

## ОПТИЧЕСКИЕ ЭЛЕМЕНТЫ НА ОСНОВЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ И ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ЛАЗЕРНЫХ СИСТЕМ

© 2004 г. Г. И. Бабаянц, канд. техн. наук; В. П. Смекалин; В. Г. Жупанов; К. Г. Бабаянц;  
П. Н. Вершинин; Е. В. Ключев

НИИ НПО "Луч", г. Подольск, Московская область

Представлены результаты технологических разработок по созданию лазерных зеркал на базе карбида кремния. Разработаны технологические приемы формирования крупногабаритных зеркал при минимальном весе 30–40 кг/м<sup>2</sup> и технология нанесения покрытий на лазерные зеркала с рабочими длинами волн от 193 нм и до 10,6 мкм.

Коды OCIS: 220.4610.

Поступила в редакцию 01.06.2004.

Карбид кремния на протяжении последних десятилетий привлекает к себе внимание специалистов-оптиков в силу уникального сочетания теплофизических и механических свойств (см. табл. 1).

В отличие от традиционных материалов металлооптики карбид кремния обладает высоким модулем упругости, высокой твердостью, низким коэффициентом теплового расширения и малым удельным весом. Кроме того, SiC имеет отличную коррозионную стойкость. Все это позволяет делать на базе карбида кремния легкие, с высокой стабильностью размеров зеркала различного назначения. Вместе с тем необходимо отметить, что реализация комплекса свойств в конкретных изделиях является чрезвычайно сложной технологической задачей. Карбид кремния, как известно, не имеет жидкой фазы и сколько-нибудь заметной пластичности, в связи с чем материалы на его основе не могут быть получены плавлением и деформированием. Частицы SiC представляют собой, как правило, монокристаллические образования с низкой концентрацией дефектов и незначительными отклонениями от стехиометрического соотношения, вследствие чего чрезвычайно затруднено его твердофазное спекание. В связи с этим большинство карбидокремниевых материалов представляют собой гетерогенные композиции, в которых отдельные зерна SiC соединены между собой связками, отличающи-

мися по своему составу и свойствам от основной фазы и по совокупности свойств значительно уступают SiC. В настоящее время наиболее реальным методом формирования плотных карбидокремниевых материалов следует признать метод реакционного спекания. Метод заключается в формировании композиции из порошкообразного карбида кремния и углерода с последующей пропиткой расплавленным кремнием при температуре 1550–1800 °С в инертной среде или в вакууме. В результате взаимодействия расплавленного кремния и углерода образуется SiC, который осаждается на зернах исходного карбида кремния в виде слоя так называемого вторичного SiC. Этот процесс приводит к образованию непрерывного карбидокремниевых каркаса с равномерно распределенной в нем кремниевой фазой [1].

С позиций металлооптики наличие в реакционно-спекенных материалах свободного кремния является их известным недостатком, который хотя и несколько снижает теплопроводность и прочность, но в большей степени отрицательно проявляется при создании высококачественной оптической поверхности, резко усложняя процесс ее суперфинишной доводки.

Как известно, однофазные изотропные материалы полируются существенно легче. В связи с этим несомненный интерес представляют методы, позволяющие получать плотные однофазные карбидокремниевые

Таблица 1. Характеристики материалов на основе карбида кремния

Характеристика	Сублимированный SiC	Реакционно-спекенный SiC (SiC+Si)	Реакционно-спекенный композит (SiC+Si+C)
Плотность $\times 10^3$ , кг/м <sup>3</sup>	3,2 ± 0,02	3,05 ± 0,05	2,35 ± 0,05
Пористость, %	0,1	1–2	1–2
Коэффициент теплового расширения $\times 10^6$ , К <sup>-1</sup>	2,8	2,8	2,8
Теплопроводность при 330 К, Вт/м К	200–250	180–200	80–100
Модуль упругости, ГПа	480–500	280–300	200–240
Предел прочности при изгибе, МПа	200–300	150–200	120–140

материалы. Такими методами могут быть метод газофазного синтеза из смеси галогенидов кремния и углеводородов или метод термического разложения метилхлорсиланов. Метод газофазной металлургии принципиально позволяет получить плотные материалы с регулируемой структурой и свойствами. В силу особенностей процессов осаждения метод пригоден для получения покрытий и тонкостенных изделий.

Еще одним методом получения однофазного карбида кремния является разработанный на нашем предприятии метод сублимации, в основу которого положен принцип физического испарения и конденсации. Процесс выращивания осуществляется при температуре 2350–2650 °С в среде аргона на газонепроницаемой углеродной подложке. Метод сублимации позволяет получить практически беспористый химически чистый осадок в виде пластин толщиной 3–20 мм и диаметром до 250 мм, в полной мере удовлетворяющих требованиям, предъявляемым к зеркалам для мощных лазеров.

Необходимость использования специализированного оборудования и газонепроницаемых подложек ограничивает возможности данного метода вышесказанными габаритами.

На базе метода реакционного спекания нами освоены технологии формирования основы зеркал различного назначения, включая как традиционные конструкции неохлаждаемой оптики и охлаждаемые зеркала для мощных лазерных систем, так и облегченные варианты зеркал с коэффициентом облегчения до 0,8–0,9 для информационных оптико-электронных систем и сканирующих зеркал телескопов. Технологическая схема производства зеркал включает в себя изготовление заготовки зеркала, ее механическую обработку, соединение элементов зеркал в изделие методом пайки, станочное сферошлифование оптической поверхности и ее доводку методами классического притира. По данной схеме могут быть изготовлены зеркала с точностью обработки оптической поверхности  $N < \lambda/4$ , местными ошибками  $\Delta N < 0,3$  мкм и шероховатостью  $R_a = 0,9$ –5 нм. При необходимости точность доводки оптической поверхности может быть повышена до  $\lambda/20$ – $\lambda/40$  с использованием метода автоматизированной доводки малоразмерным инструментом на станках типа АД по программам и технологическим приемам, разработанным НПО “Оптика” (Москва).

Для обеспечения работоспособности зеркал на их поверхность необходимо нанести отражающее покрытие на требуемые длины волн.

Чтобы создать качественное многослойное покрытие, необходимо решить три основные задачи [2]:

– рассчитать покрытие, обеспечивающее заданные спектральные характеристики, т. е. определить

число пленок, показатели преломления, толщины и порядок чередования слоев в покрытии;

– получить пленки с заданными оптическими и механическими свойствами;

– нанести пленки рассчитанных толщин.

Синтез покрытий с заданными спектральными свойствами – задача весьма сложная и в общем виде до сих пор не решенная. Решение этой задачи требует нахождения минимума функции многих переменных (толщин слоев). Поиск можно осуществить многими способами, но ни один из них не гарантирует нахождения глобального минимума. В таких задачах очень важно иметь хорошее начальное приближение, так как большинство программ синтеза находят только ближайший локальный минимум. Поэтому, если решение в этом минимуме не удовлетворяет заданным требованиям, надо искать другое начальное приближение и другой локальный минимум. Для расчета покрытий со сложными спектральными характеристиками мы используем метод антиградиентного спуска в комбинации со случайным поиском. С помощью случайного поиска находят начальные приближения, а затем методом антиградиентного спуска – основное решение.

На практике для изготовления большинства лазерных зеркал, как правило, не требуется проводить сложных расчетов и достаточно иметь программу, обеспечивающую расчет спектральных характеристик системы тонких пленок. Только в последнее время в связи с появлением новых лазерных систем и мощных источников накачки на основе лазерных диодов стали изготавливать зеркала, в которых требуются определенные коэффициенты отражения  $\tau_{отр}$  и/или пропускания  $\tau_{пр}$  на нескольких длинах волн.

Покрытия, нанесенные такими традиционными методами, как резистивное и реактивное электронно-лучевое испарение, обладают рядом недостатков, а именно: недостаточно высокой стойкостью к лучевым нагрузкам, недостаточной механической стабильностью, высокой пористостью и, как следствие, низкой стойкостью к воздействию влаги. Все это заставляет исследователей искать новые методы нанесения покрытий. Метод электронно-лучевого напыления с ионным assisteрованием (IAD – ion assisting deposition) активно развивался последние два десятилетия, и на сегодняшний день с помощью именно этого метода изготавливаются оксидные зеркала с самыми высокими пороговыми лучевыми характеристиками на длины волн от ультрафиолетового (248 нм) до среднего ИК диапазона.

Основная трудность, с которой сталкиваются изготовители тонкопленочных покрытий, заключается в том, что свойства напыляемых пленок отличаются от свойств массивного материала. Отличие

Таблица 2. Характеристики диэлектрических лазерных зеркал и покрытий для них

Рабочий спектральный диапазон, мкм	Зеркала			Просветляющие покрытия
	Материалы слоев	$\tau_{отр макс}, \%$	Лучевая стойкость	$\tau_{отр мин}, \%$
0,193	MgF <sub>2</sub> / LaF <sub>3</sub> MgF <sub>2</sub> / NdF <sub>3</sub>	98	2 Дж/см <sup>2</sup> 25 нс	< 0,2
0,248–0,308	SiO <sub>2</sub> / Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> SiO <sub>2</sub> / HfO <sub>2</sub>	99,6	3 Дж/см <sup>2</sup> 25 нс	< 0,1
0,53–1,06	SiO <sub>2</sub> / ZrO <sub>2</sub>	99,9	30 Дж/см <sup>2</sup> 10 нс, 10 Гц	< 0,1
2,94	SiO <sub>2</sub> / ZrO <sub>2</sub>	99,8	500 Дж/см <sup>2</sup> 300 мкс	< 0,1
10,6	ThF <sub>4</sub> / ZnSe	99,8	В непрерывном режиме определяется конструкцией зеркала	< 0,3

выражается в отклонении от стехиометричного состава, в пониженных плотности и показателе преломления и повышенном коэффициенте поглощения. Использование мощных ионных источников при нанесении покрытий позволяет получать исключительно плотные, компактные диэлектрические пленки с высокой адгезией к подложке, минимальной пористостью и очень малым содержанием влаги, а использование криогенной откачки полностью исключает примеси органического происхождения в пленках. Следует отметить, что использование ионного ассистирования позволяет добиться для большинства окислов при комнатной температуре таких значений показателей преломления и поглощения покрытий, которые невозможно получить реактивным испарением даже при температуре подложки 300 °С. Применение ионного ассистирования смесью кислорода с ксеноном для ряда материалов позволяет добиться показателя преломления, а значит, и плотности массивного материала, т. е. получить пленки с минимальной пористостью и, как следствие, с крайне малым содержанием воды (что особенно важно для диапазона длин волн 2,7–3,0 мкм, соответствующего полосе поглощения воды). Использование нанесения с ионным ассистированием позволило значительно повысить порог лазерного повреждения покрытий. На нашем предприятии для нанесения оптических покрытий используются вакуумные установки "Leybold-Heгаues", оснащенные системами криогенной откачки, обеспечивающими получение безмасляного вакуума выше  $4 \times 10^{-7}$  мбар, современными электронно-лучевыми пушками, а также полным набором средств контроля параметров процессов нанесения покрытий. Важнейшими из них являются системы поддержания скорости нанесения покрытий и системы контроля оптической толщины слоев. Широкополосный фотометрический контроль позволяет нано-

суть неравнотолщинные покрытия с ошибкой менее 1 %. Такой метод контроля был реализован нами с использованием спектрофотометра с вогнутой голографической дифракционной решеткой, у которой для диапазона длин волн 460–900 нм спектр располагается не на круге Роуанда, а на плоскости. Это позволило проводить регистрацию спектра ПЗС-линейкой фотоприемников. В процессе нанесения покрытий реальный спектр, получаемый на контрольном образце, выводится на экран компьютера вместе с расчетным спектром, и напыление прекращается при максимальном совпадении спектров. В табл. 2 указаны некоторые виды покрытий для лазерных зеркал, серийно изготавливаемых в НИИ НПО "Луч".

Применение метода IAD позволило получать стабильно воспроизводимые высокие характеристики при напылении оптических покрытий. Высокий уровень их лучевой стойкости и механической стабильности практически недостижим при использовании традиционных методов нанесения.

Использование компьютеризованного расчета многослойных покрытий и автоматического управления параметрами процессов напыления обеспечивает высокую повторяемость спектральных характеристик получаемых покрытий и их механических свойств от процесса к процессу.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Бабаянц Г.И., Смекалин В.П. и др. Отчет по НИР "Исследования по разработке технологии изготовления охлаждаемых отражателей из материалов на основе карбида кремния". Подольск, НИИ НПО "Луч", 1980.
2. Бабаянц Г.И., Жупанов В.Г., Клюев Е.В. Нанесение лазерных покрытий методом испарения с ионным ассистированием // Материалы девятой конференции "Вакуумная наука и техника". М.: МИЭМ, 2002. С. 149–153.