

На правах рукописи



Салгаева Ульяна Олеговна

**Особенности структуры и свойств приповерхностных
слоев оптических материалов, модифицированных путем
обработки в водородной плазме**

01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва – 2021

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Пермский государственный национальный исследовательский университет» (ПГНИУ)

Научный руководитель: **Волынцев Анатолий Борисович**
доктор физико-математических наук, профессор,
заведующий кафедрой нанотехнологий и микросистемной
техники ПГНИУ

Официальные оппоненты: **Сидоров Николай Васильевич**
доктор физико-математических наук, профессор, главный
научный сотрудник лаборатории материалов электронной
техники Института химии и технологии редких элементов
и минерального сырья им. И. В. Тананаева – обособленного
подразделения Федерального исследовательского центра
«Кольский научный центр Российской академии наук»

Гынгазов Сергей Анатольевич
доктор технических наук, ведущий научный сотрудник
Проблемной научно-исследовательской лаборатории
электроники, диэлектриков и полупроводников
Исследовательской школы физики высокоэнергетических
процессов «Национального исследовательского Томского
политехнического университета»

Сюй Александр Вячеславович
кандидат физико-математических наук, доцент, доцент
кафедры общей физики Федерального государственного
автономного образовательного учреждения высшего
образования «Московский физико-технический институт
(национальный исследовательский университет)»

Защита состоится 09 февраля 2022 г. в 15-00 на заседании диссертационного совета МИФИ.01.02 Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте <https://ds.mephi.ru/> Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ».

Автореферат разослан «_____» _____ 2021 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
доктор физ.-мат. наук, доцент

Руднев Игорь Анатольевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Повышение скорости и объема передачи информации – общая мировая тенденция развития науки и техники. Данная тенденция реализуется в том числе за счет применения устройств интегральной оптики. Для создания высокоскоростных устройств используются интегрально-оптические (ИО) схемы на основе ниобата лития (LiNbO_3); часть функциональной ИО схемы также может быть создана на основе стекол.

Набор базовых функциональных ИО элементов (волноводов, линз, дифракционных решеток (ДР), зеркал и др.) на подложках из LiNbO_3 и стекла создается наиболее часто методами диффузии примеси (ионного обмена). Процесс ионного обмена осуществляют в расплавах солей (в случае силикатных стекол) и расплавах, растворах и смесях кислот (в случае LiNbO_3) при температурах от 100 °С (в зависимости от температур плавления реагентов) в течение 1 – 6 ч.

В мире осуществляется переход от методов жидкостной обработки материалов («мокрой» химии) к плазмохимическим («сухим») методам формирования ИО элементов как более технологичным, экологичным и относительно безопасным для технического персонала процессам. Плазмохимические методы формирования ИО элементов позволяют выполнять последовательно на одном и том же оборудовании без нарушения вакуума набор технологических процессов (например, активации поверхности и осаждения материалов; плазменную очистку областей от остатков резиста и последующее травление), что позволяет сократить время производства ИО схем, повысить качество формируемых элементов, снизить процент брака.

Поэтому для производителей ИО схем на подложках из электрооптических материалов (таких как LiNbO_3) серьезный интерес представляет замена процесса ионного обмена в расплавах и растворах кислот методом «сухой» обработки в водородной плазме (Н-плазме) [1 - 4]. Потенциальным преимуществом обработки в Н-плазме является низкая энергия заряженных частиц (не более 100 эВ), поэтому такой способ модификации не должен приводить к существенному нарушению структуры приповерхностных слоев оптических материалов, как это происходит, например, при ионной имплантации (при использовании заряженных частиц с энергиями от 10 кэВ).

Степень разработанности темы. Рядом научных групп [1 - 5] были проведены серии экспериментов по обработке LiNbO_3 и кварцевых стекол в водородной (водородсодержащей) плазме. С помощью методов вторичной ионной масс-спектропии (ВИМС) и ИК-спектропии подтверждено внедрение водорода из Н-плазмы и формирование гидридов и гидроксидов в приповерхностных слоях оптических материалов.

Однако, на момент начала выполнения данной диссертационной работы не были исследованы особенности структуры модифицированных в Н-плазме оптических материалов, а также не опубликованы убедительные сведения о возможности применения обработки в Н-плазме для формирования ИО элементов.

Целью данной работы является исследование структуры и свойств модифицированных в водородной плазме приповерхностных слоев оптических материалов и определение применимости данного метода модификации для создания интегрально-оптических элементов.

В задачи работы входило:

- исследовать особенности изменения спектров оптического пропускания и приращения оптической плотности материалов, подвергшихся воздействию Н-плазмы;
- исследовать изменение структуры приповерхностных слоев оптических материалов под влиянием Н-плазмы;
- определить стабильность индуцированных обработкой в Н-плазме изменений с течением времени и при отжигах;
- предложить возможную концепцию изменений структуры и свойств оптических материалов при обработке в Н-плазме (в случае получения экспериментальных результатов, которые не могут быть объяснены из ранее опубликованных представлений о процессе);
- определить работоспособность и исследовать функциональные характеристики ИО элементов, созданных с помощью обработки в Н-плазме.

Методология и методы исследования.

В работе применены методики, традиционно используемые для исследования фазового состава и оптических характеристик приповерхностных протонообменных слоев $H_xLi_{1-x}NbO_3$ - ИК-спектроскопия, дифракционный структурный анализ (ДСА), химическое травление, модовая спектроскопия – с целью сравнения изменений структуры и свойств $LiNbO_3$ при различных способах модификации. Дополнительно выполнены исследования методами спектрофотометрии, спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС), атомно-силовой микроскопии (АСМ), сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) для сопоставления полученных в работе результатов с опубликованными данными, а также исследования изменений структуры и свойств кварцевого и натрий-кальций-силикатного (НКС) стекол.

Для оценки работоспособности и исследования функциональных характеристик ДР осуществлялись измерения эффективности дифракции в конфигурации Литтроу.

Научная новизна работы обуславливается следующими впервые полученными результатами:

- 1) выявлено экстремальное объемное увеличение (до 10 % и более) приповерхностных слоев $LiNbO_3$ и НКС стекла при обработке в Н-плазме, связанное с глубокими изменениями структурного состояния материала;
- 2) обнаружена стратификация тонких (30 – 100 нм) приповерхностных слоев $LiNbO_3$ после обработки в Н-плазме, при этом плотность материала при переходе от одного слоя к другому изменяется скачкообразно;
- 3) предложена концепция изменения структуры и свойств $LiNbO_3$ при обработке в Н-плазме, базирующаяся на изменениях структуры, связанных с формированием пор, заполненных водородом, и соединений системы Li_2O –

Nb_2O_5 с содержанием Li менее 46 % в приповерхностных слоях, объясняющая полученные в работе экспериментальные результаты;

4) разработан новый способ создания функциональных элементов ИО схем (дифракционных решеток) с широким диапазоном рабочих характеристик на поверхности оптических материалов путем их модификации в Н-плазме по периодической маске (патент РФ 2629891).

Практическая значимость результатов исследования. Способ изготовления ДР, представленный автором, позволяет создавать изделия, обладающие следующими преимуществами:

1) возможность создания ДР с широким диапазоном рабочих характеристик и их изменения заданным образом (по сравнению с методами травления и ионной имплантацией);

2) отсутствие повреждений ИО элементов, залегающих на глубинах более 1 мкм, например, волноводов (по сравнению с ионной имплантацией).

ДР применяются для ввода/вывода оптического излучения в ИО схему; в качестве спектрально-селективных элементов (фильтров), чувствительных элементов датчиков физических величин и др.

Также автором предложено использовать обработку нерабочих областей ИО схем из LiNbO_3 в Н-плазме для улучшения их эксплуатационных параметров и повышения стойкости к внешним воздействующим факторам (заявка на патент РФ 2020143144).

Результаты диссертационной работы были использованы Публичным акционерным обществом «Пермская научно-производственная приборостроительная компания» и Обществом с ограниченной ответственностью «Малое инновационное предприятие «Пермские нанотехнологии», что подтверждается актами о внедрении.

Основные положения, выносимые на защиту:

1) под влиянием низкоэнергетичных компонентов Н-плазмы (с энергиями до 100 эВ) происходит формирование радиационных дефектов в кварцевых, НКС стеклах и LiNbO_3 (центров окраски, центров люминесценции), что приводит к сдвигу края полосы фундаментального поглощения и снижению пропускания материалов; при этом в ходе выдержки на воздухе и при отжигах осуществляется релаксация сформировавшихся при обработке в Н-плазме дефектов структуры;

2) при длительной обработке Н-плазмой НКС стекол и LiNbO_3 в их приповерхностных слоях происходит формирование пор, заполненных водородом, и повышение степени разупорядочения структуры, что ведет к экстремальному (до 10 % и более) объемному увеличению материала;

3) обработка LiNbO_3 в Н-плазме приводит к изменению его стехиометрии и формированию параллельно плоскости образца насыщенных водородом слоев из соединений системы $\text{Li}_2\text{O} - \text{Nb}_2\text{O}_5$ (толщиной 30 – 100 нм) с низким (менее 46 %) содержанием Li , в результате чего происходит атипичная стратификация тонких приповерхностных слоев со скачкообразным изменением плотности материала при переходе от одного слоя к другому;

4) на основе выявленных закономерностей изменения структуры и оптических свойств материалов под влиянием Н-плазмы установлена возможность формирования дифракционных решеток с широким набором

функциональных характеристик (с периодами от 320 нм, амплитудой микрорельефа от 1 до 80 нм) путем обработки оптических материалов в Н-плазме по периодической маске.

Достоверность результатов диссертационной работы обеспечивается применением разнообразных современных экспериментальных методов, взаимодополняющих апробированных методик исследования, согласованностью результатов, полученных различными методами, согласием полученных в настоящей работе результатов с известными экспериментальными данными в областях их взаимного пересечения и обоснованностью использованных физических представлений при трактовке полученных экспериментальных данных.

Личный вклад автора. Автором лично осуществлялись все процессы подготовки образцов и их обработки в Н-плазме. Исследования структуры и свойств приповерхностных слоев оптических материалов с помощью обозначенных в работе методов проведены автором лично или при его непосредственном участии. Автором самостоятельно выполнена обработка полученных экспериментальных данных; с участием научного руководителя осуществлена их интерпретация.

Публикации и апробация работы. Основные результаты диссертационных исследований опубликованы в 15 печатных работах, из них 4 статьи в журналах списка ВАК, 4 статьи в журналах, индексирующихся в Scopus и Web of Science, 4 статьи в журналах из списка РИНЦ, 1 патент РФ. Основные результаты диссертации были доложены на конференциях: 11-м Международном симпозиуме по доменам в ферроиках, микро- и наномасштабным структурам (11th International Symposium on Ferroic Domains and Micro- to Nanoscopic Structures) (Екатеринбург, 2012); 98-й ежегодной встрече Академии наук Кентукки (98th Annual meeting of Kentucky Academy of Science), (Ричмонд, США, 2012); 7-й Международной школе-семинаре «Эволюция дефектных структур в конденсированных средах» (Барнаул, 2012); 14-й Международной конференции молодых специалистов по микро/нанотехнологиям и электронным приборам (EDM) (Эрлагол, 2013); Всероссийской научной конференции «Мир фотоники» (Пермь, 2014); Международном семинаре Современные нанотехнологии (Екатеринбург, 2015); Региональных научно-практических конференциях студентов, аспирантов и молодых учёных «Физика для Пермского края» (Пермь, 2011, 2013, 2015); Всероссийской конференции по волоконной оптике (Пермь, 2019).

Структура работы и объем. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, заключения и списка цитированной литературы, включающего 144 наименования. Общий объем диссертации 178 страниц, включая 85 рисунков, 5 таблиц, 2 приложения.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении показана актуальность темы исследования и дана общая характеристика работы.

Первая глава содержит обзор способов модификации структуры и свойств оптических материалов (кварцевого и НКС стекол, LiNbO_3) с целью

формирования ИО элементов. Основное внимание уделено влиянию на структуру и свойства оптических материалов водорода в виде легирующей примеси, Н-плазмы, ионизирующих излучений. Из обзора литературы следует, что обработка в Н-плазме оказывает комплексное влияние на свойства LiNbO_3 и кварцевых стекол: наблюдается снижение оптического пропускания материалов; изменение состава приповерхностных слоев за счет внедрения водорода (согласно результатам ВИМС) и их химического восстановления (формирования оксидов ниобия на поверхности LiNbO_3 , SiO_x – на поверхности кварцевых стекол). Однако, в литературе на начало выполнения данного диссертационного исследования не приведены сведения о формировании с помощью обработки в Н-плазме ИО элементов и, в частности, волноводов. Обзор литературы выявил, что также не решены следующие вопросы: 1) по каким причинам при обработке в Н-плазме LiNbO_3 не происходит формирование β - и κ - фаз $\text{H}_x\text{Li}_{1-x}\text{NbO}_3$; 2) какие процессы реализуются при взаимодействии материала и компонентов Н-плазмы; 3) насколько стабильны изменения структуры и свойств приповерхностных слоев материалов, индуцированные обработкой в Н-плазме.

Во второй главе описан порядок и технологические операции подготовки образцов, способ и характерные режимы обработки в Н-плазме, а также методы исследования структуры и свойств материалов и функциональных характеристик ИО элементов, созданных путем обработки в Н-плазме.

Для исследования изменений структуры и физико-химических свойств под влиянием Н-плазмы использовались: кварцевое стекло UV Fused Silica (ESCO Optics); НКС стекло (Fisherbrand); кристаллы LiNbO_3 X-среза (CQT, Китай); кристаллы LiNbO_3 X-среза (CQT, Китай) с ПО планарным волноводом (ПО в $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ при 174°C , 2 ч; отжиг на воздухе при 354°C , 330 мин).

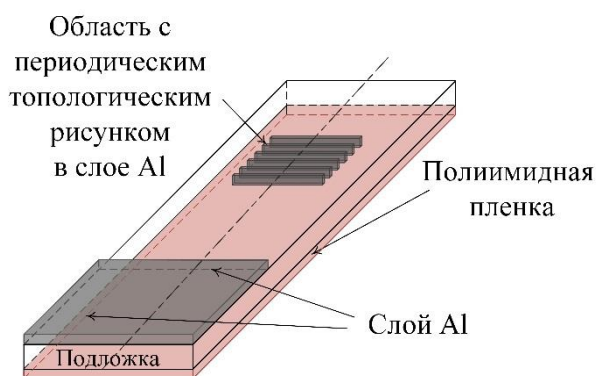


Рис. 1 – Схематическое изображение образца, подготовленного к обработке в Н-плазме, с маской из Al

На поверхности образцов из НКС стекла, LiNbO_3 и ПО LiNbO_3 были созданы области: 1) с периодическим топологическим рисунком (ПТР) с периодами Λ от 323 нм до 2000 нм (для формирования ДР); 2) окна в маске размером от $12 \times 12 \text{ мм}^2$ (для формирования оптических волноводов). ПТР на поверхности материалов создавался путем нанесения фоторезиста (Microposit, Shipley S1805); проведения интерференционной фотолитографии

(He-Cd лазер, $\lambda = 442 \text{ нм}$) и контролируемой проявки (в проявителе Microposit, Shipley 351). Для создания металлической маски поверх созданного в фоторезисте топологического рисунка напылялся слой алюминия (Al) толщиной 200 нм, осуществлялось удаление металлической пленки, находящейся на поверхности фоторезиста, в органическом растворителе. Схематическое изображение образца с маской из Al, подготовленного к обработке в Н-плазме, представлено на рис. 1.

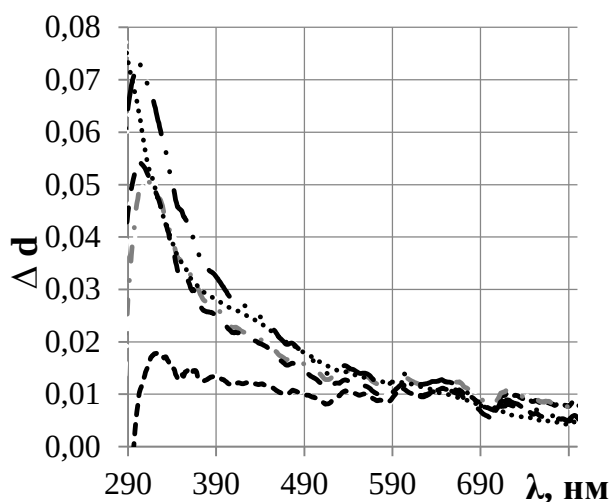
Обработка образцов осуществлялась с помощью системы генерации и удержания ёмкостно-связанной плазмы. Образцы загружались в реактор (кварцевую трубу); реактор откачивался до давления 0,05 Торр. После откачки осуществлялся напуск в реактор чистого водорода; поток водорода составлял (15 ± 1) см³/мин. Для генерации плазмы на окружающую реактор встречно-штыковую систему электродов подавалось переменное напряжение с радиочастотного генератора OEM-12A (мощность на генераторе варьировалась от 25 до 100 Вт) при рабочей частоте 13,4 МГц. Энергии компонентов Н-плазмы при указанных режимах генерации не превышали 100 эВ. Для дополнительного нагрева подложки в ходе обработки часть реактора располагалась в трубчатой печи. Температура дополнительного нагрева образцов с маской из Al варьировалась от 100 °С до 350 °С. Образцы с маской из фоторезиста не подвергались дополнительному нагреву: температура образца при обработке только за счет взаимодействия с Н-плазмой повышалась до 80 °С. Обработка в Н-плазме проводилась в течение 30 – 300 мин.

Всего было обработано в Н-плазме около 80 образцов. В работе представлены результаты исследований структуры и свойств для 33 образцов. При описании экспериментальных результатов использовано обозначение режима обработки образца: Н-плазма (мощность на генераторе, Вт; температура дополнительного нагрева, °С или «б/н» - без дополнительного нагрева; время обработки, мин). Все исследования структуры и свойств оптических материалов и ИО элементов проводились после снятия маски и дополнительной очистки.

Для исследования эволюции изменений структуры и свойств, индуцированных обработкой в Н-плазме, образцы выдерживались на воздухе при 18 – 20 °С или подвергались последующему отжигу.

Для исследования изменения степени окраски материалов измерялось оптическое пропускание образцов (в диапазоне 190 – 900 нм) с помощью спектрофотометра Varian Cary 300, вычислялось приращение оптической плотности: $\Delta d(\lambda) = \lg(T(\lambda)_{\text{исх}}/T(\lambda)_{\text{Н-плазма}})$. Исследование формирования химических связей ОН, $\equiv \text{SiH}$, Si – ОН осуществлялось методами ИК-спектроскопии (IFS-66/s Bruker) и КРС на inVia Raman Microscope (Renishaw). Проведено исследование структуры приповерхностных слоев LiNbO₃ методом ДСА с помощью двухкристального рентгеновского дифрактометра ДРОН-УМ1 (излучение Co, К-серия, β_1 -линия, $\lambda=1,62075$ Å). Микрорельеф поверхности образцов исследовался с помощью АСМ Asylum MF3D. Изображения поверхности образцов были получены с помощью СЭМ Tescan Mira 3 в топографическом (SE) и композиционном (BSE) контрастах. Проведены исследования приповерхностного слоя LiNbO₃ с помощью методов жидкостного химического травления.

Тестирование работоспособности и исследование функциональных характеристик созданных в Н-плазме ИО элементов осуществлялось методом модовой спектроскопии (Metricon 2010/M) (для оптических волноводов) и путем измерения эффективности дифракции (ЭД) оптического излучения на ДР при их установке в конфигурации Литтроу (ЭД рассчитывалась как процентное соотношение мощности излучения дифрагированного прошедшего луча $T_{\langle+1\rangle}$ к мощности оптического излучения, падающего на ДР).



- Н-плазма (50 Вт, б/н, 30 мин)
- · - Н-плазма (75 Вт, б/н, 30 мин)
- Н-плазма (75 Вт, б/н, 60 мин)
- · — Н-плазма (90 Вт, 105 °С, 60 мин)

Рис. 2 – Спектральные зависимости приращения оптической плотности образцов из НКС стекла после обработки в Н-плазме

Третья глава содержит результаты исследований, их анализ и обсуждение.

После обработки в Н-плазме оптические материалы приобретали окраску: образцы из НКС стекла – желтоватую; образцы из LiNbO_3 и ПО LiNbO_3 – от серой до черной.

Спектральные зависимости приращения оптической плотности НКС стекол после обработки в Н-плазме представлены на рис. 2. Данные спектральные зависимости аппроксимируются набором кривых с максимумами на длинах волн 310, 443 и 620 нм, соответствующих полосам поглощения центров окраски в стеклах.

Необходимо заметить, что увеличение времени обработки в Н-плазме в два и более раз не приводит к пропорциональному увеличению

оптической плотности НКС стекол (рис. 2, спектры для образцов, обработанных в Н-плазме при (75 Вт; б/н, 30 мин) и (75 Вт; б/н, 60 мин)). С точки зрения радиационного материаловедения, это может быть объяснено тем, что скорость накопления центров окраски при обработке в Н-плазме постепенно уменьшается за счет конкуренции процессов формирования центров окраски и их отжига, а также возможного снижения числа ловушек и их конкуренции.

Выявлено, что после обработки в Н-плазме в спектрах оптического пропускания LiNbO_3 и ПО LiNbO_3 наблюдается сдвиг края фундаментального поглощения в длинноволновую область: до 5 нм для образцов из LiNbO_3 и до 10 нм – для ПО LiNbO_3 в зависимости от интенсивности обработки (рис. 3 а).

Наблюдалось частичное восстановление (увеличение) оптического пропускания образцов после обработки в Н-плазме при выдержке на воздухе и при отжигах (рис. 3 б). Показано, что при выдержке образцов на воздухе скорость релаксации их окраски уменьшается со временем. Наиболее существенное изменение оптического пропускания наблюдалось на образцах LiNbO_3 после отжига: выявлено повышение оптического пропускания на 15 – 20 % в исследуемом диапазоне длин волн (рис. 3 б). Также выявлен сдвиг края фундаментального поглощения после отжига LiNbO_3 , обработанного в Н-плазме, обратно в коротковолновую область до 2 нм.

Необходимо явно отметить, что после обработки в Н-плазме несмотря на малые энергии ее компонентов (1 – 100 эВ), изменения оптических свойств НКС стекол, LiNbO_3 и ПО LiNbO_3 и характер эволюции изменений схожи с изменениями оптических характеристик материалов после воздействия

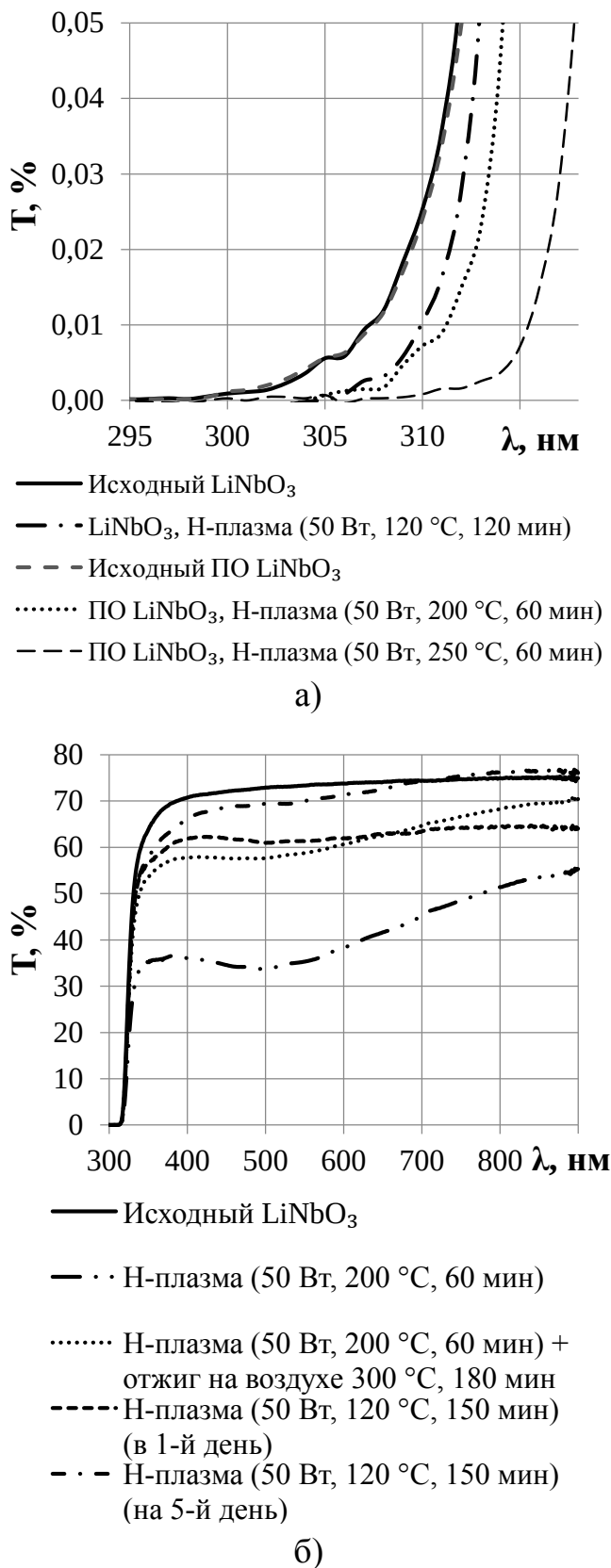


Рис. 3 – Спектры оптического пропускания образцов после обработки в Н-плазме: а) из LiNbO_3 и ПО LiNbO_3 вблизи края фундаментального поглощения; б) из LiNbO_3 после выдержки на воздухе и отжига

ионизирующих излучений с типичными энергиями компонентов от 10 кэВ. Это подтверждается впервые выявленными в ходе данной работы экспериментальными фактами: 1) формирования центров окраски в НКС стеклах после их обработки в Н-плазме; 2) сдвига края фундаментального поглощения LiNbO_3 и ПО LiNbO_3 после обработки в Н-плазме; 3) частичного восстановления (увеличения) оптического пропускания образцов после обработки в Н-плазме при выдержке на воздухе и при отжигах.

Все обозначенные выше впервые выявленные экспериментальные факты косвенно свидетельствуют об увеличении дефектности структуры оптических материалов (формировании кислородных вакансий - атомов немостикового кислорода, катионных вакансий в случае НКС стекол), повышении степени разупорядочения структуры материалов после обработки в Н-плазме, а также о релаксации дефектов, индуцированных обработкой в Н-плазме, в структуре оптических материалов при выдержках и отжиге.

Формирование дефектов структуры оптических материалов после обработки в Н-плазме подтверждается результатами исследований кварцевого стекла: в спектрах КРС после обработки появляется сигнал люминесценции дефектов структуры, предположительно атомов немостикового кислорода; с помощью ИК-спектроскопии в приповерхностных слоях подтверждено формирование Si – OH и Si – H групп (рис. 4 а, б). При

отжиге обработанных в Н-плазме образцов кварцевого стекла наблюдается релаксация дефектов (фиксируется возврат спектра КРС к виду и форме спектра исходного образца) (рис. 4 а). Несмотря на формирование дефектов структуры, оптическое пропускание кварцевого стекла после обработки в Н-плазме существенно не изменилось.

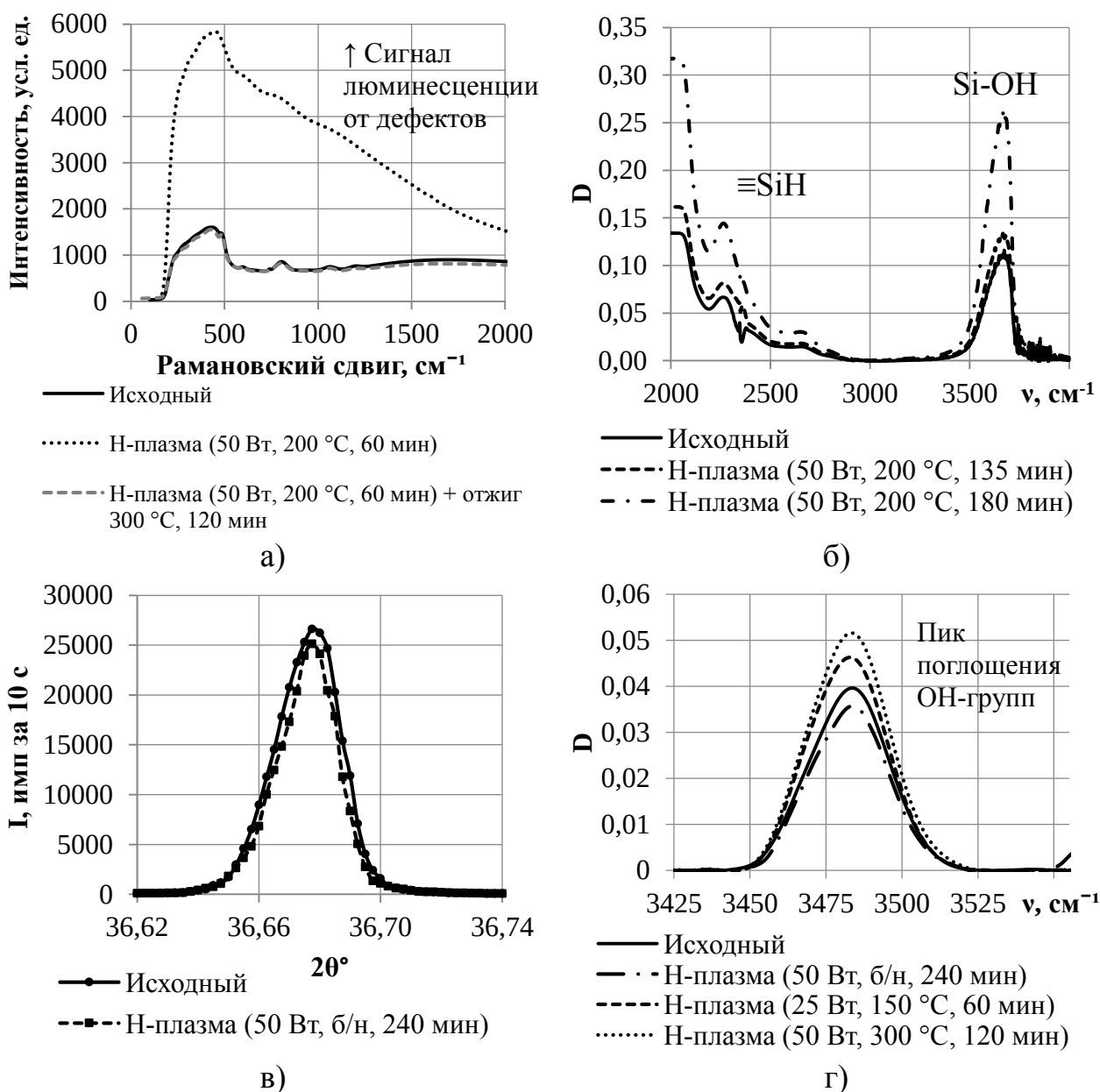


Рис. 4 – Изменения после обработки в Н-плазме: а) спектры КРС кварцевого стекла после обработки и отжига; б) ИК-спектры поглощения кварцевого стекла; в) $\theta/2\theta$ -кривые для 1-го порядка отражения от плоскости (110) LiNbO₃; г) ИК-спектры поглощения образцов из LiNbO₃ вблизи 3500 см⁻¹

При формировании оптических волноводов методом ионного обмена в расплавах и растворах кислот в приповерхностных слоях LiNbO₃ формируются ПО фазы H_xLi_{1-x}NbO₃, которые характеризуются отличным от подложки параметром кристаллической решетки, изменением формы и интенсивности пика поглощения OH-групп вблизи 3500 см⁻¹. После обработки в Н-плазме не выявлено существенных изменений симметрии и параметра решетки на 2 –

10 мкм толщины приповерхностного слоя LiNbO_3 (исследуемого рентгенографическими методами) (рис. 4 г). Увеличение интенсивности пика поглощения ОН-групп вблизи 3500 см^{-1} в LiNbO_3 после обработки в Н-плазме весьма незначительно (только в 1,25 раз) по сравнению с его изменением после процесса ПО (при ПО интенсивность пика поглощения ОН-групп увеличивается в 2,5 – 6 раз [6]) (рис. 4 в). Оба полученных экспериментальных результата могут быть объяснены исходя из данных о малой (до 1 мкм) глубине проникновения водорода в LiNbO_3 при обработке в Н-плазме.

Для обсуждения результатов введены обозначения участков образца: «А_{прям}» - подвергшихся прямому воздействию Н-плазмы; «Б_{косв}» - закрытых маской в ходе обработки. Все исследования осуществлялись после удаления маски и очистки поверхности образцов; такое обозначение требуется для корректного описания экспериментальных результатов.

При исследовании с помощью АСМ поверхности в области с ПТР на НКС стеклах, LiNbO_3 и ПО LiNbO_3 выявлен микрорельеф – периодическое поднятие уровней поверхности (заданное использованной при обработке маской). Разница уровней областей «А_{прям}» и «Б_{косв}» составляла от 0,5 до 80 нм в зависимости от режимов обработки. На рис. 5 представлен результат сканирования области с ПТР на НКС стекле с наибольшей выявленной разницей уровней поверхности 80 – 90 нм. Изменения микрорельефа поверхности LiNbO_3 и ПО LiNbO_3 после обработки в Н-плазме с ПТР имеют схожий характер, наибольшая разница уровней «А_{прям}» и «Б_{косв}» составила 80 нм.

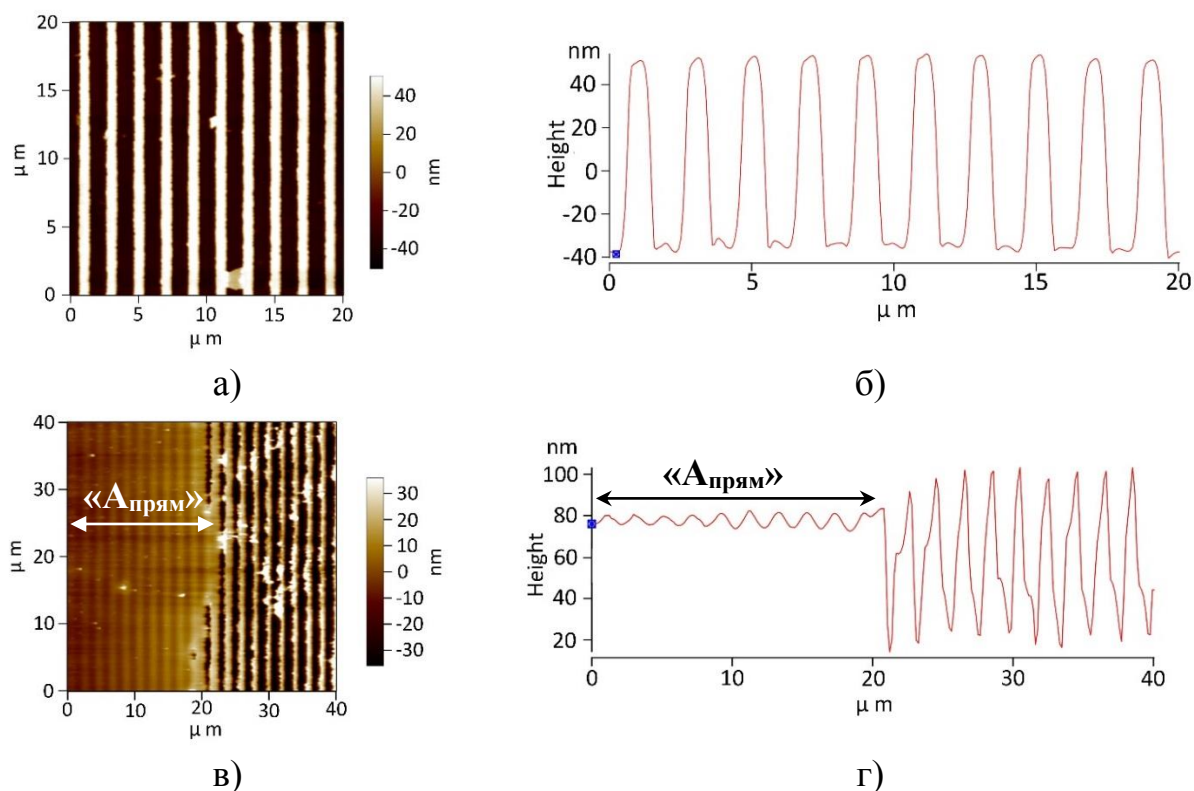
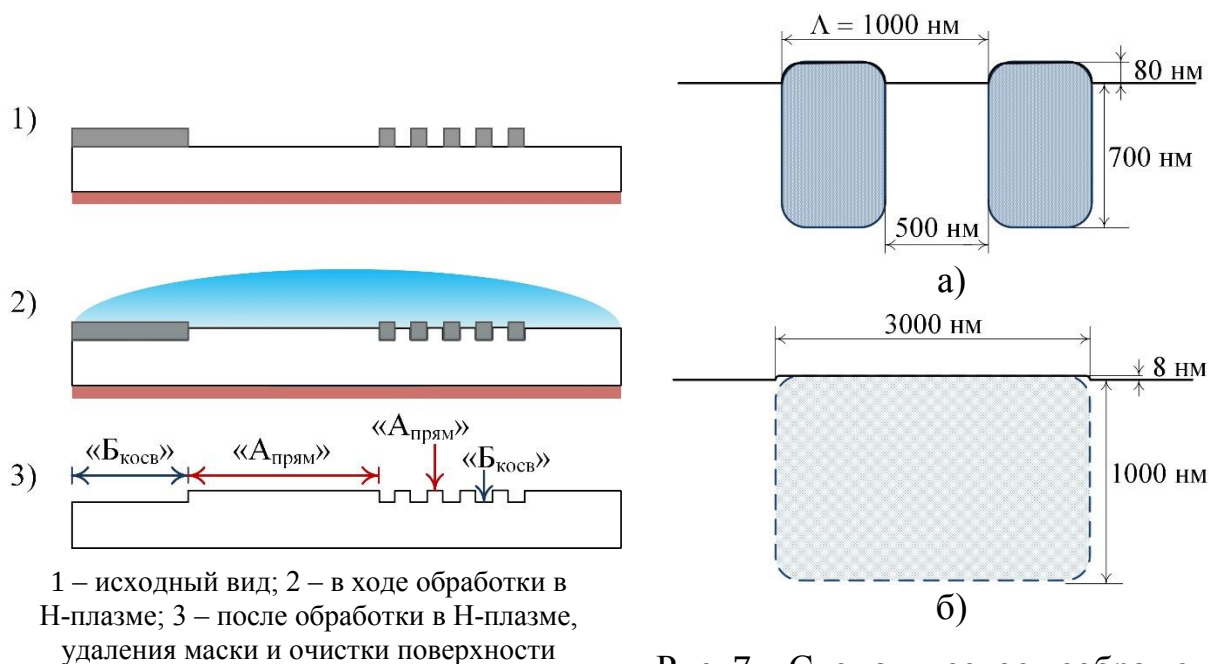


Рис. 5 – Исследование на АСМ поверхности области с ПТР ($\Lambda = 2\text{ мкм}$) на НКС стекле после обработки в Н-плазме (45 Вт, $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, 120 мин) с маской из Al:

- а) топографическое изображение и б) поперечное сечение в области ПТР;
- в) топографическое изображение и г) поперечное сечение края области с ПТР

«Поднятием» уровня характеризуются области «А_{прям}», подвергшиеся прямому воздействию Н-плазмы. В доказательство этого тезиса приведен результат сканирования на АСМ края области с ПТР (рис. 5 в, г). Образец, микрорельеф поверхности которого представлен на рис. 5, обрабатывался в Н-плазме с использованием маски из Al. Выявлено, что область, не закрытая маской при обработке в Н-плазме, расположенная рядом с областью с ПТР, также характеризуется «поднятием» уровня. Таким образом, профиль образца изменяется так, как показано на рис. 6: участки поверхности образца в «окнах» маски («А_{прям}»), поднимаются по уровню над областями, закрытыми при обработке маской из Al («Б_{косв}»).

В работе проведена оценка увеличения объема материалов при обработке в Н-плазме: объемы модифицированных областей над поверхностью материала и в глубине подложки относятся как высота «поднятия» к глубине проникновения водорода. Максимальные выявленные в работе высоты «поднятия» составляли 80 – 90 нм. Результаты, приведенные другими исследовательскими группами, говорят о том, что максимальная глубина проникновения водорода из Н-плазмы в LiNbO₃, НКС стекло не более 0,7 мкм [1, 2, 5, 7]. Таким образом, увеличение объема модифицированных областей составляет до 10 % и более.



1 – исходный вид; 2 – в ходе обработки в Н-плазме; 3 – после обработки в Н-плазме, удаления маски и очистки поверхности

Рис. 6 – Схематическое изображение изменения профиля продольного сечения образца с маской из Al при обработке в Н-плазме

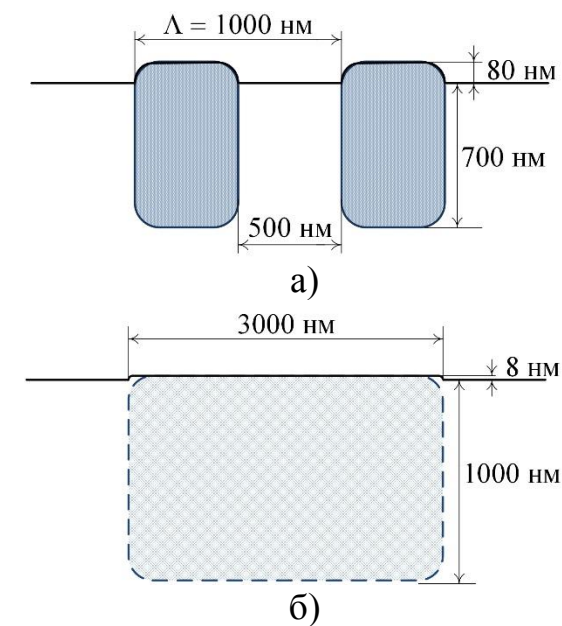


Рис. 7 – Схематическое изображение поперечного сечения модифицированных водородом областей в LiNbO₃: а) с помощью обработки в Н-плазме в области с ПТР; б) ПО волновода, состоящего из β_3 -фазы

Для сравнения: если ПО волновод толщиной 1000 нм состоит из β_3 -фазы с наибольшими деформациями кристаллической решетки на X-срезе LiNbO₃, то максимальное объемное увеличение LiNbO₃ составляет 0,75 %. Таким образом, впервые выявлено экстремальное объемное увеличение (до 10 % и более)

приповерхностных слоев LiNbO_3 и НКС стекла при обработке в Н-плазме; такое объемное увеличение не может быть объяснено исходя из описанных в литературе данных об изменении параметра решетки в результате процесса ПО.

При исследовании поверхности НКС стекол с помощью СЭМ в областях «А_{прям}» выявлено единичное количество участков с признаками блистеринга; размер областей блистеринга составлял 0,5 – 4 мкм.

При исследовании поверхности и скола области с ПТР на образцах из LiNbO_3 (обработанных в Н-плазме с Al маской) с помощью СЭМ были выявлены следующие особенности:

1) на изображении в BSE контрасте выявлено, что области «А_{прям}» (возвышающиеся над поверхностью), имеют меньшую интенсивность сигнала (они темнее), следовательно, имеют меньшую плотность, чем области «Б_{косв}», закрытые маской в ходе обработки. Это наблюдается при исследовании и поверхности области с ПТР (рис. 8 а), и ее поперечного скола (рис. 8 б);

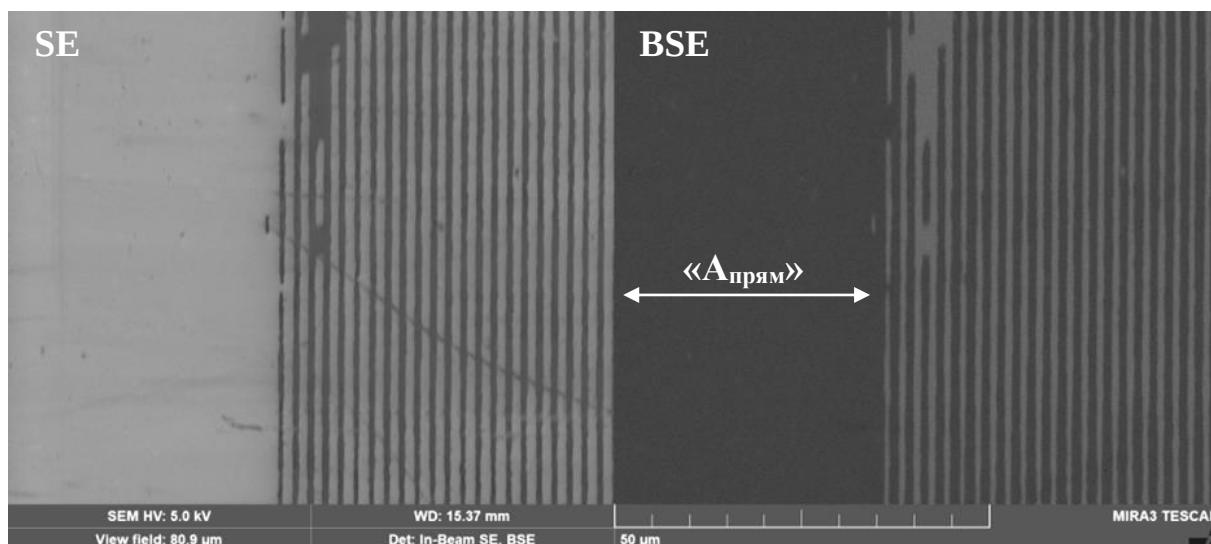
2) в SE и BSE контрастах на торце области с ПТР наблюдается стратификация тонких (30 – 100 нм) приповерхностных слоев (рис. 8 б). Более наглядно эти «слои» представлены на виде сверху скола области с ПТР (рис. 8 в). На полученных в работе изображениях выделяются 4 «слоя» на поверхности материала; плотность при переходе от одного слоя к другому изменяется скачкообразно, причем чем ближе «слой» находится к поверхности, тем его плотность меньше (тем он темнее на изображении в BSE контрасте). Обнаруженные «слои» находятся в напряженном состоянии – они удаляются методами жидкостного травления и скалываются с поверхности при тейп-тестировании. Описание строения и характеристика данных тонких слоев приведена ниже.

Также в работе выявлено, что при обработке модифицируются не только области, подвергающиеся прямому воздействию Н-плазмы («А_{прям}»), но также и области, закрытые маской в ходе обработки «Б_{косв}» (подвергшиеся косвенному воздействию компонентов Н-плазмы). Данный результат получен при исследовании образцов из LiNbO_3 с помощью СЭМ и методов жидкостного химического травления. Это говорит о том, что компоненты Н-плазмы проникали через маску из Al толщиной 200 нм и модифицировали приповерхностные слои LiNbO_3 .

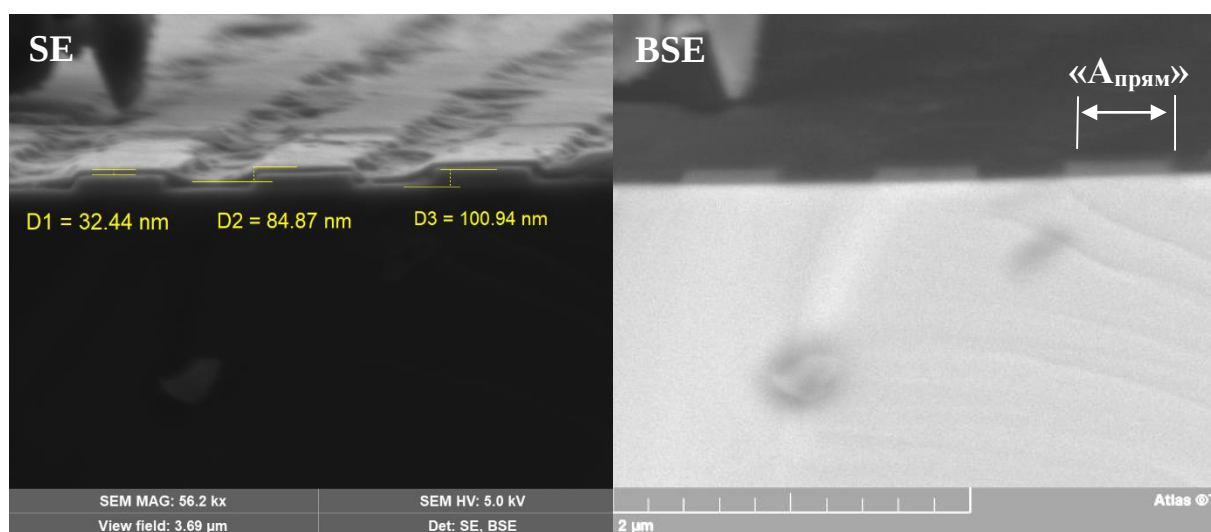
В работе предложена возможная концепция изменений структуры и свойств LiNbO_3 под воздействием Н-плазмы (рис. 9). Для ее построения из источников [1, 2] заимствованы профили относительных концентраций Н и Li, О и Nb по глубине приповерхностного слоя LiNbO_3 , обработанного в Н-плазме в течение 2 ч при 175 °С. Данные профили представлены в верхней части рис. 9. По оси абсцисс (в нижней части рис. 9) отложено расстояние от поверхности вглубь подложки ($h = 0$ соответствует поверхности образца). В нижней части схемы представлен возможный состав слоев, отвечающий различным профилям относительных концентраций элементов, а также возможные профили изменения ПП и плотности материала с глубиной слоя.

Выделено 4 участка в зависимости от характера изменения профилей относительных концентраций элементов в LiNbO_3 после обработки в Н-плазме:

а)



б)



в)

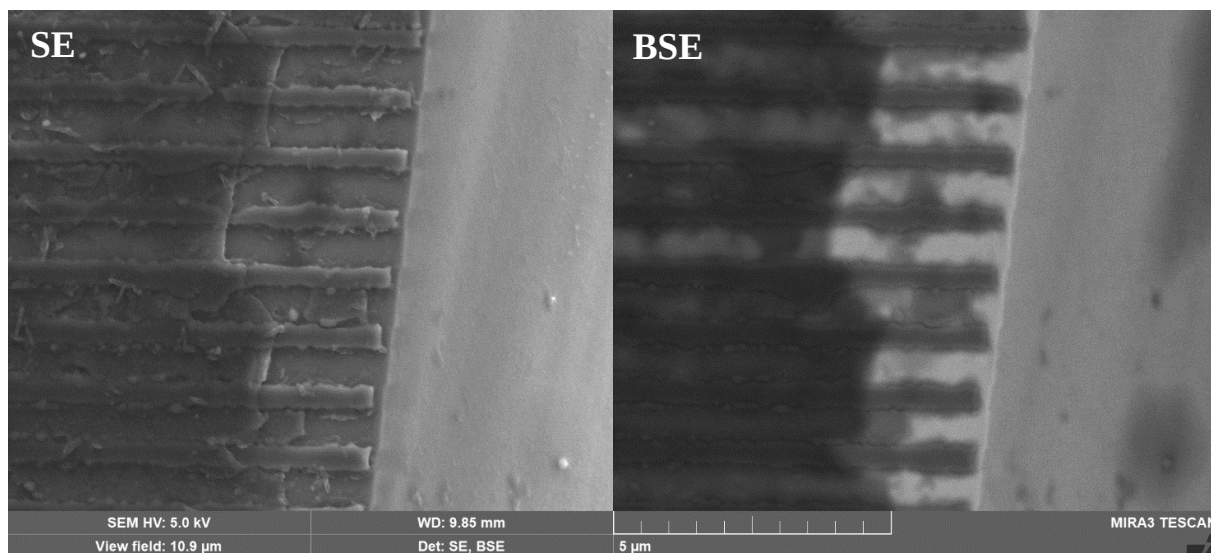


Рис. 8 – Изображения с SE и BSE детекторов СЭМ поверхности LiNbO_3 : а) край области с ПТР ($\Lambda = 2000$ нм) после обработки в Н-плазме (50 Вт; 300 °С; 120 мин); б) поперечный скол и в) вид сверху поперечного скола области с ПТР ($\Lambda = 1000$ нм) после обработки в Н-плазме (50 Вт; 200 °С; 150 мин) с наглядной стратификацией тонких приповерхностных слоев

IV: Участок IV соответствует исходному LiNbO_3 ($n_e \approx 2,20$; $\rho = 4,65 \text{ г/см}^3$), не подвергнутому воздействию компонентов Н-плазмы.

III: Исходя из характера изменения относительных концентраций элементов с глубиной можно предположить формирование ПО фаз $\text{H}_x\text{Li}_{1-x}\text{NbO}_3$ на участке III и повышение ПП относительно ПП исходного LiNbO_3 на 0,01 – 0,15; плотность на данном участке снижается на 0,01 – 0,75 % по сравнению с исходным материалом. При этом ПО фазы сосуществуют с исходным LiNbO_3 .

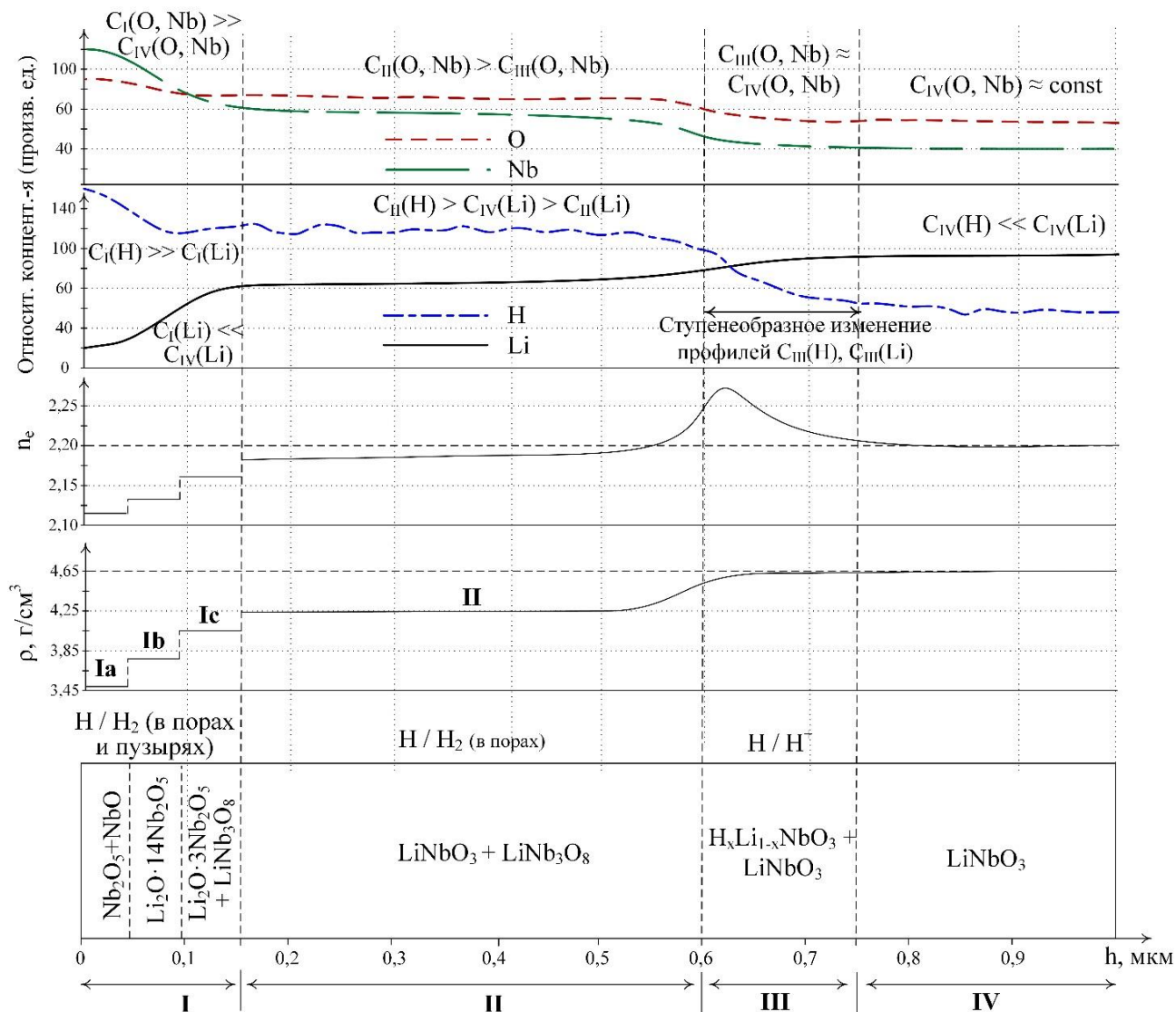


Рис. 9 – Возможные изменения структуры и свойств приповерхностных слоев LiNbO_3 после обработки в Н-плазме на примере изменения профилей относительных концентраций Н и Li, О и Nb с глубиной приповерхностного слоя LiNbO_3 после 2 ч при 175°C обработки в Н-плазме (из источников [1]). Введено обозначение относительной концентрации: $C_{\text{участок}}(\text{хим. элемент})$

II: На участке II существенно снижается соотношение Li/Nb, следовательно в пределах данного слоя могла сформироваться обеденная по оксиду лития фаза LiNb_3O_8 , сосуществующая с исходным LiNbO_3 . Концентрация лития в приповерхностных слоях снижается в результате протекания процесса обратной диффузии [2, 4]. Предположительно, ПП на участке II несколько ниже ПП исходного LiNbO_3 . Также на участке II наблюдается высокая концентрация

водорода, поэтому можно предположить возможность протекания процесса формирования мелких пор, заполненных водородом. Данное предположение косвенно подтверждается экспериментальными данными других исследовательских групп: максимальная концентрация водорода в ПО фазах образцов LiNbO_3 составляет $1,9 \cdot 10^{22} \text{ см}^{-3}$ (при условии замены всех атомов Li на протоны в стехиометрическом LiNbO_3); согласно же экспериментальным данным [7], концентрация водорода в приповерхностных слоях LiNbO_3 после обработки в H-плазме составляет $(2,0 - 5,0) \cdot 10^{22} \text{ см}^{-3}$. Возможно, такая концентрация водорода превышает пороговую (которая могла бы «раствориться» в приповерхностном слое LiNbO_3 с образованием кристаллических фаз), и, как следствие, инициирует формирование дефектов, пор и пузырей, заполненных водородом. В связи с формированием пор плотность на участке II существенно снижается (предположительно, на 7 – 10 %) по сравнению с плотностью исходного материала.

Наиболее вероятно, что наибольший вклад в объемное увеличение приповерхностных слоев оптических материалов в ходе обработки в H-плазме вносит формирование пор и пузырей, заполненных водородом.

I: В пределах участка I выделяются «слои» с предположительным составом: **Ic** ($\text{Li}_2\text{O} \cdot 3\text{Nb}_2\text{O}_5$, сосуществующий с LiNb_3O_8); **Ib** ($\text{Li}_2\text{O} \cdot 14\text{Nb}_2\text{O}_5$); **Ia** (NbO , Nb_2O_5 – согласуется с источниками [1, 4, 8]). Наиболее вероятно, с помощью СЭМ в SE и BSE контрастах наблюдаются именно слои Ia, Ib и Ic (и частично II), характеризующиеся довольно четкой стратификацией. Плотность между слоями изменяется скачкообразно, причем $\rho(\text{Ia}) < \rho(\text{Ib}) < \rho(\text{Ic}) < \rho(\text{II})$. Возможно, участок I частично состоит из «вытолкнутого из объема» материала в результате его объемного увеличения при обработке в H-плазме. Водород в слое, соответствующем участку I, наиболее вероятно, находится преимущественно в порах и даже в пузырях из-за его большой концентрации. ПП на участке I также изменяется скачкообразно, как и плотность приповерхностных слоев. При этом (согласно источникам [7]) ПП на поверхности образца ниже ПП исходного LiNbO_3 .

Выявленная стратификация слоев Ia, Ib, Ic, II необычна тем, что все эффекты, связанные с ионной имплантацией, исчерпали себя на глубине около 10 нм (толщине ионно-имплантированного слоя, сформированного при бомбардировке LiNbO_3 частицами с энергиями до 100 эВ, согласно оценкам [2]), вглубь слоев Ia, Ib, Ic и II (120 нм и глубже) водород проникает за счет диффузии с такими необычными наблюдаемыми эффектами. Также важно отметить, что водород вглубь подложки диффундирует неравномерно, он накапливается в ловушках, формирует поры; реализуется процесс с положительной обратной связью: чем больше концентрация диффундировавшего водорода, тем больше пор и ловушек, тем труднее другому диффундирующему из тонкого приповерхностного слоя (толщиной 10 нм) водороду проникнуть вглубь подложки.

Описанные участки I – IV наблюдаются на всех профилях изменения относительных концентраций H и Li, O и Nb с глубиной, полученных с помощью ВИМС с образцов LiNbO_3 , подвергшихся воздействию H-плазмы (приведенных

в источниках [1, 2]). Изменяются лишь характерные глубины их существования в зависимости от времени и условий обработки в Н-плазме.

В четвертой главе приведены возможные направления применения обработки оптических материалов в Н-плазме.

В результате модификации в Н-плазме приповерхностных слоев НКС-стекла и LiNbO_3 в ходе обработок при различных режимах и последующих отжигах не были сформированы оптические волноводы для $\lambda = 632$ нм. Наиболее вероятно, что данный метод модификации не может быть использован для создания оптических волноводов в связи с формированием дефектов структуры и скоплением водорода в высокой концентрации в тонком приповерхностном слое.

Однако, в ходе данной работы впервые путем модификации приповерхностных слоев оптических материалов в Н-плазме были созданы ДР на образцах из НКС стекла, LiNbO_3 и ПО LiNbO_3 . Режимы формирования нескольких ДР и их характеристики приведены в табл. 1. С помощью обработки в Н-плазме были сформированы ДР с периодами Λ от 323 до 2000 нм и ЭД от $10^{-5}\%$ до 0,73 % для оптического излучения с длиной волны $\lambda = 633$ нм. Способ формирования ДР в Н-плазме на поверхности оптических материалов защищен патентом РФ 2629891.

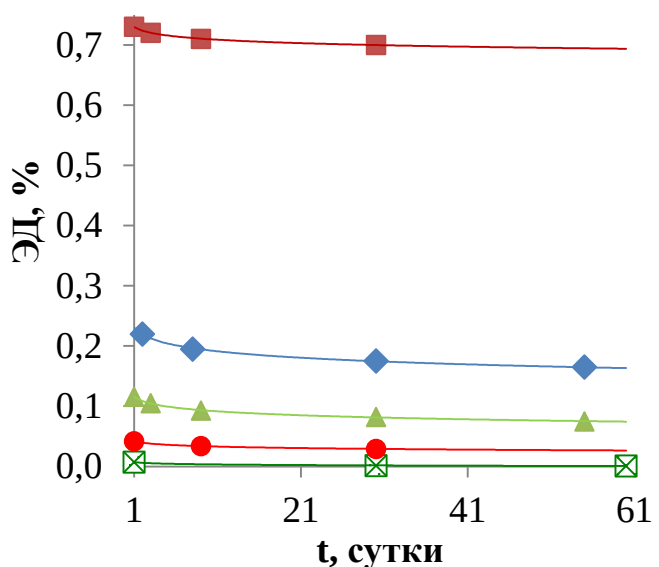
Табл. 1 – Режимы формирования ДР и их характеристики (рельеф на ДР – разница уровней областей «А_{прям}» и «Б_{косв}»; ΔT при 633 нм – снижение оптического пропускания на длине волны 633 нм относительно исходного образца)

Материал	Маска	Λ , нм	P, Вт	T, °C	t, мин	ЭД, % (S поляр-я)	Рельеф на ДР, нм	ΔT при 633 нм, %
LiNbO_3	S1805	350	50	б/н	30	$3,7 \cdot 10^{-5}$	1 – 2	2,5
LiNbO_3	Al	1000	50	200	150	0,22	80	43
LiNbO_3	Al	2000	50	300	120	0,116	30	67
ПО LiNbO_3	S1805	350	50	б/н	30	$5 \cdot 10^{-5}$	2 – 3	3,7
ПО LiNbO_3	S1805	2000	50	б/н	60	0,0083	4 – 5	13,7
ПО LiNbO_3	Al	1000	50	250	60	0,042	22	64,0
НКС стекло	S1805	500	50	б/н	60	0,0017	1 – 2	2,2
НКС стекло	S1805	1000	50	б/н	60	0,0064	1 – 2	2,2
НКС стекло	Al	2000	45	300	120	0,73	90	2,3
НКС стекло	S1805	323	75	б/н	60	$3,5 \cdot 10^{-5}$	1 – 2	2,1

При наблюдении за изменением рабочих характеристик ДР, созданных в Н-плазме, было выявлено экспоненциальное снижение ЭД с течением времени (рис. 10). ДР выдерживались на воздухе, при температуре около 18 °C. Наиболее интенсивное снижение ЭД с течением времени наблюдалось на тех ДР, которые были созданы путем модификации в Н-плазме без дополнительного нагрева. ЭД на ДР, созданных без дополнительного нагрева, снижалась фактически до нуля в течение нескольких месяцев. Такие ДР в день изготовления хорошо визуаль-

наблюдались, по прошествии нескольких месяцев они релаксировали, становились визуально не различимы.

Дифракционные решетки, созданные путем модификации в Н-плазме при дополнительном нагреве 150 °С и выше, более стабильны с течением времени: ЭД в первые 5 – 10 дней снижалась не более, чем на 30 % по сравнению со значением, измеренным в день обработки. В последующий период наблюдения ЭД существенно не изменялась. ДР остаются визуально различимы и по прошествии 6 лет после формирования. Необходимо также отметить, что скорость релаксации ДР (уменьшения ЭД) снижается со временем.



- LiNbO_3 , $\Lambda=1$ мкм, 75 Вт, б/н, 60 мин
- ◆ LiNbO_3 , $\Lambda=1$ мкм, 50 Вт, 200 °С, 150 мин
- ПО LiNbO_3 , $\Lambda=1$ мкм, 50 Вт, 250 °С, 60 мин
- ▲ LiNbO_3 , $\Lambda=2$ мкм, 50 Вт, 300 °С, 120 мин
- НКС-стекло, $\Lambda=2$ мкм, 50 Вт, 300 °С, 120 мин

Рис. 10 – Изменение ЭД на ДР со временем на подложках из различных оптических материалов

(возрастание поглощения), повышение шероховатости поверхности материала после обработки в Н-плазме, формирование слабопроводящих слоев (предположительно из оксидов ниобия [8]), автором работы предложено использовать обработку нерабочих граней и нерабочих областей ИО схем из LiNbO_3 в Н-плазме для улучшения эксплуатационных параметров и повышения стойкости к внешним воздействующим факторам ИО схем и устройств на их основе. Автором подана заявка на патент РФ 2020143144 «Способ улучшения характеристик ИО схем путем обработки нерабочих граней и областей в Н-плазме».

В заключении перечислены основные результаты исследований, изложенных в диссертации.

Автор в работе представил также другое возможное применение обработки оптических материалов в Н-плазме. С целью повышения рабочих характеристик ИО схем, для снижения влияния радиационных мод на полезный сигнал и нейтрализации пироэффекта при вариации температуры окружающей среды, производители ИО схем прибегают к формированию пазов на нерабочей грани ИО схем, заполнению их поглощающим составом; матированию поверхности нерабочей грани; нанесению электропроводящего состава и замыканию граней, на которых скапливаются заряды противоположных знаков. Исходя из оказываемого влияния Н-плазмы на структуру и свойства LiNbO_3 : снижение оптического пропускания

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

При обработке оптических материалов в Н-плазме низкоэнергетические (индуцированные компонентами с энергиями до 100 эВ) радиационные эффекты сочетаются с разнообразными диффузионными процессами, приводящими к порообразованию, аномальному объемному распуханию приповерхностных слоев, изменению их стехиометрического состава, что сопровождается стратификацией указанных слоев по их химическому составу, плотности, структуре и другим физическим параметрам. При этом:

1. Экстремальное объемное увеличение (до 10 % и более) приповерхностных слоев оптических материалов происходит, в первую очередь, вследствие формирования пор и пузырей, заполненных водородом.

2. Наблюдаемые в работе тонкие (30 – 100 нм) стратифицированные слои формируются как результат особенного протекания процессов диффузии водорода вглубь подложки и обратной диффузии лития и состоят из соединений системы $\text{Li}_2\text{O} - \text{Nb}_2\text{O}_5$ с низким (менее 46 %) содержанием Li.

3. Плотность стратифицированных слоев изменяется скачкообразно; их плотность меньше плотности исходного LiNbO_3 в связи с большой концентрацией водорода, наличием пор и пустот.

4. Несмотря на малые энергии компонентов Н-плазмы, изменения оптических свойств материалов и характер эволюции изменений схожи с изменениями материалов после радиационных воздействий.

Учитывая, что формирование радиационно-индуцированных дефектов, объемное распухание приповерхностных слоев имеют место при обработке в Н-плазме как кристаллических (LiNbO_3), так и аморфных (кварцевое, НКС стекла) материалов, есть основания считать, что данные изменения структуры и свойств будут наблюдаться и при модификации других оптических материалов, не описанных в настоящей работе. Особенности изменений структуры и свойств материалов (изменения стехиометрии, стратификации приповерхностных слоев или др.) будут зависеть от химических процессов, реализующихся в ходе модификации в Н-плазме.

На основе выявленных в работе закономерностей изменения структуры и свойств автором показана возможность использования обработки оптических материалов в Н-плазме для формирования базовых элементов ИО схем – дифракционных решеток, предложен способ улучшения эксплуатационных характеристик ИО схем за счет обработки их нерабочих областей в Н-плазме.

СПИСОК ЦИТИРОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ren Z., Heard P. J., et al. Fabrication and characterizations of proton-exchanged LiNbO_3 waveguides fabricated by inductively coupled plasma technique // Applied Physics Letters. – 2006. – Vol. 88. – P. 142905.

2. Ren Z., Heard P. J., Yu S. Proton exchange and diffusion in LiNbO_3 using inductance coupled high density plasma // Journal of Vacuum Science and Technology B. – 2007. – Vol. 25. – № 4. – P. 1161-1165.

3. Turcicova H., Perina V., et al. Plasma processing of LiNbO₃ in a hydrogen/oxygen radio-frequency discharge // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 1998. – Vol. 31. – P. 1052-1059.
4. Turcicova H., Zemek J., et al. Surface Analysis of LiNbO₃ Single Crystals Modified by Radio-Frequency Hydrogen Plasma // *Surface and Interface Analysis*. – 2000. – Vol. 29. – P. 260-264.
5. Gerhard C., Tasche D., et al. Near-surface modification of optical properties of fused silica by low-temperature hydrogenous atmospheric pressure plasma // *Optical Letters*. – 2012. – Vol. 37. – № 4. – P. 566-568.
6. Шевцов Д. И., Азанова И. С. и др. Метастабильные фазы в протонообменных волноводах на X-срезе ниобата лития // *Физика твердого тела*. – 2006. – Т. 48. – № 6. – С. 996–1000.
7. Budnar M., Zorko B., et al. ERDA study of H⁺ incorporated into lithium niobate optical layers // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. – 2000. – Vol. 161 – 163. – P. 568-572.
8. Turcicova H., Pracharova J., et al. Sheet Resistance of LiNbO₃ Wafers Processed in Radio-Frequency Plasma of Hydrogen // 19 th Symp. on Plasma Physics and Technology (Prague, June 6 – 9, 2000). – *Czechoslovak Journal of Physics*, 2000. – Vol. 50 (S3). – P. 461-465.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Салгаева У. О., Волынцев А. Б., Малинина Л. Н. Рентгенографические исследования структурных особенностей монокристаллов LiNbO₃ в состоянии поставки, после протонирования и отжига // *Материалы краевой научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых учёных «Физика для Пермского края»* (Пермский государственный университет, 18 – 25 апреля 2011 г.). – Пермь, 2011. – С. 79-83.
2. Мушинский С. С., Кичигин В. И., Петухов И. В., Минкин А. М., Скачков А. П., Салгаева У. О., Малинина Л. Н., Шевцов Д. И., Волныцев А. Б. Строение и свойства протонообменных слоёв, формируемых на +Z и –Z поверхностях LiNbO₃ // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. – 2013. – Т. 10. – № 1. – С. 117-123.
3. Mushinsky S. S., Kichigin V. I., Petukhov I. V., Minkin A. M., Skachkov A. P., Salgaeva U. O., Malinina L. N., Shevtsov D. I., Volyntsev A. B. Structure and properties of proton exchanged layers in +Z cut and –Z cut lithium niobate // *Ferroelectrics*. – 2013. – Vol. 443. – № 1. – P. 20-34.
4. Salgaeva U. O., Volyncev A. B., Sidorov D. I., Mushinsky S. S., Kichigin V. I., Petukhov I. V. The Effect of Treatment in Highly-Ionized Medium on the Structural and Optical Properties of Proton Exchanged Planar Waveguides in LiNbO₃ // *Proceedings of XIV International Conference of Young Specialists on Micro/Nanotechnologies and Electron Devices* (Erlagol, July 1 – 5, 2013). – Novosibirsk, 2013. – P. 217-222.
5. Пилюгина О. Н., Волынцев А. Б., Салгаева У. О., Сидоров Д. И., Мушинский С. С., Кичигин В. И., Петухов И. В. Влияние обработки в высокоионизированной среде на структуру и оптические характеристики протонообменных волноводов в X-срезе LiNbO₃ // *Материалы региональной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых учёных «Физика для Пермского края»* (Пермский государственный университет, 18 – 25 апреля 2013 г.). – Пермь, 2013. – С. 53-56.
6. Kichigin V. I., Mushinsky S. S., Petukhov I. V., Minkin A. M., Shevtsov D. I., Oborin V. A., Malinina L. N., Salgaeva U. O., Volyntsev A. B. Characterization of the phase

structure of proton exchanged channel waveguides in Z cut LiNbO₃ using wet etching technique // Materials Chemistry and Physics. – 2013. – Vol. 142. – № 2. – P. 491-495.

7. Гилев Д. Г., Салгаева У. О., Волынцев А. Б. Моделирование распространения оптического излучения в приподнятом и гребенчатом волноводах на подложке из LiNbO₃ // Материалы региональной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых учёных «Физика для Пермского края» (Пермский государственный национальный исследовательский университет, 20 апреля – 3 мая 2015 г.). – Пермь, 2015. – Вып. 8. – С. 8-11.

8. Salgaeva U. O., Mushinsky S. S., Volyncev A. B., Azanova I. S., Shevtsov D. I. Effect of pre-annealing process on the surface roughness of ridge waveguides formed with wet etching of –Z-cut LiNbO₃ // Ferroelectrics. – 2016. – Vol. 496. – № 1. – P. 143-148.

9. Salgaeva U. O., Volyncev A. B., Mendes S. B. Surface modification of optical materials with hydrogen plasma for fabrication of Bragg gratings // Applied Optics. – 2016. – Vol. 55. – № 3. – P. 485-490.

10. Способ создания функциональных элементов интегрально-оптических схем : пат. 2629891 Рос. Федерация : МПК G 02 B 6/13 / Салгаева У. О. Волынцев А.Б.; заявители и патентообладатели Общество с ограниченной ответственностью «Малое инновационное предприятие «Пермские нанотехнологии», Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Пермский государственный национальный исследовательский университет». – № 2016117138 : заявл. 29.04.16 : опубл. 04.09.2017, Бюл. № 25 – 9 с. : ил.

11. Salgaeva U., Zhao R., Mushinsky S., Jasinski J., Fu X.-A., Henner V., Dharmasena R., Sumanasekera G. Photoluminescence in Functionalized/Doped Graphene Quantum Dots: Role of Surface States // Journal of Nanomaterials & Molecular Nanotechnology. – 2017. – Vol. 6. – № 2.

12. Москалев Д. Н., Салгаева У. О., Пономарев Р. С. Разработка интегрально-оптической брэгговской решетки с высокими спектрально-селективными свойствами на основе волноводов из Si₃N₄ // Прикладная фотоника. – 2018. - Т. – 5. – № 1 – 2. – С. 121-130.

13. Салгаева У. О., Хасаншина А. Р., Козлов А. А., Кондаков А. А., Волынцев А. Б., Моисеева Е. В. Чувствительный элемент на основе интегрально-оптического кольцевого резонатора и одномерного фотонного кристалла для датчиков физических величин // Нано- и микросистемная техника. – 2018. - Т. 20. – № 6. - С. 340-350.

14. Салгаева У. О., Волынцев А. Б. Модификация структуры и свойств оптических материалов в водородной плазме. Особенности изменения оптического поглощения // Фотон-экспресс. – 2019. – № 6 (158). – С. 312-313.

15. Салгаева У. О., Волынцев А. Б., Мушинский С. С. Структура и физико-химические свойства приповерхностных слоев оптических материалов, модифицированных путем обработки в водородной плазме // Вестник Пермского университета. Физика. – 2021. – № 1. – С. 12–39.

16. Способ улучшения характеристик интегрально-оптической схемы : Рос. Федерация : МПК G 02 B 6/13 / Салгаева У. О.; заявитель и патентообладатель ПАО «ПНППК» – № 2020143144 : заявл. 25.12.20 – 17 с. (заявка на изобретение).