

ВЛИЯНИЕ МЕТОДОВ ОЧИСТКИ ПОВЕРХНОСТИ ПОДЛОЖКИ ПЕРЕД НАНЕСЕНИЕМ ОПТИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА ЛУЧЕВУЮ ПРОЧНОСТЬ ИЗДЕЛИЯ

И. С. Макогон, Е. В. Краев

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», г. Саров Нижегородской обл.

Введение

Пленки, нанесенные на преломляющие и отражающие грани оптических элементов, позволяют формировать требуемые, разнообразные спектральные кривые отражения и пропускания. Незначительная масса и относительная простота реализации позволяют широко применять интерференционные покрытия.

Самыми распространенными видами интерференционного покрытия являются зеркальные и просветляющие покрытия. Высокоотражающие покрытия состоят из относительно большого количества пар слоев диэлектрических материалов. Толщина и количество пар слоев определяется исходя из условий получения требуемого отражения на заданной длине волны и рабочем угле отражения. Просветляющие покрытия, как правило, состоят из пары слоев оксидов с разными оптическими свойствами. Варьируя толщины и показатели преломления слоев, возможно увеличить спектральный диапазон и уменьшить остаточное отражение.

Спектральные свойства оптических покрытий определяются конструкцией интерференционных систем, методом нанесения слоев, их природой, а так же материалом и поверхностью оптической детали (подложки). Контроль технологических параметров, режимов нанесения слоев в процессе формирования покрытий и использование чистых пленкообразующих материалов обеспечивают высокую воспроизводимость свойств покрытий.

Состояние поверхности подложки в свою очередь зависит от предварительной обработки и вносит вклад в лучевую прочность конечного изделия. Особенно существенно влияние заметно на просветляющих покрытиях. Данный факт связан с тем, что на поверхность подложки падает вся энергия лазерного излучения, и малейшие дефекты поверхности – внедренные в поверхность подложки частицы полировального кампаунда, микротрещины – начинают играть заметную роль [1].

Перед нанесением оптического покрытия подложку необходимо очистить от остаточных загрязнений после изготовления и полировки, а так же от загрязнений, возникших в результате ручных манипуляций с подложкой. В данной работе был исследован вклад методов очистки поверхности подложки в лучевую прочность изделия.

Методы очистки

Очистка оптических деталей на большинстве отечественных предприятиях реализуется вручную, с помощью безворсовых салфеток с применением этилового спирта и других растворителей. Автоматизация процесса очистки оптики приводит к устранению влияния человеческого фактора и повышению производительности труда. Тем не менее автоматические мойки имеют ряд недостатков, ограничивающих их применение. В частности высокую цену, наличие специальных чистящих материалов для каждой ванны и значительный их расход.

Основным химическим растворителем, используемыми для очистки является этиловый гидролизный 96 % спирт. Он хорошо удаляет отпечатки пальцев и растворяет мыло, однако плохо растворяет минеральные масла, животные жиры и из-за медленного испарения воды при очистке возможно возникновение мазков. Для решения данных проблем и более эффективной очистки рекомендуется использовать этиловый осушенный 98 % спирт, который не оставляет мазков.

Ультразвуковая очистка позволяет удалять крупные жировые загрязнения вследствие интенсификации локального перемешивания под действием, создаваемых в растворителе ударных волн. Растворитель, насыщенный примесями непрерывно удаляется с поверхности подложки, а его заменяет чистый растворитель. Механические колебания, создаваемые в подложке, способствуют удалению макро загрязнений и пыли. После промывки подложку следует извлекать таким образом, чтобы на поверхности оставалось минимальное количество жидкости. Остающиеся на поверхности капли воды при высыхании образуют видимые пятна, изменяющие свойства формируемого покрытия, поэтому после промывки рекомендуется провести дополнительную протирку с использованием этилового спирта [2].

Растворы кислот взаимодействуют с загрязнениями, превращая их в более растворимые соединения, однако их использование для очистки имеет ограничения из-за недостаточной химической стойкости материалов подложки. Вследствие этого существует необходимость подбора концентрации и режима обработки эмпирическим путем для каждого типа подложки. Для стеклянных подложек было определено, что оптимальный режим обработки является смачивание в 0,3 % растворе плавиковой кислоты HF.

На основе анализа литературных данных и имеющихся возможностей были выделены 6 методов очистки:

- 1) ручная протирка безворсовой тряпкой с применением этилового гидролизного спирта;
- 2) ручная протирка безворсовой тряпкой с применением этилового осушенного спирта;
- 3) обработка подложки в слабом растворе (0,3 %) HF длительностью 1 мин. с последующей ручной протиркой этиловым осушенным спиртом;
- 4) обработка подложки в слабом растворе HF (0,3 %) длительностью 2 мин. с последующей ручной протиркой этиловым осушенным спиртом;
- 5) ультразвуковая очистка в дистиллированной воде с последующей протиркой этиловым осушенным спиртом;
- 6) ультразвуковая очистка в дистиллированной воде без протирки.

Условия и техника проведения эксперимента

Для оценки влияния методов очистки подложек на лучевую прочность использовались плоскопараллельные пластины диаметром 75 мм, изготовленные одной партией из стекла марки К8 методом полировки.

Шесть образцов, очищенные приведенными выше методами, загружаются в камеру вакуумной напылительной установки для одновременного нанесения оптического покрытия.

В качестве наносимого покрытия было выбрано просветляющее двухслойное покрытие на основе диоксида гафния HfO_2 и диоксида кремния SiO_2 . Данное покрытие выбрано опираясь на мировой опыт и литературные источники, согласно которым комбинация данных материалов для просветляющего покрытия обладает наибольшей лучевой прочностью.

Перед нанесением тонкой пленки вакуумная камера очищается от продуктов напыления, производится закладка материала в чистый тигель электронной пушки. В планетарную систему вращения помещаются образцы. Для оптического контроля помещается свидетель в устройство смены свидетеля, оптический монитор калибруется и при необходимости настраивается. Откачка вакуумной камеры производится с помощью безмасляного винтового насоса и криогенного насоса. Давление в камере контролируется с помощью широкодиапазонного вакуумметра. После откачки камеры до давления $1 \cdot 10^{-4}$ мБар включается прогрев, реализованный в виде кварцевых ламп суммарной мощностью 4,5 кВт. Камера и подложки прогреваются до температуры 200 °C для удаления адсорбированных газов с поверхности подложки и вакуумной арматуры. После прогрева производится ионная очистка пучком ионов с высокой энергией. На момент начала процесса нанесения тонкой пленки остаточное давление газов в камере не превышает $2 \cdot 10^{-5}$ мБар. Температура внутри камеры устанавливается на уровне 100 °C для отсутствия

эффекта удаления дополнительно поступающего кислорода с поверхности подложки.

Покрытия наносятся одновременно на все образцы, находящиеся в камере. Это позволяет оценить влияние только метода очистки подложек, так как все остальные условия принимаются равнозначными. После нанесения покрытия образцы выдерживаются в камере до комнатной температуры.

Результаты эксперимента

До и после напыления были проведены измерения шероховатости поверхности подложки на оптическом профилометре. Измерения проводились в 10 точках, размер измеряемой зоны 140 на 115 мкм. Средняя шероховатость образцов представлена в табл. 1.

Таблица 1

Средняя шероховатость образцов

| Номер метода очистки | Шероховатость до обработки, нм | Шероховатость после обработки, нм |
|----------------------|--------------------------------|-----------------------------------|
| 1 | 1,05 | 1,0 |
| 2 | 1,03 | 1,09 |
| 3 | 1,00 | 0,97 |
| 4 | 1,07 | 0,71 |
| 5 | 1,01 | 1,05 |
| 6 | 1,07 | 1,02 |

Из табл. 1 следует, что средняя шероховатость образцов не изменилась, за исключением образца № 4. Это связано с тем фактом, что обработка в растворе плавиковой кислоты в течение двух минут позволила сгладить неровности и тем самым сгладить поверхность. Основное воздействие плавиковая кислота оказывает на острия и трещиноватый слой, оставшиеся после механической полировки образцов. При реакции с кислотой профиль поверхности «выравнивается» – острия сглаживаются, трещиноватый слой уменьшается, снижая общую шероховатость подложки.

Визуальный осмотр под микроскопом после напыления показал, что на подложках 1 и 6 присутствуют мазки, оставленные от испарения этилового гидролизного спирта и дистиллированной воды.

После напыления образцы обрабатывались ионизатором для снятия поверхностного заряда и передавались на измерение лучевой прочности по методике 1-on-1. Измерения проводились при длительности импульса лазерного излучения 3 нс на длине волны 1064 нм. Исследуемые образцы подвергались облучению серией импульсов с одинаковой энергией. Затем энергия излучения изменялась, и облучение образцов проводилось по следующему ряду. Процедура повторялась до тех пор, пока не были получены несколько значений плотности энергии с вероятностью разрушения от 0 до 100 %. Порогом считалась плотность энергии, при которой вероятность разрушения равна нулю. Результаты определе-

ния порога разрушения представлены в табл. 2. В табл. 2 приведены значения порога разрушения при 0 % вероятности разрушения (столбец 1-оп-1 0%), при 50 % вероятности разрушения (столбец 1-оп-1 50%), при 100 % вероятности разрушения (столбец 1-оп-1 100 %).

Таблица 2

Значение порога разрушения

| Метод очистки | 1-оп-1 0%, Дж/см ² | 1-оп-1 50%, Дж/см ² | 1-оп-1 100%, Дж/см ² |
|---------------|-------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|
| 1 | 0,5 | 2,5 | 4,5 |
| 2 | 0,8 | 4,7 | 8,6 |
| 3 | 0,8 | 2,5 | 4,3 |
| 4 | 1,9 | 4,3 | 8,7 |
| 5 | 0,8 | 4,2 | 7,8 |
| 6 | 0,15 | 2,5 | 4,8 |

Из табл. 2 следует, что образцы 1, 2, 3 и 5 имеют приблизительно одинаковое значение лучевой прочности, в пределах 0,5–0,8 Дж/см². Порог разрушения образца 4 почти в 3 раза выше и составляет 1,9 Дж/см². Образец 6 имеет самую низкую лучевую прочность 0,15 Дж/см².

Исходя из полученных данных, можно сделать несколько выводов:

1) этиловый осушенный 98 % спирт, в отличие от этилового гидролизного 96 % спирта, не оставляет после себя мазков;

2) применение ультразвуковой очистки подложек перед нанесением покрытия применяется в случае наличия остаточных загрязнений после изготовления заготовок. Дополнительная обработка перед нанесением покрытия не играет роли в величине лучевой прочности конечного изделия;

3) применение раствора плавиковой кислоты в течение одной минуты не дает положительного эффекта, обработка в течение двух минут позволяет повысить лучевую прочность более чем в 2 раза, а так же уменьшает шероховатость поверхности подложки.

Литература

1. Бабаянц Г. И., Гаранин С. Г., Жупанов В. Г., Клюев Е. В., Савкин А. В. и др. Разработка и исследование диэлектрических покрытий с высокой лучевой прочностью // Квантовая электроника. 2005. № 35.
2. Технология тонких пленок (справочник) / Под. ред. Елинсона М. И., Смолко Г. Г. Пер. с англ. М.: Сов. Радио, 1977. Т. 1. С. 664.