## 02;13

## Финишная обработка поверхности монокристаллов титанил-фосфата калия кластерными ионами аргона

© Н.Г. Коробейщиков, И.В. Николаев, М.А. Роенко

Новосибирский государственный университет, Новосибирск, Россия E-mail: korobei@ci.nsu.ru

Поступило в Редакцию 14 декабря 2018 г. В окончательной редакции 14 декабря 2018 г. Принято к публикации 21 декабря 2018 г.

> Продемонстрирована возможность использования пучка кластерных ионов аргона для финишной обработки сверхгладких поверхностей (начальная шероховатость менее 0.3 nm) монокристаллов титанил-фосфата калия. С использованием функции спектральной плотности мощности шероховатости поверхности показано, что воздействие кластерных ионов приводит к удалению остаточных химических загрязнений в приповерхностном слое и дополнительному сглаживанию поверхности в широком диапазоне пространственных частот шероховатости ( $\nu = 0.2 - 100 \, \mu m^{-1}$ ).

DOI: 10.21883/PJTF.2019.06.47496.17646

Монокристаллы титанил-фосфата калия (КТіОРО<sub>4</sub>, КТР) сегодня являются одним из самых востребованных нелинейных оптических материалов. Благодаря своим превосходным оптическим характеристикам (широкий диапазон прозрачности, большие электрооптические коэффициенты, высокая лучевая стойкость, температурная стабильность и т.д.) монокристаллы КТР эффективно используются для преобразования частоты излучения мощных лазеров, электрооптической модуляции и параметрической генерации излучения видимого и инфракрасного диапазонов, создания элементов интегральной оптики и др. [1–3].

Известно, что рабочие характеристики оптических элементов в значительной мере определяются качеством финишной обработки их функциональных поверхностей. Поэтому совершенствование существующих технологий и развитие новых методов представляют собой актуальную задачу. Одним из перспективных инструментов модификации поверхности являются пучки газовых кластерных ионов. Показано, что благодаря нелинейным эффектам коллективного взаимодействия падающих кластеров с твердым телом и возможности независимо регулировать их размеры и кинетическую энергию можно сглаживать поверхности различных материалов с минимальным повреждением структуры обрабатываемого материала [4–6].

Чаще всего для характеристики топографии поверхности твердых тел используются амплитудные параметры шероховатости: среднеквадратичная  $R_q$  или среднеарифметическая  $R_a$  шероховатости. Однако для оптических материалов важнейшей комплексной характеристикой качества поверхности является функция спектральной плотности мощности шероховатости (СПМ, power spectral density, PSD), которая представляет собой спектр распределения амплитуд профиля по различным пространственным частотам и позволяет оценить рассеяние света на границе двух сред [7]. В настоящей работе с использованием СПМ-функций исследовано влияние пучка кластерных ионов аргона на топографию поверхности монокристаллов КТР.

Использовались коммерческие образны монокристаллов КТР, произведенные ЗАО "Сибирский монокристалл-ЭКСМА", с ориентацией углов  $\theta = 90^{\circ}$ ,  $\varphi = 24^{\circ}$ . Исходные поверхности образцов были предварительно обработаны методом химико-механической полировки. Известно, что остаточные химические загрязнения полировальными веществами приповерхностного слоя глубиной в десятки нанометров могут служить центрами-прекурсорами, влияющими на порог лазерного повреждения, срок службы и другие характеристики оптических элементов [8]. Для удаления загрязненного слоя монокристаллы КТР были обработаны газовыми кластерными ионами, сформированными при истечении аргона особой чистоты (чистота газа не менее 99.999%).

Эксперименты проводились на экспериментальном стенде КЛИУС [9] с использованием пучка не сепарированных по размерам кластерных ионов при нормальном угле падения на поверхность. Ранее [10] было показано, что коэффициент распыления для несепарированного кластерного пучка аргона определяется удельной энергией на один атом в кластере  $E = E_{cl,ion}/N_{mean}$ , где E<sub>cl.ion</sub> — кинетическая энергия кластерных ионов, N<sub>mean</sub> — их средний размер. С учетом этого обработка проводилась при среднем размере кластерных ионов  $N_{mean} = 800$  atom/cluster в два этапа. Половина дозы достигнута при большей энергии кластерных ионов ( $E_{cl,ion} = 22.5 \,\text{keV}$ ) в режиме эффективного распыления мишени. Затем энергия была понижена до 10 keV, соответственно удельная энергия, приходящаяся на один атом в кластере, составляла 12.5 eV/atom. На поверхности образца плотность тока пучка кластерных ионов составляла 0.4 µA/cm<sup>2</sup>, что при данном значении N<sub>mean</sub> эквивалентно ионному току мономеров 0.32 mA/cm<sup>2</sup>. Это обеспечивало воздействие на мишень,



**Рис. 1.** АСМ-изображения поверхности монокристалла КТР для области сканирования 100 × 100 и 2 × 2 µm. *a*, *b* — до обработки; *c*, *d* — после обработки.

сравнимое с воздействием пучка низкоэнергетических ионов-мономеров [11], при минимальном возмущении подповерхностной структуры мишени благодаря низкой удельной энергии. Суммарная доза облучения кластерными ионами была равна  $1.9 \cdot 10^{16}$  cm<sup>-2</sup>, в результате полная глубина распыленного слоя составила 40 nm

(определена путем измерения ступеньки, сформированной маскированием части образца).

Исследование морфологии поверхности выполнялось с использованием атомно-силового микроскопа (ACM) NT MDT Integra HD. Измерения проводились в нескольких разнесенных областях поверхности с разрешением

Размеры области сканирования	До обработки		После обработки	
	$R_q$ , nm	$\sigma_{eff}$ , nm	$R_q$ , nm	$\sigma_{eff}$ , nm
$100 \times 100 \mu \mathrm{m}$	0.28	0.28	0.25	0.24
$40 \times 40 \mu \mathrm{m}$	0.26	0.29	0.25	0.22
$2 \times 2 \mu m$	0.28	0.27	0.12	0.10

Шероховатость поверхности монокристаллов КТР до и после обработки



**Рис. 2.** Функции спектральной плотности мощности шероховатости до и после обработки при разных размерах области сканирования.

1024 × 1024 пикселей при разных размерах области сканирования (100 × 100, 40 × 40, 2 × 2 $\mu$ m), что позволяет достоверно контролировать топографию поверхности в широком диапазоне пространственных частот: от 0.01 до 100 $\mu$ m<sup>-1</sup>. По измеренным профилям строились СПМ-функции, исходя из которых определялась эффективная шероховатость поверхности  $\sigma_{eff}$  [12].

В таблице приведены исходные значения шероховатости, полученные осреднением результатов по нескольким областям измерений. Благодаря оптимально подобранным концентрации травителя и малой зернистости абразива (для финишной полировки использовалась суспензия с диаметром зерна  $0.5\,\mu$ m) исходные образцы обладают сверхгладкой поверхностью с субнанометровой шероховатостью ( $R_q$ ,  $\sigma_{eff} < 0.3$  nm). Параметры шероховатости после обработки, приведенные в таблице, показывают, что шероховатость заметно уменьшилась, особенно на области сканирования  $2 \times 2\,\mu$ m.

На рис. 1 представлены АСМ-изображения поверхности монокристалла КТР, полученные до и после обработки кластерными ионами при размерах области сканирования  $100 \times 100$  и  $2 \times 2 \mu$ m. На исходной поверхности присутствуют только очень мелкие борозды: максимальная высота неровностей  $R_t$  для области размером  $100 \times 100 \,\mu$ m составляет 2.54 nm. Видно, что в результате распыления глубина мелких царапин значительно уменьшилась, их границы стали более размы

тыми. Максимальная высота неровностей *R<sub>t</sub>* составляет 1.71 nm.

На рис. 2 приведены функции СПМ шероховатости исходной поверхности монокристаллов КТР и поверхности после обработки кластерами. Видно, что в результате обработки шероховатость значительно понизилась как в среднечастотном ( $\nu = 0.01 - 1\,\mu m^{-1}$ ), так и в высокочастотном ( $\nu = 1 - 100\,\mu m^{-1}$ ) диапазонах шероховатости. Как и для плавленого кварца [12], в результате обработки кластерами аргона эффективно сгладились неровности с характерными размерами 5 $\mu$ m и меньше ( $\nu > 0.2\,\mu m$ ), что весьма актуально для оптических поверхностей.

Таким образом, на основе полученных результатов можно сделать следующие выводы. Обработка поверхности монокристаллов титанил-фосфата калия кластерными ионами аргона с малой удельной энергией позволяет не только удалять остаточные химические загрязнения приповерхностного слоя, но и сглаживать исходную поверхность с субнанометровой шероховатостью в высокочастотном и среднечастотном диапазонах. Можно предположить, что при подборе соответствующих режимов кластерные пучки аргона могут использоваться для суперфинишной обработки функциональных поверхностей оптических элементов из различных кристаллических материалов.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ (грант 11.1402.2017) и Российского фонда фундаментальных исследований (грант 17-01-00512/17).

## Список литературы

- Satyanarayan M.N., Deepthy A., Bhat H.L. // Crit. Rev. Solid State Mater. Sci. 1999. V. 24. P. 103–191.
- [2] Сорокина Н.И., Воронкова В.И. // Кристаллография. 2007. Т. 52. № 1. С. 82–95.
- [3] Mamrashev A., Nikolaev N., Antsygin V., Andreev Y., Lanskii G., Meshalkin A. // Crystals. 2018. V. 8. P. 310.
- [4] Yamada I., Matsuo J., Toyoda N., Aoki T., Seki T. // Cur. Opin. Solid State Mater. Sci. 2015. V. 19. P. 12–18.
- [5] Insepov Z., Hassanein A., Norem J., Swenson D.R. // Nucl. Instr. Meth. B. 2007. V. 261. P. 664–668.
- [6] Иешкин А.Е., Кушкина К.Д., Киреев Д.С., Ермаков Ю.А., Черныш В.С. // Письма в ЖТФ. 2017. Т. 43. В. 2. С. 18–23.
- [7] Duparre A., Ferre-Borrull J., Gliech S., Notni G., Steinert J., Bennett J.M. // Appl. Opt. 2002. V. 41. P. 154–171.
- [8] Wang Y., Zhao Y., Xie X., Hu G., Yang L., Xu Z., Shao J. // Opt. Lett. 2016. V. 41. P. 1534–1537.
- [9] Korobeishchikov N.G., Penkov O.I. // Vacuum. 2016. V. 125.
  P. 205–208.
- [10] Korobeishchikov N.G., Nikolaev I.V., Roenko M.A., Atuchin V.V. // Appl. Phys. A. 2018. V. 124. P. 833.
- [11] Chkhalo N.I., Kirsanov A.V., Luchinin G.A., Malshakova O.A., Mikhailenko M.S., Pavlikov A.I., Pestov A.E., Zorina M.V. // Appl. Opt. 2018. V. 57. P. 6911–6915.
- [12] Korobeishchikov N.G., Nikolaev I.V., Roenko M.A. // Nucl. Instr. Meth. B. 2019. V. 438. P. 1–5.