

УДК 538.971

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТРАВЛЕНИЯ ИОННЫМИ ПУЧКАМИ НА ШЕРОХОВАТОСТЬ ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО САПФИРА

© 2023 г. М. С. Михайленко^а, *, А. Е. Пестов^а, М. В. Зорина^а,
А. К. Чернышев^а, Н. И. Чхало^а, И. Э. Шевчук^а

^аИнститут физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, 603950 Россия

*e-mail: mikhaylenko@ipmras.ru

Поступила в редакцию 11.12.2022 г.

После доработки 05.02.2023 г.

Принята к публикации 05.02.2023 г.

Для повышения средней и пиковой мощности современных лазерных систем появилась необходимость в новых материалах или возможностях модификации имеющихся для создания композитов на их основе. Такие композитные материалы с применением оптических материалов с высокой теплопроводностью могут послужить для отведения тепла от активной среды. Такую же задачу должны решать подложки рентгенооптических элементов, работающих под мощными пучками синхротронного излучения. Одним из перспективных материалов для этих целей выступает монокристаллический сапфир, так как обладает достаточно высокой теплопроводностью ($\sim 23\text{--}25$ Вт/(м · К) при 323 К) и низким температурным коэффициентом линейного расширения ($\sim 10^{-6}$ К⁻¹ при $T = 323$ К). В настоящей работе изучено влияние энергии и углов падения ионов аргона на поверхность образца на поверхностную шероховатость a -среза (1120) монокристаллического сапфира. В ходе работы был продемонстрирован эффект сглаживания шероховатости поверхности на 30% относительно исходного значения в диапазоне пространственных частот $0.049\text{--}63$ мкм⁻¹. Также показана возможность ионной обработки образцов, в частности, при углах падения ионов $\pm 40^\circ$ на поверхность образца значение ее эффективной шероховатости не сильно изменяется, что позволяет проводить локальную коррекцию ошибок формы объекта, не приводя к значительным изменениям качества поверхности.

Ключевые слова: монокристаллический сапфир, ионное травление, шероховатость поверхности, физическое распыление.

DOI: 10.31857/S1028096023120154, EDN: BDOLQV

ВВЕДЕНИЕ

Монокристаллический сапфир в силу своих теплофизических свойств рассматривают как один из перспективных материалов для отвода тепла от оптических элементов, работающих под высокими тепловыми нагрузками [1–6]. В такой роли он может быть интересен в качестве подложек многослойных рентгеновских зеркал, устанавливаемых под мощными пучками синхротронного излучения, особенно это важно для первичных оптических элементов. Другой перспективной областью для применения монокристаллического сапфира является отведение тепла от активных элементов современных лазерных систем. Одним из возможных способов достижения этих целей является создание композитных материалов [7], чаще всего это достигается посадкой материалов на оптический контакт. При таком контакте материа-

лы сближаются настолько, что имеет место уже силы межмолекулярных связей, и их практически невозможно разделить или сдвинуть друг относительно друга, а главное, падающее излучение почти не отражается от границы раздела (коэффициенты отражения на уровне $\sim 10^{-4}\text{--}10^{-7}$).

В обоих случаях принципиальным является обеспечение минимальной шероховатости ($\sigma_{\text{eff}} < 0.5$ нм) поверхности и высокая точность ее формы [8]. Однако получение качественных поверхностей из монокристаллического сапфира с шероховатостью менее 0.5 нм является сложной задачей. Одной из перспективных методик, позволяющих проводить коррекцию формы поверхности и позволяющих сглаживать шероховатость поверхности является травление ионными пучками, которая активно применяется для широкого круга оптических материалов [9–11].

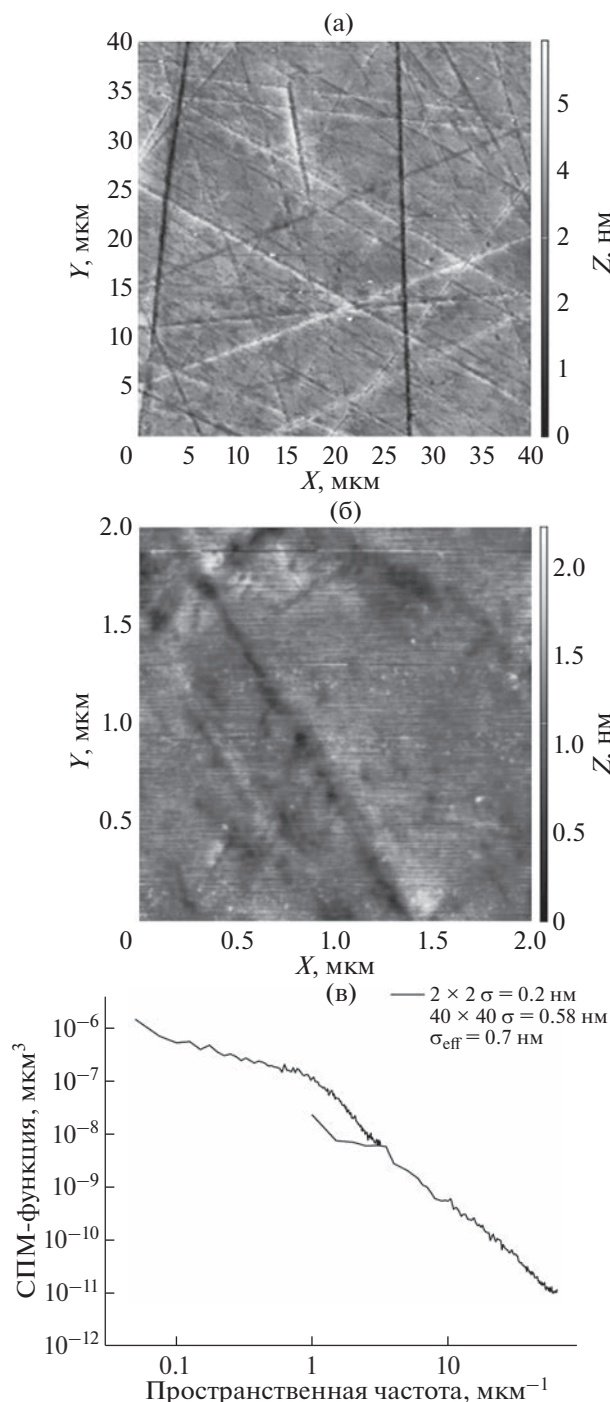


Рис. 1. АСМ-изображения исходной поверхности монокристаллического сапфира размером 2×2 (а) и 40×40 мкм (б) и соответствующий СПМ-функция поверхности (в).

Настоящая работа посвящена исследованию влияния травления ионными пучками на шероховатость поверхности α -среза ($11\bar{2}0$) монокристаллического сапфира повернутого на 3° от **п**. Распыление монокристаллов существенно отли-

чается от распыления аморфных материалов, немонотонной угловой зависимостью коэффициента распыления ввиду наличия упорядоченной структуры, что приводит к таким эффектам как каналирование и фокусировка импульса атомов отдачи в сторону наиболее плотной упаковки [12–14].

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

В качестве образцов использовали диски из α -среза ($11\bar{2}0$) монокристаллического сапфира, повернутого на 3° от вектора нормали к поверхности, диаметром 25 мм и толщиной 3 мм. Ориентация кристалла определена методом дифракции рентгеновских лучей. Эффективная шероховатость σ_{eff} составила $\sim 0.7 \text{ nm}$ в диапазоне пространственных частот $\nu 0.049\text{--}63 \text{ мкм}^{-1}$. Эксперименты проводили на установке для ионного травления [15], оснащенной источником ускоренных ионов КЛАН-103М (с термокатодом) с квазипараллельным ионным пучком, накальным нейтрализатором для работы с диэлектрическими материалами и поворотным столиком, с помощью которого задавали угол падения ионов на поверхность образца. Во всех экспериментах использовали рабочий газ Ag. Контроль глубины травления проводили путем закрытия части поверхности образца маской. В результате ионного травления на границе маски формировалась ступенька, высоту которой измеряли с помощью интерференционного микроскопа белого света TalySurf CCI2000. Для адекватного сравнения влияния ионного травления на шероховатость поверхности измерения шероховатости проводили при травлении материала на глубину порядка 1 мкм и более. Шероховатость поверхности оценивали по методике, основанной на построении функции спектральной плотности мощности функции шероховатости (СПМ-функции) по данным измерений методом атомной силовой спектроскопии (АСМ) с помощью микроскопа Ntegra Prima (NT-MDT). Измерительный стенд и методика подробно описаны в работе [16].

На рис. 1 приведены АСМ-изображения исходной поверхности монокристаллического сапфира размером 2×2 и $40 \times 40 \text{ мкм}$, а также соответствующие им спектры и значения эффективной шероховатости σ_{eff} , которая определяется площадью под кривой СПМ-функции.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В ходе работы были получены экспериментальные зависимости скорости травления от энергии энергии ускоренных ионов аргона, а также от

угла их падения на поверхность образца. На рис. 2 приведены зависимости скорости травления и значения эффективной шероховатости от энергии ионов, а также расчетная зависимость коэффициента распыления, полученная с помощью программного пакета TRIM08.

Из полученных зависимостей видно, что расчетная и экспериментальная кривые имеют схожий вид и при значении энергии 800 эВ еще не выходят на насыщение. Также из рис. 2б можно заметить, что для всех значений энергии ионов наблюдается сглаживание исходной шероховатости, а наименьшее значение эффективной шероховатости в диапазоне пространственных частот 0.049–63 мкм⁻¹ достигается при $E_{\text{ион}} = 700$ эВ. Соответствующие этой энергии АСМ-изображения и СПМ-функция шероховатости приведены на рис. 3.

На рис. 3б можно видеть, что следы механической полировки сгладились после ионного травления, что и проявилось на спектре в виде снижения значения СПМ-функции при значении пространственной частоты >0.1 мкм⁻¹.

Исходя из полученных данных была проведена серия экспериментов по изучению скорости травления и влиянию углов падения ионов на поверхность образца на значение шероховатости поверхности при энергии ионов 700 эВ. На рис. 4 приведены полученные зависимости, а также для сравнения приведен расчетный коэффициент распыления аморфного Al₂O₃.

На рис. 4в присутствуют 2 точки перегиба, а сама кривая имеет вид, соответствующий зависимости $\sim 1/\cos\Theta$, где угол Θ – угол падения ионов на поверхность образца в градусах. Такая зависимость характерна для практически всех аморфных материалов [17, 18]. В то же время кривая на рис. 4а имеет иной вид, с максимумом значения скорости травления (пропорциональным коэффициенту распыления) при углах падения 40°, что подтверждает наличие кристаллической структуры в изучаемых образцах. Важным вопросом является сравнение данных о скорости травления сапфира с таковым для других материалами. Согласно работам [17, 18], скорость травления монокристаллического Si $V_{\text{тр}} \sim 50$ нм/мин, а SiO₂ $V_{\text{тр}} \sim 35$ нм/мин при параметрах ионного пучка $E_{\text{ион}} = 700$ эВ, $J = 0.7$ мА/см², $\Theta = 0^\circ$, в то время как скорость травления сапфира при этих параметрах составляет $V_{\text{тр}} \sim 7.5$ нм/мин. Такие значения скорости травления позволяют создавать форму на поверхности сапфиров с относительно большой стрелкой прогиба.

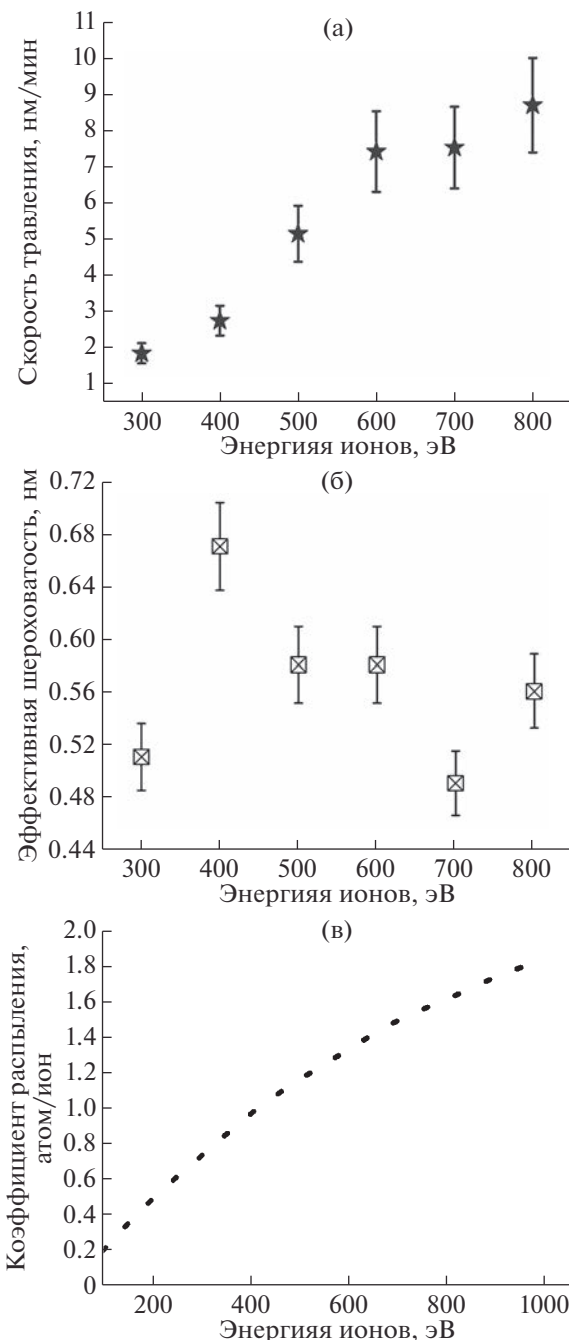


Рис. 2. (а) Экспериментальная зависимость скорости травления монокристаллического сапфира от энергии ионов аргона; (б) экспериментальная зависимость значения эффективной шероховатости поверхности монокристаллического сапфира от энергии ионов аргона; (в) расчетная зависимость коэффициента распыления сапфира от энергии ионов аргона.

Если говорить про поведение шероховатости, то наилучший результат был получен при нормальном падении ионов на поверхность. При значениях углов падения 20°–40° значение эффективной шероховатости практически не изме-

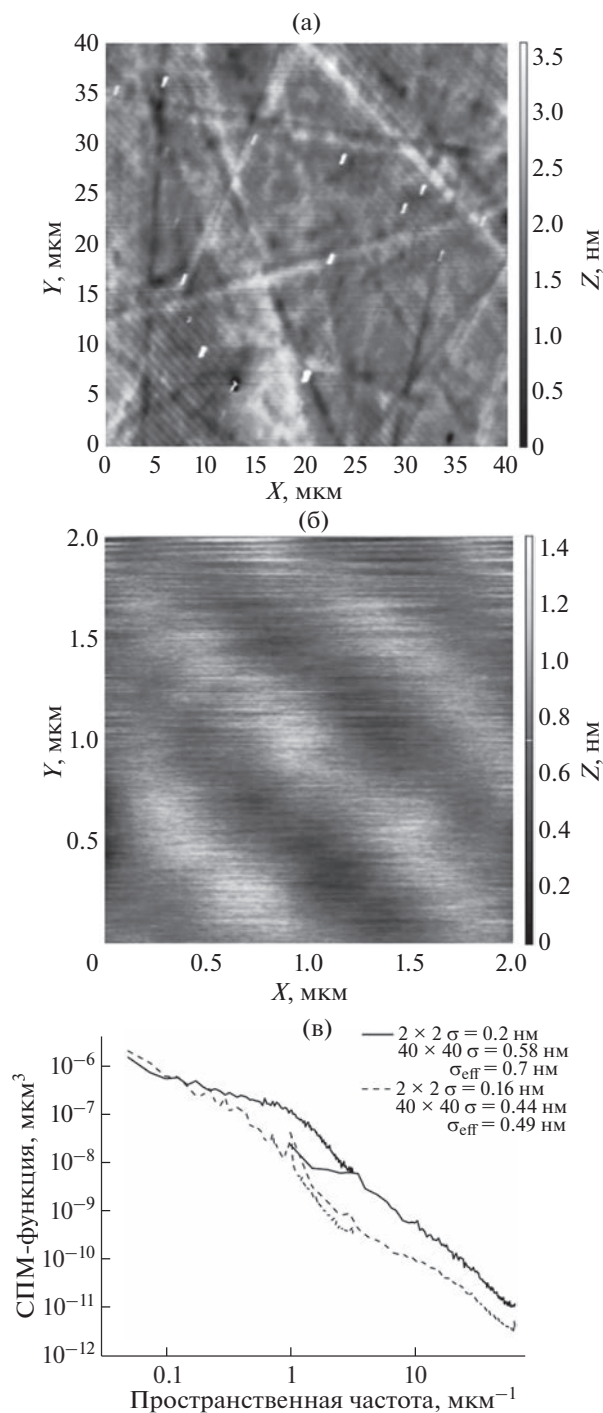


Рис. 3. АСМ-изображения поверхности монокристаллического сапфира размером 2×2 (а) и 40×40 мкм (б) после обработки ускоренными ионами аргона с энергией 700 эВ при плотности ионного тока 0.7 mA/cm^2 ; пространственный спектр шероховатости (в).

нялось, кроме малых отклонений в области высоких пространственных частот ($3.7\text{--}63.5 \text{ мкм}^{-1}$), что продемонстрировано на рис. 5а. В то же время при углах 60° на поверхности начинает прояв-

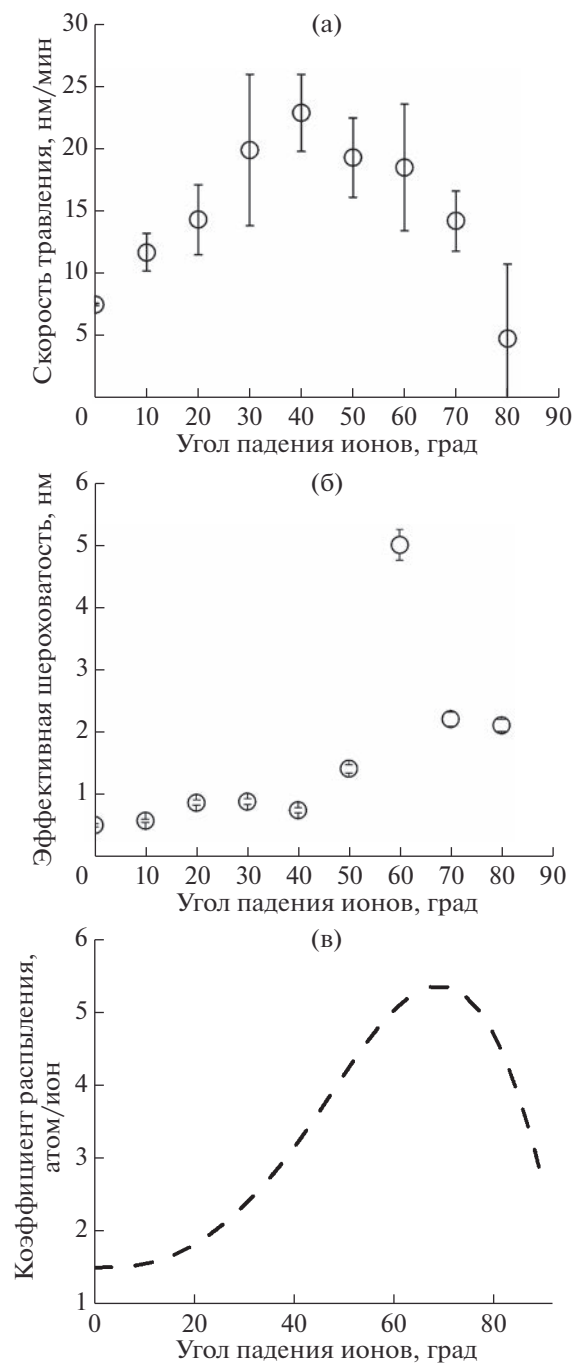


Рис. 4. (а) Экспериментальная зависимость скорости травления монокристаллического сапфира от угла падения ионов аргона; (б) экспериментальная зависимость значения эффективной шероховатости поверхности монокристаллического сапфира от угла падения ионов аргона; (в) расчетная зависимость коэффициента распыления сапфира от угла падения ионов аргона.

ляться волнистая структура (“ripples”) [19]. АСМ кадры такой структуры приведены на рис. 5б.

Исследование показало, что травление ускоренными ионами аргона может быть использовано

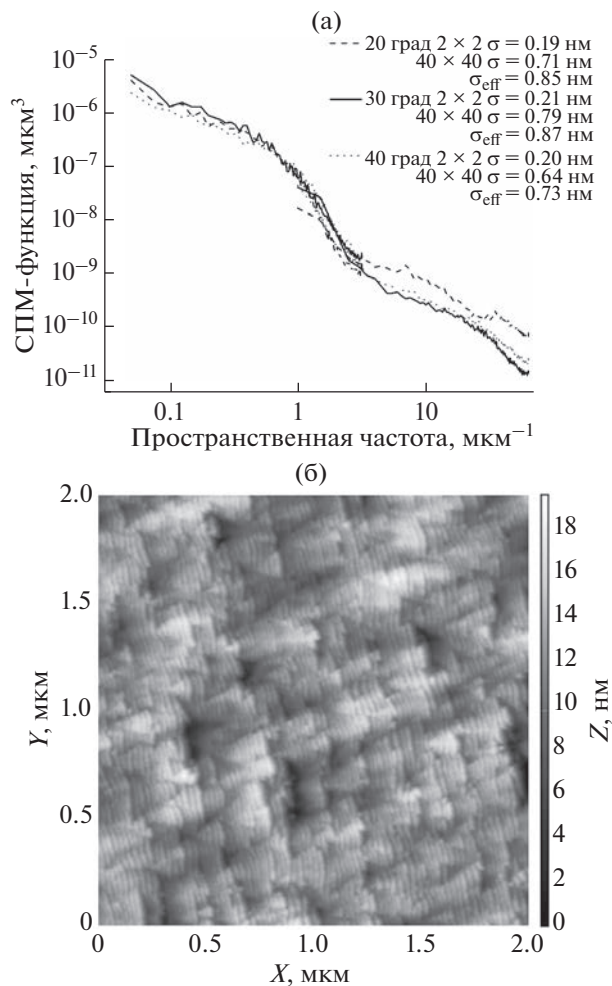


Рис. 5. (а) СПМ-функции поверхностей, облученных ускоренными ионами аргона с энергией 700 эВ, соответствующие углам падения пучка на поверхность образца 20°–40°; (б) Волнообразная структура на поверхности образца, полученная в результате травления ионами аргона при падении пучка под углом 60° к поверхности образца.

для обработки поверхности монокристаллического сапфира с сохранением и даже незначительным сглаживанием шероховатости поверхности.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе изучено влияние энергии и углов падения ионов аргона на шероховатость поверхности монокристаллического сапфира. В ходе работы был продемонстрирован эффект сглаживания шероховатости поверхности на 30% относительно исходного значения шероховатости в диапазоне пространственных частот 0.049–63 мкм⁻¹. Также показана возможность ионной обработки таких поверхностей, в частности, при углах падения ионов $\pm 40^\circ$ на поверхность образца значение эф-

фективной шероховатости не сильно изменяется, что позволяет проводить локальную коррекцию ошибок формы и формировать поверхность с требуемыми параметрами. Скорость травления сапфира при таких параметрах является достаточно высокой $V_{\text{тр}} \sim 23$ нм/мин, что, конечно, ниже чем у традиционных оптических материалов, но достаточно для применения методов ионно-пучковой обработки.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (соглашение № 075-15-2021-1362) и с использованием оборудования ЦКП “Физика и технологии микро- и наноструктур” при ИФМ РАН. Исследования образцов выполнены в лаборатории диагностики радиационных дефектов в твердотельных наноструктурах ИФМ РАН при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (г/з № 0030-2021-0030).

Конфликт интересов: Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Furuse H., Koike Y., Yasuhara R. // Opt. Lett. 2018. V. 43. Iss. 13. P. 3065. <https://doi.org/10.1364/OL.43.003065>
2. Boley C.D., Rubenchik A.M. // Appl. Opt. 2013. V. 52. Iss. 14. P. 3329. <https://doi.org/10.1364/AO.52.003329>
3. De Zanet A., Casalegno V., Salvo M. // Ceram. Int. 2021. V. 47. Iss. 6. P. 7307. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.11.146>
4. Morán-Ruiz A., Vidal K., Larranaga A., Montero R., Arriortua M.I. // Int. J. Hydrogen Energy. 2016. V. 41. Iss. 38. P. 17053. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.07.122>
5. Freitas A.Z., Freschi L.R., Samad R.E., Zezell D.M., Gouw-Soares S.C., Vieira N.D., Jr. // Laser Phys. Lett. 2010. V. 7. P. 236. <https://doi.org/10.1002/lapl.200910133>
6. Soares L.E.S., Martin A.A., Pinheiro A.L.B. Degree of conversion in dental resins polymerized by Argon laser, halogen lamp and LED: a Raman study // Lasers in Dentistry IX. 2003, San Jose, CA, US. V. 4950. P. 229. <https://doi.org/10.1117/12.476445>
7. Kuznetsov I., Pestov A., Mukhin I., Volkov M., Zorina M., Chkhalo N., Palashov O. // Opt. Lett. 2020. V. 45. Iss. 2. P. 387. <https://doi.org/10.1364/OL.384898>
8. Mikhailenko M.S., Zorina M.V., Kuznetsov I.I., Palashov O.V., Pestov A.E., Chkhalo N.I. // Technical Physics. 2020. V. 65. № 11. P. 1828. <https://doi.org/10.1134/S1063784220110286>
9. Mikhailenko M.S., Pestov A.E., Chkhalo N.I., Zorina M.V., Chernyshev A.K., Salashchenko N.N., Kuznetsov I.I. // Appl. Opt. 2022. V. 61. Iss. 10. P. 2825. <https://doi.org/10.1364/AO.455096>

10. *Mikhailenko M.S., Chkhalo N.I., Churin S.A., Pestov M.A.E., Polkovnikov V.N., Salashchenko N.N., Zorina M.V.* // Appl. Opt. 2016. V. 55. Iss. 6. P. 1249. <https://doi.org/10.1364/AO.55.001249>
11. *Chkhalo N.I., Churin S.A., Pestov A.E., Salashchenko N.N., Vainer Yu.A., Zorina M.V.* // Opt. Express. 2014. V. 22. Iss. 17. P. 20094. <https://doi.org/10.1364/OE.22.020094>
12. *Onderdelinden D.* // Appl. Phys. Lett. 1966. V. 8. № 8. P. 189. <https://doi.org/10.1063/1.1754548>
13. *Lehmann Ch., Sigmund P.* // J. Phys. Status Solidi B. 1966. V. 16. Iss. 2. P. 507.
14. *Chkhalo N.I., Kaskov I.A., Malyshev I.V., Mikhaylenko M.S., Pestov A.E., Polkovnikov V.N., Salashchenko N.N., Toropov M.N., Zabrodin I.G.* // Precision Engineering. 2017. V. 48. P. 338. <https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2017.01.004>
15. *Chkhalo N.I., Salashchenko N.N., Zorina M.V.* // Rev. Sci. Instrum. 2015. V. 86. Iss. 1. P. 016102. <https://doi.org/10.1063/1.4905336>
16. *Ziegler J.F., Ziegler M.D., Biersack J.P.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2010. V. 268. Iss. 11–12. P. 1818. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2010.02.091>
17. *Wei Q., Li K.-D., Lian J., Wang L.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 2008. V. 41. № 17. P. 172002. <https://doi.org/10.1088/0022-3727/41/17/172002>
18. *Sigmund P.* // Phys. Rev. 1969. V. 187. P. 383. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.184.383>
19. *Bradley R.M., Harper J.M.E.* // J. Vacuum Sci. Technol. A. 1988. V. 6. Iss. 4. P. 2390. <https://doi.org/10.1116/1.575561>

Study of the Influence of Ion-Beam Etching on the Surface Roughness of Single-Crystal Sapphire

M. S. Mikhailenko^{1,*}, A. E. Pestov¹, M. V. Zorina¹, A. K. Chernyshev¹, N. I. Chkhalo¹, I. E. Shevchuk¹

¹*Institute for the Physics of Microstructures, RAS, Nizhny Novgorod, 603950 Russia*

**e-mail: mikhaylenko@ipmras.ru*

To increase the average and peak power of modern laser systems, there is a need for new materials or the possibility of modifying existing ones to create composites based on them. Such composite materials using optical materials with high thermal conductivity can serve to remove heat from the active medium. Most often, this is achieved by planting materials on an optical contact. One of the promising materials for these purposes is single-crystal sapphire, since it has a sufficiently high thermal conductivity ($\sim 23\text{--}25 \text{ W/(m} \cdot \text{K)}$) at 323 K) and a low temperature coefficient of linear expansion ($\sim 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ at $T = 323 \text{ K}$). The effect of the energy and angles of incidence of argon ions on the surface roughness of A-cut single-crystal sapphire was studied in this work. In the course of the work, the effect of smoothing the surface roughness by 30% relative to the initial value of roughness in the spatial frequency range $0.049\text{--}63 \mu\text{m}^{-1}$ was demonstrated. The possibility of ion treatment of such surfaces is also shown, in particular, at angles of incidence of ions $\pm 40^\circ$ on the sample surface, the value of effective roughness does not change much, which allows local correction of shape errors without leading to significant changes.

Keywords: single crystal sapphire, ion etching, surface roughness, physical sputtering.