hnatovsky, R. S. Taylor, P. P. Rajeev, E. Simova, V. R. Bhardwaj, D. M. Rayner, P. B. Corkum, Pulse duration dependence of femtosecondlaser-fabricated nanogratings in fused silica, Applied Physics Letters 87(1), 014104 (2005).
- [137] S. E. Watkins, J. P. Black, B. J. Pond, Optical scatter characteristics of high-reflectance dielectric coatings and fused-silica substrates, Appl. Opt. 5511–5518 (1993).
- [138] C. J. Tay, S. H. Wang, C. Quan, B. L. Ng, K. C. Chan, Surface roughness investigation of semi-conductor wafers, Optics & Laser Technology 535 – 539 (2004).
- [139] F. Lemarchand, C. Deumié, M. Zerrad, L. Abel-Tiberini, B. Bertussi, G. Georges, B. Lazaridès, M. Cathelinaud, M. Lequime, C. Amra, Optical characterization of an unknown single layer: Institut fresnel contribution to the optical interference coatings 2004 topical meeting measurement problem, Appl. Opt. 1312–1318 (2006).
- [140] C. Amra, D. Torricini, P. Roche, Multiwavelength 0.45-10.6 μ m angleresolved scatterometer or how to extend the optical window, Appl. Opt. 5462–5474 (1993).

- [141] P. Kadkhoda, A. Müller, D. Ristau, A. Duparré, S. Gliech, H. Lauth, U. Schuhmann, N. Reng, M. Tilsch, R. Schuhmann, C. Amra, C. Deumie, C. Jolie, H. Kessler, T. Lindström, C.-G. Ribbing, J. M. Bennett, International round-robin experiment to test the international organization for standardization total-scattering draft standard, Appl. Opt. 3321– 3332 (2000).
- [142] C. Kylner, L. Mattsson, Enhanced optical performance of aluminum films by copper inclusion, Thin Solid Films 222 – 226 (1999).
- [143] O. Kienzle, J. Staub, T. Tschudi, Light scattering from transparent substrates: Theory and experiment, Phys. Rev. B 1848–1860 (1994).
- [144] D. Rönnow, M. Bergkvist, A. Roos, C.-G. Ribbing, Determination of interface roughness by using a spectroscopic total-integrated-scatter instrument, Appl. Opt. 3448–3451 (1993).
- [145] http://www.datasheetcatalog.com, Metal package PMTPhotosensor Modules H5784 Series datasheet, Technical report, Hamamatsu (2020.07.23).
- [146] http://www.datasheetcatalog.com, Hamamatsu Photomultiplier tube datasheet, Technical report, Hamamatsu (2020.07.23).
- [147] C. Amra, C. Grezes-Besset, P. Roche, E. Pelletier, Description of a scattering apparatus: application to the problems of characterization of opaque surfaces, Appl. Opt. 2723–2730 (1989).
- [148] G. A. Chaudhari, S. H. Sarje, Clean room classification for pharmaceutical industry 3, 241–244 (2015).
- [149] D. Lavry, Sampling, oversampling, imaging and aliasing a basic tutorialby dan lavry, lavry engineering (1997).
- [150] M. Zibulski, Y. Y. Zeevi, The generalized gabor scheme and its application in signal and image representation, in Y. Zeevi, R. Coifman (eds.), Signal and Image Representation in Combined Spaces (Academic Press, 1998), volume 7 of Wavelet Analysis and Its Applications, chapter 6, 121 – 164.
- [151] O. Apel, K. Mann, DUV scattering measurements as a tool for characterization of UV-optical surfaces, Applied Physics A: Materials Science & Processing (1), 59–65 (2001).
- [152] G. Abromavičius, Microstructural and optical properties of metal oxide optical coatings deposited by ion beam sputtering and their application for uv spectral range.
- [153] L. Sun, H. Liu, J. Huang, X. Ye, H. Xia, Q. Li, X. Jiang, W. Wu, L. Yang, W. Zheng, Reaction ion etching process for improving laser damage resistance of fused silica optical surface, Opt. Express 24(1), 199–211 (2016).
- [154] G. Clarke, T. Thomas, Roughness measurement with a laser scanning analyser, Wear 57(1), 107 – 116 (1979).

- [155] R. Freund, W. Wilson, *Statistical Methods* (Elsevier Science, 2003).
- [156] A. Jakubauskas, Statistika (2002).
- [157] Z. Wang, L. Wang, J. Yang, W. Peng, H. Hu, Detection of subsurface trace impurity in polished fused silica with biological method 22, 21292–21301 (2014).
- [158] T. Kamimura, Y. Mori, T. Sasaki, H. Yoshida, T. Okamoto, K. Yoshida, Ion etching of fused silica glasses for high-power lasers, Japanese Journal of Applied Physics **37**(Part 1, No. 9A), 4840–4841 (1998).
- [159] N. I. Chkhalo, S. A. Churin, M. S. Mikhaylenko, A. E. Pestov, V. N. Polkovnikov, N. N. Salashchenko, M. V. Zorina, Ion-beam polishing of fused silica substrates for imaging soft x-ray and extreme ultraviolet optics, Appl. Opt. 55(6), 1249–1256 (2016).
- [160] S. Liukaitytė, G. Batavičiūtė, E. Pupka, M. Ščiuka, I. Kraujalienė, D. Tumosa, A. Skrebutėnas, K. Juškevičius, T. Tolenis, S. Kičas, R. Drazdys, R. Buzelis, A. Melninkaitis, Effect of conventional fused silica preparation and deposition techniques on surface roughness, scattering, and laser damage resistance, in G. J. Exarhos, V. E. Gruzdev, J. A. Menapace, D. Ristau, M. J. Soileau (eds.), *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2012*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2012), volume 8530, 502 – 513.
- [161] H. Cheng, Z. Dong, X. Ye, H.-Y. Tam, Subsurface damages of fused silica developed during deterministic small tool polishing, Opt. Express 22(15), 18588–18603 (2014).
- [162] J. Bude, P. Miller, S. Baxamusa, N. Shen, T. Laurence, W. Steele, T. Suratwala, L. Wong, W. Carr, D. Cross, M. Monticelli, High fluence laser damage precursors and their mitigation in fused silica, Opt. Express 22(5), 5839–5851 (2014).
- [163] R. M. Brusasco, B. M. Penetrante, J. A. Butler, S. M. Maricle, J. Peterson, CO2-laser polishing for reductoin of 351-nm surface damage initiation in fused silica, in G. J. Exarhos, A. H. Guenther, K. L. Lewis, M. J. Soileau, C. J. Stolz (eds.), *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2001*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2002), volume 4679, 34 – 39.
- [164] L. Martinu, D. Poitras, Plasma deposition of optical films and coatings: A review, Journal of Vacuum Science & Technology A 18(6), 2619–2645 (2000).
- [165] K. H. Guenther, Microstructure of vapor-deposited optical coatings, Appl. Opt. 23(21), 3806–3816 (1984).
- [166] C. C. Lee, C. J. Tang, TiO₂-Ta₂O₅ composite thin films deposited by radio frequency ion-beam sputtering, Appl. Opt. 45(36), 9125–9131 (2006).

- [167] S. Chao, W.-H. Wang, C.-C. Lee, Low-loss dielectric mirror with ionbeam-sputtered tio2–sio2 mixed films, Appl. Opt. 40(13), 2177–2182 (2001).
- [168] H. Liu, S. Chen, P. Ma, Y. Pu, Z. Qiao, Z. Zhang, Y. Wei, Z. Liu, Ion beam sputtering mixture films with tailored refractive indices, Optics and Laser Technology 55, 21 – 25 (2014).
- [169] S. R. Kennedy, M. J. Brett, Porous broadband antireflection coating by glancing angle deposition, Appl. Opt. 42(22), 4573–4579 (2003).
- [170] D. Kuo, C. Chien, Growth and properties of sputtered zirconia and zirconia-silica thin films, Thin Solid Films 429(1), 40 – 45 (2003).
- [171] N. K. Sahoo, S. Thakur, R. B. Tokas, Achieving superior band gap, refractive index and morphology in composite oxide thin film systems violating the moss rule, Journal of Physics D: Applied Physics 39(12), 2571–2579 (2006).
- [172] J. Sancho-Parramon, V. Janicki, Effective medium theories for composite optical materials in spectral ranges of weak absorption: the case of Nb₂O₅-SiO₂ mixtures, Journal of Physics D: Applied Physics **41**(21), 215304 (2008).
- [173] C. Deumié, R. Richier, P. Dumas, C. Amra, Multiscale roughness in optical multilayers: atomic force microscopy and light scattering, Appl. Opt. 5583–5594 (1996).
- [174] M. Zerrad, C. Deumié, M. Lequime, C. Amra, An alternative scattering method to characterize surface roughness from transparent substrates 15(15), 9222–9231 (2007).
- [175] E. N. Farabaugh, A. Feldman, J. Sun, Y. N. Sun, Examination of thin films in the ZrO_2 -SiO₂ system by transmission electron microscopy and x-ray diffraction techniques, Journal of Vacuum Science & Technology A 5(4), 1671–1674 (1987).
- [176] Y. Sekman, N. Felde, L. Ghazaryan, A. Szeghalmi, S. Schröder, Light scattering characterization of single-layer nanoporous sio2 antireflection coating in visible light, Appl. Opt. 59(5), A143–A149 (2020).
- [177] M. Alvisi, M. Di Giulio, S. Marrone, M. Perrone, M. Protopapa, A. Valentini, L. Vasanelli, Hfo2 films with high laser damage threshold, Thin Solid Films 358(1), 250 – 258 (2000).
- [178] J. C. Park, Y. S. Yoon, S. J. Kang, Structural and optical properties of hfo2 films on sapphire annealed in o2 ambient, J. Korean Ceram. Soc 53(5), 563–567 (2016).
- [179] J. Wang, M. J. Cangemi, C. J. Chinhong, M. J. D'lallo, J. E. Platten, J. F. Oudard, L. Wamboldt, Characterization of reactive plasma ion assisted HfO2 films for low loss optical coatings in the DUV and MWIR, in J. N. Vizgaitis, B. F. Andresen, P. L. Marasco, J. S. Sanghera, M. P. Snyder

(eds.), Advanced Optics for Defense Applications: UV through LWIR II, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2017), volume 10181, 150 – 158.

- [180] K. Moh, X.-C. Yuan, J. Bu, R. Burge, B. Z. Gao, Generating radial or azimuthal polarization by axial sampling of circularly polarized vortex beams, Applied optics 46(30), 7544–7551 (2007).
- [181] M. Beresna, M. Gecevičius, P. G. Kazansky, T. Gertus, Radially polarized optical vortex converter created by femtosecond laser nanostructuring of glass, Applied Physics Letters 98(20), 201101 (2011).
- [182] W. o. P. Altechna R&D, Flat axicon transforms gaussian beam into a bessel-gauss beam; https://wophotonics.com/products/circular-gratingflat-axicon/.
- [183] M. Mikutis, Brego gardelių integravimas į lydyto kvarco tūrį panaudojant femtosekundinio lazerio beselio-gauso pluoštą (2013).
- [184] https://wophotonics.com/products/higher-order-s-waveplate/.
- [185] W. Peng, C. Guan, S. Li, Efficient fabrication of ultrasmooth and defectfree quartz glass surface by hydrodynamic effect polishing combined with ion beam figuring, Opt. Express 22(11), 13951–13961 (2014).
- [186] L. Lv, P. Ma, J. Huang, X. He, C. Cai, H. Zhu, Research on laser-induced damage resistance of fused silica optics by the fluid jet polishing method, Appl. Opt. 55(9), 2252–2258 (2016).
- [187] Y. D. Filatov, O. Y. Filatov, G. Monteil, U. Heisel, M. Storchak, Boundabrasive grinding and polishing of surfaces of optical materials, in R. B. Johnson, V. N. Mahajan, S. Thibault (eds.), *Current Developments in Lens Design and Optical Engineering XI; and Advances in Thin Film Coatings VI*, International Society for Optics and Photonics (SPIE, 2010), volume 7786, 248 – 258.

PRIEDAI

Poliravimo ir papildomo apdirbimo palyginimas

Technologija	Šiurkštumas, nm	Ėsdi- nimo greitis	PLSS sąlygos	PLSS vertės	Šal- ti- nis:	
Cheminis ėsdinimas (1% HF I15% NH4 nuo 300 nm iki $1,8 \ \mu$ m)	-	11 nm/mm	355 nm, 10 Hz, 7,5 ns, AOI= 20°, P-pol., Ø1 mm I/e ² , R-į-1	nuo 15 J/cm ² iki 50 J/cm ²	[65]	
Cheminis ėsdinimas (HF nuo 1 μ m iki 50 μ m)	Pradinis 2,1 nm po ėsdinimo didėjo nuo 2,5 nm iki 5,3 nm	_	355 nm, 9,3 ns (FWHM), ø3 mm, R-į-1	Pradinė 13,9 J/cm^2 , po ėsdinimo iki 10 μ m - 27,2 J/cm^2 , ėsdinant iki 50 μ m PLSS mažėja. Po ėsdinimų mažėja pažeidimų tankis nuo 55/cm ² iki 0,8/cm ² prie 15 J/cm^2	[63]	
Cheminis ėsdinimas (1,7%wt. HF tirpalas)	Didėjo nuo kelių nm iki 32 nm ėsdinus iki 8 µm gylio ir iki 50 nm – ėsdinant iki 14 µm gylio	0,088 mg/min		Aukščiausias PLSS= $25,7 \pm 6,6$ J/cm ² nuėsdinus iki 1,25 μ m (neėsdinto bandinio – 22, 1 \pm 2, 5 J/cm ²	[64]	
Cheminis ėsdinimas (BOE: 0,4%wt. HF ir 12%wt. NH4F)	Didėjo nuo kelių nm iki 32 nm ėsdinus iki 8 µm gylio ir iki 40 nm – ėsdinant iki 14 µm gylio	0,056 mg/min	355 nm, 10 ns, 1-j-1 ir R-j-1	Aukščiausias PLSS= $26, 6 \pm 3, 1$ J/cm ² nuėsdinus iki 210 nm (neėsdinto bandinio – $21, 3 \pm 4, 7$ J/cm ²		
Cheminis \dot{e} sdinimas (HF 2,7wt% ir HNO3 (22,8wt%), kambario temp.) nu \dot{e} sdinta iki 12 μ m	prieš ėsdinimą: 0,4 nm; po ėsdinimo: 1,3 nm	25	355 nm 3	Prieš 9,7 J/cm ² , po – 16 J/cm ²		
Cheminis ėsdinimas (KOH 30 wt%, 100°C temp.) nuėsdinta iki 12 µm	prieš ėsdinimą: 0,4 nm; po ėsdinimo: 0,3 nm	25 nm/min	ss5 mm, s ns, Ø600 μm 1/e, 10-į-1	Prieš 9,7 J/cm ² , po – 21 J/cm ²	[11]	

4.6 lentelė:	Cheminių	ėsdinimų	palyginimas
--------------	----------	----------	-------------

Technologija	Šiurkštumas, nm	Poli- ravi- mo greitis	PLSS sąlygos	PLSS vertės	Šal- ti- nis:
Lazerinis poliravimas	$<25~\mathrm{nm}$	$173,7 \ { m mm}^2/{ m mir} \ 0,59 \ { m mm}^3/{ m mir}$	ı; _ ı	_	[71]
Lazerinis poliravimas	<0,1 nm 100 μ m zonoje, banguotumas iki 1 nm aukščio	$\begin{array}{c} 60\\ \mathrm{cm}^2/\mathrm{min};\\ 0,6\\ \mathrm{mm}^2/\mathrm{min} \end{array}$	-	-	[70]
Lazerinis poliravimas	_	_	355 nm, FWHM pluošto diametras 0,8 mm, 3 ns, 10 Hz, R-į-1	nuo 23 J/cm2 iki 30 J/cm2	[163]

4.7 lentelė: Lazerinio poliravimo pavyzdžiai

4.8 lentelė: Ėsdinimų jonų pluoštu pavyzdžiai

Technologija Ésdinimas jonų pluoštu Ėsdinimas jonų	Šiurkštumas, nm _	Poli- ravi- mo greitis 1,8 mm ³ /mir 100 mm ³ /h;	PLSS sąlygos	PLSS vertės	Šal- ti- nis: [70]
Ėsdinimas jonų pluoštu	Iki 800 nm beveik nekito, $1,2 \ \mu m$ ir $2 \ \mu m$ didėjo, bet 0,6 nm neviršijo	mm ³ /mir	351 nm, 4,67 ns, pluošto skersmuo 1 mm, R-į-1	0% tikimybė nuo 12,3 J/cm ² (neėsdintam) iki 16,2 J/cm ² (ėsdinimo gylis 800 nm); 50% tikimybė padidėjo nuo 15,2 J/cm ² (neėsdintam) iki 24,1 J/cm ² (ėsdinimo gylis 800 nm)	[14]
Ėsdinimas jonų pluoštu	Bandiniams iki 50 nm ėsdinimo šiurkštumas didėjo, toliau iki 400 nm ėsdinimo gylio – mažėjo, bet visais atvejais išliko mažesnis nei 0,6 nm		355 nm, 3 ns, 15 Hz, 1-į-1	Neėsdinto 7,0 J/cm ² , ėsdinto iki 100 nm apie 60 J/cm ² , toliau didėjant gyliui PLSS mažėjo	[10]

Technologija	Šiurkštumas, nm	Poli- ravi- mo greitis	PLSS sąlygos	PLSS vertės	Šal- ti- nis:
MRF	0,167-0,759	0,006- 0,0733 mm ³ /mir	$\begin{array}{c} 355 \ \mathrm{nm}, \ 8\\ \mathrm{ns}, \ \mathrm{pluošto}\\ \mathrm{diametras}\\ 300 \ \mu\mathrm{m}, \\ ^{1} \ 1-\mathrm{j}-1, \ <5\%\\ \mathrm{tikimybe} \end{array}$	nuo 9,77 iki 19,2 J/cm2	[79]
MRF + ėsdinimas BOE (Buffered oxide etch)	< 1	ėsdini- mo greitis 27,6±1,5 nm/min	7° kampu, 0,1-5 Hz, \emptyset 300 μ m, 1-į-1 ir N-į-1, 351 nm, 3 ns TEM ₀₀	1-į-1 PLSS – 10,5 J/cm ² ; N-į-1 PLSS – 19,5 J/cm ²	[68]
MRF + Ėsdinimas jonų pluoštu	Pradinis šiurkštumas 0,262 nm, pradžioje didėja iki 100 nm gylio ėsdinimo, o po to varijuoja, bet 0,3 nm neviršija	$\begin{array}{c} {\rm MRF:} \\ 1,8\times \\ 10^7\pm \\ 10\% \\ \mu{\rm m}^3/{\rm min} \\ {\rm IBE:} \\ 11,74\times \\ 10^{-3} \\ {\rm mm}^3/{\rm min} \end{array}$	355 nm, 7 ns, 1 Hz, ; TEM ₀₀ $\emptyset 4,5 \ \mu m^2$, R-į-1	Nuo 3,4 J/cm ² neėsdinto iki 9,9 J/cm ² ėsdinto iki 800 nm; parodyta, kad iki 200 nm ėsdinimo gylio PLSS mažėjo, po to iki 800 nm ėsdinimo gylios PLSS augo	[?]

4.9 lentelė: Magneteorologinio poliravimo pavyzdžiai

Technologija	Šiurkštu- mas, nm	Poliravi- mo greitis	PLSS sąlygos	PLSS vertės	Šal- ti- nis:
Reaktyvus ėsdinimas jonais (RIE) + dinaminis cheminis ėsdinimas (DCE)	Neėsdinto 1,07 nm; po ėsdinimo didėjo iki 1,4 nm (ėsdintas RIE - 1 μ m + DCE - 3 μ m; plokštiš- kumas PV didėjo nuo neėsdinto 0,168 λ ir 0,3 λ ėsdinto RIE - 1 μ m + DCE - 3 μ m	RIE procesas 2 μm/h; DCE HF rūgštimi 100 nm/min	355 nm, 7 ns (FWHM), 1 Hz, TEM ₀₀ Ø1,2 mm, R-į-1 ir 1-į-1	0% tikimybė neėsdinto 22,7 J/cm ² iki 61,5 J/cm ² (5 μ m RIE + 3 μ m DCE, bet šiurkštu- mas augo iki 5,2 nm	[13]
Poliravimas jonų pluoštu + užgarinimas jonų pluoštu	23,0 nm prieš apdirbimą; 0,06 nm po apdirbimo	248 nm/min + papildomos procedūros	_	_	[75]
Poliravimas veikiant hidrodinami- niam efektui (HEP) + ėsdinimas jonų pluoštu (IBF)	pradinis 1,16 nm, po apdirbimo 0,13 nm	HEP: 300 nm/min; IBF: $7,8 \times 10^{-3}$ mm ³ /min	_	_	[185]
Standartinis poliravimas + Ėsdinimas HF rūgštimi $(300 \ \mu m)$ + Supertikslus poliravimas + Ėsdinimas jonų srautu $(100 \ nm)$	0,4-0,6 nm ir prieš, ir po apdirbimo		266 nm, 4-5 ns, 1-į-1, AOI= 3 - 7°	Komerci- nis įprastas poliravi- mas: 10 J/cm ² ; po apdirbimo – 28 J/cm ²	[58]

4.10 lentelė: Kitų poliravimo ir papildomo apdirbimo pavyzdžiai

Tęsinys kitame puslapyje
Technolo- gija	Šiurkštu- mas, nm	Poliravi- mo greitis	PLSS sąlygos	PLSS vertės	Šal- ti- nis:
"Plūduriuo- jantis" poliravimas (Floating polishing)	Prieš 0,9 nm, plokštiš- kumas $\lambda/2$; po $-$ 0,2 nm	Šiurkštumo pokytis nuo 1 nm iki 2 nm per 1 val.			[82]
Poliravimas skysčio srove (Fluid Jet Polishing)	$\begin{array}{l} {\rm Prieš} \ 0,899\\ {\rm nm;} \ {\rm po} \ -\\ 1,159 \ {\rm nm}\\ ({\rm poliruota}\\ {\rm SiO}_2\\ {\rm dalelėmis}) \end{array}$		$351 \text{ nm}, 5,5 \text{ ns}, \emptyset 0, 67 \text{ mm}, 1-\dot{t}-1$	$\begin{array}{l} {\rm Prieš}\;(0\% \\ {\rm tikimybe}) \\ {\rm -10,65} \\ {\rm J/cm^2}; \\ {\rm 10,55} \\ {\rm J/cm^2} \end{array}$	[186]
"Plūduriuo- jantis" poliravimas (Bowl Feed Polishing)	0,8 nm	$50~{ m nm/h}$			[84]
Įprastas poliravimas + Cheminis ėsdinimas + "Plūduriuo- jantis" poliravimas	Po įprasto poliravimo 0,821 nm; po cheminio ėsdinimo ir "plūduriuo- jančio" poiliravimo 0,746 nm				[67]
Šlifavimas surištu deimantu		$\begin{array}{c} 3, \overline{56} \times 10^{-8} \\ \mathrm{m}^{3} / \mathrm{s}; \\ \mathrm{linijinis:} \\ 0,155 {\pm} 0,005 \\ \mathrm{mm/min} \end{array}$			[187]

lentelė 4.10 – $T\!e\!sinys$

Tęsinys kitame puslapyje

Technolo- gija	Šiurkštu- mas, nm	Poliravi- mo greitis	PLSS sąlygos	PLSS vertės	Šal- ti- nis:
Standartinis šlifavimas $(Al_2O_3 19 \mu m, 11 \mu m$ ir 5 μm dalelėmis) ir poliravimas $(CeO_2);$ Super poliravimas (,,Plūduriuo-jančiu'') poliravimu) (CeO_2)	0,379 nm	$\begin{split} \tilde{\text{S}} & \text{lifavimo} \\ & 0,48 \\ \mu\text{m/min}, \\ & 0,36 \\ \mu\text{m/min} \text{ ir} \\ & 0,18 \\ \mu\text{m/min} \\ & \text{atitinka-} \\ & \text{mai,} \\ & \text{poliravimo} \\ & -2,83 \\ & \mu\text{m/h} \end{split}$			[83]
Poliravimas CeO ₂ , SiO ₂ , ėsdinimas HF/HNO ₃ , superpolira- vimas	$\begin{array}{c} \text{Nupoliruoti}\\ \text{SiO}_2\\ \text{bandinių}\\ \text{šiurkštumas}\\ \text{buvo}\\ \text{mažesnis nei}\\ \text{CeO}_2 \text{ poli-}\\ \text{ruotiems, ir}\\ \text{buvo}\\ \text{artimas}\\ \text{superpoli-}\\ \text{ruotam}\\ \text{paviršiui.} \end{array}$		355 nm, 11 ns, 50 Hz, 30 μ m (1/e ² lygyje), 1-į-1	po 1 min \dot{e} sdinimo + SiO ₂ danga PLSS padidėjo 10 kartų	[160]

lentelė 4.10 – $T\!e\!sinys$

TRUMPOS ŽINIOS APIE AUTORĘ

Vardas:	Lina
Pavardė:	Mažulė
Gimimo data:	1987-01-27
Gimimo vieta:	Ylakiai, Lietuva
El. paštas:	lina.mazule@gmail.com

Išsilavinimas:

1994 - 2006	Ylakių vidurinė mokykla.
2006 - 2010	Vilniaus universitetas, Fizikos fakultetas
	Bakalauro kvalifikacinis laipsnis.
2010 - 2012	Vilniaus universitetas, Fizikos fakultetas
	Magistro kvalifikacinis laipsnis.
2012 - 2020	Vilniaus universitetas, Fizikos fakultetas,
	$Doktorantar{u}ra.$

Profesinė veikla:

2008 - 2010	Laborantė, Vilniaus universitetas.
2010 - 2012	Laborantė, inžinierė, Vilniaus universitetas.
2013 - 2015	Jaunesnioji mokslo darbuotoja, Vilniaus universitetas.

Darbo patirtis:

2010 - 2012	Laborantė metrologijos grupėje,
	UAB "Altechna", Vilnius, Lietuva.
2016 - 2018	Metrologijos grupės vadovė,
	UAB "Altechna", Vilnius, Lietuva.
2018 - 2019	Optikos gamybos grupės vadovė,
	UAB "Altechna", Vilnius, Lietuva.
2019-2020	Projektų vadovė,
	UAB "Altechna", Vilnius, Lietuva.

CURRICULUM VITAE

Name:	Lina
Surname:	Mažulė
Date of birth:	1987-01-27
Place of birth:	Ylakiai, Lithuania
E-mail:	lina.mazule@gmail.com

Education:

1994 - 2006	Secondary school, Ylakiai.
2006 - 2010	Vilnius University, Faculty of Physics
	Bachelor degree.
2010 - 2012	Vilnius University, Faculty of Physics
	Master degree.
2012-2020	Vilnius University, Faculty of Physics,
	Ph.D. studies.

Work experience at Vilnius University:

2008 - 2010	Laboratory Assistant at Vilnius University.
2010 - 2012	Laboratory Assistant, engineer at Vilnius University.
2013 - 2015	Junior researcher at Vilnius University.

Work experience:

2010 - 2012	Laboratory Assistant at metrology group,
	UAB Altechna, Vilnius, Lithuania.
2016 - 2018	Metrology Group Manager,
	UAB Altechna, Vilnius, Lithuania.
2018-2019	Production and technology development manager,
	UAB Altechna, Vilnius, Lithuania.
2019-2020	Project manager,
	UAB Altechna, Vilnius, Lithuania.

PADĖKA

Šeštoje klasėje svajojau apie teisės studijas, bet augant ir prasidėjus fizikos pamokoms mano susižavėjimas pradėjo krypti į fizikos sritį ir už tą sudominimą pirmiausiai esu dėkinga fizikos mokytojui Antanui Raštikiui. Taip pat šis susidomėjimas greičiausiai nebūtų toli nukeliavęs be tėvų skatinimo ir vyresniojo brolio Zigmanto rekomendacijų, kuriems taip pat esu be galo dėkinga.

Studijų metu man labai pasisekė pakliuvus į tokią pramuštgalvių, futbolistų ir moksliukų grupę, kurie skatino nesustoti ir jau po antro kurso ieškoti galimybių laboratorijoje. Jų aktyvumas paskatino drąsiai keliauti naujų potyrių keliu, už tai jiems ir dėkoju.

Antrame kurse pavasario semestre užsirašiau į Lazerių technologinių taikymų kursą pas prof. Valdą Sirutkaitį. Dar nežinojau, kas tie lazeriai, ką su jais galima veikti, bet buvau girdėjusi, kad lietuviai šioje srityje yra gerai pasikaustę ir norėjau būti šios srities dalis. Išklausiusi kursą pasiprašiau profesoriaus, kad priimtų į laboratoriją. Iki šiol atsimenu klausimą "Ar stosi į doktorantūrą?", į kurį, dažnas antro-trečio kurso studentas dar neturi atsakymo, o mano atsakymas buvo teigiamas, kas atrodytų skubota ir neapgalvota, bet tuo metu net neabejojau, kad taip ir bus.

Būtent profesoriui Valdui Sirutkaičiui esu dėkinga už postūmį į metrologijos sritį, taip pat už nuolatinį palaikymą ne tik laboratorijoje, bet ir už Lazerinio tyrimų centro ribų. Ačiū už nuostabias rekomendacijas, kai jų prireikdavo. Už tikėjimą, kad aš galiu, kai jau pačiai atrodė, kad nebegaliu. Ačiū už sklaidos "vaiduoklių" gaudymą, kai pačiai jau nebepavykdavo jų surasti, ačiū už nuolatinę cukraus dozę, kuri pakeldavo ne tik energiją bet ir ūpą toliau keliauti. Ačiū profesoriui!

Didelis ačiū kitiems kolegoms iš Lazerinių tyrimų centro: dr. Mikui Vengriui už varžas, laidus, programavimo LabView pradmenis ir skirtingų žemių paiešką, taip pat už šmaikštų žodį ir kandų liežuvį; dr. Andriui Melninkaičiui ačiū už nuolatinę pagalbą ir konsultacijas sklaidos matavimų ir analizės klausimais. Taip pat už "Lean" teoriją ir paskatinimą nuolat ja naudotis. Ačiū dr. Andriui ir dr. Tomui Toleniui už nuolatines bandinių dozes. Ačiū dr. Juliui Vengeliui už nuolatinę pagalbą kraustantis su sklaidos sistema iš laboratorijos į laboratoriją ir visam "lazerinio" kolektyvui už saldžios arbatos (ir ne tik) pertraukėles.

Taip pat dėkoju kolegoms iš "Altechnos", kurie tikėjo, palaikė ir netrukdė, kai man to labiausiai reikėjo :)

Ačiū auklėms ir auklytėms, ypač sesutei Vilmantei ir mamai Ievai. Ačiū Romui ir Rūtai už demotyvacines Lietuvos nuotraukas, tikrai aplankysime su šeima tas nuostabias vietas Lietuvoje. Ačiū visiems kitiems artimiesiems, kolegoms, draugams, kurių dar neišvardinau, bet be jūsų būtų sunku įveikti gyvenimo iššūkius, o disertacijos rašymas buvo vienas iš jų!

Didžiausia padėka yra mano šeimai: vyrui Remigijui už kantrybę, palaikymą, kavą ir šampaną laiku, kai jų labiausiai reikia. Už vabalų gaudymą iki išnaktų! Taip pat už beprotiškas idėjas, kurias galima įgyvendinti čia ir dabar! Taip pat didelis ačiū mano dukrytėms Amelijai ir Kotrynai už pilnas kišenes kaštonų, kol baigsis matavimai ir galėsim važiuoti namo, už kantrybę ir nevisai, kai mama atlikdavo matavimus ar rašė disertaciją, už betvarkę, kuri padėdavo nukreipti mintis, už pagalbą rašant, už pasakas ir dainas, kad mama užmigtų :), šypsenas ir apkabinimus.

Dar kartą visiems ačiū, kad esu kur esu ir kokia esu!

Lina Mažulė 2020 m. gruodis

PUBLIKACIJŲ SĄRAŠAS IR JŲ KOPIJOS

- P1. Lina Grinevičiūtė, Rytis Buzelis, Lina Mažulė, Andrius Melninkaitis, Simonas Kičas, Tomas Tolenis "Enhancement of high reflectivity mirrors using the combination of standard and sculptured thin films", Optics and Laser Technology 129, 106292 (2020).
- P2. T. Tolenis, L. Grinevičiūtė, L. Smalakys, M. Ščiuka, R. Drazdys, L. Mažulė, R. Buzelis ir A. Melninkaitis "Next generation highly resistant mirrors featuring all-silica layers", Scientific Reports 7, 10898 (2017).
- P3. L. Mažulė, S. Liukaityte, R. C. Eckardt, A. Melninkaitis, O. Balachninaitė, V. Sirutkaitis, "A system for measuring surface roughness by total integrated scattering", JOURNAL OF PHYSICS D-APPLIED PHYSICS, IOP PUBLISHING LTD, 44, (2011).
- P4. A. Melninkaitis, T. Tolenis, L. Mažulė, J. Mirauskas, V. Sirutkaitis, B. Mangote, X. Fu, M. Zerrad, L. Gallais, M. Commandre, S. Kičas, R. Drazdys, "Characterization of zirconia- and niobia- ilica mixture coatings produced by ion-beam sputtering", APPLIED OPTICS, OPTICAL SOC AMER, 50, C188-C196, (2011).

Ρ1

ENHANCEMENT OF HIGH REFLECTIVITY MIRRORS USING THE COMBINATION OF STANDARD AND SCULPTURED THIN FILMS

Lina Grinevičiūtė, Rytis Buzelis, **Lina Mažulė**, Andrius Melninkaitis, Simonas Kičas, Tomas Tolenis

Optics and Laser Technology 129, 106292 (2020)

Reprinted with permission Journal Optics and Laser Technology

Optics and Laser Technology 129 (2020) 106292



Contents lists available at ScienceDirect

Optics and Laser Technology



Enhancement of high reflectivity mirrors using the combination of standard and sculptured thin films



Lina Grineviciute^a, Rytis Buzelis^a, Lina Mažulė^b, Andrius Melninkaitis^b, Simonas Kičas^a, Tomas Tolenis^{a,*}

^aState Research Institute Center for Physical Sciences and Technology, Savanoriu, ave. 231, LT-02300 Vilnius, Lithuania
^b Vilnius University, Laser Research Center, Saulétekio ave. 10, LT-10223 Vilnius, Lithuania

HIGHLIGHTS

• LIDT of Al₂O₃/SiO₂ mirrors increase by covering them with multilayer silica coatings.

- Hybrid coatings have much lower scattering losses compared to all-silica coatings.
- Combination of IBS and GLAD technologies results in spectrally stable HR coatings.

ARTICLEINFO

Keywords: Interference coatings Deposition and fabrication Subwavelength structures Laser-induced breakdown

ABSTRACT

The total generated output power in high-power laser systems is mainly limited by the laser-induced damage phenomena in coated optics. A significant part of optics include high reflectivity coatings. A research was conducted for the development of advanced high reflectivity mirrors, capable to withstand extreme laser fluence and featuring spectral stability at different ambient conditions. A concept of combination of IBS and GLAD technologies was proposed and implemented to form a hybrid multilayer mirror for the 355 nm wavelength. An optical and structural properties were investigated to evaluate the advantages of both technologies. The relation between the number of sculptured silica layers and standard mirrors performance under the high power of laser radiation was determined. The results of analysis show an improved reflectivity and optical resistance of consolidated coatings. LIDT measurements indicate the potential of reaching 90 J/cm² for 355 nm wavelength (pulse duration 2.5 ns) while maintaining the reflectivity value higher than 99.5%. New findings indicate the superiority of hybrid coatings if compared to both classical and all-silica coatings. This knowledge opens up the new possibilities in further development of extreme light sources.

1. Introduction

Research in enhancement of optical coatings resistivity to laser radiation has a history of more than 50 years. The laser induced damage (LID) in dielectric material was observed soon after its discovery [1]. LID threshold parameter is considered of critical importance in all advanced high power optical systems, including major facilities, which use intense radiation for fundamental research and applied sciences (National Ignition Facility [2], LMJ [3], ELI [4] etc.). Optical elements are continously investigated and improved by the research in materials engineering and development of technological processes. Progress of thin film deposition technologies and substrate surface polishing methods considerably improved the quality of optical coatings and enabled to obtain LID threshold values comparable with intrinsic laser damage phenomena in thin films [5].

Optical coatings resistivity to laser radiation depends on several properties of component. Defects are the main limiting LID initiators for pulsed nanosecond lasers. Dust particles, light-absorbing inclusions, inhomogeneities, etc. are common irregularities, which decreases the resistivity of the component. These factors are called extrinis sources of LID phenomena, since they are caused by the process of the coating (cleaning, chamber contamination, air polution, material spitting during the deposition process etc.). After the elimination of extrinsic sources, LID threshold is limited by intrinsic property of the coating – band-gap of the thin film material. This parameter corresponds to the required energy for electrons to transfer them from valence band to conduction band, where they can absorb the light and initiate laser damage. Empirical investigations indicate that LID threshold value

* Corresponding author. E-mail address: tomas.tolenis@ftmc.lt (T. Tolenis).

https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2020.106292

Received 10 January 2020; Received in revised form 13 March 2020; Accepted 16 April 2020 0030-3992/ © 2020 Elsevier Ltd. All rights reserved.

strongly depends on band-gap value for nanosecond and femtosecond pulses as well [6,7].

Standard multilayer optical coatings consist of iterative pairs of Low-refractive-index (L) and High-refractive-index (H) layers. Since H material typically has the lower band-gap value compared to L, it also corresponds to lower optical resistivity. Therefore, the H material is the limiting factor for LID threshold value in most of multilayer coatings. Different approaches for design optimisation to withstand higher laser fluences have been devised and tested during the past several decades. Such designs are considered as alternative for quarter wavelength optical thickness based mirrors. Most succesfull concepts included RISED [8] and Rugate [9] designes, mixing materials [10] and changing the last layer material [11].

Recently, a novel method was presented for fabrication of multilayer mirrors using only silica material [12]. Such new generation optics indicated the potential to withstand more than 60 J/cm² fluence at the wavelength of 355 nm using nanosecond pulses. Such coatings demonstrate high potential in terms of damage resistance, however, due to low contrast between H and L layers those coatings become relatively thick. As a consequence, such mirrors suffer from high scattering losses at UV wavelengths and are quite sensitive to changes in environmental conditions. In high power laser systems however, HR coatings should not only feature good reflectivity and state of the art optical resistance but also should be spectrally stable under changing ambient conditions. To overcome the above-mentioned limitations, a concept of a hybrid mirror coating is proposed here. A combination of classical dielectric mirror stack and the all-silica concept was realized in this work. A hybrid multilayer mirror was deposited by using two techniques, namely - Ion Beam Sputtering (IBS) and electron beam evaporation equipped with GLancing Angle Deposition (GLAD) method. As a product, a new type of multilayer was formed, exhibiting high resistivity to laser radiation, spectral stability and low optical losses.

2. Sample preparation

All coatings were deposited on the 25.4 mm diameter fused silica (FS) substrates. Before each deposition process, substrates were manually cleaned with cotton swabs and alcohol. Then ultrasonic cleaning in an aqueous surfactant with alkaline cleaning solution was used. Finally, the substrates were rinsed twice in distilled warm water and dried with IR radiation. Identical substrates were used for all deposition processes.

Four 150 nm thickness single layer thin films of alumina and silica were deposited on FS substrates for the determination of refractive indexes, which were used in modelling of the high reflectivity mirrors. Two films of dense alumina and silica were deposited by first coating plant using IBS technology and two silica films were deposited by the second coating plant using an e-beam evaporation technology equipped with GLAD system.

Dense Al₂O₃ and SiO₂ single layer thin films were sputtered using Cutting Edge Coatings (Germany) IBS coating plant. Oxide materials were synthesized in a vacuum chamber (10^{-4} mbar) by sputtering Al and Si metal targets and injecting O₂ flow at 100 sccm (standard cubic centimeters per minute) rates for both Al and Si materials, respectively. Film thicknesses were controlled by broadband optical monitoring, which constantly measures the transmittance of the deposited layer, fits the theoretical model and cuts the deposition process when the necessary thickness is achieved. The sputtering rates during the process were maintained at 0.6 Å/s and 1.2 Å/s for Al₂O₃ and SiO₂ materials, respectively.

SIDRÅBE e-beam evaporation plant, equiped with GLAD system (see Fig. 1), was used to deposit two silica single layers with different porosity, therefore, different refractive indexes. Films with a higher refractive index of silica were deposited at 0° angle of incidence between the vapor flux and the substrate normal. Films with a lower refractive index were deposited at 70° angle of incidence, accordingly. Adjances of ginning and the C

Fig. 1. Principal scheme of glancing angle deposition: χ indicates the angle between the vapor flux and rotating substrate normal.

Evaporation on tilted substrate resulted in porous columnar film structure due to the self-shadowing effect [12]. The deposition rate and final film thickness were controlled by crystal quartz monitor. The deposition rate was maintained at 5 Å/s at both angles and the substrate was constantly rotated around its axis at 0.5 revolutions per second.

Five high reflectvity mirror samples were made in one process using IBS technology to form multilayer based coating, capable to reflect 99% of the incident light at 355 mm wavelength and 0° angle of incidence. Next, after repeating the same cleaning procedure and placing the samples in evaporation plant, a multilayer structure with different number of silica layers of different porosity were coated on the aforementioned mirrors using the GLAD method as shown in Fig. 2.

Alumina and silica materials were used to form mutilayer mirrors in IBS plant. Quarter wave optical thickness layers were used as building blocks to form the coatings. The classical quarter based design of 50 layers was used to form high reflection mirror of dense Al2O3 (H-high index) and SiO2 (L-low index) materials. The thicknesses were 52 nm and 59 nm for high and low refractive index thin films, respectively. The double quarter optical thickness of low refractive index material (2L), namely silica, was used as the last layer in the design for better resistance of standard mirror to laser radiation [11]. The total designed physical thickness of the multilayer was 2848 nm. For complete oxidation after the sputtering process, the multilayer coatings were annealed at atmosphere pressure in air for 2 h at 300 °C. Five samples in total, named HR, have been coated during one process: four samples were coated with different numbers of sculptured silica layers by GLAD method and the fifth sample was considered as a standard dielectric high reflection mirror for comparison.

Four aforementioned HR samples have been coated by GLAD system. Quarter wave optical thickness (QWOT) layers were used as building blocks to coat the multilayer on top of every HR sample. Porous silica, deposited at 70°, was considered as L_{GLAD} (low index layer) and dense silica, deposited at 0°, was considered as H_{GLAD} (high index layer). For QWOT layers, films of 61 nm at 0° angle and 72 nm at



Fig. 2. Principal representation of electric field distribution in hybrid high reflectivity coating (HR + 10 in this case). SEM image of GLAD coating crosssection is shown in the legend (bar is set at 200 nm).

2

Table 1

Main information of experimental samples.				
Sample ID	GLAD layers	E-field reduction		
HR	0	0		
HR + 4	4	2		
HR + 10	10	4		
HR + 14	14	7		
HR + 18	18	10		

70° angle were deposited. Four layers were deposited on the first HR sample starting from L_{GLAD} film and ending with dense H_{GLAD} film. It reduced the electric field intensity at external alumina/silica interface (between 48th and 49th layer) by two times, where intensity is at maximum. The second, third and forth HR samples were coated by 10, 14 and 18 layers, respectively, in the same manner. It reduced the electric field intensity by 4, 7 and 10 times, respectively. No annealing of the coatings was used during or after the process. The detailed information is presented in Table 1:

3. Methods

Spectral analysis of experiental samples was performed by measuring their reflectance and transmittance using spectrophotometer. Obtained data was used to model the optical constants of single layers and to evaluate the performance of Bragg mirrors. Spectrophotometric transmittance measurements were performed with spectrophotometer RTPhoton ("EssentOptics", Belarus). Transmission spectra of singlelayers were analyzed in the low absorptance spectral region with "Optilayer" software. Refractive indexes and thickness were fitted using Sellmeier equation and simulating Fresnel reflection and transmission spectra of substrate-layer optical system. Extracted refractive indexes were further used in designing high reflection mirrors and determining the thickness of constituent layers. "Optilayer" software was also used to evaluate electric field intensity distribution within high reflectivity multilayer coatings.

GLAD coatings are porous and, therefore, spectrally unstable at different environmental conditions, when IBS coatings are known to remain spectrally stable. The behaviour of experimental samples, coated using both methods, are necessary to evaluate before applying the technique in practise. Environmental stability was tested using environmental chamber SH-262 ("Espec", USA). Samples were placed in the chamber with 0%, 50% and 100% humidity, kept in the chamber for 1 h and then measured with a spectrophotometer immediately after their removal.

Optical scattering was considered as the main source of the optical losses, which are critical when coatings are applied in high power laser systems. Mapping of Total Integrated Scattering (TIS) losses was performed at the wavelength of 355 nm by virtually dividing a 1-inch aperture into the grid of 16031 hexagon matrix cells. Beam diameter $(1/e^2)$ in target plane was used to investigate every cell of the grid and set to 174 µm while spatial resolution of the measurement was limited by the cell size parameter, which is the distance $(d = 100 \, \mu m)$ between centroids of neighboring cells. TIS measurement system is described in more detail by Mažule et al. [13].

Sputtered alumina and deposited silica are known to have amorphous structure. Therefore, surface roughness of experimental samples was considered as the possible source of optical scattering. The surface roughnesses of coatings were measured using atomic force microscope Dimension Edge of Bruker. Measurements were performed in tapping mode and in ambient conditions. Root mean square values of the surface roughness were determined by analyzing two $20\times20\,\mu\text{m}^2$ surface areas with a scan resolution of 512 pixels of both high reflectivity coatings and the uncoated substrate.

The goal of the combination of GLAD and IBS methods is to increase the optical resistivity of high reflectivity optical coatings. The



Fig. 3. Refractive index dispersions of FS substrate and thin films produced by IBS and GLAD (evaporated at 0° and 70° angles) methods.

commonly accepted indicator of this property is laser-induced-damage-threshold value. LIDT measurements were performed according to 1on-1 method described in ISO standard (ISO 21254:2011 [14]). The optical system equipped with the third harmonics (wavelength of 355 nm, pulse duration 2.5 ns) Nd:YAG laser (NL 120 model Ekspla) was used for the measurements. Focussed beam waist diameter at interaction site was 60 μ m. Inspection of laser damage sites were observed with optical microscope Olympus BX41.

4. Results

Modelled refractive index dispersions of deposited single layers are presented in Fig. 3. Alumina, deposited by IBS technology, exhibited the refractive index of 1.7 at the wavelength of 355 nm and was used as the high refractive index material for the standard high reflectivity mirror. Silica, typically used as low refractive index material, deposited by IBS, exhibited the refractive index of 1.51 at the same wavelength. Two refractive indexes were gained by evaporating silica at two different deposition angles using e-beam equiped with GLAD technology. Silica, deposited at 0' and 70', exhibited refractive index values of 1.47 (as high index) and 1.23 (as low index), respectively.

Different refractive indexes were obtained by coating dense silica, using IBS and GLAD methods. Sputtered silica film exhibited refractive index by 0.04 higher than in evaporated thin film, since sputtering process is much more energetic in nature [15]. Deposition at oblique angle induced self-shadowing effect during the thin film growth. Therefore, thin film of the same material exhibited larger porosity and as its result – lower refractive index, when deposited at 70° angle [12]. The differences between high and low refractive index thin films were 0.19 and 0.24 for IBS and GLAD deposition methods, respectively, Larger difference in indexes allows to form mirrors with broader reflectivity zones and less number of layers are necessary to obtain the same reflectivity value. Index difference in e-beam technology can be increased even further by depositing at larger angles, but this can result in a fanning effect (continuous expansion of the individual column diameters) of the thin film, which induces inhomogeneities in film porosity and avarage refractive index [16,12].

Spectral performance of high reflectivity mirrors were tested using spectrophotometric reflection and transmission measurements, which are presented in Fig. 4. For HR sample measured light reflectance was of 99.1% and measured transmittance – 0.8% at the wavelength of 355 nm. Depositing the all-silica quater-wave based multilayer structure of 4 layers slightly decreased the total reflectivity to the value of 99.0%. HR + 4 sample also exhibited the largest transmittance value, namely 0.8%, between the mirrors, deposited using both aforementioned technologies. Increasing the number of GLAD silica layers to 10, 14 and 18 changed the total reflectivity of the HR mirror to the values of 99.4%, 99.5% and 99.4%, respectively. Deposition of larger number QWOT layers, namely L_{GLAD} and H_{GLAD}, increased the Bragg phenomena of the total multilayer coating. All three aforementioned experimental samples transmit 0.4% of the light at the wavelength of 355 nm. Since silica has low absorbiton in UV and VIS spectral region,

3



Fig. 4. Spectrophotometric reflectance and transmittance measurements of all high reflectivity mirrors.



Fig. 5. Spectrophotometric transmittance measurements of HR + 18 experimental sample after the exposure at different humidity levels.

optical scattering was considered as possible reason for optical losses of around 0.2%.

Spectral stability of deposited HR + 18 experimental sample was tested using an environmental chamber, capable to maintain stable

humidity levels. The tested mirror was exposed at 0%, 50% and 100% humidity for one hour and measured with a spectrophotometer within minutes after the removal from the chamber. Tansmission values and the spectral position of the mirror did not change after the exposure to the different levels of humidity. The optical performance remained stable (see Fig. 5).

Alumina and silica deposited by IBS or e-beam technologies have negligible absorption at the wavelength of 355 nm [17]. Therefore, optical scattering was measured for experimental samples to evaluate optical losses. Scattering maps are presented in Fig. 6. The median es-timated values for HR, HR + 4, HR + 10 and HR + 18 samples are 0.048%, 0.088%, 0.105% and 0.285%, respectively. Sample HR + 14 was damaged during the handling and is not presented here. The scattering median value of the HR sample, deposited using only IBS plant, was lowest. The total scattering values are increased by a factor of 1.8, 2.2 and 5.9 for the HR + 4, HR + 10 and HR + 18 mirrors, coated by 4, 10 and 18 GLAD silica layers, respectively. Localized scattering spikes are visible in all the maps. Typical sources for Rayleigh scattering in optical coatings are surface roughness and/or structural irregularities. Localized spikes in HR coating may also appear due to scratches, digs or other irregularities on the substrates surface. During the sputtering process, the thin film is coated conformally due to high energy of sputtered vapor flux [15]. Therefore, all substrate surface irregularities are repeated during the coating process and visible in scattering maps. In case of deposition by GLAD, surface roughness determined by the shape and size of the columns [18], which in this case are around 30 nm in diameter [19]. The increase of optical scattering in mirrors, covered by GLAD coatings, can be attributed to structural inhomogeneity of columnar structure thin films in L_{GLAD} layers, which contribute to volumetric and surface scattering. Therefore, optical losses increases by increasing the number of GLAD silica layers due to larger number of columnar structure silica thin films. It is worth mentioning, that most of the laser damage testing was performed in defectfree low scattering areas.



Fig. 6. Maps of total integrated scattering losses of high reflectivity samples (a)-(d) and the averaged values of scattering losses (e).



Fig. 7. Scanned plots of AFM measurements (a)-(e) and surface roughness RMS values of high reflectance samples (f).

Surface roughness of mirrors was considered as the main source of optical scattering. Therefore, root mean square (RMS) values were measured using AFM. Surface roughness maps are presented in Fig. 7. Experimental mirror, produced by IBS technology, exhibits the lowest surface roughness value of 0.25 nm. Ion beam sputtering technology is known for its ability to maintain the same RMS values of substrates surface roughness [20]. Deposition of sculptured layers increases the total roughness of the coating. Four layers of silica increases the RMS value from 0.25 nm to 0.96 nm compared to HR sample. The further growth of the number of the layers increases the roughness even more. The standard mirror with the 18 layers of sculptured silica coated on top exhibits the roughness of 1.68 nm, which is still almost two times lower than the roughness of an all-silica mirrors surface, presented in a previous publication [19]. Surface roughness can also be used to evaluate light scattering values using Elson formalism [21]. The calculated TIS values were 0.008%, 0.115%, 0.233%, 0.331% and 0.351% for the HR, HR + 4, HR + 10, HR + 14 and HR + 18 samples, respectively. Calculated values for the HR + 4 and HR + 18 samples are similar to the measurement results, but for HR and HR + 10 samples they differ several times. The differences can be attributed to the measurement errors of AFM and spectrophotometer, since surface roughness RMS and spectral reflectivity values are both used in calculating TIS. Also, Elson formalism considers scattering measuements with the beam diameter of >400 µm, which is several times smaller than used in this experiment. The results of laser induced damage probabilities are plotted in

L. Grineviciute, et al.

The results of laser induced damage probabilities are plotted in Fig. 8 of all the experimental high reflectivity coatings. Standard mirror, namely HR, produced using IBS technology, exhibits optical resistance of 20 J/cm², when the first damage initiation occurs. Coating the HR sample by 4 layers of sculptured silica results in increase of the optical resistance to 35 J/cm². Further increasing the number of silica layers reduces the threshold value to 10 J/cm², 15 J/cm² and 10 J/cm² for the HR + 10, HR + 14 and HR + 18 samples, respectively. Electron beam evaporation is known to produce particular defects during the deposition process [22]. Increasing number of layers raises the possibility of coating process related defect density to increase, which has a high influence on laser damage initiation at low levels of light intensity [23]. Additionally, since two separate thin film coating machines were used, additional exposure to the environment may affected the defect density at the interface between the sputtered coatings and the layers deposited by GLAD method. All mentioned factors are associated with technology-induced defects. Since the purpose of this research is to investigate the main principle and its effect to coating properties by combining both deposition technologes, laser damage threshold was additionally observed at the damage probability level of 50%, which corresponds to more intrinsic nature of coating threshold value comparing to defect based nature [10]. The threshold value of HR experimental sample increased after reevaluation to 30 J/cm² (see Fig. 8a) when probability of the damage above 50% level is considered. The optical resistance of sculptured silica coated mirrors gradually raises by increasing the number of SiO2 layers. The threshold values HR + 4, HR + 10, HR + 14 and HR + 18 samples are 40 J/cm², 55 J/cm², 70 J/cm² and 90 J/cm², respectively (see Fig. 8).

Optics and Laser Technology 129 (2020) 106292

All results of investigation are presented in the following table for readers convenience: (see Table 2)

5



Optics and Laser Technology 129 (2020) 106292



Fig. 8. Laser damage probability measurements and determined LIDT values.

Table 2 Main results of investigation

Sample	Reflectivity	RMS	$\text{LIDT}_{0\%}$	LIDT50%	TIS
HR	99.00%	0.25 nm	20 J/cm ²	30 J/cm ²	0.048%
HR + 4	99.95%	0.96 nm	35 J/cm ²	40 J/cm ²	0.088%
HR + 10	99.41%	1.37 nm	10 J/cm ²	55 J/cm ²	0.105%
HR + 14	99.52%	1.63 nm	15 J/cm ²	70 J/cm ²	-
HR + 18	99.43%	1.68 nm	10 J/cm ²	90 J/cm ²	0.285%



Fig. 9. The relation between the enhancement of LIDT value comparing to HR sample and electric field reducement at IBS and GLAD coatings interface ($K_{reducement}$).

5. Discussion

The results, presented above, indicate a new approach for drastical improvement in high refectivity optics. Two concepts have been merged to produce spectrally stable high reflectivity mirrors with low optical losses and high laser damage threshold. The presented investigation can be used to increase the optical resistivity for basically any high reflectivity optics. Presented optical resistivity results were obtained by extracting the LIDT values for more than 50% damage probability. For further improvement of such coatings, the deposition plant must be built, which contains both: sputtering and GLAD systems in one chamber. Such machine would eliminate the sample replacement factor and secondary washing procedure. Defects, which are induced during the evaporation or sputtering process, can also be reduced using plasma etching or other defect-planarisation techniques [24]. Also, the porosity of GLAD thin films makes the coating succeptable to defects, which are present in ambient air (dusts, organic particles etc.). A technological procedure should be used for sample transfer from orating plant and laser systems, capable of isolating the coating from air. Also, several ex-situ procedures should be explored more in near future: laser conditioning [25], thermal treatment [26] etc. For further development of high reflectance optics, electric-field optimisation of combined technologies should also be researched.

The reduction of laser energy at the interface of silica and alumina thin films allows to increase the coatings overall optical resistance. Correlation between the reduction of electric field intensity at aluminasilica interface and the increase of LIDT value comparing to HR sample is presented in Fig. 9. The dependency is linear and the slope coefficient is equal to 0.2, which means that the electric field must be reduced 5 times to double the LIDT value. Presented correlation allows to predict the LIDT value of the combined coating using only the optical resistivity of the base mirror. The concept is showed for UV mirrors, but can be applied for other coatings by simply changing the optical thicknesses of individual silica layers.

6. Conclusions

Classical mirrors of high and low refractive indexes (alumina and silica, respectively) have been produced by IBS technology and coated with silica thin films of high and low porosity. A new concept of increasing the optical resistivity was provided and proven by LIDT measurements. Standard high reflectivity coating withstood the laser fluence at 355 nm wavelength of 30 J/cm². Covering the aforementioned mirror by 4, 10, 14 and 18 sculptured silica layers increased the

6

intrinsic threshold value to 1.33, 1.83, 2.33 and 3.00 times, respectively. Additionally, the reflectivity values at the wavelength of 355 nm were also improved by nearly 0.5% for all the silica coated samples. A linear relation was also found between the enhancement of LIDT value comparing to HR sample and field reducement at IBS and GLAD coatings interface. Empirical formula was determined:

$$LIDT_{Coating} = 0.96 + 0.2 \times K_{reducement}$$
, (1)

which can be used to evaluate optical resistivity of high reflectivity mirror with modified electric field.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

CRediT authorship contribution statement

Lina Grineviciute: Methodology, Writing - review & editing, Validation, Investigation, Rytis Buzelis: Validation, Writing - review & editing. Lina Mažulė: Validation, Investigation. Andrius Melninkaitis: Conceptualization, Writing - review & editing. Simonas Kičas: Validation, Writing - review & editing. Tomas Tolenis: Conceptualization, Investigation, Resources, Writing - original draft, Writing - review & editing, Supervision, Project administration.

References

- P. Maker, R. Terhune, C. Savage, Optical third harmonic generation, Third International Symposium on, Quantum Electron. (1964) 1559–1576.
 K.R. Manes, M.L. Spaeth, J.J. Adams, M.W. Bowers, J.D. Bude, C.W. Carr, A.D. Conder, D.A. Cross, S.G. Demos, J.M.G.D. Nicola, S.N. Dixit, E. Feigenbaum, R.G. Finucane, G.M. Cuss, M.A. Henesian, J. Honig, D.H. Kalantar, R.G. Finucane, G.M. Guss, M.A. Henessian, J. Honig, D.H. Kalantar, L.M. Kegelmeyer, Z.M. Lion, B.J. MacGowan, M.J. Matthews, K.P. McCandless, N.C. Mehta, P.E. Miller, R.A. Negres, M.A. Norton, M.C. Nostrand, C.D. Orth, R.A. Sacks, M.J. Shaw, L.R. Siegel, C.J. Stolz, T.I. Suratvala, J.B. Trenholme, P.J. Wegner, P.K. Whitman, C.C. Widmayer, S.T. Yang, Damage mechanisms avoided or managed for nif large optics, Fusion Sci. Technol. 69 (1) (2016) 146–249, https://doi.org/10.13182/STF15139.
 J. Ehrardt, J.M. Chaput, LMJ project status, J. Phys: Conf. Ser. 112 (3) (2008) 022005.
- 122005
- [4] Extreme light, Nat Mater 15 (1) (2016) 1–1. URL https://doi.org/10.1038/ nmat4533. [5]
- marayssa. T.I. Suratwala, P.E. Miller, J.D. Bude, W.A. Steele, N. Shen, M.V. Monticelli, M.D. Feit, T.A. Laurence, M.A. Norton, C.W. Carr, L.L. Wong, Hf-based etching processes for improving laser damage resistance of fused silica optical surfaces, J. Am. Ceram. Soc. 94 (2) (2011) 416-428, https://doi.org/10.1111/j.1551-2916 04111
- [6] L.O. Jense, M. Mende, H. Blaschke, D. Ristau, D. Nguyen, L. Emmert, W. Rudolph
- [6] L.O. Jense, M. Mendel, H. Basachne, D. Kuskati, D. Aguyehi, L. Emmerti, W. Rudolphi, Investigations on sio2/Afr20 instituters for nanosecond and fermiosecond publes, 7842 (2010). https://doi.org/10.1117/12.867238.
 [7] B. Manguet, L. Gallais, M. Commandré, M. Mende, L. Jensen, H. Ehlers, M. Jupé, D. Ristau, A. Melninkalitis, J. Mirauskas, V. Sirutkalitis, S. Kičas, T. Tolenis, R. Drazdys, Fernitoscond laser damage realistance of oxide and mixture oxide op-tical coatings, Opt. Lett. 37 (9) (2012) 1478–1480, https://doi.org/10.1364/01.37. 001478 (BL. http://ol.soc.g/abstruct.cfm/IRL el =0.579-1478.
- [8] M. Jupé, M. Lappschies, I. Jensen, K. Starke, D. Ristau, A. Melninkaitis, V. Sirutkaitis, I. Cravetchi, W. Rudolph, Mixed oxide coatings for advanced fs-laser applications, Proc.SPIE 6720 (2007) 6720-6720-3. https://doi.org/10.1117/12.

753730.

- [9] M. Juné, M. Lappschies, L. Jensen, K. Starke, D. Ristau, Laser-induced damage in al index layers and rugate filters, 6403 (2007). https://doi.org/10.1117/12. 696130.
- [10] M. Mende, L.O. Jensen, H. Ehlers, W. Riggers, H. Blaschke, D. Ristau, Laser-induced damage of pure and mixture material high reflectors for 355nm and 1064nm wa-velength (2011). https://doi.org/10.1117/12.897049.
- Vetengin (2011). https://doi.org/10.111//12.89/049.
 C. Carniglia, T. Hart, M. Staggs, Effect of Overcoats on 355-nm Reflectors, in: H. Bennett, A. Guenther, D. Milam, B. Newnam (Eds.), Laser Induced Damage in Optical Materials: 1984, ASTM International, West Conshohocken, Pennsylvania, USA 1986 pp. 285-285-6
- (12) T. Tolenis, L. Grinevičitič, R. Buzelis, L. Smalakys, E. Pupka, S. Melnikas, A. Selskis, R. Drazdys, A. Melninkaitis, Sculptured anti-reflection coatings for high power la-sers, Opt. Mater. Express 7 (4) (2017) 1249–1258, https://doi.org/10.1364/OME.7. 001249 URL http:// ing.org/ome/abstract.cfm?URI=ome-7-4 ublish
- [13] L. Mažulė, et al., A system for measuring surface roughness by total integ cattering, J. Phys. D: Appl. Phys. 44 (50) (2011) 505103.
- [14] Laser-related equipment. test methods for laser-induced damage threshold., Standard ISO 21254:2011, International Organization for Standardization, 2011.
- [15] D.L. Voronov, P. Gawlitza, R. Cambie, S. Dhuey, E.M. Gullikson, T. Warwick, S. Braun, V.V. Yashchuk, H.A. Padmore, Conformal growth of mo/si multilayers on grating substrates using collimated ion beam sputtering, J. Appl. Phys. 111 (9)
- (2012) 093521, https://doi.org/10.1063/1.4710985.
 F.V. Grigoriev, V.B. Sulimov, A.V. Tikhonravov, Glancing angle deposition of optical coatings: results of the full-atomistic simulation, J. Phys. Conf. Ser. 1092 (1)
- that coalings results of the full-adomatic simulation, J. Flys. Com. Set. 1092 (1) (2018) 012046 URL http://stacks.iop.org/1742-6596/1092/i=1/a=012046.
 O. Stenzel, S. Wilbrandt, S. Du, C. Franke, N. Kaiser, A. Tünnermann, M. Mende, H. Ehlers, M. Held, Optical properties of uv-transparent aluminum oxide/ aluin minim fluoride mixture films, prepared by plama-ion assisted evaporation and ion beam sputtering, Opt. Mater. Express 4 (8) (2014) 1696–1707, https://doi.org/10. 1364/OME.4.001696 URL http://www.osapublishing.org/ome/abstract.cfm? URI = ome-4-8-1696
- [18] R.J. Martín-Palma, C.G. Pantano, A. Lakhtakia, Replication of fly eyes by the con-formal-evaporated-film-by-rotation technique, Nanotechnology 19 (35) (2008) 355704 URL http://stacks.iop.org/0957-4484/19/i=35/a=355704.
- 333/04 OKL http://statks.top.org/09074469/19/1-33/a=333/04.
 T. Tolenis, L. Grinevičittė, L. Smalakys, M. Ščiuka, R. Drazdys, L. Mažulė, R. Buzelis, A. Melninkaitis, Next generation highly resistant mirrors featuring all-silica layers, Sci. Rep. 7 (1) (2017) 1–9, https://doi.org/10.1038/s41598-017-[19]
- [20] A. Melninkaitis, et al., Characterization of zirconia- and niobia-silica mixtur
- [20] I. antenna and the second length, and roughness cross-correlation properties, Appl. Opt. 22 (20) (1983) 3207-3219.
- [22] R. Chow, S. Falabella, G.E. Loomis, F. Rainer, C.J. Stolz, M.R. Kozlowski, Reactive evaporation of low-defect density hafnia, Appl. Opt. 32 (28) (1993) 5567–5574, https://doi.org/10.1364/AO.32.005567 URL http://ao.o ct.cfm?URI= 20 EE4
- [23] C.J. Stolz, S. Hafeman, T.V. Pistor, Light intensification modeling of coating in clusions irradiated at 351 and 1053 nm, Appl. Opt. 47 (13) (2008) C162-C166. https://doi.org/10.1364/A0.47.00C162 URL http://ao.osa.org/abstract.cfm
 URI = ao-47-13-C162.
 [24] C.J. Stolz, J.E. Wolfe, J.J. Adams, M.G. Menor, N.E. Teslich, P.B. Mirkarimi,
- Gol, Jon, J. Wong, S. Huans, H. M. Mohr, M. L. Teard, F.J. Hinkama, J. J. A. Folta, R. Souli, C.S. Menoni, D. Patel, High laser-resistant multilayer mirrors by nodular defect planarization, Appl. Opt. 53 (4) (2014) A291–A296.
 N. Bartels, P. Allenspacher, W. Riede, Laser conditioning of UV anti-reflective op-
- [25] N. Bartes, P. Anareski, P. Marteski, W. Retec, Laser Condutioning of UV anti-relateduce op-tical coatings for applications in aerospace, in: C.W. Carr, G.D. Exarhos, V.E. Gruzdev, D. Ristau, M. Solleau (Eds.), Laser-Induced Damage in Optical Materials 2018: 50th Anniversary Conference, vol. 10085, International Society for Optics and Photonics, SPIE, 2018, pp. 205–213. https://doi.org/10.1117/12.2326782. (26) S. Kičas, U. Gimževskis, S. Mehnikas, Post deposition annealing of ibs mixture coatings for compensation of film induced stress, Opt. Mater. Express 6 (7) (2016) 2026; 2024. https://doi.org/10.1107/J.0266.00078.11BL https://doi.org/10.1117/12.236782.
- 2236-2243, https://doi.org/10.1364/OME.6.002236 URL http://www sapublishing.org/ome/abstract.cfm?URI = ome-6-7-2236

P2

NEXT GENERATION HIGHLY RESISTANT MIRRORS FEATURING ALL-SILICA LAYERS

T. Tolenis, L. Grinevičiūtė, L. Smalakys, M. Ščiuka, R. Drazdys,
 L. Mažulė, R. Buzelis ir A. Melninkaitis

Scientific Reports 7, 10898 (2017)

Reprinted with permission Journal Scientific Reports

www.nature.com/scientificreports

SCIENTIFIC REPORTS

OPEN

Next generation highly resistant mirrors featuring all-silica layers

Tomas Tolenis¹, Lina Grinevičiūtė¹, Linas Smalakys^{2,3}, Mindaugas Ščiuka³, Ramutis Drazdys¹, Lina Mažulė², Rytis Buzelis¹ & Andrius Melninkaitis^{2,3}

Received: 19 May 2017 Accepted: 22 August 2017 Published on ing: 07 September 2017

A principal possibility to overcome fundamental (intrinsic) limit of pure optical materials laser light resistance is investigated by designing artificial materials with desired optical properties. We explore the suitability of high band-gap ultra-low refractive index material (ness than 1.38 at 550 nm) in the context of highly reflective coatings with enhanced optical resistance. The new generation allsilica (porous/nonporous) SiO, thin film mirror with 99% reflectivity was prepared by glancing angle deposition (GLAD). Its damage performance was directly compared with state of the art hafnia/silica coating produced by Ion-Beam-Sputtering. Laser-Induced Damage Thresholds (LIDT) of both coatings were measured in nanosecond regime at 355 nm wavelength. Novel approach indicates the potential for coating to withstand laser fluence of at least 65 J/cm² without reaching intrinsic threshold value. Reported concept can be expanded to virtually any design thus opening a new way of next generation thin film production well suited for high power laser applications.

Laser-induced damage (LID) phenomena is a principal limitation preventing achieval of higher optical power in almost every modern laser facility. Soon after the discovery of lasers LID was observed in transparent dielectric material¹. The problem of optical damage rippeld throughout the years inspiring novel concepts of optics fabrication as well as ways to characterize so-called Laser-Induced Damage Threshold (LIDT) parameter¹. Nowadays LID still remains a primary reason why modern high power lasers are exceeding sizes of the table top and are rather comparable with football stadium; further increase of optical average- and peaks. Power is now only possible by the expansion of laser beam sizes and the combination of multiple laser beams into one focal point. Accordingly, expensive large size (meter scale) critical laser elements are needed in such laser facilities as National Ignition Facility¹. JMI⁴ or ELI⁶. Thus, any improvement in laser components ability to withstand more intense light could lead to either higher optical power to to smaller cost effective high power laser solutions that could deliver high power to real world applications.

deliver high power to real world applications. LIDT has been studied extensively over many decades^{6,7}. Quite early it was understood that most of the optical components are always damaged at the fluence, much less than the intrinsic - bulk LIDT of the optical material. Various production defects have been identified as damage precursors that trigger the extrinsic LID at low fluence. Such defects can originate in any production steps: starting from material synthesis and surface preparation⁶ or later introduced by deposition technology⁹. Defects cause either strong electric field intensity⁴⁰ enhancement and/or additional absorptivity, which results in the enhanced optical energy deposition in the vicinity of defects and initiates LID. In recent years significant progress was achieved in surface defect minimization: special techniques of glass polishing¹¹, post fabrication etching techniques¹² as well as advanced thin film deposition^{14,14} methods were developed. Aside from the defect minimization, efforts to improve intrinsic LIDT in optical coatings are also explored. First of all, an exhaustive search of natural materials with highest intrinsic damage resistance was done. Two types of correlations were found in the case of dielectric interference coatings and namely, LIDT is directly proportional to the bandgap of the constituting layers¹⁴ in order to achieve better LIDT resistance by tuning material composition towards higher band-gap values. Additional tailoring of electric field¹⁰ distribution inside the multilayer coating stack can be also applied by changing the thicknesses of substituing layers. It is possible to maintain appropriate spectral performance by shifting maximum peaks of the electric interferactive index²¹. After such optimization, shifted peaks are typically located in more resistant low refractive index (high bandgap) layers, so optimization, shifted peaks are typically located in more resistant low refractive index (high bandgap) layers, so this str

¹State Research Institute Center for Physical Sciences and Technology, Savanorių ave. 231, LT-02300, Vilnius, Lithuania. ²Vilnius University, Laser Research Center, Saulėtekio ave. 10, LT-10223, Vilnius, Lithuania. ³Lidaris UAB, Šv. Stepono st. 27C-24, LT-01312, Vilnius, Lithuania. Correspondence and requests for materials should be addressed to T.T. (email: tomas.tolenis@Atmc.t)

SCIENTIFIC REPORTS | 7: 10898 | DOI:10.1038/s41598-017-11275-0

e.g. SiO₂ thus increasing overall LIDT of the component. Once defect minimization, electric field optimization, and natural material choice limits will be exhausted, fundamental - intrinsic laser damage resistance limit will be reached. Next and only one yet known possibility to push materials resistance limit further is designing and applireached. Next and only one yet known possibility to push materials resistance limit turther is designing and appli-cation of artificial materials with ultra-low refractive index (in less than 1.38 at 550 nm). A similar approach was recently demonstrated for single layer anti-reflection coatings by etching the substrates and forming porous thin film²³ with L1D threshold close to the same of pure glass³⁴. The formation of all-silica multilayer anti-reflection coating has been recently reported³⁵. In both cases, the effort is taken to reduce refractive index and laser radia-tion intensity at the weakes! link of the multilayer coating. Although the concept of reflecting coatings consisting of porous-nonporous layers was already

demonstrated²⁶, their potential has not yet been explored in the context of laser damage. The objective of this research was to determine whether such coating design in combination of the low refrac-

tive index - high bandgap material has a potential that could lead to conceptually novel route how laser com-ponents for high power facilities are engineered. For our case study, we chose SiO₂ as a popular high bandgap ponents for ingip power racinities are engineered. For our case sources only as a popular ingip indigap material in order to produce high reflection Bragg mirror for UUY region. The porosity modulation was achieved via GLancing Angle Deposition method (GLAD) by varying angle of incidence of incoming vapor particles with respect to the substrate surface normal. Optical and structural properties of the produced experimental mirror are characterized and directly compared with a similar multilayer coating, produced by state of the art Ion Beam Sputtering (IBS) technology and consisting of classical HfO2 and SiO2 layer design.

Production of the samples

Six types of experimental samples were deposited in total. In order to characterize refractive indexes of evap-orated materials, four single layers were fabricated on fused silica (FS) substrates using both IBS and e-beam evaporation technologies. Afterward, two high reflectivity mirrors were formed as an investigation subjects of this work.

Great care was taken for preparation of FS substrates before the start of the evaporation process. Firstly, sub-strates were mechanically cleaned with cotton swabs and alcohol. Then ultrasonic cleaning in an aqueous surstates weter intellinating usering of the output occurs aways and according the mean measure treatment in this agreed sector search factant with alkaline cleaning obtionin was used. Finally, the substrates were rinsed twice in distilled warm water and dried with IR radiation. Identical substrates were used for all deposition processes. Dense HfO3, and SiO3, single leaver films of 600 un physical thickness were sputtered using Cutting Edge

Coatings (Gormany) IBS coating plant. Oxide materials were synthesized in a vacuum chamber (10^{-4} mbar) by sputtering Hf and Si metal targets and injecting O₂ flow at 8 sccm (standard cubic centimeters per minute) and 50 sccm rates for Hf and Si materials, respectively. Films thickness were controlled by the broadband optical mon-itoring, which constantly measures the transmission of the deposited layer, fits the theoretical model and cuts the deposition process when necessary thickness is coated. The sputtering rates during the process were maintained at 0.6 Å/s and 1.2 Å/s for HfO₂ and SiO₂ materials, respectively.

All-silic thin films of modulated porosity were deposited using Sidrabe (Latvia) e-beam evaporation plant, equipped with electron beam source and two stepper motors system (see Fig. 1). The substrates were placed in substrate holder rotating around its axis. The second rotation axis was used to control the angle between vapor source and the substrate normal. Two single-layers of 500 nm physical thickness were deposited by evaporating SiO₂ material and changing only the angle of deposition at 0° and 70° accordingly. The deposition rate maintained at 3 Å/s for both angles while the thickness of each film was controlled by quartz crystal monitor, placed near the substrates. For every deposition angle, the substrate holder was rotated around its axis at the speed of 0.5 revolu-tions per second to maintain the constant thickness distribution over the glasses as well as suppress birefringence well known for sculptured thin films

As the second step, two multilayer coatings were designed to reflect 99.5% of the incident light at 355 nm wavelength and 0° angle of incidence. Quarter wave optical thickness layers were used as building blocks to form multilayers. The design of 22 layers was used to form high reflection mirror of dense HfO₂ (H–high index) and SiO₂ (L–low index) materials. The thicknesses were 42 nm and 59 nm for high and low refractive index thin films, respectively. The double quarter optical thickness of low refractive index material (2L), namely silica, was used as the last layer in the design for better resistance to laser radiation²⁸. The total designed physical thickness of multithe using of in the design to better resistance to user radiation - The total designed physical trustry low refractive index layer was 1172m. In the case of dense (H) and porous (L) silica reflector, featuring relatively low refractive index contrast, 50 layers were required in total to achieve a theoretical reflectivity of 99%. The thicknesses of high and low refractive index thin films were 61 nm and 72 nm, respectively. The coating would suffer from mechanically weak porous film on top when using the same optical design of last 2L layer for all silica mirror, thus, triple quarter (3H) optical thickness of dense silica was used as the last layer to maintain reflectivity and better mechanical resistance of the mirror. The total designed physical thickness of all-silica multilayer was 3442 nm. The modeled distributions of the electric field in both mirror samples are presented in Fig. 2. Distributions of electric field intensity are standard for the quarter-based mirror design. However, the penetration depth is very different. The Intensity are standard to the quarter-based infinite design. However, the perturbation depin is very untereffer. The decrease of intensity by 50% within the coating is reached after light passes approximately through 2 and 5 layers in IBS355 and GLAD355 samples, respectively. First experimental mirror, named IBS355, was fabricated using ion-beam sputtering technology. HfO₂ and SiO₂ layers were deposited using aforementioned process conditions as for single layers. For complete oxidation

after the sputtering process, multilayer coating was annealed in the atmosphere for 2 hours at 300 °C. Sample IBS355 was considered as a standard high reflection mirror, resistant to laser radiation.

100509 was considered as a standard might fenctional mitrol, resistant to date it addard to the second experimental mitror, named GLAD355, was fabricated by the GLAD method. Only SiO₂ material was evaporated using e-beam. Aforementioned formation process for porous and dense SiO₂ material was used to form an experimental ample of 50 layers. No heating of the chamber was used during or after the process.



www.nature.com/scientificreports/





Figure 2. E-field distributions in multilayer high reflection samples, modelled by (a) dense HfO₂ and SiO₂ materials, and (b) porous and dense SiO₂ materials. Blue and red dashed lines represent dense HfO₂ and SiO₂ materials, respectively, produced by IBS process. Blue and red solid lines represent porous and dense SiO₂, respectively, produced by GLAD process.

Results

The main results of investigation are presented in the following table:

Main results of investigation				
Sample	Reflectivity	Light scattering (TIS)	Surface roughness	Intrinsic LIDT
IBS355	99.5%	0.072%	0.5 nm	32 J/cm ²
GLAD355	98.6%	0.72%	2.58 nm	>65 J/cm ²

The complete analysis of defined characteristics are discussed in the next sections.

Optical characterization. Dispersions of single layer thin film refraction indexes are presented in Fig. 3. HfO₂ deposited by IBS is considered as the reference high refractive index layer material in standard quarter-stack based high reflectivity mirror. It is known for its high resistivity to laser irradiation³⁹. The refractive index of hafnia at the wavelength of 355 nm is 2.1. SiO₂ was an obvious choice for low refractive index material since its refractive index is 1.51 at the same wavelength for IBS technology. In the case of GLAD, different refractive indexes of silica single-layers were evaluated for two evaporation angles. The dense SiO₂ thin film, with a refractive index of 1.47, has been evaporated at $\chi_v = 0^\circ$ angle. The refractive index is lower than in silica thin film,



Figure 3. Refractive index dispersions of FS substrate and thin films produced by IBS and GLAD methods.



Figure 4. (a) Reflection and (b) transmission measurements of high reflection mirror samples IBS355 and GLAD355

produced by IBS technology. Denser coatings are fabricated using sputtering process compared to evaporation technique, because of more energetic nature of vapor stream¹⁰. The porous SiO₂ thin film, with a refractive index of 1.23, has been evaporated at $\chi_c = 70^\circ$ angle. The porosity was induced by self-shadowing effect¹¹. Constant rotation around an axis of the substrate enabled to form circular cross-section columns with no distinct increase in radius. No birefringence has been detected in the porous thin film by measuring optical response at normal light incidence angle. Thin films with refractive indexes close air index can be fabricated when deposition angle approaches 90⁶⁷. The GLAD355 samples were produced by evaporating only SiO₂ material at 0° and 70°. The difference between sputtered HO₂ and SiO₂ indexes (0.59) but sufficient for formation of Bragg mirror. For the incidence angle of 8°, experimental light reflection spectra of multi-layer mirrors IBS355 and GLAD355 are presented in Fig. 4. Observing reflection spectra, it is evident that reflection bandwidth of IBS355 sample is used to an in BS355, therefore the reflection band with of sputtered HO₂ and SiO₂ therefore the reflection band with of sputtered interase 10.400° frequence is 100° fractive indexes in GLAD355 sample is an evaporated GLAD mirror is more than twice narrower. The width of sputtered is 74 mm when evaporated GLAD mirror is more than twice narrower and covers 28 mm of reflection. Also, the reflection peak for GLAD355 sample is 30% for GLAD355 sample is a 0.3% for GLAD355 and BS355 and BS355 sample is a 0.3% of reflective) bestroff. The ell-since mirror at 90% of approximately 0.3% for GLAD355 and BS355 and BS355 sample is a 0.3% soft of LAD355 and BS355 sample is a 0.3% soft of LAD355 and BS355 and BS355 and PS355 sample is a 0.3% soft of LAD355 and BS355 sample is a 0.3% soft of LAD355 and BS355 sample is a 0.3% soft of LAD355 and BS355 sample is a 0.3% soft of LAD355 and BS355 sample is a 0.3% soft of LAD355 a

optical losses of approximately 0.5% for the all-silica mirror was registered. Since silica has a low absorption in both UV and VIS spectral regions, optical scattering was considered as a candidate of optical losses.

Scattering measurements. Light scattering maps are presented in Fig. 5. The median estimated values of TIS (Total Integrated Scattering) were 0.72% and 0.072% for GLAD355 and IRS355 samples, respectively, GLAD mirror exhibited ten times larger scattering values than the mirror, produced by sputtering technology. Localized scattering spikes are visible in both maps. Surface roughness and/or structural volumetric inhomogeneities are scattering spikes are vision in bour maps, surface rouginess and/or structural volumetric immonogeneities are common factors in Rayleigh scattering. Sources of scattering in IBS355 coating appear due to substrate scratches left either from polishing or manual cleaning while dotted spikes most likely are generated by nodular defects. It is worth mentioning, itah most of the laser damage testing was performed in defect-free low scattering area. The significantly higher quantity of defects also of larger size can be seen as scattering spikes for the GLAD355 sample. Surface imperfections, bulk scattering in porous layers as well as nodular defects are assumed sources of scattering losses. Additional microscopic analyses (surface roughness and apparent defect density measurements) were executed to verify those assumptions as significant scattering losses in high reflection all-silica mirror is a considerable disadvantage which must be addressed in the future research.

SCIENTIFIC REPORTS | 7: 10898 | DOI:10.1038/s41598-017-11275-0

www.nature.com/scientificreports/



Figure 5. The maps of total integrated scattering losses for (a) IBS355 and (b) GLAD355 samples.

AFM measurements. AFM measurements indicate, that the RMS (root mean square) value of substrate surface roughness was 0.4 nm (see Fig. 6). The roughness of IBS355 and IGAD355 coatings we 0.5 nm and 2.5 nm, respectively. Ion beam sputtering technology is known for its ability to coat the substrates conformally due to highly energetic vapor particles¹⁷. And indeed smooth surface was obtained in the case of the sputtering process. The surface roughness of evaporated Slo₂ thin film on smooth glass can reach 1.4 nm³⁷. Relatively high surface roughness was measured for GLAD355, thus confirming the fact that material deposition at a glancing angle can increase the surface roughness even tenfold¹⁴. Significant optical losses for the GLAD355 sample are consistent with surface roughness even tenfold¹⁴. Significant optical losses for the GLAD355 sample are consistent with surface roughness even tenfold¹⁴. Significant optical losses for the GLAD355 sample are consistent with surface roughness. The substrate. Surface roughness can be used as a good predictor of light scattering when using¹⁶ formalism. Estimated light scattering values of 0.7% and 0.03% were obtained for GLAD355 and IBS355 mirrors, respectively, which is in agreement with TIS measurements. Therefore, large surface roughness can be considered as the main source of optical losses for multilayer mirrors, produced by the GLAD method. The origins of such surface irregularities can be explained by columnar nature of inner layer morphology of the coating. TIS maps also indicate the presence of possible large structural defects which are further investigated in detail by SEM and Optical microscopies.

SEM measurements. SEM analysis, conducted to study GLAD355 mirror's cross-section and inner structure, is shown in Fig. 7. The distinct layers are apparent inside multilayer coating structure indicating changes from porous to dense states. The porous structure consists of nano-colummar morphology known for sculptured thin films when vapor stream approaches substrate at a glancing angle while it is rotated around an axis normal to the surface⁸⁴. As it is seen from Fig. 7, dense layers conformally coat columnar structure, thus, possibly repeat their surface irregularities and cause light scattering.

Laser damage resistance and optical microscopy. The results of laser damage resistance testing are plotted in Fig. 8 for both mirrors. X-shaped points represent the number of laser pulses required to trigger catastrophic failure events on unexposed sties with given laser fluence. Circles indicate censored "no damage" events after maximal exposure with 1000 laser pulses. In the case of single shot irradiation (1-on-1 testing mode) no damage event was detected with maximal available laser fluence of 651/cm² for GLAD355 sample, while $1671/cm^3$ was measured for the conventional IB3355 mirror. In the case of multi-shot irradiation (100-on-1 testing mode) both samples showed quite low extrapolated LIDTs: 6.0 and 4.6/fcm² for IBS355 and GLAD355 mirrors respectively. Both 1-on-1 and S-on-1 LIDT values of reference hafmina-silica IBS sample correlate well with the data from scientific literature: $(5-12)/cm^2)^{57.38}$ and $(5-10)/cm^2)^{57}$, respectively, obtained under similar irradiation conditions.

As can be seen from microscopic damage morphology pictures in Fig. 9 initiation of damage always starts at localized extrinsic defect site. In most of the cases, damage occurred when laser illuminated the nodular defect with a fluence exceeding the local threshold. In the case of IBS355 mirrors 6J/cm² vas sufficient to initiate first localized damage pinpoints that most likely can be attributed to embedded metallic hafnium nano-clusters¹⁰.

Densities of apparent nodular defects were estimated prior to LIDT testing: 15 defect/mm² and 55 defect/mm² for the IBS355 and GLAD355 samples, respectively. It is highly probable that the same defects also significantly contribute to optical scattering losses. Damage probability results corresponding to 1000-on-1th laser pulse class are extracted into separate graphs

Damage probability results corresponding to 1000-on-1th laser pulse class are extracted into separate graphs (Fig. 10). A sudden increase in probability is observed for the IBS355 sample between 6/1/cm² and 32/1/cm². At 100% damage probability is reached at a fluence level of 32/1/cm² and is very likely a good indicator of a fundamental limitation of hafnia silica matrix representing LDT without defects. nevertheless it is worth mentioning that an intrinsic LIDT could be also underestimated because of dependence on spot size and defect density. The intrinsic resistance of conventional multilayer coating is limited by the layers with lowest intrinsic LIDT²². In case of IBS355 sample every H layer is formed out of low band gap material HfO₂ (5.5 eV⁴⁰) while dense SiO₂ with higher band-gap was used as H material for GLAD355 coating. The latter has considerably higher intrinsic laser resistance than hafnia⁴¹. And indeed, in the case of all-silca mirror laser damage probability looks very different regardless of laser fluence as shown in Fig. 10b). As indicated by analysis of microscopy images, density

www.nature.com/scientificreports/



Figure 6. AFM images of (a) bare FS substrate, (b) IBS355 sample and (c) GLAD355 sample.



Figure 7. Cross sectional SEM image of GLAD355 sample.



Figure 8. The results of laser damage resistance testing for (a) IBS355 and (b) GLAD355 experimental samples.

to be dominated by defect induced failure mechanism. In damage morphology craters localized precursors can be seen (they are first initiated at 8 J/cm²). Surprisingly, highest damage probabilities (except one outlier of 40% observed at 14 J/cm²) do not exceed 20% even for fluence as high as 65 J/cm², (the highest available fluence of the measurement system) thus indicating outstanding potential intrinsic LIDT value.

Discussion

A classical paradigm of how thin films for high power lasers are designed and produced is reconsidered by collecting all the previous knowledge from recent experimental findings. Accordingly, a principal possibility to overcome intrinsic laser damage resistance, limited by dense high refractive index metal-oxide materials, was investigated for optical interference coatings. A novel approach was proposed: instead of using classical dense HL layers, alternating porous ultra-low refractive index- and dense low index material layers were deposited out of the high band-gap single

SCIENTIFIC REPORTS | 7: 10898 | DOI:10.1038/s41598-017-11275-0



Figure 9. (a) DIC microscopy (10x) image representing typical damage morphologies for IBS355 (a) GLAD355 (b) coatings. A 200 µm dashed circle represents irradiated spot size of Gaussian laser beam.



Figure 10. Probabilities of laser damage versus peak fluence level in 1000-on-1 regime for (a) IBS355 and (b) GLAD355 experimental samples.

material source. A new generation all-silica mirror was successfully realized by using so-called glancing angle deposi-tion method in combination with electron beam evaporation. Although the designed reflectivity (99.5%) of the all-silica mirror was not yet achieved due to significant scattering losses (0.728%) and high surface roughness (2.5 nm, RMS), the novel approach demonstrates high potential for intrinsic laser damage resistance. The damage performance of all-silica nove approach demonstrates high potential for intrinsic laser damage resistance. The damage performance of all-silica mirror was directly compared with state of the art hafnia-silica coating produced by Ion-Beam-Sputtering. The damage resistance of both coatings was tested (1000-on-1 protocol) in nanosecond regime at 355 nm wavelength and showed similar performance limited by extrinsic defect precursors. Nevertheless, all silica coating exhibited only 20% damage probability at 651/cm³ thus confirming the potential superiority of proposed approach. The observed differences between the intrinsic and the extrinsic LIDT's in all-silica coatings can be better understood by exploring electric-field enhancement due to so called nodular defects of deposition process. Light

can be intensified by factor as high as 24X and tends to increase with inclusion diameter. Irradian also has a significant effect on light intensification within the defect and the multilayer¹⁰. Removal of such nodules by using significant effect on light intensification within the defect and the multilayer". Removal of such nodules by using advanced deposition methods^{1,14} would help to mitigate losses in the all-silica-mirrors as the observed intrinsic damage resistance was demonstrated to be very high. High intrinsic LIDTs thus also confirm that proposed prin-ciple of tailored porosity in combination high bandgap deposition materials could lead to an entirely new class of highly resistant coatings for very demanding high power laser applications. Although further research efforts are needed to minimize scattering losses and nodular defects, we believe that remoted correct to an box menduous with those howen designs of domiring this film contings through using a neuron

reported concept can be reproduced with other known designs of classical thin film coatings thus opening a new way of next generation optics well suited for high-power laser applications.

Methods of characterization

Methods of characterization Spectrophotometric transmission measurements were performed with spectrophotometer RTPhoton (Belarus). Transmission spectra of single-layers were analyzed in the low absorptance spectral region with commercial software "Optilayer". Refractive indexes and thickness were modeled using Sellmeier equation and simulating Frend reflection and transmission spectra of substrate-layer optical system. Extracted refractive indexes were further used in designing high reflection mirrors and determining the thickness of constituent layers. "Optilayer" software was also used to evaluate electric field intensity distribution within high reflectivity multilayer coatings. Mapping of Total Integrated Scattering (TIS) losses was performed at the wavelength of 355 nm by virtually dividing 1-inch aperture into the grid of 16031 hexagon matrix cells. Beam diameter (1/e²) in target plane was used to investigate every cell of the grid and set to 174 µm while spatial resolution of the measurement was limited by the cell size parameter, which is the distance (d = 100 µm) between centroids of neighboring cells. TIS meas-urement system is described in more detail by *Mažulė et al.*⁴².

The additional silicon substrate was placed in evaporation chamber for analysis of the films nanostructure by scanning electron microscope (SEM). After the coating process, samples were fractured and deposited with 20 nm of C1 layer by magnetron sputtering to avoid charging effect. The morphology of the samples was charac-terized using SEM workstation Helios Nanolab 650 (USA). The imaging of nanostructure was carried out under an accelerating voltage of 3 kV.

The surface roughness of the multilayer coatings was measured using atomic force microscope Dimension Edge of Bruker. Measurements were performed in tapping mode and in ambient conditions. Root mean square Lage of brack, reasonance in the period neural in approprime and a manufactor momentum shown mean square values of the surface roughness were determined by analyzing two $20 \times 20 \, \mu m^3$ surface areas with a scan resolution of 512 pixels of both mirror coatings and the uncoated substrate. The automated in-house built LIDT test bench, based on a single longitudinal mode injection seeded Nd:YAG laser system from EKSPLA (Lithuania), was used for laser damage resistance testing. Laser delivers linearly polar-

ized pulses with full-width half-maximum (FWHM) of 8 ns at 1064 nm wavelength and is equipped with two nonlinear crystals, which generate pulses of 4.8 ns (FWHM) at 355 nm wavelength. Fluence is adjusted with a motorized attenuator, consisting of a half-wave plate and a polarizer. Laser pulse energy is monitored by a cal-ibrated photodiode. Spatial beam profile is characterized before the measurement by a charge coupled device (CCD camera). The lateral pixel resolution of the CCD camera is 3.75μ m. A methanical shutter is employed in order to pick out laser burst from a pulse train with 100 Hz repetition frequency.

The laser-induced damage probability testing is performed at 0 degrees angle of incidence following standard Interact-induced uamage probability testing is performed as objected surgeres angee on incluence romowing signature 1000-on-11SO 21254-2 test procedure². The surface of each sample is virtually divided into a matrix of sites to be tested with no overlap. Maximum of 1000 laser pulses are applied to each site at fluences of interest. A constant number of sites are irradiated at certain onset laser fluence. After the exposition, every site is inspected by differe ential interference contrast (Nomarski) microscopy and recorded as damaged or non-damaged. Then, damaged probability is calculated as a ratio between damaged and all exposed sites at particular fluence. Next, onset fluence is increased and the same number of fresh sites is irradiated again. Following this algorithm, the whole optics surface is exposed. More than 30 different fluence levels were used for testing of at least 10 fresh sites for each fluence level, resulting in about 430 total test sites for each sample. Uncertainty of measured peak fluence ($\pm 6\%$) is limited by variation of lasers effective beam diameter and pulse to pulse energy stability. Probability error bars are estimated by using Bayesian approach and considering binomial nature of laser damage testing experiments (either damaged of non-damaged) at given peak fluence⁴³. Both statistical and fluence error bars correspond to a confidence level of 95%. The damage threshold is estimated by maximum likelihood fitting algorithm of damage probability statistics versus applied fluence. LIDT evaluation procedure is described in reference⁴⁴. Finally, laser damage inspection, morphologies, and defects on the coating surfaces were observed with optical

microscope Olympus BX41. Images were captured with PixeLink camera increasing the view by 20 times with MPlanFL N objective. Average sefect density was analyzed by registering 10 images in dark field regime, inverting them and analyzing with ImageJ software.

References

- 1. Maker, P., Terhune, R. & Savage, C. Optical third harmonic generation. Third International Symposium on Quantum Electronics 1559–1576 (1964).

- Maker, P., Termine, K. & Savage, C., Optical time harmonic generation. *Imma international symposium on Quantum international* 1559–1570 (1964).
 Lasers and Jaser-Standarduzzion (2011).
 Lasers and Jaser-Standarduzzion (2011).
 Lasers and Jaser-Standarduzzion (2011).
 Proc. SPIE 3244, 356–356 (1998).
 Camp, D. W. et al. Substricts charage and polishing compound affect the 355-mi laser damage threshold of fused silica surfaces. *Proc. SPIE* 3244, 356–356 (1998).
 Ebrard, J. & Chapart, J. M. LMI project status. *Journal of Physics: Conference Series* 112, 032005 (2008).
 Extreme light. *Nat Mater* 15, 1–1, doi:10.1038/nma4533 (2016).
 Wood, R. M. Laser-induced damage of poirial materials. Series in optics and optoelectronics (Institute of Physics, Bristol, 2003).
 Ristan, D. Laser-induced damage in optical materials. Cerles in optics and optoelectronics (Institute of Physics, Bristol, 2003).
 Ristan, D. Laser-induced damage in optical materials. Cerles in optics and optoelectronics (Institute of Physics, Bristol, 2003).
 Ristan, D. Laser-induced damage in optical materials. Cerles in optics and optoelectronics (Institute of Physics, Bristol, 2003).
 Ristan, D. Laser-induced damage in optical materials. Cerles in optics and optoelectronics (Institute of Physics, Bristol, 2003).
 Ristan, D. Laser-induced damage in optical materials. Cerles in optics and optoelectronics (Institute of Physics, Bristol, 2003).
 Guenther, K. H. Nodular defects in dielectric multilayers and thick single layers. *Appl. Opt.* 40, 1034 (1981).
 Stolz, C. J., Fett, M. D. & Phatcor, T. V. Laser intensification by spherical inclusions embedded within multilayer coatings. *Appl. Opt.* 45, 1594–1601 (2006).
 Kordonsky, W. & Jacobs, S. Magnetorheological Finishing. International Journal of Modern Physics 10, 2837–2848 (1996).
- J. Staval, Fol. (2006).
 Kordonski, W. & Jacobs, S. Magnetorheological Finishing. International Journal of Modern Physics B 10, 2837–2848 (1996).
 Suratwala, T. I. *et al.* IHP-Based Etching Processes for Improving Laser Damage Resistance of Fused Silica Optical Surfaces. Journal of the American Cermit Society 94, 116–248 (2017).
 Stolz, C. J. *et al.* High laser-resistant multilayer mirrors by nodular defect planarization. Appl. Opt. 53, A291–A296 (2014).
 Malobabic, S. Jupé, M. & Sittau, D. Spatial separation effects in a guiding procedure in a modified ion-beam-sputtering process. Light: Science & Applications 5, e16044, doi:10.1036/ls.201644 (2015).
 Merro, M. Liu, J., Rudoph, W., Kistau, D. & Satta, K. Scaling Jaws of fentosecond laser pulse induced breakdown in oxide films.

- Phys. Rev. B 71, 115109 (2005).
- Phys. Rev. B 71, 115109 (2005).
 Ido (2005).
 Ido Mangote, B et al. Ferntoscond laser damage resistance of oxide and mixture oxide optical coatings. Opt. Lett. 37, 1478–1480 (2012).
 Ipe, M., Lappschies, M., Jensen, L., Starke, K. & Ristau, D. Improvement in laser irradiation resistance of fs- dielectric optics using silica mixture. Proc. SPIE 4003, 460413. 46013. 11 (2006).
 Meinhakitis, A. et al. Characterization of zirconia-- and niobia--silica mixture coatings produced by ion-beam sputtering. Appl. Opt. 50, C188–C196 (2011).
 Apfel, J. H. Electric fields in multilayers at oblique incidence. Appl. Opt. 15, 2339–2343 (1976).
 Apfel, J. H. Detical coating design with reduced electric field intensity. Appl. Opt. 16, 1880–1885 (1977).
 Apfel, J. H. Detical coating design with reduced electric field intensity. Appl. Opt. 16, 1880–1885 (1977).
 Apfel, J. H. Detical coating design with reduced catecrace optical coating. Proc. SPIE 4200, 62007-62007.
 Aptenside and morphology of high reflectance optical coating design. Spr. 62007, E200, 620007-62007-82007.
 Apron, O. & Baumeister, P. Electric field distribution and the reduction of laser damage in multilayers. Appl. Opt. 19, 1853–1855 (1980).

- (1980) 23. Hobbs (1990).
 23. Hobbs, D.S. & MacLeod, B. D. High laser damage threshold surface relief micro-structures for anti-reflection applications. Proc. SPIE 6720, 672001–872001–10 (2007).
 24. Nole, J. Nove introversure with high laser-induced-damage thresholds. SPIE Newsroom (2008).
- 25. Tolenis, T. et al. Sculptured anti-reflection coatings for high power lasers. Opt. Mat. Express (2017)

SCIENTIFIC REPORTS | 7: 10898 | DOI:10.1038/s41598-017-11275-0

Robbie, K., Hnatiw, A. J. P., Brett, M. J., MacDonald, R. I. & McMullin, J. N. Inhomogeneous thin film optical filters fabricated using glancing angle deposition. *Electronics Letters* 33, 1213–1214 (1997).
 Hodgkinson, I. & Wu, Q. H. Serial bideposition of anisotropic thin films with enhanced linear birefringence. *Appl. Opt.* 38, 3621–3625 (1999).

- Carniglia, C., Hart, T. & Staggs, M. Effect of Overcoats on 355-nm Reflectors. In: H. Bennett, A. Guenther, D. Milam, B. Newnam (eds). Laser Induced Damage in Optical Materials: 1984 (pp. 285–285–6. ASTM International, West Conshohocken, Pennsylvania, USA 1986)
- Molassi Markan, 1980.
 Stokz, C.J. Boulder damage symposium annual thin-film laser damage competition. Optical Engineering 51, 121818–121818 (2012).
 Martin, P. Ion-based methods for optical thin film deposition. Journal of Materials Science 21, 1–25 (1986).
 Marting, H. & Lodder, C. Taloring growth and local composition by Obligue-incidence deposition: a review and new experimential data. Materials Science and Engineering: R: Reports 11, 295–354 (1994).
 Xi, L. Q. et al. Optical thin-film materials with low refractive index for broadband dimination of Fresnel reflection. Nature Photonics 20, Xi, J. Q. et al. Optical thin-film materials with low refractive index for broadband dimination of Fresnel reflection. Nature Photomics 20, Xi, L. Q. et al. Optical thin-film refractive index for broadband dimination of Fresnel reflection. Nature Photomics 20, Xi, L. Q. et al. Optical thin-film refractive index for broadband dimination of Fresnel reflection. Nature Photomics 20, Xi, L. P. et al. Optical thin-film refractive index for broadband dimination of Fresnel reflection. Nature Photomics 20, Xi, L. Q. et al. Optical thin-film refractive index for broadband dimination of Fresnel reflection. Nature Photomics 20, Xi, L. Q. et al. Optical thin-film refractive index for broadband dimination of Fresnel reflection. Nature Photomics 20, Xi, L. Q. et al. Optical thin-film refractive index for broadband dimination of Fresnel reflection. Nature Photomics 20, Xi, L. Q. et al. (Particible in the Photomics 20, Yi, Q. et al. (Particible in the Photomics 20, Yi, Q. et al. (Particible in the Photomics 20, Yi, Q. et al. (Particible in the Photomics 20, Yi, Q. et al. (Particible in the Photomics 20, Yi, Q. et al. (Particible in the Photomics 20, Yi, Q. et al. (Particible in the Photomics 20, Yi, Q. et al. (Particible in the Photomics 20, Yi, Q. et al. (Particible in the Photomics 20, Yi, Q. et al. (Particible in the Photomics 20, Yi, Q. et al. (Particible in the Photomics 20,
- 1, 176-179 (2007).

- ToF-179 (2007).
 Amizzada, M. R., Tatzel, A., Viereck, V. & Hillmer, H. Surface roughness analysis of SiO₂ for PECVD, PVD and IBD on different substrates. *Applied Nanoscience* **6**, 215–222 (2016).
 Backholm, M., Foss, M. & Nordlund, K. Roughness of glancing angle deposited itianium thin films: an experimental and computational study. *Nanotchinology* **23**, 385708 (2012).
 Elson, J. M., Rahn, J. P. & Bennett, J. M. Relationship of the total integrated scattering from multilayer-coated optics to angle of incidence. polarization, correlation length, and roughness cross-correlation properties. *Appl. Opt.* **22**, 3207–3219 (1983).
 Vick, D., Sm. T. & Bentt, M. J. Corowth behavior of exported porcous thin films, Journal of *Material Research* **17**, 2904–2911 (2020).
 Mende, M. *et al.* Lasser-induced damage of pure and mixture material high reflectors for 355 nm and 1064 nm wavelength. *Proc. SPIE* **8168**, 81682–1168221–11 (2011). 8168, 816821-816821-11 (2011).

- Briton, J. Y., Galais, L., Akbouayri, H. & Amra, C. Laser-induced damage of materials in bulk, thin-film, and liquid forms. *Appl. Opt.* **41**, 316–3166 (2002).
 Natoli, J. Y., Galais, L., Akbouayri, H. & Amra, C. Laser-induced damage of materials in bulk, thin-film, and liquid forms. *Appl. Opt.* **41**, 316–3166 (2002).
 Papernov, S. & Schmid, A. W. Localized absorption effects during 351 nm, pulsed laser irradiation of dielectric multilayer thin films. *Journal of Phyloid Physics* **82**, 5422–5432 (1997).
 Martinez, F. L. *et al.* Optical properties and structure of HO₂ thin films grown by high pressure reactive sputtering. *Journal of Physics* **10**, 256 (2007).
 Guddleff, C. *et al.* Oxide mixtures for uv coatings. *Proc. SPIE* **8530**, 853007–853007–9 (2012).
 Maduleff, C. *et al.* Oxide mixtures for uv coating. *Proc. SPIE* **8530**, 853007–853007–9 (2012).
 Matile, *et al.* A system for measuring surface roughness by total integrated scattering. *Journal of Physics D. Applied Physics D. Applied Physics D. Applied Physics D.* **47**, 10164 (2007).
 Matile, *et al.* A system for masuring surface roughness by total integrated scattering. *Journal of Physics D. Applied Physics D.* **47**, 11164 (2007).
 Matule, *et al.* A system for malaxyli. J. W. & Commandré, M. Accurate metrology for laser damage measurements in nonlinear crystals. *Optical Engineering* **47**, 085003–76, doi:10.1117/1.2963490 (2008).
 Batavičnick, G., Grigas, P., Ranakylas, L. & Methinkitis, K. Revision of laser-induced damage threshold evaluation from damage probability data. *Review of Scientific Instruments* **84**, 045108 (2013).

Acknowledgements

Authors are grateful to Dr. Algirdas Selskis from State research institute Center for Physical Sciences and Technology for SEM measurements.

Author Contributions

Andrius Melninkaitis has formulated the concept of all-silica interference coating and initiated this research. Tomas Tolenis and Lina Grinevičiuté have prepared experimental mirror samples by GLAD method, performed spectrophotometric and AFM measurements. Ramutis Drazdys has prepared experimental mirror samples by IBS. Mindaugas Šciuka, Linas Smalakys and Andrius Melninkaitis have conducted LIDT experiments and data analysis. Rytis Buzelis has performed microscopic investigations of defect density. Lina Mazule have performed optical scattering measurements. Tomas Tolenis and Andrius Melninkaitis also organized the study and prepared the manuscript. All authors commented on the manuscript.

Additional Information

Competing Interests: The authors declare that they have no competing interests.

Publisher's note: Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations

Open Access This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons license, and indicate if changes were made. The images or other third party material in this article are included in the article's Creative Commons license, unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons license and your intended use is not per-mitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this license, visit http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/.

© The Author(s) 2017

Ρ3

A SYSTEM FOR MEASURING SURFACE ROUGHNESS BY TOTAL INTEGRATED SCATTERING

L. Mažulė, S. Liukaityte, R. C. Eckardt, A. Melninkaitis, O. Balachninaitė, V. Sirutkaitis

JOURNAL OF PHYSICS D-APPLIED PHYSICS, IOP PUBLISHING LTD, 44, (2011)

https://doi.org/10.1088/0022-3727/44/50/505103

P4

CHARACTERIZATION OF ZIRCONIA- AND NIOBIA- ILICA MIXTURE COATINGS PRODUCED BY ION-BEAM SPUTTERING

A. Melninkaitis, T. Tolenis, L. Mažulė, J. Mirauskas, V. Sirutkaitis, B. Mangote, X. Fu, M. Zerrad, L. Gallais, M. Commandre, S. Kičas, R. Drazdys

APPLIED OPTICS, OPTICAL SOC AMER, **50**, C188-C196, (2011)

https://doi.org/10.1364/AO.50.00C188

Vilniaus universiteto leidykla Saulėtekio al. 9, III rūmai, LT-10222 Vilnius El. p. info@leidykla.vu.lt, www.leidykla.vu.lt Tiražas 20 egz.