

UNIVERZITA PALACKÉHO OLMOUC

PŘÍRODOVĚDECKÁ FAKULTA

KATEDRA OPTIKY

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Napařování ochranných vrstev  $MgF_2$  a  $HfO_2$  na zrcadlové  
vrstvy



---

Vypracovala:	Alexandra Šperková
Studijní program:	B1701 Fyzika
Studijní obor:	1701R054 Digitální a přístrojová optika
Forma studia:	Prezenční
Vedoucí diplomové práce:	Mgr. Libor Nožka, Ph.D.
Konzultant diplomové práce:	RNDr. Jaroslav Wagner, Ph.D.
Termín odevzdání práce:	květen 2019

## Bibliografická identifikace

Jméno a příjmení autora	Alexandra Šperková
Název práce	Napařování ochranných vrstev MgF <sub>2</sub> a HfO <sub>2</sub> na zrcadlové vrstvy
Typ práce	Bakalářská
Pracoviště	Katedra optiky
Vedoucí práce	Mgr. Libor Nožka, Ph.D.
Konzultant práce	RNDr. Jaroslav Wagner, Ph.D.
Rok obhajoby práce	2019
Abstrakt	Tématem bakalářské práce je experimentální ověření nasazení ochranných vrstev HfO <sub>2</sub> a MgF <sub>2</sub> na zrcadlově odrazné prvky v ultrafialové oblasti světelného spektra, přednostně v oblasti od 175 nm do 250 nm. Toto studium je úzce spojeno s vývojem detektoru RICH (z ang. Ring-Imaging Cherenkov) v rámci kolaborace CBM pro experimenty v oblasti částicové fyziky.
Klíčová slova	tenké vrstvy, napařování, PVD, spektrometrie vrstev
Počet stran	56
Počet příloh	0
Jazyk	český

## Bibliographical identification

Autor's first name and surname	Alexandra Šperková
Title	Deposition of MgF <sub>2</sub> and HfO <sub>2</sub> protective layers to mirror films
Type of thesis	Bachelor
Department	Department of Optics
Supervisor	Mgr. Libor Nožka, Ph.D.
Consultant of thesis	RNDr. Jaroslav Wagner, Ph.D.
The year of presentation	2019
Abstract	This bachelor thesis deals with an experimental verification of the application of HfO <sub>2</sub> and MgF <sub>2</sub> to specular reflective elements in the ultraviolet region of the light spectra, in the interval from 175 nm to 250 nm in particular. This study is closely linked with the development of the RICH detector (Ring-Imaging Cherenkov) in frame of the CBM collaboration in field of particle physics.
Keywords	thin films, steam treatment, PVD, film spectrometry
Number of pages	56
Number of appendices	0
Language	czech

### Prohlášení

Prohlašuji, že jsem předloženou bakalářskou práci vypracovala samostatně pod vedením Mgr. Libora Nožky, Ph.D. a že jsem použila zdrojů, které cituji a uvádím v seznamu použitých pramenů.

V Olomouci dne 20. 5. 2019

.....  
Alexandra Šperková

### Poděkování

Ráda bych poděkovala vedoucímu Mgr. Liboru Nožkovi, Ph.D. za odborné vedení, věcné připomínky, asistenci při experimentech, a především za čas věnovaný konzultacím během zpracování této bakalářské práce. Také děkuji konzultantovi RNDr. Jaroslavu Wagnerovi, Ph.D. za zodpovězení všech mých otázek týkajících se problematiky této bakalářské práce.

## Obsah

Úvod.....	7
Vlastnosti tenkých vrstev .....	8
Aplikace tenkých vrstev .....	10
Základy teoretického popisu tenkých vrstev .....	13
Reflexe, transmise .....	16
Optimalizace tloušťky vrstev .....	19
Nanášení tenkých vrstev metodou PVD .....	21
Členění metod PVD .....	21
Napařování tenkých vrstev .....	24
Vakuová aparatura VSE1200A .....	24
Experimentální část.....	26
Kalibrace napařování.....	26
Napařování vzorků .....	28
Charakterizace tenkých vrstev .....	30
Měření spektrální odraznosti.....	30
Měření rozptylové charakteristiky .....	31
Vyžihání vzorků .....	32
Mechanické testy.....	33
Výsledky napařování .....	35
Systém MgF <sub>2</sub> .....	36
Systém HfO <sub>2</sub> .....	37
Systém 1x(HfO <sub>2</sub> /MgF <sub>2</sub> ).....	39
Systém 2x(HfO <sub>2</sub> /MgF <sub>2</sub> ).....	41
Systém 3x(HfO <sub>2</sub> /MgF <sub>2</sub> ).....	43
Graf difúzní odraznosti .....	45
Nanoindentační testy .....	45
Diskuze .....	47
Nanoindentační testy .....	49
Závěr .....	52
Literatura.....	53
Seznam obrázků.....	54
Seznam tabulek.....	56

## Úvod

Tématem bakalářské práce je experimentální ověření nasazení ochranných vrstev  $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$  na zrcadlově odrazné prvky v ultrafialové oblasti světelného spektra. Přednostně v oblasti od 175 nm do 250 nm. Toto studium je úzce spojeno s vývojem detektoru RICH (z ang. Ring-Imaging Cherenkov) v rámci projektu CBM (z ang. Compressed Baryonic Matter) pro experimenty v oblasti částicové fyziky [1]. Detektor RICH obsahuje optický detektor založený na detekci Čerenkovského záření, které vzniká průchodem relativistických částic plynným prostředím z  $\text{CO}_2$ . Čerenkovovo záření je soustředěno na fotodetektory soustavou sférických odrazných zrcadel [1, kap. 1.]. Tato zrcadla mají mít podle původního návrhu tenkou odraznou vrstvu hliníku chráněnou tenkou vrstvou z  $\text{MgF}_2$  (fluoridu hořečnatého) [1].

Návrh těchto odrazných zrcadel pro detektor RICH vyhrálo v konkurzu pracoviště SLO, jehož zrcadla měla nejlepší výsledky odraznosti, přibližně 75 – 90 %, pro krátké vlnové délky [1]. Protože  $\text{MgF}_2$  tvoří měkkou tenkou vrstvu, tak se diskutovalo o dodatečné nanesení materiálu  $\text{HfO}_2$  (oxid hafničitý) na napařenou vrstvu hliníku a  $\text{MgF}_2$  pro zvýšení odolnosti proti abrazi, i když nasazení v detektoru RICH toto striktně nevyžaduje. V této práci jsme se konkrétně zaměřili na chování sendvičů  $1x(\text{HfO}_2/\text{MgF}_2)$ ,  $2x(\text{HfO}_2/\text{MgF}_2)$  a  $3x(\text{HfO}_2/\text{MgF}_2)$  vzhledem k základní ochranné vrstvě  $\text{MgF}_2$ . Pro porovnání jsme též vyzkoušeli krycí vrstvu pouze z  $\text{HfO}_2$ .

Bakalářská práce je rozdělena do následujících částí. Teoretická část se zabývá základním teoretickým popisem fyziky tenkých vrstev pro potřeby této práce. V další části se práce zabývá nanášením tenkých vrstev metodou PVD (z ang. Physical Vapour Deposition), což je metoda, při které se daný materiál nanáší na substrát z plynné fáze. V experimentální části se práce zabývá napařováním jednotlivých krycích ochranných vrstev z  $\text{MgF}_2$  a  $\text{HfO}_2$ .

Dalším cílem bylo zjistit vliv žihání vrstev na jejich spekulární odraznost, rozptylové charakteristiky a tvrdost.

## Vlastnosti tenkých vrstev

Pojem tenké optické vrstvy se rozumí vrstvy z kovového, dielektrického nebo polovodičového materiálu nanesené na vhodném substrátu o tloušťce, která je srovnatelná s použitou vlnovou délkou elektromagnetického záření. Tenké vrstvy mohou mít vnitřní strukturu homogenní nebo nehomogenní, vrstvy mohou být izotropní nebo anizotropní, nebo mohou mít magnetické projevy. Při běžném návrhu tenkých vrstev se optická tloušťka (tzn. součin indexu lomu a geometrické tloušťky) vrstev počítá vzhledem k tzv. pracovní vlnové délce.

Na tenkých optických vrstvách můžeme pozorovat interferenci v bílém světle (jsou viditelné barevné odstíny). Interference je závislá na tloušťkách vrstev, ze kterých se odvozují fázové posuvy, a je také závislá na koherenčních vlastnostech elektromagnetického záření. Ukazuje se, že při celistvých násobcích čtvrtinové pracovní vlnové délky vykazují vrstvy extrémální hodnoty svých parametrů [2, 3]. Znalost dopadající intenzity záření umožňuje zjistit makroskopické parametry vrstev, jako jsou odraznost, pohltitost a propustnost.

Reálné tenké vrstvy můžeme porovnávat se dvěma modely: ideální tenká vrstva a ideální tlustá vrstva. Ideální tenká vrstva se rozumí vrstva, u které dochází k interferenci všech vnitřně odražených vln. Ideální tlustá vrstva je taková, u které nedochází k žádnému vnitřnímu odrazu vln [2].

Běžnými příklady tenkých vrstev jsou: tenká olejová vrstva na vodě, mýdlové bubliny, peří ptáků, krovky brouků, nebo křídla motýlů. Projevy tenkých vrstev pozorujeme také na tenkých vzduchových vrstvách např. v prasklinách ledu, Newtonova skla. Pozorované interferenční obrazce závisí nejen na vlnové délce dopadajícího světla, ale také na úhlu dopadu ve spojení s úhlem pozorování. Svou roli zde hraje také polarizační stav dopadajícího záření.

Tenké optické vrstvy lze charakterizovat podle účelu jejich aplikace. Především se jedná o vlastnosti optické, mechanické (tribologické) a chemické. Nejčastěji popisujeme tenké vrstvy podle následujících parametrů:



#### a) Index lomu

Je komplexní veličina, u dielektrik je imaginární složka potlačena, popřípadě je nenulová v ultrafialové oblasti (např.  $\text{TiO}_2$ ). Naopak u kovů vystupuje imaginární složka v celém spektrálním rozsahu UV/VIS. Kovy se vyznačují komplexní permitivitou.

Index lomu je závislý na

- druhu materiálu – v případě chemických prvků index lomu roste s atomovým číslem prvku. Sloučeniny s iontovými vazbami mají nižší index lomu než sloučeniny, které mají kovalentní vazbu [3],
- krystalické struktury dané vrstvy – například u sloučeniny  $\text{TiO}_2$  se může na vybrané vlnové délce index lomu měnit přibližně od 1,9 do 2,6 v závislosti na struktuře vrstvy, která bude převažovat, jestli amorfni forma nebo krystalická forma. To, jaký bude index lomu a jaká struktura sloučeniny závisí zejména na teplotě substrátu při nanášení vrstvy [2],
- množství vodních par a jiných nečistot, které jsou absorbovány při nanášení vrstvy [3],
- stechiometrii vrstvy - například u oxidů křemíku se podle podílů jednotlivých fragmentů  $\text{SiO}^-$  (jsou-li přítomny) mění celkový index lomu [2].

#### b) Propustnost

Jedná se o vlastnost zejména dielektrických vrstev. Rozptyl světla vlivem krystalové struktury vrstvy nebo absorpce. Vlivem nečistot se také může snížit propustnost vrstev [2, 3].

#### c) Homogenita

Běžně se vrstvy specifikují jako homogenní ve směru růstu vrstvy, ale jejich index lomu se ve skutečnosti může měnit v závislosti na tloušťce vrstev (hovoříme o gradientu indexu lomu vrstvy) [2].

#### d) Relativní hustota

Jedná se o podíl hustoty vrstvy k hustotě objemového materiálu, který má stejné chemické složení. Je menší než jedna, pokud jsou ve vrstvě molekuly plynů. Vyšší relativní hustoty se může dosáhnout zvýšením teploty substrátu během

napařování [3], nebo se použijí jiné vhodné postupy (např. iontově asistovaná depozice – IAD).

e) Mechanické a chemické vlastnosti

Mezi mechanické vlastnosti patří zejména: tvrdost, pevnost, přilnavost a vnitřní pnutí. Mezi chemické vlastnosti patří například: chemická odolnost proti agresivním látkám, nízká rozpustnost v rozpouštědlech apod. [3].

f) Stabilita vlastností v prostředí

Jde například o odolnost vůči intenzivnímu elektromagnetickému záření (výkonný laser). V některých oblastech použití je důležitá i teplotní stabilita, protože index lomu je teplotně závislý [3].

### Aplikace tenkých vrstev

Tenké vrstvy nacházejí široké použití ve vědě a v průmyslu. Používají se jako ochranné vrstvy optických a mechanických prvků v agresivních prostředích, k omezení ztrát při přenosu světelného svazku optickými soustavami, nebo k vytvoření vysoce odrazných vrstev pro různé specifické aplikace. Následující výčet použití je omezen pro aplikace v optice, neboť sem směřuje tato bakalářská práce. Obrázky 1, 2 a 3, které uvádějí příklady k následujícímu výčtu, obsahují v popisku konkrétní konstrukce vrstev, kde  $n_L$  značí nízký (z ang. low) index lomu,  $n_H$  vysoký (z ang. high) index lomu,  $n_M$  střední (z ang. medium) index lomu materiálu,  $\Delta$  je optická tloušťka a  $\theta_0$  vnitřní úhel dopadu.

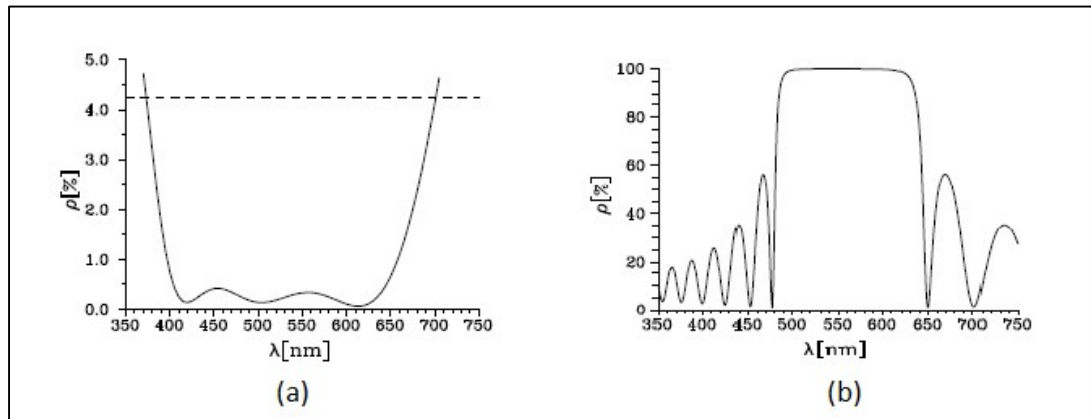
a) Antireflexní vrstvy

Úkolem antireflexních vrstev je snížit odraznost substrátu, neboli podložky, pro určitou vlnovou délku nebo interval určitých vlnových délek na minimum [3]. Příklad průběhu antireflexní vrstvy je znázorněn na Obrázku 1a.

b) Vysoce reflexní vrstvy

Naopak úkolem vysoce reflexních (dielektrických) vrstev je získat co nejvyšší odraznost pro danou vlnovou délku či interval vlnových délek. Vysoké odrazivosti docílíme nejlépe kombinací vrstev – periodickými systémy vrstev [3].

Uvedený příklad vysoce odrazné vrstvy je zobrazen na Obrázku 1b pomocí desetinásobného periodického systému.



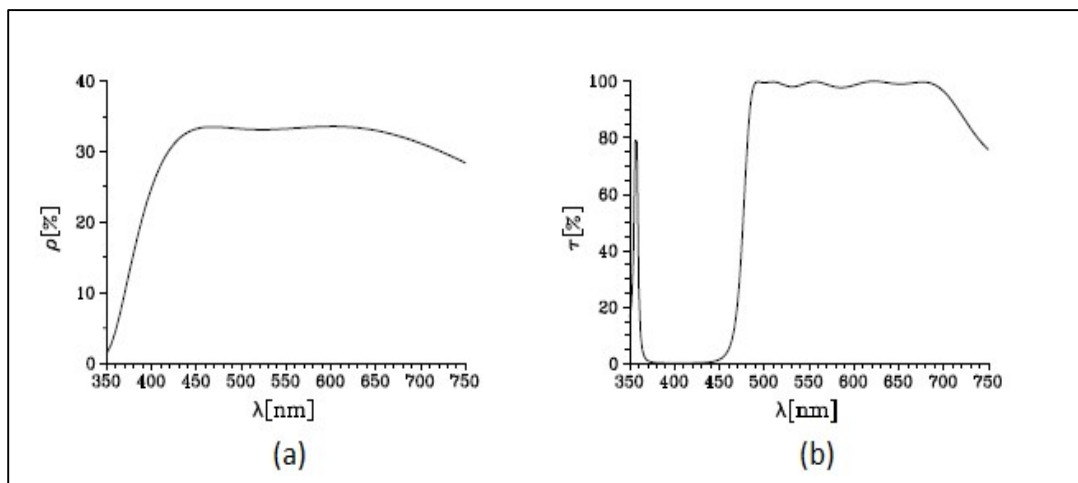
Obrázek 1 - Průběh odraznosti v závislosti na vlnové délce (a) antireflexní vrstvy s konstrukcí  $1/0,821L\ 1,413H\ 0,737M\ 0,990L\ 0,054H\ 1,570M/1,52$  ( $n_L=1,49$ ,  $n_H=2,22$ ,  $n_M=1,70$   $\Delta=137,5$  nm), (b) reflexivní vrstvy s konstrukcí:  $1/(HL)^{10}H/1,52$ , ( $n_L=1,49$ ,  $n_H=2,22$ ,  $\Delta=137,5$  nm) [2].

c) Děliče světla a šedé dielektrické filtry

Děliče a filtry se vykazují téměř konstantní odrazivostí v určitém intervalu vlnových délek [2]. Příklad průběhu šedého filtru je uveden na Obrázku 2a.

d) Filtry typu pásmová zádrž a horní dolní propust'

Jedná se o systémy vrstev, které se mohou používat například jako barevné filtry, jelikož propustí pouze vybrané vlnové délky, pro které byly navrženy [2]. Na Obrázku 2b je zobrazený příklad horní propusti.



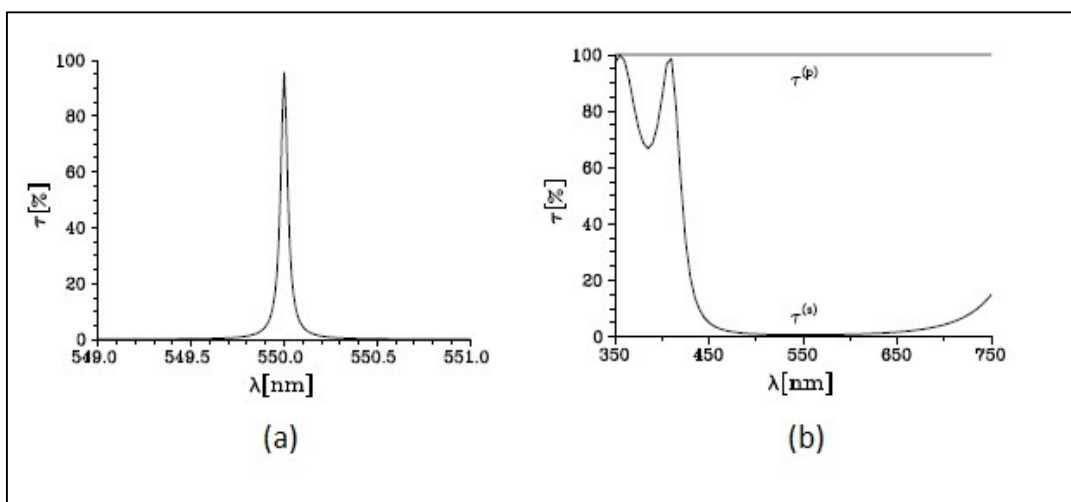
Obrázek 2 – Průběh odraznosti v závislosti na vlnové délce (a) šedého dielektrického filtru s konstrukcí:  $1/1,037H\ 0,803L\ 0,065H\ 0,423L\ 0,311H\ 0,637L\ 0,191H/1,52$  ( $n_L=1,49$ ,  $n_H=2,22$ ,  $\Delta=137,5$  nm), (b) děliče filtru typu horní propust' s konstrukcí:  $1/0,482H\ 0,960L\ 1,190H\ 1,079L\ 0,938H\ 0,907L\ 0,977H\ 1,081L\ 1,196H\ 0,950L\ 0,860H\ 1,035L\ 1,196H\ 1,015L\ 0,901H\ 0,907L\ 1,049H\ 1,027L\ 0,903H\ 0,842L\ 0,700H/1,52$  ( $n_L=1,49$ ,  $n_H=2,22$ ,  $\Delta=126,5$  nm) [3].

e) Úzkopásmové filtry

Tyto filtry propouštějí pouze určitou část elektromagnetického spektra. Většina takových filtrů je založena na dielektrických filtrech Fabryho-Perotova typu, což jsou interferenční filtry, které jsou tvořeny dvěma vysoce odraznými dielektrickými zrcadly s optickou tloušťkou, která je stejná jako polovina pracovní délky nebo její násobek. Tato vysoce odrazná zrcadla jsou konstruována paralelně. Na Obrázku 3a je znázorněn průběh úzkopásmového dielektrického filtru [2].

f) Polarizující dielektrické filtry

Používají se zejména jako polarizátory, které pracují na jedné vlnové délce, popřípadě v úzkém intervalu okolí pracovní vlnové délky. Na Obrázku 3b je zobrazen průběh propustnosti polarizujícího dielektrického filtru. Veličiny  $T_{(s)}$  a  $T_{(p)}$  jsou propustnosti pro  $s$  a  $p$  polarizovaných vln [3] ( $s$  a  $p$  polarizace bude vysvětlena v následující části).



Obrázek 3 – Průběh propustnosti v závislosti na vlnové délce (a) úzkopásmového filtru s konstrukcí  $1/(HL)^{10}2H(LH)^{10}/1,52$  ( $n_L=1,49$ ,  $n_H=2,22$ ,  $\Delta=137,5$  nm), (b) polarizujícího filtru s konstrukcí  $1,52/(1,794L1,204H)^4/1,52$ ,  $\theta_0=54,48^\circ$  ( $n_L=1,49$ ,  $n_H=2,22$ ,  $\Delta=137,5$  nm) [3].

## Základy teoretického popisu tenkých vrstev

Pro teoretický popis šíření elektromagnetického záření tenkými optickými vrstvami se používá vektorová teorie elektromagnetického pole. Při odvozování základního teoretického popisu tenkých vrstev předpokládáme šíření rovinné elektromagnetické vlny v izotropním prostředí, které je popsáno permitivitou  $\epsilon(z)$ , vodivostí  $\sigma(z)$  a permeabilitou  $\mu = \mu_0$ . Permitivita a permeabilita jsou závislé pouze na souřadnici  $z$  [3, 4]. Ucelená teorie optických tenkých vrstev je např. v [3]. Zde se omezíme pouze na vybrané části, které jsou potřebné pro účely této práce.

Elektromagnetické pole je popsáno pomocí Maxwellových rovnic, které jsou ve tvaru [3]:

$$\begin{aligned} \operatorname{rot} \mathbf{E} &= -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}, & \operatorname{div} \mathbf{D} &= 0, \\ \operatorname{rot} \mathbf{H} &= \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} + \mathbf{j}, & \operatorname{div} \mathbf{B} &= 0. \end{aligned} \tag{1}$$

Interakci pole s látkou popisují materiálové vztahy [2]:

$$\mathbf{D} = \epsilon \mathbf{E}, \quad \mathbf{B} = \mu \mathbf{H}, \quad \mathbf{j} = \sigma \mathbf{E}, \tag{2}$$

kde  $E$  a  $H$  jsou elektrická a magnetická intenzita,  $\mathbf{D}$  a  $\mathbf{B}$  elektrická a magnetická indukce,  $\epsilon$  je permitivita prostředí,  $\mu$  permeabilita prostředí,  $\sigma$  vodivost a  $j$  hustota elektrického proudu.

Elektromagnetické záření se prostorem šíří ve formě vlnění, které lze popsat jako harmonický signál [3]:

$$\begin{aligned} E(x, y, z, t) &= E(x, y, z) \exp[i\omega t], \\ H(x, y, z, t) &= H(x, y, z) \exp[i\omega t] \end{aligned} \tag{3}$$

kde  $\omega$  je úhlová frekvence,  $t$  čas a  $x, y, z$  jsou kartézské prostorové souřadnice.

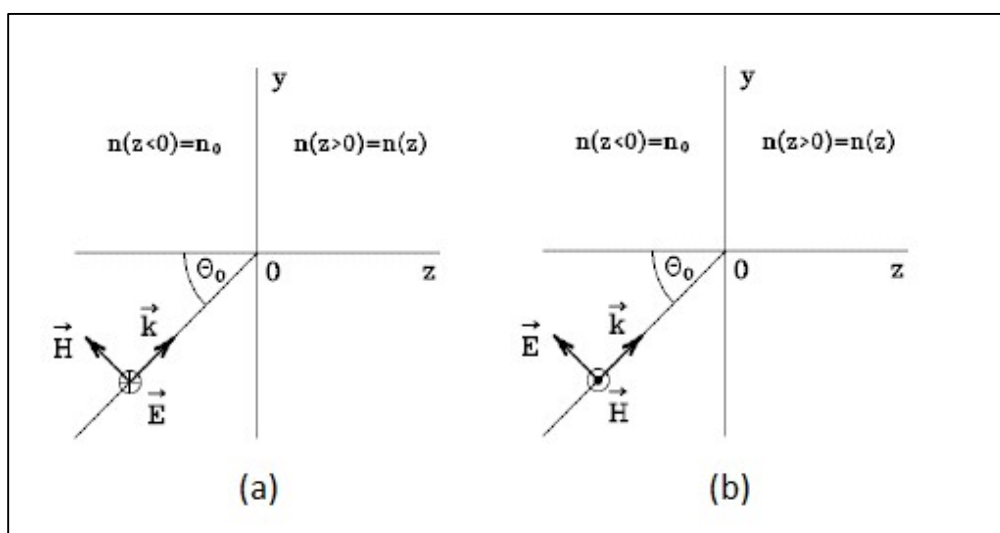
Vektory  $\mathbf{E}$  a  $\mathbf{H}$  lze bez újmy na obecnosti rozložit dvě navzájem kolmé složky orientované vzhledem k rovině dopadu na rozhraní dvou optických prostředí. Tyto složky se označují jako  $s$  a  $p$ , ze své definice mají charakter polarizovaných vln [3]:

a)  $s$ -polarizace

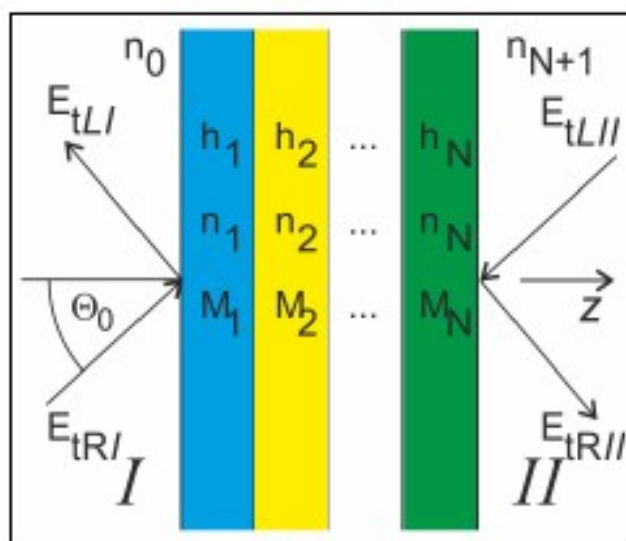
U  $s$ -polarizované vlny je vektor elektrické intenzity kolmý na rovinu dopadu [3]. Polohu a směr vektorů lze vidět na Obrázku 4a.

b)  $p$ -polarizace

U  $p$ -polarizované je vektor elektrické intenzity rovnoběžný s rovinou dopadu [3]. Poloha a směr vektorů je vidět na Obrázku 4b.



Obrázek 4 – Geometrické uspořádání pro případ (a) s polarizované vlny, (b) p polarizované vlny [3].



Obrázek 5 - Označení veličin v soustavě tenkých vrstev.

Uvažujme systém  $N$  tenkých vrstev dle Obrázku 5, který je obklopen z jedné (levé) strany okolím  $I$ , a z druhé (pravé) strany okolím  $II$ . Každá  $j$ -tá vrstva má svou geometrickou tloušťku  $h_j$ , index lomu  $n_j$  a fázovou tloušťku  $\varphi_j$ , která popisuje fázový posun elektromagnetické vlny mezi hranicemi  $j$ -té vrstvy:

$$\varphi_j = \frac{2\pi}{\lambda} h_j \sqrt{n_j^2 - n_0^2 \sin^2 \theta_0} \quad (4).$$

Elektromagnetické záření, procházející tímto složeným optickým prostředím, můžeme rozložit do dvou postupných vln, které se šíří opačným směrem – vlna  $L$  jdoucí doleva (tj. do prostředí  $I$ ) a vlna  $R$  jdoucí doprava (šířící se do prostředí  $II$ ). Tečné složky (v rovině dopadu) těchto vln můžeme popsat pomocí funkčních závislostí:

$$\begin{aligned} R \text{ vlna: } E_{tR} &\sim \exp[i(\omega t - \beta z)] \\ L \text{ vlna: } E_{tL} &\sim \exp[i(\omega t + \beta z)] \end{aligned} \quad (5).$$

Tečné složky celkového elektromagnetického pole v  $j$ -tém prostředí jsou lineární kombinací obou postupných vln:

$$\begin{aligned} E_t &= E_{tR} + E_{tL} \\ H_t &= Y_j(E_{tR} - E_{tL}) \end{aligned} \Leftrightarrow \begin{pmatrix} E_t \\ H_t \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_{tR} + E_{tL} \\ Y_j(E_{tR} - E_{tL}) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & 1 \\ Y_j & -Y_j \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_{tR} \\ E_{tL} \end{pmatrix} \quad (6),$$

kde  $Y_j$  je admitance  $j$ -tého prostředí (tenké vrstvy nebo okolí) a závisí na polarizačním stavu elektromagnetického vlnění:

$$\begin{aligned} s - \text{polarizace: } Y_j^{(s)} &= \frac{1}{Z_0} \sqrt{n_j^2 - n_0^2 \sin^2 \theta_0}, \\ p - \text{polarizace: } Y_j^{(p)} &= \frac{1}{Z_0} \frac{n^2}{\sqrt{n_j^2 - n_0^2 \sin^2 \theta_0}} \end{aligned} \quad (7),$$

přičemž  $Z_0 = \sqrt{\mu_0/\epsilon_0} \approx 370 \, \Omega$  je impedance vakua. Pro vztah mezi tečnými složkami intenzity elektrické složky elektromagnetického pole při přechodu mezi prostředím  $I$  a  $II$  lze odvodit rovnice [2]:

$$\begin{aligned} s - \text{polar.: } \begin{pmatrix} E_{tRI} \\ E_{tLI} \end{pmatrix} &= S^{(s)} \begin{pmatrix} E_{tRII} \\ E_{tLII} \end{pmatrix}; S^{(s)} \stackrel{\text{def}}{=} \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 & 1/Y_0^{(s)} \\ 1 & -1/Y_0^{(s)} \end{pmatrix} \prod_{j=1}^N M_j^{(s)} \begin{pmatrix} 1 & 1 \\ Y_{N+1}^{(s)} & -Y_{N+1}^{(s)} \end{pmatrix}, \\ p - \text{polar.: } \begin{pmatrix} E_{tRI} \\ E_{tLI} \end{pmatrix} &= S^{(p)} \begin{pmatrix} E_{tRII} \\ E_{tLII} \end{pmatrix}; S^{(p)} \stackrel{\text{def}}{=} \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 & 1/Y_0^{(p)} \\ 1 & 1/Y_0^{(p)} \end{pmatrix} \prod_{j=1}^N M_j^{(p)} \begin{pmatrix} -1 & 1 \\ Y_{N+1}^{(p)} & -Y_{N+1}^{(p)} \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (8),$$

kde index 0 se vztahuje k (levému) prostředí  $I$  a  $N+1$  k (pravému) prostředí  $II$  podle Obrázku 5. Veličina  $M_j$  je interferenční matice  $j$ -té vrstvy:

$$\begin{aligned} s - \text{polarizace: } M_j^{(s)} &= \begin{pmatrix} \cos \varphi_j & (1/Y_j^{(s)}) \sin \varphi_j \\ iY_j^{(s)} \sin \varphi_j & \cos \varphi_j \end{pmatrix}, \\ p - \text{polarizace: } M_j^{(p)} &= \begin{pmatrix} \cos \varphi_j & -(1/Y_j^{(p)}) \sin \varphi_j \\ -iY_j^{(p)} \sin \varphi_j & \cos \varphi_j \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (9).$$

Při odvozování výše zmíněných vztahů byl uplatněn požadavek spojitosti tečných složek  $E_t$  a  $H_t$  elektromagnetického pole na hranicích jednotlivých vrstev [2].

Matice přenosu  $S$  je matice typu  $4 \times 4$ :

$$S = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \quad (10).$$

Z jednotlivých prvků matice přenosu lze vypočítat koeficienty odraznosti a propustnosti.

#### Reflexe, transmise

Pomocí prvků matice  $S$  lze vyjádřit amplitudovou reflexi a transmisi pro  $R$  a  $L$  vlnu. Amplitudová reflexe a transmise se vyjadřuje pro každou polarizaci zvlášť [3, 4]. Koeficient amplitudové reflexe tečné složky intenzity elektrického pole vlny  $R$  můžeme vypočítat jako podíl [3]:

$$r_{tR} = \left. \frac{E_{tLI}}{E_{tRI}} \right|_{E_{tLII}} = \frac{S_{21}}{S_{11}}, \quad (11),$$

pouze za předpokladu, že na soustavu nedopadá zprava (z prostředí  $II$ ) žádná vlna, tzn. že intenzita elektrického pole vlny, která se šíří vlevo skrz podložku, je nulová.

Pro koeficient amplitudové transmise za stejného předpokladu platí [3]:

$$t_{tR} = \left. \frac{E_{tRII}}{E_{tRI}} \right|_{E_{tLII}=0} = \frac{1}{S_{11}}, \quad (12).$$



Podobně můžeme psát amplitudové parametry tečné složky elektrického pole  $L$  vlny [3].

Koeficient amplitudové reflexe je roven:

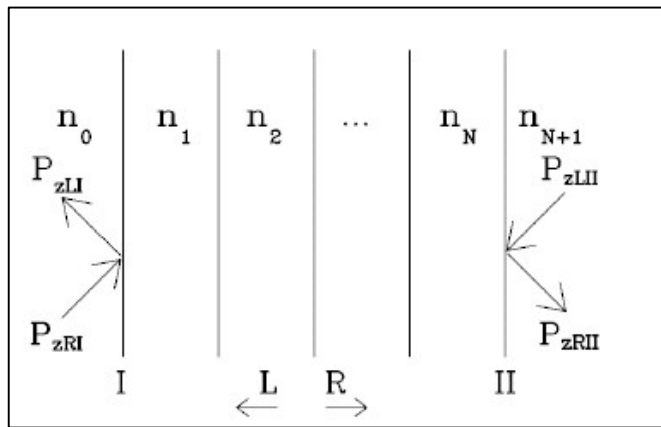
$$r_{tL} = \left. \frac{E_{tRII}}{E_{tLII}} \right|_{E_{tRI}=0} = -\frac{s_{12}}{s_{11}} \quad (13),$$

za předpokladu, že na soustavu nedopadá zleva z podložky žádná vlna. Koeficient amplitudové transmise je roven:

$$t_{tL} = \left. \frac{E_{tLI}}{E_{tLII}} \right|_{E_{tRI}=0} = \frac{\det(S)}{s_{11}} = \frac{Y_{N+1}}{Y_0} \frac{1}{s_{11}} \quad (14),$$

platí za stejného předpokladu jako u koeficientu amplitudové reflexe.

Výkonové koeficienty reflexe a transmise vychází z Poyntingova vektoru resp. z jeho normálové složky, která je pro libovolnou postupnou vlnu šířící se vpravo nebo vlevo. Poyntingův vektor popisuje plošnou hustotu výkonu a směr šíření elektromagnetické vlny [3].



Obrázek 6 – Orientace Poyntingova vektoru soustavou tenkých vrstev [3].

Pro výkonové koeficienty u  $R$  postupné vlny lze psát vztahy [3]:

a) výkonová reflexe

$$\rho_R = \left. \frac{P_{zLI}}{P_{zRI}} \right|_{P_{zLII}=0} = \frac{\operatorname{Re}(Y_0)}{\operatorname{Re}(Y_0)} \left| \frac{E_{tLI}}{E_{tRI}} \right|_{E_{tLII}=0}^2 = |r_R|^2 = \left| \frac{s_{21}}{s_{11}} \right|^2 \quad (15),$$

b) výkonová transmise

$$\tau_R = \frac{P_{zRII}}{P_{zRI}} \Big|_{P_{zLII}=0} = \frac{Re(Y_{N+1})}{Re(Y_0)} \left| \frac{E_{tRII}}{E_{tRI}} \right|_{E_{tLII}=0}^2 = \frac{Re(Y_{N+1})}{Re(Y_0)} |t_R|^2 = \frac{Re(Y_{N+1})}{Re(Y_0)} \left| \frac{1}{s_{11}} \right|^2 \quad (16),$$

platí podmínka jako u amplitudové reflexe pro  $R$  vlnu. Pro výkonové koeficienty u  $L$  postupné vlny můžeme napsat vztahy [3]:

a) výkonová reflexe

$$\rho_L = \frac{P_{zRII}}{P_{zLII}} \Big|_{P_{zRI}=0} = \frac{Re(Y_{N+1})}{Re(Y_{N+1})} \left| \frac{E_{tRII}}{E_{tLII}} \right|_{E_{tRI}=0}^2 = |r_L|^2 = \left| -\frac{s_{12}}{s_{11}} \right|^2 \quad (17),$$

b) výkonová transmise

$$\tau_L = \frac{P_{zLI}}{P_{zLII}} \Big|_{P_{zRI}=0} = \frac{Re(Y_0)}{Re(Y_{N+1})} \left| \frac{E_{tLI}}{E_{tLII}} \right|_{E_{tRI}=0}^2 = \frac{Re(Y_0)}{Re(Y_{N+1})} |t_L|^2 = \frac{Re(Y_0)}{Re(Y_{N+1})} \left| \frac{\det[S]}{s_{11}} \right|^2 \quad (18),$$

platí za podmínky stejné jako u amplitudové reflexe pro  $L$  vlnu.

Pohltivost pro obě vlny ( $R$  a  $L$ ) lze psát jako [3]:

$$\alpha = 1 - (\rho + \tau) \quad (19).$$

## Optimalizace tloušťky vrstev

Optimalizace tloušťky vrstev umožňuje vypočítat takovou tloušťku ochranné vrstvy, případně kombinaci tloušťek jednotlivých dílčích vrstev ochranného systému vrstev, která bude zajišťovat nejvyšší možnou odraznost ve zvoleném intervalu vlnových délek a nominálního úhlu dopadu světla. V našem případě je užitečný rozsah vlnových délek od 175 nm do 250 nm. Rozsah povolených tloušťek byl 0÷200 nm pro jednovrstevné ochranné vrstvy  $\text{MgF}_2$  a  $\text{HfO}_2$ . Pro základní dvouvrstevné sendviče  $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$  byl rozsah 0÷100 nm pro každou složku zvlášť. Základní dvouvrstevný sendvič jsme aplikovali poté ještě dvakrát a třikrát.

Optimalizace spočívá ve vyčíslení vhodně zvolené meritní (rozhodovací) funkce  $QF$ , která je závislá na tloušťce jednotlivých vrstev. V našem případě má tvar:

$$QF(h_{\text{HfO}_2}, h_{\text{MgF}_2}) = \sum_{n \in \lambda} 1 - R_n(h_{\text{HfO}_2}, h_{\text{MgF}_2}) \quad (20),$$

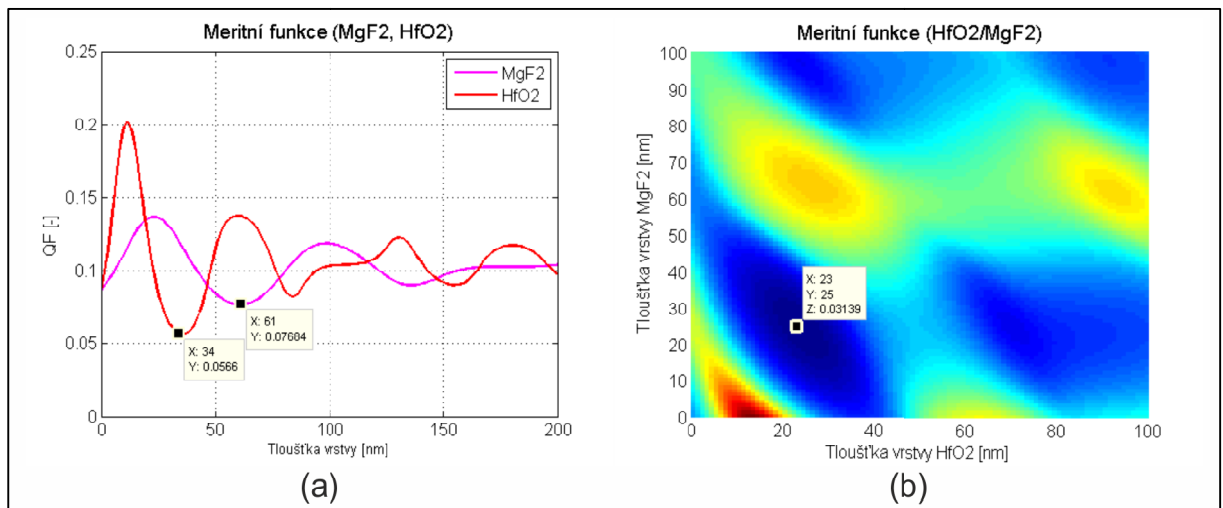
kde  $h_{\text{HfO}_2}$  a  $h_{\text{MgF}_2}$  jsou tloušťky daných vrstev,  $R$  je odraznost a  $\lambda$  vlnová délka. Odraznost byla počítána včetně vrstvy hliníku s tloušťkou 100 nm. Úhel dopadu byl zvolen  $24^\circ$ .

Ve zvoleném rozsahu tloušťky nebo tlouštěk existuje vždy globální minimum funkce  $QF$ . V tomto minimu je (z její definice) odraznost vrstvy nejvyšší. Globální minimum se zjistí tak, že algoritmus projíždí postupně všechny možné kombinace tlouštěk vrstev  $\text{HfO}_2$  a  $\text{MgF}_2$  v daném rozsahu, tudíž je zajištěno, že globální minimum vždy nalezne. Při teoretickém výpočtu odrazností pro optimalizaci tloušťky se berou indexy lomu pro algoritmus z databáze. Na základě měření tloušťky jednotlivých dielektrických vrstev při kalibraci tloušťky se sleduje úroveň shody naměřené odraznosti s tou počítanou. Vzhledem k velmi dobré shodě odrazností můžeme počítat s indexy lomu z databáze, jak je ukázáno níže, viz. též Obrázek 10.

V Tabulce 1 jsou uvedeny optimální hodnoty tlouštěk pro jednotlivé typy ochranných vrstev.

Tabulka 1 – Hodnoty optimálních tloušťek ochranných vrstev, platné pro rozsah 190-250 nm.

Typ ochranné vrstvy	Optimální tloušťka [nm]
MgF <sub>2</sub>	61
HfO <sub>2</sub>	34
HfO <sub>2</sub> /MgF <sub>2</sub>	23/25



Obrázek 7 – V části (a) je uvedena meritní funkce s globálními minimy zvlášť pro MgF<sub>2</sub> a HfO<sub>2</sub>, v části (b) je uvedena meritní funkce s globálním minimem pro jednoduchý dvouvrstevný sendvič HfO<sub>2</sub>/MgF<sub>2</sub>.

## Nanášení tenkých vrstev metodou PVD

Metodu PVD (z ang. Physical Vapour Deposition) můžeme nazvat jako fyzikální depozice z plynné fáze. V principu metody PVD jde o odpařování materiálů pevného skupenství na substrát ve formě tenké vrstvy v ředěném plynu. Proces probíhá ve vakuové komoře, která je evakuována až na úroveň  $10^{-4}$  Pa. Rychlost odpařování materiálů pak závisí na tlaku a jejich teplotě [2, 5]. Oxidy se napařují tzv. reaktivním napařováním v kyslíkové atmosféře o tlaku v řádu  $10^{-2}$  Pa pro dodatečnou oxidaci materiálu na podložce. Při reaktivním napařování se musí dbát na to, aby plynové složky spotřebované během chemické reakce byly průběžně doplněny, to se často provádí ventilem pro přívod plynu, který je řízen tlakem měřeným v komoře [6].

Substrát, na který se vrstvy napařují, musí být dokonale odmaštěný, čistý a bez jakýchkoliv prachových částic [2]. Jako primární čištění substrátu se používá ultrazvuková mycí lázeň. Ovšem, než se vzorek vloží do vakuové aparatury, vyčistí se pomocí směsi etheru a lihu, případně dalšími vhodnými metodami.

### Členění metod PVD

Mezi PVD techniky patří napařování elektronovým svazkem a napařování odporovým ohřevem, napařování elektronovým svazkem s plazmovým zdrojem, napařování laserovým svazkem a katodové napařování. Techniku vybíráme v závislosti na použitém materiálu a požadované čistotě filmu, ale samozřejmě i na stávajícím zařízení [6].

#### 1.) Napařování pomocí elektronového svazku (EBPVD, z ang. Electron Beam Physical Vapour Deposition)

Pro uskutečnění této techniky je zapotřebí elektronového děla, kde elektrony emitované katodou jsou urychlovány elektrickým polem a odchylovány magnetickým polem přibližně o  $270^\circ$  tak, aby byly soustředěny s velkou energií do malé plošky [2, 6]. Tato energie je fokusována na povrch taveného materiálu, který je umístěn do vodou chlazeného kelímku. Ten bývá obvykle z materiálu, který je těžko tavitelný, např. uhlíkový nebo molybdenový. Tlak se na začátku procesu pohybuje v řádu  $10^{-4}$  Pa. Pokud se jedná o reaktivní napařování, tlak se v komoře zvýší na hodnotu v řádu  $10^{-2}$  Pa, jak je zmíněno výše. Tato metoda umožňuje získání antireflexní i kovové vrstvy ve standardní kvalitě.

Ovšem nevýhodou metody je, že u vícenásobných systémů vrstev se projevují optické ztráty způsobené rozptylem v tenkých vrstvách [2]. Pomocí elektronového děla lze napařovat i vysoce tavitelné kovy a dielektrika [6].

## 2.) Napařování odporovým ohřevem

Tato metoda využívá ohřevu napařovaného materiálu, který poté sublimuje na vzorek umístěný v lodičce, spirále nebo kelímku. Tyto přípravky jsou vyrobeny z velmi těžce tavitelného materiálu, jako je například wolfram, tantal, molybden nebo keramika [2, 6]. U tohoto typu napařování prochází skrz tyto přípravky elektrický proud, který ohřívá použitý přípravek (lodička, spirála, kelímek) a tudíž i v něm umístěný materiál, který se poté odpařuje. Tato metoda je vhodná pro napařování materiálů s nízkou teplotou odpařování, např. hliník [2]. Odporový ohřev probíhá ve vakuové komoře za tlaku v řádu  $10^{-4}$  Pa. Nevýhodou této metody je možné znečištění napařené vrstvy materiálem lodiček [2, 6].

## 3.) Napařování elektronovým svazkem s plazmovým zdrojem (PAID, z ang. Plasma Ion Assisted Deposition)

Metoda PAID využívá speciálního zdroje vysoce energického plazmatu, který souběžně napařuje s elektronovým dělem částice materiálu na substrát [2]. Výhodou metody jsou velmi kvalitní napařené tenké vrstvy s minimální hodnotou optických ztrát.

## 4.) Napařování laserovým svazkem

Tato metoda využívá ablace materiálu, který je fokusován svazkem pulsního nebo excimerového laseru s vysokou hustotou energie. Materiál se tudíž přemění v plazma a před dopadem na substrát se přemění do plynné fáze. Tímto způsobem napařování lze dosáhnout téměř dokonalých dielektrických vrstev s minimální absorpcí, která je zdůvodněná minimálním znečištěním příměsemi [2]. Nevýhodou napařování pomocí laserového svazku je obtížné napaření stejně tlustých vrstev na rozlehlejší vzorky. Vrstvy mohou být také znehodnocené

roztavenými drobnými kapičkami materiálu [2]. Tato metoda je navíc ekonomicky náročná, a proto se v praxi moc nepoužívá.

#### 5.) Katodové naprašování

Metoda katodového naprašování využívá elektrického výboje, který probíhá nejčastěji v argonové atmosféře [2]. Celý proces probíhá ve vakuové aparatuře, ovšem jiné než pro napařování. Kladné ionty argonu z katody vyrážejí částice naprašovaného materiálu, které po dopadu na substrát (nacházející se u anody) kondenzují a vytváří vrstvu. Aparatura čerpá tlak do řádu  $10^{-4}$  Pa, ovšem výboj se provádí za tlaku  $10^{-1}$  Pa až 100 Pa [2]. Katoda tak zůstává poměrně studená, tudíž nedochází k odpařování. Touto metodou lze docílit velmi kvalitních vrstev díky vyšší energii naprašovaných částic.

## Napařování tenkých vrstev

### Vakuová aparatura VSE1200A

Napařování probíhalo pomocí vakuové aparatury VSE 1200A, Obrázek 8. Součástí systému je vakuová komora, ve které probíhá samotné napařování. Do ní se vkládá držák s připevněnými vzorky (tzv. kalota), který při napařování rotuje, tím zajišťuje homogenitu napařené vrstvy. Homogenita vrstvy se dosahuje ve dvou směrech. Prvním je úhlová homogenita, která je zajištěna rotací. Druhým směrem je radiální homogenita (od středu otáčení), která je u malých vzorků dostatečně zajištěna vzdáleností od napařovacího prvku (elektronové dělo, lodičky). V případě větších vzdáleností od středu rotace je radiální homogenita zajištěna clonou, která se navrhuje pro každý napařovaný materiál a tvar napařované plochy zvlášť.

Ve vakuové komoře jsou umístěna elektronová děla a molybdenové lodičky. Tloušťka napařované tenké vrstvy materiálu se během depozice měří dvojicí stacionárních krystalových hlav. Principem měření krystalovou hlavou je změna vlastní frekvence oscilace krystalu vlivem nanášeného materiálu. Kalibrace slouží ke stanovení přepočtu údaje z krystalové hlavy na skutečnou napařenou tloušťku, navíc na konkrétní místo či místa na napařovaném povrchu. Proces napařování jedné tenké vrstvy se vypíná při přednastavené hodnotě tloušťky, která je naměřená krystalovou hlavou.

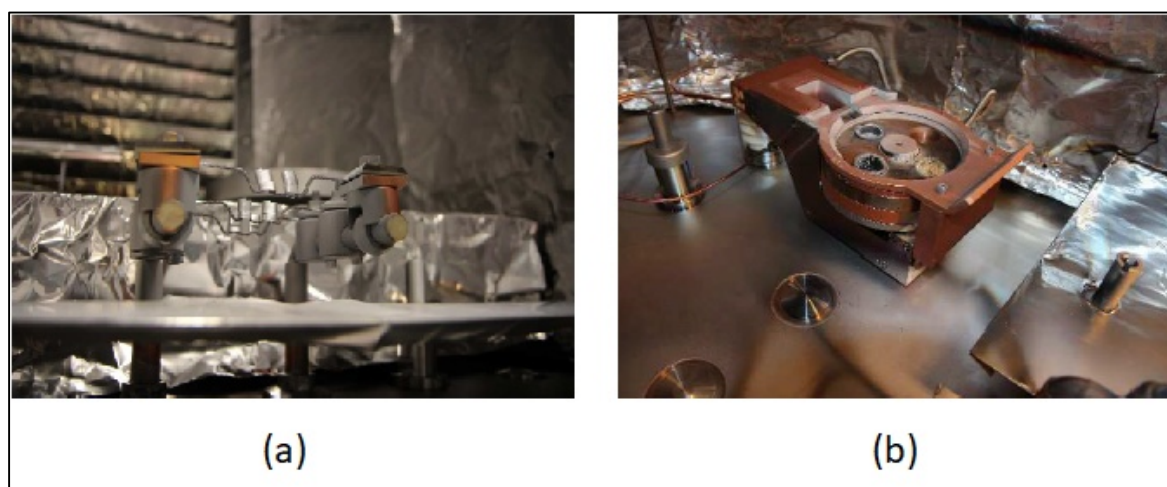
Ke snížení tlaku ve vakuové komoře se používají rotační a kryogenní vývěvy. Rotační vývěva je typ mechanické vývěvy, která pracuje na základě otáčení rotoru a tím k přenosu molekul plynu od vstupu k výstupu. Takto dochází k postupné kompresi plynu na výstupní části rotoru. Rotační vývěva se používá jako první stupeň čerpání do tlaku v řádu jednotek Pa, které se označuje jako rotační vakuum. K dosažení vyššího vakua je použito kryogenní (sorpční) pumpy, která k dosažení vysokého vakua potřebuje rotační vakuum (to je předtím zajištěno rotační vývěvou). Kryogenní vývěva patří mezi sorpční vývěvy, která využívá adsorpce na porézní látce zeolit a kondenzace plynu. Oba tyto procesy fungují při velmi nízkých teplotách 10 - 20 K [7]. Tato vývěva má chladič, který pracuje s uzavřeným okruhem hélia. Kryogenní pumpa vytváří čisté vakuum do tlaku v řádu  $10^{-5}$  Pa [6]. Další nedílnou součástí systému je řídicí počítač, který řídí celý proces nanášení vrstev. Zadávají se do něj mimo jiné tloušťky požadovaných vrstev, které chceme napařit. Celá vakuová aparatura se při napařování zahřívá, tudíž systém potřebuje i chladicí systém samotné komory.



Na Obrázku 8a je celkový pohled na vakuovou aparaturu. Obrázek 8b poskytuje náhled na vnitřní uspořádání komory. Dále Obrázek 9a zobrazuje detail soustavy napařovacích spirál, a na Obrázku 9b je pohled na čtyřpozicové elektronové dělo.



Obrázek 8 – Pohled na vakuovou aparaturu VSE 1200A, (a) pohled zvenčí, (b) pohled do nitra komory [3].



Obrázek 9 - (a) Napařovací spirála, (b) elektronové dělo [3].

Pro potřeby našeho experimentu jsme hliník a  $\text{MgF}_2$  napařovali při tlaku v řádu  $10^{-4}$  Pa – hliník z molybdenových lodiček (místo ukázaných spirál) a  $\text{MgF}_2$  z elektronového děla.  $\text{HfO}_2$  se napařoval z elektronového děla v reaktivní kyslíkové reaktivní atmosféře při tlaku v řádu  $10^{-2}$  Pa.

## Experimentální část

V experimentální části jsme napařovali tři druhy vzorků: kalibrační a kontrolní vzorky, které jsme značili písmenem *K*. Testovací vzorky, na které byly napařeny pouze krycí vrstvy, byly označeny písmenem *V*. A zrcadlové vzorky, značené *Z*, na které se nanášela celá zrcadlová vrstva, tj. krycí vrstvy, hliník a podkladová vrstva oxidu křemičitého.

Pro kalibrační vzorky *K* jsme použili křemíkové substráty o průměru 20 mm. Tyto vzorky byly určeny ke kalibračním účelům a také pro kontrolní měření tloušťky jednotlivých napařených tenkých vrstev během celé experimentální části.

Testovací vzorky *V* byly určeny k měření rozptylových charakteristik před a po vyžhání a vybrané testovací vzorky pro nanoindentační (mechanické) testy. Pro tyto vzorky byly také použity křemíkové substráty o průměru 20 mm.

Pro zrcadlové vzorky *Z* se jako substrát použila sklíčka z materiálu BK7 o rozměrech 40x40 mm. Tento rozměr byl použit proto, aby se dala měřit odraznost celé zrcadlové vrstvy na spektrofotometru Lambda850. Ke každému takovému vzorku byl také umístěn svědek ve formě křemíkového substrátu o průměru 20 mm pro účely měření rozptylových charakteristik a také nanoindentační testy. Tyto vzorky byly také podrobeny vyžhání.

### Kalibrace napařování

Prvním krokem v experimentální části byla kalibrace. Kalibrace sloužila k tomu, abychom nastavili konečnou hodnotu tloušťky vrstvy měřené na krystalové hlavě odpovídající požadované skutečné tloušťce vrstvy.

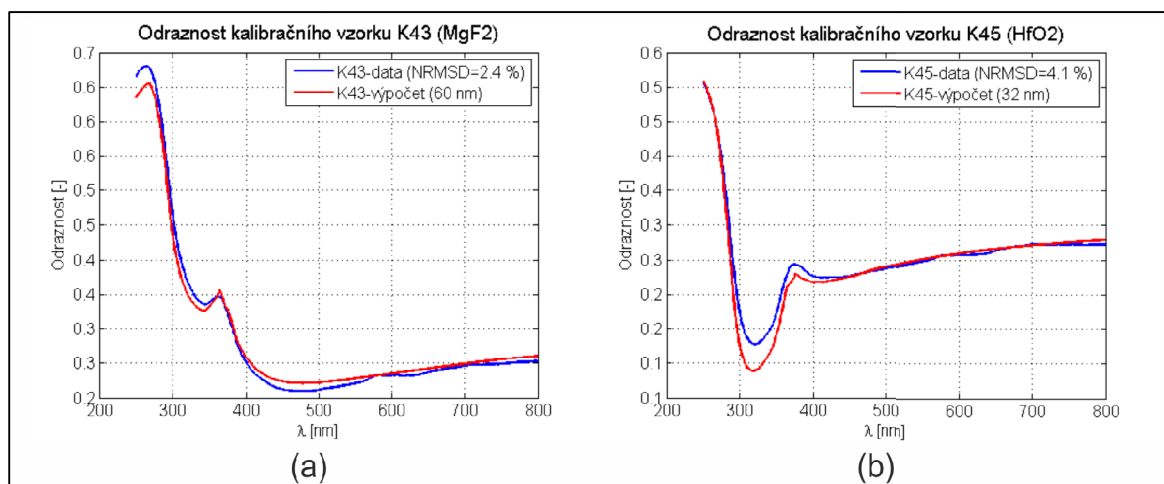
Provedli jsme celkem tři kalibrace odpovídající třem optimalizacím, viz. kapitola Optimalizace tloušťky vrstev. Byly to kalibrace pro jednoduchou krycí vrstvu  $\text{MgF}_2$ , pro jednoduchou krycí vrstvu  $\text{HfO}_2$  a pro jednoduchý sendvič krycích vrstev  $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$ .

Tloušťka vrstev na kalibračních vzorcích byla měřena spektrofotometrickou interferenční metodou v rozsahu vlnových délek od 250 do 800 nm. Při tomto měření se jako zdroj světla využívala halogen-deuteriová lampa. Kalibrace byla provedena ve dvou krocích, kdy jsme se postupně přibližovali k požadované hodnotě, která vychází z optimalizace. Na Obrázku 10 jsou uvedeny dva grafy s hodnotou parametru NRMSD (z ang. Normalized Root-Mean-Square Deviation), který sloužil jako měřítko shody

naměřených hodnot odrazností od teoreticky vypočítaných hodnot odrazností odpovídající nalezené tloušťce. Na tomto obrázku je uvedena shoda odrazností vzorků K43 ( $\text{MgF}_2$ ) a K45 ( $\text{HfO}_2$ ) od teoretického výpočtu. Odchylka dat od teorie pro  $\text{HfO}_2$  (vzorek K45) je vyšší z důvodu náročnějšího postupu napařování – musí se dodat více energie na štěpení materiálu při odpařování, také má problematičtější růst vrstvy na substrátu.  $\text{HfO}_2$  má například horší koalescenci nebo náchylnost na tvorbu kavit (tj. uzavřené prázdné objemy).

Při kalibraci jsme se postupně přibližovali k požadované hodnotě tloušťky vrstvy, až jsme se dostali do jejího blízkého okolí, přibližně 1 až 2 nm, poté jsme výslednou konečnou hodnotu pro napařovací proces dopočítali. Například pokud jsme u vzorku K45 skončili kalibraci na hodnotě tloušťky 32 nm, pak jsme zbytek pro optimalizovanou hodnotu 34 nm již dopočítali.

Podobný postup kalibrace jako pro jednotlivé krycí vrstvy jsme opakovali i pro jednoduchý sendvič  $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$ . Opět jsme kalibrovali ve dvou krocích, kdy jsme se postupně přibližovali k požadované hodnotě vycházející z optimalizace pro sendvič  $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$ .



Obrázek 10 - V části (a) je uvedena odraznost kalibračního vzorku K43 ( $\text{MgF}_2$ ), v části (b) uvedena odraznost kalibračního vzorku K45 ( $\text{HfO}_2$ ).

### Napařování vzorků

Každé napařování bylo duplikováno, pro každý napařený systém jsme získali dva testovací a dva zrcadlové vzorky. V následujícím výčtu jsou uvedeny názvy vzorků základních krycích vrstev daného systému. Pro základní systémy krycích vrstev  $\text{MgF}_2$  a  $\text{HfO}_2$  posloužily jako testovací vzorky kalibrační vzorky, které jsou značeny písmenem K.

#### *Základní krycí vrstvy $\text{MgF}_2$ a $\text{HfO}_2$*

##### 1. Krycí vrstva $\text{MgF}_2$

Zrcadlové vzorky:	Z29 (svědek Z30),	Testovací vzorky: K42, K43
	Z31 (svědek Z32)	

##### 2. Krycí vrstva $\text{HfO}_2$

Zrcadlové vzorky:	Z33 (svědek Z34),	Testovací vzorky: K44, K45
	Z35 (svědek Z36)	

#### *Systém krycí vrstvy $1x(\text{HfO}_2/\text{MgF}_2)$*

Zrcadlové vzorky:	Z37 (svědek Z38),	Testovací vzorky: V77, V78
	Z39 (svědek Z40)	

#### *Systém krycí vrstvy $2x(\text{HfO}_2/\text{MgF}_2)$*

Zrcadlové vzorky:	Z41 (svědek Z42),	Testovací vzorky: V79, V80
	Z43 (svědek Z44)	

#### *Systém krycí vrstvy $3x(\text{HfO}_2/\text{MgF}_2)$*

Zrcadlové vzorky:	Z45 (svědek Z46),	Testovací vzorky: V84, V85
	Z47 (svědek Z48)	

V Tabulce 2 jsou souhrmně uvedeny názvy vzorků a tloušťky jednotlivých vrstev pro každý napařený systém.

*Tabulka 2 – Hodnoty tlouštěk vrstev jednotlivých vzorků.*

<b>Napařený systém</b>	<b>Název vzorku</b>	<b>Tloušťka napařené vrstvy</b>
MgF <sub>2</sub>	K42, K43	MgF <sub>2</sub> (K42) = 76 nm, MgF <sub>2</sub> (K43) = 61 nm
HfO <sub>2</sub>	K44, K45	HfO <sub>2</sub> (K44) = 33 nm, HfO <sub>2</sub> (K45) = 32 nm
MgF <sub>2</sub> /Al	Z29, Z30, Z31, Z32	MgF <sub>2</sub> = 61 nm
HfO <sub>2</sub> /Al	Z33, Z34, Z35, Z36	HfO <sub>2</sub> = 34 nm
1x (HfO <sub>2</sub> /MgF <sub>2</sub> )	V77, V78	MgF <sub>2</sub> = 25 nm, HfO <sub>2</sub> = 23 nm
1x (HfO <sub>2</sub> /MgF <sub>2</sub> )/Al	Z37, Z38, Z39, Z40	MgF <sub>2</sub> = 25 nm, HfO <sub>2</sub> = 23 nm
2x (HfO <sub>2</sub> /MgF <sub>2</sub> )	V79, V80	MgF <sub>2</sub> = 26 nm, HfO <sub>2</sub> = 24 nm
2x (HfO <sub>2</sub> /MgF <sub>2</sub> )/Al	Z41, Z42, Z43, Z44	MgF <sub>2</sub> = 26 nm, HfO <sub>2</sub> = 24 nm
3x (HfO <sub>2</sub> /MgF <sub>2</sub> )	V84, V85	MgF <sub>2</sub> = 24 nm, HfO <sub>2</sub> = 21 nm
3x (HfO <sub>2</sub> /MgF <sub>2</sub> )/Al	Z45, Z46, Z47, Z48	MgF <sub>2</sub> = 24 nm, HfO <sub>2</sub> = 21 nm

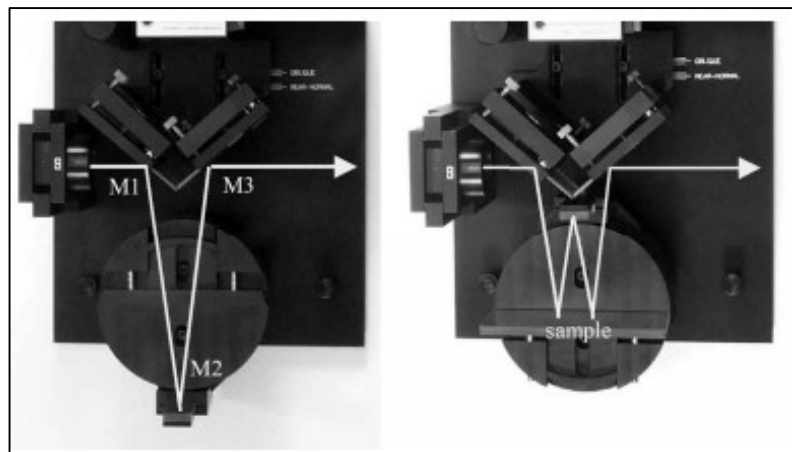
## Charakterizace tenkých vrstev

V této kapitole jsou uvedeny měřicí metody a přístroje pro následnou charakterizaci napařených tenkých vrstev a bližší informace k vyžihání vzorků.

### Měření spektrální odraznosti

Spektrální odraznost se měřila na spektrometru Lambda850, který je určený pro oblast vlnových délek v rozsahu 175 – 800 nm. Prakticky využitelný je však rozsah od 190 nm kvůli vysokému šumu pod touto hodnotou. Tento dvousvazkový spektrometr je vybaven modulem VW, se kterým je umožněno absolutní měření odraznosti rovinných optických ploch, tzn. bez potřeby kalibrovaného referenčního svazku, metodou V-W. Modul VW lze vidět na Obrázku 11 [8]. Metoda V-W je založena na kombinaci dvou měření. První je měření v tzv. režimu V, u kterého světelný svazek prochází třemi zrcadly M1, M2 a M3 bez vzorku [8]. Trajektorie svazku tak značí písmeno V, jak si lze všimnout na Obrázku 11 vlevo. Toto měření se označuje jako referenční. Při režimu modulu W se paprsek odrazí nejen od všech tří zrcadel M1, M2 a M3, ale i dvakrát od umístěného vzorku v držáku. Trajektorie světelného svazku pak tvoří písmeno W, viz. Obrázek 11 vpravo. Poměr signálů obou měření režimů dává odraznost vzorku. Měření odraznosti vzorků pomocí modulu V-W požaduje minimální velikost vzorku 40 x 40 mm.

Testovací vzorky byly měřeny na experimentálním zařízení, které je přednostně používáno pro měření tloušťek tenkých vrstev. Jedná se o interferenční metodu s nulovým úhlem dopadu světelného svazku v rozsahu měření od 250 nm do 800 nm. Při měření se vzorek srovnává s referenčním vyleštěným křemíkovým vzorkem. Způsob měření vyžaduje, aby byly zkoumané tenké vrstvy napařené na vyleštěný křemíkový substrát. Vzhledem k vysokému rozdílu mezi odrazností námi používanými zrcadlovými vrstvami a odrazností leštěného křemíku, není tato metoda vhodná k měření těchto zrcadlových vrstev. Měření s testovacími vzorky posloužila především k ohodnocení shody parametrů krycích vrstev s napočítanými.

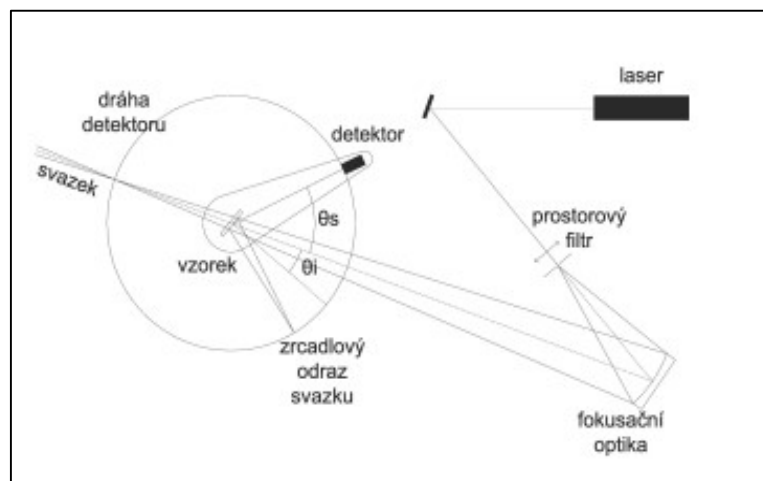


Obrázek 11- Režim V a W modulu VW [8].

### Měření rozptylové charakteristiky

Měření rozptylu probíhalo pomocí přístroje CASI metodou ARS (z ang. Angular Resolved Scattering) [9]. Schéma systému CASI lze vidět na Obrázku 12. Princip měření spočívá v tom, že na otočném rameni je umístěn detektor, který postupně skenuje poloprostor. Rotace detektoru kolem vzorku umožňuje zjištění rozložení intenzity rozptýleného záření v podobě funkce BSDF (z ang. Bidirectional Scatter Distribution Function). BSDF se dělí na dvě dílčí veličiny, BRDF pro případ odrazu a BTDF v případě průchodu záření [9]. V našem případě jsme měřili funkci BRDF s přístrojem, který měl nastavené na vlnové délce 325 nm. Průběh výkonu rozptýleného záření svazku laseru, které dopadá na měřený vzorek v závislosti na rozptylovém úhlu  $\theta_s$ , se zaznamenává otočným detektorem.

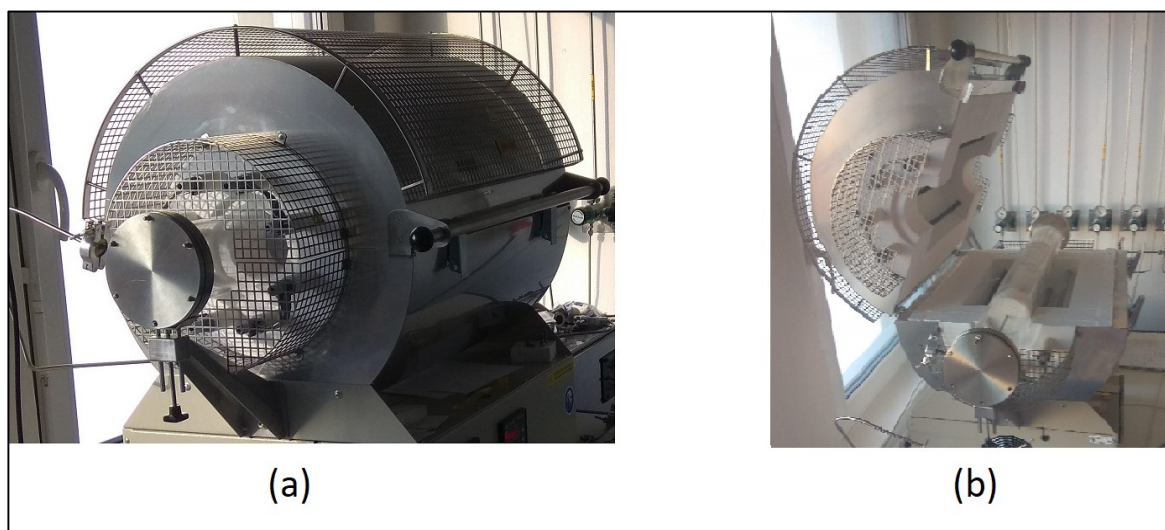
Z průběhu BRDF v závislosti na rozptylovém úhlu můžeme vypočítat velikost difúzní složky odraženého světla od optického povrchu. Poté můžeme určit množství záření, které se odrazí a rozptýlí od povrchu do určeného prostorového úhlu (předpokládáme izotropní rozptyl) [10]. Rozptýlené světlo považujeme za difúzně rozptýlené v rozsahu úhlů od  $0,1^\circ$  do  $90^\circ$ . Výstupním parametrem tohoto měření byla pro naše účely hodnota difúzní odraznosti. Nejistota určení difúzní složky odraznosti je 20 % ze střední hodnoty.



Obrázek 12 - Schéma měřícího přístroje CASI [9].

### Vyžihání vzorků

Vzorky se vyžihaly v peci na 300°C za účelem zvýšení tvrdosti tenkých vrstev. Tato teplota je optimální pro žihání materiálů  $MgF_2$  a  $HfO_2$ , a je přitom dostatečně nízko pod teplotu tání hliníku. Hliník je velmi náchylný na vysoké teploty, a proto jsme po vyžihání znovu opět změřili odraznost a rozptylové charakteristiky všech určených vzorků, abychom zjistili, jak se tyto vlastnosti změnilo. Vyžihání probíhalo v peci s kontrolovaným přívodem pracovního plynu, Obrázek 13. Vzorky byly umístěny na podložce z oxidu hlinitého. V našem případě se nastavil jako pracovní plyn vzduch. Žihání proběhlo při teplotě 300°C po dobu 60 minut při předchozím postupném zahřívání rychlostí 10°C za minutu. Poté následoval řízený pokles teploty opět rychlostí 10°C za minutu až na teplotu 200°C. Následně byla regulace vypnuta a pec se nechala vychladit samovolně.



(a)

(b)

Obrázek 13 – (a) Pec pro vyžihání vzorků, (b) pohled dovnitř pece.



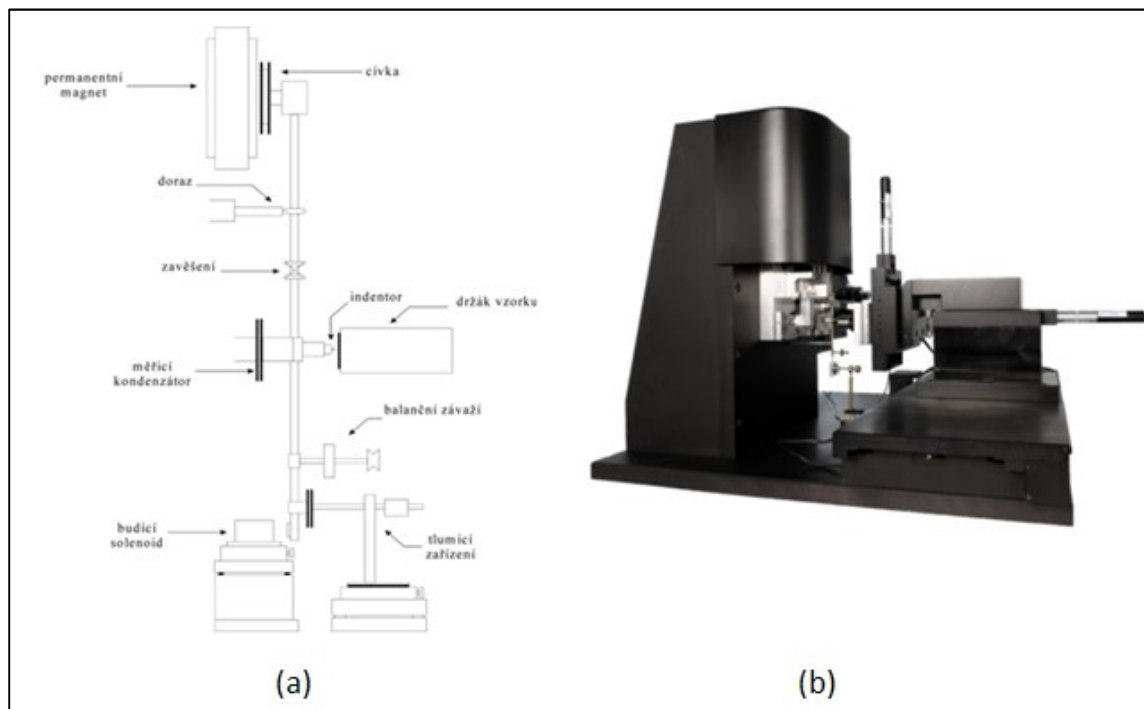
## Mechanické testy

Zkoumání mechanických vlastností napařených tenkých vrstev probíhalo pomocí nanoindentační techniky systémem NanoTest<sup>TM</sup> NT 600. Tento modulární měřicí systém je schopen měřit mechanické vlastnosti tenkých vrstev jako jsou např. adheze, únavové, lomové či dynamické vlastnosti. Stěžejním prvkem celého systému NanoTest<sup>TM</sup> NT 600 je keramické kyvadlo, které se pomocí proudu pohybuje, a tím se dostává hrot umístěný na kyvadle do dotyku s měřeným vzorkem [10]. Síla dotyku je nastavitelná, v našem případě byla přibližně 0,21 mN. Hrot tohoto systému má tvar trojbokého hranolu. Jako materiál hrotu se používá diamant pro svou největší tvrdost ze všech materiálů. Pomocí pohybu kyvadla je zajištěna zátěžná síla na hrot. Sestava NanoTest<sup>TM</sup> NT 600 je všestranná, pomocí přídatných modulů jako jsou například sonda, mikroskop nebo modul pro akustickou emisi, atd. Systém je umístěný v boxu, který je vybaven regulací teploty a vlhkosti pro měření za přesně definovaných podmínek. Teplota se pohybuje v okolí 24°C. Celý box se systémem je umístěný na antivibračním stole, protože sebemenší vibrace mohou ovlivnit výsledky [10].

My jsme tento modulární systém využili pro měření nanoindentace. Je to metoda, která je vhodná pro vyšetřování elastických a plastických vlastností tenkých vrstev. Nanoindentační zkouška je založena na vnikání diamantového trojbokého hrotu o známých rozměrech do zkoumaného povrchu. Průběh vnikání hrotu do povrchu začíná kontaktem hrotu s povrchem. Dále je na povrch vyvinutá síla, která postupně graduje až do svého přednastaveného maxima, ve kterém setrvává po určitou dobu, a nakonec se působení hrotu odlehčuje. Zátěžná síla je v každém kroku přesně definovaná v řádu desítek  $\mu\text{N}$ . Primárním výstupem nanoindentační zkoušky je indentační křivka, která znázorňuje závislost zátěžové síly na hloubce průniku v celém průběhu zkoušky. Analýzou této křivky se počítá tvrdost vrstvy, abrazivní odraznost vrstvy, tuhost vrstvy, kontaktní hloubka vrypu a podíl plastické deformace k celkové.

Tvrdost vrstvy je definována jako odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa [12]. Abrazivní odolnost znamená odolnost vůči opotřebení vrstvy účinkem tvrdých částic. Tuhost vrstvy posuzujeme pomocí redukovaného modulu pružnosti, který nám ukazuje, jak je vrstva tuhá pro elastickou oblast. Redukovaný modul pružnosti odpovídá Youngovu modulu pružnosti s malým příspěvkem modulu pružnosti působícího hrotu. Kontaktní hloubka vrypu indentoru ukazuje hloubku průniku hrotu do vrstvy. Podíl plastické deformace k celkové udává, kolik práce vynakládá vrstva v plastické oblasti

vzhledem k celkové práci při návratu do původního stavu (příčemž z definice plastické deformace plyne, že se do původního stavu nedostane, zůstane v ní otisk působícího hrotu).



Obrázek 14 – (a) Schéma měřícího systému NanoTest<sup>TM</sup> NT 600 [11], (b) fotografie měřícího systému NanoTest<sup>TM</sup> NT 600.

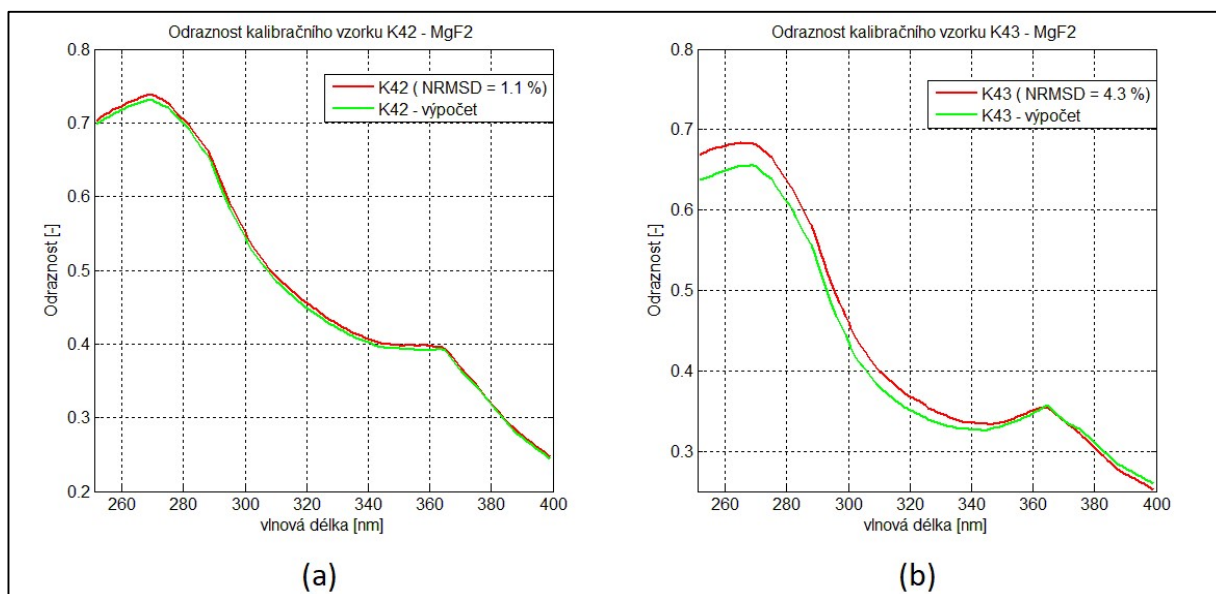
## Výsledky napařování

V této kapitole jsou uvedeny výsledky měření vlastností odrazných vrstev členěné podle jednotlivých systémů vrstev. Napařené vrstvy časem stárnou, což se především projevuje poklesem jejich spektrální odraznosti. Proto jsme odraznost vzorků měřili jednak do jednoho až pět dnů po napařování a dále den před žíháním, které proběhlo přibližně tři měsíce od napařování.

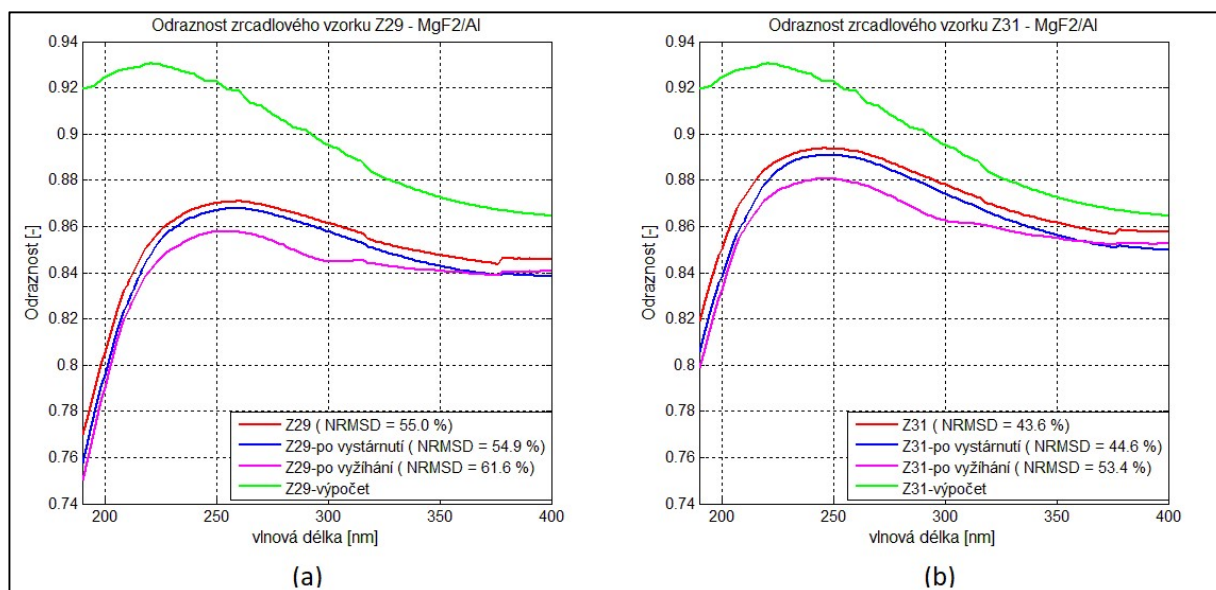
Pro každý systém je v prvním grafu uvedena spektrální odraznost testovacího vzorku bez hliníku a srovnání s předpokládaným průběhem. V druhém grafu je uvedena spektrální odraznost 1. a 2. (duplicitního) vzorku zrcadlového systému po napařování (do pěti dnů), vystárnutí (po třech až čtyřech měsících), a po vyžíhání. Graf je doplněn opět o předpokládaný průběh odraznosti. V legendách prvního a druhého grafu je uvedena i hodnota parametru NRMSD popisující odchylku naměřených hodnot od teoretických. Ve třetím grafu je uveden průběh veličiny BRDF pro testovací vzorek (neplatí pro jednoduché systémy  $\text{MgF}_2$  a  $\text{HfO}_2$ ). Ve čtvrtém grafu je vykreslený průběh funkce BRDF pro 1. a 2. (duplicitní) zrcadlové vzorky. V popisku třetího a čtvrtého grafu je uvedena hodnota difúzní odraznosti –  $R_{diff}$  pro každý vzorek. Pro samostatné systémy  $\text{MgF}_2$  a  $\text{HfO}_2$  je v prvním grafu uvedena odraznost kalibračních vzorků, které zde plnily i funkci testovacích vzorků.

V podkapitole Nanoindentační testy jsou uvedeny výsledky mechanických testů nanoindentace pomocí měřícího systému NanoTest™ NT 600.

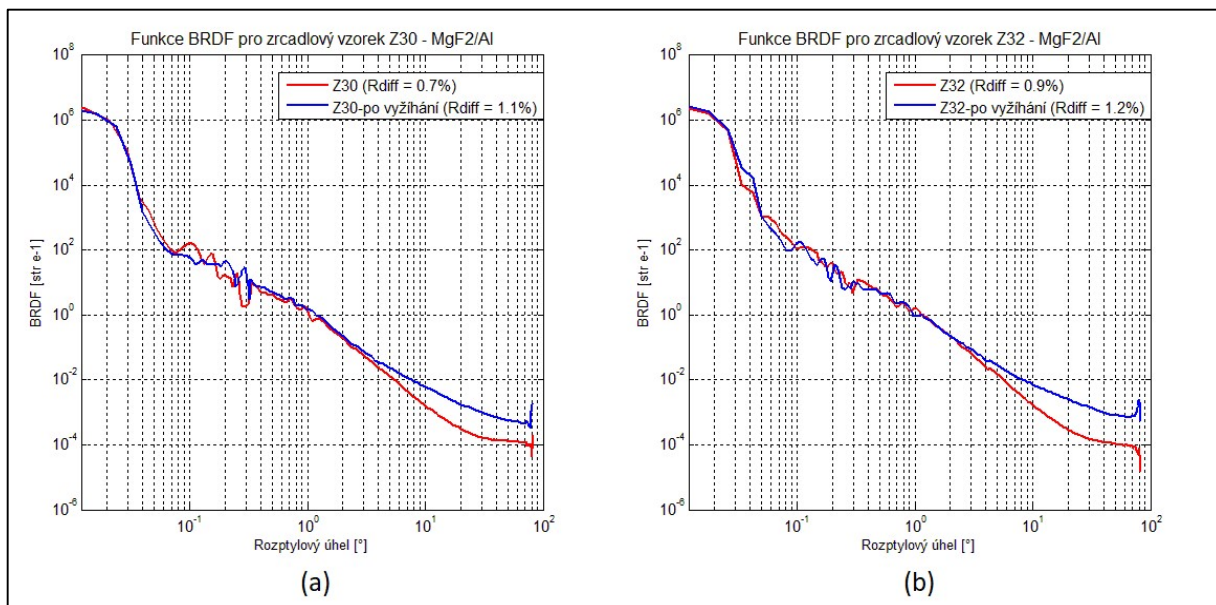
## System $MgF_2$



Obrázek 15- V části (a) je uveden graf odraznosti kalibračního (v tomto případě i testovacího) vzorku K42 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti kalibračního (zde i testovacího) vzorku K43 s funkcí NRMSD.

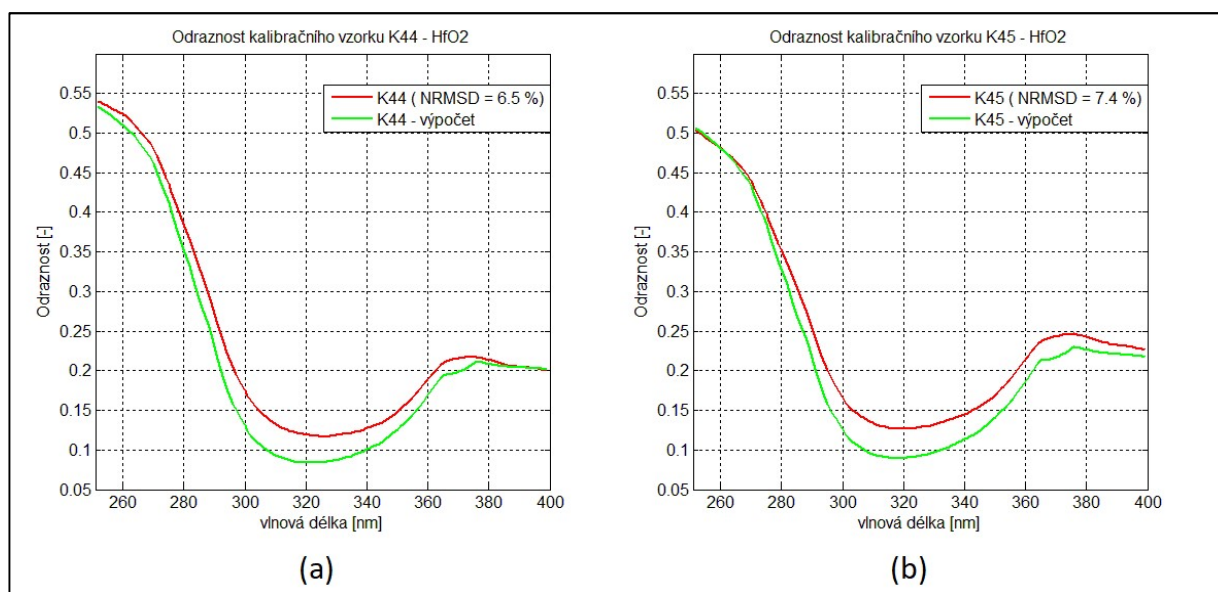


Obrázek 16 – V části (a) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z29 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z31 s funkcí NRMSD.

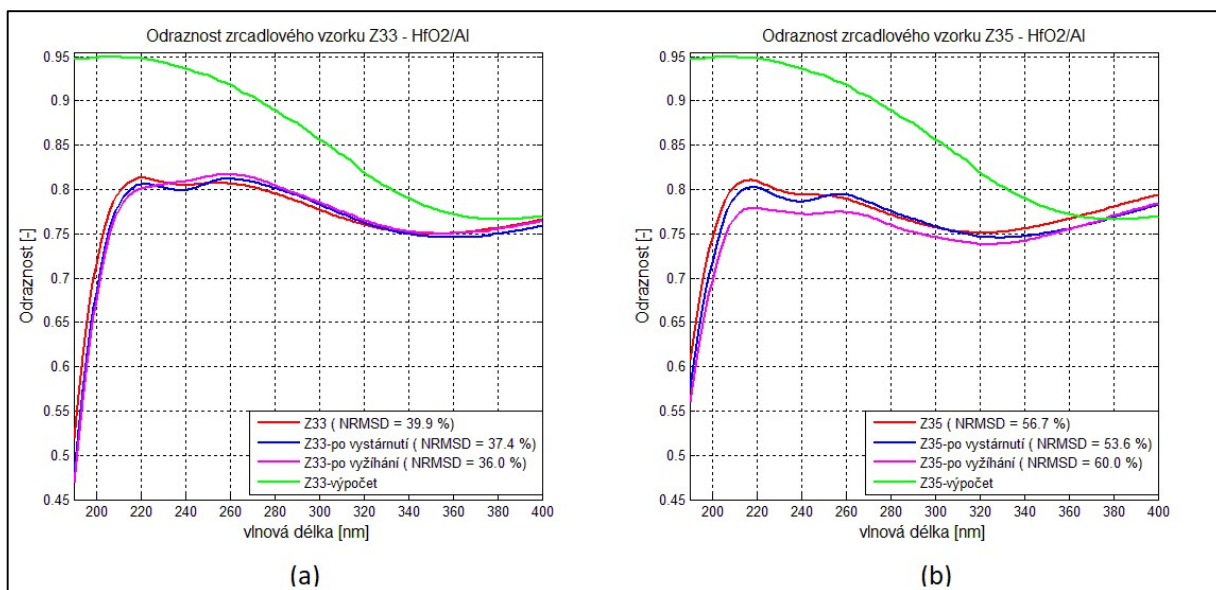


Obrázek 17 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z30, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z32.

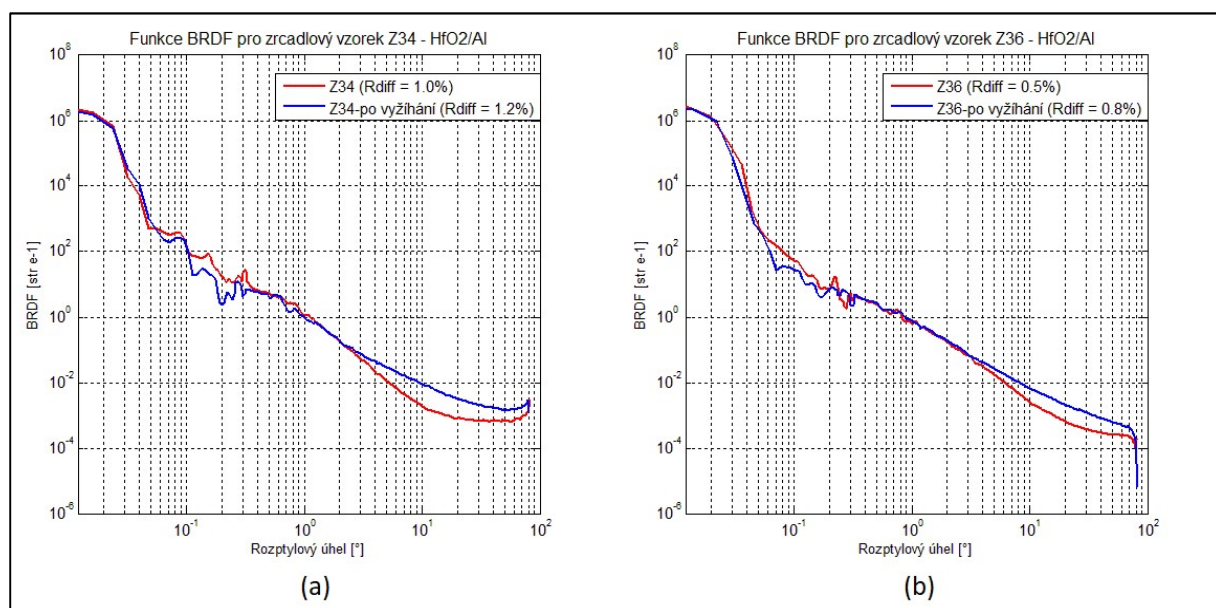
## System HfO<sub>2</sub>



Obrázek 18- V části (a) je uveden graf odraznosti kalibračního (v tomto případě i testovacího) vzorku K44 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti kalibračního (zde i testovacího) vzorku K45 s funkcí NRMSD.

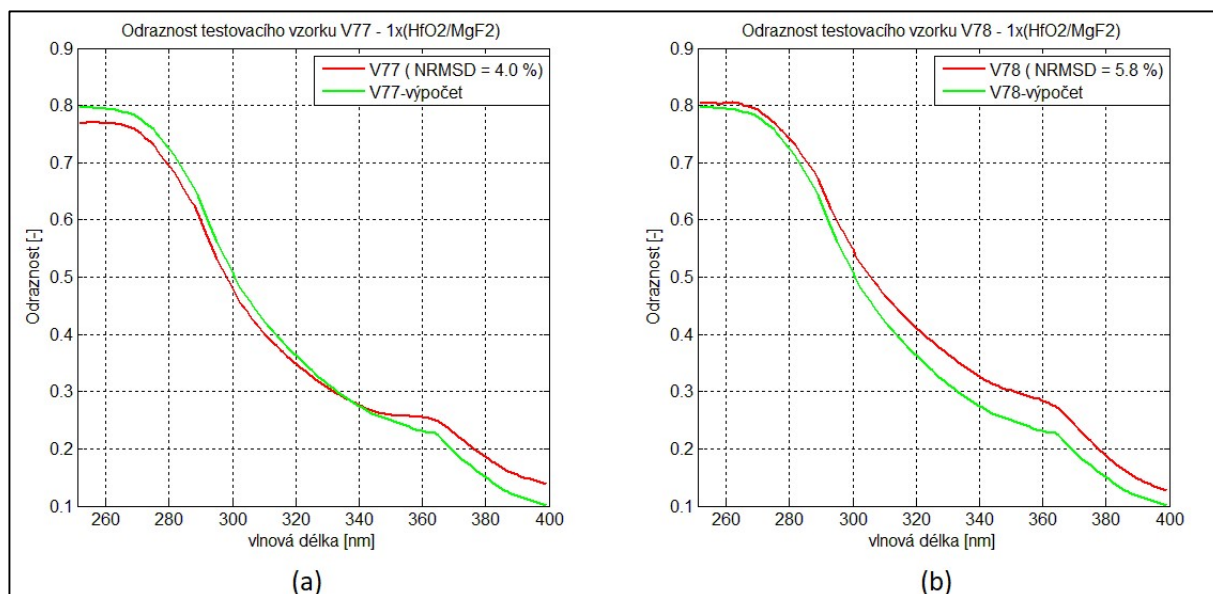


Obrázek 19 – V části (a) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z33 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z35 s funkcí NRMSD.

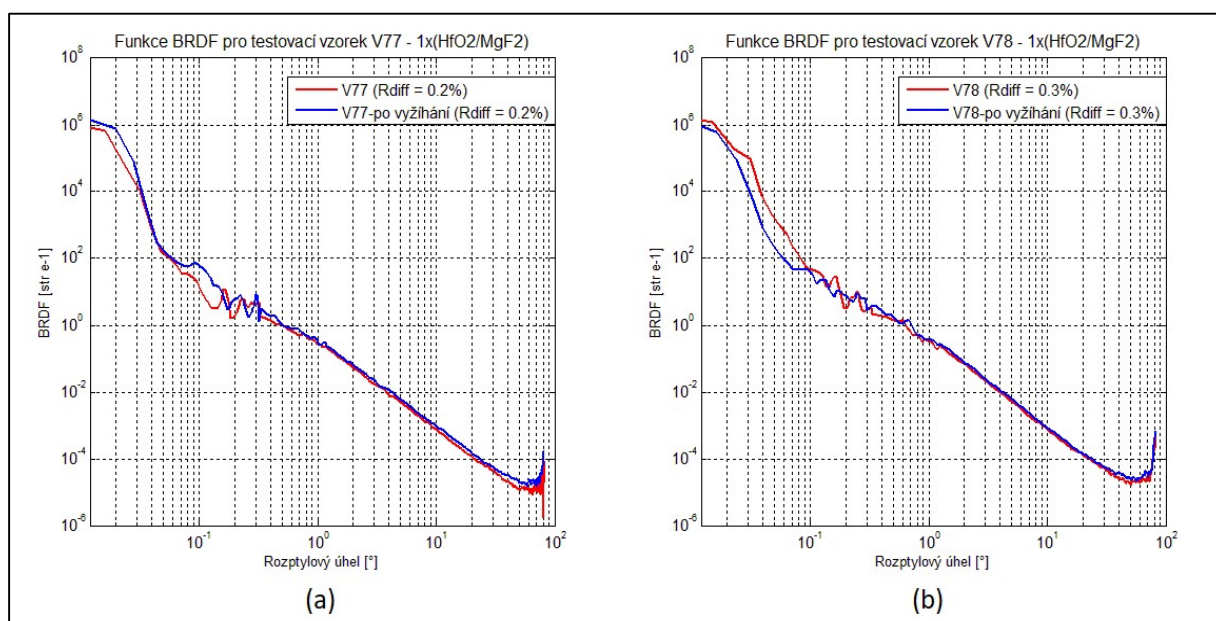


Obrázek 20 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z34, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z36.

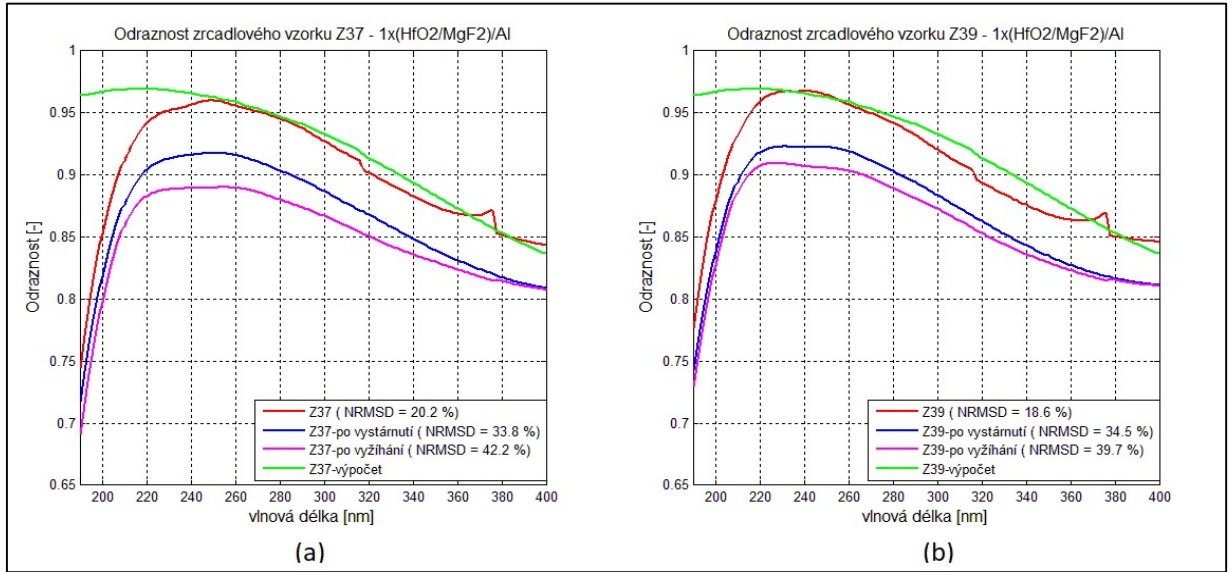
## System $1x(\text{HfO}_2/\text{MgF}_2)$



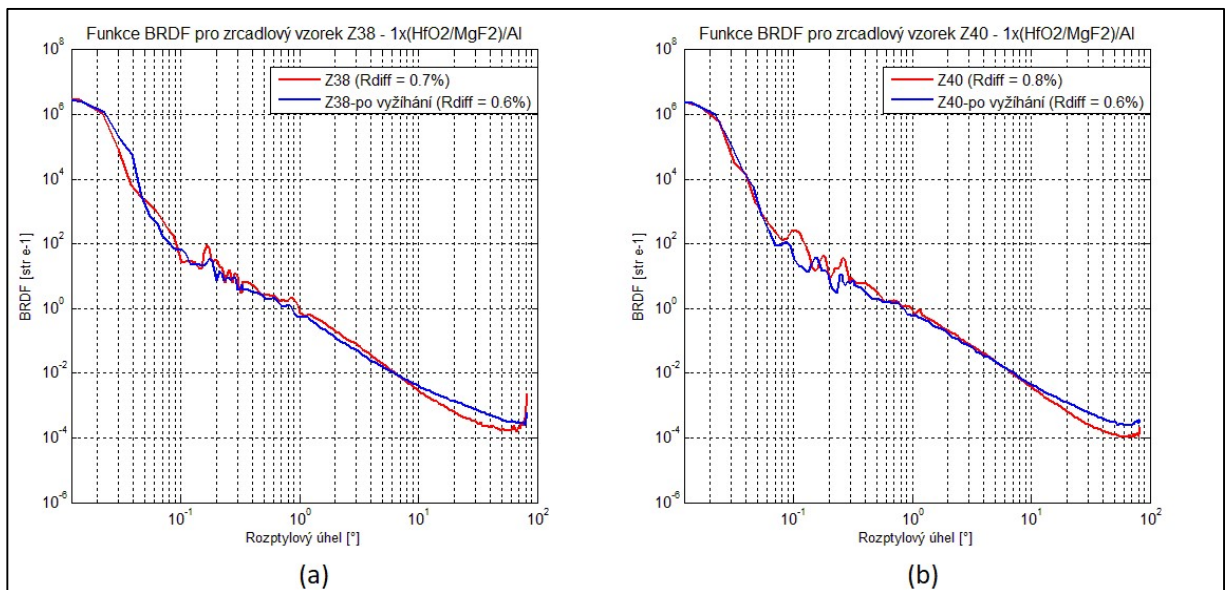
Obrázek 21 - V části (a) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V77 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V78 s funkcí NRMSD.



Obrázek 22 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V77, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V78.



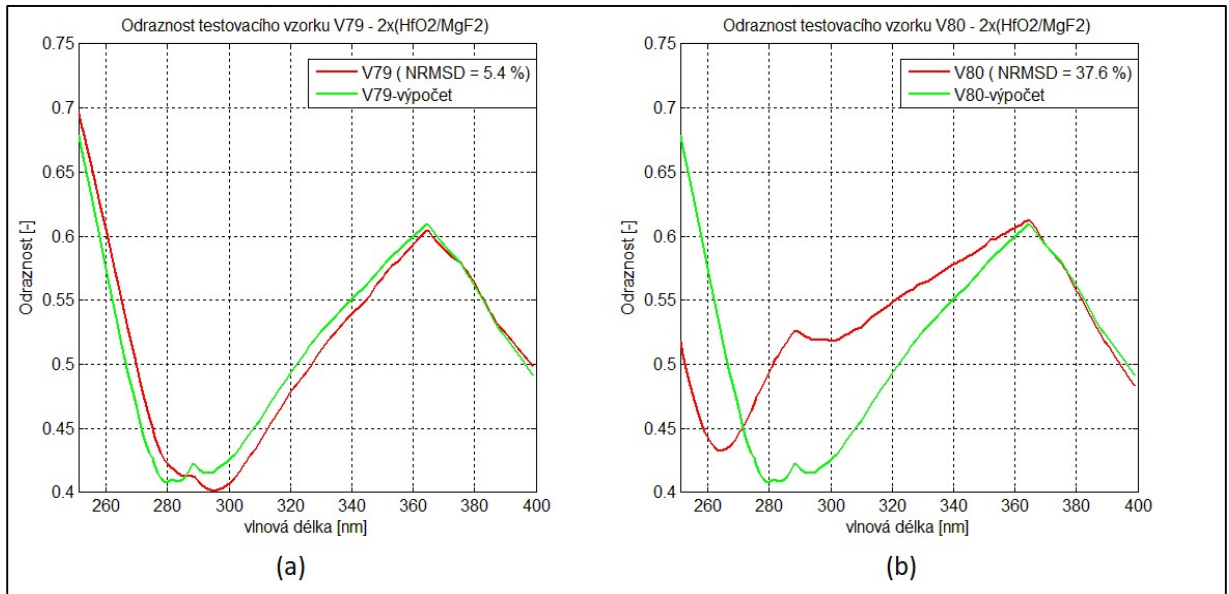
Obrázek 23 - V části (a) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z37 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z39 s funkcí NRMSD.



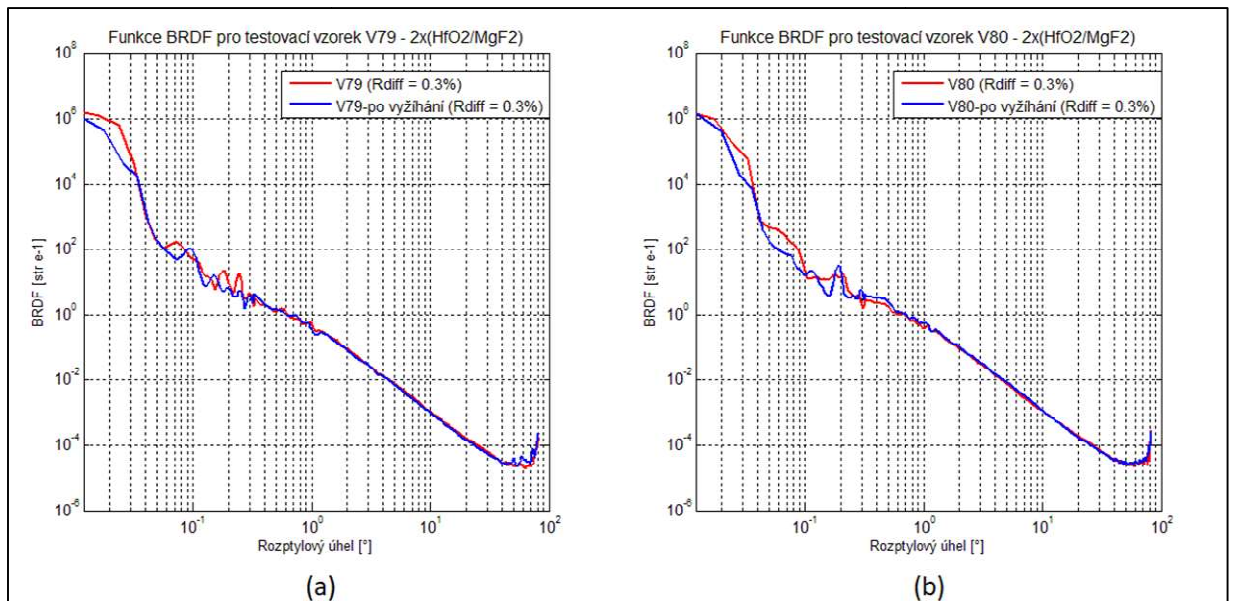
Obrázek 24 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z38, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z40.



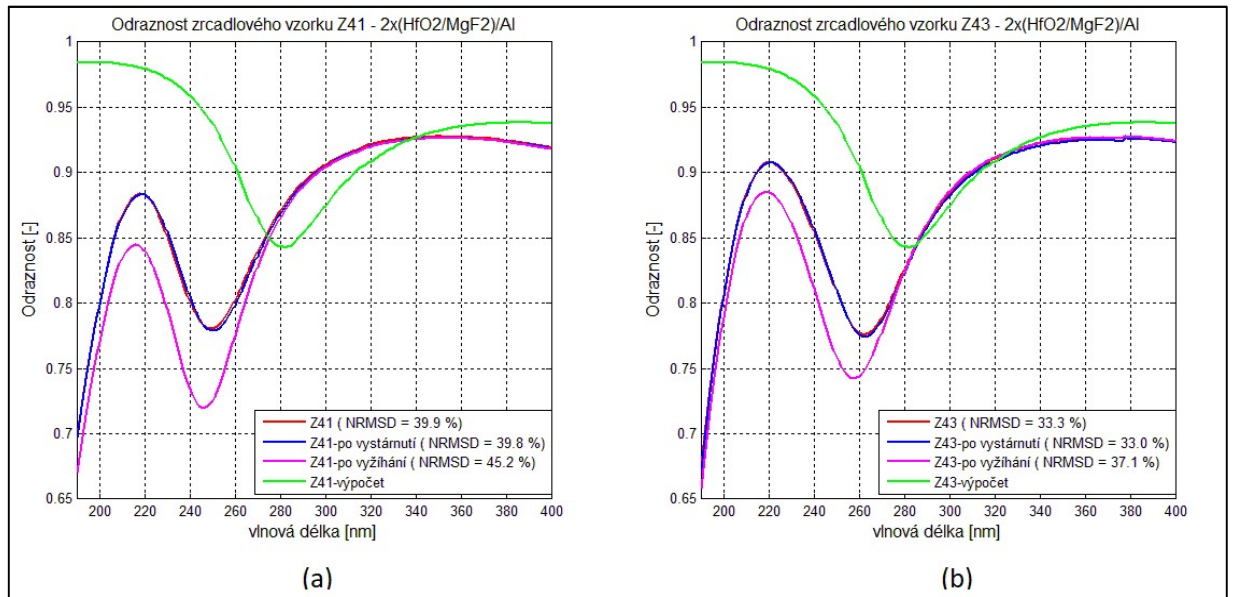
## System $2x(\text{HfO}_2/\text{MgF}_2)$



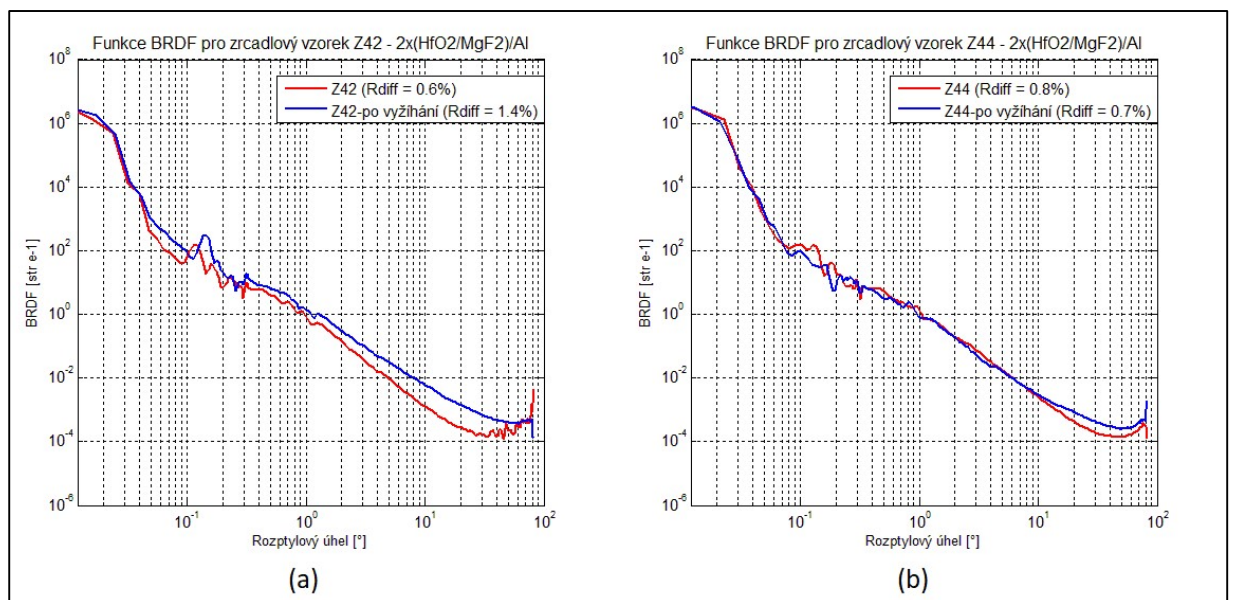
Obrázek 25 - V části (a) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V79 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V80 s funkcí NRMSD.



Obrázek 26 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V79, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V80.

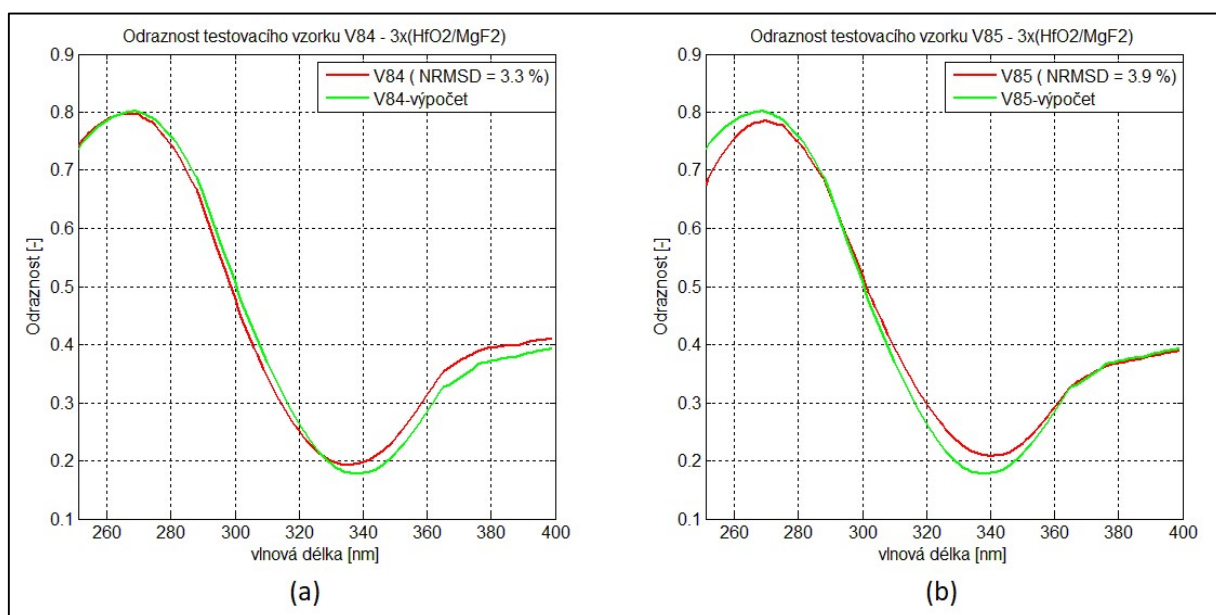


Obrázek 27 - V části (a) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z41 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z43 s funkcí NRMSD.

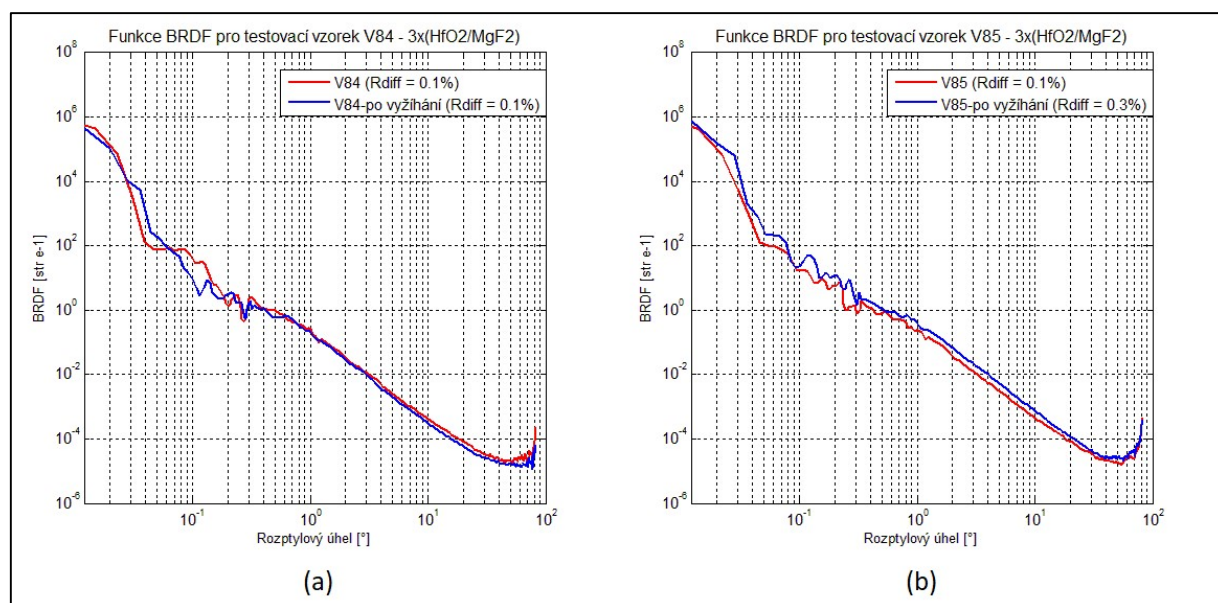


Obrázek 28 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z42, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z44.

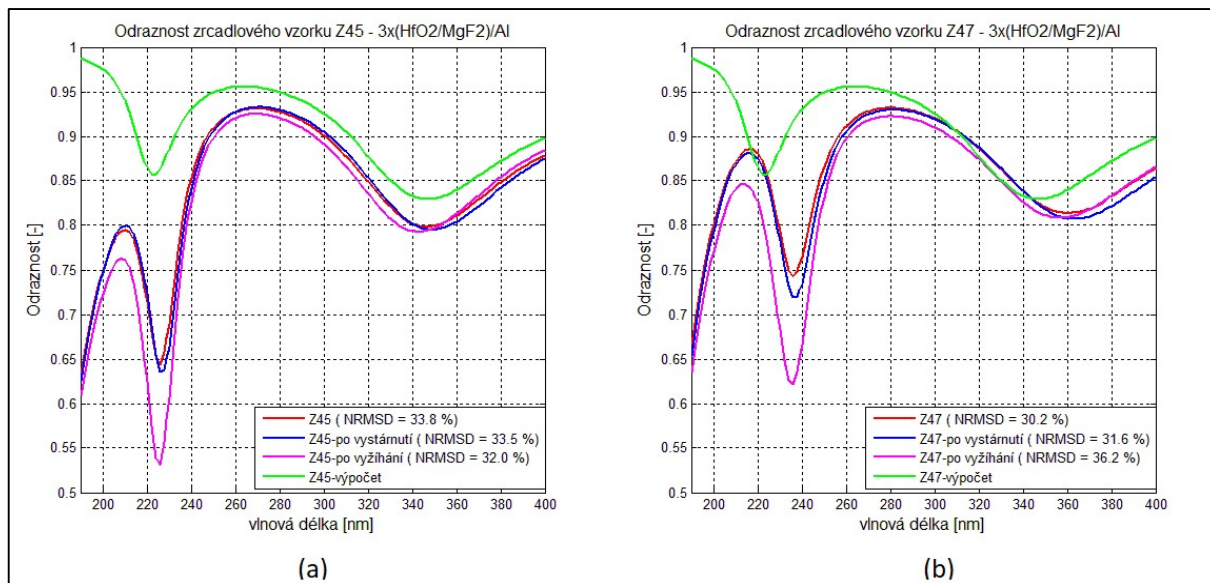
## System $3x(\text{HfO}_2/\text{MgF}_2)$



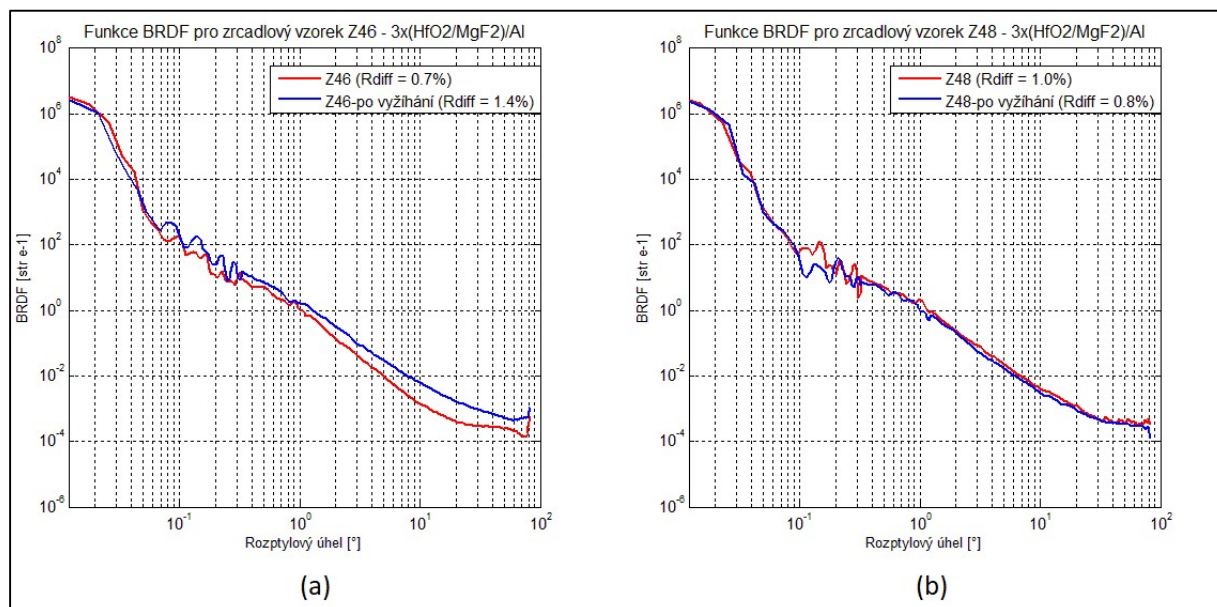
Obrázek 29 – V části (a) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V84 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V85 s funkcí NRMSD.



Obrázek 30 – V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V84, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V85.

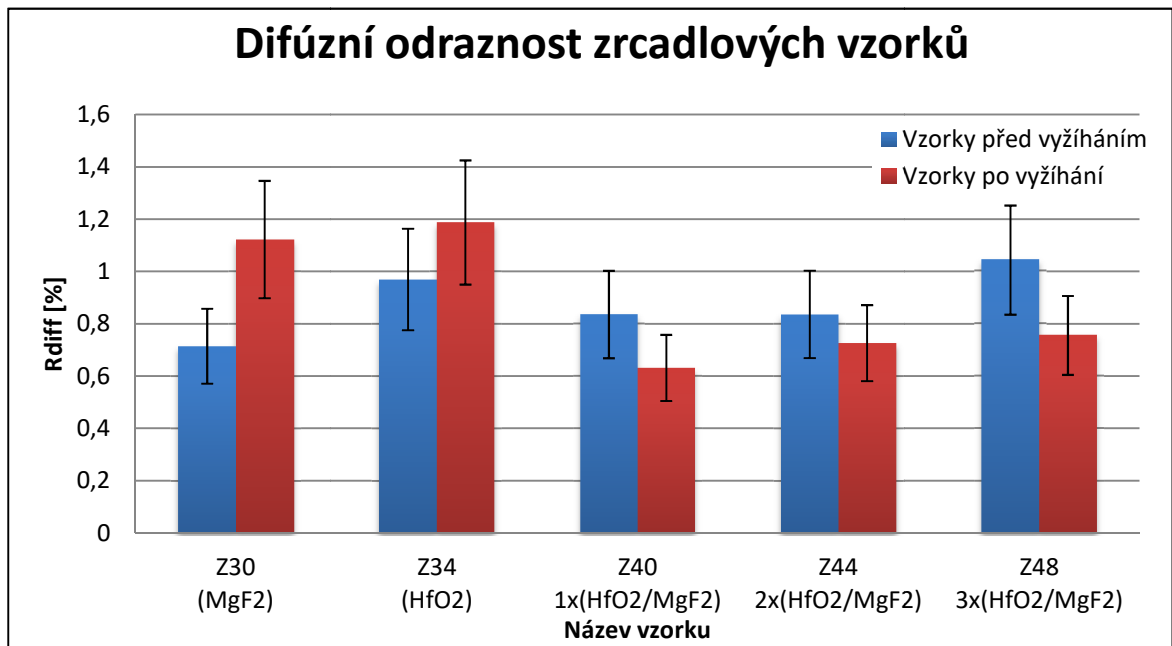


Obrázek 31 – V části (a) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z45 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z47 s funkcí NRMSD.



Obrázek 32 – V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z46, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z48.

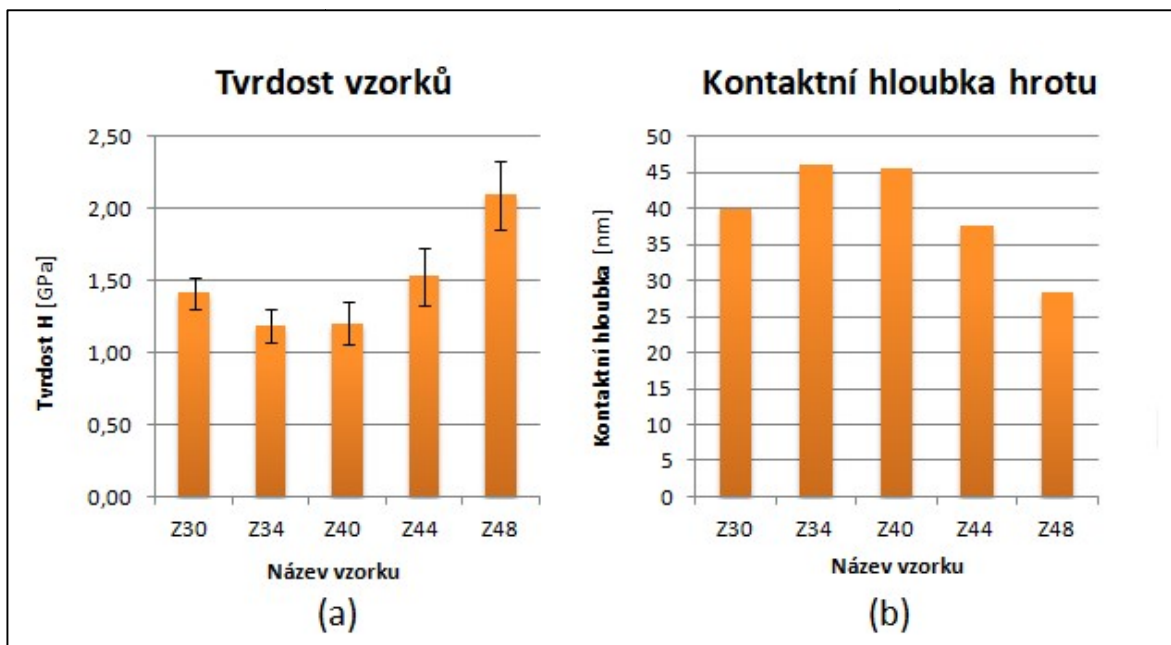
## Graf difúzní odraznosti



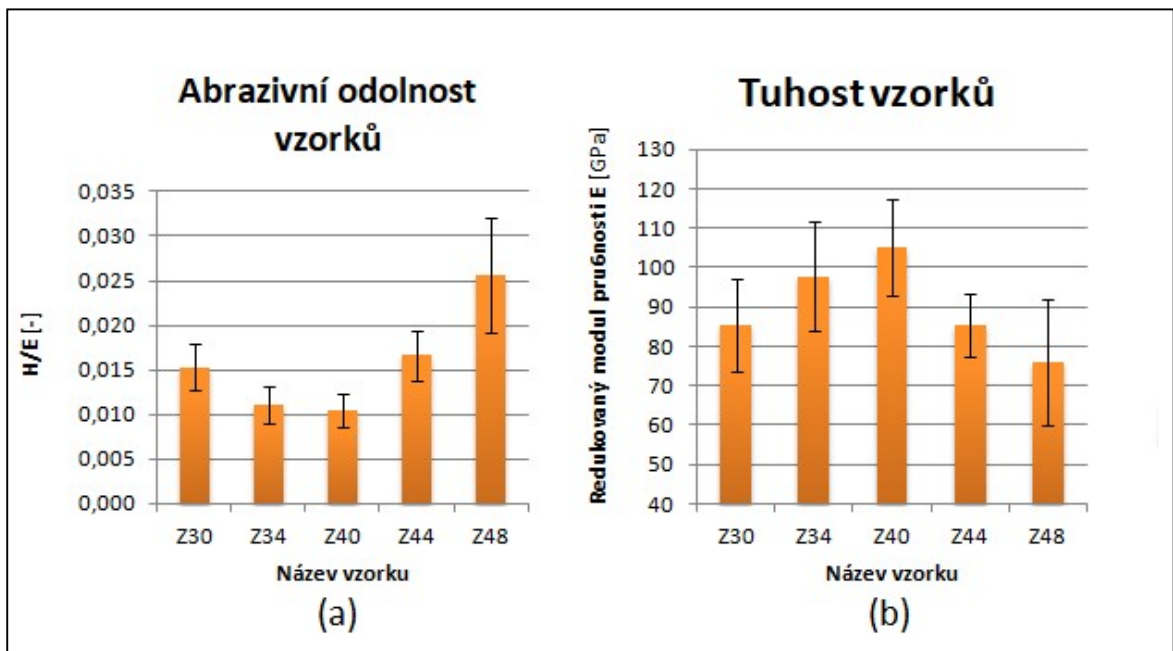
Obrázek 33 – Graf difúzní odraznosti zrcadlových vzorků před a po vyžhání.

## Nanoindentační testy

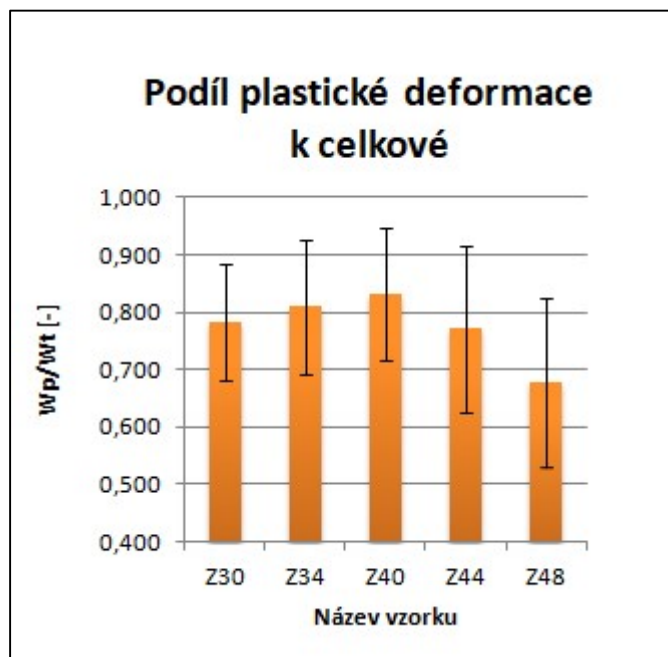
Nanoindentační zkoušky byly z časových důvodů provedeny pouze na vzorcích po vyžhání na vzduchu při teplotě 300°C. Působící síla hrotu byla nastavena na hodnotu 21 mN.



Obrázek 34 – V části (a) je uvedena tvrdost vrstev vzorků, v části (b) je uvedena kontaktní hloubka hrotu nanoindentoru.



Obrázek 35 – V části (a) je uvedena abrazivní odolnost vrstev vzorků, v části (b) je uvedena tuhost vrstev vzorků pomocí redukovaného modulu pružnosti.



Obrázek 36- Graf podílu plastické deformace k celkové.

## Diskuze

Na základě uvedených výsledků můžeme provést srovnání mezi jednotlivými systémy, a udělat závěry ohledně nasazení ochranných vrstev  $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$  na zrcadlově odrazné prvky v ultrafialové oblasti světelného spektra. Přednostně v oblasti od 175 nm do 250 nm. V úvodu je důležité zmínit, že odraznost jsme měřili od 190 nm výše. Spektrální odraznost testovacích vzorků byla měřena v oblasti od 250 nm do 400 nm. Obecně jsou pro nás nejdůležitější referenční data po vystárnutí, protože v reálné instalaci a funkčnosti se používají zrcadla vystárlá, v současné době nedisponujeme možnostmi žíhání velkých zrcadlových povrchů.

Co se týče naší schopnosti napařit krycí vrstvu daného systému, k ohodnocení jsme použili grafy naměřených odrazností testovacích vzorků (bez hliníku) spolu s teoreticky vypočteným průběhem. Odchylka dat od modelu (NRMSD) číselně vypovídá, jak dobře bylo možné krycí vrstvu napařit podle zadání. Je přitom zajímavé srovnat tyto odchylky pro plný rozsah měření od 250 nm do 800 nm (ve výsledcích neuvedeno) a pro rozsah v UV oblasti od 250 nm do 400 nm.

Pro systém krycí vrstvy z  $\text{MgF}_2$  jsme dosáhli shody dat s modelem přibližně 97,5 % (doplňk NRMSD = 2,5 % do 100 %) pro samotnou krycí vrstvu v intervalu vlnových délek od 250 nm do 800 nm. V intervalu od 250 nm do 400 nm jsme naměřili shodu v jednom případě 98,9 % a v druhém 95,7 % (doplňky NRMSD od 100 %, Obrázek 15). Přestože jsme se na jednom vzorku dostali na hodnotu 1,1 %, domníváme se, že shoda bude v UV oblasti obecně nižší z důvodu citlivějšího chování vrstev na krátkých vlnových délkách (vyšší difúze, rozptyl na nečistotách). Zvýšení funkce NRMSD u těchto vzorků je v toleranci. Pro vzorky tohoto systému s hliníkem, které jsou uvedeny na Obrázku 16, si můžeme všimnout velkého odklonu naměřených dat od teoretických, který roste s kratší vlnovou délkou. Odchylka NRMSD je až v desítkách procent s ohledem na podobné chování i u ostatních systémů můžeme udělat závěr, že tyto neshody spočívají v napařené vrstvě hliníku. Podrobnější diskuze k tomuto problému pokračuje dále v textu po diskuzi nad dílčími systémy ochranných vrstev. Dále si lze na Obrázku 16 všimnout, že po vystárnutí vzorků mírně poklesla jejich spektrální odraznost - průměrný pokles je 0,5 %. Po vyžíhání klesla v průměru o dalších 0,6 %. Z výsledků měření na rozptyloměru CASI, Obrázek 17, je vidět zvýšení difúzní složky odraznosti po vyžíhání přibližně o 0,3 - 0,4 %. Toto zvýšení je blízké nejistotě měření, která činí 20 % ze střední hodnoty, viz. též Obrázek 33.

V případě systému s krycí vrstvou  $\text{HfO}_2$  se shoda parametrů krycí vrstvy s výpočtem pohybuje v rozmezí 3,7 – 3,9 % pro vlnové délky od 250 nm do 800 nm. Pro interval vlnových délek od 250 nm do 400 nm je však tato odchylka větší, přibližně 6,5 - 7,4 %. Důvody již byly zmíněny výše v případě systému  $\text{MgF}_2$ . Navíc je tloušťka vrstvy  $\text{HfO}_2$  poloviční oproti předchozímu případu a ukazuje se, že její optická hustota je při téhle tloušťce přibližně 90 % oproti očekávané. U zrcadlových vzorků s hliníkem opět vidíme značné odchylky naměřené spektrální odraznosti od vypočtené, Obrázek 19. Ztráty vlivem žíhání byly malé. Průměrný pokles odraznosti je 0,2 – 0,4 %. Difúzní odraznost po vyžhání vzrostla přibližně o 0,2 – 0,3 %.

Co se týče jednonásobného sendviče systému ( $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$ ), zde shoda s daty činila přibližně 97 % v intervalu vlnových délek od 250 nm do 800 nm. Pro vlnové délky od 250 nm do 450 nm má tato shoda hodnotu přibližně 96,0 %, což je v dobré shodě. Difúzní odraznost v UV oblasti se vlivem krycí vrstvy nezvyšuje ani po vyžhání, jak potvrzují výsledky z CASI, viz Obrázek 22. U zrcadlových vzorků byl zjištěn významný propad spektrální odraznosti po vystárnutí vrstvy v průměru o 3,8 %, Obrázek 23. Tak výrazný pokles nebyl pozorován ani u jednoho vzorku dalších systémů krycích vrstev. Domníváme se, že došlo k chybě měření krátce po napaření (pravděpodobně bylo nesprávně nastaveno referenční měření). Vyžháním klesla odraznost o dalších 1,0 – 1,7 %. Difúzní odraznost zrcadlových vzorků (s hliníkem) po vyžhání dokonce klesla o 0,1 – 0,2 %. Tento pokles je však na úrovni nejistoty stanovení difúzní odraznosti.

Vzorek V80 v systému  $2x(\text{HfO}_2/\text{MgF}_2)$  vykazuje abnormálně zvýšenou odchylku odraznosti s teorií, Obrázek 25, odchylka může být zapříčiněna znečištěním (počátečním nebo dodatečným) nebo nedoleštěností vzorku. Jeho difúzní odraznost je však nízká 0,3 %, Obrázek 26b. Vzorek je tedy správně vyleštěný. Propad odraznosti zrcadlových vzorků po vystárnutí je nepatrný, Obrázek 27. Po vyžhání však dochází k významnému propadu přibližně o 2,6 - 3,7 % pro oblasti pod 280 nm. Z Obrázku 28 lze vidět zvýšení difúzní odraznosti přibližně do 0,8 %.

Pro trojnásobný sendvič ( $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$ ) jsme dosáhli shody parametrů krycích vrstev přibližně 97 % v intervalu vlnových délek od 250 nm do 800 nm. Pro UV oblast, v rozmezí vlnových délek 250 – 400 nm, je shoda přibližně 96 %, Obrázek 29, což je velmi dobrá shoda s výpočtem. Z Obrázku 30 je vidět zvýšení difúzní odraznosti krycích



vrstev po vystárnutí do 0 – 0,2 %. U zrcadlových vzorků s hliníkem můžeme opět vidět pokles odraznosti po vyžhání o přibližně 1,7%, Obrázek 31. Na Obrázku 31b lze u vzorku Z47 vidět posun spektrální odraznosti směrem k nižším vlnovým délkám, které nepozorujeme u sesterského vzorku Z45. Pravděpodobně zde došlo k odchylkám napařování HfO<sub>2</sub>. Difúzní odraznost pro tyto vzorky s hliníkem se zvýšila přibližně do 0,7 %, Obrázek 32.

Nejdůležitějším zjištěním je fakt, že v UV oblasti dochází k značnému rozdílu v průbězích spektrální odraznosti, než předpokládá výpočet. Tento rozpor je menší s rostoucím počtem lamel HfO<sub>2</sub>/MgF<sub>2</sub>. To je dáno tím, že s rostoucím počtem dvojvrstev HfO<sub>2</sub>/MgF<sub>2</sub> v celkové tenké vrstvě se projevuje zvýšená odraznost samotnou krycí vrstvou a příspěvek odrazné vrstvy hliníku je relativně menší. Můžeme tedy spekulovat nad odlišným chováním hliníku v hlubší UV oblasti pod 300 nm, než předpokládá výpočet, který je založen na tabulkových hodnotách indexu lomu materiálu. Toto chování bylo zjištěno i na dvou dalších pracovištích, se kterými pracoviště SLO spolupracuje, proto považujeme tento problém za obecnější. K lepšímu potlačení tohoto útlumu v UV oblasti by bylo zapotřebí vyššího počtu lamel HfO<sub>2</sub>/MgF<sub>2</sub> v krycí vrstvě.

Difúzní odraznost na 325 nm je ve všech případech zkoumaných krycích vrstev podobná 0,8 % - 1 %, viz. Obrázek 33 (modré sloupce). Je však třeba zdůraznit, že difúze roste směrem ke kratším vlnovým délkám, a proto můžeme očekávat i znatelně vyšší hodnoty až 4 %. Zvýšený rozptyl může být právě na hliníku a souviset se znatelným poklesem odraznosti pod 300 nm. Po vyžhání došlo k zvýšení difúze především u monovrstevnatých krycích systémů MgF<sub>2</sub> a HfO<sub>2</sub>. Pravděpodobně se zde projevuje menší tloušťka krycí vrstvy nad hliníkem, který je citlivý na žhání.

### Nanoindentační testy

Na Obrázku 34a je znázorněna tvrdost vrstev vzorků, ta je mírou odporu proti pronikání cizího předmětu do vrstvy. Hloubka vniknutí hrotu do vrstvy se nazývá kontaktní hloubkou, která je znázorněna na Obrázku 34b. Obě veličiny jsou vzájemně v nepřímé úměrnosti, jak je zřejmé z porovnání obou grafů na Obrázku 34. Co se týče jednoduchého systému MgF<sub>2</sub>, tam lze pozorovat větší tvrdost vzorků, než u vzorků s napařeným jednoduchým systémem HfO<sub>2</sub>. Je to dáno menší tloušťkou vrstvy HfO<sub>2</sub>, tudíž hliníková vrstva pod ní byla více vystavena působení hrotu. Menší tloušťka vrstvy zapříčinila částečný vtisk hrotu nanoindentoru i do hliníku, který je měkký. Celkově

můžeme říct, že tvrdost je velmi ovlivněná vrstvou hliníku, který je poddajný. Čím je krycí vrstva tlustší, tím je tvrdost lepší, protože vliv hliníkové vrstvy je více potlačen, což vyplývá z Obrázku 34a.

Zároveň však můžeme říct, že roste i abrazivní odolnost vrstev s rostoucím počtem krycích vrstev, jak lze vidět na Obrázku 35a. Abrazivní odolnost je vyjádřena jako podíl tvrdosti k redukovanému modulu pružnosti ( $H/E$ ). Srovnáním Obrázků 34 a 35a lze vidět, že s rostoucím počtem krycích vrstev roste nejen jejich tvrdost, ale i odolnost vůči abrazi - vrstva má schopnost se vrátit zpět, eliminovat vtisk hrotu nanoindentoru a je těžší v něm vyvolat plastickou deformaci. Na Obrázku 35b je vyneseno (Youngův) redukovaný modul pružnosti. Tato veličina je mírou tuhosti materiálu v elastické oblasti, kde je materiál schopen se vrátit zpět do původního stavu bez trvalé deformace. Vrstva s jednou krycí lamelou  $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$  (vzorek Z40) vykazuje nejvyšší modul pružnosti. S rostoucím počtem lamel se snižuje. S vyšším počtem lamel je tedy vrstva pružnější. Je to však zčásti způsobeno tím, že při tenkých vrstvách se projevuje vliv substrátu. Proto je nutné tento výsledek brát s rezervou. Obrázek 36 ukazuje podíl plastické k celkové deformaci vzorků ( $W_p/W_t$ ). Tato veličina nám udává, kolik práce vynakládá vrstva v plastické oblasti vzhledem k celkové práci při návratu do původního stavu. Čím vyšší je tato hodnota, tím významněji setrvává zkoumaná vrstva v plastické oblasti a má tedy nižší elasticitu. Konkrétní hodnoty závisí na síle působícího hrotu. Vícenásobné krycí vrstvy jsou podle těchto výsledků více odolné proti abrazi. Z hodnot podílu  $W_p/W_t$  na Obrázku 36 můžeme určit míru poznamenané abraze na vrstvy. Vidíme, že vzorek se třemi krycími vrstvami  $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$  (vzorek Z48) je přibližně o 40 % odolnější vůči abrazi než vzorek s jednou krycí lamelou (vzorek Z40).

Co se týče celkové tvrdosti našich vrstev, můžeme ji porovnat s prací [13], ve které byly zkoumány vlastnosti vrstvy  $\text{HfO}_2$  na křemíkovém substrátu bez hliníku napařené ve stejné vakuové aparatuře. Vzorky byly žíhané ve vakuu při různých teplotách, mimo jiné i na teplotě  $300^\circ\text{C}$ . V tomto zmiňovaném článku jsou vrstvy o tloušťce 135 nm. Tvrdost vrstev byla 5 GPa, Obrázek 2 ve výše zmíněné práci [13], naše vrstva  $\text{HfO}_2$  (vzorek Z33) má tvrdost 1,3 GPa. Z toho můžeme usoudit, že za nižší tvrdost našich napařených vrstev může přítomnost vrstvy hliníku. Co se týče redukovaného modulu pružnosti, tak v článku vychází na 100 GPa, což se shoduje s naším výsledkem. Vlivem hliníku se tedy snižuje tvrdost vrstvy, neboť tvrdost se

během nanoindentační zkoušky měří v plastické oblasti, a tam se projevují vlastnosti hliníku.

Celkově můžeme říci, že nízká tvrdost vrstev je zapříčiněná přítomností odrazné vrstvy hliníku. Násobné vrstvy  $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$  zvyšují elasticitu vrstev a jejich celkovou abrazivní odolnost. Nicméně z hlediska průběhu spektrální odraznosti se jeví samostatná krycí vrstva z  $\text{MgF}_2$  jako nejvhodnější. Na druhou stranu, z hlediska odolnosti vrstev vůči mechanickému poškození se jeví vícenásobné sendvičové vrstvy jako slibnější.

## Závěr

Tématem bakalářské práce bylo experimentální ověření nasazení ochranných vrstev  $\text{HfO}_2/\text{MgF}_2$  na zrcadlově odrazné prvky v ultrafialové oblasti světelného spektra, přednostně v oblasti od 175 nm do 250 nm. Práce byla rozdělena do tří základních částí: teoretický základ, experimentální část a diskuze nad výsledky.

V teoretické části práce jsou uvedeny vlastnosti tenkých vrstev a jejich běžný výskyt, dále jsou popsány aplikace tenkých vrstev. V další kapitole jsou uvedeny základy fyziky tenkých vrstev. Z počátečních předpokladů je v bakalářské práci částečně odvozena matice přenosu a z ní odvozené příslušné koeficienty odraznosti a propustnosti. Teoretická část je ukončena popisem optimalizace tloušťky vrstev, která umožňuje vypočítat tloušťku vrstvy s nejvyšší možnou odrazností ochranné vrstvy ve zvolené oblasti vlnových délek, a výpočtem optimálních tlouštěk krycích vrstev pro jednotlivé systémy tak, aby vyhovovala našim požadavkům.

V praktické části bakalářské práce jsme se zabývali napařováním tenkých vrstev na substrát pomocí vakuové aparatury. Napařovali jsme tři typy vzorků: kalibrační a kontrolní, testovací a zrcadlové. Každý typ vzorku jsme použili pro jiný účel charakterizace. Při napařování systémů tenkých vrstev jsme napařovali dva nezávislé vzorky. Prvním krokem napařování byla kalibrace, která slouží k určení konečné hodnoty tloušťky tenké vrstvy.

V následující kapitole Charakterizace tenkých vrstev jsme se zabývali měřením a následné charakterizaci napařené tenké vrstvy. Měřili jsme spektrální odraznost na spektrofotometru Lambda850, proměřovali jsme rozptylové charakteristiky na vlnové délce 325 nm pomocí přístroje CASI. Následně jsme vzorky vyžihali ve speciální peci, a poté tato předešlá měření opakovali pro srovnání hodnot vzorků před vyžihání a po vyžihání. Následně proběhly mechanické testy tenkých vrstev pomocí nanoindentační techniky systémem NanoTest NT 600.

V poslední části bakalářské práce jsou uvedeny grafy s výsledky měření. Poté v kapitole Diskuze jsme provedli rozbor získaných výsledků.

## Literatura

- [1] The CBM Collaboration, *Technical Design Report for the CBM: Ring Imaging Cherenkov (RICH) Detector*, Eindhoven, The Netherlands, 2013.
- [2] KŘEPELKA, J. *Vybrané kapitoly z optiky tenkých vrstev*. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2014.
- [3] KŘEPELKA, J. *Optika tenkých vrstev*. Vydavatelství Univerzity Palackého, Olomouc, 1993.
- [4] KŘEPELKA, J. *Základy fyzikální optiky: VI. Optické tenké vrstvy*. Společná laboratoř optiky Univerzity Palackého a Fyzikálního ústavu Akademie věd České Republiky, Olomouc.
- [5] RANCOURT, J.D. *Optical thin films, User handbook*. New York: SPIE, 1996.
- [6] PULKER, H.K. *Coatings on glass*. 2nd edition. Amsterdam: Elsevier Science B.V., 1999.
- [7] UMRATH, W. *Fundamentals of Vacuum Technology*. Oerlikon leybold vacuum, 1990.
- [8] VAN NIJNATTEN, P.A., DE WOLF, J.M.C. a SCHOOF, I.J.E.. *Directional Reflection measurements on highly reflecting coatings*. Eindhoven, The Netherlands: OMT Solutions BV.
- [9] PECH, M. et al., Shape parameters measurement of ultralight mirrors, *Optik* 121 (2010) 1881.
- [10] PECH, M. *Charakterizace povrchu optických reflexních ploch*. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2012. ISBN 978-80-244-3073-7.
- [10] ČTVRTLÍK, R. *Fyzikální vlastnosti tenkých vrstev*. Olomouc, 2009. Disertační. Univerzita Palackého Olomouc.
- [11] ČTVRTLÍK, R., STRANYÁNEK, M., BOHÁČ, P. a JASTRABIK, L. *Možnosti měřicího systému NanoTest NT600*. Praha: Fyzikální ústav Akademie věd, 2005.
- [12] PTÁČEK, L. a kolektiv, *Nauka o materiálu I*. Akademické nakladatelství CERM, 2003.
- [13] VÁCLAVEK, L., TOMAŠTÍK, J., NOŽKA, L. a ČTVRTLÍK, R. Physical characterization of hafnium oxide thin films annealed in vacuum. *Key Engineering Materials*. Switzerland, 2018. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.784.134, ISSN 1662-9795.

## Seznam obrázků

Obrázek 1- Průběh odraznosti v závislosti na vlnové délce (a) antireflexní vrstvy (b) reflexní vrstvy ....	11
Obrázek 2 - Průběh odraznosti v závislosti na vlnové délce (a) šedého dielektrického filtru (b) děliče filtru typu horní propust' .....	11
Obrázek 3 - Průběh propustnosti v závislosti na vlnové délce (a) úzkopásmového filtru (b) polarizujícího filtru .....	12
Obrázek 4 - Geometrické uspořádání pro případ (a) s polarizované vlny, (b) p polarizované vlny.....	14
Obrázek 5 - Označení veličin v soustavě tenkých vrstev .....	14
Obrázek 6 - Orientace Poytingova vektoru soustavou tenkých vrstev.....	17
Obrázek 7- V části (a) je uvedena meritní funkce s globálními minimy zvláště pro $MgF_2$ a $HfO_2$ , v části (b) je uvedena meritní funkce s globálním minimem pro jednoduchý dvouvrstevný sendvič $HfO_2/MgF_2$ ..	20
Obrázek 8 - Pohled na vakuovou aparaturu VSI200A,, (a) pohled zvenčí, (b) pohled do nitra komory..	25
Obrázek 9 - (a) Napařovací spirála, (b) elektronové dělo .....	25
Obrázek 10 - V části (a) je uvedena odraznost kalibračního vzorku K43 ( $MgF_2$ ), v části (b) uvedena odraznost kalibračního vzorku K45 ( $HfO_2$ ) .....	27
Obrázek 11 - Režim V a W modulu V-W .....	31
Obrázek 12 - Schéma měřicího přístroje CASI .....	32
Obrázek 13 - (a) Pec pro vyžihání vzorků, (b) pohled dovnitř . .....	32
Obrázek 14 - (a) Schéma měřicího systému NanoTest <sup>TM</sup> NT 600 [11], (b) fotografie měřicího systému NanoTest <sup>TM</sup> NT 600 .....	34
Obrázek 15- V části (a) je uveden graf odraznosti kalibračního (v tomto případě i testovacího) vzorku K42 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti kalibračního (zde i testovacího) vzorku K43 s funkcí NRMSD .....	36
Obrázek 16 – V části (a) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z29 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z31 s funkcí NRMSD.....	36
Obrázek 17- V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z30, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z32.....	37
Obrázek 18- V části (a) je uveden graf odraznosti kalibračního (v tomto případě i testovacího) vzorku K42 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti kalibračního (zde i testovacího) vzorku K43 s funkcí NRMS.....	37
Obrázek 19 - V části (a) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z33 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z35 s funkcí NRMSD .....	38
Obrázek 20 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z34, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z36.....	38
Obrázek 21 - V části (a) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V77 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V78 s funkcí NRMSD .....	39
Obrázek 22 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V77, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V78. ....	39
Obrázek 23 - V části (a) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z37 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z39 s funkcí NRMSD .....	40
Obrázek 24 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z38, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z40 .....	40
Obrázek 25 - V části (a) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V79 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V80 s funkcí NRMSD.....	41
Obrázek 26 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V79, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V80. ....	41
Obrázek 27 - V části (a) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z41 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z43 s funkcí NRMSD .....	42

Obrázek 28 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z42, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z44. ....	42
Obrázek 29 - V části (a) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V84 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti testovacího vzorku V85 s funkcí NRMSD. ....	43
Obrázek 30 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V84, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou testovacího vzorku V85. ....	43
Obrázek 31 - V části (a) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z45 s funkcí NRMSD, v části (b) je uveden graf odraznosti zrcadlového vzorku Z47 s funkcí NRMSD. ....	44
Obrázek 32 - V části (a) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z46, v části (b) je uvedena závislost funkce BRDF na rozptylovém úhlu s difúzní složkou zrcadlového vzorku Z48. ....	44
Obrázek 33 - Graf difúzní odraznosti zrcadlových vzorků před a po vyžhání .....	45
Obrázek 34 V části (a) je uvedena tvrdost vrstev daných vzorků, v části (b) je uvedena kontaktní hloubka hrotu nanoindentoru .....	45
Obrázek 35 - V části (a) je uvedena abrazivní odolnost vrstev vzorků, v části (b) je uvedena tuhost vrstev vzorků pomocí redukovaného modulu pružnosti .....	46
Obrázek 36 - Graf podílu plastické deformace k celkové .....	46

## Seznam tabulek

<i>Tabulka 1 – Hodnoty optimálních tloušťek ochranných vrstev, platné pro rozsah 190-250 nm. ....</i>	<i>20</i>
<i>Tabulka 2 – Hodnoty tloušťek vrstev jednotlivých vzorků. ....</i>	<i>29</i>