

## Разработка и исследование диэлектрических покрытий с высокой лучевой прочностью

Г.И.Бабаянц, С.Г.Гаранин, В.Г.Жупанов, Е.В.Клюев, А.В.Савкин, С.А.Сухарев, О.А.Шаров

*Предложены и исследованы технологические приемы нанесения диэлектрических покрытий на поверхность стеклянной подложки, которые существенно повысили лучевую стойкость покрытия в наносекундном диапазоне длительностей импульса. Описана экспресс-методика определения лучевой прочности оптических элементов с помощью лазерного излучения, сформированного в виде матрицы гауссовых пучков.*

**Ключевые слова:** лазер на неодимовом стекле, технология нанесения покрытия, диэлектрическое зеркало, лучевая прочность.

### 1. Введение

В 1990-х гг. в ряде ведущих лазерных лабораторий началось создание мощных лазерных систем нового поколения: установок NIF [1] и LMJ [2] с энергией излучения  $\sim 2$  МДж и установки «Искра-6» с энергией  $\sim 300$  кДж [3] (приведены энергии излучения на  $\lambda = 351$  нм). В настоящее время создан модуль лазерной системы «Искра-6» – установка «Луч» [4, 5]. Плотность выходной энергии в лазерном канале этих установок составляет  $\sim 10$  Дж/см<sup>2</sup> при длительности импульса 3–5 нс. Оптические элементы таких установок должны иметь гарантированный запас лучевой прочности, превышающий плотность выходной энергии (10 Дж/см<sup>2</sup>) в 1.5–2 раза [6].

В работе [7] приведены результаты испытаний лучевой прочности оптических элементов, разработанных для установок «Луч» и «Искра-6» в 2001–2003 гг. В настоящей работе обсуждаются исследования ФГУП – НИИ "НПО «Луч»" и Института лазерно-физических исследований (ИЛФИ) РФЯЦ – ВНИИЭФ по созданию диэлектрических покрытий с высокой лучевой прочностью, описывается экспресс-методика ее определения и приводятся результаты испытаний образцов диэлектрических покрытий, изготовленных в НИИ "НПО «Луч»".

### 2. Получение диэлектрических покрытий с высокой лучевой прочностью

Одним из факторов, сдерживающих развитие мощных импульсных лазеров, является низкая лучевая прочность диэлектрических покрытий. Наибольшее число работ по изучению влияния на лучевую прочность конструкций лазерных покрытий, их материалов, различных

технологических факторов при нанесении этих покрытий выполнено для диапазона 1.05–1.06 мкм. Суммируя накопленный опыт, можно выделить ряд задач, решение которых позволит получить максимальную лучевую прочность:

1. Выбор материалов покрытий.
2. Обеспечение высокого качества подготовки поверхности подложки.
3. Применение оптимальной технологии нанесения, обеспечивающей получение бездефектного непоглощающего покрытия.

В этом диапазоне длин волн давно и успешно используются окислы различных металлов и полупроводников (TiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, HfO<sub>2</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, SiO<sub>2</sub> и т. п.). Максимальная лучевая прочность в области 1.06 мкм была получена для покрытий на основе систем Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub>, HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> и ZrO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>, причем, как показывает наш опыт, наибольшую пороговую прочность имеют покрытия на основе HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>.

Технология получения полированных подложек высокого качества достаточно хорошо отработана и на сегодняшний день не является сдерживающим фактором при изготовлении высокоотражающей интерференционной лазерной оптики с высокой лучевой прочностью. При изготовлении же просветляющих покрытий, шаржированный приповерхностный слой существенно снижает лучевую прочность. Дело здесь, очевидно, в том, что в случае просветления на поверхность подложки падает вся энергия лазерного излучения, и малейшие дефекты поверхности – внедренные в поверхность подложки частицы полировального компаунда, микротрещины – начинают играть заметную роль. Многочисленные исследования подтвердили явно выраженную зависимость лучевой прочности поверхности подложки и просветляющих покрытий от способов полировки, применяемых абразивов и очистки поверхности после полировки [8].

В работе японских исследователей [9] утверждается, что глубина внедрения полировального компаунда в поверхность подложки при полировке не превышает 100 нм и существует эффективный метод, позволяющий повысить в несколько раз лучевую прочность как поверхности подложки, так и просветляющих покрытий, – это метод

Г.И.Бабаянц, В.Г.Жупанов, Е.В.Клюев. ФГУП – НИИ "НПО «Луч»", Россия, 142100 Подольск, Московская обл., ул. Железнодорожная, 24; e-mail: iifedik@podolsk.ru

С.Г.Гаранин, А.В.Савкин, С.А.Сухарев, О.А.Шаров. Российский федеральный ядерный центр – ВНИИЭФ, Россия, 607190 Саров, Нижегородская обл., просп. Мира, 37; e-mail: sharov@otd13.vniief.ru, avsavkin@mail.ru

глубокого ионного травления. Работы [8] и [9] были проведены для лазерного излучения УФ диапазона, и чтобы проверить применимость результатов этих работ для диапазона 1.05–1.06 мкм мы исследовали зависимости лучевой прочности просветляющих покрытий от толщины удаленного с поверхности подложки слоя при ионном травлении перед нанесением покрытий. Результаты наших исследований приведены на рис.1.

В экспериментах толщина поверхностного слоя подложки, удаленного ионным травлением, измерялась по изменению частоты кварцевого резонатора с напыленным на него слоем  $\text{SiO}_2$ , расположенного вблизи подложки, а также непосредственно по изменению показаний системы широкополосного фотометрического контроля. Лучевая прочность покрытий приведена в относительных единицах т. к. аппаратура не позволяла измерять абсолютные значения. В связи с этим проведены только сравнительные испытания. Обнаружено, что ионное травление подложки на глубину 100–150 нм перед нанесением просветляющего покрытия повышало лучевую прочность последнего в 1.5–5 раз в зависимости от способа полировки и последующей химической подготовки подложки. Положительный эффект от ионного травления также наблюдался и при нанесении выходных зеркальных покрытий с небольшими коэффициентами отражения, и чем ниже был коэффициент отражения напыленного зеркала, т. е. меньше число слоев, тем больший эффект достигался.

Оптимальная технология нанесения покрытий должна в общем случае обеспечивать получение бездефектного непоглощающего покрытия. Известно, что большинство оксидов металлов имеют фазовый переход при температуре несколько ниже температуры испарения, при котором скачкообразно меняется плотность. Например, переход оксида гафния из моноклинной в тетрагональную фазу, который происходит при температуре около 1700 °С, сопровождается изменением его объема на 3.8 %. Характерная же температура испарения составляет 2200 °С. Таким образом, под поверхностью испарения существует поверхность с постоянной температурой 1700 °С, изменение удельного объема материала в которой приводит к выбрасыванию микрочастиц. Оксид гафния или циркония, стабилизированный иттрием, не имеет фазового перехода и успешно используется при нанесении покрытий с высокой лучевой прочностью [10].

Если предположить, что количество дефектов пропорционально толщине слоя, то покрытия с большим числом слоев должны содержать больше дефектов и, следовательно, иметь меньшую лучевую прочность. Чтобы

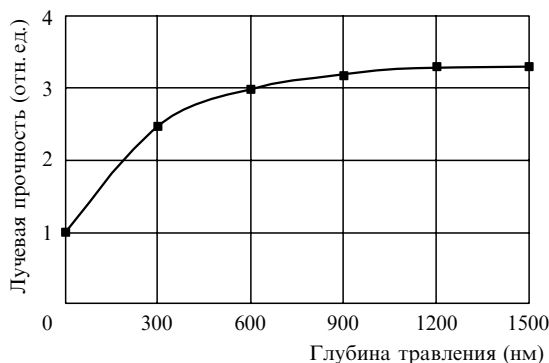


Рис.1. Зависимость лучевой прочности просветляющих покрытий от глубины ионного травления подложки перед нанесением покрытий.

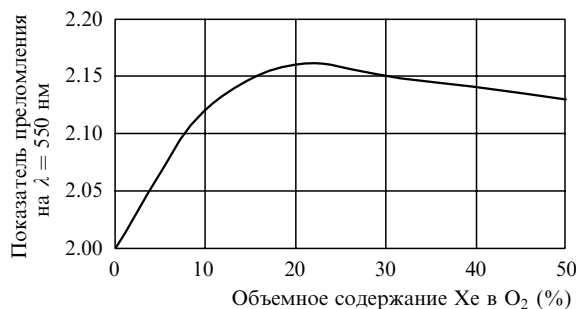


Рис.2. Зависимость показателя преломления пленки  $\text{ZrO}_2$  от содержания ксенона в кислороде.

получить коэффициент отражения 99.5 % для покрытий на основе системы  $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2$ , используя  $\text{ZrO}_2$  с показателем преломления  $n = 1.95$ , потребуется 21 слой. Если же мы нанесем слой  $\text{ZrO}_2$  с  $n = 2.1$ , то потребуется всего 17 слоев. Именно поэтому технология должна обеспечивать нанесение высокопреломляющих материалов с максимально возможным для данного материала показателем преломления. Это условие было реализовано нами при нанесении покрытий с ионным ассистированием модернизированным источником ионов типа End-Hall. Бомбардировка растущей пленки оксида потоком ускоренных до 200–250 эВ ионов кислорода (при использовании смеси кислорода с тяжелыми инертными газами) позволяет не только повысить показатель преломления, а значит и плотность пленки, до величин, характерных для соответствующих массивных материалов, но и более чем на порядок снизить поглощение в покрытии. На рис.2 показана обнаруженная нами зависимость показателя преломления пленки  $\text{ZrO}_2$  от содержания ионов ксенона в кислородном ионном пучке [11].

Параметры ионного пучка, падающего на поверхность подложки, были следующими: средняя энергия ионов 190 эВ, средняя плотность ионного тока 200 мкА/см<sup>2</sup>. Видно, что показатель преломления максимален при содержании ксенона около 20 %, а затем уменьшается с одновременным увеличением оптического поглощения пленки.

Повышение показателя преломления высокопреломляющего материала, в свою очередь, приводит к снижению числа слоев, необходимых для достижения заданного коэффициента отражения, уменьшению количества дефектов и, следовательно, существенному повышению лучевой прочности покрытия. Более того, действие ионного пучка в совокупности с низкой температурой подложки в процессе нанесения покрытий с ионным ассистированием формирует слои со структурой, близкой к аморфной, что также ведет к повышению лучевой прочности покрытия.

С учетом всего вышесказанного в НИИ "НПО «Луч»" были изготовлены образцы диэлектрических зеркал и просветляющих покрытий на основе системы  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  для испытаний лучевой прочности в ИЛФИ РФЯЦ–ВНИИЭФ.

### 3. Экспресс-методика определения лучевой прочности

Исследование оптических элементов на лучевую прочность проводится, как правило, по классической методике [12], когда образец облучается одним пучком с

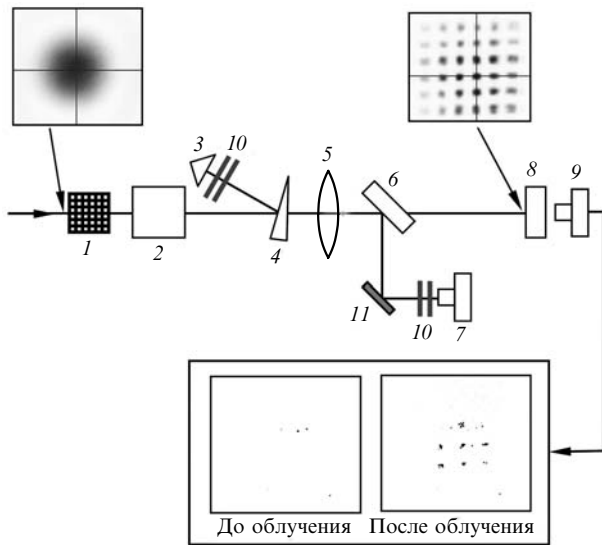


Рис. 3. Оптическая схема формирования матрицы гауссовых пучков: 1 – сетчатая диафрагма; 2 – пространственно-угловая селективная диафрагма; 3 – калориметр; 4 – клин; 5 – линза; 6 – плоскопараллельная пластина; 7 – CCD-камера; 8 – исследуемый образец; 9 – микроскоп с CCD-камерой; 10 – светофильтры; 11 – диэлектрическое зеркало.

гауссовым распределением интенсивности и эффективным диаметром 1–2 мм. Для определения порога разрушения образца необходимо провести несколько выстрелов, а при исследовании широкоапертурных образцов лучевую прочность необходимо измерять в нескольких точках, что приводит к увеличению числа экспериментов и времени, затраченного на исследования.

Для оперативного исследования лучевой прочности оптических элементов разработана экспресс-методика, заключающаяся в том, что образец облучается не одним пучком, а матрицей пучков с гауссовым распределением интенсивности (огibaющая интенсивности лазерных пучков, а также отдельные лазерные пучки в матрице имеют распределения интенсивности, близкие к гауссовым). Порог разрушения с помощью данной методики определяется в большинстве экспериментов за один выстрел с точностью  $\sim 10\%$ .

Формирование матрицы гауссовых пучков осуществляется следующим образом (рис. 3). Лазерный пучок дифракционного качества с диаметром апертуры 12 мм падает на сетчатую диафрагму, представляющую собой квадрат ( $7 \times 7$  мм), внутри которого располагается медная сетка (толщина проволоки 0.7 мм, период сетки 1.4 мм). Пройдя через сетчатую диафрагму, излучение падает на пространственно-угловую селективную квадратную диафрагму размером  $12 \times 12$  мм, расположенную на расстоянии  $\sim 4.3$  м от сетчатой диафрагмы. Диаметр проволоки и шаг сетки выбраны такими, чтобы обеспечить эффективную пространственно-угловую селекцию излучения на приемлемом расстоянии без значительных энергетических потерь. Сформированное таким образом изображение сетчатой диафрагмы с помощью линзы проецируется на исследуемый образец.

Для сравнения разработанной и классической методик выполнялись тестовые эксперименты по определению лучевой прочности образца стекла К8. В тестовых экспериментах энергия лазерного излучения, падающего на образец, измерялась прибором ЕРМ1000 с пироэлект-

рическим датчиком J50LP-2 фирмы Molectron. Распределение интенсивности падающего излучения измерялось CCD-камерой WinCamD фирмы Gentec. Камера находилась на таком же расстоянии от линзы, что и образец. Регистрация разрушения образца проводилась с помощью микроскопа с CCD-камерой. Изображения поверхности образца записывались до и после воздействия лазерного излучения. Критерием разрушения являлось появление необратимых структурных изменений на поверхности образца после лазерного воздействия, наблюдаемых с помощью камеры.

В качестве характеристики энергетического порога лазерного разрушения образцов использовалась максимальная плотность энергии излучения одного пучка, определяемая следующим образом:

$$\varepsilon = E/S_{\text{eff}},$$

где  $E$  – энергия одного пучка;  $S_{\text{eff}} = \pi d_{\text{eff}}^2/4$  – площадь эквивалентного лазерного пятна с равномерным распределением плотности энергии, равной максимальной плотности энергии в реальном пятне, содержащем такую же энергию;  $d_{\text{eff}}$  – диаметр эквивалентного лазерного пятна. Для расчета максимальной плотности энергии одного из пучков была написана программа в среде Matlab, с помощью которой обрабатывается изображение CCD-камеры.

Параметры лазерного излучения в тестовых экспериментах были следующими: длина волны излучения  $\lambda = 1.054$  мкм, длительность импульса  $\tau_{0.5} = 3.2$  нс, эффективный диаметр пучка в матрице  $d_{\text{eff}} = 0.2$  мм (матрица  $6 \times 6$ , ее размер  $3 \times 3$  мм); эффективный диаметр пучка в классической методике  $d_{\text{eff}} = 1.4$  мм. Типичные распределения интенсивности лазерного излучения на образце, полученные по разным методикам, приведены на рис. 4.

Из рис. 4, а видно, что разработанная оптическая схема позволяет преобразовать исходный пучок дифракционного качества таким образом, что огibaющая интенсивности лазерных пучков в матрице, а также отдельные лазерные пучки имеют гауссово распределение интенсивности (совпадение с гауссовым распределением получено по результатам обработки 8-битового изображения, приведенного на рис. 4, а).

По распределению интенсивности лазерного излучения на образце и картине его разрушения определялись два пучка: один с максимальной плотностью энергии, при которой разрушение еще не фиксируется, а другой с минимальной плотностью энергии, при которой разрушение регистрируется. Пороговой плотностью энергии разрушения исследуемого образца является среднее значение этих двух плотностей энергии. В матрице разность интенсивностей пучков вблизи порога разрушения образца составляет, как правило,  $\sim 10\%$ .

Лучевые прочности образца стекла, полученные по обоим методикам, совпадают с точностью  $\pm 2$  Дж/см<sup>2</sup> (около 8%) и равны 26 Дж/см<sup>2</sup>. Таким образом, данные тестовых испытаний показали возможность использования экспресс-методики для испытаний лучевой прочности оптических элементов.

По разработанной методике определялась лучевая прочность диэлектрических покрытий образцов оптических элементов, изготовленных в НИИ "НПО «Луч»" (табл. 1). Из табл. 1 видно, что диэлектрические зеркала (коэффициент отражения более 97%) имеют высокую лучевую прочность – до 32 Дж/см<sup>2</sup>. Просветляющее покры-

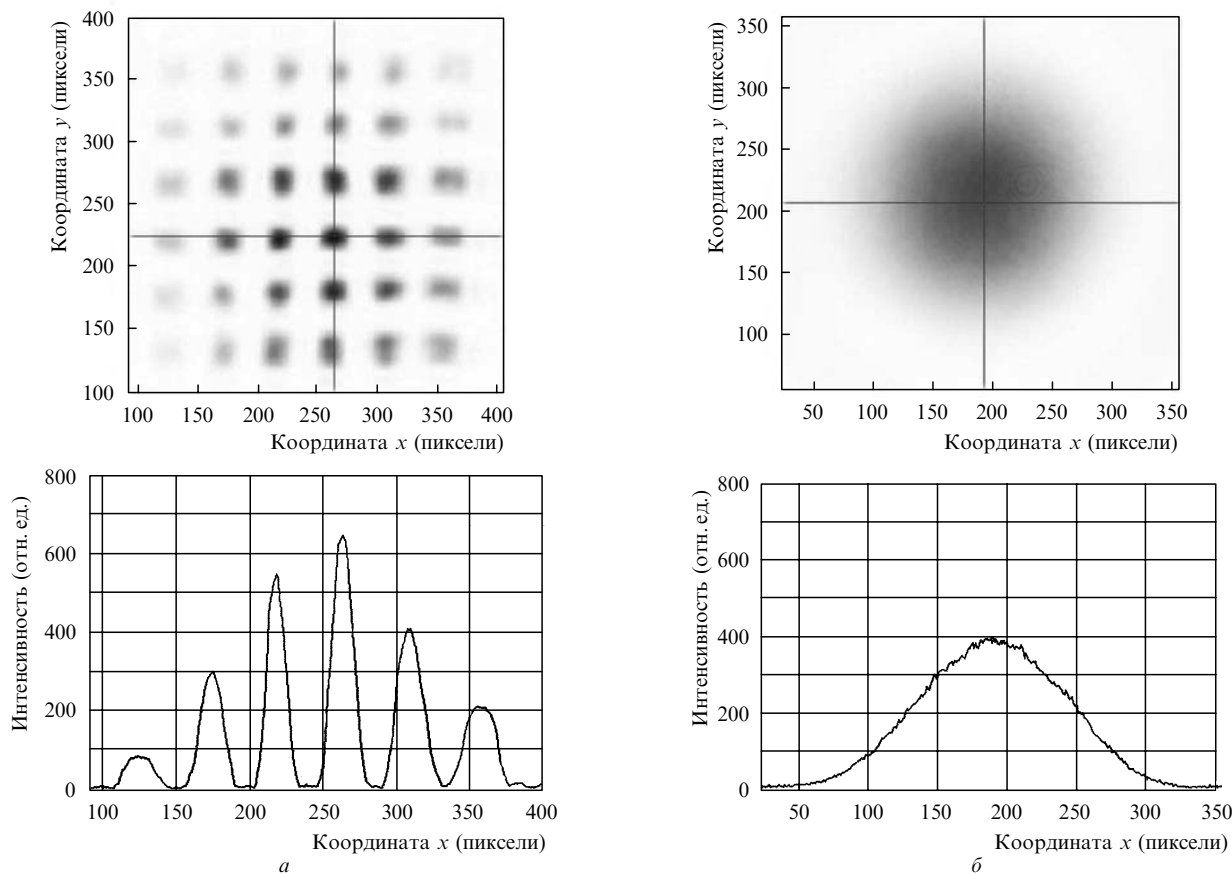


Рис.4. Типичные распределения интенсивности лазерного излучения на образце, полученные по экспресс-методике (а) и по классической методике (б).

Табл.1. Результаты измерения лучевой прочности диэлектрических покрытий.

Образец	Лучевая прочность (Дж/см <sup>2</sup> )	Условия облучения
Диэлектрическое зеркало 1	32.0 ± 1.0	Облучение со стороны покрытия
Диэлектрическое зеркало 2	29.5 ± 2.5	Облучение со стороны покрытия
Просветляющее покрытие	20.0 ± 1.0	Облучение со стороны покрытия
	15.0 ± 2.0	Облучение со стороны стекла

тие имеет лучевую прочность при облучении со стороны покрытия 20 Дж/см<sup>2</sup>, а со стороны стекла – 15 Дж/см<sup>2</sup>.

#### 4. Заключение

Проведены экспериментальные исследования технологических приемов нанесения диэлектрических покрытий с минимальным поглощением и максимально возможным показателем преломления и плотностью. Это позволило повысить лучевую прочность покрытий на основе системы HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> до 30 Дж/см<sup>2</sup> и выше на длине волны 1.054 мкм для лазерного импульса длительностью 3 нс.

Разработана экспресс-методика определения лучевой прочности оптических элементов с использованием матрицы гауссовых пучков. Точность определения пороговой плотности энергии разрушения покрытия за один выстрел была не хуже ±10 %.

Проведено испытание лучевой прочности зеркал и просветляющих покрытий, изготовленных в НИИ "НПО «Луч»". Диэлектрические зеркала имеют лучевую прочность до 32 Дж/см<sup>2</sup>, а просветляющие покрытия – до 20 Дж/см<sup>2</sup>.

Авторы выражают благодарность А.И.Зарецкому за ценные советы при обсуждении статьи.

1. LLNL. ICF Quarterly Report. Special Issue: National Ignition Facility (Virginia: Springfield, 1997, v. 7, № 3).
2. Andre M.L. Report at the Second Annual Conf. on Solid State Lasers for Application to ICF (Paris, 1996).
3. Galakhov I.V., Garanin S.G., Eroshenko V.A., Kirillov G.A., Kochemasov G.G., Murugov V.M., Rukavishnikov N.N., Sukharev S.A. Fusion Engineering and Design, **44**, 51 (1999).
4. Sukharev S.A. Proc. III Int. Conf. SSLA to ICF (Monterey, Cal, 1998).
5. Воронич И.Н., Галахов И.В., Гаранин С.Г. и др. Квантовая электроника, **33** (6), 485 (2003).
6. Алексеев В.Н., Бессараб А.В., Гаранин С.Г., Дмитриев Д.И. и др. Оптический журн., **9** (1), 11 (2002).
7. Гаранин С.Г., Зарецкий А.И., Илькаев Р.И. и др. Квантовая электроника, **35** (4), 299 (2005).
8. Yoshizama J., Genin F.Y., Salleo A., et al. Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng., **3244**, 331 (1998).
9. Kamimura T., Nakai K., et al. Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng., **3578**, 398 (1999).
10. Chow R., Falabella S., Loomis G.E., et al. Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng., **1848**, 349 (1992).
11. Бабаянц Г.И., Жупанов В.Г., Клюев Е.В. Матер. IX Междунар. конф. «Вакуумная наука и техника» (М., 2002, с. 149 – 153).
12. Sirazetdinov V.S., Alekseev V.N., Dmitriev D.I., et al. Laser and Particle Beams, **20**, 133 (2002).