

Учреждение образования
«Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины»

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по научной работе
_____ О.М. Демиденко
« ____ » _____ 2019

ОТЧЕТ

о работе студенческой научно-исследовательской лаборатории

«Вакуумно-плазменные технологии»

за 2019 год

И.о.декана факультета физики и ИТ

А.Л. Самофалов

Зав. кафедрой оптики

В.Е. Гайшун

Научный руководитель

Н.Н. Федосенко

Гомель 2019

СОДЕРЖАНИЕ

1. ИНФОРМАЦИЯ О СНИЛ.....	
2. СОСТАВ СНИЛ.....	
3. ИССЛЕДОВАНИЯ, ВЫПОЛНЕННЫЕ В СНИЛ...	
Вакуумные способы синтеза многослойных поляризационных покрытий на основе тугоплавких оксидов	
3.1. Электронно-лучевой синтез поляризационных покрытий на основе двуоксида циркония и двуоксида кремния	
3.2. Оптические и поляризационные характеристики синтезированных покрытий на подложках из кремния, оптического стекла и пластика	
3.2.1 Морфология поверхности поляризационного покрытия	
3.3.2 Спектральные и поляризационные свойства многослойной системы	
4. КОНФЕРЕНЦИИ, ПУБЛИКАЦИИ И АКТЫ ВНЕДРЕНИЯ.....	

1. ИНФОРМАЦИЯ О СНИЛ

В конце 2014 года в целях повышения эффективности студенческой научной деятельности на кафедре проведена реорганизация студенческого конструкторского бюро «Проектирование систем управления лазерным лучом», которое преобразовано в студенческую научно-исследовательскую лабораторию «Вакуумно-плазменные технологии» (далее СНИЛ).

Научным руководителем СНИЛ с сентября 2015 г. является доцент кафедры оптики, кандидат технических наук Федосенко Николай Николаевич. За СНИЛ закреплены аудитории 1-9, 1-6, 1-14 уч. корп. № 5.

Деятельность СНИЛ направлена на улучшение качества подготовки высококвалифицированных специалистов посредством привлечения студентов к активной научно-исследовательской и научно-производственной деятельности.

Основные направления деятельности СНИЛ:

- изучение высокоэффективных технологических процессов напыления углеродных, диэлектрических, металлических и полупроводниковых материалов;
- разработка физико-химических основ формирования покрытий с требуемыми и управляемыми физическими свойствами;
- совершенствование и дальнейшее развитие методов ионно-лучевых, ионно-плазменных, корпускулярно-фотонных технологий с целью создания высокотехнологичных и конкурентно способных вакуумных установок.

Результаты научных исследований, выполненных студентами в рамках СНИЛ как правило ложатся в основу их курсовых и дипломных работ.

Студенты, активно работающие в СНИЛ, проявившие склонность к научной работе и имеющие хорошие показатели в учёбе, могут быть в

установленном порядке рекомендованы для поступления в магистратуру и аспирантуру.

2. СОСТАВ СНИЛ

Гузовец А.А., Гуд Ю.П., Бердиев А.Г., Дасько А.П. (факультет физики и информационных технологий, 4 курс); Карпенко К.Т., Говор М.А., Сердюков Д.Г. (факультет физики и информационных технологий, 3 курс); магистранты: Брагинец А.В. (2-й курс).

3. ИССЛЕДОВАНИЯ, ВЫПОЛНЕННЫЕ В СНИЛ

Вакуумные способы синтеза многослойных поляризационных покрытий на основе тугоплавких оксидов

3.1. Электронно-лучевой синтез поляризационных покрытий на основе двуокиси циркония и двуокиси кремния.

Тугоплавкие окислы принадлежат к наиболее интересной группе высокотемпературных материалов. Их характеризуют стабильность в окислительной атмосфере, высокая температура плавления, большая прочность при сжатии; при низких температурах это хрупкие кристаллы; их стоимость невысока. Системы окислов являются основой производства керамических и огнеупорных материалов, а также стекла. Хотя решетки большинства кристаллов окислов просты, они гораздо сложнее, чем решетки металлов и полупроводников. Эта сложность структуры, т.е. одновременное присутствие атомов металла и кислорода, а также трудность выращивания монокристаллов окислов высокой чистоты и со строго регулируемой стехиометрией сильно препятствовали расширению фундаментальных исследований, в которых можно было бы дать более точные сведения о свойствах материалов. К тому же, лишь недавно было проведено систематическое изучение влияния малых количеств примесей на строение и электрические свойства окислов.

Окислы обладают высокой механической прочностью и химической стабильностью. Показатели преломления оксидов перекрывают широкий диапазон. Для покрытий с низким показателем преломления используют пленки SiO_2 и Si_2O_3 . Промежуточные значения показателей преломления имеют пленки SiO , Al_2O_3 , MgO , ThO_2 , ZrO_2 и редкоземельные окислы. CeO_2 и TiO_2 обладают высокими показателями преломления.

Пленки SiO_2 лучше всего получать электроннолучевым способом. При этом для получения плотных и стабильных пленок подложку необходимо нагревать до 150°C . Пленки SiO_2 получают также реактивным испарением SiO в ионизированном кислороде. Пленки SiO_2 прозрачны в области $0,2 \div 9$ мкм, $n = 1,46$ при $\lambda = 550$ нм. Пленки, осажденные на горячие подложки, обладают высокой относительной плотностью, хорошей адгезией и очень высокой химической и механической стабильностью.

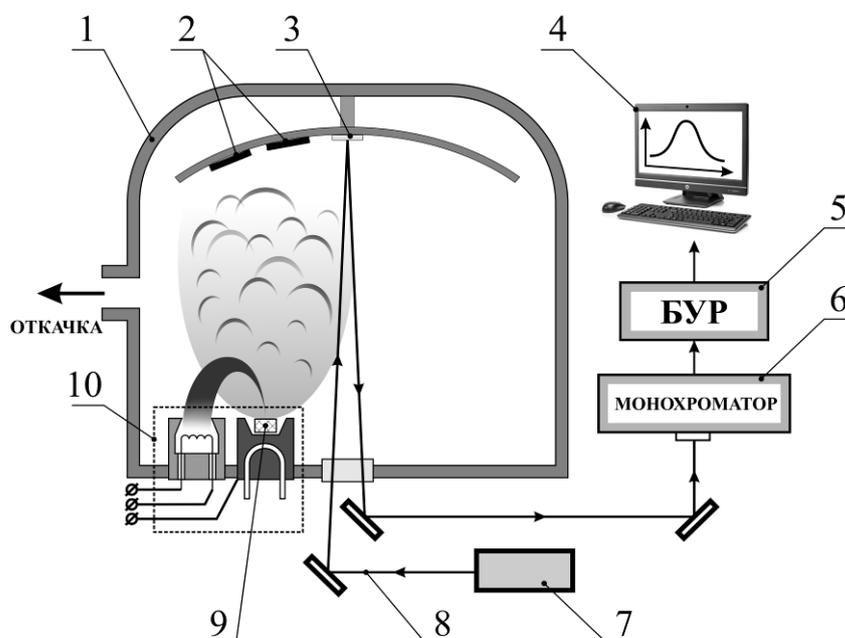
Пленки Al_2O_3 получают только электроннолучевым испарением. При тщательном приготовлении пленки имеют полосу пропускания от 0,2 вплоть до 7 мкм. Пленки аморфны и обладают очень высокой твердостью и адгезией. Показатель преломления пленок $\text{Al}_2\text{O}_3 \sim 1,6$ в видимом диапазоне

Пленки ZrO_2 обычно получают электроннолучевым испарением. Полоса пропускания лежит в области $0,34 \div 12$ мкм. Показатель преломления пленок до некоторой степени зависит от температуры подложки (при комнатной температуре $n = 1,97$, при $T_s = 200^\circ\text{C}$ $n = 2,05$). При использовании ZrO_2 возникает проблема, связанная с образованием неоднородных пленок, что, вероятно, обусловлено структурными дефектами.

Пленки ZrO_2 обладают прекрасными механическими и химическими свойствами и легко совместимы с пленками других окислов.

В качестве исходных материалов в работе использовались как стандартные промышленно-выпускаемые мишени на основе альфа-окси алюминия Al_2O_3 , двуокиси кремния SiO_2 , окиси циркония ZrO_2 , диоксида титана TiO_2 , так и мишени диоксида титана TiO_2 сформированные золь-гель методом из металлоорганического соединения титана гидролизованного водой в присутствии изопропилового спирта.

Покрyтия формировались на вакуумной установке ВУ-1А, оснащенной источником электронно-лучевого испарения УЭЛИ-1 и встраиваемой системой спектрального (широкополосного) оптического контроля серии IRIS (ИРИС) компании Эссент Оптикс (Республика Беларусь) (рисунок 1). Осаждение покрытий осуществлялось при с максимальным ускоряющим напряжением 12 кВ и током эмиссии от 15 до 150 мА при остаточном давлении в камере $6 \cdot 10^{-3}$ Па.



- 1 – вакуумная камера; 2 – подложки; 3 – образец-свидетель;
- 4 – персональный компьютер с программой «IrisSoft»;
- 5 – блок управления и регистрации;
- 6 – монохроматор;
- 7 – источник излучения галогенный;
- 8 – световой поток;
- 9 – распыляемая мишень;
- 10 – электронно-лучевой испаритель УЭЛИ-1

Рисунок 1 – Схема установки для нанесения покрытий

Использование оптической системы контроля толщины IRIS позволяет проводить контроль формирующегося слоя во время процесса нанесения покрытия с точностью измерения до 0,8 нм. Принцип измерения толщины основан на фотоэлектрическом методе регистрации лучистого потока δ (см. рисунок 1), отраженного от образца-свидетеля 3. При этом об оптической толщине напыляемого материала можно судить по изменению коэффициента отражения R от поверхности образца-свидетеля 3. Экстремальным значениям коэффициента отражения R соответствует оптическая толщина слоя nd рассчитанная по формуле пленки, кратная значениям:

$$nd = \frac{\lambda}{4} \cdot N; \quad N = 1, 2, 3, \dots; \quad (1)$$

где d – геометрическая толщина; n – показатель преломления испаряемого материала; λ – длина волны излучения; N – число слоев. В работе наносились однослойные покрытия с одинаковой оптической толщиной 500 нм.

Нанесение покрытий в среде азота осуществлялось при следующих параметрах процесса, приведённых в таблице 1.

Таблица 1 – Параметры процесса осаждения покрытий в среде азота

Параметр	Значение
Парциальное давление азота P_{N_2}	$1,5 \cdot 10^{-2}$
Ток разряда I_p , А	0,3
$U_{\text{анода}}$, В	200
$I_{\text{накала}}$, А	18
$I_{\text{соленоида}}$, А	0,7

При исследовании оптических свойств покрытий использовали спектрофотометр Photon RT (Essent Optics) предназначенный для измерения спектральных характеристик отражения, пропускания и оптической плотности в поляризованном свете в диапазоне длин волн от 200 до 4000 нм. На основании измеренных спектров рассчитывались степень поляризации отражённого излучения P_R для сформированного образца покрытия на непрозрачной кремниевой подложке и степень поляризации P_T на прозрачных подложках из стекла и полимеров при разных углах падения излучения, а именно 0, 15, 30, 45, 75 градусов. Степень поляризации рассчитывали по формуле (2):

$$P = (I_{\max} - I_{\min}) / (I_{\max} + I_{\min}). \quad (2)$$

Также при исследовании оптических свойств использовались лазерный эллипсометр ЛЭФ-757 с рабочей длиной волны светового потока 635 нм и спектрофотометр видимого диапазона излучения Cary-50 (Varian).

Исследование морфологии покрытий осуществляли методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с использованием сканирующего зондового

микроскопа Solver P47 PRO (NT-MDT, Россия). В качестве зондов использовались кремниевые кантилеверы серии NSG11S с типичной силовой константой 5,5 Н/м. Статистические данные поверхности и анализ зёрен осуществлялся с помощью модульной программы анализа данных СЗМ Gwyddion .

В качестве подложек для формируемых покрытий использовались полированные пластины кремния, кварца, полиметилметакрилата, политетрафторэтилена, предметного стекла и оптического стекла К8. Перед нанесением покрытия поверхность подложек предварительно подвергалась очистке с помощью низкоэнергетического ионного источника типа «АИДА» в вакууме и последующему нагреву с помощью ИК-ламп до температуры 200 °С.

Исследование поверхностной энергии покрытий производили на основании результатов измерений краевых углов смачивания поверхности образцов двумя различными жидкостями: глицерином и дистиллированной водой фиксированного объема (5 мкл). Захват и распознавание изображения лежащей капли жидкости проводился с помощью специально разработанной программно-аппаратной системы «Капля-2» на базе микроскопа МБС-6 с частотой 1 Гц в течение 1,5 мин (рисунок 2).



Рисунок 2 – Установка для измерения краевого угла смачивания «Капля-2»

Полная свободная энергия поверхности образуется из вкладов различных межмолекулярных сил, действующих на этой поверхности, и ее величину можно записать в следующем виде:

$$\sigma = \sigma^d + \sigma^p, \quad (3)$$

где σ^d – дисперсионная составляющая поверхностной энергии, Н/м; σ^p – полярная составляющая поверхностной энергии, Н/м.

Составляющие сил свободной энергии поверхности твердого тела σ_s^d , σ_s^p и жидкости σ_x^p , σ_x^d можно связать со значением косинуса угла смачивания θ твердого тела выражением

$$W_a = \sigma_x (1 + \cos \theta) = 2 \left(\sqrt{\sigma_x^p \sigma_s^d} + \sqrt{\sigma_x^d \sigma_s^p} \right). \quad (4)$$

Зная значения полных и составляющих поверхностных натяжений двух различных жидкостей, и решив систему из двух уравнений (4), можно найти составляющие и полную поверхностную энергию твердого тела. Решение системы из двух уравнений (4) проводили средствами Excel.

3.2. Оптические и поляризационные характеристики синтезированных покрытий на подложках из кремния, оптического стекла и пластика.

В качестве материалов для многослойного оптического покрытия выбраны чередующиеся слои на основе материалов ZrO_2 и SiO_2 .

На основании измеренных спектров отражения однослойных покрытий рассчитаны показатели преломления отдельных слоев и спроектирована конструкция 14-слойного поляризационного покрытия для двух рабочих длин волн 532 нм и 633 нм (рисунок 3).

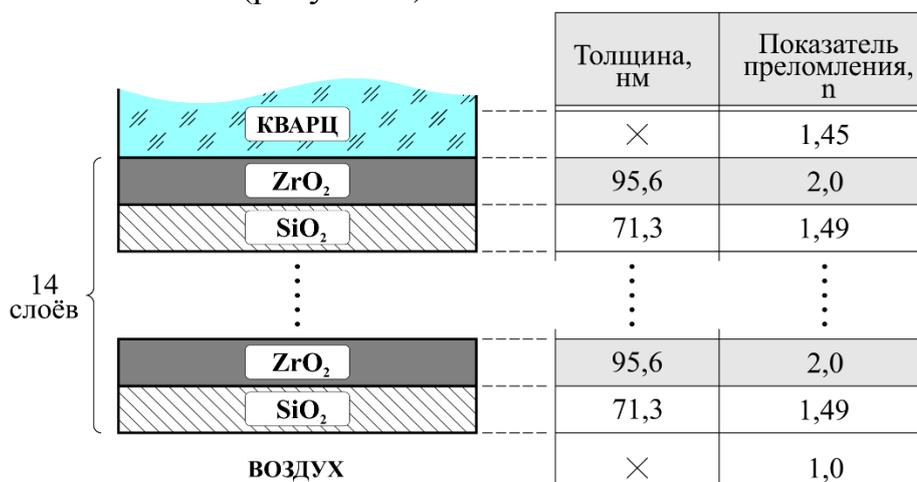


Рисунок 3 – Схема многослойного поляризационного покрытия

3.2.1 Морфология поверхности поляризационного покрытия

Снимки морфологии сформированного многослойного покрытия, полученные методом атомно-силовой микроскопии представлены на рисунке 4, а статистические параметры поверхности в таблице 2.

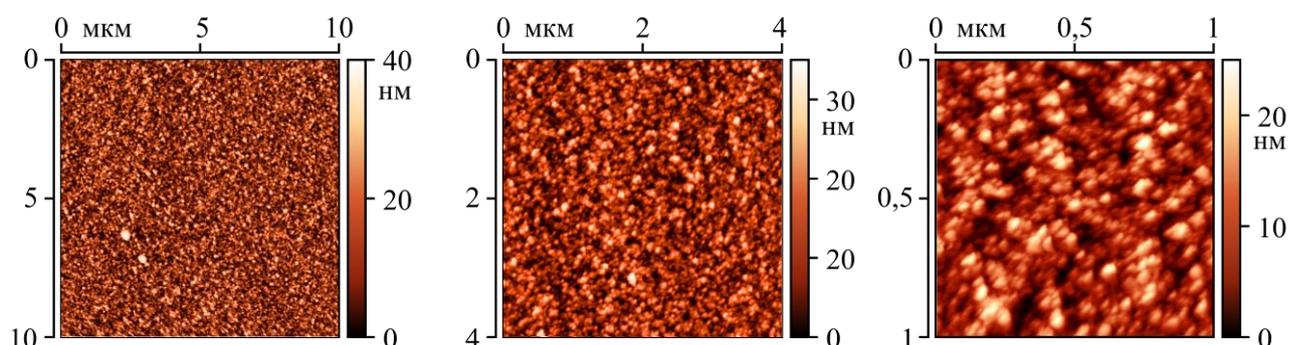


Рисунок 4 – Изображения поверхности покрытия с различным увеличением, полученные методом атомно-силовой микроскопии

Таблица 2– Статистические данные топологии поверхности многослойного покрытия

Среднее значение неровностей по высоте, нм	Суб-шероховатость покрытия Ra, нм	Фрактальная размерность покрытия	Средний диаметр зерна, нм	Средняя высота зерна, нм	Средний объём зерна, нм ³
10,6	2,64	2,59	36,2	11,3	3225

При анализе распределения размеров зёрен (рисунок 5) использовался коэффициент P_s , характеризующий долю частиц, площади поверхности которых находятся в заданном интервале значений относительно общей площади поверхности снимка:

$$P_s = \frac{\Delta S_i \cdot N_i}{S} \cdot 100\%, \quad (5)$$

где ΔS_i – заданный интервал значений площадей; N_i – количество частиц в заданном интервале; S – общая площадь снимка.

Как видно из рисунка 5 и таблицы 2 покрытие имеет низкие значения шероховатости поверхности и малые размеры зёрен, и как следствие морфология поверхности сформированного покрытия не оказывает существенного влияния на оптические характеристики многослойного покрытия, связанные с рассеянием и поглощением излучения на дефектах и неровностях поверхности.

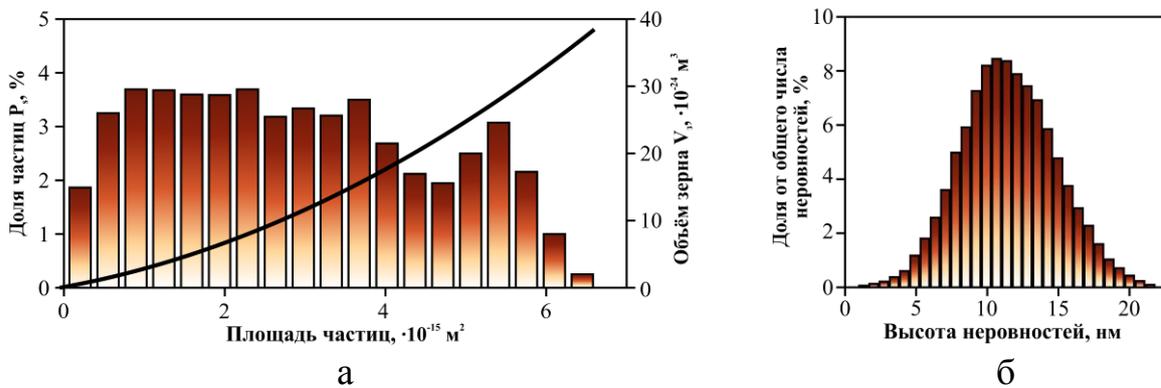
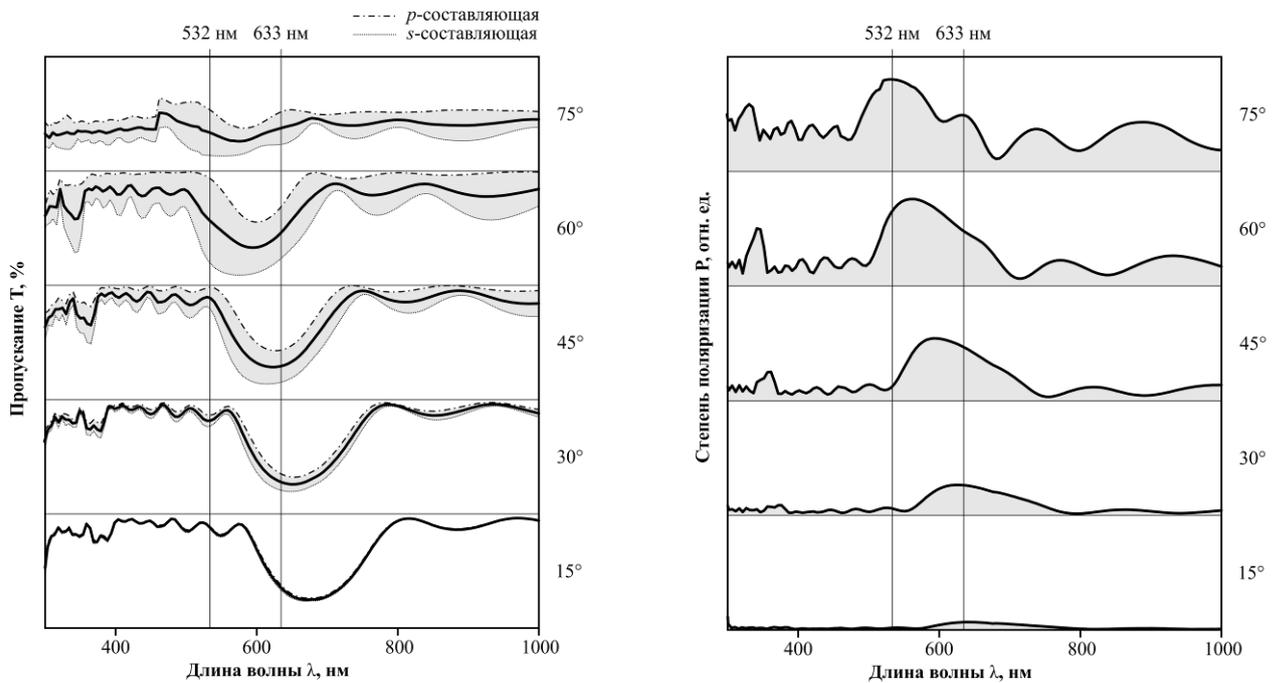


Рисунок 5 – Диаграмма распределения размеров и объёмов зёрен (а) и диаграмма распределения неровностей по поверхности покрытия

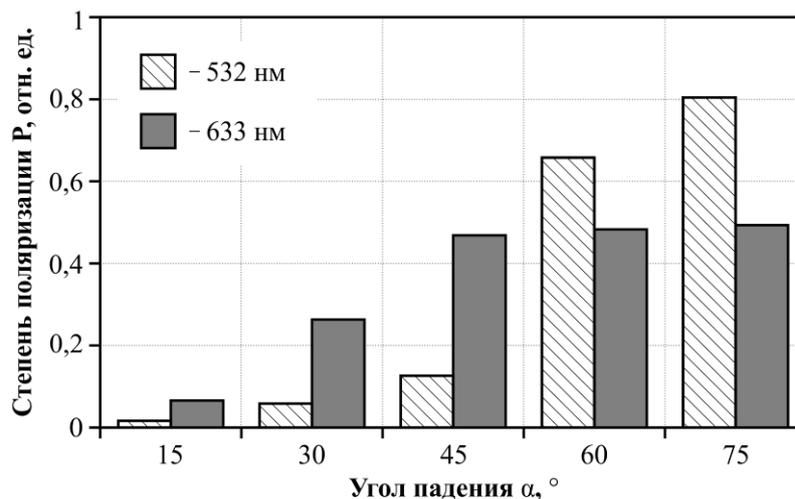
3.3.2 Спектральные и поляризационные свойства многослойной системы

Рассчитана степень поляризации прошедшего излучения на прозрачных подложках и отражённого и излучения от полированной подложки плавленого кварца, стеклянной подложки и подложки из политетрафторэтилена, с сформированным многослойным поляризационным покрытием (рисунки 6 – 8).



а

б



в

Рисунок 6 – Спектры пропускания (а) и значения степени поляризации прошедшего излучения (б, в) для разных углов падения к поверхности многослойного покрытия на кварцевой подложке

Как видно из рисунка 6 для длины волны 532 нм резкое увеличение степени поляризации до значения 0,67 достигается при угле падения 60°, а при угле 75° достигается значение до 0,81, что свидетельствует о высоких поляризационных свойствах синтезированного покрытия. Степень поляризации прошедшего излучения от прозрачного образца с многослойным покрытием на длине волны 633 нм достигает значения 0,47 уже при угле падения в 45°, и увеличивается до значения 0,5 при углах падения 60° – 75°.

На рисунке 7 приведены спектры пропускания и значения степени поляризации прошедшего излучения для разных углов падения к поверхности многослойного покрытия на стеклянной подложке. Как видно из диаграммы (рисунок 7, в), поляризация на стеклянной подложке имеет несколько более

высокие значения, в сравнении с покрытием на кварцевой подложке. Для длины волны 532 нм максимум поляризации составляет значение в 0,85 и приходится на угол падения излучения в 75° . Для длины волны 633 нм максимум поляризации составляет значение в 0,55 и приходится на угол падения излучения в 60° .

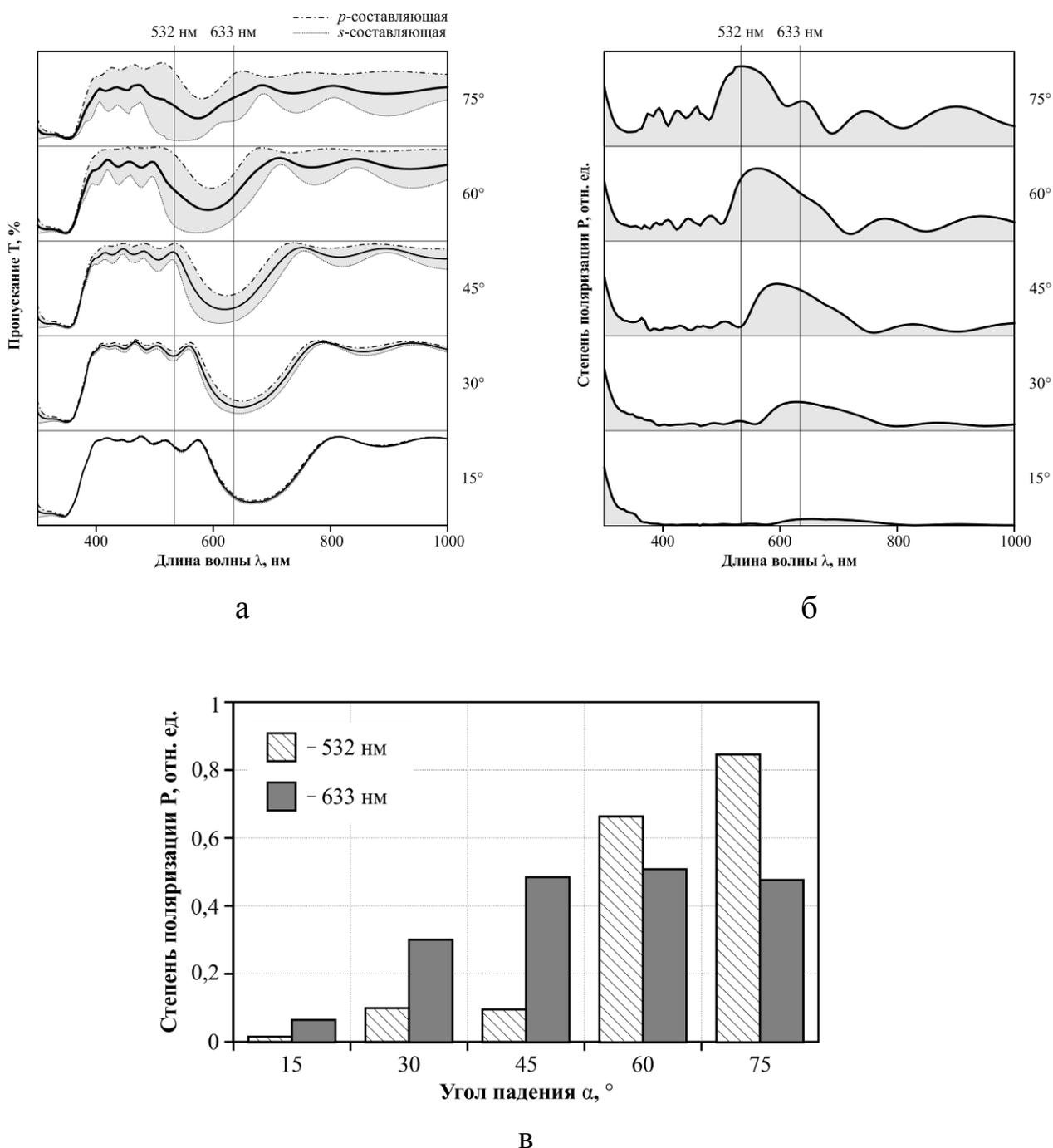


Рисунок 7 – Спектры пропускания (а) и значения степени поляризации прошедшего излучения (б, в) для разных углов падения к поверхности многослойного покрытия на стеклянной подложке

Спектры пропускания многослойного покрытия на подложке из политетрафторэтилена (рисунок 8, а) подобны спектрам на покрытия на подложке из стекла, однако имеют более низкие значения s-составляющей прошедшего через систему покрытие-подложка излучения, в результате чего

расчёт показывает несколько выше значения поляризации для длины волны 633 нм.

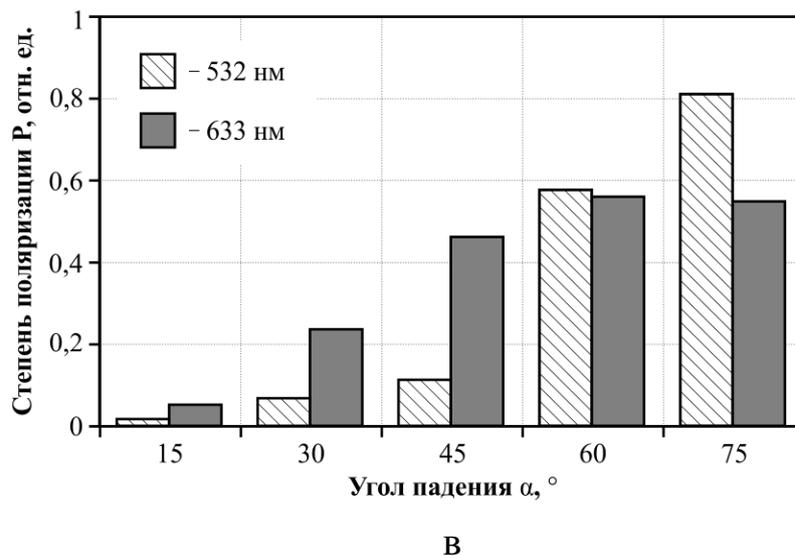
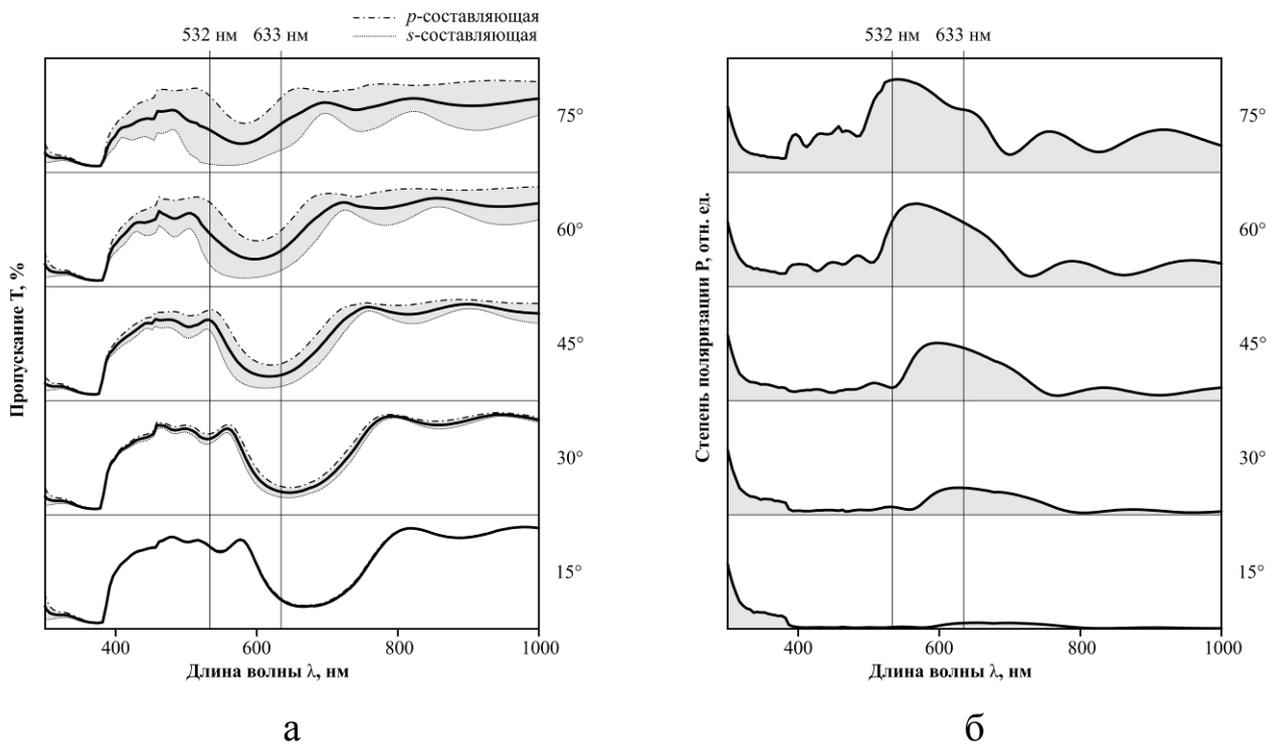


Рисунок 8 – Спектры пропускания (а) и значения степени поляризации прошедшего излучения (б, в) для разных углов падения к поверхности многослойного покрытия на подложке из политетрафторэтилена

Заключение

Исследовалось влияние термообработки на оптические и гидрофобные свойства многослойных покрытий на основе альфа-оксида алюминия Al_2O_3 , двуоксида кремния SiO_2 , окиси циркония ZrO_2 , диоксида титана TiO_2 , а также оксида гафния HfO_2 . Установлено, что наилучшими гидрофобными свойствами из рассматриваемых покрытий характеризуются покрытия на основе диоксида

титана (краевой угол смачивания более 90°). Однако, после отжига значения краевого угла смачивания снижаются, что вызвано, по всей видимости, структурными превращениями «анатаз-рутил».

Спроектирована конструкция и сформирован опытный образец 14-слойного поляризационного покрытия для двух рабочих длин волн 532 нм и 633 нм на основе чередующихся слоёв ZrO_2 и SiO_2 . Методом атомно-силовой микроскопии установлено, что сформированное многослойное покрытие имеет низкие значения шероховатости поверхности и малые размеры зёрен, и как следствие морфология поверхности сформированного покрытия не оказывает существенного влияния на оптические характеристики многослойного покрытия, связанные с рассеянием и поглощением излучения на дефектах и неровностях поверхности. При изучении влияния природы подложки на поляризационные характеристики покрытия установлено, что покрытия на стеклянных подложках обладают максимальными значениями степени поляризации прошедшего через покрытия излучения при угле падения в 75° . Также, при исследовании влияния дополнительных защитных слоёв из полиметилметакрилата на поверхности покрытия на оптические характеристики системы в целом, установлено, что данный слой вызывает увеличение в два раза степени поляризации на длине волны 633 нм при угле падения 75° . Показано, что нанесение дополнительных слоёв может служить не только эффективным способом защиты оптических элементов на основе разработанного многослойного покрытия, но и оказывать положительное влияние на их поляризационные характеристики. Также на основании исследования поверхностной энергии сформированных образцов многослойных покрытий установлено, что нанесение слоя полиметилметакрилата обуславливает снижение полярной составляющей поверхности покрытия, что приводит к меньшему взаимодействию поверхности поляризатора с окружающей средой, препятствует загрязнению покрытия.

3 КОНФЕРЕНЦИИ, ПУБЛИКАЦИИ И АКТЫ ВНЕДРЕНИЯ

1. Гузовец А.А., Федосенко Н.Н., Желонкина Т.П. Электронно-лучевой синтез и свойства покрытий на основе диоксида титана. Материалы V Международной научной конференции «Проблемы взаимодействия излучения с веществом» Часть 2. Гомель, ГГУ им. Ф. Скорины, 14-16 ноября 2018г. Гомель, 2018. С. 69-78.

2. Гузовец А.А. Электронно-лучевой синтез многослойных поляризационных покрытий. Материалы VIII Республиканской научной конференции студентов, магистрантов и аспирантов «Актуальные вопросы физики и техники» Часть 1. Гомель, ГГУ им. Ф. Скорины, 25 апреля 2019. С. 20-22.

3. Гузовец А.А. Методика определения оптической толщины покрытий на основе диоксида титана спектрофотометрическим методом. Материалы XXI Республиканской научно-практической конференции молодых ученых. Часть 1, Брест, БрГУ имени А.С. Пушкина, 10 мая 2019. С. 50-51.

4. Гузовец А.А. Оптические характеристики покрытий на основе ZrO_2 и SiO_2 полученных методом электронно-лучевого испарения. Материалы XLVIII Студенческой научно-практической конференции «Дни студенческой

науки». Часть 1. Гомель, ГГУ имени Ф.Скорины, 14-15 мая 2019 г. С. 69-70.

5. Гузовец А.А. Электронно-лучевой синтез и оптические свойства покрытий на основе тугоплавких оксидов ZrO_2 и SiO_2 . Сборник научных работ студентов, магистрантов, аспирантов «Творчество молодых - 2019», Часть 1, Гомель, ГГУ имени Ф. Скорины, 2019 г. С. 176-179.

6. Гузовец А.А. Оптические свойства покрытий из тугоплавких оксидов полученных методом электронно-лучевого синтеза в среде азота. Материалы XV Международной научно-практической конференции молодых исследователей «Содружество наук. Барановичи-2019», Часть 1, Барановичи, Барановичский государственный университет, 16 мая 2019 г. С. 116-120.

Результаты НИОКР внедрены в образовательный процесс в рамках выполнения одной дипломной работы:

Лабораторная работа “Электронно-лучевой синтез поляризованных покрытий и исследование их физических свойств”.

Разработчик- студ. Гузовец А.А..

Отчет утвержден на заседании кафедры оптики
Протокол № __ от " __ " декабря 2019.