

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования «Национальный
исследовательский технологический университет «МИСиС»**

На правах рукописи

ПУШКИН ДМИТРИЙ БОРИСОВИЧ

**РАЗРАБОТКА ОСНОВ ТЕХНОЛОГИИ НАНЕСЕНИЯ
ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПЛЁНОК МЕТОДОМ ИОННО-
ЛУЧЕВОГО РАСПЫЛЕНИЯ МИШЕНЕЙ В СРЕДЕ
КИСЛОРОДНОЙ ВЧ
ПЛАЗМЫ ДЛЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ БЛИЖНЕГО ИК
ДИАПАЗОНА**

**2.2.3 Технология и оборудование для производства материалов и
приборов электронной техники**

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

**Научный руководитель:
к.т.н., Сергиенко Андрей Алексеевич**

Москва, 2024

Содержание

Введение	10
1 Обоснование выбора метода высокочастотного ионно-лучевого распыления мишеней	16
1.1 Метод нанесения термическим испарением	16
1.2 Метод нанесения электронно-лучевым испарением с ионным ассистированием	21
1.3 Метод магнетронного распыления мишеней	24
1.4 Метод высокочастотного ионно-лучевого распыления мишеней	26
2 Исследование энергетических характеристик источника окисления и источника распыления	30
2.1 Методика исследования вольт-амперных характеристик ионного источника и эффективности генерации ионного тока	31
2.2 Методика измерения распределения плотности ионного тока в пучке и энергетических параметров ионного потока	33
2.3 Анализ ионной энергии компоненты ионов в первичном пучке, поступающем на распыляемую мишень	39
2.4 Зондовые измерения ионно-энергетических характеристик источника ионов индуктивно-связанной плазмы кислорода	43
2.5 Оценка условий взаимодействия ионного пучка с распыляемой мишенью	45
3 Применение компьютерного моделирования в технологии оптических покрытий	56
3.1 Перспективность компьютерного моделирования при проектировании конструкции оптических покрытий	56
3.2 Исследование оптических постоянных плёнкообразующих материалов для нанесения оптических покрытий с помощью компьютерного моделирования	57

3.3 Результаты моделирования и их обсуждение	61
4 Измерение поглощения в тонких плёнках	66
4.1 Анализ существующих методов измерения поглощения в оптических покрытиях	66
4.2 Алгоритм методики измерения поглощения в тонких плёнках фототермическим методом	67
4.3 Схема стенда для определения поглощения в тонких пленках	70
4.4 Результаты измерения поглощения тонких пленок	72
5 Люминесцентная дефектоскопия тонкопленочных покрытий	75
5.1 Достоинства люминесцентного метода анализа дефектов	77
5.2 Особенности люминесцентного анализа дефектов в тонких плёнках по сравнению с анализом дефектов в объёмных материалах	78
5.3 Люминесцентный анализ дефектов в тонких слоях Ta_2O_5 и SiO_2	80
6 Создание и применение основ технологии нанесения диэлектрических пленок методом ионно-лучевого распыления мишеней в среде кислородной ВЧ плазмы для зеркал ближнего ИК диапазона на примере диэлектрического зеркала	95
6.1 Моделирование конструкции покрытия с учётом поглощения в монослоях используемых материалов	96
6.2 Ключевые аспекты процесса нанесения оптического покрытия с заданными свойствами	99
6.3 Измерение оптических характеристик покрытия	103
6.3.1 Определение потерь в зеркалах с высоким коэффициентом отражения методом измерения времени затухания сигнала в оптическом резонаторе	103
6.3.2 Определение коэффициента поглощения методом Шака-Гартмана	106
6.4 Исследование методом рентгеновской рефлектометрии состава плёнок диэлектрических зеркал	114

6.5 Сравнение полученных результатов с достижениями передовых технологий	117
Выводы	123
Список использованных источников	125

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность

Оптические покрытия с малыми потерями используются в различных областях науки и техники, включая лазерные технологии, прецизионную оптику, спутниковую связь, медицину и т.д. Наиболее слабые места лазерных систем - это фильтры, зеркала и просветляющие покрытия оптических элементов. Эти компоненты могут быть повреждены или окончательно разрушены, если воздействие лазера превышает их предел прочности. Дополнительно, любые элементы, расположенные рядом с мощными лазерными системами, могут быстро пострадать или разрушиться из-за высокой температуры, возникающей от лазерного излучения. Поэтому мощные лазеры должны оснащаться специализированными оптическими покрытиями и системами мониторинга, чтобы снизить риск повреждений и уничтожения своих частей. Интерференционные диэлектрические покрытия являются наиболее уязвимой составляющей таких систем. Это связано с множеством факторов, оказывающих влияние на характеристики оптических покрытий, необходимых для данных применений. Проблема разрушения тонких диэлектрических пленок под воздействием лазерного излучения остается актуальной и до конца не решенной в настоящее время. В последнее время в связи с появлением новых лазерных систем и мощных источников накачки на основе лазерных диодов стали изготавливать зеркала, в которых требуются высокие коэффициенты отражения и/или пропускания на одной или нескольких длинах волн и при различных углах падения излучения. С развитием мощных лазерных источников постоянного тока возникла острая потребность в надежной транспортной оптике. Промышленное применение включает сварку, сверление, резку и маркировку материалов. Также, важнейшей сферой использования диэлектрических зеркал для инфракрасного диапазона является аддитивное производство, где в последние годы бурно развивается селективная лазерная плавка – одно из основных направлений технологии аддитивного производства металлических

изделий. Направление предполагает использование мощного лазерного излучения для плавления порошка металла и, как следствие, высокие требования для элементов оптической схемы.

Наконец, существует большой интерес к подобным покрытиям для применения в секторе направленной энергетики.

Степень проработанности темы диссертации

Несмотря на актуальность задачи получения высокодобротных оптических элементов с малыми потерями и совершенствования существующих приборов и устройств на их основе, проблема считается до конца не решённой. Одной из причин такого положения дел можно считать некоторую разрозненность научных публикаций по данной тематике и технологические ограничения, с которыми сталкиваются научные коллективы в Российской Федерации и в меньшей степени в мире. Недостаточное совершенство имеющихся технологий получения оптических покрытий для различных задач, тормозит развитие многих сфер промышленности в части усовершенствования оборудования и применения принципиально новых подходов к развитию промышленности. В связи со всем вышеперечисленным в работе поставлены следующие цель и задачи:

Цель работы

Разработать основы технологии нанесения диэлектрических плёнок методом ионно-лучевого распыления мишеней в среде кислородной ВЧ-плазмы для оптических покрытий ближнего ИК-диапазона. Технология должна быть унифицирована для производства любого типа оптических элементов, в частности: поляризаторы, просветляющие покрытия, коротковолновые и длинноволновые фильтры, зеркала на одну и несколько длин волн.

В соответствии с поставленной целью решались следующие задачи:

- анализ научной литературы, посвященной изучению свойств оптических покрытий, а также методов получения покрытий с высокой оптической эффективностью;

- исследование результатов применения различных методов нанесения тонких пленок на их оптические свойства;
- изучение влияния коэффициента экстинкции материалов на общее поглощение в оптических покрытиях различного типа;
- изучение влияния ионного пучка с энергией более 150 эВ, а также ионов с низкой энергией на характеристики монослоёв и финальных изделий.

Научная новизна работы

Впервые предложена и реализована люминесцентная дефектоскопия тонкопленочных покрытий, которая позволила установить корреляцию между размерами поглощающих (рассеивающих) дефектов и толщиной слоёв, что позволило повысить качественные характеристики выпускаемых изделий, в частности, пропускание, отражение, заграждение на требуемых длинах волн.

Изучено влияние ионов с энергией 150 - 300 эВ на характеристики наносимых материалов и финальных изделий. Рассмотрено влияние ионов с высокой энергией на коэффициент зеркального отражения и поглощение в диэлектрических зеркалах и оптических фильтрах с высоким значением крутизны фронта пропускания.

Изучено взаимодействие ионного пучка с распыляемой мишенью и определена зависимость индикатрисы распыления материалов от диаметра бомбардирующего пучка ионов. Для минимизации влияния энергии ионов на структуру получаемых пленок было предложено проводить напыление в среде атомарного кислорода с низкой энергией ионов (не более 50 эВ) посредством использования источника ионов без ускоряющего потенциала, работающего по принципу индуктивно-связанной плазмы в высокочастотном разряде.

Теоретическая значимость

Теоретические модели позволяют оценить и предсказать оптические свойства покрытий на основе различных показателей, таких как толщина, плотность, структура и т.д. Такие модели могут использоваться для оптимизации

параметров процессов нанесения покрытий и получения максимально высокой отражательной способности.

Исследовано поглощение в монослоях и определен коэффициент экстинкции, позволивший оценить коэффициент отражения свыше 99,99 %. Проведена корреляция с коэффициентом, полученным с использованием математического моделирования до фактического проведения технологического процесса нанесения оптического покрытия.

Результаты экспериментов по определению взаимодействия ионов источника асцитирования (окисления) с поверхностью твердого тела подтверждают, что максимум энергетического распределения ионов приходится на диапазон энергий от 150 эВ до 300 эВ, что превышает энергию, необходимую для распыления большинства материалов, применяемых в производстве оптических покрытий.

Практическая значимость работы

Разработаны и опробованы основы метода получения оптических поверхностей в условиях высокочастотной плазмы и в среде атомарного кислорода с высокой оптической эффективностью для изготовления зеркал со сверхвысоким отражением: выше, чем 99,99 % (High-Reflectivity Mirrors, HR Mirrors), в диапазоне длин волн от 700 нм до 1400 нм.

Разработана конструкция и изготовлено покрытие оптического фильтра с высоким значением крутизны коротковолнового фронта пропускания k_p со значением $k_p \leq 1,003$ и малыми потерями на поглощение (менее 100 ppm) на длине волны заграждения. Показана возможность изготовления такого фильтра.

Полученные зеркала с общими потерями менее 100 ppm и коэффициентом зеркального отражения выше 99,99 % и фильтры с крутизной коротковолнового фронта пропускания близкой к вертикальной, являются ключевыми компонентами во многих оптических устройствах, таких как лазеры, интерферометры, системы освещения, резонаторы, телескопы и т.д.

Благодаря своим высоким отражательным/заграждающим свойствам, изготовленные оптические элементы позволяют уменьшить потери света до значений 10^{-5} и повысить скорость передачи информации с орбиты Земли на наземные станции лазерной связи до более, чем 2 терабайт за один проход.

Разработаны и опробованы основы метода получения оптических поверхностей в условиях: среда высокочастотной плазмы атомарного кислорода с энергией ионов от 10 эВ до 50эВ, остаточное давление $2 \cdot 10^{-5}$ Па (рабочее давление $2 \cdot 10^{-2}$ Па), поток кислорода 30 см³/мин.

Разработанные основы метода получения оптических поверхностей в условиях высокочастотной плазмы и в среде атомарного кислорода позволяют уменьшить время проведения технологического процесса на 20 % при повышении производительности на 30 % и увеличении отражательных характеристик до значений 99,99 %.

Основные научные положения, выносимые на защиту

На основе результатов измерения общего поглощения материалов в монослоях, результатов моделирования оптического покрытия, установления с применением люминесцентного анализа корреляции между дефектами роста в пленках и поглощением в оптическом покрытии можно получить:

- диэлектрическое зеркало, конструкция которого заключается в чередовании пар 15 пар слоёв тонких пленок Ta₂O₅/SiO₂ и одного слоя тонкой пленки Ta₂O₅ с общей физической толщиной 3,5 мкм, а для достижения наибольшего коэффициента зеркального отражения учитывается поглощение излучения в каждом из материалов;

- оптическое покрытие-фильтр с высоким значением крутизны коротковолнового фронта пропускания k_p ($k_p \leq 1,003$) и общими потерями порядка 100 ppm на длине волны заграждения.

Выбор материалов для изготавливаемых элементов сделан исходя из анализа литературных источников, проведённых экспериментов и математического моделирования оптических покрытий.

Апробация работы

Результаты работы были представлены и обсуждены на международных конференциях:

XXV Харитоновские тематические научные чтения «Современные лазерные технологии» в марте 2024 года с устным докладом;

Первая научно-техническая конференция Союзного Государства «Электронное машиностроение-2024» с устным докладом;

Также, результаты работы были представлены и обсуждены на заседаниях научно-технического совета АО «НИИ НПО «ЛУЧ»;

Реализована поисковая научно-исследовательские работа: «Изучение возможности создания активных элементов ZnSe: Cr_2^+ на основе тонких пленок». Создан охраняемый результат интеллектуальной деятельности в формате отчёта по НИОКР «Повышение лучевой прочности диэлектрических покрытий лазерных зеркал» (инв. № 8403);

Создан секрет производства “Эскизная конструкторская документация на экспериментальный стенд для измерения поглощения в тонких плёнках” (НОУ-ХАУ), которому присвоен номер КТ-109;

Оформлен акт о внедрении технологии нанесения оптических покрытий методом ВЧ ИЛР мишеней при изготовлении диэлектрических зеркал с высоким отражением для стенда по измерению потерь методом затухания сигнала в оптическом резонаторе.

Публикации

По материалам диссертации опубликовано 5 публикаций, в том числе 3 статьи в журналах, индексируемых в Scopus, WoS и 2 публикации в сборнике научных трудов XXV Харитоновских тематических научных чтений «Современные лазерные технологии».

Достоверность научных результатов

Представленные результаты в рамках диссертационной работы были получены с использованием современных методов исследований и испытаний с достаточно большим количеством проведенных экспериментов для получения достоверных данных, а также соответствием полученных результатов результатам других исследований. Более того, достоверность результатов подтверждается наличием публикаций в высокорейтинговых журналах и выступлениями на конференциях, а также актами внедрения в производство готовых изделий.

Личный вклад автора

В данной диссертации приведены результаты исследований, выполненных автором в ходе работы в лаборатории по нанесению оптических покрытий. Автор совместно с научной группой осуществил постановку целей и задач, разработал методы повышения коэффициента отражения и уменьшения потерь в оптических покрытиях для ближнего ИК-диапазона, внёс большой вклад в проведение испытаний по измерению сверхвысокого коэффициента отражения, измерению поглощения, достижению необходимых параметров технологического процесса по нанесению оптических покрытий для выполнения поставленных задач. А также провёл глубокий анализ и интерпретацию полученных результатов.

Структура и объем диссертации

Диссертация содержит 134 страницы, 63 рисунка, 8 таблиц, 10 формул. Список используемой литературы включает 101 источник.

Благодарности

Работа была выполнена под научным руководством к.т.н., А.А. Сергиенко, оказавшего большую помощь, в вопросах анализа, структурирования и обобщения результатов.

Неоценимый вклад при выполнении работы оказал начальник лаборатории нанесения оптических покрытий АО «НИИ НПО «ЛУЧ» В.Г. Жупанов.

Планирование экспериментальной работы и интерпретация полученных результатов происходила при его непосредственной поддержке.

Большую помощь при проведении экспериментальных работ оказали П.А. Конотопов, П.А. Новиков, к.т.н. А.С. Скрыбин, к.т.н. П.А. Цыганков.

Необходимо отметить большую помощь Н.В. Пестовского, к.х.н. Н.В. Потехиной, к.т.н. А.А. Мокрушина, Е.А. Леоновой при проведении материаловедческих исследований, анализе и обсуждении полученных результатов.

Большую помощь при оформлении данной работы оказала А.Е. Риттер.

Автор выражает всем искреннюю благодарность за помощь и участие в работе.

Введение

В настоящее время современные тенденции развития лазерной техники обуславливают крайнюю необходимость в совершенствовании методов создания оптических элементов транспорта и преобразования оптического излучения, среди которых важную роль играют зеркала, фильтры и просветляющие элементы на основе многослойных тонкоплёночных интерференционных диэлектрических покрытий [1, 2]. Одним из наиболее перспективных методов формирования покрытий является ионно-лучевое распыление IBS мишени, которое обеспечивает высокие значения плотности и однородности тонкой пленки, коэффициента отражения и лучевой прочности оптического покрытия. Как показано в [3], характерные значения порога лазерно-индуцированного повреждения (длина волны 1030 нм, время импульса 500 фс) в зеркалах на основе смешанной системы $\text{Sc}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$, сформированной с помощью IBS, составляют от 5 до 40 Дж/см² в зависимости от содержания скандия в оптическом покрытии. Здесь и далее граница разрушения, установленная по стандарту ГОСТ Р 58369-2019, определяется как максимальный уровень лазерного излучения, воздействующего на образец, при котором экстраполированная вероятность повреждения составляет ноль. Этот уровень лазерного воздействия может быть представлен в виде энергетической плотности, плотности мощности или линейной мощности. Повреждение, вызванное лазерным излучением, определяется как любое необратимое изменение на поверхности или в объеме образца, которое может быть обнаружено в процессе технического осмотра. Чувствительность метода определения повреждений должна соответствовать предполагаемому использованию образца. В непрерывном режиме повреждение обычно происходит из-за тепловых процессов в покрытии или подложке. Поэтому лучевая прочность в непрерывном режиме определяется максимальной мощностью или плотностью мощности излучения, которая не вызывает разрушения детали за время нагружения при заданном числе циклов нагрузки. В большинстве практических случаев лучевая прочность в непрерывном режиме

ограничивается допустимой температурой подложки. Имеется также значительный опыт и в исследованиях многослойных тонкопленочных покрытий на основе $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ и $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ [4, 5] из-за их высокой температуры плавления, а также низкого внутреннего поглощения. Рабочие длины волн таких покрытий лежат в области среднего УФ, видимого и ближнего ИК-диапазона. Для таких зеркал типичные значения лучевой прочности находятся на уровне от 20 до 32 Дж/см² [6]. Многослойные $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ покрытия на рабочую длину волны 1054 нм с низкими внутренними напряжениями применяются в отдельных элементах силовой оптики лазерной установки OMEGA [7].

Одним из возможных вариантов, который способен улучшить качество покрытия, является термический отжиг. Как показано в [8], тепловая обработка при значении температуры 600 °С снижала поглощение и рассеивание падающего на оптический элемент оптического излучения. Другим вариантом улучшения свойств многослойных структур является применение УФ-облучения оптических элементов [9]. Современные тенденции в области силовой оптики связаны с освоением непрерывной экспонируемой мощности лазеров до уровня сотен киловатт. В США в рамках проекта HELSI в 2023 г. планируется достичь мощности непрерывных лазерных систем на уровне 300 кВт, а к 2060 г. от нескольких до нескольких десятков мегаватт [10]. Немецкая компания Rheinmetall планировала в 2021 г. создать лазерную систему мощностью 100 кВт [11]. Создание настолько мощных лазерных установок, работающих в стационарном режиме, требует разработки иных и отличных от представленных выше подходов, связанных с повышением качества оптических элементов в процессе их формирования - напыления составляющих их тонких пленок. Эти исследования могут помочь достичь высоких значений коэффициента отражения/пропускания и снижения потерь в оптических покрытиях, т.к. в данном случае при осаждении каждого слоя рассматривается вопрос качества тонкой пленки с учетом отсутствия контакта с окружающим воздухом в процессе ее нанесения.

Для достижения высокого качества оптических покрытий необходимо обеспечить высокую адгезию между покрытием и подложкой при минимальном количестве дефектов. Для этого требуется получение тонких пленок с низкой пористостью. Одна из проблем заключается в том, что при лазерном излучении покрытие может сталкиваться с высокой термической нагрузкой ввиду диссипативных потерь внутри покрытия. Это может привести к теплоотводу в подложку и разрушению всего оптического элемента. Поэтому, важно обеспечить оптимальную комбинацию теплофизических и термомеханических характеристик покрытия и подложки. Для достижения высокого качества рекомендуется использовать полированный кремний или другой материал с высоким значением температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР). Эти материалы обладают хорошими оптическими свойствами, механической прочностью, хорошо поддаются полировке, что позволяет им справляться с высокими термическими нагрузками. Стоит отметить, что всё большую актуальность набирает совместное нанесение нескольких материалов с использованием микроволновой плазмы, это особенно востребовано для зеркальных оптических покрытий в детекторах гравитационных волн [12]

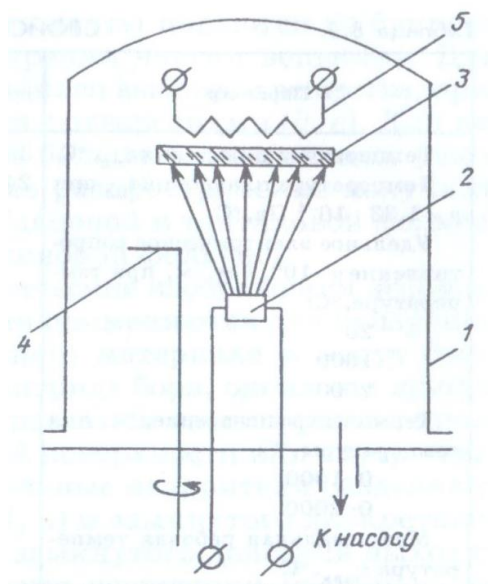
1 Обоснование выбора метода высокочастотного ионно-лучевого распыления мишеней

В настоящее время существует несколько основных методов по нанесению диэлектрических зеркал с высоким коэффициентом отражения:

- нанесение пленок термическим испарением в вакууме;
- электронно-лучевое испарение с ионным ассистированием (IAD);
- магнетронное распыление;
- радиочастотное ионно-лучевое распыление (RF IBS).

1.1 Метод нанесения термическим испарением

В мире современных технологий методы термического испарения занимают ведущие позиции в нанесении покрытий различного назначения. Они отличаются высокой эффективностью, возможностью точного контроля и автоматической стабилизации основных технологических параметров в процессе работы. Это обеспечивает высокую воспроизводимость структурных характеристик, состава, оптических и эксплуатационных свойств получаемых покрытий. Методы термического испарения позволяют создавать тонкие пленки из материалов самой разной природы и состава, обладающие широким диапазоном оптических свойств в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра [13]. Процесс нанесения пленок с использованием термического испарения в условиях вакуума осуществляется с помощью специализированных вакуумных установок. На рисунке 1 показана рабочая камера данной установки. Этот процесс состоит из трех ключевых этапов: первое — испарение материала, который будет служить пленкой; второе — перенос атомов этого материала к поверхности подложки; третье — их конденсация на данной поверхности [13].



1 – рабочая камера; 2 – испаритель; 3 – подложка; 4 – заслонка; 5 – нагреватель подложек

Рисунок 1 – Схема рабочей камеры вакуумной установки термического испарения

Нагрев испаряемого материала производится с помощью джоулева тепла, которое выделяется в проводниках при прохождении через них электрического тока или нагрева электронным пучком. При достаточном нагреве некоторые вещества плавятся, переходя затем в парообразное состояние, а некоторые переходят в парообразное состояние минуя жидкую фазу (сублимация). Молекулы материала, получив при нагреве энергию, достаточную для преодоления межмолекулярных связей, удаляются с его поверхности. При равном количестве испаряющихся и конденсирующихся молекул наступает состояние термодинамического равновесия. Равновесная плотность пара каждого материала и его давление p_s зависят от температуры. Температура материала, при которой давление насыщенного пара составляет $p_s = 1,33$ Па, называется условной температурой испарения $t_{\text{усл}}$. У материалов, для которых $t_{\text{усл}}$ ниже температуры плавления, наблюдается возгонка [13].

Скорость испарения Ω , характеризуется количеством материала, испаряющегося в единицу времени с 1 см^2 поверхности испаряемого материала

[13]. Зависит от давления пара p на поверхности материала и давления окружающего газа p_0 . Можно записать, что:

$$\Omega = C(p_s - p) / p_0, \quad (1)$$

где C – постоянная зависящая от природы материала;

p – давление пара;

p_s – давление насыщенного пара;

p_0 – давление окружающего газа.

Перенос пара к подложке возможен при отсутствии столкновений между молекулами материала и остаточного газа. Для этого длина свободного пробега молекул $\lambda_n = 0,66 / p_0$ должна превышать расстояние h от испарителя до подложки [13].

Пространственное распределение испаряемых молекул для большинства испарителей (проволока, лента и др.) отвечает закону Кнудсена, по которому интенсивность потока молекул F пропорциональна косинусу угла между направлением излучения и нормалью к поверхности φ , т.е. [13]:

$$F(\varphi) = \cos\varphi. \quad (2)$$

Для испарителей тигельного типа функция распределения определяется как:

$$F(\varphi) = \cos^n\varphi, \quad (3)$$

где n - экспериментальный параметр для каждого типа испарителей.

Схемы нескольких испарителей с джоулевым нагревом в виде проволоки (а), ленты (б) и лодочек из металлической фольги (в – ж) показаны на рисунке 2. Лодочки применяют для испарения широкого класса материалов (сульфидов, фторидов, металлов и др.) [14].

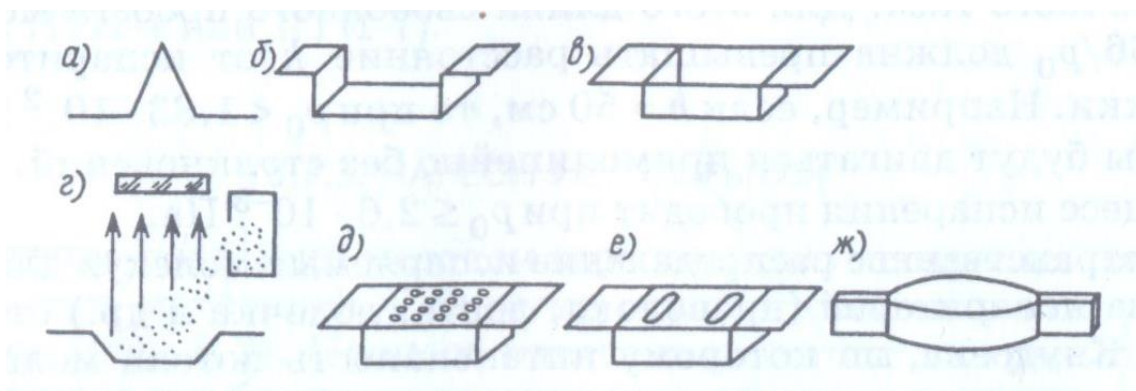


Рисунок 2 – Схемы резистивных испарителей из металлической фольги

Для испарения материалов, характеризующихся выбросом вещества, применяют лодочки, закрытые экранами, с отверстиями (д, е). Для испарения диэлектриков и металлов в больших количествах рекомендуются лодочки (ж). Наибольшее распространение получили испарители из вольфрамовой, молибденовой и танталовой фольги. Так же распространены испарители из платиновой фольги [13].

На рисунке 3 приведены схематические изображения нескольких испарителей тигельного типа. Они применяются для испарения больших количеств материала и могут быть изготовлены из металлов, графита, нитрида бора, оксидов и других тугоплавких материалов. Тигли нагреваются за счет раскаленной спирали, расположенной на наружной поверхности или внутри тигля (а). По конструкции тигельные испарители разделяются на тигли открытого типа (б) и замкнутого дискретного типа (в). Пар из тигля замкнутого действия выходит только при поднятом затворе во время осаждения материала на подложку, что приводит к существенному сокращению потерь испаряемого материала [13].

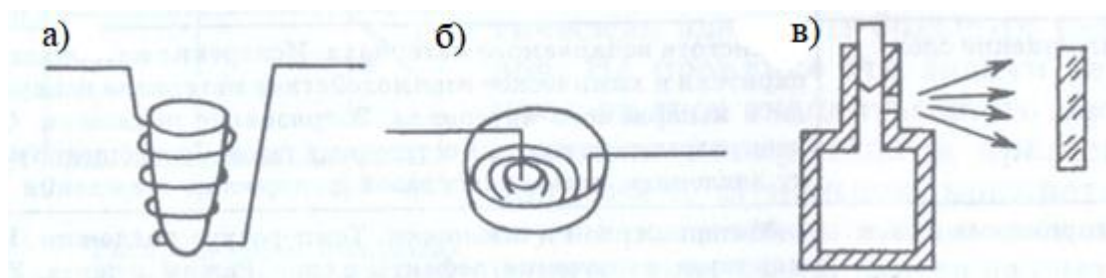


Рисунок 3 – Схемы испарителей тигельного типа [13]

В зависимости от условий осаждения одного и того же материала можно получать слои с различными структурами: аморфной, мелкозернистой (размер кристаллов менее 10 нм), крупнозернистой (размер кристаллов более 100 нм) и др. [13, 14].

Распределение конденсата паров испаряемого материала по поверхности подложки зависит от ее размеров и формы, типа и размера испарителя, взаимного расположения испарителя и подложки. Существенное значение имеют состояние поверхности подложки и распределение температуры [14]. На рисунке 4 показан испаритель кольцевой формы, приведены характеристики распределения конденсата d/d_0 (d_0 – толщина слоя в центре плоской подложки). На рисунке 5 показано распределение конденсата паров на поверхности подложки для кольцевого испарителя.

Кривые (1 – 6) соответствуют значениям s/h , равным 1,2; 1,0; 0,8; 0,7; 0,6 и 0,5 соответственно; кривая 7 относится к кольцевому испарителю с внутренними и внешними радиусами, равными $s_i = 0,7h$ и $s_o = 0,8h$. Наилучшая однородность покрытия по толщине ($d/d_0 = 1$) наблюдается для кольцевого испарителя радиусом $s = (0,7 - 0,8)h$ при расстоянии от испарителя до подложки $l = 0,5 h$ [13].

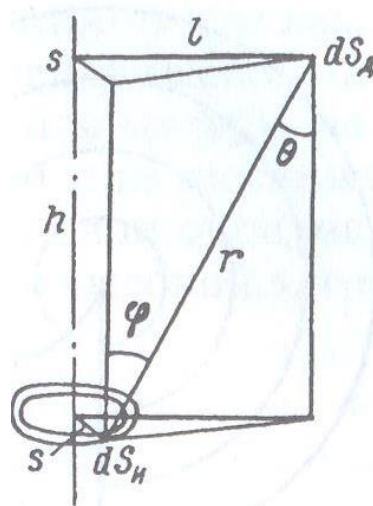


Рисунок 4 – Геометрия расположения подложки и испарителя кольцевой формы [13]

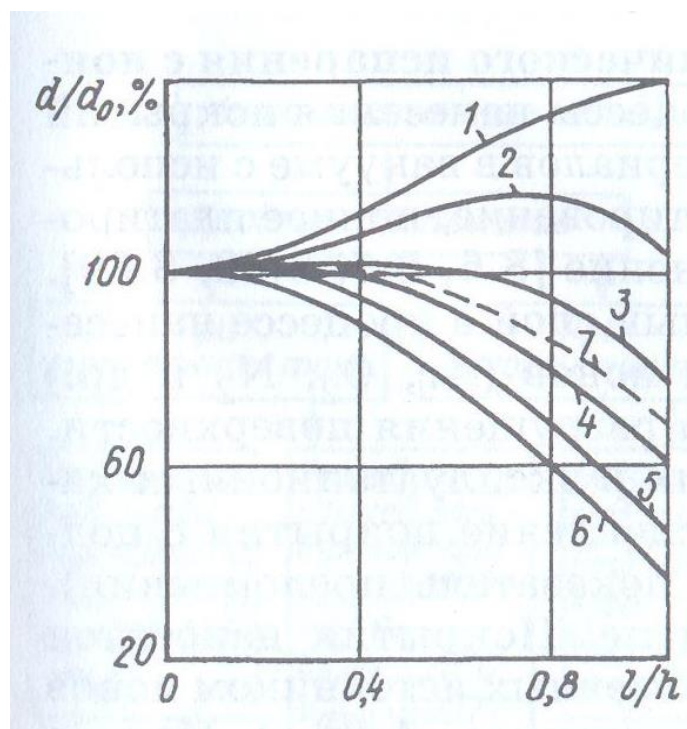


Рисунок 5 – Распределение конденсата паров на поверхности подложки для кольцевого испарителя [13]

Стоит отметить, что методы термического испарения особенно зарекомендовали себя при нанесении материалов для среднего и дальнего ИК диапазона, так как для данных спектральных областей требуются структуры, обладающие малыми сжимающими и растягивающими напряжениями ввиду их массивной толщины и слабой адгезии.

1.2 Метод нанесения электронно-лучевым испарением с ионным ассистированием

Метод электронно-лучевого напыления с ионным ассистированием (IAD) стал одним из наиболее перспективных и востребованных в области создания оксидных зеркал за последние два десятилетия. Благодаря его

совершенствованию и применению удалось достичь значительных успехов в создании высококачественных оптических покрытий. Сегодня именно этот метод позволяет производить оксидные зеркала с уникальными характеристиками, обладающими самыми высокими пороговыми значениями импульсной лучевой прочности в широком диапазоне длин волн - от ультрафиолетовой до инфракрасной области спектра. Это открывает новые возможности для создания высокопрочных оптических компонентов, способных выдерживать экстремальные условия работы и обеспечивать высокую эффективность процессов в различных областях науки и техники. Использование IAD метода в производстве оксидных зеркал демонстрирует значительный прогресс в области оптических технологий и открывает новые перспективы для развития современных оптических систем и устройств. Для процесса испарения тугоплавких металлов, диэлектриков и других материалов используются электронно-лучевые испарители. Эти устройства можно классифицировать на две категории: с фокусирующим электронным пучком и с кольцевым катодом. Наибольшее распространение получили испарители с фокусирующим пучком, где значительная доля энергии электронов трансформируется в тепловую, достигая температуры до 3000 °С. В этом случае энергия электронов сосредотачивается на поверхности испаряемого вещества, что значительно снижает взаимодействие между испаряемым материалом и испарителем, обеспечивая получение более чистых тонких пленок. Схема электронно-лучевого испарителя с фокусирующим пучком иллюстрирована на рисунке 6.

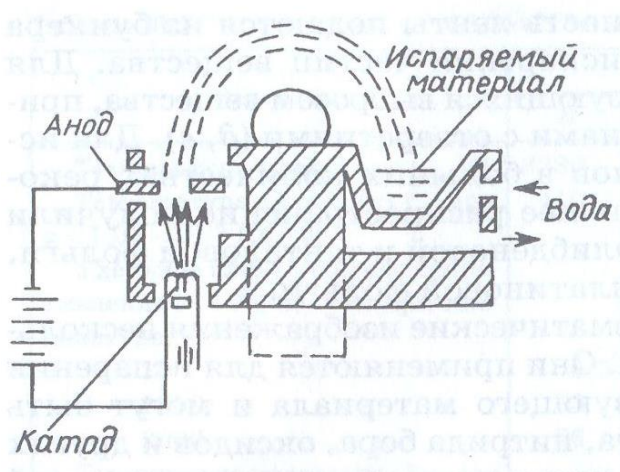


Рисунок 6 – Схема электронно-лучевого испарителя с фокусируемым пучком электронов [13]

На этапе далее, после образования первичных кристаллических структур, происходит их рост и развитие. Влияние внешних условий, таких как температура и давление, становится критически важным для формирования конечной структуры слоя. При повышенной температуре атомы приобретают дополнительную подвижность, что способствует более равномерному распределению и оптимальному взаимодействию между ними. В то же время слишком высокая температура может привести к десорбции и нарушению целостности сформировавшегося слоя. Энергия, аккумулированная в системе, также способствует диффузии атомов, позволяя им перемещаться не только по поверхности, но и внутрь уже существующих кристаллических решеток, что может вызывать нарушения в их структуре. Это создает возможность для образования дефектов, которые могут оказывать влияние на физические и химические свойства получаемого материала. Разные материалы ведут себя по-разному в этих условиях, и это необходимо учитывать при планировании процессов осаждения. Динамика образования слоев на подложке является важным объектом изучения, так как от нее зависят функциональные характеристики получаемых материалов. Качество осажденных слоев активно исследуется в контексте нанотехнологий, где даже малейшие изменения в условиях осаждения могут привести к значительным изменениям в свойствах конечного продукта. Поэтому понимание этих процессов открывает новые горизонты для разработки материалов с заданными характеристиками [16]. Современные вакуумные установки имеют совершенные системы контроля и обеспечения параметров процессов нанесения тонких пленок. Наиболее важным является оборудование для поддержания скорости нанесения и систем контроля толщины. Стабилизаторы скорости нанесения, основанные на использовании кварцевых резонансных датчиков, являются чрезвычайно эффективными, так как они измеряют приращение частоты генерации кварцевого резонатора при

напылении пленки и автоматически поддерживают скорость нанесения с относительной погрешностью измерений не более 2 %. Также используется монохроматическая и фотометрическая система контроля, которая предназначена для контроля оптической толщины [17 - 21].

В некоторых методах испарения используется обработка ионным пучком подложки для улучшения качества пленки. В этом случае ионная пушка, генерирующая ионы с энергией порядка нескольких кэВ, применяется в сочетании с испарительным источником. Как правило, используются ионы инертных газов (например, Ar^+ или Kr^+) которые при контакте с поверхностью модифицируют пленочную структуру и состав, делая пленку более прочной и устойчивой.

Преимущества метода электронно-лучевого напыления с ионным ассистированием:

- высокая скорость напыления;
- стабильные стехиометрические показатели;
- получение слоев в несколько нанометров;
- минимальное искажение формы поверхности.

1.3 Метод магнетронного распыления мишеней

Ионно-плазменные, или катодные, методы нанесения покрытий основаны на распылении мишени при бомбардировке ее ионами инертного или реактивного газов [22 - 25]. Источником ионов является самостоятельный разряд в разряженном газе (тлеющий на постоянном токе или высокочастотный) или несамостоятельный разряд (дуговой или с осцилляцией электронов). В оптической технологии наибольшее распространение получили методы диодного и триодного распылений на постоянном токе или с использованием высокочастотного напряжения. На рисунке 7 показаны ионно-плазменные методы [26].



Рисунок 7 – Характеристики ионно-плазменных методов [13]

Процесс диодного распыления начинается с создания разряда между катодом и анодом. Когда катод нагревается, электроны начинают покидать его поверхность и перемещаются к аноду, где встречаются с положительными ионами, образующимися в результате плазменной вспышки. Этот поток электронов создает стабильный плазменный режим, который обеспечивает создание ионов, способствующих распылению материала с катода. При взаимодействии положительных ионов с катодом, они выбивают атомы материала, которые затем улетают и осаждаются на поверхности подложки. Этот процесс позволяет контролировать толщину и структуру наносимого слоя, что делает диодную распылительную систему отличным инструментом для создания тонкопленочных покрытий с заданными свойствами. Важно отметить, что параметры, такие как напряжение, рабочая газовая среда и давление, могут существенно влиять на результаты распыления. Оптимизация этих условий позволяет достичь высокого качества осаждаемого материала, что особенно важно в таких областях, как микроэлектроника и оптика, где точность имеет решающее значение. Таким образом, диодная распылительная система является эффективным и универсальным методом для создания тонких пленок, что открывает новые горизонты в научных исследованиях и промышленности. В диодных системах, которые работают на постоянном токе [27], иногда применяется дополнительный электрод, например, кольцо или редкая сетка, расположенные на небольшом расстоянии от подложки. Применение

положительного потенциала к этому электроду (обычно несколько десятков вольт) приводит к возникновению вспомогательного разряда, что приводит к легкому бомбардированию осаждаемой пленки. Это может привести к снижению скорости осаждения на (10 – 50) % и улучшению чистоты пленки за счет десорбции газов [13].

Еще одним распространенным методом является радиочастотное магнетронное распыление [27]. При этом методе ионы рабочего газа ускоряются радиочастотным электрическим полем, чтобы попасть в мишень, изготовленную из распыляемого материала. Мишень распыляется во всех направлениях, а распыленные атомы достигают подложки, расположенной перед мишенью, но вне плазмы, чтобы избежать травления плазмой. Использование магнитного поля для изменения траекторий ионов и электронов увеличивает длину свободного пробега и выход при распылении. Радиочастотное магнетронное распыление особенно эффективно для создания тонких пленок из непроводящих материалов, которые могут представлять большие трудности при формировании пленок из-за их положительной зарядки без применения магнитного поля. Это может замедлить процесс распыления и привести к «загрязнению» других частиц материала мишени, что дополнительно замедляет процесс.

1.4 Метод высокочастотного ионно-лучевого распыления мишеней

Метод радиочастотного ионно-лучевого распыления мишеней (IBS) позволяет получать покрытия с очень высоким оптическим качеством и стабильностью. В процессе IBS пучок ионов высокой энергии направляется на мишень, из выбранного материала для покрытия, в результате чего атомы материала переносятся с мишени на оптические поверхности [26]. Этот процесс осаждения приводит к формированию пленок с высокой плотностью, гладкостью и стабильными свойствами благодаря значительной кинетической

энергии атомов (порядка $((10 - 300) \text{ эВ})$). При этом процессе высокоскоростного осаждения и вращения подложки обеспечивается высокая точность толщины слоя, что позволяет создавать даже самые сложные структуры, включая зеркала с высокой отражательной способностью, фильтры с высоким значением кривизны коротковолнового фронта пропускания и другие [28]. Однако метод осаждения ионами имеет свои ограничения, такие как высокие напряжения в пленке и проблемы при нанесении покрытий для EUV-излучения, что ограничивает его применение в некоторых областях промышленности. Более трудоемкий процесс и увеличенные затраты на обслуживание оборудования также являются недостатками этого метода. Тем не менее, метод осаждения ионами остается предпочтительным для определенных задач, например, нанесения диэлектрических покрытий зеркал и фильтров с малыми потерями, которые могут быть вызваны подавлением наноразмерных дефектов с помощью рабочего газа -ксенона [29].

На рисунке 8 приведена установка для высокочастотного ионно-лучевого распыления мишеней.

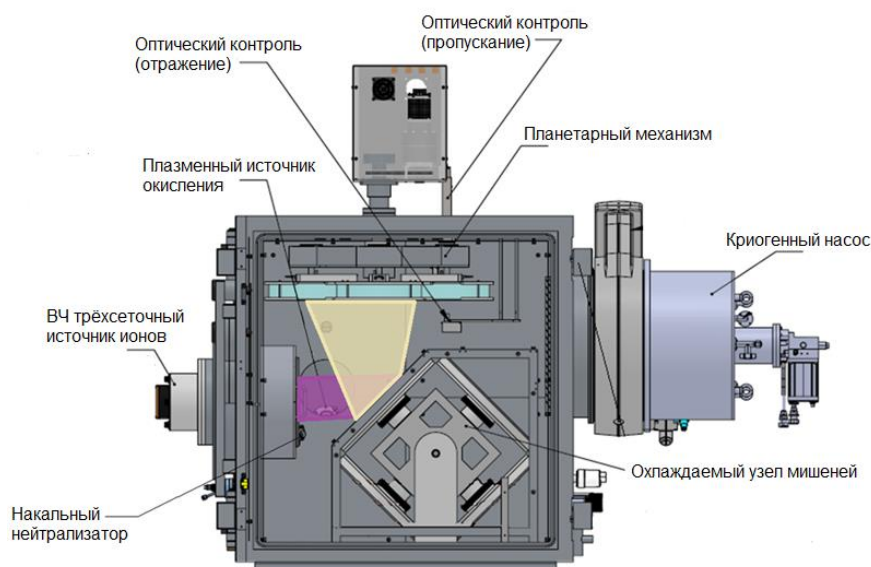


Рисунок 8 – Установка для высокочастотного ионно-лучевого распыления мишеней

Преимущества радиочастотного ионно-лучевого распыления:

1 Достигается высокая адгезия покрытия к поверхности, так как при этом методе используются высокие уровни энергии, которые могут эффективно изменять структуру поверхности и обеспечивать более прочное соединение материалов слоёв.

2 Метод ВЧ ИЛР обеспечивает более узкий диапазон размеров частиц, что позволяет получать более равномерные и предсказуемые свойства покрытия.

3 Возможность создавать многослойные покрытия со сложной структурой, что позволяет улучшить многие свойства поверхностей, такие как надежность, коррозионную стойкость, термическую стойкость, и др.

4 Возможность получать изделия с экстремально высокими коэффициентами отражения и низкими потерями.

5 Возможность изготавливать изделия с количеством слоёв более 200 и суммарной толщиной плёнки до 50 мкм.

6 Получение плотной микро- (нано-) кристаллической структуры металлических и керамических покрытий при полном отсутствии капельной фазы.

7 При помощи радиочастотного плазменного источника ионов индуктивно связанной плазмы со встроенной согласующей сетью также удастся добиться получения атомарного кислорода, так как молекулярный кислород, подаваемый в газоразрядную камеру будет, диссоциировать под действием высоких частот на атомы, что позволит существенно повысить скорость и качество окисления распыляемого материала.

При производстве большого количества оптических компонентов технологии нанесения покрытий должны позволять наносить покрытия на большие партии пластин и быть конкурентоспособными по цене. Электронно-лучевое испарительное осаждение и магнетронное распыление имеют преимущества из-за больших размеров камер нанесения покрытий по сравнению с другими технологиями нанесения покрытий и, как правило, имеют самую низкую относительную цену, что делает их идеальными для массового производства с учетом затрат. Когда требуются большие объёмы плотных

твердых покрытий с несколько более высокими техническими характеристиками, магнетронное распыление может быть предпочтительнее электронно-лучевого испарения [30]. В подавляющем большинстве случаев массового производства гибкость и скорость являются доминирующими факторами затрат и поэтому обычно предпочтение отдается электронно-лучевому испарению с ионным ассистированием. Однако, когда требуется наносить покрытия с высокой плотностью и минимальными потерями, необходимо проводить процесс нанесения методом ионно-лучевого распыления мишеней. Физика процесса нанесения, приводящая к фактическому уменьшению шероховатости в зависимости от количества слоев, делает возможным улучшение поверхности, позволяющее достичь значений зеркального отражения выше 99,99 % [31]. Покрытия IBS в сочетании с суперполированными подложками идеально подходят для лучшей в своем классе отражающей и фильтрующей оптики.

2 Исследование энергетических характеристик источника окисления и источника распыления

Наиболее важным фактором, влияющим на рост плёнки и качество получаемого покрытия, является воздействие на него потока заряженных и нейтральных частиц ионного источника ассистирования, а также потока ионов, отраженного от мишени. Основными составляющими энергетических потоков, воздействующих на покрытие во время осаждения, являются:

- ионы источника ассистирования;
- атомный (атомно-кластерный) поток материала мишени с ожидаемой энергией менее 20 эВ;
- частицы распылённых элементов конструкции ионного источника;
- упруго-отраженные ионы пучка с энергией, близкой к энергии первичного ионного пучка;
- поток неупруго-отраженных и частично нейтрализованных ионов первичного пучка.

В процессе нанесения покрытий различные факторы могут воздействовать на их качество и свойства, включая межслойную диффузию, изменение шероховатости поверхности и образование дефектов. Понимание состава и энергетического спектра ионных потоков играет ключевую роль в оптимизации этих процессов и обеспечении высоких характеристик оптических элементов.

Одним из основных методов получения информации о взаимодействии заряженных частиц с поверхностью материалов является прямой эксперимент по измерению энергий и токов ионного пучка источника. Это позволяет систематизировать данные и получить более точное представление о влиянии ионных потоков на свойства покрытий [31]. При этом важно учитывать параметры используемых источников плазмы, так как они могут значительно влиять на характеристики получаемых покрытий.

Сложность процесса формирования оптических покрытий заключается в множестве воздействующих факторов, включая как упругие, так и неупругие

столкновения ионов первичного пучка. Для получения надежных данных необходимо учитывать каждый из этих аспектов и проводить анализ в соответствии с конкретными условиями эксперимента. В данном контексте особый интерес представляют источники ионов, используемые в технологических процессах, такие как источник ионов холловского тока и радиочастотный сеточный источник. Изучение и получение количественных данных о параметрах этих источников, таких как напряжение и ток, позволит лучше понять их влияние на процессы формирования покрытий и оптимизировать технологические процессы.

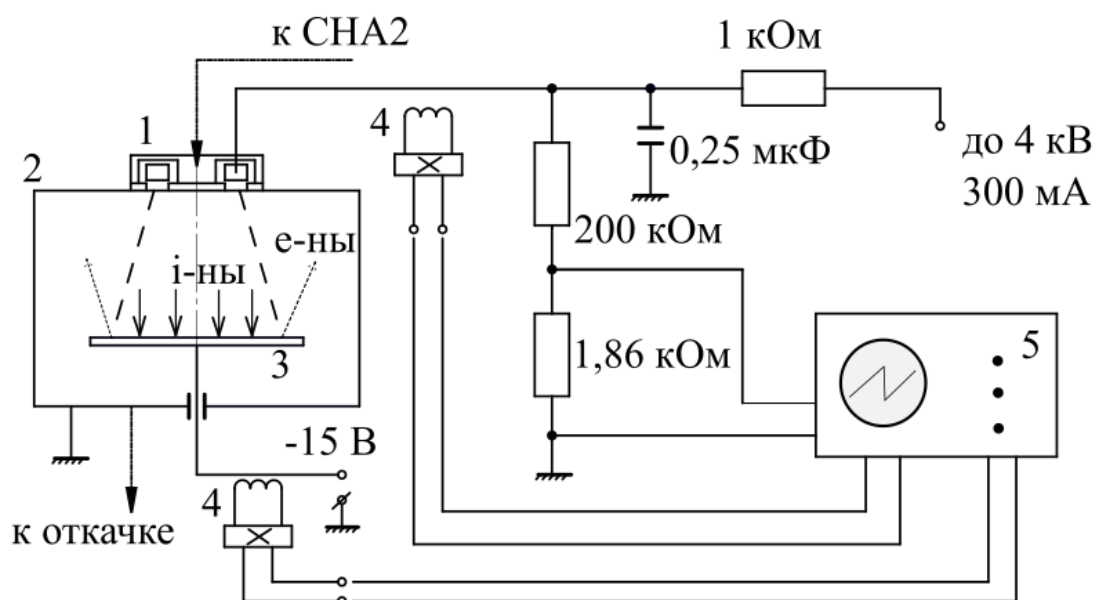
Таким образом, для успешного развития методов нанесения оптических покрытий необходимо продолжать исследования в области взаимодействия ионных потоков с поверхностями материалов, а также улучшать методы анализа полученных данных для более точной оптимизации технологических процессов.

2.1 Метод исследования вольт-амперных характеристик ионного источника и эффективности генерации ионного тока

Также вольтамперные характеристики могут помочь определить оптимальные режимы работы ионного источника, такие как ток разряда, напряжение, мощность, частота и длительность импульсов. Они могут быть использованы для определения энергетической эффективности ионного источника, а также для сравнения различных источников ионов. Вольтамперные характеристики также могут помочь в определении электрохимических свойств материалов, используемых в ионных источниках. Например, пленки полимеров могут иметь различные вольтамперные характеристики в зависимости от состава пленки и условий ее формирования. Кроме того, вольтамперные характеристики могут быть использованы для определения эффектов, связанных с конкретным процессом генерации ионов, такими как эффект поляризации, эмиссия электронов и т.д. В целом, вольтамперные характеристики играют важную роль в характеристике ионных источников, позволяя оценить их эффективность и

выбрать оптимальные режимы работы для получения нужных значений напряжения и тока. Они также могут быть использованы для изучения электрохимических и физических свойств материалов, используемых в ионных источниках.

В первом цикле исследований были проведены измерения динамики разрядного тока, как электронного, так и ионного в цепи питания источника, а также измерения динамики напряжения на нем и полного ионного тока. Схема стенда по исследованию параметров исходного ионного пучка изображена на рисунке 9. Измерение тока разряда и ионного тока осуществлялось с помощью гальванически развязанных сенсоров тока с обратной связью по магнитному потоку LEM CT 0.2-P. Эти сенсоры обеспечивают точные измерения в широком диапазоне частот от постоянного тока до 30 кГц. Измеритель разрядного тока был установлен непосредственно возле ионного источника на части кабеля, через который подается высоковольтное анодное напряжение. Измерение ионной компоненты тока производилось с помощью металлического дискового коллектора, установленного под источником ионов на расстоянии порядка 400 мм. Коллектор был гальванически развязан от корпуса камеры. Для отражения электронной компоненты на коллектор подавалось небольшое отрицательное смещение, а на этот же провод был установлен LEM-датчик CT 0.2-P для регистрации ионного тока с высокой точностью. Метод измерений обеспечивал гальванически развязанную схему прямой регистрации токов с минимальным влиянием на измерительные цепи и низким уровнем шума. Для измерения анодного (разрядного) напряжения ионного источника использовался резистивный делитель, подключаемый непосредственно к вводу высокого напряжения. Делитель имел коэффициент преобразования 108,7 и нагрузочное сопротивление 1,86 кОм, что позволяло снизить уровень помех от внешних цепей. Одновременная регистрация динамики разрядного и ионного тока и напряжения на разряде происходила на четырехканальном цифровом осциллографе Hantek.



1 – источник ионов; 2 – вакуумная камера; 3 – отрицательный коллектор;
4 – LEM датчик тока СТ 0.2-Р; 5 – осциллограф

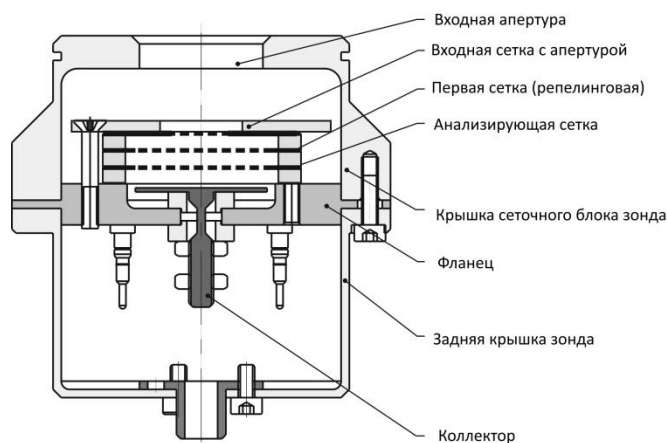
Рисунок 9 – Схема стенда по исследованию параметров исходного ионного пучка

2.2 Метод измерений распределения плотности ионного тока в пучке и энергетических параметров ионного потока

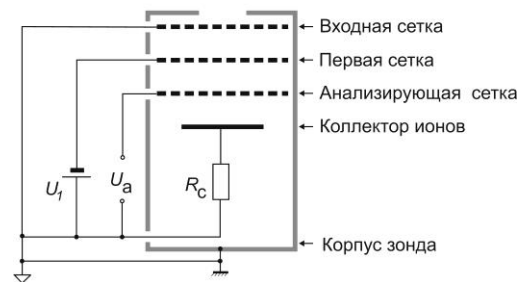
Второй цикл экспериментов включал в себя два взаимосвязанных этапа:

- 1 Исследования распределения плотности ионного тока по сечению пучка.
- 2 Энергетический анализ ионного пучка и расчет функции распределения ионов по энергиям (ФРИЭ) для характерных точек в зоне факела ионного пучка.

Эти измерения проводились с помощью специализированного оборудования ION PROBE G5 на основе многосеточного зонда, схема которого приведена на рисунке 10.



а) схема многосеточного зонда



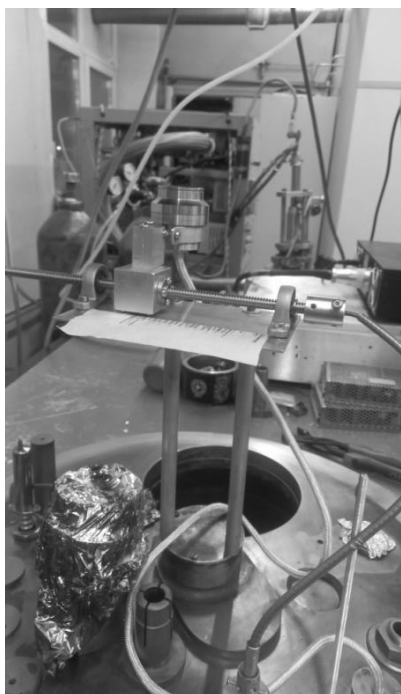
б) схема подключения многосеточного зонда

Рисунок 10 – Схема многосеточного зонда и схема его подключения для энергетического анализа ионного пучка и измерения плотности ионного тока

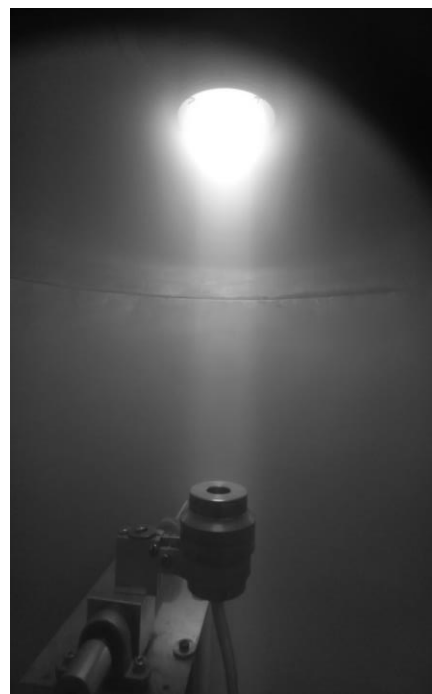
Для измерения плотности ионного тока и энергетического спектра использовалась одна и та же конфигурация зонда с анализирующей сеткой и «заземленным» коллектором (рисунок 10 б). На первую сетку и на коллекторную нагрузку R_c подавался потенциал «земли», причем точка соединения «земли» с корпусом зонда и, соответственно, заземленной вакуумной камерой была расположена непосредственно на регистрирующем устройстве. Для удаления из потока электронной компоненты на вторую сетку (репелинговую сетку) подавался отрицательный потенциал $U_2 = \text{минус } 15 \text{ В}$ относительно входной сетки. Анализирующий тормозной положительный потенциал U_a значением до 1500 В также подавался относительно входной сетки. Сигнал ионного тока снимался с коллекторного шунта R_c . Апертура входной сетки с диаметром $2,5 \text{ мм}$ закрывалась сеткой с коэффициентом прозрачности $K_1 = 1,78$, что обеспечивало с учетом прозрачности остальных электродов суммарной коэффициент прозрачности сеточного узла $K_\Sigma = 2,21$. Малый входной телесный угол гарантировал угловую точность измерений энергии свыше 2% , а размер апертуры обеспечивал пространственное разрешение не менее $2,5 \text{ мм}$.

Зонд установлен на подвижной каретке, приводимой в движение с помощью винтовой передачи через гибкий вал и вакуумный ввод вращения от шагового двигателя с управлением от микроконтроллера. Контроллер обеспечивал перемещение каретки на длине до 100 мм с программируемым шагом и возможностью позиционирования положения зонда в выбранных точках каретки. Схема измерения плотности ионного тока представлена ниже на рисунке 11(а). Зонд располагается на расстоянии $l_1 = 270$ мм от источника ионов 1, который закреплён на верхнем фланце колпака вакуумной камеры 2. Система перемещения зонда 3 установлена непосредственно под ионным пучком 4 на плите из дюралюминия Д16Т и позволяет организовать диаметрально перемещение зонда для анализа параметров пучка на длине 100 мм по горизонтальному сечению пучка. Фотографии системы позиционирования и перемещения зонда, а также зонда в камере под ионным пучком представлены на рисунке 11(б).

Измерение распределения плотности тока проводилось в 24 позициях положениях каретки с шагом 4 мм. При этих измерениях на анализирующую сетку подавался нулевой потенциал, т.е. анализирующая сетка находилась под потенциалом входной сетки, что обеспечивало поступление полного ионного тока на коллектор зонда. Для набора необходимой статистики для каждого положения зонда проводились измерения из 4000 отсчетов. Это позволило с высокой точностью зарегистрировать распределение плотности ионного тока для различных режимов работы ионного источника и выбрать характерные точки для энергоанализа пучка.



а)



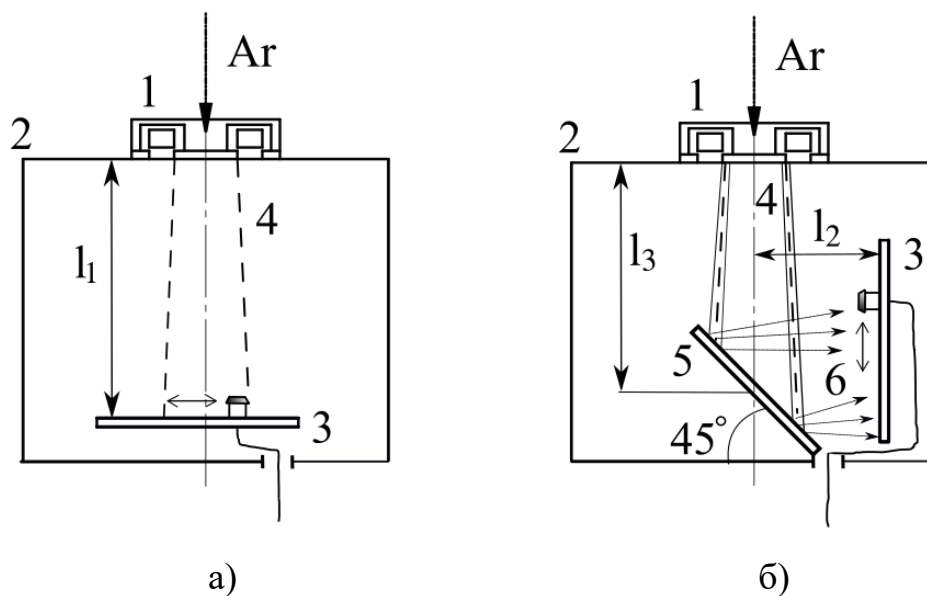
б)

Рисунок 11 – Общий вид системы перемещения зонда (а) и зонд в камере под пучком (б)

Как отмечалось выше, для регистрации энергетических спектров пучка использовалась аналогичная сеточная конфигурация зонда, только в этом случае на анализирующую сетку поступало сканирующее положительное напряжение в диапазоне от 0 до 1500 В и регистрировалась тормозная характеристика ионного пучка, которая в дальнейшем обрабатывалась программным модулем ProbeDAM, входящим в комплект оборудования ION PROBE G5 для расчета функции распределения ионов по энергиям (ФРИЭ).

Схема эксперимента представлена на рисунке 12 (а, б). В эксперименте использовалась мишень 5, изготовленная из тантала диаметром 405 мм. Мишень установлена под углом 45° к направлению первичного потока ионов и к оси диагностического зонда. Зонд предназначен для измерения энергии и распределения плотности тока отраженных ионов 6 (закреплён на месте подложкодержателя). Поток отраженных ионов, который распределен в

пространстве сложным образом из-за неопределенности в форме и границах пучка, воспринимается зондом хуже, чем при измерении первичного ионного пучка. Расстояние между осью пучка и входной апертурой зонда составляет $l_2 = 300$ мм, а расстояние между центральным полюсом источника и его проекцией на пластину $l_3 = 270$ мм. Угол между зондом и потоком ионов составляет 90° .



1 – ионный источник; 2 – вакуумная камера; 3 – система перемещения зонда;
4 – исходный ионный пучок; 5 – медная пластина; 6 – отраженные от пластины
ионы

Рисунок 12 – Схемы экспериментов по определению параметров исходного пучка (а) и параметров отраженных ионов (б)

Как и ранее, измерения проводились зондом, закрепленным на подвижной каретке. Весь ход каретки разбит на 20 шагов и составляет 100 мм. Длина сканирования, таким образом, составляла 90 мм с учетом конструктивных элементов. Использовалась сеточная конфигурация зонда с анализирующей сеткой и приемным коллектором, соединенным с землей, описанная ранее. Сеточная сборка размещена внутри крышки зонда и утоплена от входной апертуры на 10 мм, чтобы исключить прямое попадание ионов первичного пучка

(от ионного источника) в сеточную сборку. Входная апертура сеточной сборки зонда увеличена до 10 мм (площадь окна $S_a = 0,786 \text{ см}^2$) и экранирована от плазмы сеткой с «прозрачностью» $K_1 = 2,04$, что увеличивает общий коэффициент прозрачности до $K_\Sigma = 2,53$. В такой геометрии косинус конуса телесного угла составляет 0,77, поэтому погрешность измерений энергии ионов при отличии угла падения от нормального может достигать 23 %. На ускоряющую сетку подавалось напряжение $U_2 =$ минус 15 В, на анализирующую – или потенциал входной сетки – при измерении распределения плотности тока отраженных ионов или сканирующий потенциал U_a от 0 до 1500 В при энергоанализе потока ионов. Высокий уровень внешних шумов (шумов «земли») и малый ток отраженных ионов заставил использовать высокоомное измерительное сопротивление в цепи коллектора $R_c = 330 \text{ кОм}$.

Как и ранее, для обработки энергетических характеристик ионов пучка, для регистрации тока отраженных ионов и обработки их тормозных характеристик использовался программный комплекс, входящий в состав ION PROBE G4. Данные обрабатывались программным модулем ProbeDam, рабочий интерфейс которого представлен на рисунке 13.

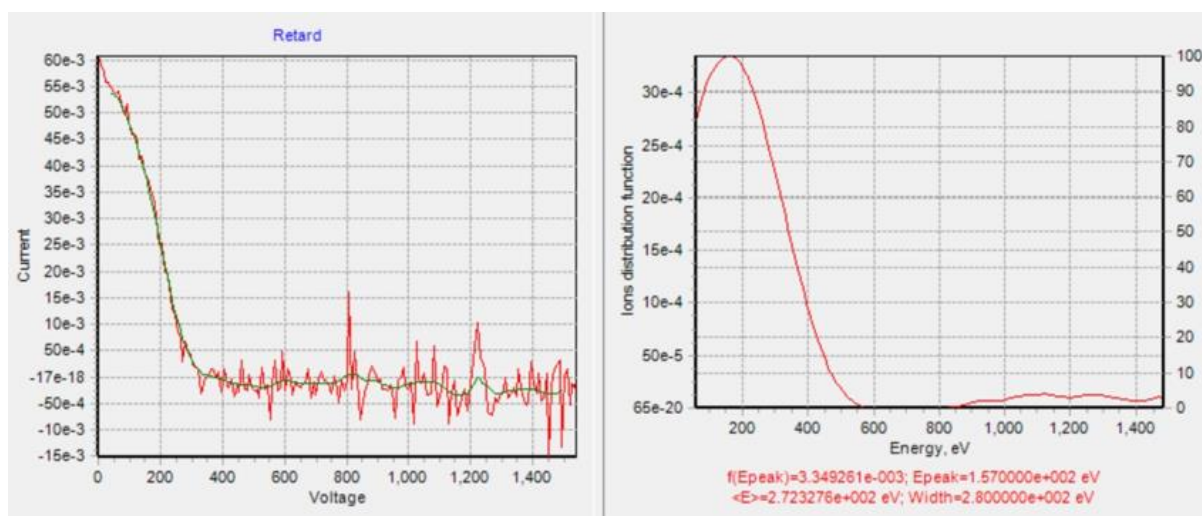


Рисунок 13 – Рабочий экран программного модуля обработки тормозных характеристик ионного потока отраженных ионов

2.3 Энергоанализ ионной компоненты в первичном пучке, поступающем на распыляемую мишень

Поскольку источник с анодным слоем генерирует цилиндрический ионный пучок с существенно неоднородным распределением ионного тока, то для корректного анализа и сравнения измерения энергетических спектров проводилось в нескольких характерных точках: на максимумах пучка, в осевой зоне пучка и на периферии пучка.

Энергетические спектры ионного пучка для трех различных разрядных напряжений и одинаковом разрядном токе значением 250 мА представлены на рисунке 14. Эти измерения были проведены в точке наивысшей интенсивности пучка (поз.15), для всех случаев можно выделить доминирующую компоненту в спектре, средняя энергия которой растет с ростом напряжения.

Для наименьшего разрядного напряжения функция распределения ионов по энергиям хорошо аппроксимируется однопиковым гауссовым распределением со средней энергией 746 эВ (рисунок 14а), соответствующей практически половине разрядного напряжения. Искажения на «краях» спектра связаны с присутствием в малых долях низкоэнергетических и высокоэнергетических компонент (порядка 200 эВ и 1200 эВ, соответственно). Их доля невелика, по сравнению с доминирующей компонентой в зоне высокой интенсивности пучка, но по мере выхода на периферию пучка их амплитуды будут расти, что обсуждается чуть ниже.

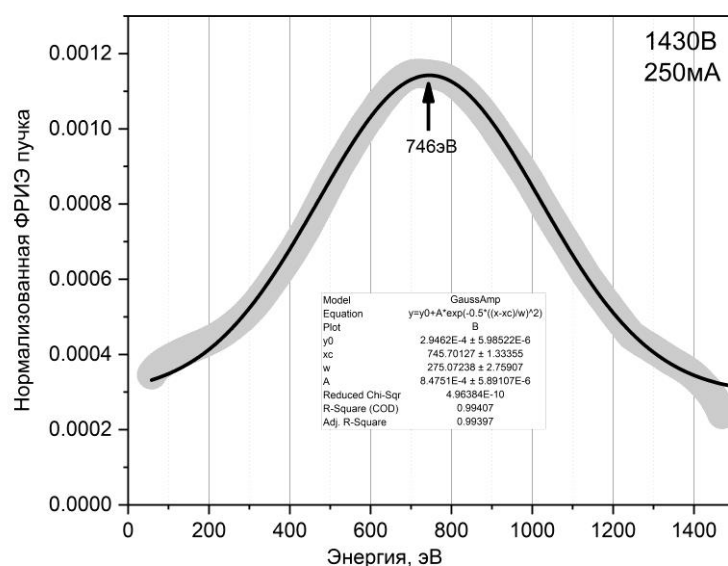
С ростом разрядного напряжения на значение 500 В помимо основной компоненты пучка со средней энергией 806 эВ, отчетливо регистрируются компоненты пучка с большей (1245 эВ) и меньшей энергией (420 эВ), что проиллюстрировано на рисунке 14б.

При дальнейшем возрастании напряжения до 2430 В низко и высокоэнергетические компоненты пучка (470 эВ и 1276 эВ, соответственно) практически сравниваются по амплитуде с доминирующей компонентой 900 эВ [32], как это проиллюстрировано на рисунке 14в.

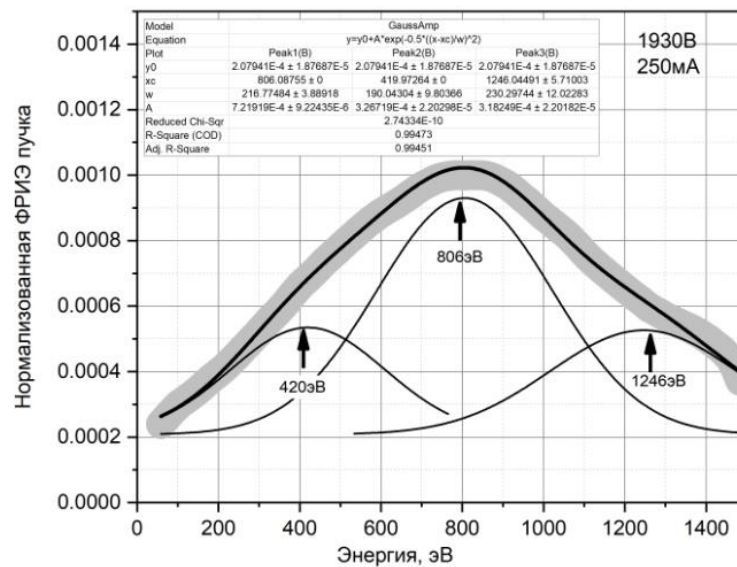
Следует отметить, что анализирующего напряжения, формируемого оборудованием ION PROBE G5, оказалось недостаточно для корректного анализа пучка в высоковольтной области, рекомендуется поднять анализирующее напряжение в оборудовании до 2000 В, поскольку использованный ионный источник демонстрирует способность генерировать высокоэнергетические ионы.

Описанные выше тенденции в поведении функции распределения сохраняются и для пика меньшей интенсивности плотности ионного тока (поз.5), расположенном в диаметрально противоположной точке пучка.

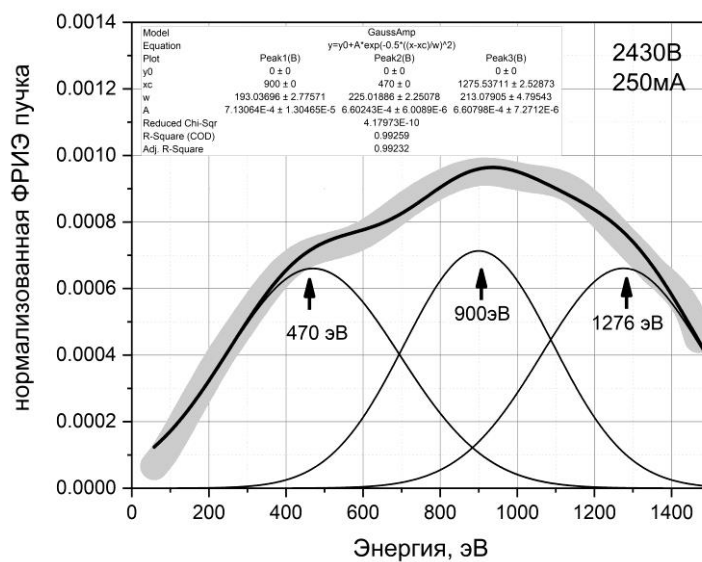
Поскольку пучок имеет кольцевую геометрию в сечении, то по оси системы существует «слепая» зона, где снижается плотность ионного тока. Для случая наименьшего из исследованных разрядных напряжений спектр практически соответствует спектру в наиболее интенсивных зонах пучка, с небольшим снижением энергии доминирующей компоненты и относительным ростом низкоэнергетической компоненты (200 эВ).



а)



б)

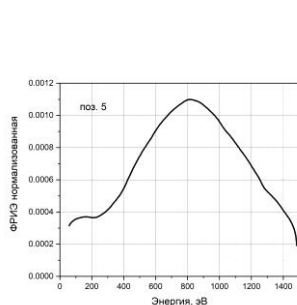


в)

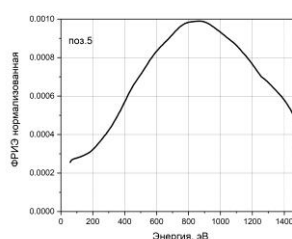
Рисунок 14 – Функция распределения ионов по энергиям в точке максимальной интенсивности пучка для различных разрядных напряжений при значении тока 250 мА

ФРИЭ представлена на графиках серой линией. Сплошная линия соответствует гауссовой аппроксимации с одним или тремя пиками.

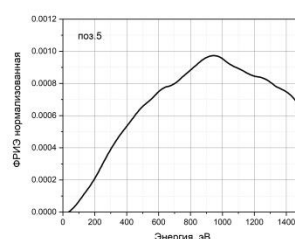
Для случаев более высоких напряжений, при которых увеличивается расхождение пучка, «слепая» зона на оси пучка характеризуется значительным подавлением доминирующей компоненты и ведущей ролью низкоэнергетических компонент, средняя энергия которых в точности соответствует энергии, рассчитанной в гауссовой аппроксимации для высокоинтенсивной зоны пучка 420 эВ для напряжения 1930 В и 470 эВ для 2430 В (рисунок 156).



1430 В

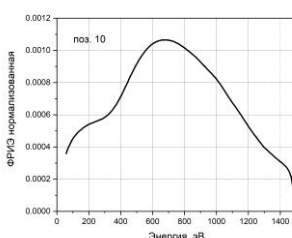


1930 В

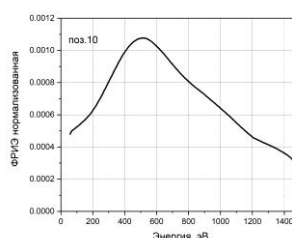


2430 В

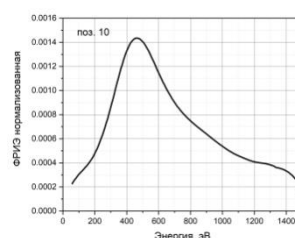
а) для положения в позиции 5, значение разрядного тока 250 мА



1430 В

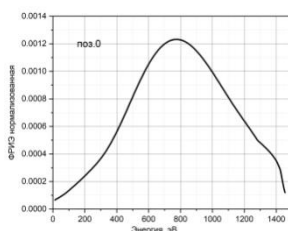


1930 В

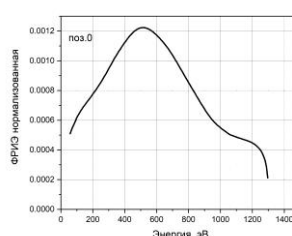


2430 В

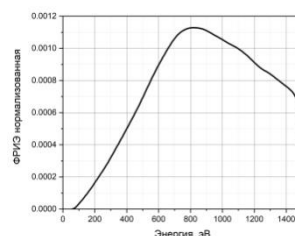
б) для положения в позиции 10, значение разрядного тока 250 мА



1430 В



1930 В



2430 В

в) для положения в позиции 0, значение разрядного тока 250 мА

Рисунок 15 – ФРИЭ для различных положений зонда и разрядных напряжений

В противоположность ожидаемому на периферии пучка (поз.0) ионный спектр не становится низкоэнергетичным – основными компонентами в этой зоне являются высокоэнергетичные компоненты, что иллюстрируется на рисунке 15в.

2.4 Зондовые измерения ионно-энергетических характеристик источника ионов индуктивно-связанной плазмы кислорода

Зависимость распределения тормозного напряжения и распределения ионного тока ионов кислорода источника окисления представлено на рисунке 16. Зонд расположен на платформе крепления оптических образцов и сориентирован по оси системы источника окисления. С увеличением вкладываемой ВЧ- мощности пропорционально возрастает суммарный ионный ток.

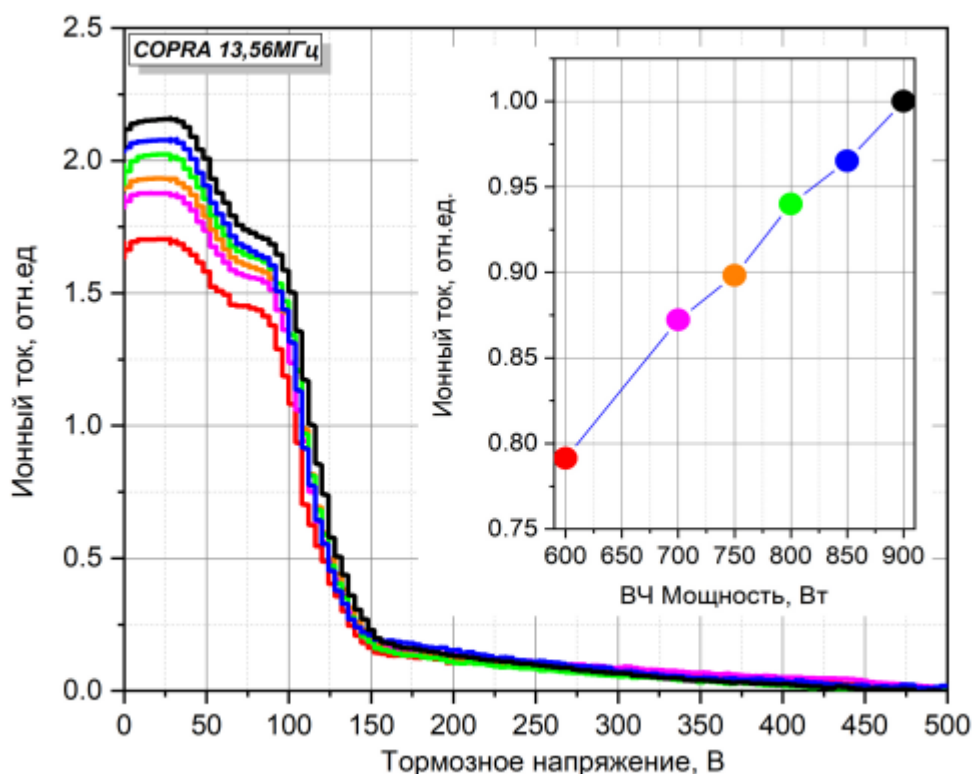


Рисунок 16 – Зависимость распределения тормозного напряжения и распределения ионного тока ионов кислорода источника окисления

Энергетический спектр генерируемого пучка имеет два ярко выраженных пика разной интенсивности, как отражено на рисунке 17. Эти пики скорее всего связаны с двумя процессами, последовательно проходящими в объеме безэлектродного ВЧ-источника ионов: первичный процесс – генерация и ускорение ионного молекулярного кислородного пучка до значений энергии порядка 100 эВ и последующая диссоциация молекулярного иона на атомарные, но также имеющие высокую энергию направленного движения (порядка 50 эВ). На основании полученных данных невозможно утверждать о наличии и количестве ускоренных нейтралов в пучке, количество нейтральных атомов кислорода определяется молекулярной кинетикой процесса диссоциации. Однако, можно сказать, что процесс диссоциации молекулярного иона «вторичен» по отношению к ионизации молекулы кислорода, поэтому доля атомарных ионов всегда будет меньше молекулярных.

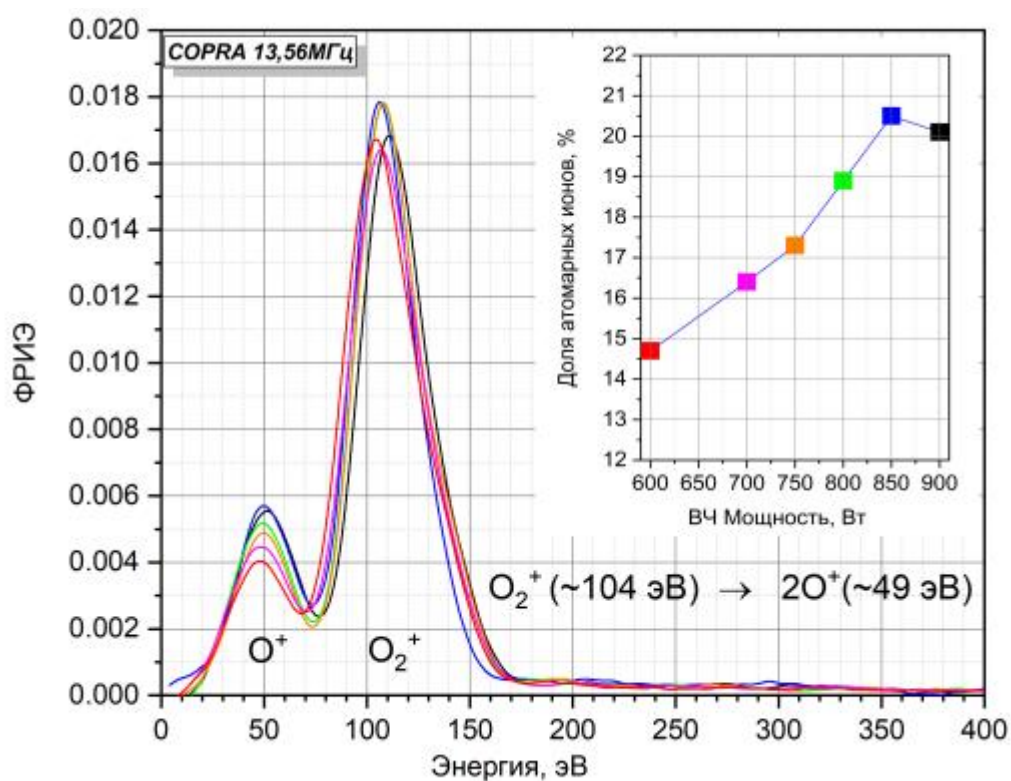


Рисунок 17 – Зависимость доли ионов генерируемого пучка ионного источника окисления

Спектр ионного пучка имеет плавно спадающую кривую в сторону высоких энергий, характерную для ВЧ -источников. Область вблизи плавающего (земляного) потенциала зонда (до 20 эВ) определена недостоверно из-за рассогласования трансформатора зонда – необходима аккуратная подстройка.

Однако, поведение кривой свидетельствует об отсутствии в области малых энергий потока частиц. С увеличением подводимой мощности производительность генерации атомарных ионов изменяется нелинейно. Расчет количества ионов этого типа велся по приблизительной методике – как интеграл под кривой ФРИЭ в диапазоне от 20 до 80 эВ (корректно – аппроксимация пика гауссовой кривой и расчет ее площади). Верхний предел соответствует «провалу» между двумя пиками для каждой подводимой мощности. Оптимальным с точки зрения эффективности генерации и, как следствие окисления, в данной конфигурации ионного источника является диапазон мощности от 820 до 850 Вт, при дальнейшем увеличении относительная доля атомарных ионов снижается. Важно отметить, что концентрация ионов кислорода оказывает влияние на свойства монослоёв наносимых материалов, как показано в работе [32].

Работы по созданию стенда регистрации энергетических параметров ионных пучков создан при плотном взаимодействии с коллегами из Московского Государственного Технического Университета им. Н.Э. Баумана в части разработки измерительного многосеточного зонда для энергетического анализа ионного пучка и измерения плотности ионного тока.

2.5 Оценка условий взаимодействия ионного пучка с распыляемой мишенью

Одним из наиболее важных аспектов в технологическом процессе напыления оптических покрытий является процесс взаимодействия ионного

пучка с материалом распыляемой мишени, от которого в значительной степени зависит качество и скорость изготовления изделий.

При взаимодействии высокоэнергетичных ионов с поверхностью мишени происходит распыление её материала. При этом пространственное распределение плотности потока вылетевших с мишени атомов будет определяться индикатрисой распыления $Ind(\theta, \varphi)$, которая является угловой зависимостью в полярной системе координат. Как правило, она определяется полярным углом θ , отсчитываемым от нормали к поверхности и азимутальным углом φ , который отсчитывается от направления проекции траектории иона, падающего под углом к мишени. При падении ионов по нормали к поверхности мишени выбор линии отсчета угла φ будет произвольным в силу симметрии процесса.

Индикатрисы распыления в области низких энергий падающих ионов вплоть до нескольких кэВ сильно зависят от их угла падения α . При повышении энергии ионов до нескольких десятков кэВ влияние α ослабевает и индикатрисы стремятся к азимутально симметричной зависимости только от полярного угла θ , а именно к функции $\cos^n \theta$, где показатель степени n увеличивается при возрастании энергии ионов. При $n < 1$ говорят о подкосинусном распределении, при $n > 1$ о надкосинусном.

На номинальном режиме работы ВЧИИ на действующей технологической установке энергия ионов составляет 780 эВ. Для оценки индикатрисы распыления при таком уровне энергии ионов в первом приближении иногда используют аппроксимацию по соотношению Занга [33], которое связывает распределение потоков распылённых частиц с энергией и углом падения ионов, а также с пороговой энергией распыления облучаемого материала:

$$y(\theta, \varphi) = \frac{Y}{1 - \sqrt{\varepsilon} \cos(\alpha)} \cdot \frac{\cos(\theta)}{\pi} \left[1 - \frac{1}{4} \sqrt{\varepsilon} \left(\cos(\alpha) \gamma(\theta) + \frac{3}{2} \pi \sin(\alpha) \sin(\theta) \cos(\varphi) \right) \right], \quad (4)$$

где $\varepsilon = E_t/E_i$ – отношение пороговой энергии распыления E_t к энергии падающих ионов E_i , а $\gamma(\theta)$ определяется как:

$$\gamma(\theta) = \frac{3\sin^2(\theta) - 1}{\sin^2(\theta)} + \frac{\cos^2(\theta) \cdot (3\sin^2(\theta) + 1)}{2\sin^3(\theta)} \ln \left(\frac{1 + \sin(\theta)}{1 - \sin(\theta)} \right). \quad (5)$$

Для тантала, титана и кремния значения пороговой энергии распыления при взаимодействии с ними ионов ксенона составляют: $E_{t\ Ta} = 42,5105$ эВ, $E_{t\ Ti} = 39,6382$ эВ, $E_{t\ Si} = 45,1518$ эВ [18]. На рисунках (18 – 20) для рассматриваемых материалов мишени представлены индикатрисы, рассчитанные по соотношению (4) для энергии налетающих ионов 780 эВ.

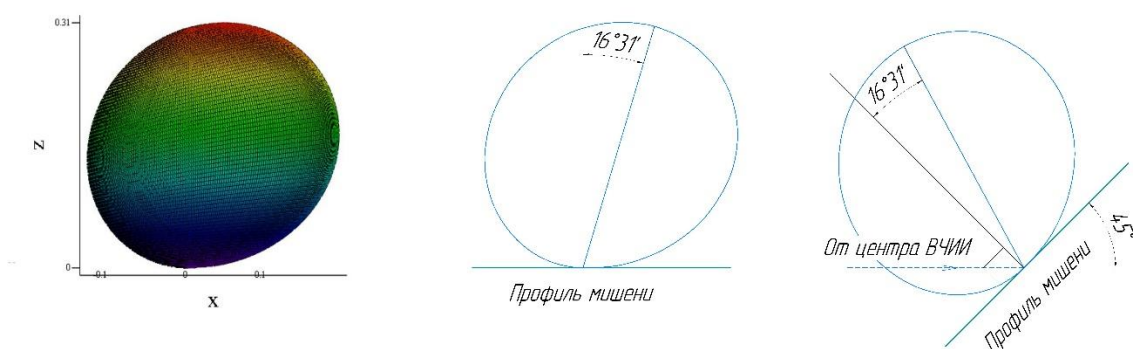


Рисунок 18 – Индикатриса распыления мишени из тантала, рассчитанная по соотношению (5) ($E_{Xe} = 780$ эВ, угол падения $\alpha = 45^\circ$)

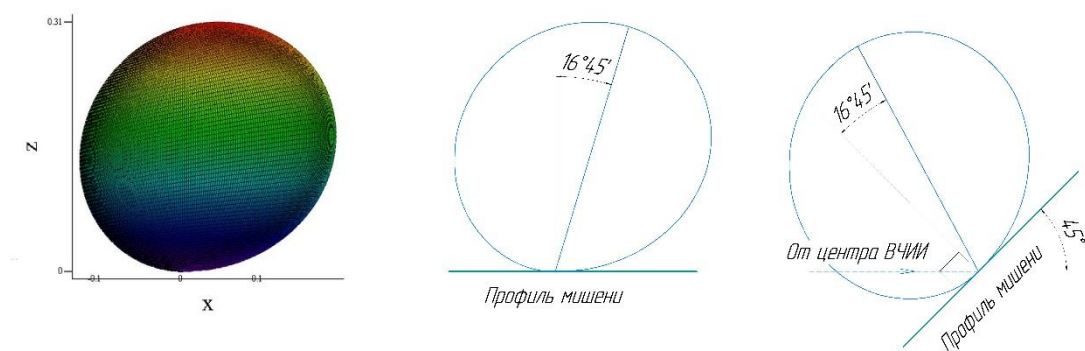


Рисунок 19 – Индикатриса распыления мишени из титана, рассчитанная по соотношению (5) ($E_{Xe} = 780$ эВ, угол падения $\alpha = 45^\circ$)

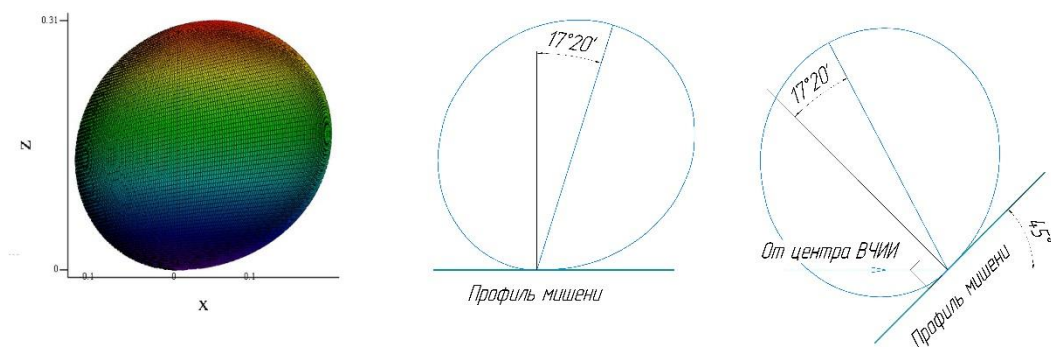


Рисунок 20 – Индикатриса распыления мишени из кремния, рассчитанная по соотношению (5) ($E_{\text{Xe}} = 780$ эВ, угол падения $\alpha = 45^\circ$)

Для примера на рисунке 21 представлена принципиальная схема действующей технологической установки с индикатрисами распыления титановой мишени.

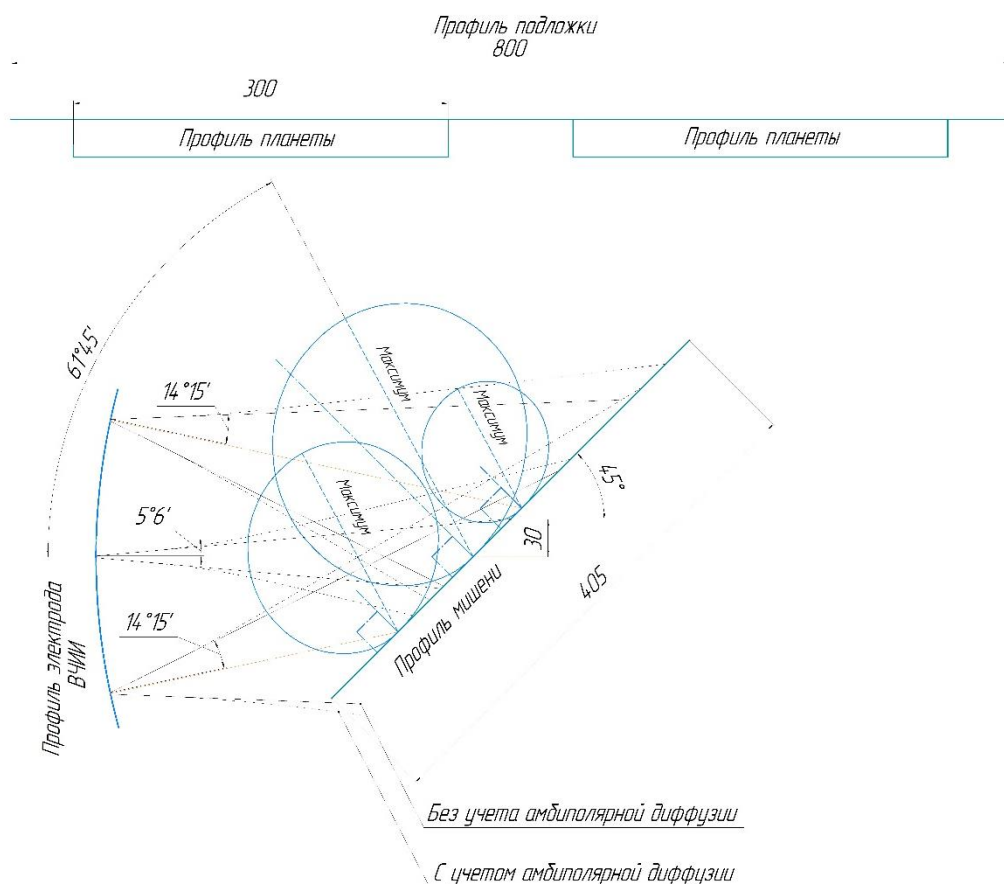


Рисунок 21 – Принципиальная схема действующей технологической установки с рассчитанными по соотношению (5) индикатрисами распыления для титановой мишени

Согласно рассчитанным данным, максимум индикатрисы распыления должен располагаться под углом ($58^{\circ}18'$) относительно оси распространения ионного пучка. Однако стоит отметить, что сравнение индикатрис, полученных с помощью соотношения (8), с многочисленными экспериментальными данными показывает, что реальная картина распределения потоков распылённых атомов несколько отличается от результатов расчёта [34 - 38].

В литературных источниках для Ta, Ti и Si при нужных углах падения ионов Xe^+ с энергией порядка 1 кэВ в основном имеются экспериментальные данные по дифференциальным коэффициентам распыления. Для примера, на рисунках 22 и 23 для различных углов падения и энергий падающих ионов представлены индикатрисы дифференциальных коэффициентов распыления для Ta и Ti, построенные по аппроксимирующим зависимостям, полученным на основе экспериментальных данных.

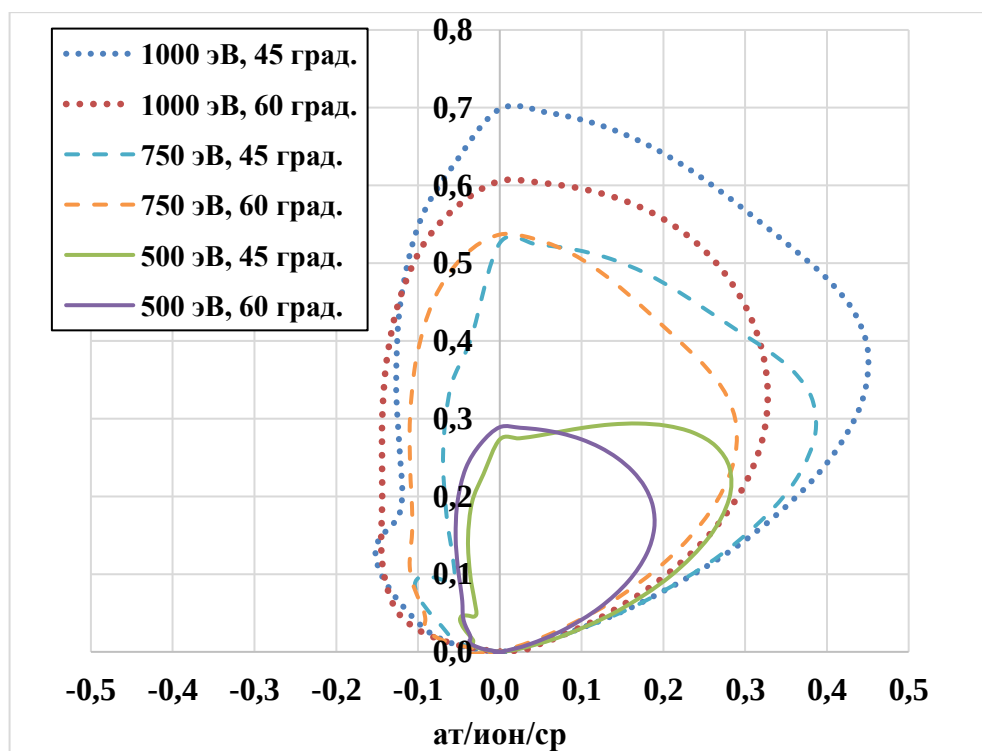


Рисунок 22 – Индикатриса дифференциального коэффициента распыления Ta ионами Xe^+ [38]

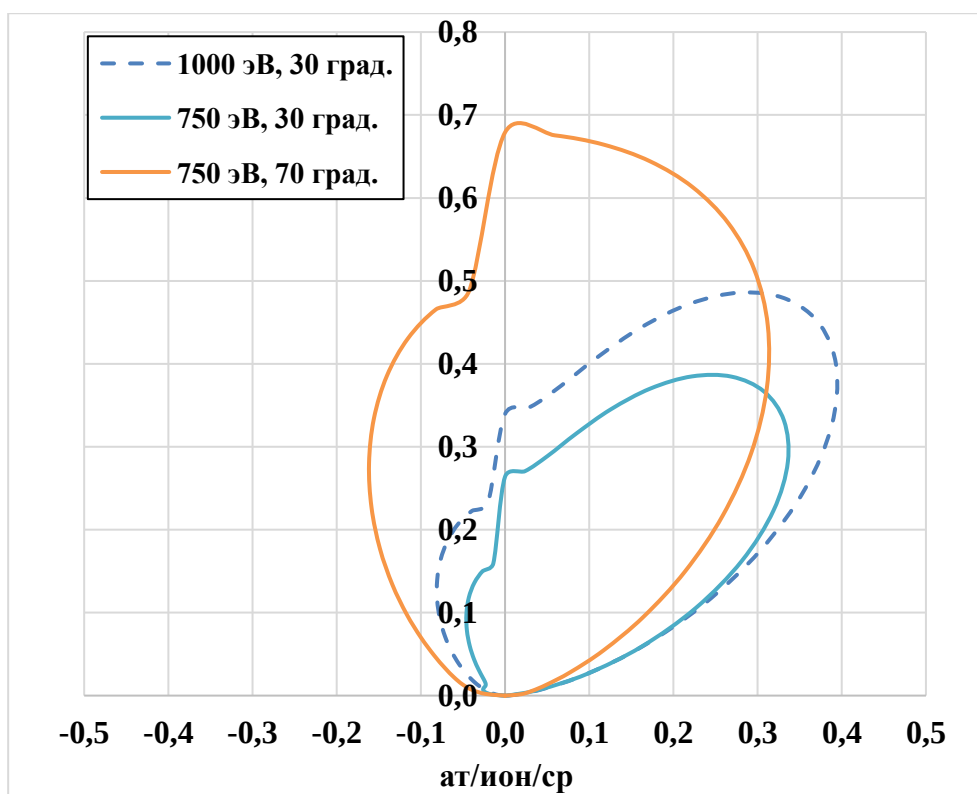


Рисунок 23 – Индикатриса дифференциального коэффициента распыления Ti ионами He^+

В качестве дополнительной информации на рисунке 24 представлена экспериментально полученная индикатриса распыления для Si при энергии ионов He^+ 20 кэВ [39]. Информация с условиями проведения эксперимента приведена в таблице, расположенной над графиком сечения индикатрисы. Стрелкой слева отмечено направление траектории движения падающих на мишень ионов.

INFORMATION			
87 2 8 XE $\Rightarrow$ SI			
INCIDENT ANGLE	45°	ENERGY (EV)	2.00 X10 ⁴
TARGET	POLY	EPSILON	3.82 X10 ⁻²
ENVIRONMENT	UHV	GAMMA	5.81 X10 ⁻¹
SPUTTERED ATOM (S)	SI	Q	2.00 X10 ⁻²
ION XE 54 131		EJECTION ANGLE	
TARGET SI 14 28.1		EXP.	0.00°
		CAL.	47.5°
REFERENCE 87.2			

SI

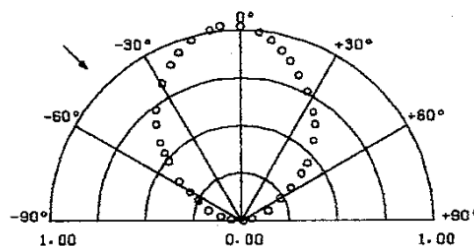


Рисунок 24 – Экспериментально полученная индикатриса распыления для Si

Как видно из приведенных экспериментальных данных в рассмотренных комбинациях ион-мишень индикатрисы распыления имеют существенно ассиметричную форму (кроме случая, представленного на рисунке 22 с энергией ионов 20 кэВ), при которой косинусоидальное приближение не применимо, причем как подкосинусное, так и надкосинусное. Максимум распределения распыленного с мишени материала в зависимости от угла падения и энергии ионов будет находиться в диапазоне углов ζ от 20° до 50°. В поперечной плоскости индикатрисы будет иметь известную форму «бабочки» [40].

Выводы к главе 2

В действующей технологической установке максимум распределения распыленного с мишени материала будет расположен в направлении, составляющим с направлением движения ионного потока угол, равный:

$$\chi = \alpha + \zeta. \quad (10)$$

То есть, в случае угла поворота мишени на 45° угол χ будет лежать в диапазоне от 65° до 95° , что означает, что в зависимости от параметров распыления (угла поворота и материала мишени, энергии ионов) сдвиг направления максимального потока распылённых частиц будет либо в сторону к ионному источнику на значение до 25° , либо до 5° от него, относительно отложенной от центра мишени вертикали установки.

В качестве источника первичного ионного пучка использовался ускоритель с анодным слоем, генерирующий пучок широкого энергетического спектра от 90 до 500 эВ и разрядным током до 10 А, работающий на смеси криптона и кислорода, где криптон служит газом для уплотнения плёнки, а кислород для получения диэлектрической плёнки оксида. Также в качестве источника первичного ионного пучка использовался радиочастотный трёхсеточный ионный источник распыления мишеней с вогнутой ионной оптикой для фокусировки пучка. Энергетический спектр которого является слаборасходящимся, полуугол расходимости ионного пучка в зависимости от загрязнённости внешнего электрода варьируется от 4° до 7° . Энергия выходящего потока ионов в соответствии с рабочим режимом источника распыления изменяется от 700 до 1000 эВ в зависимости от распыляемого материала при значении разрядного тока до 600 мА.

Метод позволяет надёжно регистрировать и проводить энергоанализ первичных и отраженных ионов при плотности первичного ионного пучка менее 10 мкА/см^2 . Особенностью эксперимента является то, что в качестве генераторов первичного пучка могут быть использованы и любые типы ионных источников, представляющих интерес для технологических процессов осаждения материалов в вакууме.

Определено, что в зоне размещения подложек при ионно-лучевом распылении исследованных ионных источников зарегистрированы первичные и отраженные ионы с плотностью тока на уровне 1 мкА/см^2 . Максимум энергетического распределения приходится на диапазон от 160 до 300 эВ, что превышает пороги распыления для большинства материалов, в частности

распыление плёнок из Ta_2O_5 происходит при энергии от 20 до 400 эВ, а SiO_2 при 200 эВ [39] или меньше, в зависимости от структуры. С ростом средней энергии ионов распыляющего пучка спектр отраженных ионов расширяется в сторону высоких энергий, практически при сохранении положения максимума. Отмечаются пики высокоэнергетичных отраженных ионов с энергией свыше 1000 эВ на периферии зоны.

Основным предложением по улучшению качества оптических элементов и минимизации влияния первичных ионов на подложки во время нанесения оптического покрытия является внедрение в технологический процесс источника радиочастотной плазмы для ассистирования и окисления.

Относительно источников холлового тока радиочастотный источник плазменного пучка на индуктивно связанной плазме обладает рядом преимуществ, в частности:

- отсутствие распыления элементов конструкции;
- термическая стабильность выходного пучка ионов;
- простая конструкция, фактически не требующая технического обслуживания;
- квазинейтральный ионный пучок с энергией не выше 100 эВ;
- высокая плотность плазмы в сочетании со степенью диссоциации технологических газов до 90 %.

Источник ионов на индуктивно связанной плазме генерирует пучок ионов, извлекаемый круглой заземленной вытяжной сеткой диаметром 100 мм. Потенциал извлечения обеспечивается потенциалом плазмы источника ионов, обычно от 10 до 20 В. Небольшое количество быстрых электронов с энергией, превышающей 20 В, также покидают источник, но отклоняются к стенке газоразрядной камеры под действием слабого магнитного поля [41]. Ионы с низкой энергией предназначены для модификация нанесенной поверхности. Таким образом, ионы, поступающие из источника ионов с ионной поддержкой, должны обладать энергией ниже порога распыления нанесенного материала. Для большинства материалов, используемых в современных технологиях, этот порог

распыления составляет на уровне от 15 до 30 эВ [42]. При помощи радиочастотного источника ионов индуктивно связанной плазмы со встроенной согласующей сетью также удастся добиться получения атомарного кислорода, так как молекулярный кислород, подаваемый в газоразрядную камеру, будет диссоциировать под действием высоких частот на атомы, что позволит существенно повысить скорость и качество окисления распыляемого материала. Спектр излучения ионного источника окисления был зарегистрирован через смотровое окно напылительной камеры. Стрелки на рисунке 25 показывают положения линий излучения атомарного кислорода с соответствующими электронными конфигурациями. Время экспозиции при записи спектра составляло 30 с. Видно, что помимо атомарного кислорода, в спектре излучения присутствуют и другие элементы, предположительно молекулы, в состав которых входит кислород. Этот факт подтверждается большей шириной наблюдаемых полос по сравнению с линиями излучения атомарного кислорода. Спектр излучения плазмы газового разряда в кислороде был исследован методом эмиссионной оптической спектроскопии. Измерения осуществлялись с использованием оптоволоконного спектрометра StarLine AvaSpec-ULS4096CL-EVO, обладающего спектральным разрешением примерно 1 нм. Для подачи излучения на входную щель спектрометра использовался кварцевый оптоволоконный кабель.

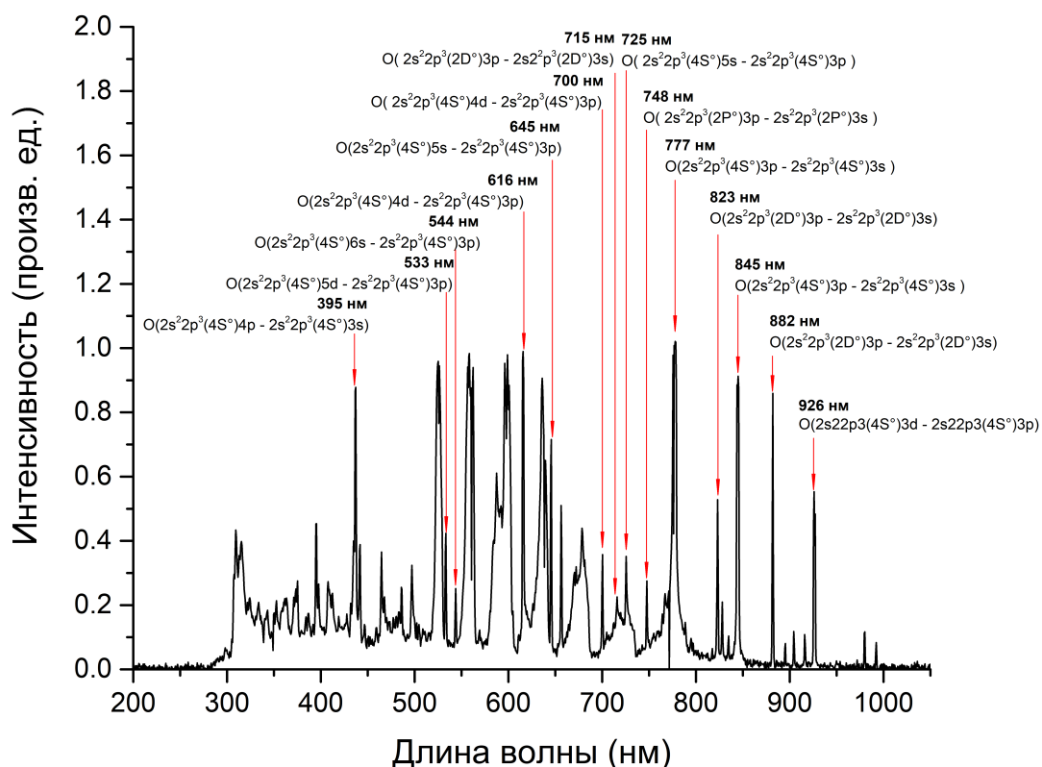


Рисунок 25 – Спектр излучения плазмы кислородного разряда с указанием положения линий излучения атомарного кислорода с соответствующими электронными конфигурациями

По ярко выраженным высоким вертикальным линиям, отмеченным стрелками, можно свидетельствовать о превалирующем количестве атомарного кислорода над молекулярным, что благоприятно сказывается на процессе окисления осаждаемых материалов.

Установлено, что оптимальным с точки зрения эффективности генерации и, как следствие, окисления в данной конфигурации ионного источника является диапазон мощности от 820 Вт до 850 Вт, при дальнейшем увеличении мощности относительная доля атомарных ионов снижается. Доказательство эффективности данного метода окисления и уменьшение потерь в зеркалах и фильтрах, показано в главе 5 и 6 данной работы.

3 Применение компьютерного моделирования в технологии изготовления оптических покрытий

Контроль процесса напыления необходимо производить с помощью комбинированной системы оптического контроля, которая включает в себя монохроматический и широкополосный оптические контроли.

Широкополосный оптический контроль позволяет выполнять измерения спектра пропускания покрытия подложки в процессе напыления на каждом обороте подложки вокруг оси вакуумной камеры; за один оборот последовательно выполняются измерения на всех вращающихся подложках в диапазоне от 400 до 1100 нм [43].

Монохроматический оптический контроль позволяет выполнять измерения спектра пропускания покрытия образца-свидетеля на одной длине волны в диапазоне от 400 до 1100 нм. Монохроматический оптический контроль работает параллельно с прямым оптическим контролем на протяжении всего времени напыления.

Современные многослойные оптические покрытия, в первую очередь покрытия для высокотехнологичных применений, могут состоять из десятков и даже сотен слоев [44]. Надежный контроль толщины слоя во время его нанесения является основным фактором, определяющим прогресс во многих областях, требующих использования оптических покрытий. При производстве сложных покрытий с большим количеством слоев наиболее широко используется оптический контроль процесса нанесения [45 - 50].

В процессе напыления для широкополосного оптического контроля автоматически рассчитывается значение функции невязки (значение ошибки приближённого равенства) напыляемого слоя. Невязка является мерой несовпадения измеряемой кривой спектра пропускания покрытия и расчетной кривой спектра пропускания покрытия. Невязка вычисляется путем деления суммы модулей разностей между измеренным значением пропускания и

расчетным его значением в каждой спектральной точке на количество спектральных точек.

Толщина покрытия оптической подложки и образца-свидетеля определяется также автоматически с помощью программного обеспечения, исходя из измеряемых спектров пропускания покрытия подложки и спектров пропускания покрытия образца-свидетеля, соответственно.

Контроль процесса напыления начальных слоев производится с помощью монохроматического оптического контроля, при этом остановка напыления каждого слоя и переход к напылению следующего слоя осуществляется при достижении минимума функции невязки широкополосного оптического контроля.

Оптические свойства плёнок, полученных при разных условиях осаждения, различны. Поэтому, для создания зеркала с требуемыми спектрами отражения уже на этапе проектирования необходимо выполнить моделирование будущей структуры. Модель должна включать точное определение показателей преломления тонких пленок, составляющих оптическое покрытие. При ошибочном моделировании оптических покрытий и неверном выборе показателя преломления оптическое изделие получится ненадлежащего качества и не будет удовлетворять поставленной задаче по нанесению того или иного оптического покрытия [51, 52]. При показателе преломления стекла n порядка 1,51 от двух поверхностей раздела стекла и воздуха отражается порядка 8,6 % падающего под углом 0° относительно нормали к поверхности света.

3.2 Исследование оптических постоянных плёнокообразующих материалов для нанесения оптических покрытий с помощью компьютерного моделирования

Функционал встроенной высокоточной оптической системы для одно- или многослойных покрытий включал: двулучевое управление с четырехфазным разделенным и разомкнутым оптическим лучом, многократный длинноволновой мониторинг для определения окончания процесса, полное спектральное

сканирование между слоями [44]. Сканирование проводилось в диапазоне длин волн от 400 до 1100 нм. Спектральные свойства пленок определяли с помощью спектрофотометра Agilent Cary 7000 [53].

Одним из главных требований, предъявляемым к покрытиям, является устойчивость к воздействию излучения. Поэтому, для формирования тонкоплёночной многослойной структуры были выбраны такие материалы пленок как диоксид кремния и пентаоксид тантала.

Оксид тантала (Ta_2O_5) обладает высокой преломляющей способностью и прочностью, что делает его идеальным материалом для использования в лазерных системах. Имеет высокую оптическую стабильность и химическую инертность, что позволяет ему сохранять свои оптические свойства в широком диапазоне температур и условий окружающей среды. Он также обладает высокой лазерной устойчивостью и может выдержать высокие значения мощности лазерных лучей.

Диоксид кремния (SiO_2) обладает хорошей прозрачностью в инфракрасном диапазоне спектра, высокой прочностью, твердостью и высокой устойчивостью к коррозии и различным веществам. Лазерные зеркала, имеющие в своём составе слои диоксида кремния, имеют хорошие оптические свойства, такие как низкий коэффициент поглощения света, что позволяет им выдерживать высокие мощности лазерных лучей. Они также обладают хорошей устойчивостью к термическому удару и механическим воздействиям.

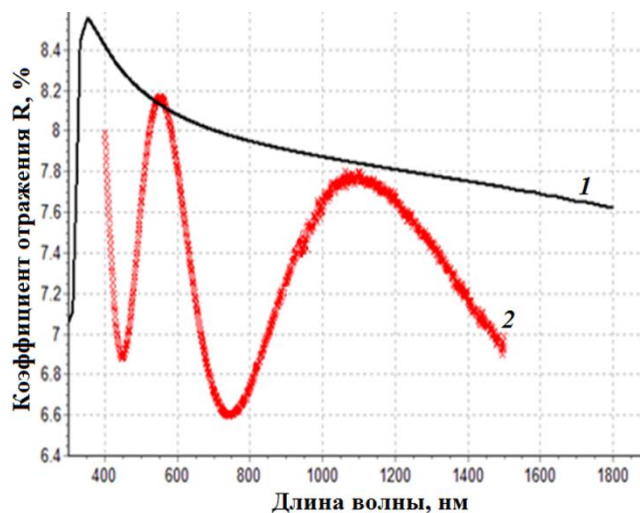
Моделирование включало определение фактических показателей преломления, внесение в расчёт коэффициента экстинкции материалов, используемых для изготовления отражающего покрытия.

Образцы для исследований были получены методом высокочастотного ионно-лучевого распыления мишени в вакуумной установке Reticle (IBSD) производства фирмы Angstrom Engineering Inc [54].

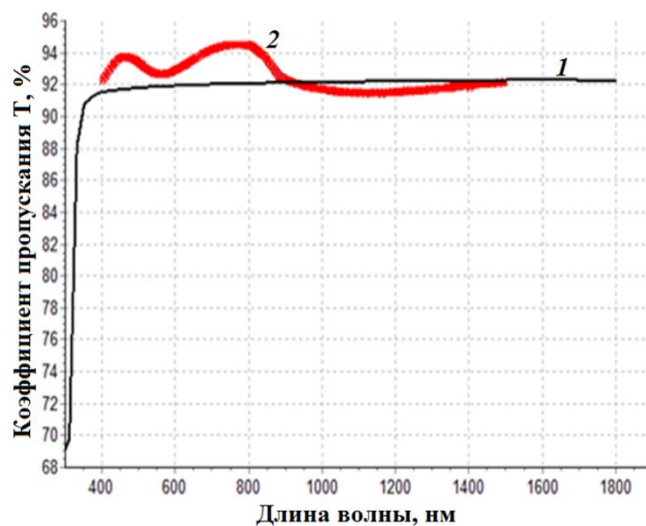
Данная установка позволяет наносить пленки на пластины диаметром до 320 мм с заданной скоростью вращения и включает в себя:

- высокочастотный трёхсеточный ионный источник распыления, а также ионный источник ассистирования торцевой Холла с энергиями пучка до 300 эВ;
- до четырех видов мишеней для получения многослойных покрытий;
- монохроматический оптический контроль толщины и скорости напыления фирмы Intellmetrics;
- управление процессом осаждения программным обеспечением Aeres;
- криогенную откачку до 10^{-8} мБар;

Показатель преломления полученных диэлектрических пленок определялся в несколько этапов при помощи программного комплекса «OptiChar». Сначала было выполнено сравнение спектральных данных плёнки SiO_2 и непокрытой подложки из стекла марки ВК-7. На рисунке 26 указаны измеренные зависимости коэффициента отражения R и коэффициента прозрачности T от длины волны.



а)



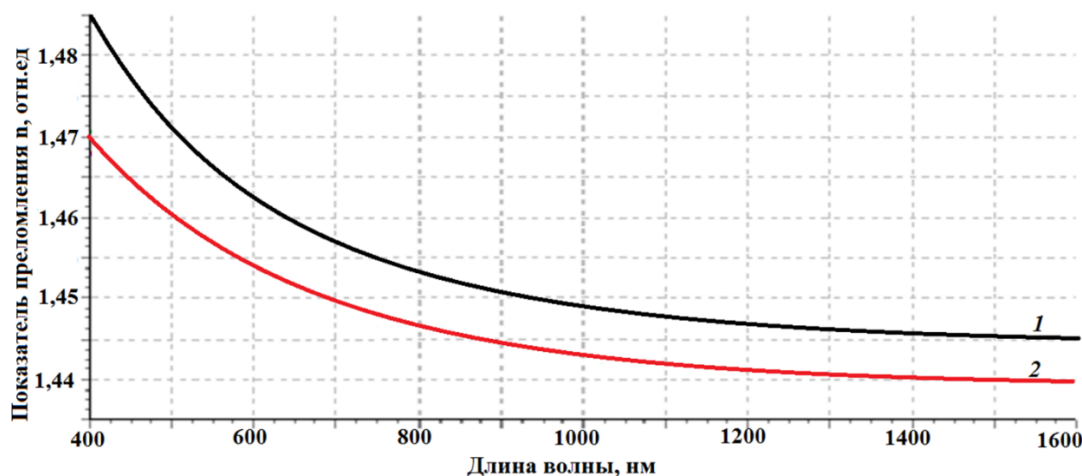
б)

1 – непокрытая подложка из стекла марки ВК-7; 2 – плёнка SiO_2

Рисунок 26 – Зависимость коэффициента отражения R (а) и коэффициента прозрачности (пропускания) T (б) от длины волны

Результаты измерений коэффициента отражения и коэффициента пропускания для SiO_2 позволили более точно определить значение показателя преломления диэлектрической пленки в диапазоне длин волн от 400 до 1600 нм.

На рисунке 27 приведен сравнительный график спектральных зависимостей показателя преломления пленки SiO_2 : справочной и расчетной.

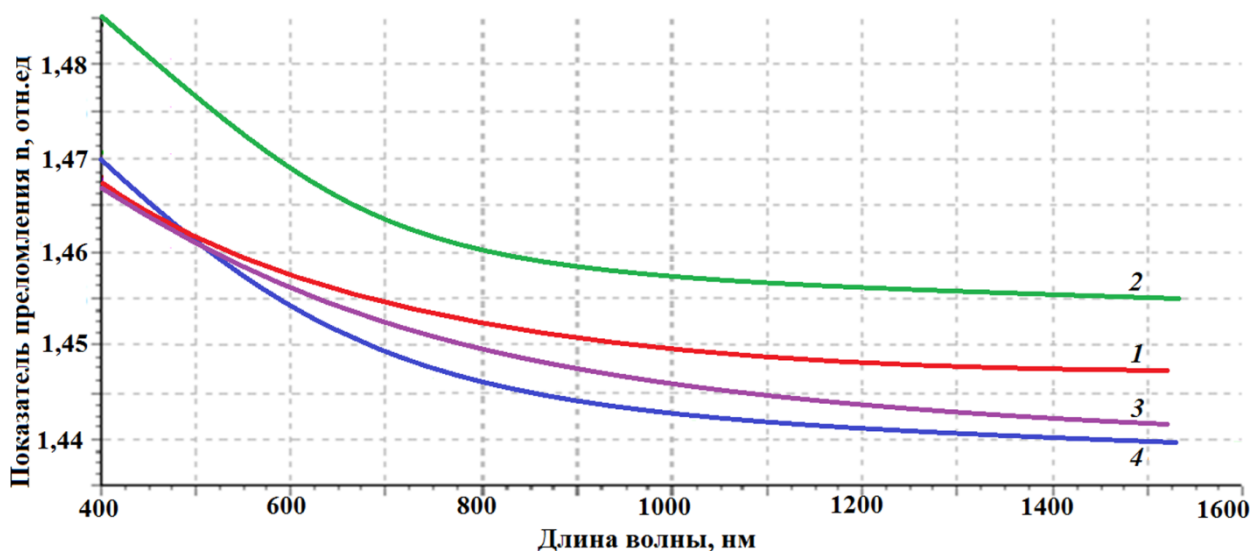


1 – литературные данные; 2 – результаты моделирования

Рисунок 27 – Зависимость показателя преломления плёнки SiO_2 от длины волны

Значения показателя преломления, полученные в результате моделирования, удовлетворительно согласуются со справочными данными, однако расчетные значения на 1 % меньше.

Еще большее отклонение фактических значений от справочных может дать отражение светового пучка от второй стороны подложки. Для исключения влияния такого эффекта необходимо произвести корректировку и определить спектральные зависимости показателя преломления в случае одностороннего отражения плёнки SiO_2 на подложке из стекла марки ВК-7. Полученные результаты сопоставлены с известными литературными данными для показателей преломления пленок SiO_2 и указаны на рисунке 28.



1 – литературные данные; 2 – экспериментальные данные, измеренные на одной стороне образца; 3 – экспериментальные данные, измеренные с учётом второй стороны образца; 4 – расчётные данные, полученные с учётом второй стороны образца

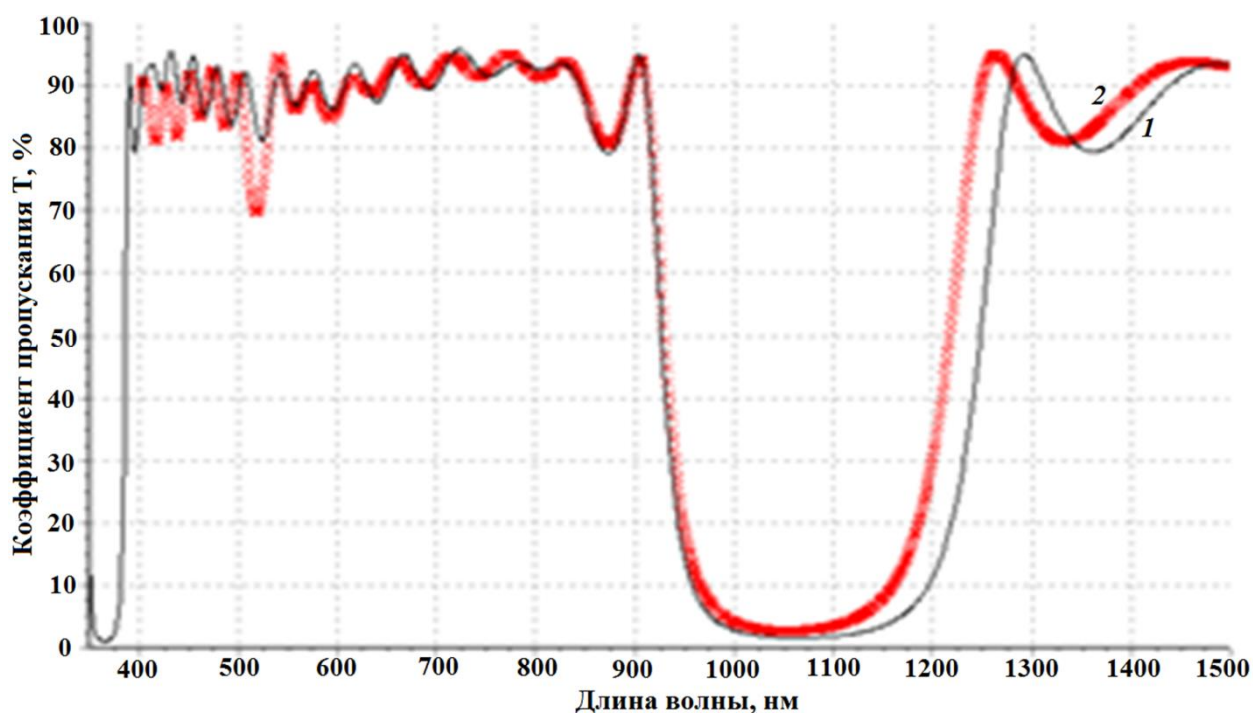
Рисунок 28 – Зависимость показателя преломления плёнки SiO_2 от длины волны

Вычисленный показатель преломления пленки SiO_2 , описывается кривой, начинающейся со значения 1,471 при значении длины волны 400 нм. Эта

спектральная зависимость показателя преломления была использована при моделировании многослойного зеркала.

Показатель преломления n пленки Ta_2O_5 был определен тем же образом и также с использованием подложки из стекла марки ВК-7. Заметим, что от двух поверхностей раздела стекла ($n \approx 1,51$) и воздуха отражается около 8,6 % света, падающего под углом 0° относительно нормали к поверхности [55].

Качество моделирования было оценено с помощью модели зеркала с опорной длиной волны 1060 нм, состоящей из семи пар четвертьволновых слоёв. После нанесения пленок и формирования оптического покрытия сравнивались расчетная (1) и фактическая (2) спектральные кривые, указанные на рисунке 29.



1 – расчётная кривая тестового зеркала; 2 – фактическая кривая тестового зеркала

Рисунок 29 – Зависимость коэффициента пропускания в модели зеркала от длины волны

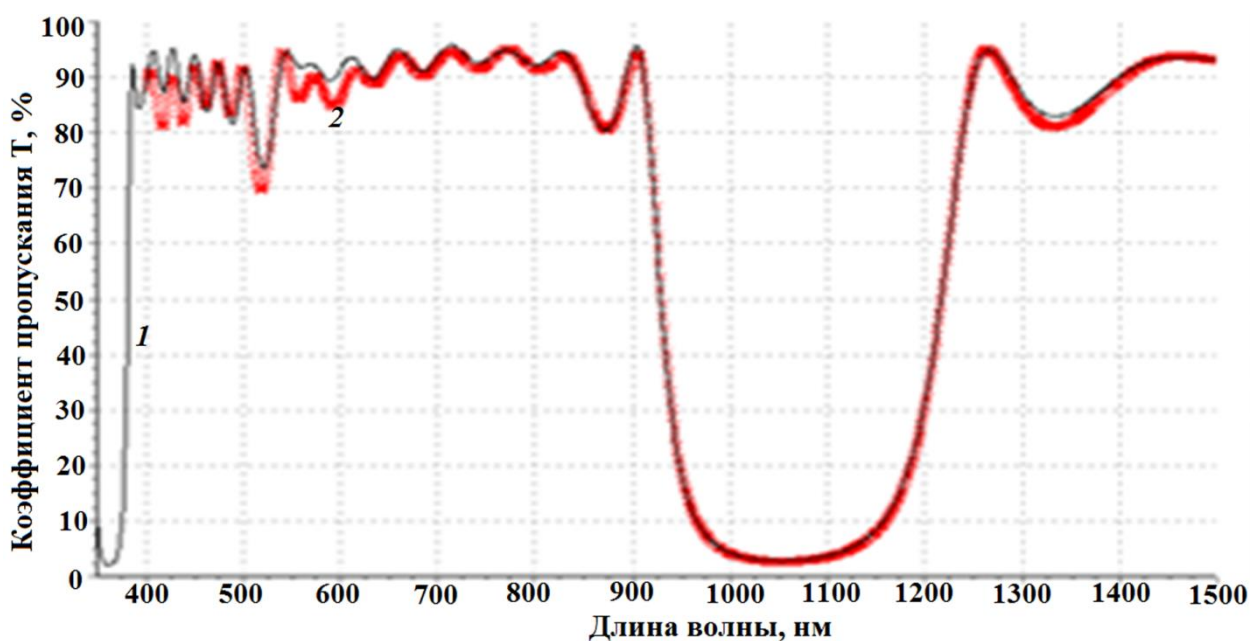
3.3 Результаты моделирования

Выполненный сравнительный анализ с помощью программы «OptiRE» показал, что:

1) существуют систематические ошибки в Н (Ta_2O_5) и L (SiO_2) слоях – несоответствие спектральных кривых в диапазоне длин волн (530 ± 20) нм;

2) значения показателей преломления для SiO_2 и Ta_2O_5 определены недостаточно точно – фактическая ширина высоко отражающей области уже, чем расчетная.

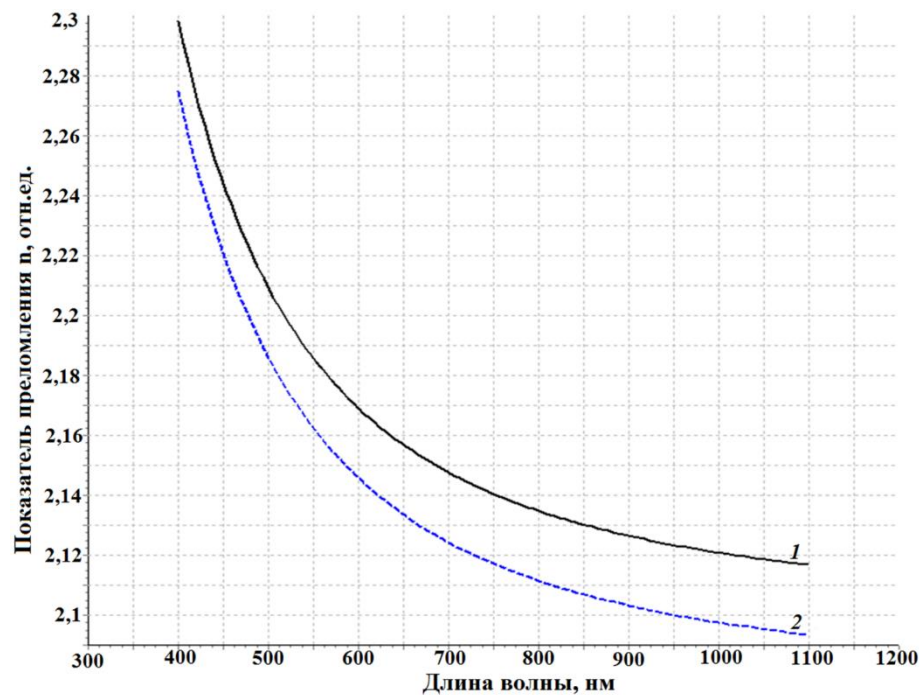
Применяя обратное проектирование с тремя неизвестными параметрами [56 - 58]: показателем преломления Н-слоя и систематическими ошибками в определении значений толщины Н- и L-слоёв, было достигнуто хорошее совпадение ширины высоко отражающих областей и спектральных кривых пропускания в диапазоне длин волн (530 ± 20) нм, что указано на рисунке 30.



1 – расчётная кривая тестового зеркала; 2 – фактическая кривая тестового зеркала

Рисунок 30 – Зависимость коэффициента пропускания от длины волны.

Для того, чтобы обеспечить такое совпадение спектральных кривых оптического зеркала, при моделировании необходимо применять откорректированное значение показателя преломления пленки Ta_2O_5 . График зависимости уточненного (откорректированного) показателя преломления Ta_2O_5 показан на рисунке 31.



1 – расчет; 2 – корректировка

Рисунок 31 – Зависимость показателя преломления Ta_2O_5 от длины волны

Значение систематических ошибок в Н- и L-слоях приведено на диаграмме, представленной на рисунке 32.

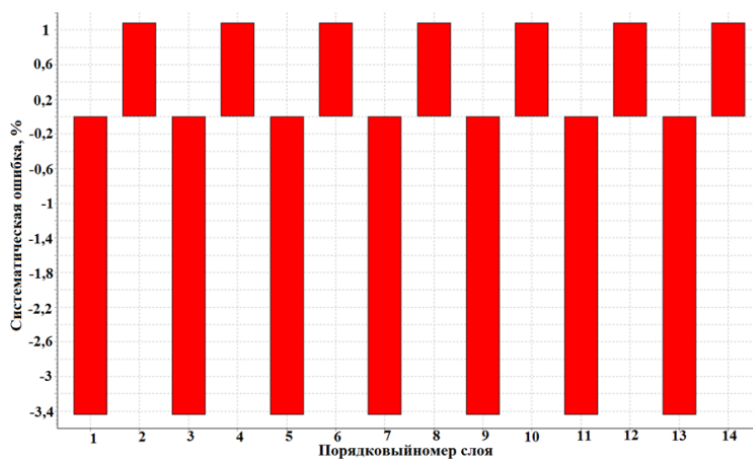


Рисунок 32 – Диаграмма систематических ошибок в слоях тестового зеркала после корректировки показателя преломления пленки Ta_2O_5

Выводы к главе 3

При моделировании многослойного зеркала была создана многослойная структура, состоящая из чередующихся диэлектрических пленок SiO_2 и Ta_2O_5 , полученных методом реактивного ионно-лучевого распыления мишени.

Определены спектральные зависимости показателя преломления материалов, используемых для нанесения проектируемого покрытия.

Требуемые спектральные характеристики зеркала были обеспечены за счет уточнения показателя преломления пленок SiO_2 и Ta_2O_5 , а также установления значения систематических ошибок в H- и L-слоях, определенных из in-situ данных (во время процесса напыления). Значения ошибок не превышают 1 % в слоях SiO_2 и 3,4 % в слоях Ta_2O_5 , что является компромиссным результатом сходимости расчётных и экспериментальных данных.

4 Измерение поглощения в тонких плёнках

4.1 Анализ существующих методов измерения поглощения в оптических покрытиях

Поглощение в оптических покрытиях можно измерить несколькими способами:

1 Спектроскопия UV-Vis-NIR. Этот метод используется для измерения поглощения в оптических покрытиях в широком диапазоне длин волн. Принцип основан на определении количества поглощенного света оптическим покрытием в зависимости от длины волны света. Результаты измерений анализируются на основе закона Бугера-Ламберта-Бера [59].

2 Меры кварцевых резонаторов. Этот метод используется для измерения очень малых значений поглощения оптических покрытий. Он основан на измерении изменений резонансных частот волноводных резонаторов под влиянием поглощения на поверхности оптического покрытия.

3 Кривая S-образной формы. Этот метод используется для измерения поглощения в оптических покрытиях в видимом диапазоне. Принцип основан на измерении степени отражения света от покрытия в зависимости от длины волны света. Результаты измерений анализируются на основе математической кривой S-образной формы.

4 Термогравиметрический анализ. Этот метод используется для измерения изменения массы оптического покрытия при его нагревании. Массовые изменения связаны с поглощением света покрытием.

5 Фототермический метод. Этот метод основан на измерении тепловых эффектов, которые происходят при облучении покрытия лазером. Часть поглощенного света в оптическом покрытии преобразуется в тепло, которое затем измеряется при помощи преобразователя термоэлектрического или тепловизора. Данный способ измерения поглощения тонких пленок основан на методе Шака-Гартмана, который заключается в измерении локальных наклонов

волнового фронта между референтным волновым фронтом (обычно плоским) и измеряемым волновым фронтом. Особенно хорош данный метод в ближней инфракрасной области.

Для задач, поставленных в данной работе, наиболее подходящим является фототермический метод измерения поглощения в оптических покрытиях.

4.2 Алгоритм способа измерения поглощения в тонких плёнках фототермическим методом

Методы расчета тонкопленочных оптических покрытий хорошо разработаны и давно известны [60]. На характеристики покрытий оказывают влияние свойства излучения, конструкция покрытий, а также свойства материалов слоев. И если спектральные зависимости показателя преломления для материалов покрытия сравнительно хорошо изучены, хотя и здесь есть масса тонкостей, то надежных актуальных данных по поглощению излучения практически нет. Для этого есть две основных причины:

- отсутствие апробированных методов для измерений поглощения в тонких пленках и соответствующих средств измерений;
- зависимость коэффициента поглощения от множества технологических факторов.

Один из способов измерения поглощения тонких пленок основан на использовании датчика Шака-Гартмана [61]. Метод заключается в измерении локальных наклонов волнового фронта между референтным волновым фронтом (обычно плоским) и измеряемым волновым фронтом.

Имеется гладкая исследуемая поверхность, которая облучается лазером для диагностики формы поверхности. Отраженный от поверхности луч проходит через систему фокусирующих линз и линзового растра. Линзовый растр делит падающее на него излучение на определенное количество частей, зависящее от количества микролинз. Затем луч фокусируется на матрицу камеры, как показано

на рисунке 33. Каждая микролинза производит отдельное фокусное пятно на датчике камеры.

Любое изменение волнового фронта будет вызывать смещение точек фокуса, то есть если мы попытаемся деформировать образец или изменить его положение, то это отразится на картине фокальных пятен.

Для того, чтобы измерить поглощение образца, необходимо облучить образец излучением силового лазера, сфокусированного на исследуемой поверхности образца. Вследствии того, что часть излучения поглощается, происходит локальный нагрев образца и на этом участке поверхность образца деформируется. Деформация, в свою очередь, вызывает смещение точек фокуса на матрице в соответствии с рисунком 33.

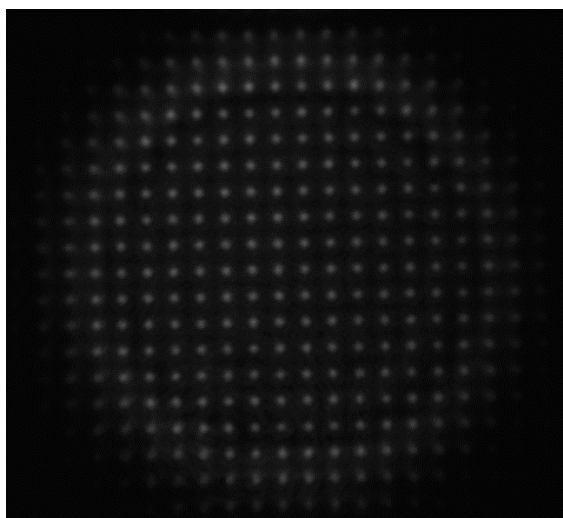


Рисунок 33 – Картина фокальных пятен линзового раstra

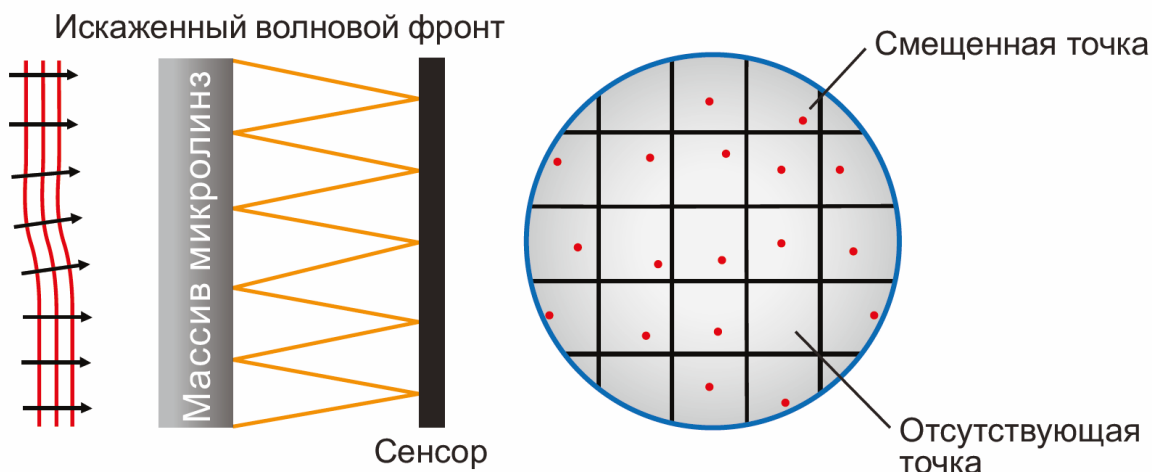


Рисунок 34 – Искажение волнового фронта

Далее необходимо построить математическую модель, с помощью которой возможно восстановить форму поверхности по изменению координат точек фокуса до облучения поверхности образца силовым лазером и после облучения. В основе модели лежит математический аппарат, основанный на разложении волнового фронта в ряд по полиномам Цернике с неизвестными коэффициентами [62]. Решение задачи восстановления формы поверхности на основе изображения фокальных пятен заключается в определении коэффициентов разложения. Для этого область, охватываемая изображением камеры, делится на локальные зоны, которые соответствуют апертурам линзового массива. Поиск координат центров фокальных пятен (x_k, y_k) k -й апертуры осуществляется методом центроидов:

$$\begin{aligned} x_k &= \sum_j^m \sum_i^n x_i I_{i,j} / \sum_j^m \sum_i^n I_{i,j}, \\ y_k &= \sum_j^m \sum_i^n y_i I_{i,j} / \sum_j^m \sum_i^n I_{i,j}, \end{aligned} \quad (6)$$

где $I_{i,j}$ - интенсивность в пикселе матрицы (x_k, y_k) k -й локальной апертуры.

Локальный наклон волнового фронта $W(x, y)$ в точках (x_k, y_k) соответствует уравнениям:

$$\begin{aligned}\frac{\partial W_k}{\partial x} &= \frac{\Delta x_k}{f}, \\ \frac{\partial W_k}{\partial y} &= \frac{\Delta y_k}{f},\end{aligned}\tag{7}$$

где f - фокусное расстояние линзового раstra;

$\Delta x_k, \Delta y_k$ - локальное смещение центров фокальных пятен вдоль осей x, y .

Вычислив смещения на каждом участке, можно найти коэффициенты разложения для $W(x, y)$ методом наименьших квадратов [63]. Отсюда получается форма поверхности, изображенная на рисунке 35.

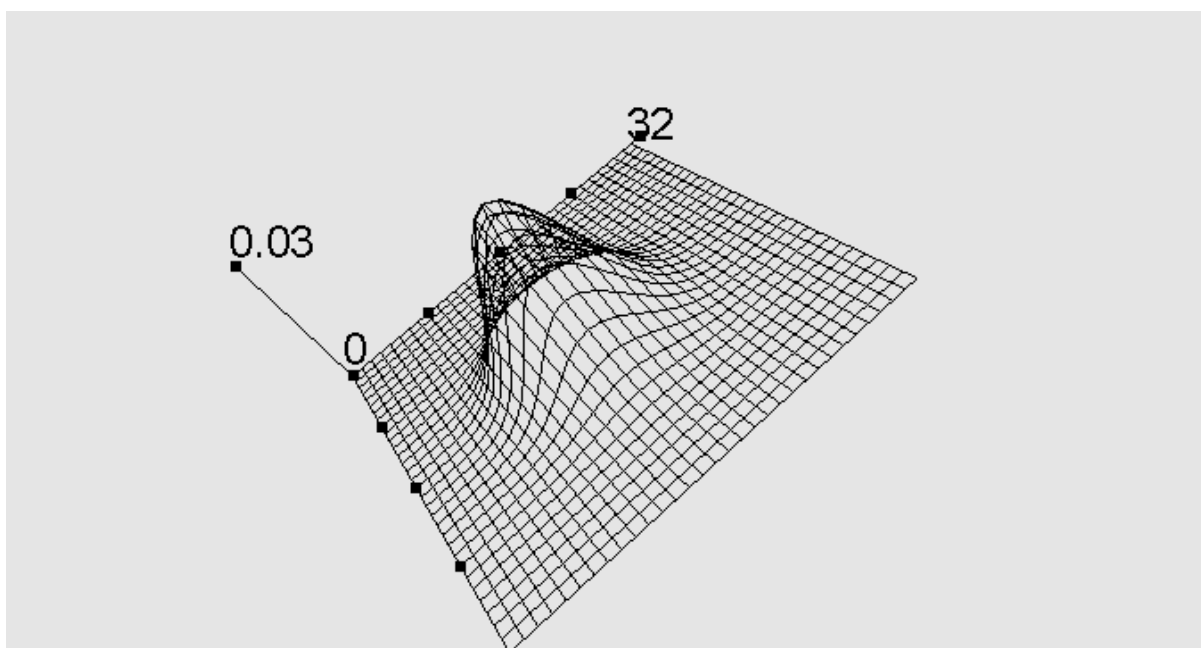
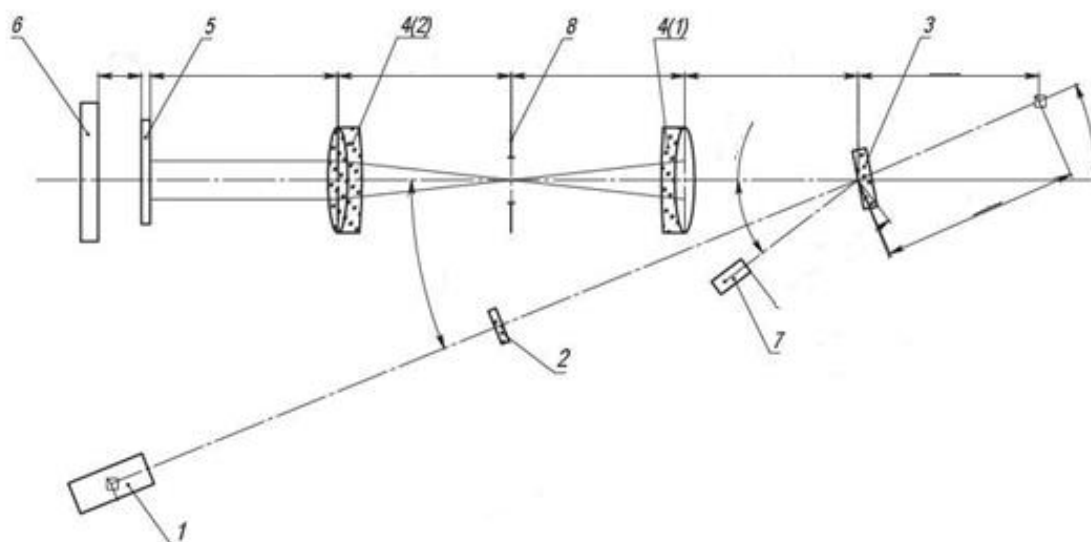


Рисунок 35 – Пример локального искривления поверхности зеркала, вызванного воздействием мощного лазерного излучения

4.3 Схема стенда для определения поглощения в тонких пленках

Концепция стенда для измерения поглощения излучения в тонких пленках основана на применении двух лазеров. Один используется для локального квазистационарного нагрева образца с покрытием, а второй – для контроля

формы поверхности на основе датчика Шака-Гартмана [63]. Оптическая схема стенда представлена на рисунке 36.



- 1 – силовой лазер; 2 – линза $f = 460$ мм; 3 – измеряемый образец;
 4(1), 4(2) – линзы с фокусным расстоянием 100 мм; 5 – микролинзовый растр;
 6 – матрица камеры; 7 – лазерный модуль для диагностики формы поверхности;
 8 – диафрагма с отверстием диаметром 100 мкм

Рисунок 36 – Оптическая схема стенда для измерения поглощения

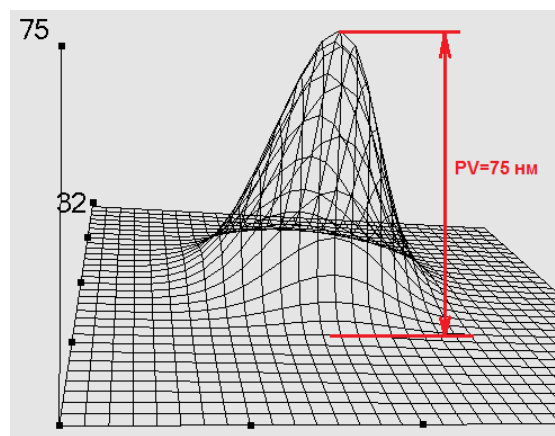
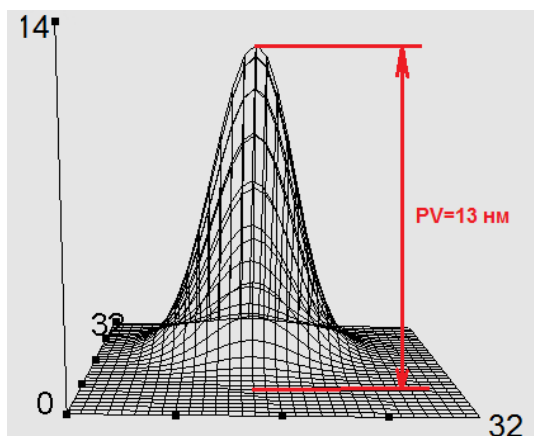
Источником мощного непрерывного излучения является лазер 1. Фокусировка излучения на поверхности образца 3 осуществляется с помощью линзы 2. Для контроля по методу Шака-Гартмана используется лазерный модуль CPS635R, который имеет длину волны 635 нм. Этот лазерный модуль обеспечивает высокую точность измерений и позволяет эффективно анализировать характеристики образца. Для формирования измерительного пучка используется телескоп, состоящий из линз 4(1) и 4(2). Для пространственной фильтрации применяется диафрагма, имеющая диаметр отверстия 100 мкм. Микролинзовый растр 5 имеет размер 10×10 мм. Шаг между микролинзами 300 мкм, микролинзы располагаются по квадратной решетке. Фокусное расстояние 14,6 мм. Регистрация гартманограмм осуществляется

камерой (6), имеющей матрицу 1/2" с разрешением 1,3 мегапикселей. Тип датчика КМОП, размер матрицы $6,1 \times 4,9$ мм, разрешение матрицы 1280×1024 пикселей, размер пикселя $4,8 \times 4,8$ мкм, скорость 88 кадров/с. Обработка гартманограмм осуществляется с помощью специально разработанного программного обеспечения.

4.4 Результаты измерения поглощения тонких пленок

В качестве материала с низким показателем преломления используется двуокись кремния SiO_2 . Выбор материалов с высоким показателем преломления гораздо шире [64]. В частности, могут использоваться Nb_2O_5 , Ta_2O_5 , ZrO_2 , HfO_2 , Al_2O_3 . И первый вопрос, который возникает при исследовании – это вопрос выбора материала.

Для определения оптимального метода нанесения покрытия и выявления наименее поглощающих пленкообразующих материалов было проделано следующее. На образцы из оптического стекла К9, имеющие размеры $25 \times 25 \times 10$ мм, различными методами напыления были нанесены однослойные оптические покрытия, состоящие из различных пленкообразующих материалов. Толщина образцов была подобрана таким образом, чтобы отражение от задней поверхности образца не попадало на линзовый растр и не вносило искажения в измерения. Оптическая толщина покрытий в каждом случае была одинакова и равна $d_{\text{опт}} = n \cdot d_{\text{физ}} = \lambda = 1070$ нм. Затем образцы подвергались воздействию лазерного излучения мощностью 100 Вт и с помощью метода Шака-Гартмана определялось локальное изменение формы облучаемого силовым лазером участка поверхности от исходной. Примеры локального искривления поверхности зеркала, вызванного воздействием мощного лазерного излучения, представлены на рисунке 37. Результаты измерений представлены в таблице 1.



а) кремниевый образец без покрытия

б) кремниевый образец с покрытием

Рисунок 37 – Примеры локального искривления поверхности зеркала, вызванного воздействием мощного лазерного излучения

Таблица 1 – Результаты измерений отклонения формы поверхности и расчетных значений коэффициента экстинкции

Материал плёнки	Метод осаждения	Изменение формы PV, нм	Коэф. экстинкции для λ , 10^{-5}
SiO ₂	Ионно-лучевое распыление в среде атомарного кислорода	18	1,1
	Магнетронное распыление	33	2
	Ионно-лучевое распыление с ассистированием источником торцевого Холла	34	2,1
	Электронно-лучевое испарение	57	3,5
Ta ₂ O ₅	Ионно-лучевое распыление в среде атомарного кислорода	22	5,2
	Ионно-лучевое распыление с ассистированием источником торцевого Холла	35	8,3
	Электронно-лучевое испарение	64	15

ZrO ₂	Ионно-лучевое распыление с ассистированием источником торцевого Холла	30	7,1
	Магнетронное распыление	42	9,9
	Электронно-лучевое испарение	62	14,7
HfO ₂	Ионно-лучевое распыление с ассистированием источником торцевого Холла	30	6,9
	Ионно-лучевое распыление в среде атомарного кислорода	28	6,6
	Электронно-лучевое испарение	57	12,5

Из таблицы 1 видно, что наименьшие изменения формы поверхности наблюдаются у покрытий из Ta₂O₅ и SiO₂, которые были получены методом ионно-лучевого распыления в среде атомарного кислорода с использованием ионов низкой энергии (менее 50 эВ). В связи с этим для последующих исследований были выбраны именно эти материалы, так как они продемонстрировали стабильность и минимальные деформации при воздействии внешних факторов

Выводы к главе 4

Для определения оптимального метода нанесения покрытия и выявления наименее поглощающих пленкообразующих материалов на образцы из оптического стекла К9 различными методами осаждения были нанесены однослойные оптические покрытия, состоящие из различных пленкообразующих материалов [44].

В результате измерения локального искривления волнового фронта с помощью датчика Шака-Гартмана было определено, что для поставленной задачи наибольшим образом подходят плёнки Ta₂O₅ и SiO₂, нанесенных методом ионно-лучевого распыления в среде атомарного кислорода.

5 Люминесцентная дефектоскопия тонкопленочных покрытий

В ходе создания тонкопленочных многослойных покрытий, широко применяемых в качестве брегговских диэлектрических зеркал, интерференционных светофильтров, фотонных кристаллов и др., возникает проблема дефектоскопии выращенных покрытий. Действительно, выращивание покрытий методом магнетронного и ионного распыления существенно неравновесный процесс. При бомбардировке ионами металлической мишени характерная кинетическая энергия распыленных частиц составляет единицы или десятки эВ, при этом имеется некоторое число частиц и с более высокими энергиями [65]. Так как энергетические пороги генерации дефектов в твердых телах составляют десятки эВ [66], такая бомбардировка поверхности выращиваемого покрытия приводит к образованию дефектов как в его структуре, так и в структуре поверхности и приповерхностного слоя подложки. В целом, возможны и другие механизмы формирования дефектов в выращиваемых пленках. Таким образом, выращиваемые покрытия могут содержать значительную концентрацию дефектов.

Дефекты твердого тела – это области нарушения регулярности его структуры [67, 68]. Дефекты бывают точечные и протяженные. К точечным дефектам относятся вакансии, междоузельные и примесные атомы, а также комбинации этих дефектов. К протяженным - краевые и винтовые дислокации, микротрещины, плоскости двойникования, границы зерен и блоков, стенки доменов, дефекты упаковки, микропустоты, поры, частицы другой фазы, включения других веществ, состоящие из большого числа атомов, а также отдельно рассматривается поверхность кристалла как 2-мерный протяженный дефект.

Важнейшей особенностью дефектов в диэлектрических материалах является то, что их энергетические уровни могут лежать в области прозрачности вещества – внутри его запрещенной зоны. В данном контексте дефекты в материалах могут вызывать оптическое поглощение падающего светового излучения, что негативно сказывается на их производительности. В то же время,

дефекты, не вызывающие поглощения, могут увеличивать вероятность рассеяния и деполяризации падающего излучения. Оба этих эффекта являются нежелательными, так как они снижают эффективность и характеристики оптических устройств, основанных на многослойных диэлектрических структурах.

Так, мощные лазеры обладают высокой интенсивностью излучения, наибольшие значения которой достигаются во внешних слоях многослойных зеркал, отражающих это излучение. Такие зеркала могут располагаться в оптическом тракте за пределами резонатора, а также в лазерном резонаторе. В последнем случае качество зеркал напрямую определяет характеристики лазера. Действительно, наличие оптического поглощения лазерного излучения в многослойных структурах приводит к их перегреву и к их оптическому пробое, ограничивая таким образом предельную мощность генерации лазера и параметры устройств, в состав которых он входит. Рассеяние излучения, обусловленное дефектами, приводит к ухудшению добротности лазерного резонатора, так как рассеянное излучение может безвозвратно уходить из резонатора, что представляет собой дополнительные потери. Помимо этого, рассеянное излучение может обладать фазой, отличной от той, которая соответствует падающему излучению. Следовательно, рассеяние сбивает фазу лазерного излучения, что также уменьшает мощность лазерного излучения в резонаторе, а также уширяет его линию генерации. Так как дефекты, как правило, распределены случайно по поверхности зеркала, то отраженный лазерный луч из-за рассеяния и поглощения света в них приобретает соответствующие пространственные неоднородности в поперечном сечении распределения интенсивности и фазы, которые ухудшают качество модовой структуры пучка, качество его волнового фронта. Эти искажения напрямую влияют на возможности использования лазерного излучения там, где необходима его высокая пространственная однородность (поджиг мишеней в инерциальном термоядерном синтезе, фотографическая лазерная диагностика и др). Также, области в твердом теле вблизи дефектов могут быть подвержены

более сильным механическим напряжениям, чем бездефектные области. Соответственно, в придефектных областях показатель преломления вещества может быть отличным от такового в областях, где дефектов нет. Следовательно, лазерное излучение может получать дополнительные искажения распределения фазы в поперечном сечении пучка, что дополнительно ухудшает параметры соответствующих устройств.

Из вышесказанного следует, что для улучшения качества многослойных покрытий и обусловленного этим повышения характеристик оптических устройств на их основе необходима разработка эффективных методов понижения концентрации дефектов в тонкопленочных многослойных покрытиях. Для реализации этих методов требуются эффективные способы анализа типов дефектов и измерения их концентрации в изучаемых образцах. Одним из наиболее эффективных и широко применяемых методов исследования дефектов в твердом теле является люминесцентный анализ [69]. Метод состоит в изучении параметров люминесценции веществ (спектральной плотности энергии (спектра), кинетики, поляризации, их зависимостей от температуры и др.), вызванной излучательным распадом возбужденных электронных состояний дефектов. Люминесценция может быть возбуждена потоками электронов (катодолюминесценция, далее - КЛ), световым излучением (фотолюминесценция, ФЛ), γ -квантами (радиолюминесценция, РЛ), электрическим током (электролюминесценция, ЭЛ) и другие [70].

5.1 Достоинства люминесцентного метода анализа дефектов

Если пренебречь взаимодействием возбужденных дефектов между собой, а также при не очень высоких плотностях мощности возбуждающего излучения, интенсивность I и спектральная плотность энергии люминесценции ρ дефектов прямо пропорциональна концентрации дефектов n . Следует иметь в виду, что, как правило, условие прямой пропорциональности нарушается при достаточно высоких значениях плотности мощности возбуждения, так как происходит насыщение возбужденных центров. Также, при высоких концентрациях

возбужденных дефектов возможно перекрытие их волновых функций, приводящие к их взаимодействию, чаще всего – к концентрационному тушению, что также делает зависимость $I(n)$ и $\rho(n)$ нелинейной [69]. Основные достоинства люминесцентного метода анализа дефектов:

- 1) метод является неразрушающим;
- 2) так как при люминесценции дефектов I и ρ прямо пропорциональны n , а также благодаря современным методам регистрации слабых оптических сигналов, в том числе на основе счета одиночных фотонов, метод является чувствительным, то есть способен измерять малые концентрации дефектов, вплоть до одиночных дефектов;
- 3) по виду зависимости спектральной плотности энергии от длины волны можно определять тип дефекта;
- 4) метод позволяет оценивать концентрацию дефектов с пространственным разрешением, которое имеет порядок длины волны возбуждающего излучения в случае ФЛ (от долей мкм до десятков мкм), а в случае КЛ может быть порядка единиц нм при использовании катодолюминесцентной микроскопии.

5.2 Особенности люминесцентного анализа дефектов в тонких плёнках по сравнению с анализом дефектов в объёмных материалах

Люминесцентный анализ дефектов в тонких пленках и, в том числе, тонких многослойных периодических покрытий, а также в приповерхностной области подложки обладает рядом существенных особенностей по сравнению с люминесцентным анализом дефектов в объёмных широкозонных материалах. Эти особенности необходимо учитывать. К ним относятся:

- 1) возможность возникновения эффектов размерного квантования, если толщина слоя покрытия близка к характерным размерам электронных возбуждений в материале, в том числе к характерным размерам волновых функций возбужденных дефектов;
- 2) сравнительно малая интенсивность люминесценции дефектов, обусловленная их малым количеством в тонкослойном материале;

3) необходимо отделять люминесценцию дефектов покрытия от люминесценции подложки. Также необходимо отделять люминесценцию дефектов покрытия от его собственной люминесценции (например, свечения автолокализованных или свободных экситонов, межзонных переходов и др.);

4) необходимо иметь в виду, что соседние слои многослойного покрытия могут иметь свои переходные области, не сводящиеся к материалам двух соседних слоев, которые могут испускать люминесценцию. Также люминесценция может испускаться внешним слоем подложки, на которой расположен первый слой покрытия;

5) интерпретация полученных данных осложняется интерференционными эффектами, что особенно заметно при исследовании многослойных покрытий, в том числе брегговских зеркал. Области, в которых имеет место брегговское отражение, могут пересекаться с полосами свечения дефектов материала, что необходимо учитывать. Также, при исследовании ФЛ многослойных структур необходимо иметь в виду, что возбуждающее излучение может в значительной степени отражаться и не проникать в структуру.

Все эти особенности требуют тщательного как экспериментального, так и теоретического исследования физики люминесценции дефектов в исследуемых материалах. В первую очередь необходимо изучить механизмы люминесценции дефектов в объёмных материалах, тонкопленочные модификации которых составляют покрытие. Как правило, большинство дефектов являются точечными, и их оптические характеристики (длины волн люминесценции, возбуждения и поглощения, а также эффективные сечения этих процессов) одинаковы у объёмного и тонкопленочного двумерного материала. С другой стороны, оптические свойства протяженных дефектов могут различаться. Имея в виду эти данные, следует переходить в исследованиях сначала к однослойным покрытиям, а затем и многослойным, имея при этом ясное представление о свечении дефектов объёмного материала, роли понижения размерности материала, а также отражательных свойствах данного конкретного многослойного покрытия.

5.3 Люминесцентный анализ дефектов в тонких слоях Ta_2O_5 и SiO_2

Одной из наиболее часто используемых на практике многослойных структур является структура чередующихся тонких слоев Ta_2O_5 и SiO_2 , выращенных на подложке из стеклообразного SiO_2 методом ионного-лучевого или магнетронного распыления. Ниже кратко приводятся литературные данные о люминесценции дефектов в Ta_2O_5 и SiO_2 .

В качестве примера люминесценции дефектов широкозонных оксидных материалов можно рассмотреть свечение дефектов SiO_2 . Литературы о различных оптических свойствах разных модификаций SiO_2 в настоящее время достаточно много - можно считать люминесценцию этого материала одной из наиболее изученных. Известны следующие кристаллографические модификации SiO_2 : α -кварц, β -кварц, α - и β -тридимит, α - и β -кристобалит, кацит, коэзит и стишовит, а также стекольная, аморфная и высокодисперсная [70]. Подробные обзоры люминесценции оптически активных дефектов аморфного SiO_2 представлены в работах [71, 72]. Собственное свечение кристалла α -кварца, связанное с распадом автолокализованного экситона, описано в работе [73].

Наиболее широко в настоящее время изучены дефекты свечения стеклообразного SiO_2 , называемые в литературе кислородно-дефицитными центрами (КДЦ). В стеклообразном SiO_2 различают два типа КДЦ – КДЦ(I) и КДЦ(II). Дефекту КДЦ(I) соответствует синглет-синглетный поглощательный переход с центром на длине волны 157 нм. Полос люминесценции этого дефекта до настоящего времени не найдено. Дефекту КДЦ(II) соответствует полоса поглощения в области 250 нм. Излучательный распад этого возбужденного состояния приводит к образованию двух полос люминесценции в диапазоне 290 и 390 нм [72]. Время затухания люминесценции в области 290 нм при комнатной температуре составляет несколько наносекунд, что указывает на то, что соответствующий излучательный переход разрешен в дипольном приближении. Это свидетельствует о высокой вероятности перехода и может быть связано с особенностями электронной структуры и симметрией дефекта. В области 390 нм время затухания лежит в области миллисекунд. Также из данных электронного

параметрического резонанса известно, что эта люминесценция коррелирована с формированием в SiO_2 триплетных состояний. Следовательно, эта полоса связана с запрещенным излучательным переходом с триплетного состояния на синглетное. В литературе полосы излучения и поглощения КДЦ(I) и КДЦ(II) связываются с различными вариантами кислородных вакансий [71, 72]. Согласно [71], что в α -кварце дефекты КДЦ(II) не могут существовать из-за стерического запрета, в то время как КДЦ(I) обнаружены в нем в спектре поглощения. Помимо КДЦ, в некристаллическом SiO_2 также обнаружены дырочные центры, локализованные в области немостикового кислорода (ДЦЛОНК, полоса свечения в области 650 нм) и другие дефекты.

Так как тонкопленочный SiO_2 , выращенный, к примеру, методом ионного распыления, как правило, является некристаллическим материалом, то при толщинах слоев на уровне сотен нм и выше он должен обладать дефектами КДЦ и ДЦЛОНК с параметрами, аналогичными таковым в объёмном SiO_2 , так как размер точечных дефектов (как правило, менее 1 нм) существенно меньше, чем толщина слоя. Соответственно, ожидается, что параметры люминесценции этих дефектов должны быть одинаковы у тонкопленочного и объёмного SiO_2 . С другой стороны, распределение концентраций разных типов этих дефектов в тонкопленочном и объёмном образцах SiO_2 может значительно различаться, что и обнаружено в работах [74, 75]. Помимо номинально чистого SiO_2 исследовалось также влияние примесей Н [76] и Se [77] на люминесценцию тонких пленок SiO_2 , и предложены возможные механизмы изучаемых процессов. В целом, вопрос о типах дефектов в SiO_2 , в том числе и в тонких пленках SiO_2 в настоящее время далек от разрешения [78] и точные механизмы люминесценции дефектов в этом материале сейчас активно исследуются. Для целей дефектоскопии тонкопленочных покрытий SiO_2 требуются дальнейшие исследования особенностей свечения дефектов в таких материалах.

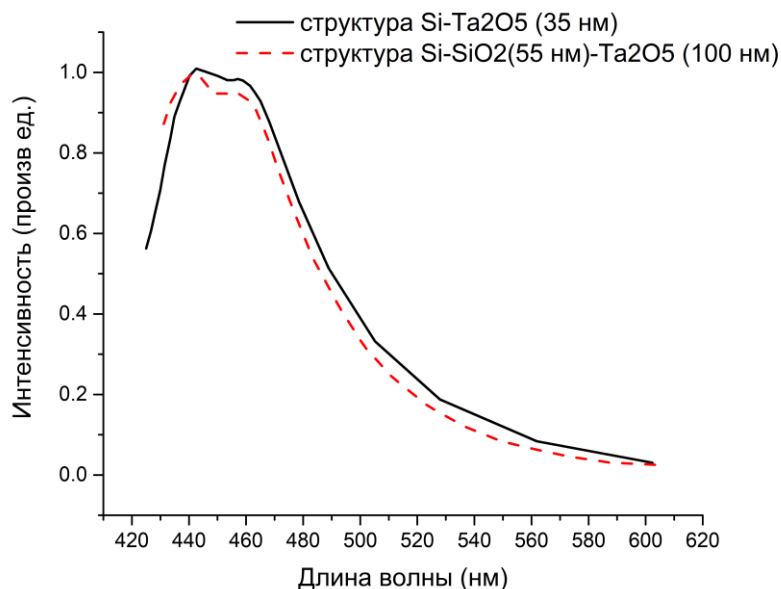
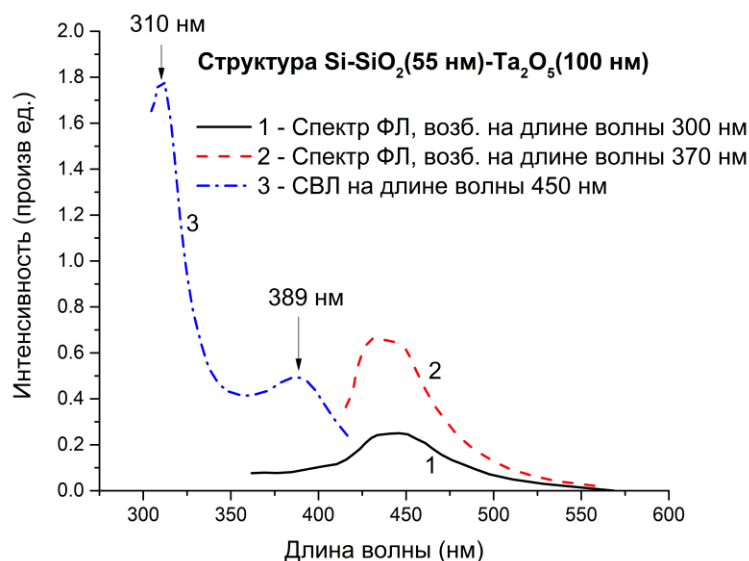


Рисунок 38 - Сопоставление спектров ФЛ структур $\text{Si-Ta}_2\text{O}_5$ (35 нм) (сплошная линия) и Si-SiO_2 (55 нм) - Ta_2O_5 (100 нм) (штриховая линия) при возбуждении на длине волны 370 нм, опубликованные в работе [79]

Литература по механизмам люминесценции дефектов объёмного Ta_2O_5 , как и по механизмам его собственной люминесценции, по нашим сведениям, на момент написания настоящей работы в доступных открытых источниках отсутствует. Одновременно с этим, имеется обширная литература авторов из Санкт-Петербургского Государственного Университета по исследованию свечения тонких пленок Ta_2O_5 , выращенных на объёмном Si, а также на слое SiO_2 , выращенном на объёмном Si [79 - 82]. Авторы изучали КЛ, ФЛ, а также ЭЛ пленок, выращенных методом теплового осаждения при температуре 1000 °С. Обсудим подробно данные, полученные авторами [79 - 82], так как на их основе выполнены наши эксперименты (раздел 5). На рисунке 51 приведено сопоставление формы спектров постоянной во времени ФЛ структуры $\text{Si-Ta}_2\text{O}_5$ (толщина слоя Ta_2O_5 35 нм) и Si-SiO_2 - Ta_2O_5 (толщина слоя SiO_2 55 нм, слоя Ta_2O_5 100 нм) под действием излучения на длине волны 370 нм при комнатной температуре, опубликованные в работе [80].

Из рисунка 38 следует, что формы спектров ФЛ структур Si-Ta₂O₅ (35 нм) и Si-SiO₂ (55 нм)-Ta₂O₅ (100 нм) в целом практически совпадают. В [80] также показано, что интенсивность ФЛ структуры Si-SiO₂ (55 нм) - Ta₂O₅ (100 нм) примерно на порядок превышает таковую для Si-Ta₂O₅ (35 нм). Максимум спектральной плотности энергии ФЛ этих структур расположен в области 450 нм. ФЛ возбуждалась излучением ксеноновой лампы мощностью 450 Вт, излучение которой пропусклось через монохроматор, а затем направлялось на образец. Спектры излучения снимались при помощи второго монохроматора в сканирующем режиме, когда за выходной щелью монохроматора был установлен фотоэлектрический умножитель.



1 - спектр ФЛ при возбуждении на длине волны 300 нм; 2- спектр ФЛ при возбуждении на длине волны 370 нм; 3 - спектр возбуждения ФЛ на длине волны 450 нм [79]

Рисунок 39 - Спектры структуры Si-SiO₂ (55 нм) - Ta₂O₅ (100 нм)

Данные спектры опубликованы в работах [79, 80].

Также в работах [79, 80] приведены спектры возбуждения ФЛ (СВЛ) структуры Si-SiO₂ (55 нм) - Ta₂O₅ (100 нм). На рисунке 39 приведены спектры ФЛ этой структуры под действием излучения на длинах волн 300 и 370 нм, а также

СВЛ полосы ФЛ на длине волны 450 нм. Из рисунка 39 видно, что СВЛ структуры Si-SiO₂ (55 нм) - Ta₂O₅ (100 нм) на длине волны 450 нм имеет два максимума – в области 310 и 390 нм. Авторы [79, 80] подчеркивают, что такой СВЛ обнаруженной ими полосы свечения в области 450 нм существенно отличается от СВЛ автолокализованных экситонов в SiO₂, что свидетельствует о принадлежности наблюдаемой авторами люминесценции в области 450 нм именно структуре Ta₂O₅.

В работе [81] обсуждаются возможные механизмы наблюдаемой синей люминесценции тонких пленок Ta₂O₅. Так, авторы отмечают, что одной из возможных причин этой люминесценции могут быть кислородно-дефицитные центры, в которых происходят переходы между уровнями иона Ta. Для проверки этого предположения авторы выполнили отжиг структуры в кислородной атмосфере при температуре 200 °С и сопоставили спектр КЛ отожженной структуры со спектром КЛ этой же структуры до отжига. Оказалось, что отжиг приводит к росту интенсивности КЛ, не меняя форму ее спектра. Так как отжиг в кислороде приводит к сокращению концентрации кислородно-дефицитных центров, то, если наблюдаемая люминесценция в области 450 нм связана именно с кислородно-дефицитными центрами, ее интенсивность обязана падать после отжига в кислороде. Так как наблюдается противоположное явление, авторы делают вывод о том, что наблюдаемая люминесценция не связана с кислородно-дефицитными центрами.

В качестве возможной причины наблюдаемой синей люминесценции тонких слоев Ta₂O₅ авторы предлагают следующую гипотезу: люминесценция излучается из области границы SiO₂-Ta₂O₅ и вызвана образованием связи между ионами Ta и атомами Н, которые первоначально входили в состав поверхностных силанольных групп (Si-OH) на поверхности SiO₂. Это предположение, по нашим сведениям, до настоящего времени не подтверждено. Также в работе [80] показано, что в структуре Si-SiO₂-Ta₂O₅ имеется полоса люминесценции в области 410 нм, которая отсутствует в спектре свечения структур Si-SiO₂ и Si-Ta₂O₅. Авторы предполагают, что эта люминесценция

обусловлена излучением переходного слоя $\text{Si}_x - \text{Ta}_y - \text{O}$ на границе $\text{SiO}_2 - \text{Ta}_2\text{O}_5$. Отметим, что исследований кинетики люминесценции тонких покрытий на основе Ta_2O_5 в литературе не обнаружено.

В работе проведены пробные измерения спектров люминесценции многослойных структур $\text{SiO}_2 - \text{Ta}_2\text{O}_5$ на подложке из стеклообразного SiO_2 , выращенных методом ионно-лучевого распыления мишеней в кислородной плазме. На рисунке 40 приведён спектр оптического пропускания исследованной структуры, измеренный при помощи однолучевого спектрофотометра UNICO-2800 UV/VIS в диапазоне от 190 нм до 1100 нм.

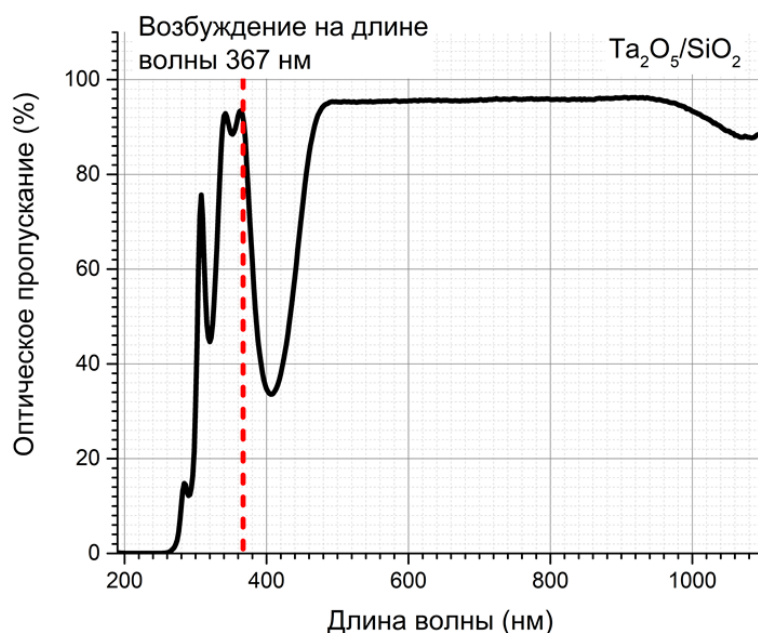


Рисунок 40 - Спектр оптического пропускания исследованной многослойной структуры $\text{Ta}_2\text{O}_5 - \text{SiO}_2$ на подложке из стеклообразного SiO_2 , осаждённой методом ионно-лучевого распыления в кислородной ВЧ-плазме

Штриховая линия показывает длину волны, на которой возбуждалась ФЛ покрытия (367 нм).

Из рисунка 40 видно, что на фоне обычного хода оптического пропускания диэлектрического материала с областью прозрачности от 250 до 1100 нм с длинноволновым краем собственного поглощения в области в районе 230 нм наблюдаются характерные интерференционные пики, соответствующие

брегговскому отражению. Общая толщина структуры составляла порядка 0,7 мкм.

Ниже следует описание метода и результатов исследования спектров ФЛ изучаемого покрытия. ФЛ возбуждалась излучением 2-ой гармоники частотно-перестраиваемого Ti^{2+} :Сапфир-лазера с оптической накачкой Sol Instruments CF131. Оптическая накачка лазера осуществлялась импульсами 2-ой гармоники Nd^{3+} :ИАГ-лазера Sol Instruments LF-117 на длине волны 532 нм. Лазер действовал в импульсном режиме с частотой следования импульсов 10 Гц. Энергия каждого импульса составляла порядка 2 мДж, диаметр пучка 4 мм, фокусировка излучения не использовалась. Каждый импульс излучения имел гауссову зависимость интенсивности от времени с шириной на полувысоте порядка 10 нс. Из выходного окна лазера одновременно испускались обе генерируемые гармоники – первая и вторая. Очистка излучения от первой гармоники выполнена при помощи фильтра на основе призмы Пеллин - Брока из стекла КУ-1.

Так как интенсивность люминесценции тонких покрытий мала в силу малого количества излучающего материала и, возможно, низкой концентрации дефектов, при исследовании ФЛ тонких покрытий важен правильный выбор длины волны возбуждающего излучения. Наиболее эффективно делать этот выбор на основе СВЛ покрытия. Как уже упоминалось, спектр люминесценции тонких пленок Ta_2O_5 демонстрирует два максимума – в области 300 и 390 нм, причем пик на длине волны 300 нм более чем в два раза выше по амплитуде по сравнению с пиком в области 390 нм. Однако следует учитывать еще два обстоятельства:

1. Интенсивность лазерного излучения перестраиваемого лазера, как правило, значительно падает с уменьшением длины волны. Это явление наблюдается и в используемом в данной работе приборе, что может влиять на результаты измерений и интерпретацию полученных данных;
2. Интерференционные явления, в случае перекрытия брегговских пиков отражения и максимумов полос СВЛ, могут на порядки понижать

мощность излучения, проникающую в структуру покрытия, а также, из-за сильного отражения, вызывать значительный фон рассеянного излучения.

Сопоставляя эти три фактора, для возбуждения ФЛ была выбрана длина волны 367 нм. Она находится в области более длинноволнового пика СВЛ, но при этом расположена между двумя соседними брегговскими пиками (350 и 405 нм), что обуславливает эффективное проникновение возбуждающего лазерного излучения в структуру.

Схема измерений спектра ФЛ приведена на рисунке 41. Лазерное излучение на длине волны 367 нм вертикально падало на исследуемую структуру. Сбоку к образцу подводился кварцевый оптоволоконный кабель диаметром 1 мм, который собирал излучение ФЛ и направлял его на входную щель спектрометра OCEAN FLAME-S-XR1-ES шириной 50 мкм. Накопление светового сигнала осуществлялось со временем выдержки 30 с. Соответственно, за 30 с кремниевый фотодетектор спектрометра записывал светосумму излучения. Светосумма соответствовала возбуждающим лазерным импульсам 300 нм, спектральная чувствительность спектрометра была откорректирована с использованием эталонных источников света, таких как дейтериевая и галогеновая лампы. Это позволило обеспечить точность и надежность получаемых спектров. Спектры записывались в цифровом формате на персональный компьютер для последующей обработки и анализа. Все измерения проводились при атмосферном давлении и комнатной температуре, что создает стандартные условия для исследования оптических свойств тонких пленок Ta₂O₅.

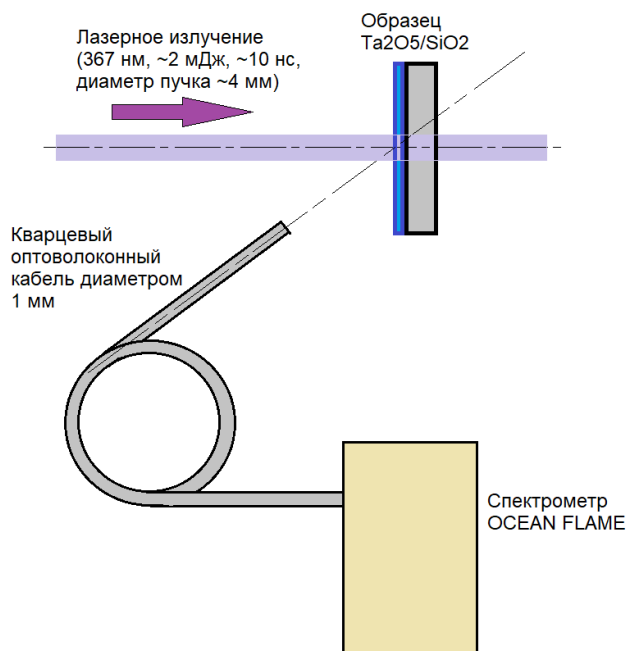


Рисунок 41 - Схема измерений спектра ФЛ многослойной структуры SiO₂-Ta₂O₅ на подложке из стеклообразного SiO₂, выращенной по технологии ионно-лучевого распыления в кислородной плазме

Существенной и в настоящий момент нерешенной проблемой при записи спектра ФЛ исследуемого покрытия оказался поиск способа удаления из спектра рассеянного возбуждающего лазерного излучения. Попытки использовать для этого абсорбционные светофильтры, например ЖС-10, не привели к желаемому результату, так как под действием рассеянного излучения эти фильтры сами люминесцируют, и интенсивность их люминесценции превышает таковую, испускаемую исследуемыми покрытиями. В целом, задача фильтрации излучения в видимой области относится к чисто техническим и будет решена в ходе дальнейших исследований.

По указанным выше причинам в настоящей работе приводится спектр свечения, возникающего при воздействии лазерного излучения на многослойную структуру SiO₂-Ta₂O₅ на подложке из стеклообразного SiO₂, измеренный без использования светофильтров и содержащий помимо ФЛ яркую линию рассеянного излучения на длине волны 367 нм. Этот спектр представлен на рисунке 42.

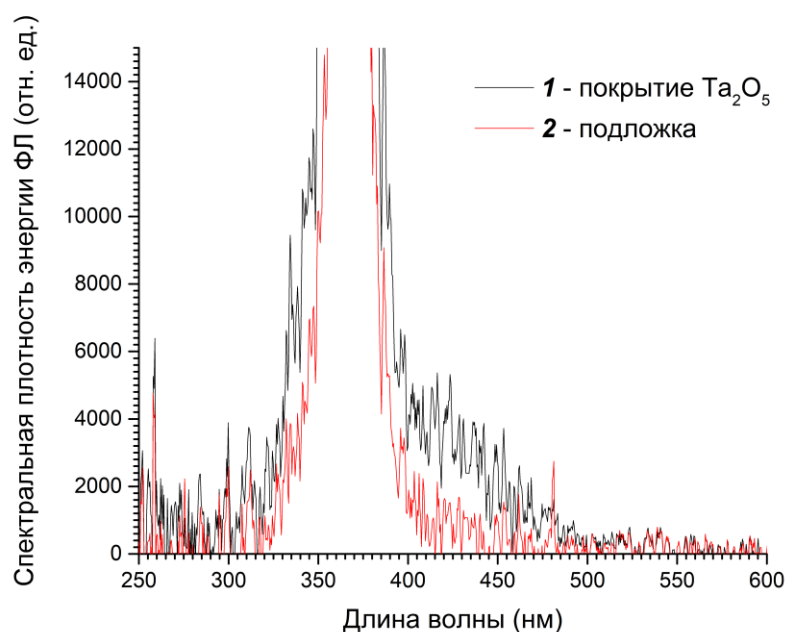


Рисунок 42 - Спектры излучения, возникающего при воздействии лазерного излучения на длине волны 367 нм на многослойную структуру $\text{SiO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$ на подложке из стеклообразного SiO_2 ; 2- То же самое, когда образец был развернут на 180° - лазерное излучение падало на поверхность подложки, а не покрытия

Из рисунка 42 видно, что в области от 400 до 450 нм имеет место широкая полоса излучения. Чтобы доказать, что эта полоса является ФЛ тонкопленочной структуры $\text{SiO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$, а не связана с люминесценцией объёма или поверхности подложки из стекла SiO_2 , или какому-либо иному процессу, было сделано следующее. Образец с покрытием был повернут на 180° , чтобы лазерное излучение воздействовало не на покрытие, а на заднюю поверхность подложки. При этом геометрия эксперимента, включая положение оптического волокна, образца, лазерного луча и настройку экспозиции спектрометра, была полностью сохранена такой же, как и в случае воздействия лазерного излучения на покрытие. Важно отметить, что при этом возбуждающее лазерное излучение, проходя через подложку, которая является прозрачной для длины волны 367 нм, также возбуждало флуоресценцию покрытия с внутренней стороны подложки. Это обстоятельство позволяет оценить влияние подложки на оптические

свойства покрытия и может быть важным для дальнейшего анализа результатов. Однако при толщине подложки более 2 мм угловая апертура кварцевого оптического кабеля, из которой он собирал исследуемое излучение, оказывалась такова, что ФЛ в оптокабель не попадала и спектрометром не регистрировалась.

Спектр излучения, возбуждаемого при воздействии лазерного излучения с длиной волны 367 нм на подложку исследуемого образца, представлен на рисунке 55. На графике видно, что в спектральной области 400-450 нм не наблюдается никакого излучения, кроме крыла сильной линии Рэлеевского рассеяния лазерного излучения. Это свидетельствует о том, что в данной области спектра отсутствует флуоресценция, возбуждаемая лазерным излучением с длиной волны 367 нм. Таким образом, можно сделать вывод, что покрытие не генерирует излучение в диапазоне 400-450 нм при таких условиях эксперимента, что подчеркивает важность анализа влияния подложки на оптические свойства покрытия [79]. на многослойное тонкопленочное покрытие чередующихся слоев Ta_2O_5 и SiO_2 , является люминесценцией этой структуры.

Как уже упоминалось выше, причины и механизмы люминесценции тонких пленок Ta_2O_5 в настоящее время неизвестны. Одновременно с этим, согласно данным [79-81], тонкие слои Ta_2O_5 при комнатной температуре люминесцируют в области 400-550 нм. Сопоставим полученный в настоящей работе спектр ФЛ многослойной структуры $\text{SiO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$ на подложке из стеклообразного SiO_2 с таковым, полученным в работах [79, 80]. Результат этого сопоставления представлен на рисунке 56. Ворота показывают оценку погрешности спектра ФЛ многослойной структуры $\text{SiO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$ на подложке из стеклообразного SiO_2 , выращенной методом ионно-лучевого распыления. Сам спектр, представленный на рисунке 43, получен вычитанием из спектра излучения, изображенного на рисунке 42, которое возникает при фотовозбуждении этого покрытия, спектра излучения, возникающего при воздействии лазерного излучения на поверхность подложки [44].

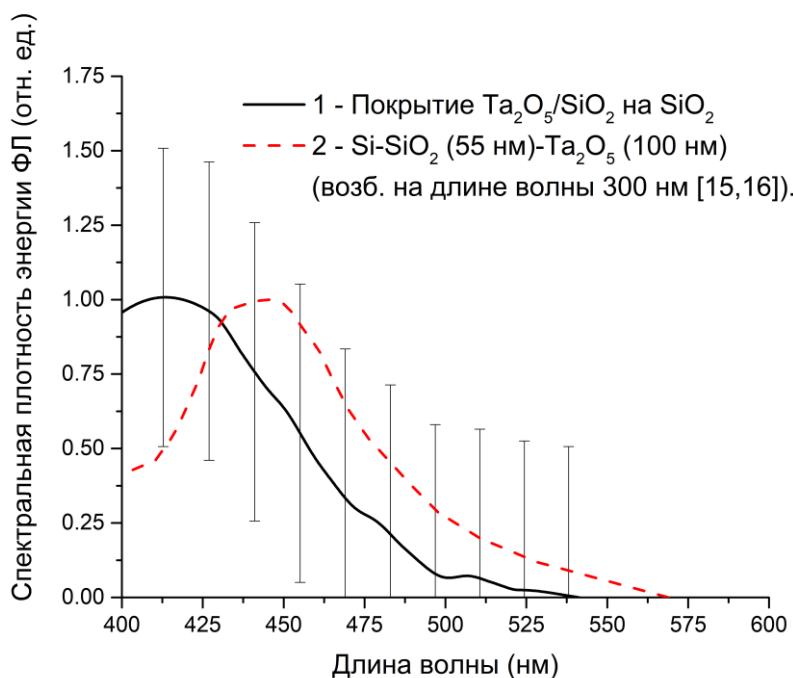


Рисунок 43 - спектр ФЛ многослойной структуры $\text{SiO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$ на подложке из стеклообразного SiO_2 , выращенной методом ионно-лучевого распыления в плазме кислорода; 2-Спектр ФЛ структуры Si-SiO_2 (55 нм)- Ta_2O_5 (100 нм) при возбуждении на длине волны 300 нм, опубликованный в работах [79, 80].

Также на рисунке 56 приведен спектр ФЛ Спектр ФЛ структуры Si-SiO_2 (55 нм)- Ta_2O_5 (100 нм) при возбуждении на длине волны 300 нм, опубликованный в работах [79, 80], а также представленный в настоящей работе на рисунке 52. Видно, что в пределах ошибки измерений спектр ФЛ, полученный в настоящей работе, и спектры ФЛ термических тонких пленок Ta_2O_5 , изучавшиеся в работах [79-81], в целом совпадают с учетом достаточно низкого соотношения сигнала к шуму, достигнутого в пробных экспериментах, выполненных в настоящей работе. Близость параметров люминесценции, полученных в настоящей работе, к таковым в работах [79-81], позволяет сделать вывод о том, что люминесценция, наблюдаемая в настоящей работе, имеет ту же природу, что и в работах [79-81]. Как уже упоминалось, в настоящее время механизмы этой люминесценции неизвестны. Тем не менее, согласно [79-81], эта люминесценция связана с дефектами, а не с собственным свечением Ta_2O_5 .

Следовательно, в настоящей работе экспериментально продемонстрировано, что примененная в работе методика позволяет проводить оценку концентрации дефектов в выращенных многослойных тонкопленочных покрытиях, а также сравнивать концентрации дефектов в разных образцах, что необходимо для поиска новых способов дальнейшего повышения качества покрытий и борьбы с паразитными процессами при их выращивании.

Отличие многослойной структуры структуры $\text{SiO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$ на подложке из стеклообразного SiO_2 , исследованной в настоящей работе, от тонких пленок, изученных в работах [77-80], состоит в том, что, с одной стороны, покрытия в настоящей работе обладают брегговским отражением, что обязательно повлияет на вид спектра люминесценции, в отличие от сплошных покрытий в [79-81]. С другой стороны, в исследованном в настоящей работе покрытии существует значительное число границ $\text{SiO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$. Согласно [81], каждая такая граница может представлять из себя дефект, вносящий вклад как в люминесценцию, так и в оптическое поглощение света, в его деполяризацию и рассеяние. В настоящее время роль границ между слоями в этих процессах практически не изучена. С другой стороны, решение этой задачи имеет высокую практическую важность, так как брегговские зеркала на основе чередующихся слоев SiO_2 и Ta_2O_5 имеют в настоящее время широкие практические применения во многих лазерных системах. Учет этих факторов необходим при дальнейших исследованиях в области люминесцентной дефектоскопии покрытий $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$. В целом, некоторое различие в видах спектра ФЛ покрытий, изображенных на рисунке 43, может быть обусловлено наличием в области полосы люминесценции брегговского пика отражения у ФЛ исследованного в настоящей работе покрытия.

Исходя из представленной в настоящей работе информации, дальнейшие исследования системы $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ могут быть выполнены в следующих направлениях:

- 1) Подробное экспериментальное и теоретическое исследование люминесценции и поглощения дефектов в объёмном Ta_2O_5 ;

2) Повышение соотношения сигнала к шуму, а также борьба с рассеянным лазерным излучением при исследовании люминесценции многослойных покрытий $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$;

3) Исследование механизмов свечения дефектов многослойных покрытий $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$, измерение параметров их люминесценции при разных температурах и способах возбуждения, исследование кинетики люминесценции в этих условиях.

Выводы к главе 5

Таким образом, для решения задачи разработки эффективного метода люминесцентной дефектоскопии тонкопленочных покрытий требуются дальнейшие исследования физических процессов, происходящих в этих покрытиях. В том числе необходимы широкие как экспериментальные, так и теоретические исследования физики дефектов Ta_2O_5 и границ раздела $\text{Ta}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$, что представляет из себя не только актуальную и интересную задачу для фундаментальных исследований в области физики и химии твердого тела и оптики, но и важнейшую практическую задачу, решение которой необходимо для повышения характеристик лазерных устройств.

Развитие методик люминесцентного анализа тонкопленочных покрытий представляет из себя важнейшую задачу, решение которой необходимо для повышения характеристик лазерных устройств. Для развития этих методов необходимо знание параметров люминесценции дефектов в исследуемых покрытиях. В настоящее время в литературе недостаточно данных по этому вопросу в отношении очень многих веществ, в том числе имеющих первостепенное значение для практики. В частности, люминесценция дефектов объёмного некристаллического SiO_2 подробно исследована и связана со свечением кислородно-дефицитных центров, дырочные центры, локализованных в области немостикового кислорода, и др. В то же время, относительно природы этих центров ведутся споры, и окончательная ясность отсутствует. Относительно дефектов тонкопленочных покрытий SiO_2

информации в литературе значительно меньше. В литературе отсутствует информация о собственной люминесценции и свечении дефектов объёмного Ta_2O_5 . Свечение тонких пленок Ta_2O_5 на Si и на SiO_2 исследовалось, и в литературе описаны спектральные параметры наблюдаемой люминесценции. В то же время, относительно природы наблюдаемой люминесценции в литературе имеются лишь предположения. Так, предполагается, что свечение тонких слоев Ta_2O_5 в области 450 нм может быть связано с образованием химической связи между ионом Ta и атомом H в результате диссоциации силанольных групп (Si-OH) на поверхности SiO_2 .

Продемонстрирована возможность осуществления люминесцентного анализа дефектов в тонкопленочных покрытиях на примере многослойной структуры $\text{SiO}_2\text{-Ta}_2\text{O}_5$ на подложке из стеклообразного SiO_2 , выращенной методом ионно-лучевого распыления в кислородной плазме. Показано, что для успешного люминесцентного анализа дефектов необходимо учитывать эффекты брегговского отражения излучения в исследуемых структурах, а также иметь в виду возможность существования особых дефектов в областях переходных слоев диэлектрик-диэлектрик. В целом, для развития методов люминесцентного анализа дефектов необходимы дальнейшие фундаментальные исследования оптики дефектов тонких пленок и объёмных материалов.

Особенная благодарность за исследование высококвалифицированному научному сотруднику Отдела оптики низкотемпературной плазмы (ОНТП) Отделения оптики Федерального государственного бюджетного учреждения науки Физического института имени П. Н. Лебедева Российской академии наук (ФИАН) Пестовскому Н. В. Эксперименты по исследованию ФЛ покрытий выполнены в ОНТП ФИАН.

6 Применение основ технологии нанесения диэлектрических пленок для ближнего ИК диапазона методом ионно-лучевого распыления мишеней в среде кислородной ВЧ плазмы на примере диэлектрического зеркала с малыми потерями

По результатам проведенных измерений поглощения в покрытиях при различных параметрах технологического процесса нанесения покрытий были определены следующие зависимости:

- общее поглощение пленки в зависимости от температуры подложки во время нанесения покрытия;
- поглощение в монослоях T_2O_5 и SiO_2 в зависимости от скорости осаждения;
- качество окисления монослоёв от наличия радикалов атомарного кислорода.

Для минимизации поглощения была проведена следующие процедуры по модернизации установки:

- в установку был добавлен нагреватель, и подобраны его параметры таким образом, чтобы температура подложки перед запуском источника составляла 160° и повышение температуры проходило плавно в течении 8 часов;
- в установку был добавлен источник индуктивно-связанной плазмы для диссоциации молекулярного кислорода на атомарный и подобраны его параметры наиболее эффективной работы;
- подобран режим работы оборудования, при котором достигается оптимальный режим скорости напыления с точки зрения поглощения в плёнке, скорость составила $0,5 \text{ \AA}/\text{с}$ для T_2O_5 и $1 \text{ \AA}/\text{с}$ SiO_2 ;
- произведена замена мишени материала с низким показателем преломления, в данной работе – это мишень из кремния. В первых работах использовалась мишень поликристаллического Si, в дальнейшем было принято решения замены на монокристалл Si. Благодаря замене мишени был получен

более низкий показатель преломления (снизился с 1,52 до 1,49), что позволило уменьшить общую толщину плёнки финальной структуры покрытия.

6.1 Моделирование конструкции покрытия с учётом поглощения в монослоях используемых материалов

Необходимо разработать конструкцию покрытия зеркала с малыми потерями, работающего в диапазонах длин волн от 700 нм до 1300 нм.

В качестве материала с высоким показателем преломления использовался оксид тантала (V) Ta_2O_5 . В качестве материала с низким показателем преломления использовалась двуокись кремния SiO_2 . Показатели преломления выбранных материалов для длины волны излучения силового лазера λ_3 представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Показатели преломления пленкообразующих материалов.

Материал	Показатель преломления для λ_3
Ta_2O_5	2,15
SiO_2	1,49

Расчет коэффициентов пропускания и отражения тонкопленочной системы действительно является стандартной задачей в области создания тонких пленок и выполняется с использованием формул Френеля. Эти формулы позволяют вычислить, как свет взаимодействует с границами между различными слоями, учитывая их оптические свойства, такие как показатель преломления и толщину.

Более сложной задачей является решение обратной задачи, в которой необходимо определить материалы, толщину и количество слоев покрытия на основе заданных спектральных характеристик. Это включает в себя определение необходимых коэффициентов отражения и пропускания, которые должны быть достигнуты. Для решения этой задачи часто используются методы оптимизации

и численные алгоритмы, такие как метод градиентного спуска, генетические алгоритмы или методы обратного моделирования, которые позволяют находить оптимальные параметры покрытия, соответствующие требуемым оптическим характеристикам.

Таким образом, обратная задача требует более глубокого анализа и понимания взаимодействия света с многослойными структурами, что делает её важным аспектом в разработке и оптимизации тонкопленочных систем для различных приложений в оптике и материаловедении.

В настоящее время эта трудоемкая задача по расчету свойств и анализу получаемых покрытий автоматизирована. Для этого существует специально разработанное программное обеспечение Optilayer [82], которое позволяет осуществлять проектирование многослойных оптических покрытий, вычисление спектральных характеристик оптических покрытий, анализ влияния ошибок нанесения слоев покрытия на итоговые свойства покрытий, определения оптических постоянных нанесённых слоев покрытий.

Расчеты в программном комплексе OptiLayer показали, что для достижения требуемого спектрального коэффициента зеркального отражения четвертьволновое покрытие должно иметь 31 слой. Конструкция покрытия представлена в таблице 3. Расчетный спектральный коэффициент отражения представлен на рисунке 44, показатели преломления и общее поглощение в монослоях представлены на рисунках 45 и 46.

Таблица 3 – Конструкция 31-слойного четвертьволнового зеркального покрытия для λ_z при нормальном падении излучения, изготовленного из Ta₂O₅/ SiO₂

№ слоя	Физическая толщина, нм	Материал слоя
2n+1	$\lambda/(4n_H)$	Ta ₂ O ₅
2n	$\lambda/(4n_L)$	SiO ₂
2n+1	$\lambda/(4n_H)$	Ta ₂ O ₅

Конструкция состоит из 15 пар Ta₂O₅/ SiO₂ четвертьволновой толщины и

одного внешнего слоя Ta_2O_5

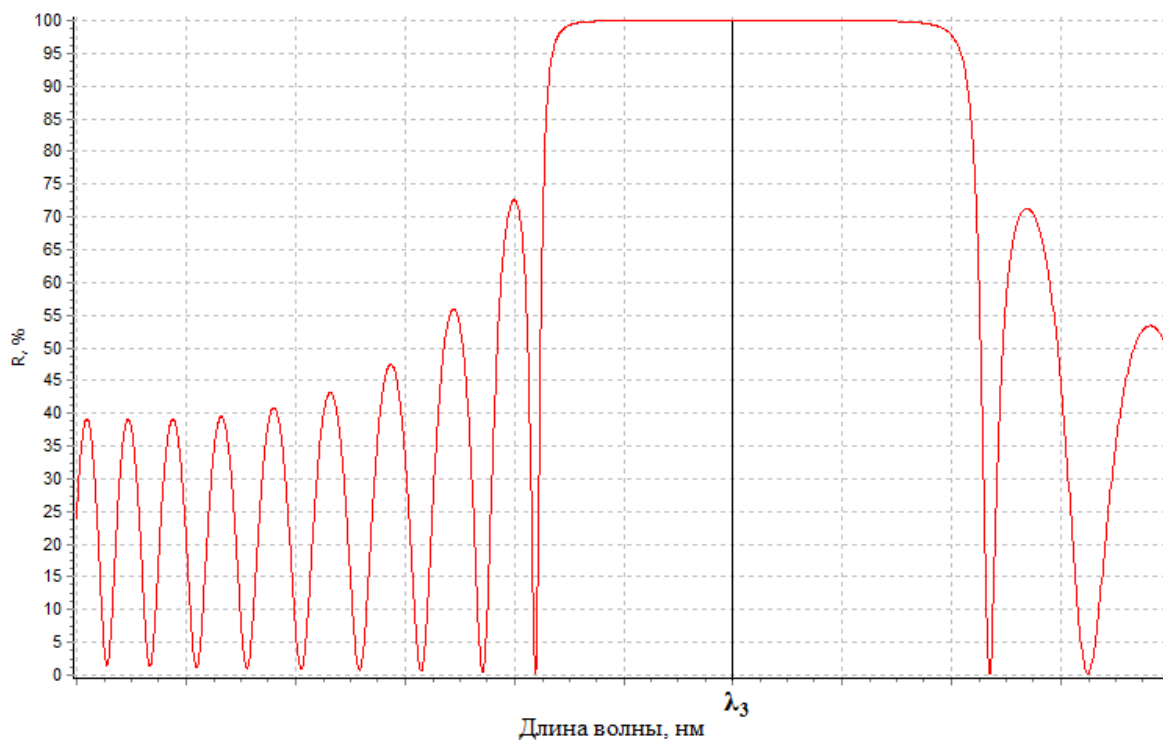


Рисунок 44 – Расчетный спектральный коэффициент отражения 31-слойного четвертьволнового зеркального покрытия для λ_3 при нормальном падении излучения, изготовленного из $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$

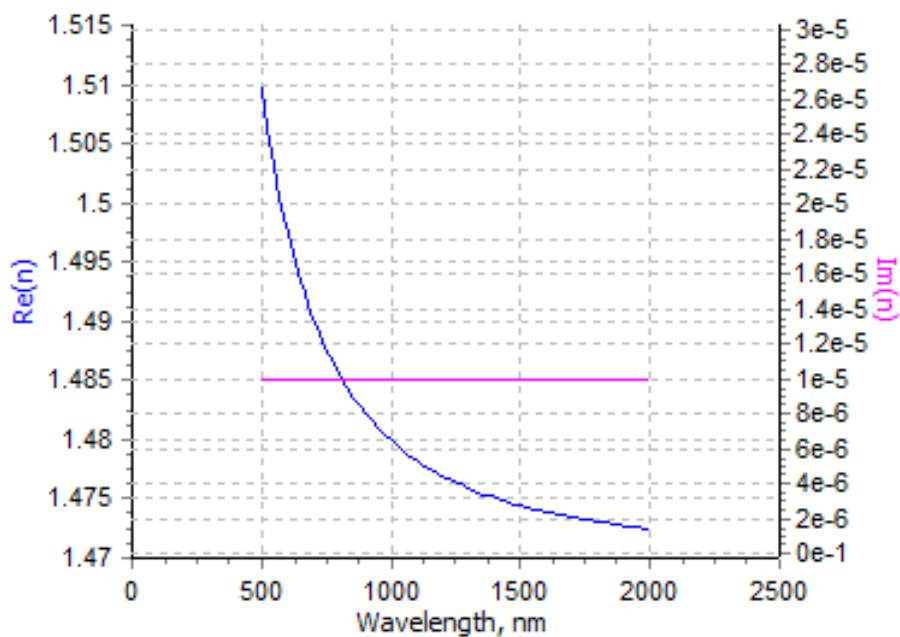


Рисунок 45 – Показатель преломления оксида тантала (синим цветом). Поглощение в монослое (фиолетовый цвет) [44]

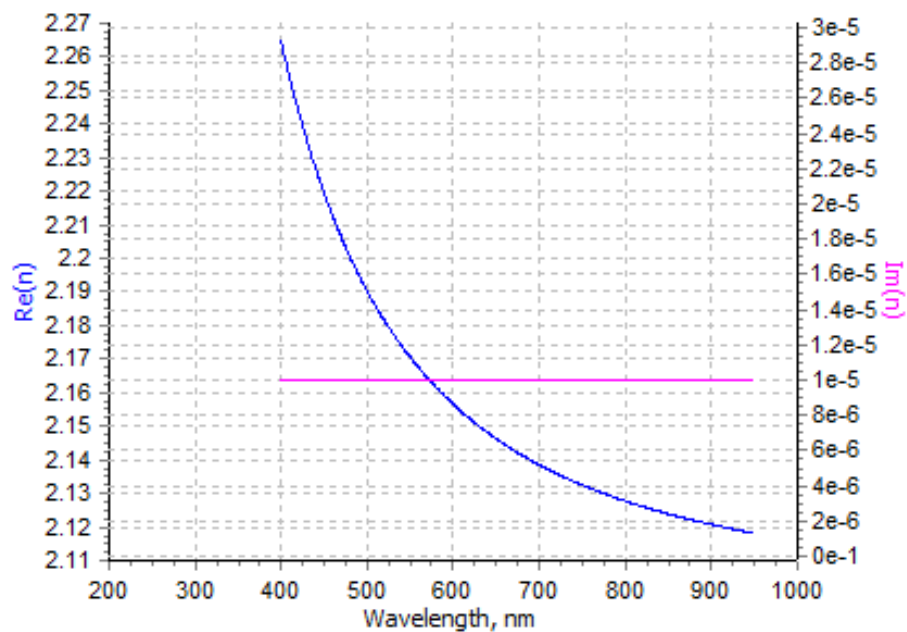


Рисунок 46 – Показатель преломления диоксида кремния [44] (синим цветом).

Поглощение в монослое (фиолетовый цвет)

6.2 Ключевые аспекты процесса нанесения оптического покрытия с заданными свойствами

Таблица 4 – Ключевые этапы технологического процесса производства оптических покрытий



1. Первым шагом является подготовка вакуумной камеры, которая играет ключевую роль в обеспечении чистоты и оптимальных условий для процесса нанесения покрытия. Вакуумная камера должна быть тщательно очищена от любых остатков или загрязнений, чтобы избежать возможных дефектов в покрытии. Это достигается с помощью различных методов, таких как ионная очистка, химическое травление защитных экранов или пескоструйная обработка. Стенки вакуумной камеры должны быть заземлены, не иметь остатков диэлектрических плёнок с предыдущих процессов. Необходимо проверить это

измерителем сопротивления. Наличие остатков диэлектрика влияет на распределение плазмы во время проведения процесса осаждения. После этапа очистки вакуумирование играет ключевую роль в удалении остаточных газов и молекул, которые могут негативно повлиять на процесс нанесения покрытия. Этот шаг обеспечивает создание оптимальной среды внутри камеры для получения высококачественного покрытия.

2. Далее необходимо подготовить подложки и образцы-свидетели для загрузки в вакуумную камеру. Очистка подложек от загрязнений и остатков является необходимым этапом перед началом процесса нанесения покрытия. Для этого могут применяться различные методы, включая промывку ионизированной водой, ультразвуковую очистку или воздействие плазмы. Подготовка образцов-свидетелей также играет важную роль, особенно если требуется измерение толщины покрытия. Образцы-свидетели должны быть очищены и обработаны таким образом, чтобы обеспечить надежную адгезию покрытия.

3. После завершения предварительной обработки и подготовки подложек и образцов-свидетелей, они упаковываются в вакуумные сумки или тару с инертной атмосферой, чтобы предотвратить дальнейшее загрязнение. Наконец, подготовленные образцы помещаются в вакуумную камеру в специально подготовленных оправах-держателях. Это последний этап перед нанесением покрытия, который завершается откачкой вакуумной установки до достижения рабочего давления.

4. Необходимо закрыть двери вакуумной камеры и убедиться в том, что все клапаны вакуумной камеры закрыты. Включить охлаждающий чиллер и открыть водоохлаждение форвакуумных насосов. Запустить насос предварительной, форвакуумной откачки. По достижении давления в вакуумной камере $7,5 \cdot 10^{-2}$ мБар закрыть клапан форвакуумной откачки и открыть высоковакуумный затвор для откачки криогенным насосом. Откачивать до рабочего давления не выше $3 \cdot 10^{-7}$ мБар.

5. По достижении рабочего давления необходимо открыть клапаны водоохлаждения корпуса камеры, форвакуумного насоса и механизма вращения мишеней. Включить ВЧ генератор, запустить вращение подложек, прогреть сеточный ионный источник распыления на мощности 800 Вт на протяжении десяти минут, это необходимо сделать, чтобы получить стабильную температуру на первых слоях нанесения покрытия, в другом варианте есть риск работы источника в неверном режиме и порчи изделий, загруженных в вакуумную камеру. Установить рабочие параметры для нейтрализатора и ионных источников распыления и окисления:

6. Исходя из результатов главы 2 перед непосредственным нанесением покрытия необходимо произвести ионную очистку подложек ионами низких энергий (15-30 эВ) в плазме кислорода с помощью ионного источника окисления. Очистку проводить не менее 25 мин. Для стабильной работы сеточного ионного источника требуется его прогреть при ВЧ мощности 800 Вт, после режима прогрева задать ускоряющее напряжение 100 В при токе 10 мА на ускорительную сетку.

ВЧ мощность ИИР 800 Вт при частоте 2,1 МГц, ИИО 550 Вт при частоте 13,56 МГц.

Плазменный источник для окисления должен работать бесперебойно от начала до конца процесса нанесения при постоянной ВЧ мощности 550 Вт и расходе газа 36 см³/мин.

Контроль процесса осаждения необходимо производить с помощью комбинированной системы оптического контроля. Комбинированная система оптического контроля включает в себя монохроматический оптический контроль и широкополосный оптический контроль. Широкополосный оптический контроль позволяет выполнять измерения спектра пропускания покрытия подложки в процессе напыления на каждом обороте подложки вокруг оси вакуумной камеры, за один оборот последовательно выполняются измерения на всех вращающихся подложках в диапазоне от 400 нм до 1100 нм. Монохроматический оптический контроль позволяет выполнять измерения

спектра пропускания покрытия образца-свидетеля на одной длине волны в диапазоне от 400 нм до 1100 нм. Монохроматический оптический контроль работает параллельно с прямым оптическим контролем все время напыления. В процессе нанесения широкополосных оптических покрытий происходит автоматический расчет значения функции невязки напыляемого слоя. Функция невязки представляет собой меру несоответствия между измеренной кривой пропускания покрытия и расчетной кривой пропускания покрытия [83]. Для вычисления невязки суммируются модули разностей между измеренными значениями пропускания и расчетными значениями в каждой спектральной точке и делят их на количество спектральных точек.

Толщина покрытия оптической подложки и образца-свидетеля определяется также автоматически с помощью программного обеспечения исходя из измеряемых спектров пропускания покрытия подложки и спектров пропускания покрытия образца-свидетеля соответственно.

Контроль процесса осаждения начальных слоев производится с помощью монохроматического оптического контроля, при этом остановка осаждения каждого слоя и переход к осаждению следующего слоя осуществляется при достижении минимума функции невязки широкополосного оптического контроля.

6.3 Измерение оптических характеристик покрытия

6.3.1 Измерение потерь в зеркалах с высоким коэффициентом отражения методом измерения времени затухания в оптическом резонаторе

Измерение потерь в зеркалах с высоким коэффициентом отражения производится методом измерения времени затухания сигнала в оптическом резонаторе [84]. Этот метод является очень точным и может использоваться для измерения потерь в различных типах диэлектрических зеркал с высоким коэффициентом отражения. Однако также существуют и другие методы, такие

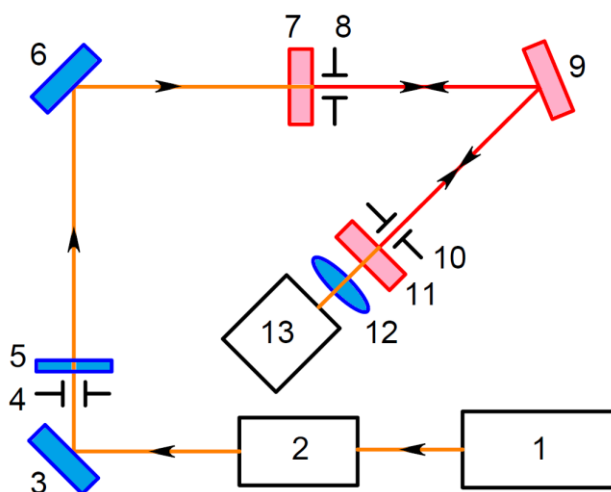
как метод мерцания или метод анализа фазы, которые могут использоваться для тех же целей.

Для определения потерь в зеркалах с высоким коэффициентом отражения был выбран метод измерения времени затухания сигнала в оптическом резонаторе. Этот метод основан на оценке времени, за которое интенсивность света внутри оптического резонатора уменьшается до уровня заднего фона [85]. Чем быстрее интенсивность уменьшается, тем выше потери в зеркалах. Соответствие значений измерения КЗО к потерям, выраженным в миллионных долях процента представлено в таблице 5.

Таблица 5 – Соответствие значений измерения КЗО к потерям, выраженным в миллионных долях процента

Диапазон измерений КЗО	Расширенная неопределенность результата измерений
$0,99 \leq R_s \leq 0,995$	0,001
$0,995 \leq R_s \leq 0,999$	0,0004
$0,999 \leq R_s \leq 0,9999$	0,00007
$0,9999 \leq R_s \leq 0,99999$	0,000007
$0,99999 \leq R_s \leq 0,999995$	0,000004

Для измерения КЗО использовались различные оптические схемы с использованием импульсных или непрерывных источников лазерного излучения [86-88]. Собранная структурная схема стенда для измерения времени затухания сигнала в оптическом резонаторе представлена на рисунке 47. В данном стенде реализован оптический резонатор из зеркал нанесенных по технологии ВЧ ионно-лучевого распыления мишеней в среде атомарного кислорода.



1 – лазер; 2 – изолятор Фарадея; 3 – зеркало; 4 – диафрагма; 5 – полуволновая пластина; 6 – зеркало; 7 – зеркало резонатора; 8 – диафрагма; 9 – образец; 10 – диафрагма; 11 – зеркало резонатора; 12 – линза; 13 – фотодетектор
Рисунок 47 – Структурная схема стенда измерения сверхвысокого КЗО

Для сравнения на рисунке 48 представлены данные по потерям в зеркалах до внесения изменений в технологию по нанесению методом ионно-лучевого распыления. Ссылаясь на главу 2 данной работы, ранее использовался источник торцевой Холла с большей энергией бомбардирующих ионов, как описано в главе 2. Стоит отметить, что в соответствии с главой 3 данной работы применен новый подход к моделированию оптической структуры и обновлён порядок определения показателей преломления. В соответствии с главой 4 определено поглощение в материалах и сделан вывод о том, что оксид тантала в комплексе с окислением источником индуктивно-связанной кислородной плазмы при ионно-лучевом распылении даёт наименьшее поглощение из всех исследованных образцов таблицы 1.

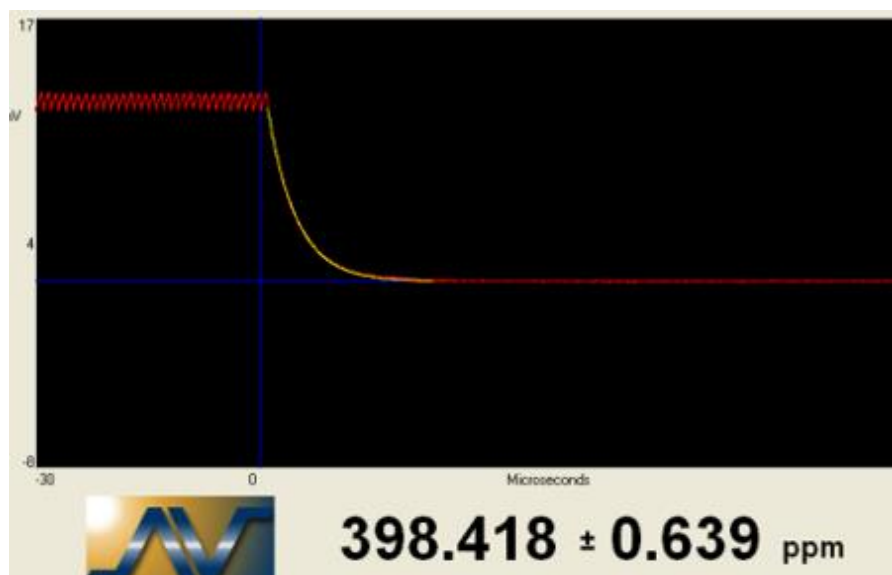


Рисунок 48 – Потери на зеркале до внесения изменений в технологический процесс

6.3.2 Определение коэффициента поглощения фототермическим методом в нанесённом оптическом покрытии и мотивация выбора кремниевой подложки для решения данной задачи

В конце 20-го века были определены основные совокупности свойств материалов или критерии пригодности для использования в качестве подложек зеркал при различных тепловых нагрузках. Таблица 6 отображает свойства некоторых материалов подложек.

Таблица 6 – Свойства некоторых материалов подложек, $t = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ [89]

	Кварц КУ-1	Ситалл	Si
ρ , г/см ³	2,2	2,46	2,33
E, ГПа	73	91	169
КТЛР α , 10^{-6} , 1/К	0,55	0,05	2,6
k, Вт/(м*К)	1,38	1,18	148
E/ ρ , 10^6 Н*м/кг	33,2	36,4	72,5
k/ α , 10^6 Вт/м	2,51	32	56,9

В таблице: ρ – удельная плотность, E – модуль упругости, k – коэффициент теплопроводности, E/ρ – критерий удельной жесткости, характеризующий прогиб зеркала под собственным весом, k/α – критерий термостабильности, характеризующий прогиб зеркала при нагреве в стационарном режиме.

Как видно из данных, кремний демонстрирует наилучшие свойства среди рассмотренных материалов. Теплопроводность кремния превосходит теплопроводность кварца примерно в 100 раз, а его термостабильность превышает термостабильность кварца примерно в 23 раза. Эти параметры играют ключевую роль в обеспечении эффективной работы лазерных систем.

Однако следует отметить, что как на поверхности подложки, так и в оптическом покрытии всегда присутствуют дефекты, которые могут значительно влиять на локальный коэффициент отражения и приводить к локальному перегреву подложки. Таким образом, необходимо учитывать не только базовые свойства материала, но и его поверхностные и оптические характеристики при выборе материала для лазерных зеркал.

Таким образом, кремний является предпочтительным выбором для подложки лазерного зеркала благодаря его высокой теплопроводности и термостабильности. Однако важно также учитывать и минимизировать влияние дефектов на поверхности подложки и в оптическом покрытии для обеспечения стабильной работы лазерной системы. Для небольших круглых дефектов радиусом r_0 расчёт температурного поля может быть проведён аналитически [90]. Задача является двумерной и нестационарной. Локальный стационарный перегрев поверхности в центре круглого дефекта составит:

$$\vartheta_{\text{стац}} = \frac{q_0 r_0}{k}, \quad (8)$$

где q_0 – локальный тепловой поток в дефекте, Вт/м²;

r_0 – радиус дефекта, м;

k – коэффициент теплопроводности подложки, Вт/(м · К).

Теплопроводная подложка уменьшает локальный перегрев в месте дефекта. Из формулы 8 следует, что для кремния ($k(\text{Si}) = 175 \text{ Вт/(м} \cdot \text{К)}$) локальный перегрев будет более, чем в 100 раз ниже, чем для кварца ($k(\text{SiO}_2) = 1,38 \text{ Вт/(м} \cdot \text{К)}$). Для точечных дефектов IV класса оптической чистоты $r_0 = 0,15 \text{ мм}$. В абсолютных цифрах для высоконагруженных систем при таких дефектах перегрев может достигать запредельных 10000 градусов для кварца, снижаясь до приемлемого уровня 78 градусов для кремния. Время выхода на стационарную температуру ($0,99\vartheta_{\text{стац}}$) не зависит от теплового потока и составляет:

$$\tau_{\text{стац}} = \frac{796,5r_0^2}{a}, \quad (9)$$

где a – коэффициент температуропроводности подложки, $\text{м}^2/\text{с}$.

Для кремния $a(\text{Si}) = 84 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$, для кварца $a(\text{SiO}_2) = 0,75 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$. На указанных дефектах IV класса время выхода на стационар составит 23,9 с для кварца и 0,21 с для кремния. Кремний как жесткий и теплопроводный материал для подложек зеркал обладает заметно более высокими характеристиками при тепловом нагружении всего зеркала.

График времени выхода на стационарную температуру для трех материалов представлен ниже на рисунке 49.

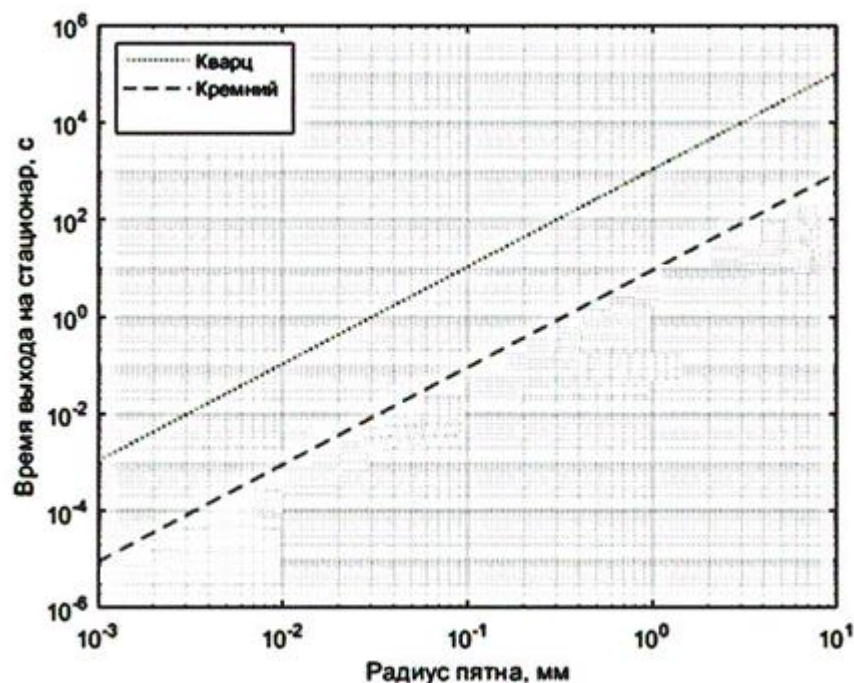


Рисунок 49 – Зависимость времени выхода на стационарное значение температуры от радиуса пятна излучения на поверхности образца

Стационарное значение нагрева в точечном дефекте равно:

$$\vartheta_{cm} = q r_0 / \lambda, \quad (10)$$

где q – плотность теплового потока Вт/м²;

r_0 – радиус точечного дефекта, м;

λ – коэффициент теплопроводности подложки, Вт/(м · К).

Нагрев указан относительно окружающей температуры, т.е. $\vartheta = T - T_0$. Принимая, что максимальный нагрев составляет 180 градусов, можно построить следующую зависимость, изображенную на рисунке 50, допустимого теплового потока от радиуса дефекта.

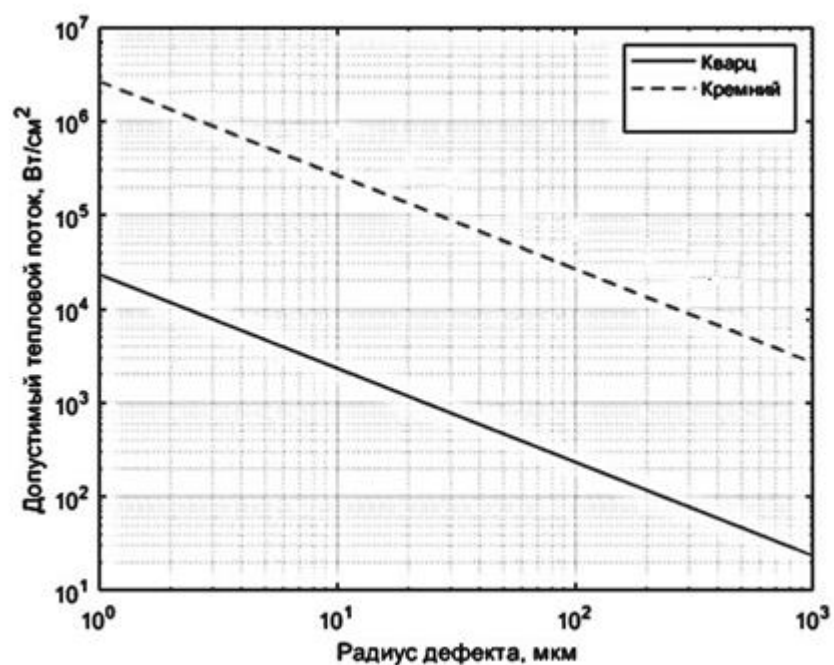


Рисунок 50 – Зависимость допустимого теплового потока от радиуса дефекта при нагреве на 180 К

Из полученной зависимости следует, что замена кварцевой подложки на более теплопроводную кремниевую позволит на порядок увеличить размер допустимого дефекта.

Ниже приведена таблица 7, в которой излагается информация о допустимых тепловых потоках для трех размеров дефектов.

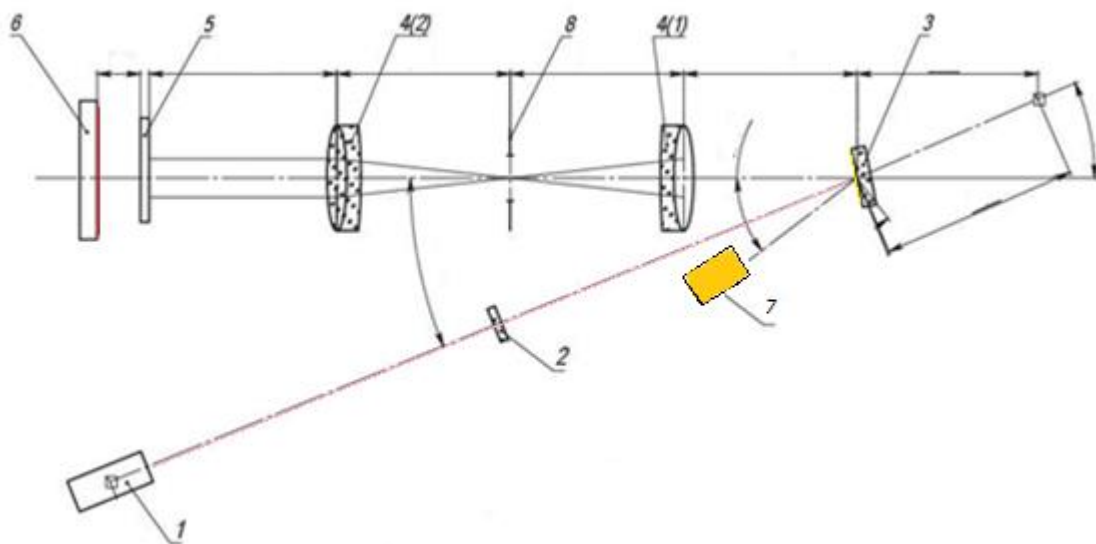
Таблица 7 – Допустимые тепловые потоки

Радиус дефекта, мкм		25	50	100	150
Диаметр дефекта, мкм		50	100	200	300
Класс чистоты		II	III	IV	IV
Допустимый поток, Вт/см ²	Кварц	936	468	234	156
	Кремний	10,6 E ⁴	5,32 E ⁴	2,66 E ⁴	1,78 E ⁴

Испытания оптических покрытий на поглощение осуществлялись на стенде измерения поглощения фототермическим методом.

Испытания считаются пройденными, если после воздействия излучением высокой мощности разрушения покрытия не обнаружены.

Схема стенда приведена на рисунке 51.



- 1 – силовой лазер; 2 – линза $f = 460$ мм; 3 – измеряемый образец;
4(1), 4(2) – линзы с фокусным расстоянием 100 мм; 5 – микролинзовый растр;
6 – матрица камеры; 7 – лазерный модуль для диагностики формы поверхности;
8 – диафрагма с отверстием диаметром 100 мкм

Рисунок 51 – Оптическая схема стенда для измерения поглощения
фототермическим методом

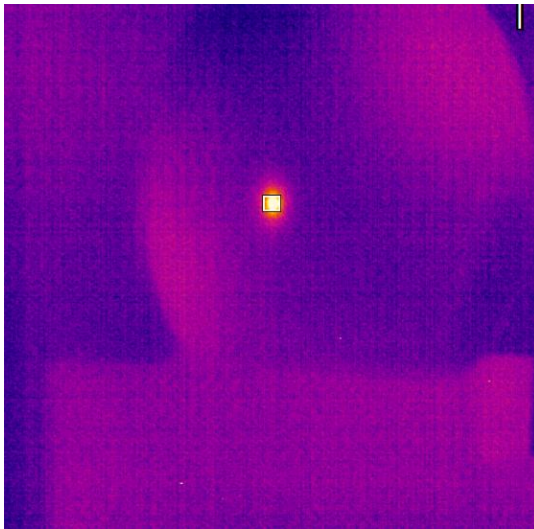
Источником мощного непрерывного излучения является лазер. Для формирования измерительного пучка используется телескоп, состоящий из линз 4(1) и 4(2). Для пространственной фильтрации применяется диафрагма, имеющая диаметр отверстия 100 мкм. Микролинзовый растр 5 имеет размер 10×10 мм. Шаг между микролинзами 300 мкм, микролинзы располагаются по квадратной решетке. Фокусное расстояние 14,6 мм. Регистрация гартманнограмм осуществляется камерой (6), имеющей матрицу 1/2" с разрешением 1,3 мегапикселей. Тип датчика КМОП, размер матрицы $6,1 \times 4,9$ мм, разрешение матрицы

1280×1024 пикселей, размер пикселя $4,8 \times 4,8$ мкм, скорость 88 кадров/с.

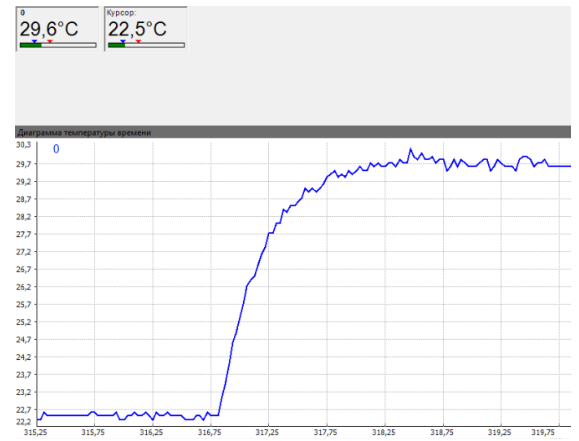
Обработка гартманограмм осуществляется с помощью специально разработанного программного обеспечения.

Система позиционирования образца устроена следующим образом. Образец с покрытием при помощи универсального держателя устанавливается на линейный однокоординатный транслятор и перемещается в плоскости фокуса.

Прицеливание в определенный участок на поверхности покрытия осуществляется с помощью юстировочного лазера с длиной волны 632 нм, встроенного в блок силового лазера. Попадание контролируется при помощи цифровой фотокамеры. Поворот образца осуществляется вручную путем ослабления винтов стоек и поворота самого держателя. Лазер работает в режиме постоянной мощности. Воздействие лазерным излучением происходит в течение 60 секунд, за это время температура поверхности образца с покрытием выходит на стационарный режим. Характерное нагрев оптического покрытия под воздействием излучения изображен на рисунке 52а. Зависимость изменения температуры образца с покрытием от времени воздействия излучения представлена на рисунке 52б. Характерное распределение энергии в поперечном сечении пучка лазерного излучения представлено на рисунке 53. Хотелось бы отметить, что влияние температуры подложки на свойства тонких плёнок в ближнем ИК диапазоне особенно важны и данная тема имеет большой потенциал для изучения [91]



а) распределение температуры по поверхности образца под воздействием излучения



б) график изменения температуры образца с покрытием от времени воздействия излучения

Рисунок 52 – Нагрев оптического покрытия под воздействием лазерного излучения

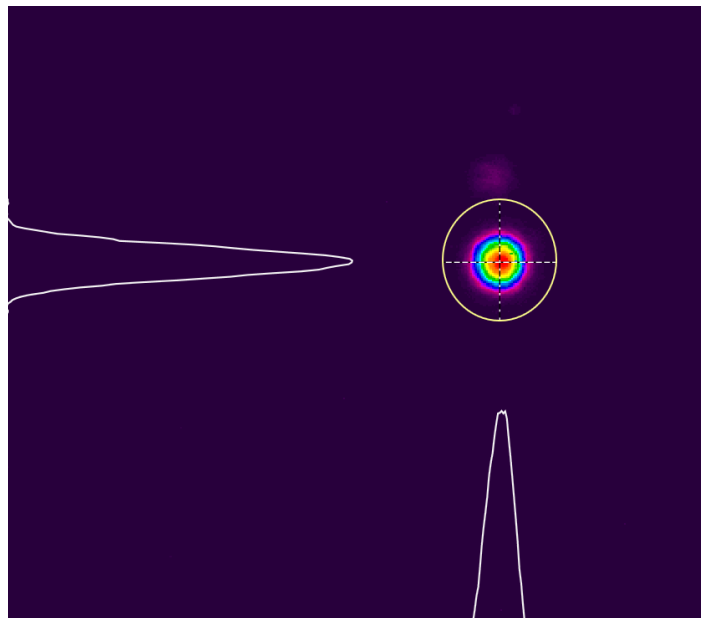


Рисунок 53 – Характерное распределение энергии в поперечном сечении пучка лазерного излучения

6.4 Исследование методом рентгеновской рефлектометрии состава плёнок диэлектрических зеркал

Рентгенография образцов выполнена на многофункциональном высокоразрешающем рентгеновском дифрактометре Bruker D8 Discover с $\text{CuK}\alpha$ излучением ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) в геометрии Брегга-Брентано, при напряжении 40 кВ и токе 40 мА. Анализ профиля рентгенограммы и определение фазового состава с использованием базы данных ICDD проведены в программном пакете EVA.

Обработаны результаты рефлектометрии с учетом технологических данных толщин слоёв. Данные толщин слоёв в периодической части оптической структуры точно совпали с периодами осцилляций в рефлектограммах как показано на рисунке 54 и 55.

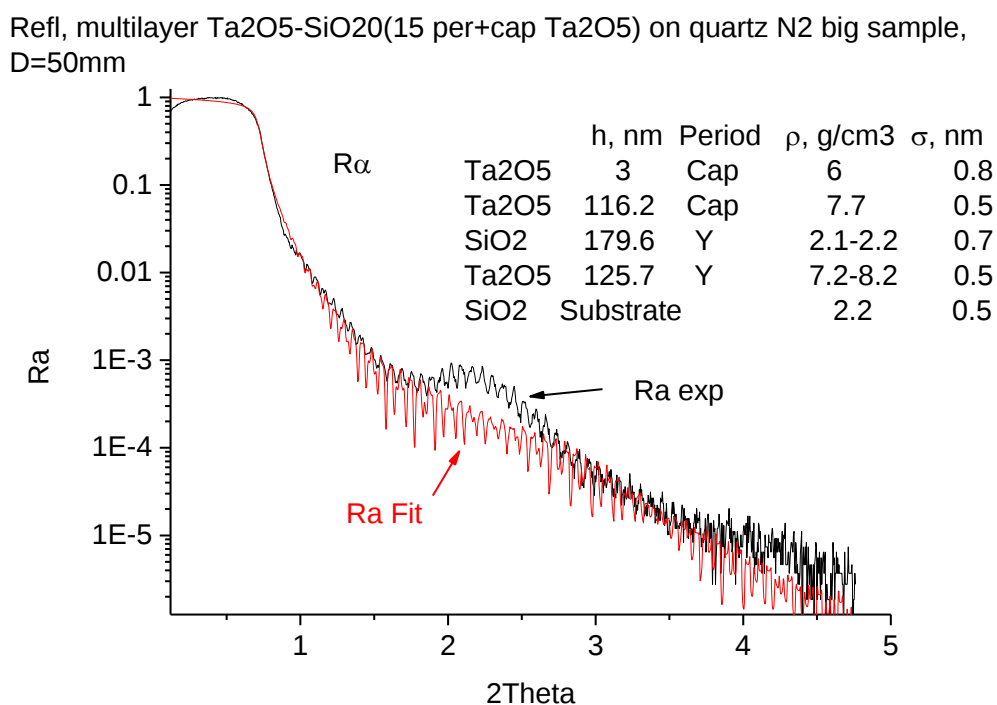


Рисунок 54 – Рефлектограмма и результат обработки данных на линии $\text{CuK}\alpha$

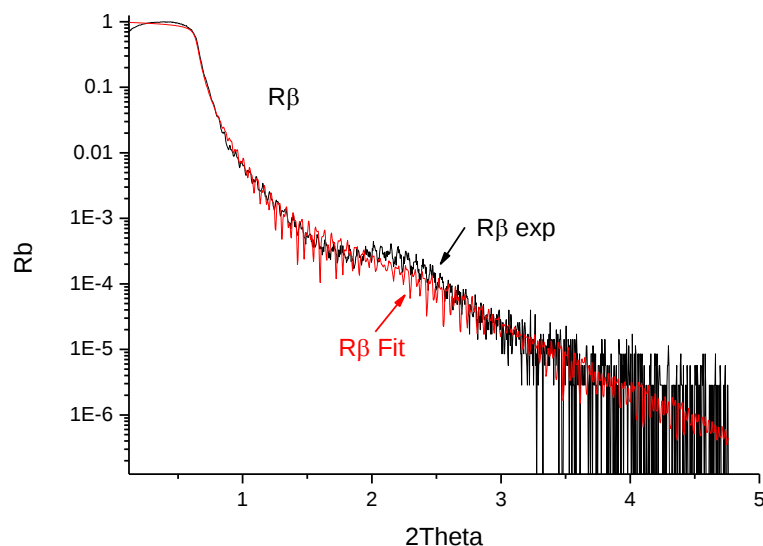


Рисунок 55 – Рефлектограмма и результат обработки данных на линии CuKβ

Таблица 8 - Параметры структуры по результатам обработки данных рефлектометрии

	h, nm	Period	ρ , g/cm ³	σ , nm
Ta ₂ O ₅	3,0	Cap	6,0	0,8
Ta ₂ O ₅	123,2	Cap	7,7	0,5
SiO ₂	179,6	Y	2,1 - 2,2	0,7
Ta ₂ O ₅	125,7	Y	7,2 - 8,2	0,5
SiO ₂	Substrate		2,2	0,5

Согласно рентгеновской рефлектометрии, граничный слой Ta₂O₅ (сар) состоит из двух частей. Тонкий слой, у края структуры, имеет толщину ориентировочно 3 нм и плотность 6 г/см³. Под ним находится основная часть сар с хорошо определяемыми толщиной и плотностью. Рефлектометрия показала хорошую чувствительность к этим параметрам.

Под сар находится периодическая часть структуры. Толщины слоев этой структуры хорошо определялись рефлектометрией и точно совпали с технологическими данными. Однако плотности слоев этой части образца не

влияли на критический угол полного внешнего отражения и в какой-то мере определялись по амплитудам осцилляций рефлектограмм. Поэтому для плотностей дается интервальная оценка. Стоит отметить, что тонкий слой Ta_2O_5 у границы структуры был введен, чтобы объяснить выпуклость в центре рефлектограммы. Однако выпуклость рефлектограммы, которую он дает, меньше наблюдаемой. Кроме того, эта выпуклость совпадает по угловому положению и на линии $CuK\alpha$, и на линии $CuK\beta$. Хотя их положения должны быть смещены по углу примерно на 10%. Отсюда следует сделать вывод, что данная особенность связана с геометрией поверхности.

На рисунке 56 дифрактограммы, полученные как со стороны многослойной структуры, так и со стороны кварцевой подложки. Во втором случае наблюдается стандартная кривая для плавленого аморфного кварца. Со стороны многослойной структуры наблюдаются дополнительные широкие максимумы. На данном образце была измерена рентгеновская дифракция на линии $CuK\alpha$.

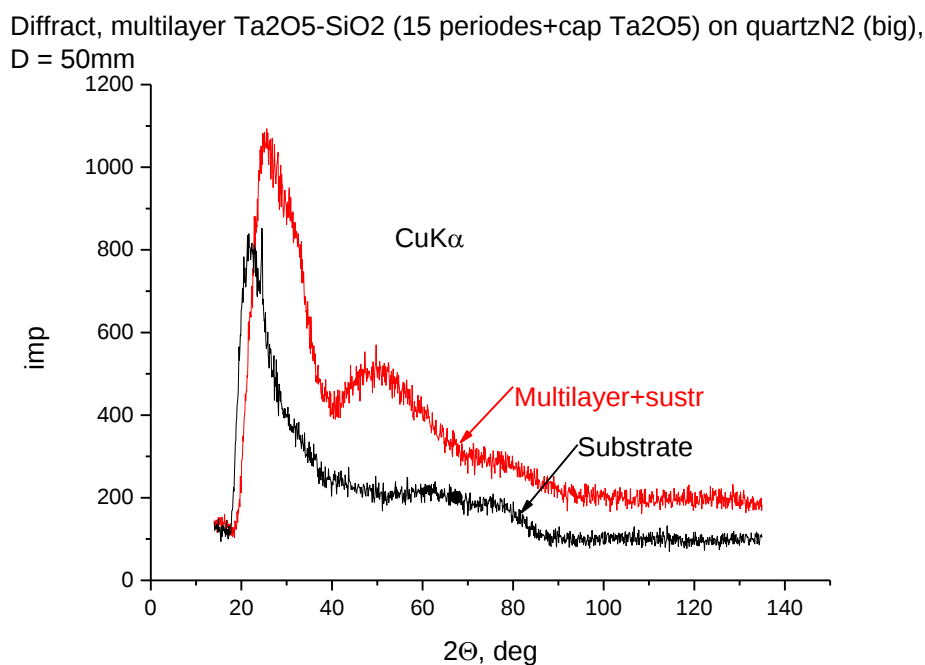


Рисунок 56 – Рентгеновская дифрактограмма многослойной структуры

Опираясь на данные из работ [92 - 95] максимумы связаны с тем, что слои являются аморфными. Аналогичные кривые были получены при рентгеновской дифракции на аморфных пленках Ta_2O_5 в работе [96], рисунок 2а.

6.5 Сравнение характеристик с конкурентными решениями

Расчетный коэффициент отражения, полученный в ходе моделирования, равен 99,99 % при заданной длине волны. Исходя из полученных измерений, зеркало обладает потерями на уровне 100 ppm, как отражено на рисунке 57, необходимо определить: являются ли они результатом поглощения или рассеяния внутри структуры зеркала. Поскольку зеркало с высоким поглощением не может быть применено в силовой оптике, необходимо определить природу потерь. Измеренный спектральный коэффициент отражения и пропускания отображены на рисунках 58 и 59 соответственно.

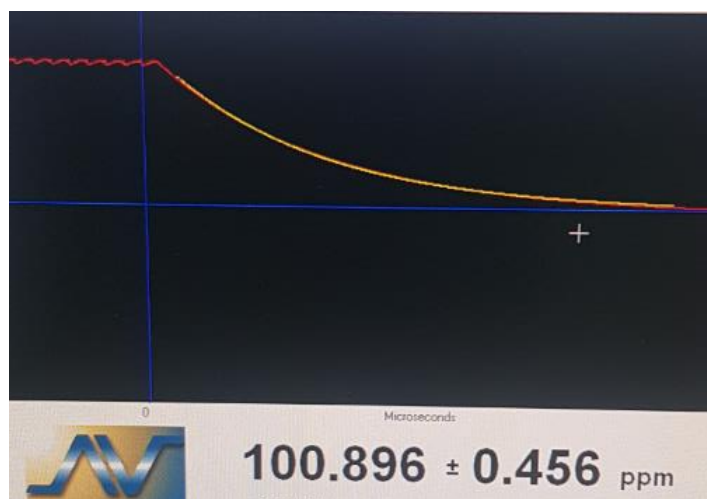


Рисунок 57 – Потери на зеркале, изготовленном методом высокочастотного ионно-лучевого распыления мишени в среде атомарного кислорода

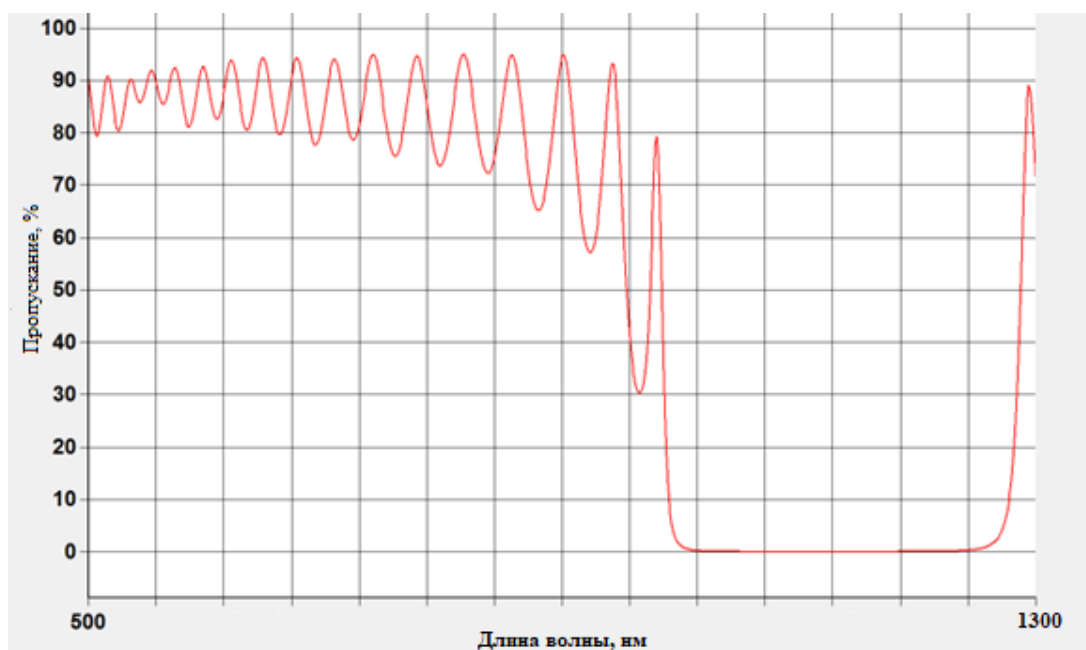


Рисунок 58 – Измеренный спектральный коэффициент пропускания

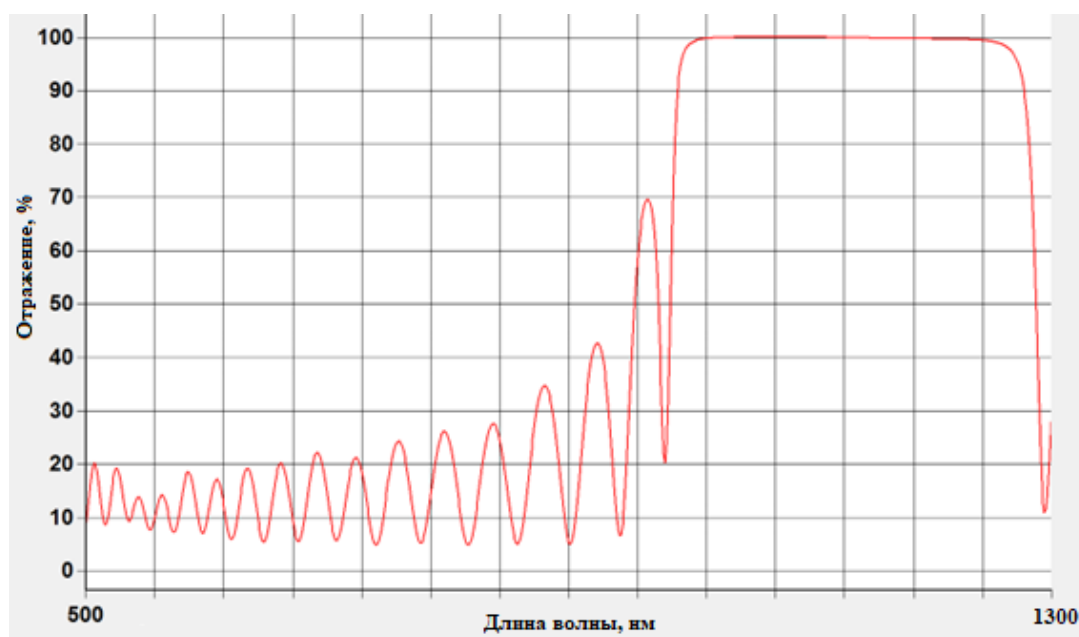
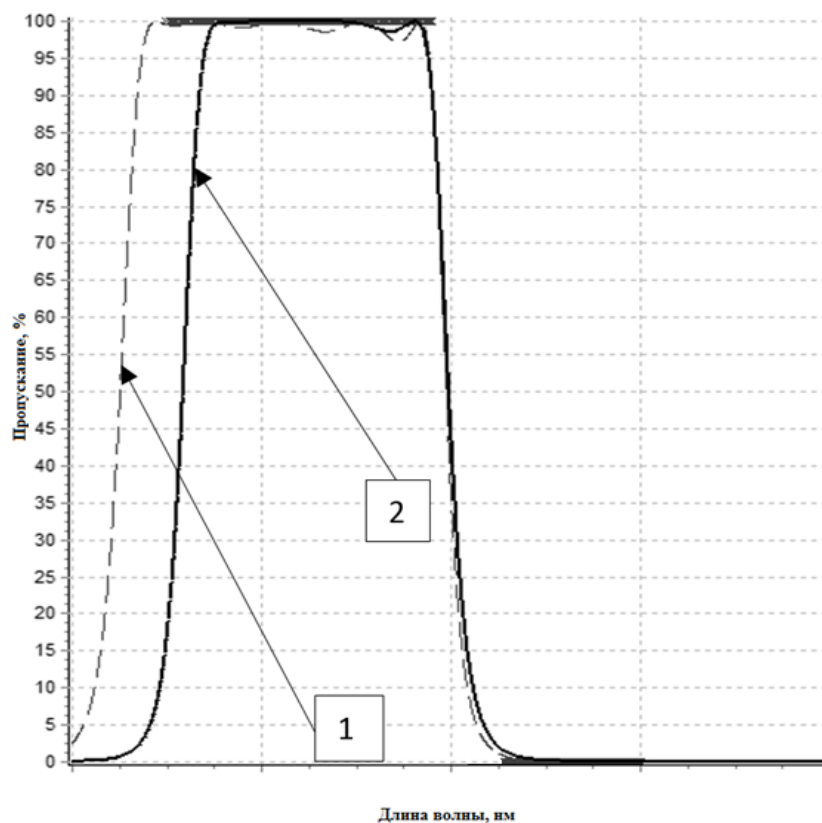


Рисунок 59 – Измеренный спектральный коэффициент отражения

Стоит отметить, что покрытия с высоким коэффициентом зеркального отражения и малыми потерями весьма востребованы на орбите в части аппаратуры для дистанционного зондирования Земли [97]

В рамках данной работы также проводилась работа по разработке конструкции и оценке возможности изготовления оптического покрытия-фильтра с высоким значением крутизны коротковолнового фронта пропускания ($k_p \leq 1,003$) [98] и низкими потерями на длине волны заграждения. На рисунке

60 представлены расчётные спектральные кривые изготовленного изделия, изготовленного методом ионно-лучевого распыления в среде кислорода.



1 – 72 слоя при толщине 8886 нм; 2 – 65 слоёв при толщине 8791 нм

Рисунок 60 – Конструкция коротковолнового фильтра для λ рассчитанного по принципу конструкции четвертьволнового зеркала с просветлением в требуемой области спектра (1) и рассчитанного по принципу резонаторов Фабри-Перо (2)[99]

Как известно, в основе конструкции наносимого изделия могут лежать два типа конструкции оптического покрытия в зависимости от поставленных задач, это могут быть резонансные полости Фабри-Перо [100], в которых два диэлектрических зеркала, состоящих из пар слоев с высоким и низким индексом, оптическая толщина каждого из которых составляет $\frac{1}{4}$ длины волны, симметрично разделены резонирующим слоем, состоящим из одного или более слоев толщиной в $\frac{1}{2}$ длины волны. Также коротковолновые фильтры могут быть сконструированы по принципу конструкции четвертьволнового зеркала [101] с

элементами просветления в требуемой области спектра. В зависимости от поставленных задач любой из данных методов применяется для моделирования и дальнейшего нанесения фильтрующих покрытий [101]. Для достижения малых потерь в данной структуре, сравнимых с потерями на поглощение в зеркалах, проводилась работа по уменьшению и оценке уровня поглощения в монослоях плёнообразующих материалов, выбранных для нанесения покрытия, а также влияние общего поглощения на структуры, смоделированные двумя различными методами.

Из рисунка 61 видно, что спектр достаточно хорошо совпадает с расчётным, хотя крутизна коротковолнового фронта пропускания несколько хуже, это может связано с точностью измерений спектрофотометра, а если точнее, с шириной щели во время измерений и временем накопления. Суммарные потери на поглощение в готовом изделии равны 800 ppm, что близко к расчётным значениям. Стоит отметить, что не все значения поглощения можно учесть в теоретическом расчёте, существуют механизмы возникновения поглощения, которые проявляются во время нанесения покрытий и не связаны с недостаточным окислением материалов, каждый из механизмов нуждается в отдельном изучении.



Рисунок 61 – Спектральные измерения коротковолнового фильтра с высоким значением крутизны коротковолнового фронта пропускания

Исследование образцов фототермическим методом на наличие в плёнках поглощения позволило установить: при длительном лазерном облучении мощностью порядка 100 Вт тепловизор фиксирует незначительный рост температуры в нагруженной области, сравнимый с погрешностью измерения тепловизора на зеркальных образцах. На образцах с покрытием типа фильтр фактическое поглощение выше, что хорошо сочетается с теоретическим расчётом в программе Optilayer. Как показано на рисунке 62, разные конструкции одного и того же покрытия могут давать разное расчётное и фактическое поглощение, что связано с распределением электрического поля внутри структуры.

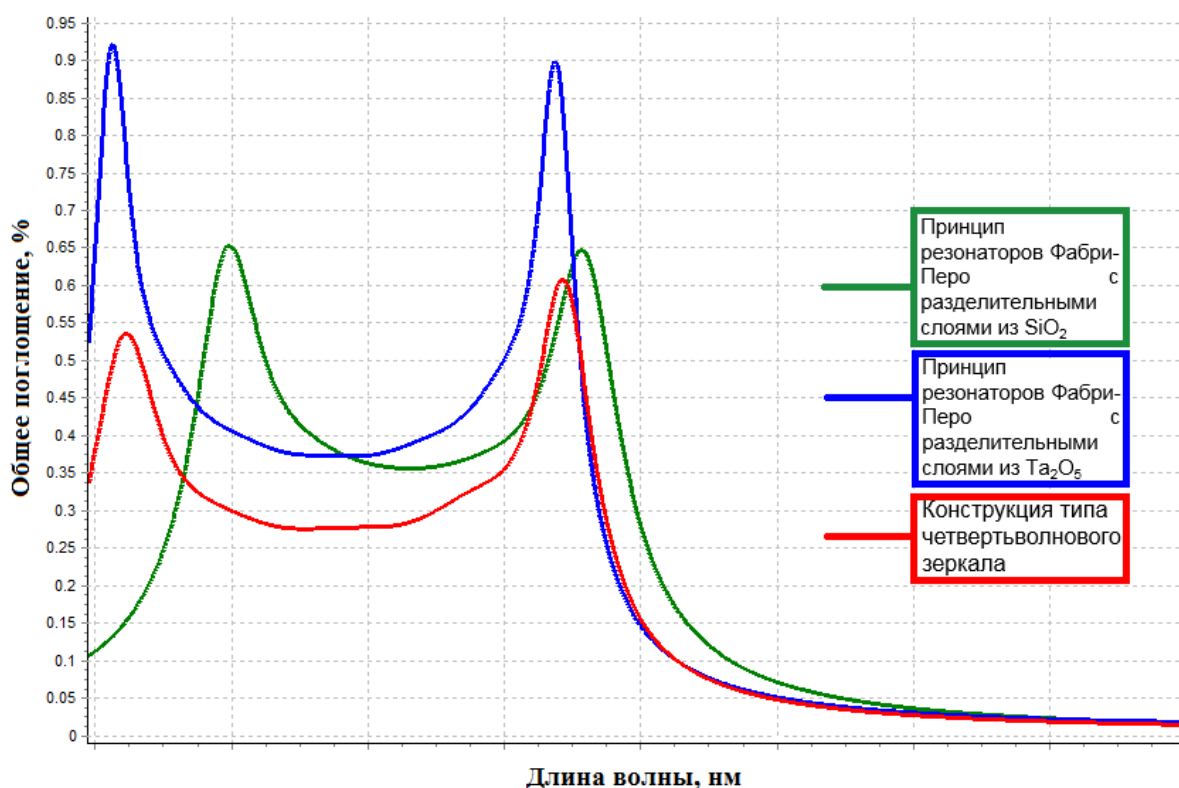


Рисунок 62 – Теоретическая оценка общего поглощения в структуре в зависимости от типа конструкции фильтра

В сравнении с покрытием зеркального типа, общее поглощение на требуемых длинах волн в фильтрах выше, как отражено на рисунке 63.

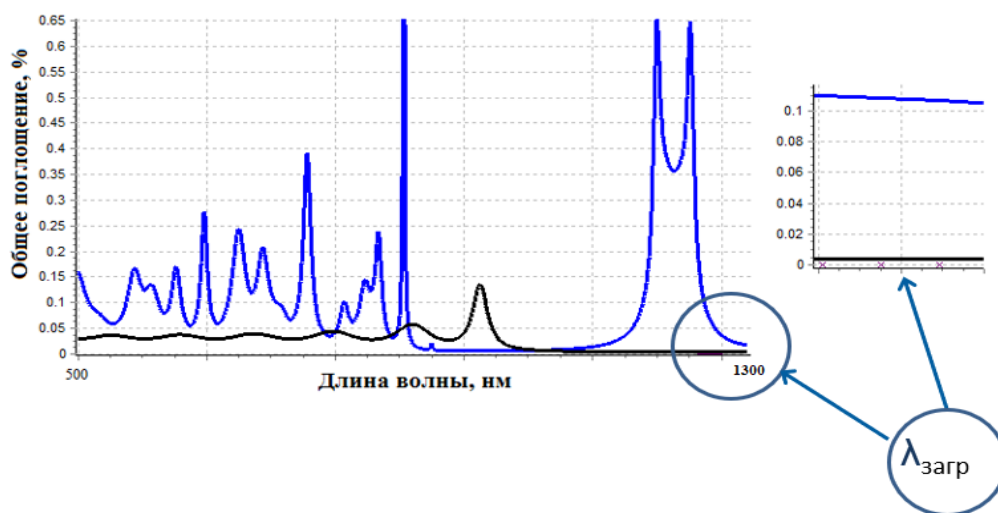


Рисунок 63 – Сравнение расчётного общего поглощения в фильтре (синим цветом) и зеркале (чёрным цветом)

Несмотря на то, что для процесса осаждения использовались одни и те же материалы слоёв, одинаковые режимы нанесения и один и тот же тип подложек. Очевидно, что производство покрытий типа фильтр с высоким значением крутизны коротковолнового фронта пропускания и малыми потерями на длине волны заграждения, необходимых при сложении двух и более излучений близких либо равных длин волн в один оптический путь, в лазерных системах разной направленности реализуемо, но требует глубокой проработки вопросов с механизмами возникновения поглощения.

Касательно зеркал с высоким коэффициентом отражения и малыми потерями, основными источниками потерь являются:

- 1) рассеяние света между слоями;
- 2) отсутствие точной финишной полировки поверхности подложки, то есть рассеяние, вносимое непосредственно от подложки;
- 3) остаточное пропускание;
- 4) механизмы возникновения поглощения, не связанные с окислением осаждаемых материалов;

Выводы

1 Разработаны основы технологии изготовления диэлектрических зеркал со сверхвысоким отражением до 99,99 % за счет минимизации потерь на поглощение оптического излучения до 15 ppm, предназначенных для работы в ближнем ИК-диапазоне спектра. Формирование тонких пленок, составляющих оптическое покрытие зеркала, осуществляется методом ВЧ ионно-лучевого распыления мишеней необходимых материалов.

2 Предложенный подход является унифицированным и может применяться при производстве любого типа оптических элементов – поляризаторов, просветляющих покрытий, фильтров, зеркал, работающих в ближнем ИК диапазоне длин волн оптического излучения.

3 Разработан, создан и внедрён в производство оптический резонатор для стенда по определению потерь в зеркалах с высоким коэффициентом отражения методом измерения времени затухания сигнала в оптическом резонаторе. Резонатор позволяет диагностировать высокий коэффициент зеркального отражения от 99,9 до 99,999 %.

4 Изучен механизм потерь, связанных с поглощением и рассеянием оптического излучения в диэлектрических оптических покрытиях. Общие потери имеют две основные причины, с которыми предстоит работать: 1) рассеяние света между слоями, 2) отсутствие точной финишной полировки поверхности подложки. Полученные результаты послужили основой для исследований по повышению коэффициентов отражения и снижения потерь на требуемых длинах волн оптического излучения. Внедрение результатов работы в производство приведет к существенному повышению точности полировки и, следовательно, повышению качества оптических элементов на этапе, предшествующем нанесению оптических покрытий.

5 Определено, что в зоне размещения подложек при ионно-лучевом распылении исследованных ионных источников присутствуют первичные и отраженные ионы с плотностью тока на уровне 1 мкА/см² и энергией до 300эВ.

Данные значения превышают энергию, достаточную для распыления для большинства материалов, в том числе плёнок из Ta_2O_5 для распыления которых достаточно энергии от 20 эВ, а SiO_2 при 200 эВ или меньше, в зависимости от структуры.

6. Модернизирована вакуумная установка для нанесения пленок ВЧ ионно-лучевым распылением мишени. В вакуумную систему введен источник индуктивно-связанной плазмы для диссоциации молекулярного кислорода на атомарный. Определены технологические параметры источника для снижения влияния на подложки энергии ассистирующих ионов. Установлено, что оптимальным с точки зрения эффективности генерации и, как следствие окисления, в данной конфигурации ионного источника является диапазон мощности от 820 до 850 Вт, при дальнейшем увеличении мощности относительная доля атомарных ионов снижается.

7. Разработана тонкопленочная структура и изготовлено оптическое покрытие-фильтр с высоким значением крутизны коротковолнового фронта пропускания ($k_r \leq 1,003$) и низкими потерями на длине волны заграждения. Общие потери составили 700 ppm, из которых 500 ppm приходится на проходящий свет.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 T. Pencheva, M. Nenkov, J. Michev, «Interference multilayer antireflection coatings for two wavelengths in the near infra red», Proc. SPIE, 4397, 124 – 128 (2001).
- 2 J. Wang, G.A. Hart, J.F. Oudard, L. Wamboldt, B.P. Roy, «HfO₂/SiO₂ multilayer based reflective and transmissive optics from the IR to the UV», In Proceedings of the Advanced Optics for Defense Applications: UV through LWIR, Baltimore, MA, USA, 17–19 April 2016; pp. 98220Z-1–98220Z-9.
- 3 M. Mende, S. Schrameyer, H. Ehlers, D. Ristau, L. Gallais, «Laser damage resistance of ion-beam sputtered Sc₂O₃/SiO₂ mixture optical coatings», Appl. Opt., 52, 1368 - 1376 (2013).
- 4 C. Fournet, B. Pinot, B. Geenen, F. Ollivier, W. Alexandre, H.G. Floch, A. Roussel, C. Cordillot, D. Billon, «High damage threshold mirrors and polarizers in the ZrO₂/SiO₂ and HfO₂/SiO₂ dielectric systems», Laser-Induc. Damage Opt. Mater. 1624, 282 - 293 (1991).
- 5 M. Chorel, T. Lanternier, E. Lavastre, N. Bonod, B. Bousquet, J. Néauport, «Robust optimization of the laser induced damage threshold of dielectric mirrors for high power laser», Opt. Express, 26, 11764 (2018).
- 6 G.I. Babayants, S.G. Garanin, V.G. Zhupanov, E.V. Klyuev, A.V. Savkin, S.A. Sukharev, O.A. Sharov, Development and study of dielectric coatings with a high radiation resistance. Quantum Electron. 35, 663 - 666 (2005).
- 7 J.F. Anzellotti, D.J. Smith, R.J. Sczupak, Z.R. Chrzan, «Stress and environmental shift characteristics of HfO₂/SiO₂ multilayer coatings», In Proceedings of the Laser-Induced Damage in Optical Materials, Boulder, CO, USA, 13 May 1997; 258 - 264.
- 8 H. Jiao, J. Zhang, Z. Wang, G. Bao, X. Niu, X. Cheng, «HfO₂-SiO₂ mixed film deposited by Ion Assisted Deposition Coevaporation», In Proceedings of the Laser-Induced Damage in Optical Materials, Boulder, CO, USA, 23 November 2017; 1044726-1–1044726-9.

9 S. Zhao, H. Lv, H. Wang, T. Wang, L. Yan, X. Yuan, W. Zheng, «Preparation of sol-gel $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2$ multi-layer film based on UV-irradiation treatment», In Proceedings of the Conference on Lasers and Electro-Optics/Pacific Rim 2009, Shanghai, China, 30 August - 3 September 2009; p. ThD2_3.

10 Laser Focus World, November 17, (2021).

11 Laser Focus World, October 19 (2019).

12 Song S. et al. Tantalum oxide and silicon oxide mixture coatings deposited using microwave plasma assisted co-sputtering for optical mirror coatings in gravitational wave detectors //Applied Optics. -2023. - Т. 62. - №. 7.-С. B73-B78.] [R. B. Cummings, R. Bassiri, I. W. Martin, and I. MacLaren, “Argon bubble formation in tantalum oxide-based films for gravitational wave interferometer mirrors,” Opt. Mater. Express 11(3), 707–718 (2021). [CrossRef]

13 Путилин Э.М., Оптические покрытия. Учебное пособие. - СПб: СПбГУ ИТМО, 2010 – 227 с.

14 Борн М. Вольф Э. Основы оптики - М., Наука, 1970 г. – 856 с.

15 Гребенщиков И.В., Власов А.Г., Суйковская Н.В. Просветление оптики - М.-Л., Гостехиздат 1946 г. – 212 с.

16 Окатов М.А., С74 Э. А. Антонов, А. Байгожин и др., Справочник технолога-оптика. Под ред. М.А. Окатова. - 2-е изд., перераб. и доп. - СПб.: Политехника, 2004. - 679 с.

17 Ивановский Г. Ф., Петров В. И., Ионно-плазменная обработка материалов. - М.: Радио и связь, 1986. - 232 с.

18 Е. Берлин, С.Двинин, Л. Сейдман. Вакуумная технология и оборудование для нанесения и травления тонких пленок. М. Техносфера, 2007

19 Берри Р., Холл П., Гаррис М., Тонкоплёночная технология, перевод с английского - В.И. Генкина, Е.И. Гиваргизова, М.: Энергия, 1972. - 336 с.

20 Рождественский В.Н., Хазанов А.Б. Просветляющие покрытия/ОМП.- 1980. № 5. с. 49.

21 Фурман Ш.А. Тонкослойные оптические покрытия. – Л.:Машиностроение, 1977. - 257с.

- 22 Крылов Т.Н. Интерференционные покрытия. - Л.:Машиностроение, 1997. – 257 с.
- 23 Шихов В.А., Придатко Г.Д. Многослойные ахроматические поверхности просветляющие покрытия / ОМП. – 1979. -№ 11. – С.36 - 39.
- 24 Крыжановский Б.П., Колчев Б.С., Иванова И.С. Получение прозрачных проводящих покрытий трехокиси индия//Приборы и техника эксперимента. – 1978. - № 6. – С. 176 – 177.
- 25 Левитина Э.И., Чекмарев В.М. Вакуумные светопоглощающие покрытия в оптическом приборостроении. – Л.: ГОИ, 1990. – 41 с.
- 26 М.А. Окатов, Э.А. Антонов/Справочник технолога-оптика/ Политехника, 2004 – 679 с.
- 27 Rabadzhiyska S. et al. Study optical properties of the thin HfO₂ coatings deposited by DC reactive magnetron sputtering //Journal of Physics: Conference Series. - IOP Publishing, 2021. -Т. 1859.-N. 1.-С. 012066
- 28 Willemsen T. et al. Large area ion beam sputtered dielectric ultrafast mirrors for petawatt laser beamlines //Optics Express.-2022. -Т. 30.-N. 4.-С. 6129-6141
- 29 Mirkarimi P. B. et al. Improving the laser performance of ion beam sputtered dielectric thin films through the suppression of nanoscale defects by employing a xenon sputtering gas //Optical Materials Express.-2022. - Т. 12.-N. 9.-С. 3365-3378. 5. Li Y., He Y. Ceramic-based smart thin films //Advanced Ceramic Coatings for Energy Applications. - Elsevier, 2024.-С. 85-115
- 30 Hurand S. et al. Anisotropic optical properties of indium tin oxide thin films prepared by ion beam sputtering under oblique angle deposition //Applied Surface Science. -2022. -Т. 595.-С. 152945
- 31 Schmitt P. et al. Optical, structural, and functional properties of highly reflective and stable indium mirror coatings for infrared applications //Optical Materials Express.-2022. -Т. 12.-N. 2.-С. 545-559
- 32 Chen C. et al. Effect of ionic oxygen concentration on properties of SiO₂ and Ta₂O₅ monolayers deposited by ion beam sputtering //Optical Materials.-2023.-Т. 136.-С. 113349

33 Varasi, M. Deposition of optical thin films by ion beam sputtering/M. Vasari, C. Misiano, L. Lasaponara//Thin Solid Films. - 1984. - V. 117. - P. 163 - 172.

34 P. Yalin, B. Rubin, S. R. Domingue, Z. Glueckert, J. D. Williams. «Differential Sputter Yields of Boron Nitride, Quartz, and Kapton Due to Low Energy Xe⁺ Bombardment», AIAA 2007-5314, 43th AIAA Joint Propulsion Conference and Exhibit, Cincinnati, OH, 8 - 11 July 2007.

35 Рыжов Ю.А., Шкарбан И.И. Тепло- и массообмен между потоками газов и твердой поверхностью//М. Изд. МАИ, 1975, с. 23.

36 Рыжов Ю.А. В книге: «Проблемы механики и теплообмена в космической технике» – М. Машиностроение, 1982, с. 99.

37 Zoerb, Kirk & Williams, John & Williams, Desiree & Yalin, Azer. Differential Sputtering Yields of Refractory Metals by Xenon, Krypton, and Argon Ion Bombardment at Normal and Oblique Incidences. IEPC-2005-293/Proc. of 29th International Electric Propulsion Conference, October 31 – November 4 2005, Fort Collins, CO, USA.

38 John D. Williams, Michael M. Gardner, Mark L. Johnson, and Paul J. Wilbur Xenon sputter yield measurements for ion thruster materials IEPC-03-130 / Proc. of 28th International Electric Propulsion Conference, 17 - 21 March 2003, Toulouse, France.

39 Yamamura Y., Takiguchi T., Tawara H. Data compilation of angular distributions of sputtered atoms. Nagoya, 1990.

40 Stepanova, Maria & Dew, Steven. (2001). Estimates of differential sputtering yields for deposition applications. Journal of Vacuum Science & Technology A - J VAC SCI TECHNOL A. 19. 2805-2816. 10.1116/1.1405515.

41 K Denieffe, Cmo Mahony, Pd Maguire, D Gahan, Mb Hopkins. Retarding field energy analyser ion current calibration and transmission. Journal of Physics D: Applied Physics, 2011, 44 (7).

42 Behrisch, Rainer & Eckstein, Wolfgang. (2007). Sputtering by Particle Bombardment: Experiments and Computer Calculations from Threshold to MeV Energies. 10.1007/978-3-540-44502-9.

43 Tikhonravov A.V., Trubetskov M.K., Kozlov I., Alekseev S., Konotopov P., Zhupanov V. Correlated Choice of Design and Monitoring Strategy/Optical Interference Coatings, Optical Society of America. – 2013. – p. doi.10.1364/OIC.2013.WB.3.

44 Sergienko A.A., Pushkin D.B., Konotopov P.A., Cheremnykh A.D. Determination of refractive indices of materials in modeling multilayer mirrors. Industrial laboratory. Diagnostics of materials. 2023; 89(5):36-40. (In Russ.) <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2023-89-5-36-40>.

45 Tikhonravov A., Trubetskov M., Amotchkina T. Optical Thin Films and Coatings. – Woodhead, Cambridge, 2018.

46 Semenov Z.V., Labusov V.A., Zarubin I.A. Spectral control system for the application of multilayer optical coatings in a wide spectral range. – Novosibirsk: Interexpo Geo-Siberia 2018, Vol. 5, № 2. P. 179-191.

47 Tikhonravov A., Trubetskov M., Kokarev M., Amotchkina T., Duparre A. Influence of systematic errors in spectral photometric measurements on the determination of optical thin film parameters/Optical Interference Coatings, Optical Society of America. 2001. Paper TuD2. DOI: 10.1364/OIC.

48 Burdovitsin V.A., Bakeev I.Y., Karpov K., Ngon Kiki L.A., Oks E.M., Vizir A. Characteristics of a Source for Oxide Coating Deposition by the Electron- Beam Evaporation of Dielectric Materials - Plasma 2022, Vol. 5, № 2, P. 258- 264. DOI: doi.org/10.3390/plasma5020020.

49 Amotchkina T.V., Tikhonravov A.V., Trubetskov M.K., Yanshin S.A. Structural properties of antireflection coatings / Optical Interference Coatings. Optical Society of America. 2007. Paper WB 5. DOI: 10.1364/OIC.2007.WB5.

50 Macleod H. A. Turning value monitoring of narrow-band all-dielectric thin-film optical filters/Optica Acta: International Journal of Optics. 1972. N 1. P. 1 - 28.

51 Macleod H. A. Thin Film Optical Filters. – CRC Press, 2001.

52 Tikhonravov A., Trubetskov M., Kozlov I., Alekseev S., Konotopov P., Zhupanov V. Correlated Choice of Design and Monitoring Strategy/Optical

Interference Coatings. Optical Society of America. 2013. Paper WB 3. DOI:10.1364/OIC.2013.WB.3.

53 <https://www.agilent.com/en/product/>.

54 Kochikov I.V., Sharapova S.A., Yagola A.G., Tikhonravov A.V. Correlation of errors in inverse problems of optical coatings monitoring/J. Inverse Ill-Posed Probl. 2020. N 6. P. 915 – 921. DOI: 10.1515/jiip-2020-0079.

55 Tikhonravov A.V., Kochikov I.V., Matvienko I.A. et al. Correlation of errors in optical coating production with broad band monitoring/Num. Methods Program. 2018. Vol. 19. P. 439 - 448. DOI: 10.26089/NumMet.v19r439.

56 Stenzel O., Wilbrandt S., Kaiser N., Fasold D. Development of a hybrid monitoring strategy to the deposition of chirped mirrors by plasma-ion assisted electron evaporation/Proc. SPIE. 2008. N 7101. DOI: 10.1117/12.799711.

57 Semenov Z., Labuzov A., Zarubin A., Erg G. Application of multilayer dielectric coatings for suppression of radiation of non-working orders of the spectrum in spectrometers with a diffraction grating/Zavod. lab. Diagnost. mat. 2017. Vol. 83. N 1. Part II. P. 86 - 89. [in Russian]

58 Сивухин Д.В. Поглощение света и уширение спектральных линий// Общий курс физики. - М., 2005. - Т. IV. Оптика. - С. 582 - 583.

59 Macleod, H.A. Recent developments in deposition techniques for optical thin films and coatings/H.A. Macleod//Optical thin films and coatings: From materials to applications/eds. A. Piegari, F. Flory. – Oxford Cambridge Philadelphia New Delhi: Woodhead Publishing Limited, 2013. – P. 3 - 25.

60 Венедиктов В. Ю. Основы адаптивной оптики: учеб. пособие. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2014;

61 Kotlyar, V.V. Coherent field phase retrieval using a phase Zernike filter/Kotlyar V.V., Khonina S.N., Soifer V.A., Wang Y., Zhao D.// Компьютерная оптика, 17, 43 - 48 (1997).

62 Liang, J. Objective measurement of the WA's aberration of the human eye with the use of a HartmannShack sensor/J. Liang, B. Grimm, S. Goelz, J.F. Bille// Journal of the Optical Society of America A. – 1994. – Vol. 11. – P. 1949-1957.

- 63 O. Stenzel. Optical Coating: Material Aspects in Theory and Practice. - Springer, 2014. - 391 p.
- 64 Mahne N., Čekada M., Panjan M. Energy Distribution of Sputtered Atoms Explored by SRIM Simulations//Coatings. – 2023. – Т. 13. – №. 8. – С. 1448.
- 65 Kotomin E.A., Popov A.I. Radiation-induced point defects in simple oxides //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 1998. – Т. 141. – № 1 - 4. – С. 1 - 15.
- 66 Бокий Г. Б., «Кристаллохимия». М.: Наука, 1971 г., 400 с.
- 67 Richard J. D. Tilley, "Defects in solids", A John Wiley and sons, Inc., 2008 г., 529 с.
- 68 M. A. Reshchikov, A. Usikov, H. Helava, Yu. Makarov, V. Prozheeva, I. Makkonen, F. Tuomisto, J.H. Leach & K. Udwyar Evaluation of the concentration of point defects in GaN//Scientific Reports. – 2017. – Т. 7. – №. 1. – С. 9297.
- 69 А. Вест, «Химия твёрдого тела. Теория и приложения: В 2-х ч., Ч. 1», М.: Мир, 1988. – 558 с.
- 70 Skuja L. Optically active oxygen-deficiency-related centers in amorphous silicon dioxide//Journal of NON-crystalline Solids. – 1998. – Т. 239. – № 1 - 3. – С. 16 - 48.
- 71 M. Leone, S. Agnello, R. Boscaino, M. Cannas, F.M. Gelardi, Optical absorption, luminescence, and ESR spectral properties of point defects in silica //Silicon-Based Material and Devices. – Academic Press, 2001. – С. 1 - 50.
- 72 Trukhin A.N. Excitons in SiO₂: a review //Journal of non-crystalline solids. – 1992. – Т. 149. – № 1 - 2. – С. 32 - 45.
- 73 A.N. Trukhin, M. Goldberg, J. Jansons, H.-J. Fitting, I.A. Tale, Silicon dioxide thin film luminescence in comparison with bulk silica //Journal of non-crystalline solids. – 1998. – Т. 223. – № 1 - 2. – С. 114 - 122.
- 74 Barfels T., Fitting H. J., Von Czarnowski A. Cathodoluminescence of quartz, silica and thin amorphous SiO₂ layers//MRS Online Proceedings Library (OPL). – 1999. – Т. 560. – С. 245.

75 H.-J. Fitting, T. Ziems, Roushdey Salh, M.V. Zamoryanskaya, K.V. Kolesnikova, B. Schmidt, A. von Czarnowski, Cathodoluminescence of wet, dry, and hydrogen-implanted silica films//Journal of non-crystalline solids. – 2005. – Т. 351. – № 27 - 29. – С. 2251 - 2262.

76 A.F. Zatsepin, E.A. Buntov, V.A. Pustovarov, H.-J.Fitting, Photoluminescence of Se-related oxygen deficient center in ion-implanted silica films //Journal of luminescence. – 2013. – Т. 143. – С. 498 - 502.

77 V.B. Sulimov, D.C. Kutov, A.V. Sulimov, F.V. Grigoriev, A.V. Tikhonravov, Density functional modeling of structural and electronic properties of amorphous high temperature oxides//Journal of Non-Crystalline Solids. – 2022. – Т. 578. – С. 121170.

78 A.P. Baraban, V.E. Drozd, I.O. Nikiforova, V.A. Dmitriev, V.A. Prokof'ev, A.A. Gadzhala, O.P. Matveeva, Electronic structure of thin Ta₂O₅ films on silicon //Вестник Санкт-Петербургского университета. Физика. Химия. – 2012. – № 3. – С. 73 - 78.

79 А.П. Барабан, В.А. Дмитриев, В.А. Прокофьев, В.Е. Дрозд, Е.О. Филатова, Фотолюминесценция пленок Ta₂O₅, формируемых методом молекулярного наслаивания//Письма в Журнал технической физики. – 2016. – Т. 42. – № 7. – С. 10 - 16.

80 A.P. Baraban, V.A. Dmitriev, V.E. Drozd, V.A. Prokofiev, S.N. Samarin, E.O. Filatova, Interface properties of Si-SiO₂-Ta₂O₅ structure by cathodoluminescence spectroscopy//Journal of Applied Physics. – 2016. – Т. 119. – № 5.

81 Барабан А.П., Дмитриев В.А. Luminescence of insulator layers on silicon excited by electrons//Physics of Complex Systems. – 2021. – Т. 2. – №. 1. – С. 9 –14-9 – 14.

82 <https://optilayer.com/>.

83 Tikhonravov A.V., Trubetskov M.K., Kozlov I., Alekseev S., Konotopov P., Zhupanov V. Correlated Choice of Design and Monitoring Strategy/Optical Interference Coatings, Optical Society of America. – 2013. – p. doi.10.1364/OIC.2013.WB.3.

84 Новиков П.А., Жупанов В.Г., Измерение сверхвысоких коэффициентов зеркального отражения с применением оптического резонатора//Приборы – Москва, 2022. № 12 (270).

85 Anderson D.Z., Frisch J.C., Masser C.S. Mirror reflectometer based on optical cavity decay time//Appl. Opt. 1984. № 23. PP. 1238 - 1245.

86 Gong Y., Li B., Han Y. Optical feedback cavity ring-down technique for accurate measurement of ultra-high reflectivity//Appl. Phys. B. 2008. № 93. PP. 355 - 360.

87 Duparre A., Ristau D. Optical interference coatings 2010 measurement problem//Appl. Opt. 2011. № 50. PP. 172 - 177.

88 Gao L., Xiong S., Li B., Zhang Y. High reflectivity measurement with cavity ring-down technique//SPIE Proc. 2005. Vol. 5963. P. 59632F-8.

89 Dechisnin B.A.M. and A.V. Study of structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminum oxide, and zirconium dioxide//Phys. Met. Metallogr, 1969, Vol. 28.

90 Guenther K.H. Nodular defects in dielectric multilayers and thick single layers//Appl. Opt., 1981, Vol. 20, № 6, P. 1034 – 1038.

91 Nair A. S. et al. Effect of substrate temperature on the near-infrared shielding properties of WO₃-x thin films deposited by RF magnetron sputtering //Vacuum.-2022. -T. 202.-C. 111143

92 И.Я. Бубис, В.А. Вейденбах, И.И. Духопел и др. Справочник технолога-оптика, Л.-Машиностроение, Ленинградское отделение, 1983 г.

93 Atanassova, E.; Tyuliev, G.; Paskaleva, A.; Spassov, D.; Kostov, K. XPS Study of № 2 Annealing Effect on Thermal Ta₂O₅ Layers on Si. Appl. Surf. Sci. 2004, 225 (1), 86 – 99.

94 Ho, S.-F.; Contarini, S.; Rabalais, J.W. Ion-Beam-Induced Chemical Changes in the Oxyanions (Moyn-) and Oxides (Mox) Where M = Chromium, Molybdenum, Tungsten, Vanadium, Niobium and Tantalum. J. Phys. Chem. 1987, 91 (18), 4779 – 4788.

95 Oehrlein, G. S.; d’Heurle, F. M.; Reisman, A. Some Properties of Crystallized Tantalum Pentoxide Thin Films on Silicon. J. Appl. Phys. 1984, 55 (10), 3715 – 3725.

96 Treichel, H.; Mitwalsky, A.; Tempel, G.; Zorn, G.; Kern, W.; Sandier, N.; Lane, A. P. Deposition, Annealing, and Characterization of Tantalum Pentoxide Films. In MRS Proceedings; Cambridge Univ Press, 1992; Vol. 282, p. 557.

97 Krol H. et al. High performances optical coatings for Earth observation and climate monitoring //International Conference on Space Optics-ICSO 2022. - SPIE, 2023. - T. 12777.-С. 2168-2177.]

98 Пейсахсон, И.В. Оптика спектральных приборов/И.В. Пейсахсон. – Л.: Машиностроение,1975. – 312 с.

99 Лебедева, В.В. Экспериментальная оптика/В.В. Лебедева. – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1994. – 352 с.

100 Борн М. Вольф Э. Основы оптики - М., Наука, 1970 г. – 856 с.

101 Телен А. Конструирование многослойных интерференционных светофильтров. Физика тонких плёнок под редакций Э. Туна и Г. Хасса М.Мир 1972 г. Том 5.