

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

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

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.

Основное содержание диссертационной работы

Во введении приведены аргументы для обоснования актуальности темы исследований, сформулирована основная цель и задачи, научная новизна, практическая ценность, а также основные положения, выносимые на защиту.

Первая глава диссертации содержит информацию о методах нанесения оптических покрытий и 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).

Методы термического испарения получили наиболее широкое применение для нанесения покрытий различного назначения и характеризуются высокой производительностью, возможностью контроля и автоматической стабилизацией основных технологических параметров в процессе нанесения покрытий, что обеспечивает высокую воспроизводимость их структурных характеристик, состава, оптических и эксплуатационных свойств. Методы позволяют наносить тонкие пленки материалов различного состава и природы, с широким диапазоном оптических свойств в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра.

1.2 Метод нанесения электронно-лучевым испарением с ионным ассистированием

Метод электронно-лучевого напыления с ионным ассистированием (IAD-ion assisted deposition) активно развивался последние два десятилетия, и в настоящее время при помощи именно этого метода изготавливаются оксидные зеркала с самыми высокими пороговыми значениями импульсной лучевой прочности в диапазоне длин волн от УФ-области до ИК-области.

Для испарения тугоплавких металлов, диэлектриков и других веществ применяются электронно-лучевые испарители. По конструкции они разделяются на электронно-лучевые испарители с фокусирующим пучком электронов и электронные испарители с кольцевым катодом. Наибольшее применение нашли электронно-лучевые испарители с фокусирующим пучком, где большая часть энергии электронов переходит в тепловую энергию материала, температура которого может достигать 3000 °С. Поскольку здесь энергия электронов концентрируется на поверхности испаряемого материала, взаимодействие между ним и материалом испарителя сильно уменьшается, что позволяет получать более чистые тонкие пленки.

В некоторых методах испарения используется обработка ионным пучком подложки для улучшения качества пленки. В этом случае ионная пушка, генерирующая ионы с энергией порядка нескольких килоэлектронвольт, 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;
- минимальные потери и отличные стехиометрические показатели;
- стабильность и повторяемость процесса нанесения;
- получение слоев в несколько ангстрем;
- 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 [1-4]. 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.

Процесс радиочастотного магнетронного распыления особенно полезен для изготовления тонких пленок из непроводящих материалов. У этих материалов может возникнуть больше трудностей с формированием тонкой пленки, поскольку они становятся положительно заряженными без использования магнетизма. Атомы с положительным зарядом замедляют процесс распыления и могут “отравлять” другие частицы материала мишени, еще больше замедляя 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 [5]. Этот процесс осаждения приводит к осаждению атомов со значительной кинетической энергией (от ~ 10 до 300 эВ), которая способствует упаковке атомов в плотные, твердые и гладкие покрытия с высокими воспроизводимыми свойствами пленки даже при очень длительном нанесении слоев. Это, в сочетании с высокоскоростным вращением подложки, обеспечивает исключительную

точность толщины слоя и возможность воспроизведения даже самых сложных конструкций, включая зеркала с очень высокой отражательной способностью, чирпирующие зеркала, а также фильтры с высоким значением кривизны коротковолнового фронта пропускания.

IBS идеально подходит для определенных задач, с которыми другие методы не могут сравниться. Одной из таких задач является нанесение диэлектрических покрытий зеркал и фильтров с малыми потерями.

На рисунке 1 приведена установка для высокочастотного ионно-лучевого распыления мишеней.

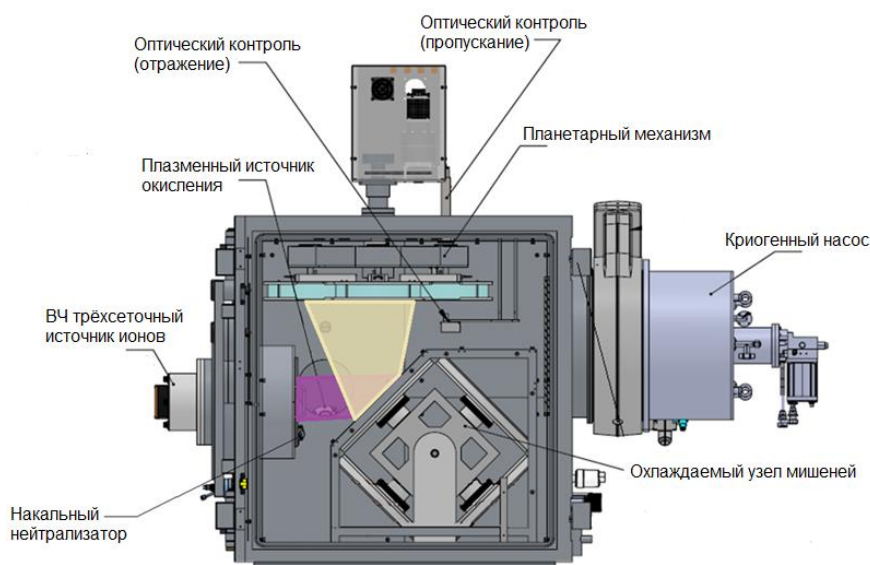


Рисунок 1 – Установка для высокочастотного ионно-лучевого распыления мишеней.

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 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 объемы плотных твердых покрытий с несколько более высокими техническими характеристиками, магнетронное распыление может быть предпочтительнее электронно-лучевого испарения. 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 %. Покрытия IBS в сочетании с суперполированными подложками идеально подходят для лучшей в своем классе отражающей оптики.

Во второй главе представлена информация исследовании энергетики ионов источника окисления и источника распыления и влияние энергии ионов на свойства тонких плёнок.

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.

Все описанные выше составляющие могут взаимодействовать с наносимым покрытием и ухудшать его свойства: стимулировать межслойную диффузию, увеличивать шероховатость, увеличивать количество дефектов и т.д. Поэтому правильная оценка состава и энергетического спектра ионных потоков крайне информативна для получения систематизированной информации о

взаимодействии потоков заряженных частиц с поверхностью производимых изделий и влияния на конечные свойства оптических элементов.

В первом цикле исследований были проведены измерения динамики разрядного тока, как электронного, так и ионного, в цепи питания источника, а также измерения динамики напряжения и полного ионного тока. 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.

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 распределения ионного пучка.

Эти измерения проводились с помощью специализированного оборудования ION PROBE G5 на основе многосеточного зонда, схема которого приведена на рисунке 2.

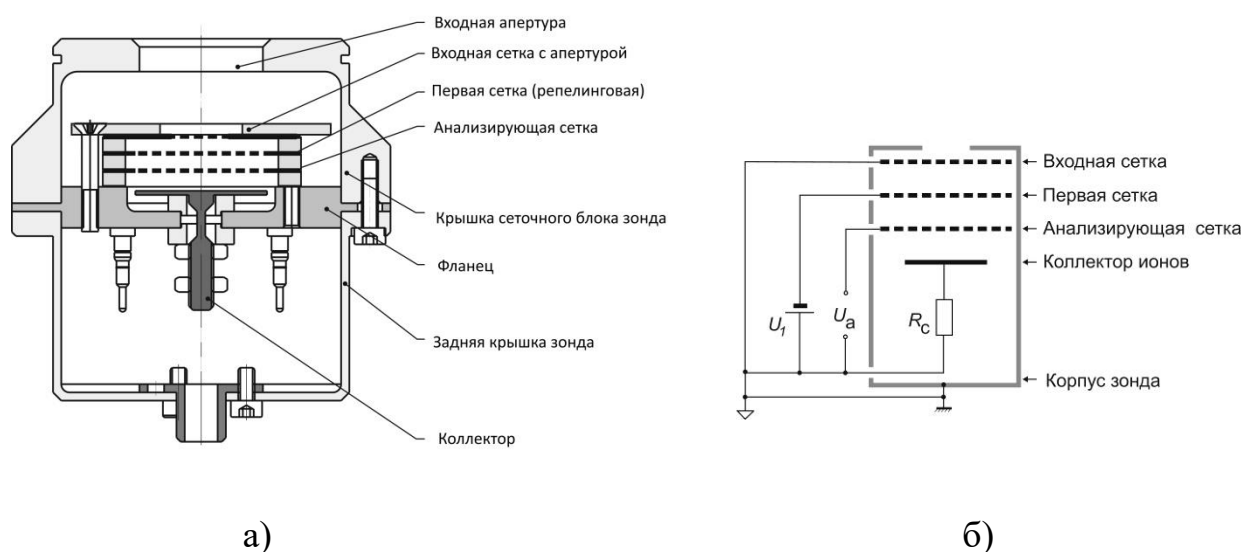


Рисунок 2 – Схема многосеточного зонда (а) и схема его подключения для энергетического анализа ионного пучка и измерения плотности ионного тока

(б)

Для измерения плотности ионного тока и энергетического спектра использовалась одна и та же конфигурация зонда с анализирующей сеткой и «заземленным» коллектором (Рисунок 2б). 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.

Третьим этапом проводился энергоанализ ионной компоненты 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.

Четвёртым этапом главы 2 были проведены 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 3. Зонд расположен на платформе крепления оптических образцов и сориентирован по оси системы источника окисления. С увеличением вкладываемой ВЧ мощности пропорционально возрастает суммарный ионный ток.

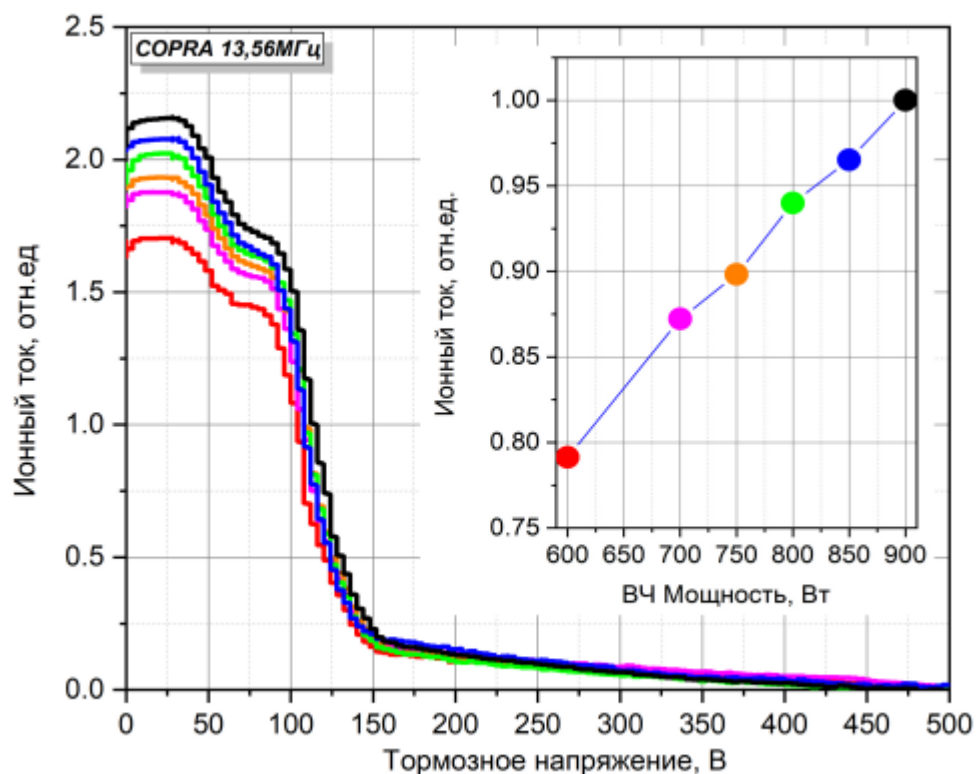


Рисунок 3 – Зависимость распределения тормозного напряжения и распределения ионного тока ионов кислорода источника окисления.

Энергетический спектр генерируемого пучка имеет два ярко выраженных пика разной интенсивности, как отражено на рисунке 4. 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 энергий около 100эВ и последующая диссоциация молекулярного иона на атомарные, но также имеющие высокую энергию направленного движения (около 50 эВ).

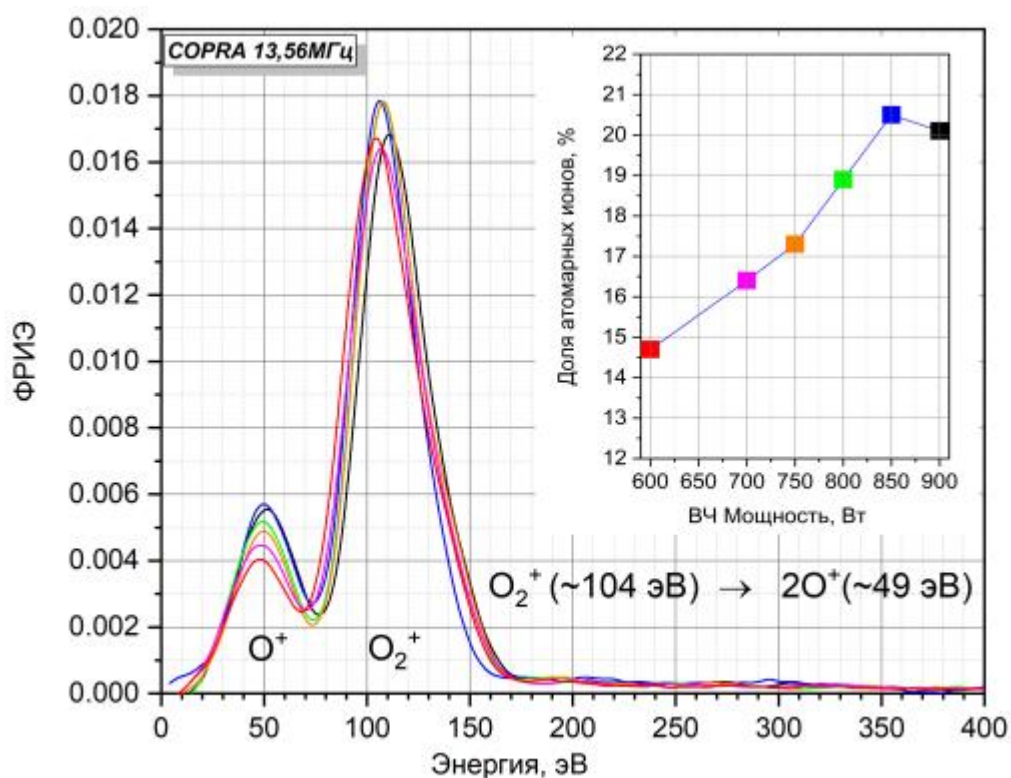


Рисунок 4 – Зависимость доли ионов генерируемого пучка ионного источника окисления.

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.

Пятым этапом была проведена оценка условий взаимодействия ионного пучка с распыляемой мишенью и сделаны выводы по расположению распыляемой мишени относительно оси распространения ионного пучка. Для примера на рисунке 5 представлена принципиальная схема действующей технологической установки с индикаторами распыления титановой мишени.

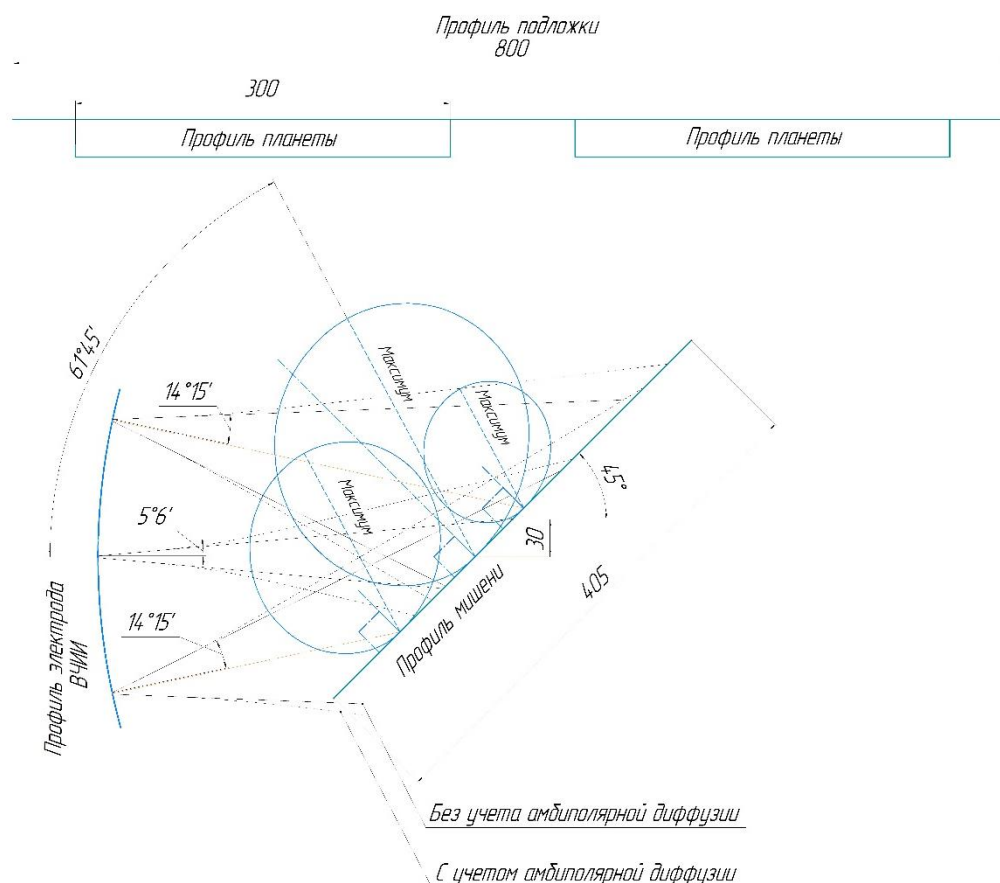


Рисунок 5 – Принципиальная схема технологической установки с рассчитанными индикатрисами распыления для танталовой мишени.

Согласно рассчитанным данным, максимум индикатрисы распыления должен располагаться под углом $58,3^\circ$

В третьей главе рассказано о применении 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 нм до 1100 нм [6].

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 на протяжении всего времени напыления.

В процессе напыления для широкополосного оптического контроля автоматически рассчитывается значение функции невязки (величина 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.

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

Диоксид кремния (SiO_2) обладает хорошей прозрачностью в инфракрасном диапазоне спектра, высокой прочностью, твердостью и высокой устойчивостью к коррозии и различным веществам.

Моделирование включало определение фактических показателей преломления материалов, используемых для изготовления отражающего покрытия. На рисунке 6 приведен сравнительный график спектральных зависимостей показателя преломления пленки SiO_2 : справочной и расчетной.

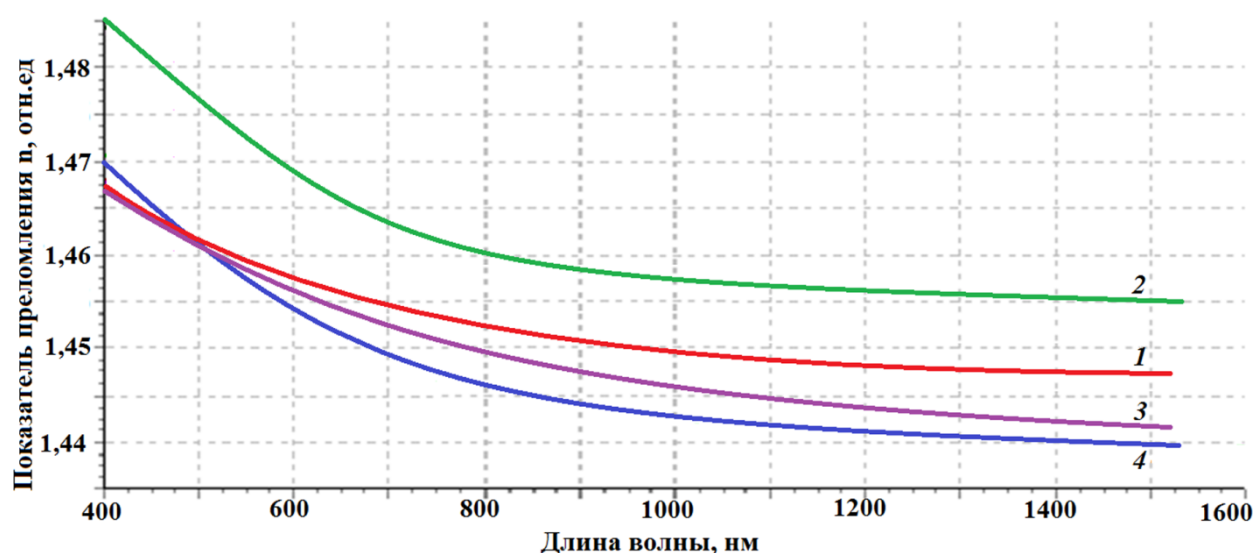


Рисунок 6 – Зависимость показателя преломления плёнки SiO_2 от длины волны: 1 – литературные данные, 2 – экспериментальные данные, измеренные на одной стороне образца, 3 – экспериментальные данные, измеренные с учётом второй стороны образца, 4 – расчётные данные, полученные с учётом второй стороны образца

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 и изображён на рисунке 7.

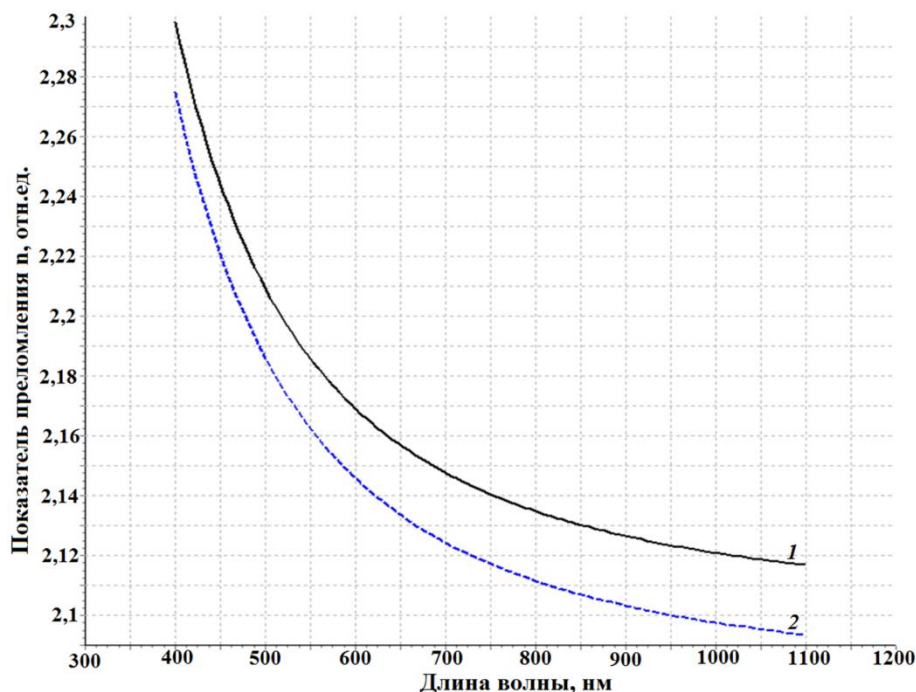


Рисунок 7 – Зависимость показателя преломления Ta_2O_5 от длины волны: 1 – расчет 2 – корректировка

Четвёртая глава диссертации посвящена измерению поглощения в тонких плёнках.

Один из способов измерения поглощения тонких пленок основан на использовании датчика Шака-Гартмана [7]. Метод заключается в измерении локальных наклонов волнового фронта между референтным волновым фронтом (обычно плоским) и измеряемым волновым фронтом.

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 8.

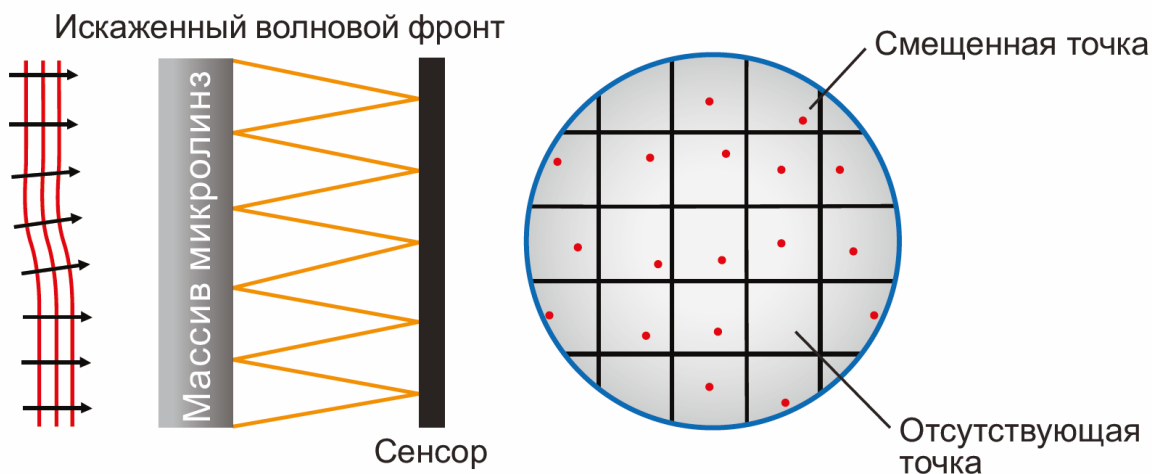
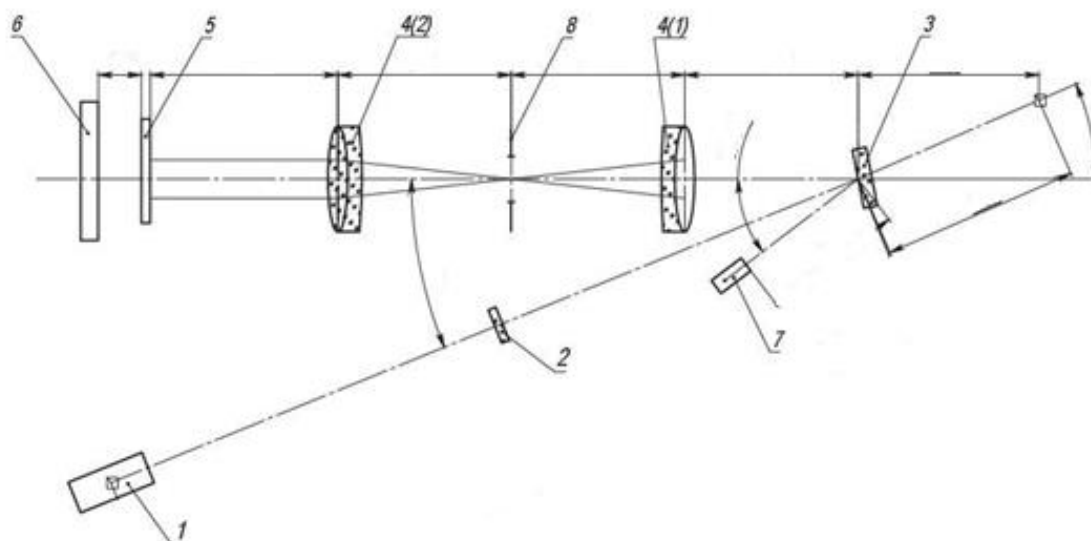


Рисунок 8 – Искажение волнового фронта.

определению потерь в зеркалах с высоким коэффициентом отражения методом измерения времени затухания сигнала в оптическом резонаторе. 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.

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. Оптическая схема стенда представлена на рисунке 9



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 9 – Оптическая схема стенда для измерения поглощения.

Наименьшее изменение формы поверхности наблюдается у покрытий из Ta_2O_5 и SiO_2 , нанесенных методом ионно-лучевого распыления в среде атомарного кислорода. Поэтому для проведения дальнейших исследований были использованы именно эти материалы.

В главе 5 рассказывается о особенностях и применимости одного из наиболее эффективных и перспективных методов исследования дефектов в твердом теле - люминесцентном анализе [8].

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 др.

В главе 6 рассказывается о результатах применения 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 и фильтра с высоким значением коротковолнового фронта пропускания и малыми потерями на длине волны заграждения.

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.

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;

Основные результаты и 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/см^2 . Максимум энергетического распределения приходится на диапазон от 160 эВ до 300 эВ, что превышает энергию, достаточную для распыления для большинства материалов, в частности распыление плёнок из Ta_2O_5 происходит при 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 повышения окисления в слоях материалов, а также снижения влияния на подложки с растущими пленками высокоэнергетичных 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 ($kr \leq 1,003$) и низкими потерями на длине волны заграждения. Общие потери составили 700 ppm, из которых 500 ppm приходится на проходящий свет.

Список публикаций

1. Черемных А.Д., Сергиенко А.А., Пушкин Д.Б. Настройка монолитного пьезоэлектрического фильтра на объемных акустических волнах методом ионно-лучевого травления. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2023;89(8):31-37.

2. Сергиенко А.А., Пушкин Д.Б., Конотопов П.А., Черемных А.Д. Определение показателей преломления материалов при моделировании многослойных зеркал. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2023;89(5):36-40.

3. Д.Б. Пушкин, А.С. Скрыбин, В.Г. Жупанов, А.Г. Турьянский, В.М. Сенков, Структура и оптические свойства тонкоплёночных многослойных зеркальных покрытий на основе пары Ta₂O₅/SiO₂ полученных методом ионного распыления. Прикладная физика. Физическое материаловедение. 2024; 6

4. П.А. Новиков, В.Г. Жупанов, Д.Р. Павлышин, П.А. Конотопов, Д.Б. Пушкин. Лучевая прочность дихроичных фильтров для лазерной установки мегаджоулевого уровня. Международная конференция XXV Харитоновские тематические научные чтения Современные лазерные технологии: - Саров: ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», 2024

5. Д.Б. Пушкин, В.Г. Жупанов, А.С. Краснов, П.А. Новиков, Е.А. Леонова, Коротковолновые фильтры с малыми потерями. Международная конференция

XXV Харитоновские тематические научные чтения Современные лазерные технологии: - Саров: ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», 2024

6. Д.Б. Пушкин, Текущий статус и направления развития установок для нанесения оптических покрытий на оптические детали крупного габарита методом ионно-лучевого распыления. 1 научно-техническая конференция Союзного государства Электронное машиностроение: - Минск, 2024

Список использованных источников

1. Крылов Т.Н. Интерференционные покрытия. – Л.:Машиностроение, 1997. – 257 с.
2. Шихов В.А., Придатко Г.Д. Многослойные ахроматические поверхности просветляющие покрытия / ОМП. – 1979.-№11. – С.36-39.
3. Крыжановский Б.П., Колчев Б.С., Иванова И.С. Получение прозрачных проводящих покрытий триоксида индия // Приборы и техника эксперимента. – 1978. - №6. – С. 176 – 177.
4. Левитина Э.И., Чекмарев В.М. Вакуумные светопоглощающие покрытия в оптическом приборостроении. – Л.: ГОИ, 1990. – 41 с.
5. 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.
6. 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.
7. Венедиктов В. Ю. Основы адаптивной оптики: учеб. пособие. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2014
8. M. A. Reshchikov, A. Usikov, H. Helava, Yu. Makarov, V. Prozheeva, I. Makkonen, F. Tuomisto, J. H. Leach & K. Udvary Evaluation of the concentration of point defects in GaN //Scientific Reports. – 2017. – Т. 7. – №. 1. – С. 9297.