

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования «Тверской государственный университет»

*На правах рукописи*

Третьяков Сергей Андреевич

ВЛИЯНИЕ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ И МИКРОРЕЛЬЕФА  
ПОВЕРХНОСТЕЙ НА ОПТИЧЕСКУЮ ОДНОРОДНОСТЬ  
МОНОКРИСТАЛЛОВ

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:  
д-р техн. наук, профессор Каплунов И.А.

Тверь 2019

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
Глава I. ОПТИЧЕСКИЕ АНОМАЛИИ В КРИСТАЛЛАХ .....	19
1.1. Классификация оптических аномалий в кристаллах.....	19
1.2. Механизмы образования ОА в кристаллах. ....	30
1.3. Связь между дефектами структуры и оптическими неоднородностями в кристаллах.....	31
1.4. Зависимость пропускания, поглощения и рассеяния света от объемных дефектов структуры и оптической однородности кристаллов.....	32
1.5. Влияние рельефа поверхностей на оптические характеристики элементов из монокристаллов .....	33
1.6. Известные оптические аномалии в монокристаллах германия и парателлурита.....	34
1.7. Влияние ОА на характеристики оптических, оптоэлектронных и лазерных устройств на основе кристаллов.....	46
Глава II. МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ СВЕТОВЫХ ПОТОКОВ С ВНУТРЕННИМИ ОБЪЕМАМИ И ПОВЕРХНОСТЯМИ КРИСТАЛЛОВ.....	52
2.1. Расчет индикатрис диффузионного отражения и рассеяния света поверхностями кристалла с известным микрорельефом с помощью метода геометрооптического приближения.....	52
2.2. Фотонная модель прохождения света через кристалл с произвольным распределением рассеивающих ОА. ....	60
Глава III. ОБНАРУЖЕНИЕ И ИЗУЧЕНИЕ ОА ИНТЕРФЕРЕНЦИОННО-ПОЛЯРИЗАЦИОННЫМ И ТЕПЛОВИЗИОННЫМ МЕТОДАМИ.....	75
3.1. Применение коноскопии для численных оценок искажений оптической индикатрисы, связанных с дефектами структуры. ....	75

3.2. Метод дифференциальной коноскопии.....	85
3.3. Тепловизионный контроль монокристаллов германия.....	92
3.4. Использование ИК метода для выявления структурных дефектов и оптической неоднородности.....	110
3.4.1. Образцы со структурными дефектами.....	110
3.4.2. ИК-дефектоскопия образцов германия.....	115
3.4.3. Определение удельного сопротивления монокристаллов германия.....	120
3.4.4. ИК-дефектоскопия и лазерная коноскопия светозвукопроводов включенных акустооптических устройств.....	126
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	130
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	138

## ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы. Роль монокристаллов во всех многочисленных областях современной оптики трудно переоценить. Монокристаллы являются основой для большинства типов оптоэлектронных устройств – электрооптических, магнитооптических, акустооптических. Полупроводниковые монокристаллы германия имеют электронное применение, используются в качестве материала для окон и линз объективов инфракрасных тепловизионных устройств, применяются в качестве подложек для гетероструктур солнечных элементов [1-4]. Постоянно расширяется номенклатура и масштабы применения лазерных кристаллов [5-10]. Достаточно упомянуть монокристаллы титан-сапфира – активную среду для получивших в последнее десятилетие большое распространение фемтосекундных лазеров [1, 11-14]. Значительно вырос интерес к сцинтилляционным кристаллам, в частности, к кристаллам силиката лютеция, необходимым для позитронно-эмиссионных томографов [15-18]. В акустооптике наблюдается резкое увеличение выпуска известных устройств, в первую очередь, лазерных модуляторов и дефлекторов [11, 19-24]. Одновременно разрабатываются и выпускаются такие новые устройства, как АОДЛ (акустооптические адаптивные дисперсионные линии задержки), предназначенные для сжатия и корреляции сверхмощных импульсов фемтосекундных лазеров [11, 13, 21-26]. Это сопровождается расширением производства акустооптических кристаллов – парателлурита, молибдата кальция, ниобата лития, вольфрамата кальция. Последний вид кристаллов является основным для десятков тысяч сцинтилляторов-детекторов, используемых в настоящее время в комплексе измерительной аппаратуры большого адронного коллайдера [5, 11]. Чрезвычайно объёмной сферой применения кристаллов является нелинейная оптика [5, 27]. Здесь, помимо широко используемых кристаллов КТР, КДР и ДКДР, в последнее время получили большое распространение кристаллы ВВО и КТА [5,7,8,27], LBO,



CLBO,  $\alpha$ -LiIO<sub>2</sub>, имеющие высокие коэффициенты линейной восприимчивости. Развитие акустооптики инфракрасного диапазона вызвало интерес к эффективным (имеющим высокий коэффициент акустооптического качества  $M_2$ ) и прозрачным в спектральном интервале 8–12 мкм монокристаллам каломели и элементарного теллура [11, 28, 29]. Постоянно расширяется производство кристаллов лейкосапфира, использующихся для изготовления теплоотводящих подложек в лазерных и оптоэлектронных устройствах [7, 8]. Значительно выросли за последние 10-15 лет объемы мирового производства монокристаллов силленитов, например, BGO (Bi<sub>12</sub>GeO<sub>20</sub>) и GGO (Gd<sub>3</sub>Ga<sub>5</sub>O<sub>12</sub>) [18]. Эти кристаллы используются в таких устройствах, как пьезодатчики, фильтры и линии задержки электромагнитных сигналов, электро- и магнитооптические измерители напряжённости полей, пространственно-временные модуляторы, резонаторы в лазерах. Благодаря явлению фоторефракции кристаллы BGO используются при регистрации голограмм, поскольку их показатель преломления изменяется в зависимости от интенсивности их освещения. Оптические кристаллы вместе с самыми разнообразными устройствами в огромном количестве (от сотен тысяч до миллионов штук) используются в настоящее время и в бытовой технике. Наряду с лазерными дисплеями, лазерными измерителями скорости вращения, лазерными уровнями и т.д., следует отметить массовое применение кристаллов в бытовых лазерных устройствах – лазерных указках. Так, в достаточно распространённых наиболее мощных указках (до 1 Вт и более), излучение зелёного цвета с длиной волны 532 нм является результатом преобразования (удвоения) частоты генерации лазера на монокристалле ИАГ:Nd<sup>3+</sup> [5]. Постоянно увеличивается число выпускаемых лазерных устройств на кристаллах, в том числе, мощных, полностью твердотельных многоволновых лазеров, используемых в целях навигации, картографии, океанографии, экологии (в аэрозольных лидарах) [9, 10, 30, 31], в системах космического позиционирования (ГЛОНАСС) [11].

Практически повсеместно применяются выпускаемые в РФ и за рубежом разветвители и коммутаторы каналов ВОЛС (волоконно-оптические линии связи) на основе АО-модуляторов с элементами из монокристаллов парателлуриата [11, 32]. При этом мировое ежегодное производство таких устройств уже в настоящее время достигает до 100 тыс. штук при устойчивой тенденции к увеличению, обусловленной быстрым ростом общей протяжённости кабельных волоконных сетей.

Все большую роль играют оптические монокристаллы в чисто научной сфере, в фундаментальных исследованиях, например, в астрономии и астрофизике, где расширяется применение электронно-перестраиваемых фильтров излучений и изображений – акустооптических спектрометров на основе кристаллов, прозрачных в различных участках спектра – УФ, видимом и ИК диапазонах [11, 33-35]. Такими кристаллами, использованными в проектах Европейского космического агентства «Марс-Экспресс» и «Венера-Экспресс» в составе установленных на космических аппаратах акустооптических спектрометрах СПИКАМ и СПИКАВ, также являлись кристаллы парателлуриата. В качестве фотоприёмников для фильтров использовались фотодиоды на кристаллах InGaAs [35]. Появляются сообщения о новых применениях кристаллов парателлуриата в области ядерной физики, а также в области получения термоядерной энергии с помощью сверхмощных импульсов фемтосекундных лазеров [12, 36-39].

Нельзя не упомянуть и постоянное расширение направлений разработок и производства, основанных на оптических кристаллах устройствах военного назначения. Они используются в лазерных системах ПВО и, в частности, в системах наведения УРО (управляемого ракетного оружия) на цели по лазерному лучу [26, 40, 41].

Результаты краткого обзора свидетельствует о возрастающей роли монокристаллов в оптике, оптоэлектронике и фотонике, а также в многочисленных и разнообразных современных научных и практических приложениях устройств на основе разных кристаллов. Это говорит о

безусловной актуальности общего направления диссертационных исследований. В более узком смысле актуальность тематики диссертации определяется тем, что одновременно с увеличивающимся применением монокристаллов в оптике, постоянно присутствует потребность в улучшении их структурного совершенства и однородности физических параметров кристаллов и изготавливаемых из них оптических элементов; также часто необходимо и увеличение их размеров. Эти два требования, как правило, вступают в противоречие в силу объективных причин, связанных с процессами образования дефектов при выращивании кристаллов. В результате соответствующих исследований и корректировки ростовых технологий указанные противоречия успешно разрешаются, хотя иногда за достаточно большое время. В качестве примера уместно привести примерно 50-летний путь, который прошли технологии выращивания монокристаллов парателлурита ( $\alpha\text{-TeO}_2$ ), которые являлись объектами исследования и в настоящей работе.

В 60-е годы парателлурит, оказавшийся самым эффективным акустооптическим материалом в спектральном диапазоне 0.35-6.0 мкм, выращивался из расплава исключительно способом Чохральского. В этот период лучшие и наиболее крупные кристаллы парателлурита имели диаметр не более 25-30 мм, а высоту – не более 40 мм [42-45]. Средняя плотность дислокаций в них была высокой и находилась в интервале ( $10^5\text{--}10^4\text{ см}^{-2}$ ), а зачастую доходила и до  $10^6\text{ см}^{-2}$ , что отрицательно сказывалось не только на оптических параметрах кристаллов [44], но и приводила к недопустимо высокому затуханию ультразвука [46].

В кристаллах почти всегда наблюдались захваченные в процессе вытягивания газовые пузырьки и их ассоциаты [11, 45]. Обнаруживались малоугловые границы, блочность, макроскопические включения посторонних фаз [44], фиксировались случаи растрескивания образцов. Данные спектроскопии указывали на заметные линии поглощения в видимом диапазоне [11]. Высокие концентрации примесей (платины, кремния,

различных металлов переходных групп) были обусловлены невысокой чистотой исходного сырья (99,9–99,99% основного вещества), применявшегося на начальном этапе развития технологий получения парателлурида [42, 43].

За прошедшее время чистота применяемой исходной шихты-диоксида теллура – достигла уровня 99,9999–99,99999% основного вещества (6N и 7N соответственно) [47]. Плотность дислокаций в кристаллах составляет в среднем  $10^3 \text{ см}^{-2}$ , т.е. снижена на два порядка. Практически устранён процесс захвата кристаллами газовых пузырьков [48]. Удалось повысить коэффициенты пропускания света кристаллами парателлурида в некоторых участках диапазона прозрачности. В материале отсутствуют малоугловые границы и блоки, исключено самопроизвольное растрескивание, заметно уменьшено рассеяние света. Снизились максимальные значения углов аномальной двуосности  $2V$  в теоретически одноосных кристаллах парателлурида – с нескольких градусов до 10–15 минут [44], уменьшена свильность материала [48]. Подавление процессов образования структурных дефектов и ОА (оптических аномалий) при выращивании монокристаллов парателлурида сопровождалось значительным увеличением размеров буль и слитков. В настоящее время парателлурид высокого качества выращивают не только способом Чохральского, но и способом Бриджмена-Стокбаргера [49]. На настоящее время кристаллы парателлурида превышают 100 мм в диаметре, в высоту - 90 мм, а масса самых крупных образцов доходит до 2-х и более килограмм [48, 50]. Стремление к увеличению размеров кристаллов, помимо очевидного экономического эффекта, заключающегося в уменьшении отходов при раскройке на элементы исходных буль, а также в повышении производительности при массовом выпуске элементов, имеет и чисто физические обоснования. В акустооптических устройствах некоторых типов миниатюризация элементов – светозвукопроводов идёт вразрез с физическими принципами дифракции света на ультразвуке, в соответствии с которыми проектируются эти устройства. В особенности это касается ряда

современных, недавно разработанных устройств, в первую очередь, дисперсионных линий задержки, а также широкоапертурных электронно-перестраиваемых фильтров излучения и изображений [11, 20]. Так, один из основных параметров АОДЛ – время задержки сигнала – прямо пропорционально длине СЗП (светозвукопровода), вдоль которой в одном направлении распространяются световая и звуковая волны [11]. На сегодня известная максимальная длина СЗП АОДЛ из парателлурита достигает 60–80 мм [48], но для решения ряда новых задач требуется её увеличение до 90–110 мм. Далее, увеличение угловой апертуры и спектрального разрешения АОПФ астрофизического назначения, требует, чтобы СЗП из монокристаллов парателлурита имели размеры до 50 x 50 x 60 мм вдоль оптической оси и в плоскостях входной и выходной граней элемента устройства. Для изготовления таких элементов необходимы исходные кристаллы с размерами, близкими к рекордным в настоящее время [11, 20]. Тем не менее, ни достигнутые размеры, ни современные характеристики структурного совершенства и оптического качества кристаллов парателлурита не являются окончательными и предельными.

Все вышесказанное можно отнести и к монокристаллам германия, также исследованным в настоящей работе. Они выращиваются из расплава, в основном, способом Чохральского, хотя иногда используются метод направленной кристаллизации, метод Степанова и модифицированный метод Бриджмена [1, 2]. Если в 50–60-е годы 20 века максимальный диаметр монокристаллов германия достигал 50–100 мм, то в настоящее время он составляет 400–500 мм [2]. Плотность дислокаций в наиболее совершенных образцах уменьшена за истекший период с  $10^4$ – $10^5$  см<sup>-2</sup> до 10–100 см<sup>-2</sup>, т.е. кристаллы германия являются почти бездислокационными [1]. Области применения германия обширны; в настоящее время основная проблема при выращивании монокристаллов германия состоит в стабильном и воспроизводимом получении бездислокационных и низкодислокационных монокристаллов для ряда применений (в частности, детекторы излучений на

основе монокристаллов, подложки фотоэлектрических преобразователей) [51]. По-прежнему актуальны проблемы увеличения оптического пропускания, уменьшения рассеяния, уменьшения вариаций показателей преломления [1, 2, 52]. При этом методики исследования этих характеристик, применяемый в них математический аппарат на протяжении длительного времени остаются практически неизменными. Зачастую они уже не отвечают требуемым в настоящее время точности, чувствительности, и не вполне приемлемы для неразрушающего контроля крупногабаритных кристаллов.

Анализ результатов развития технологий выращивания кристаллов, применяемых в оптике, оптоэлектронике и фотонике, также говорит о том, что наряду с увеличением размеров и серьёзным улучшением структурного и оптического качества, проблемы увеличения оптической однородности кристаллов остаются до настоящего времени актуальными. И здесь наиболее важными являются взаимосвязанные характеристики монокристаллов, которые определяются внутренними и поверхностными дефектами, включая дислокации, границы блоков, включения разных типов, примеси фоновые и легирующие, шероховатость оптических поверхностей, напряжения и др.:

- Вариации показателей преломления  $\Delta N/N$ . Их уменьшение до значений менее  $10^{-5}$  должно уменьшать шумы в изображениях, увеличивать разрешение спектральных приборов, увеличивать число разрешаемых позиций лазерного луча в дефлекторах, косвенным образом увеличивать пропускание света за счет снижения рассеяния.
- Коэффициент пропускания излучения  $T$ . Его увеличение возможно за счет снижения рассеяния и поглощения (без учета процессов отражения на границах раздела). На рассеяние влияют структурные неоднородности различных пространственных масштабов – примесные атомы, дислокации, блоки, включения посторонних фаз, шероховатость оптических поверхностей кристаллов. Показатель поглощения реального кристалла зависит от тех же самых дефектов структуры, а в ряде случаев

от наличия примесей (которые могут приводить как к возрастанию поглощения, так и к снижению для разных кристаллов).

- Лазерная прочность (лучевая лазерная стойкость, лазерный порог разрушения). Повышение этих, по физическому смыслу, тождественных числовых характеристик, является, особенно в последнее время, чрезвычайно важной задачей в связи с использованием новых мощных и сверхмощных, непрерывных и импульсных лазеров. Зачастую плотности мощности излучения таких лазеров находятся вблизи порогов разрушения лазерных кристаллов, а иногда и превосходят их. Между тем, лазерная прочность кристалла является характеристикой, которая сильно зависит от перечисленных выше дефектов – примесей, дислокаций, оптических неоднородностей, параметров шероховатости оптических поверхностей. Так, у кристаллов парателлуриата она может варьировать в пределах 150–220 МВт/см<sup>2</sup>, в зависимости от структурного и оптического качества кристаллов [11, 48]. Увеличение лазерной прочности парателлуриата в особенности важно для использования этих кристаллов в АОДЛ, предназначенных для сверхмощных фемтосекундных лазеров, входящих в состав систем, реализующих условия термоядерного синтеза [21, 36].
- Оптические аномалии макроуровня – анизотропия свойств кристаллов, аномальная двуосность одноосных кристаллов. Исключение или уменьшение ОА должно приводить к улучшению остальных оптических характеристик.
- Параметры шероховатости – в общем случае, структура микрорельефа (нанорельефа) оптических поверхностей элементов или деталей из монокристаллов. Несмотря на хорошо известную взаимосвязь пропускания излучения кристаллами с рельефом их поверхностей [52–54], данный вопрос с теоретической стороны, а также экспериментально, изучен совершенно недостаточно. Исследования, в которых одновременно учитывались бы как объёмные дефекты структуры

кристалла, так и параметры шероховатости поверхностей кристалла при расчете коэффициентов пропускания света, практически отсутствуют. Оптические потери, связанные с диффузным рассеянием, никогда не рассматриваются вместе с потерями, обусловленными внутриобъемными аномалиями и неоднородностями.

Таким образом, актуальность исследования обусловлена повышением требований к оптическим характеристикам кристаллов для современных приборов и устройств. Также необходимостью совершенствования методов выявления оптических неоднородностей в монокристаллах; необходимостью классификации и получения численной оценки оптических неоднородностей; необходимостью совершенствования теоретических и экспериментальных методов оценки влияния рельефа оптических поверхностей на параметры светового потока, проходящего через кристалл с объемными дефектами структуры.

Цель диссертационной работы – исследование неоднородностей монокристаллов и оптических аномалий, обусловленных внутренними дефектами структуры и шероховатостью поверхностей монокристаллов.

Для достижения цели были сформулированы и поставлены следующие задачи исследований.

- Анализ данных о физических причинах проявления в монокристаллах оптических аномалий и неоднородностей, об их связи с дефектами структуры различных типов, о современных методах выявления и численной оценки параметров оптических неоднородностей, в частности, монокристаллов германия и парателлурита.
- Разработка метода расчета коэффициентов пропускания света кристалла с заданными концентрациями дефектов структуры, основанного на модели траекторий фотонов.



- Разработка и тестирование программы расчета индикатрис диффузного отражения и пропускания света поверхностями кристалла в рамках представлений геометрической оптики.
- Разработка математических и компьютерных методов анализа коноскопических картин одноосных монокристаллов и расчет параметров оптических аномалий на примере монокристаллов парателлурита.
- Исследование неоднородностей в монокристаллах германия с помощью тепловизионной техники.
- Исследование влияния нагрева на шероховатость поверхности монокристаллов германия.
- Исследование влияния выделения тепла в светозвукопроводах акустооптических устройств, при различных мощностях и частотах ультразвука, на искажения оптической индикатрисы пропускания кристаллов парателлурита.

Научная новизна работы. В результате проведенных исследований получены следующие результаты:

- Разработаны и протестированы программы расчета индикатрисы светового потока, падающего на монокристалл с известным распределением внутренних дефектов и известным микрорельефом оптических поверхностей.
- Разработаны методы анализа коноскопических картин, позволяющие путем компьютерного сравнения изображений изохром обнаруживать, классифицировать и вычислять характеристики оптических аномалий в кристаллах.
- С помощью тепловизионной аппаратуры и метода коноскопии получены данные об искажении оптической индикатрисы в светозвукопроводе акустооптических устройств – дефлекторов и электронно-перестраиваемых фильтров (на основе монокристаллов парателлурита) при различных частотах и мощностях ультразвука.

- Впервые выявлены необратимые изменения шероховатости поверхности монокристаллов германия, вызванные процессами массопереноса на наноуровне при нагреве, приводящие к снижению оптического пропускания.
- Впервые исследовано распределения легирующей примеси в кристаллах германия тепловизионным методом.

#### Практическая значимость

Разработанные и проверенные методики измерений и программы расчета коэффициента пропускания и отражения света могут применяться при определении оптической однородности крупногабаритных монокристаллов германия, предназначенных для объективов тепловизионных устройств, при отборе крупногабаритных монокристаллов парателлуриата для изготовления светозвукопроводов акустооптических дисперсионных линий задержки, предназначенных для сжатия и корреляции сверхмощных импульсов фемтосекундных лазеров. Данные методика и программы могут применяться при измерениях оптических параметров и контроле оптической однородности различных монокристаллов в научных организациях и на предприятиях, выпускающих устройства оптики, оптоэлектроники и фотоники.

Метод лазерной коноскопии, дополненный компьютерной программой и математическим аппаратом для анализа коноскопических картин, использован в метрологии оптической однородности и геометрической формы элементов из монокристаллов парателлуриата и ниобата лития. Он может применяться при контроле оптического качества всех одноосных кристаллов, прозрачных в видимом диапазоне. Он может также применяться для непосредственных наблюдений и исследований влияния тепла, выделяющегося в элементах работающих акустооптических устройств при поглощении ультразвука, на оптическую однородность светозвукопроводов, изготовленных из монокристаллов.

Метод тепловизионной дефектоскопии, испытанный в работе при поиске объемных структурных дефектов в кристаллах германия, может применяться для контроля однородности крупногабаритных полупроводниковых монокристаллов, например, кремния, арсенида галлия, фосфида индия.

Разработанный и испытанный на кристаллах германия и парателлурита способ расчета индикатрис пропускания и диффузного рассеяния света поверхностями кристаллов адаптирован для решения задач, связанных с уменьшением заметности объектов в оптическом диапазоне, а также с увеличением прозрачности оптических элементов с помощью создания на их поверхности специального микрорельефа.

Разработанные методы исследований оптической однородности монокристаллов могут быть использованы на предприятиях и в организациях, осуществляющих выпуск монокристаллов.

#### Методология и методы исследований.

При исследованиях оптической однородности прозрачных в видимом диапазоне монокристаллов парателлурита, при выявлении изменений показателей преломления, свилей, аномальной двуосности, а также клиновидности элементов из кристаллов использован метод лазерной коноскопии.

При исследованиях микрорельефа и нанорельефа оптических поверхностей монокристаллов применялся метод интерференционной профилометрии.

Искажения оптической индикатрисы монокристаллов парателлурита, возникающие вследствие выделения тепла в светозвукопроводах работающих акустооптических устройств, исследованы с помощью тепловизионной аппаратуры.

Опыты по обнаружению объемных структурных дефектов в крупногабаритных монокристаллах оптического германия проведены методом тепловизионной дефектоскопии.

Измерения коэффициентов пропускания и отражения излучения монокристаллами германия и парателлуриата осуществлены в видимом и инфракрасном (до 20 мкм) диапазонах спектрометрическим методом.

Создание модельных антиотражающих рельефов на поверхности оптических элементов из монокристаллов парателлуриата осуществлялось методом химического травления.

#### Научные положения и результаты, выносимые на защиту.

- Использование математических моделей распространения световых потоков через монокристаллы, разработанных на основе законов корпускулярной и геометрической оптики, учитывающих микрорельеф реальных поверхностей и концентраций объемных дефектов структуры, позволяет с высокой точностью получать данные о конечных параметрах светового потока, изначально падающего на кристалл (индикатрисы пропускания, отражения и рассеяния; распределение в материале поглощённого излучения).
- Оптические аномалии, связанные с дефектами структуры и внешним воздействием, эффективно обнаруживаются и классифицируются методом лазерной коноскопии с помощью математического анализа искажений геометрии изохром и сравнения изображений коноскопических картин путем вычитания, которые позволяют рассчитать изменения коэффициентов преломления.
- Неоднородное распределение электроактивных примесей, как и дефекты структуры в объеме монокристаллов германия, выявляются с помощью тепловизионной дефектоскопии.
- Нагрев монокристаллов германия приводит к необратимой перестройке структуры рельефа полированной поверхности на уровне нескольких нанометров и к уменьшению коэффициента пропускания излучения в спектральном диапазоне прозрачности.

Достоверность результатов. Достоверность результатов, полученных в диссертации, обосновывается экспериментальной проверкой теоретических

положений, выполненной с помощью современных методов и аппаратуры, апробацией на научных конференциях, публикациями в рецензируемых изданиях, а также практическим использованием при измерениях параметров оптического качества монокристаллов германия и парателлурита, по итогам которых образцы, прошедшие метрологические испытания, установлены в действующих оптических, акустооптических и лазерных устройствах.

По результатам исследования автором работы опубликовано 38 научных работ, из них 13 – в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК РФ, 4 патента на изобретения, 4 свидетельства на программы для ЭВМ, 1 заявка на изобретение.

#### Апробация работы.

Основные результаты диссертационной работы были представлены на International Conference on Functional Materials and Nanotechnologies 2013, FM and NT 2013, 24 April 2013, Tartu (Estonia); 12th School on Acousto-Optics and Applications, June 2014, Druskininkai (Lithuania); 12th Russia/CIS/Baltic/Japan Symposium on Ferroelectricity, RCBJSF 2014 and 9th International Conference on Functional Materials and Nanotechnologies, FM and NT 2014, 29 Sep - 2 Oct 2014, Riga (Latvia); 44th Winter School on Wave and Quantum Acoustics, 2-6 March 2015, Szczyrk (Poland); International Congress on Ultrasonics, 18-20 December 2017, Honolulu, Hawaii; VII Международной конференции «Фотоника и информационная оптика», НИЯУ МИФИ, 24-26 января 2018 г. (Москва); 3-й Международной научно-практической конференции, 19-20 апреля 2018 г. (Омск); XII международной конференции «Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций», 21-25 мая 2018 г. (Екатеринбург); VIII Международной конференции «Фотоника и информационная оптика», НИЯУ МИФИ, 23-25 января 2019 г. (Москва).

Работа по теме диссертации проводилась в соответствии с проектом «Разработка физических принципов и методов управляемого влияния микрорельефа поверхностей оптических материалов на их прозрачность» (ГЗ, проект 3.5786.2017/8.9); в рамках реализации ФЦП «Исследования и

разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 - 2020 годы» (соглашение 14.577.21.0004 (RFMEFI57714X0004); соглашение 14.574.21.0113 (RFMEFI57414X0113).

#### Структура и объем диссертационной работы.

Диссертационная работа состоит из введения, трех глав, заключения, списка литературы. Работа содержит 150 страниц основного текста, 91 рисунок, 5 таблиц, 125 наименований цитируемой литературы.

#### Личный вклад автора.

Диссертантом совместно с научным руководителем проводились: выбор темы, постановка цели и задач исследований, планирование работы и структуры диссертации. В теоретической части работы автором сформулированы алгоритмы для математических моделей, проведены виртуальные эксперименты и проанализированы полученные результаты. В экспериментальной части работы автором самостоятельно были разработаны методы оценки однородности монокристаллов, проведены исследования влияния дефектов структуры и шероховатости поверхности, а также процессов нагрева на оптическую однородность монокристаллов с помощью оптического профилометра NanoMap WLI 1000, тепловизионной камеры FLIR T250 и оптических схем регистрации коноскопических картин, проведены расчеты, обработаны полученные результаты.

## Глава I. ОПТИЧЕСКИЕ АНОМАЛИИ В КРИСТАЛЛАХ.

### 1.1. Классификация оптических аномалий в кристаллах.

Оптические аномалии (ОА) – обобщающий термин, сравнительно недавно вошедший в научную литературу для описания разнообразных неоднородностей и структурных дефектов в кристаллах, применяемых в оптике, оптоэлектронике и лазерной технике [55, 56]. В указанных работах даётся удобное и достаточно общее определение ОА как любого нарушения оптической индикатрисы кристалла. Очевидно, что в этом определении по умолчанию предполагается, что такие нарушения оптической индикатрисы кристалла должны быть настолько существенными, чтобы их можно было обнаружить экспериментально. Там же предложена и классификация ОА по характерным размерам: ОА макроуровня (более 100 мкм); ОА мезоуровня (10 мкм–100 мкм) и ОА микроуровня (менее 10 мкм). При этом некоторые структурные дефекты, например, дислокации, не вполне поддаются отнесению в какой-либо из перечисленных групп размеров. Во многих работах [57-60] с дислокациями и их скоплениями связываются высокие (до 100 МПа) механические напряжения, проявление которых иногда можно непосредственно наблюдать вследствие эффекта фотоупругости при просвечивании прозрачных кристаллов. Поэтому дислокации, как и дефекты структуры других размерностей, следует относить к ОА. Однако дислокации (кроме дислокационных петель) пронизывают кристаллы насквозь, заканчиваясь на их поверхностях, и часто имеют протяженности, заведомо превышающие 100 мкм (макроуровень). В то же время формально в направлениях, ортогональных линии дислокации, её размеры не превышают величины вектора Бюргерса, то есть близки к параметрам решетки – порядка 1 нм (микроуровень). За исключением дислокаций, таким образом, все известные структурные дефекты и оптические неоднородности могут быть правильно отнесены к ОА в рамках предложенной в [55, 56] классификации.

С целью придания ей ещё большей строгости, следовало бы включить в перечень ОА и поверхность кристалла, тем более, что она с точки зрения кристаллографии и так относится к дефектам структуры второго порядка размерности. А роль поверхностей в оптических искажениях световых потоков, проходящих через кристаллы, совершенно очевидна. В связи с этим и в настоящей работе в разделе 2.1. специально рассмотрено влияние формы микрорельефа (нанорельефа) поверхностей кристаллов на индикатрисы пропускания и отражения света кристаллами. С учетом этого можно перечислить, в порядке увеличения размерностей (порядков) и геометрических размеров, все структурные и оптические дефекты и неоднородности, объединяемые понятием ОА.

#### Нульмерные дефекты и ОА в кристаллах.

Все нульмерные дефекты – примесные атомы, атомы замещения, атомы внедрения, вакансии и т.д. – формально можно отнести к дефектам микроуровня. Они, безусловно, вносят свой вклад в ОА, причем в ОА всех уровней. Например, активные примесные атомы в полупроводниковых кристаллах определяют типы, концентрации и подвижность носителей электрического заряда, и поэтому неравномерное их распределение вызывает неоднородности поглощения и рассеяния излучения в материале, являющиеся оптическими аномалиями, причем сами ОА могут быть практически любых размеров (уровней). Кроме того, как в полупроводниковых, так и в диэлектрических кристаллах нульмерные дефекты при определенных концентрациях могут вызывать заметные механические напряжения, и, как следствие, к изменениям диэлектрической проницаемости и связанных с ней показателей преломления. Тем не менее, единичные нульмерные дефекты, во-первых, не разрешаются оптически, а, во-вторых не способны вызывать большие локальные нарушения оптической индикатрисы кристалла. Поэтому рассмотрение в отдельности ОА, связанных с нульмерными дефектами кристаллов, едва ли оправданно.



### Одномерные (линейные) дефекты структуры и ОА в кристаллах.

Важнейшими одномерными дефектами структуры кристаллов, тесно связанными с ОА являются дислокации. Дислокации, как известно, либо пронизывают весь кристалл и оканчиваются в местах выхода на его поверхность, либо замыкаются сами на себя и образуют дислокационные петли внутри кристалла [61]. В направлении вдоль дислокации эти структурные дефекты являются, безусловно, дефектами макроуровня. Несмотря на то, что в поперечном направлении к линии дислокации её размеры считаются по порядку равными вектору Бюргерса, механические напряжения вблизи дислокации могут достигать нескольких сотен МПа и распространяются на расстояния от нескольких мкм до 10–20 мкм [44]. Вследствие пьезооптического эффекта вблизи даже одиночных дислокаций наблюдаются существенные изменения показателей преломления, что иногда использовалось с целью оптического обнаружения дислокаций в монокристаллах кремния в ИК диапазоне [57,62]. Отдельные дислокации могут быть обнаружены методом рентгеновской топографии [61], но их дифракционные «изображения» не дают представления о вызываемых этими дефектами оптических аномалий. Сведения об обнаружении одиночных дислокациях в прозрачных в видимом диапазоне диэлектрических кристаллах имеются лишь в одной работе [63], в которой сообщается, что вблизи выходов ямок химического травления на поверхности монокристаллов парателлуриата ( $\text{TeO}_2$ ) наблюдался яркий поляризационный контраст, обусловленный локализацией механических напряжений вокруг дислокаций (рис. 1.1).

В массивных отполированных образцах прозрачных диэлектрических кристаллов при наблюдениях в проходящем свете отдельные дислокации не разрешаются. Однако в работе [44] показано, что локальные – узкие и длинные – области в кристаллах, вдоль которых макроскопическая величина – плотность дислокаций – повышена по сравнению с соседними объемами

материала на 1–2 порядка, в точности соответствуют протяжённым оптическим аномалиям – свилям.

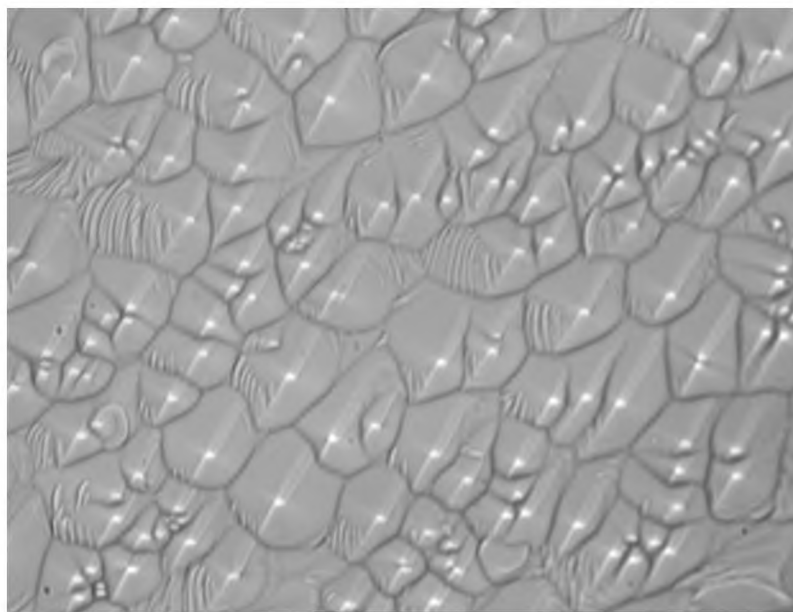


Рис. 1.1. Поляризационный контраст в изображении ямок химического травления на поверхности (110) монокристалла парателлурифта, обусловленный механическими напряжениями вблизи выходов дислокаций [63]

Свили – это оптические аномалии, достаточно часто встречающиеся в стёклах и монокристаллах. Наличие свилей в стёклах связано, в основном, с образующейся в результате нарушений технологий стекловарения неоднородностью распределения различных примесей и специальных химических добавок. Происхождение свилей в монокристаллах, получаемых из расплава, может иметь и другие причины, связанные не только с химическим составом исходного вещества и легирующих добавок, но, в первую очередь, с температурными градиентами в ростовой зоне и с определяемой ими кинетикой, а также с дислокационной структурой образующегося материала.

Физическая природа свилей в стёклах, являющихся аморфными веществами, и в кристаллах различна в связи с отсутствием в первых дальнего порядка и дефектов структуры, характерных для кристаллов. Тем не

менее, в силу близких по виду и по проявлению оптических аномалий, терминология, методы наблюдения и метрология свильности (бессвильности), закреплённая в отечественных ГОСТах [64, 65] и в международных стандартах (ИСО), являются практически одинаковыми для свилей в стёклах и в кристаллах. Подчёркивается, что свили искажают оптические изображения, в частности, свили в виде слоёв вызывают астигматизм.

Известны простейшие способы обнаружения грубых свилей в стёклах и кристаллах, состоящие в рассматривании (в дальней зоне) через исследуемый оптический элемент какого-либо хорошо освещённого предмета, имеющего такую форму, в которой имеются плоские поверхности или прямые линии. При последовательном перемещении оптического элемента относительно луча зрения наблюдателя в тех местах, где в элементе расположены свили, изображения прямых линий или плоскостей предмета искажаются, что позволяет приблизительно определить локализацию и количество свилей в объёме материала. Указанный способ пригоден, разумеется, только для отбраковки наиболее свильных образцов стёкол и монокристаллов.

Согласно ГОСТ 32361-2013. (Стекло и изделия из него. Пороки), свиллями (cord, heavy cord, vein, striae) называются резко выраженные локальные оптические неоднородности. Они представляют собой прозрачные нитевидные или слоистые включения, имеющие отличный показатель преломления от основной массы материала.

Метод наблюдения свилей и определения категории свильности (ГОСТ 3521-81. Стекло оптическое. Метод определения бессвильности.) основан на использовании оптической схемы, в состав которой входит нелазерный источник света (ртутная лампа ДРШ), микроскоп, объектив с диафрагмой переменного диаметра, коллиматор, а также экран, на который проецируется пучок света, прошедший через тестируемый образец стекла или кристалла и формирующий изображение свилей в материале. Схема может дополняться

эталонными образцами, имеющими известную категорию бессвильности – от I до IV.

Поскольку дефекты поверхностей тестируемых образцов также могут приводить к сильным искажениям изображений, важным требованием в метрологии свилей является высокое качество полировки образцов. Параметр шероховатости поверхности  $R_z$  (среднеквадратичное отклонение высоты профиля) не должен превышать 50 нм.

В нормативных документах категории свильности связаны с категориями оптической однородности материалов, при этом в образцах, отвечающих высшим категориям однородности (I-II) свили не должны обнаруживаться.



Рис.1.2. Свиль в крупногабаритном монокристалле парателлурита (отмечена стрелкой), наблюдаемая в пучке лазерного расходящегося света с длиной волны 533 нм на удалённом экране

Необходимо отметить, что используемые в настоящее время методы обнаружения и классификации свилей, а также численной оценки бессвильности следует считать полуколичественными. Действительно, учитываются такие параметры как число наблюдаемых свилей, общая длина свилей и площадь в изображении участка оптического элемента, занимаемая

свилями. Не говоря о том, что при визуальном определении этих параметров всегда присутствует субъективный фактор, в их число не входит такая важная характеристика свили как яркость (контрастность) её изображения, тесно связанная с вызывающими её вариациями показателя преломления. Ни в одном из ГОСТов, нормирующих свильность, не указаны соответствующие отклонения показателей преломления для тех или иных длин волн излучения.

Помимо указанных недостатков, следует отметить, что распространённая на кристаллы методика определения свильности стёкол не всегда корректна и по физическому существу. Например, в ГОСТах материал просматривается в двух взаимно-ортогональных направлениях, и, в случае, если свили не обнаружены, делается вывод о бессвильности материала. Между тем в кристаллах действительно имеющиеся свили могут не обнаруживаться в каких-то двух ортогональных направлениях, но при повороте элемента на некоторый угол, зависящий от точечной группы симметрии кристалла, становятся хорошо видны в одном или в обоих направлениях. Не учитывают методики, ориентированные на обнаружение свилей в стекле, и такие оптические свойства, присущие многим монокристаллам, как двулучепреломление, оптическая активность, дихроизм. В настоящей работе при исследованиях свилей и других ОА в кристаллах применялся метод коноскопии, позволяющий не только находить оптические неоднородности, но и рассчитывать изменения показателей преломления, ответственные за наблюдаемые аномалии.

Исходя из определения размерных уровней ОА, данного в работах [55, 56], следует относить их к оптическим аномалиям макроуровня, тем не менее, в конкретных исследованиях имея в виду их малый размер в поперечном направлении, относящийся, скорее, к мезоуровню.

#### Двумерные дефекты структуры и ОА в кристаллах.

К классическим двумерным дефектам структуры в кристаллах относятся границы блоков, МУГ (малоугловые границы), а также поверхность кристалла [66].

Дефекты первых двух типов, безусловно, приводят к оптическим аномалиям, но они не разрешаются как отдельные структурные дефекты оптическими методами. В случаях, когда световое излучение падает на поверхность такого дефекта, можно фиксировать лишь локальные различия в искажениях волновых фронтов по поверхности блока или МУГ на фоне общего искажения, вызванного двумерным дефектом. В случаях, когда наблюдение ведётся вдоль поверхности дефекта, ОА может выглядеть как свиль или серия свилей.

Поверхность любого кристалла является не только чисто геометрическим двумерным дефектом структуры. На ней не только нарушено правильное трансляционное чередование атомов или молекул, которое предполагается в идеальном кристалле. Поскольку крайние в оборванных цепочках атомы не имеют соседей со стороны пространства, где кристалла нет, их электронные связи не скомпенсированы, что приводит к искажению параметров идеальной решетки, к возникновению механических напряжений, к изменению диэлектрической проницаемости в приповерхностном слое и, как следствие, к искажениям в нем оптической индикатрисы кристалла. Таким образом, и с этой точки зрения поверхность кристалла может рассматриваться как ОА. Следует отметить, что эта аномалия распространяется на достаточно большие – макроскопические расстояния вглубь кристалла, что хорошо видно на рис. 1.3., где представлена картина на экране в дальней зоне, полученная при освещении плоскопараллельным пучком лазерного света элемента из кристалла парателлурита в виде прямоугольного параллелепипеда. Темные линии вдоль боковых граней элемента, соответствующие расстояниям порядка 2мм от граней, характеризуют границы приповерхностных слоев кристалла с резко изменёнными показателями преломления.



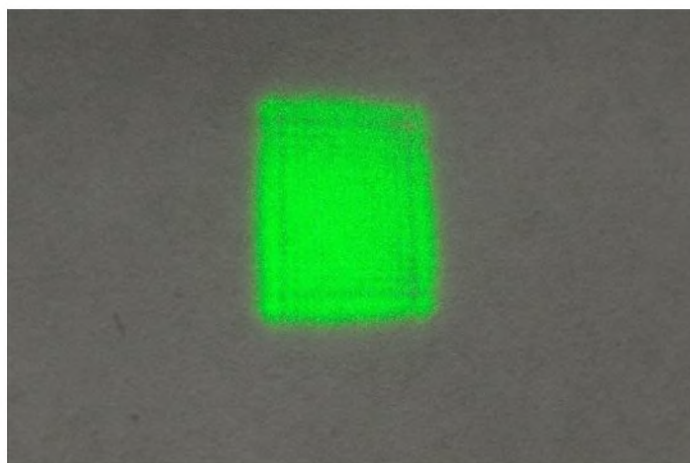


Рис.1.3. Темные линии вдоль проекций граней элемента из кристалла парателлурифта, возникшие вследствие поляризационного контраста на границах приповерхностных объёмов с изменёнными показателями преломления

В отличие от двумерных дефектов, локализованных в объёме кристалла, сама поверхность оптического материала может быть подробно исследована самыми современными методами растровой электронной и атомно-силовой микроскопии с разрешением до 1 нм, методом интерференционной профилометрии – начиная с 1 нм и до десятков мкм, а также с помощью оптической микроскопии – начиная с 1 мкм и до макроскопических размеров в сотни мкм и более.

При исследованиях полированных кристаллов в проходящем свете дефекты структуры поверхностей макроуровня и мезоуровня – царапины, трещины, «ласины», «точки» – проявляются уже как ОА, они проецируются на плоскость наблюдения в виде соответствующих тёмных линий, пятен и точек, они хорошо заметны и легко фиксируются фотоаппаратурой при различных увеличениях (рис.1.4)

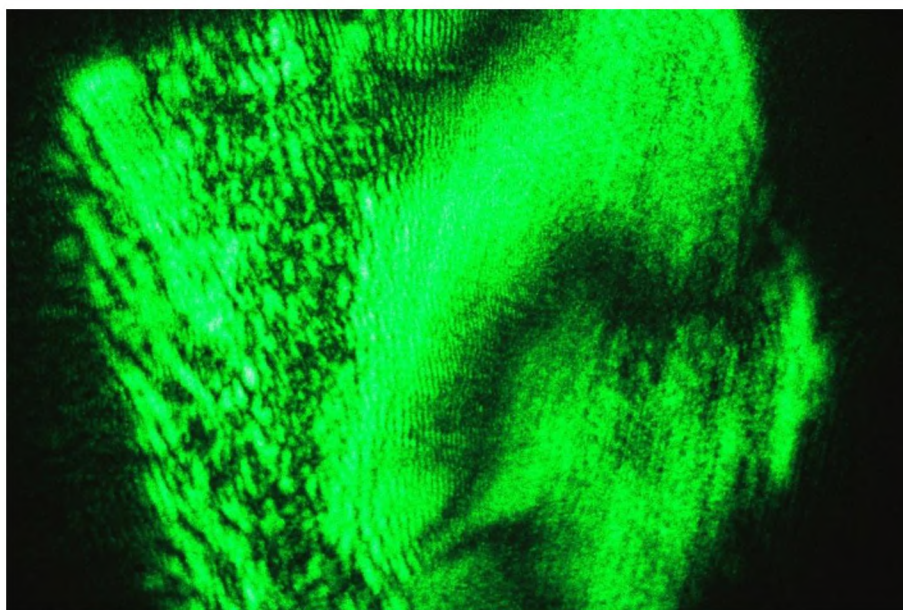


Рис.1.4. Спроецированное на удалённый экран изображение пластинки, вырезанной из кристалла ниобата лития с размерами 10x10x3 мм и освещённой коллимированным пучком лазерного света с длиной волны 533 нм. Темные линии в изображении – дефекты полировки на поверхности входной грани пластинки: ласины, царапины, точки

Дефекты поверхностей микроуровня, всегда присутствующие даже на идеально по современным меркам отполированных поверхностях, размеры неровностей на которых не превышают 1–30 нм, сами по себе не вызывают отдельных ОА хотя бы вследствие их малости по сравнению с длинами волн видимого излучения. Однако их совокупное действие, безусловно, проявляется в ухудшении интегральных оптических характеристик материала – в уменьшении коэффициента пропускания и в увеличении интенсивности диффузного рассеяния света. И при детальном рассмотрении всех дефектов структуры, изменяющих направление распространения и интенсивность начального потока излучения, падающего на кристалл, микроскопические дефекты поверхностей также следует учитывать [67, 68]. Во II главе настоящей работы представлен метод расчёта итоговых параметров светового потока, отражённого, прошедшего сквозь кристалл, а также поглощённого во внутренних объёмах материала, в котором



учитываются не только внутренние дефекты структуры и связанные с ними ОА, но и тонкая структура микрорельефа поверхностей.

#### Объёмные (трёхмерные дефекты структуры и связанные с ними ОА).

К трёхмерным дефектам структуры кристалла относятся любые макроскопические и микроскопические включения посторонних фаз. Все они в той или иной степени искажают оптическую индикатрису кристалла. Такими посторонними включениями могут быть и примеси, но под микроскопическими включениями примесей подразумеваются не отдельные атомы, а достаточно крупные ассоциаты, содержащие по крайней мере тысячи – сотни тысяч атомов, образующих внутри кристалла различные границы раздела с основной фазой. Экспериментальное обнаружение таких индивидуальных включений является трудной, не всегда возможной задачей. Однако, поскольку в настоящей работе изучались структурные и оптические дефекты в кристаллах с заведомо малыми концентрациями примесей и иных структурных дефектов (германий, парателлурит), а условия выращивания этих кристаллов практически исключали появление в них массивных примесных включений, рассматривалось только интегральное действие микроскопических включений примесей и нульмерных примесных дефектов на оптические индикатрисы материалов.

В то же время, иногда встречающиеся в кристаллах диэлектриков, выращиваемых из расплава не в вакууме, пузырьки с размерами от нескольких мкм до нескольких мм являются одновременно и трёхмерными дефектами структуры, и достаточно грубыми ОА [44]. Согласно с принятой в работах [55, 56] классификации, данные ОА могут относиться к макроуровню, мезоуровню и микроуровню.

В заключение обзора известных типов структурных дефектов и соответствующих им оптических аномалий следует отметить такие хорошо известные и экспериментально обнаруживаемые интерференционными методами ОА, как вариации показателей преломления. Они проявляются в виде мелких изломов на линиях интерференционных максимумов или

минимумов, соответствующих равной разности хода волн. Установление точной локализации данных ОА внутри объема кристалла, тем более, методами неразрушающего контроля, весьма затруднительно. С практической точки зрения это обычно не является проблемой, поскольку, последовательно просматривая весь материал сквозь две отполированные на кристалле взаимно параллельные плоскости кристаллической були и установив критерий допустимости для неоднородности показателя преломления (обычно в пределах  $10^{-4}$ – $10^{-5}$ ), можно выбрать и использовать при раскрое на элементы объем кристалла приемлемого качества. В настоящей работе вариации показателя преломления обнаруживались при исследовании кристаллов парателлурита и согласно авторским методикам, опубликованным в [69-71].

## 1.2. Механизмы образования ОА в кристаллах.

Дефекты кристаллической структуры и оптические аномалии рассматриваются в настоящей работе с точки зрения искажений оптической индикатрисы кристалла. Поэтому в самом общем виде приведем выражения, описывающие влияние вызванных дефектами механических напряжений на тензор диэлектрической непроницаемости, характеристическая поверхность которого и является по определению оптической индикатрисой.

Связь механических напряжений с изменениями диэлектрической непроницаемости кристалла проявляется как пьезооптический (упругооптический) эффект, или эффект фотоупругости. Зависимости изменения диэлектрической непроницаемости  $\eta$  кристалла от приложенного механического напряжения  $\sigma_n$  или от соответствующей ему относительной деформации  $\varepsilon$  выражаются тензорными уравнениями

$$\Delta\eta_{ij} = \pi_{ijkl}\sigma_{kl}, \quad (1.1)$$

$$\Delta\eta_{ij} = p_{ijkl}\varepsilon_{kl}, \quad (1.2)$$

где  $\Delta\eta = \Delta\left(\frac{1}{\varepsilon}\right) = \Delta\left(\frac{1}{n^2}\right)$ ;  $n$  – показатель преломления,  $\pi_{ijkl}$  – тензор пьезооптических коэффициентов,  $p_{ijkl}$  – тензор упругооптических коэффициентов (фотоупругих констант). Уравнения (1.1) или (1.2) полностью определяют влияние структурных дефектов на возникновение ОА в кристаллах за исключением нульмерных дефектов, определяющих поглощение и рассеяние света.

### 1.3. Связь между дефектами структуры и оптическими неоднородностями в кристаллах.

Анализ известных экспериментальных и теоретических данных позволяет в кратком виде представить взаимосвязь структурных дефектов и ОА в монокристаллах следующим образом.

Нульмерные дефекты (вакансии, примесные атомы) приводят к образованию линейных дефектов (дислокаций), с которыми связаны дефекты второго порядка – границы блоков и малоугловые границы. Перечисленные дефекты определяют макроскопические объёмные дефекты – механические напряжения [72]:

$$\sigma \sim \frac{|\bar{b}|}{\sqrt{Nd}} E, \quad (1.3)$$

где  $\sigma$  – механическое напряжение,  $|\bar{b}|$  – модуль вектора Бюргерса,  $Nd$  – плотность дислокаций,  $E$  – модуль Юнга. Механические напряжения, в свою очередь, могут быть независимо определены методом рентгеновской дифрактометрии по изменениям угловых положений дифракционных максимумов с помощью формулы

$$\sigma_{hkl} = -\frac{E_{hkl}}{d\theta} \frac{\sqrt{4d_{hkl}^2 - (m\lambda)^2}}{m\lambda} \quad (1.4),$$

где  $\lambda$  – длина волны излучения,  $\theta$  – угол дифракции,  $m$  – порядок максимума,  $E_{hkl}$  – модуль Юнга в направлении напряжения,  $d_{hkl}$  – межплоскостное расстояние, соответствующее ненапряжённому кристаллу.

#### 1.4. Зависимость пропускания, поглощения и рассеяния света от объемных дефектов структуры и оптической однородности кристаллов.

Указанная тематика является предметом рассмотрения в большом количестве монографий, статей и диссертационных работ [73-80]. Если иметь в виду работы, связанные с распространением и потерями излучения в полупроводниковых кристаллах, то в них на первый план выдвигаются электрофизические аспекты взаимодействия света с веществом: типы и концентрации основных и неосновных носителей – электронов и дырок, – подвижность носителей, удельная электропроводность кристалла, влияние температуры на эти параметры, роль и влияние электрически-активных легирующих и фоновых примесей. Корреляция между поглощением, рассеянием и удельным электросопротивлением в кристаллах германия и кремния считается твердо установленным фактом и изучена очень подробно [2.]. На рис.1.5 показаны спектральные зависимости коэффициентов ослабления света в ИК диапазонах 2,5 – 12 мкм (а) и 11 – 15 мкм (б) в нелегированных и легированных сурьмой монокристаллах и поликристаллах германия.

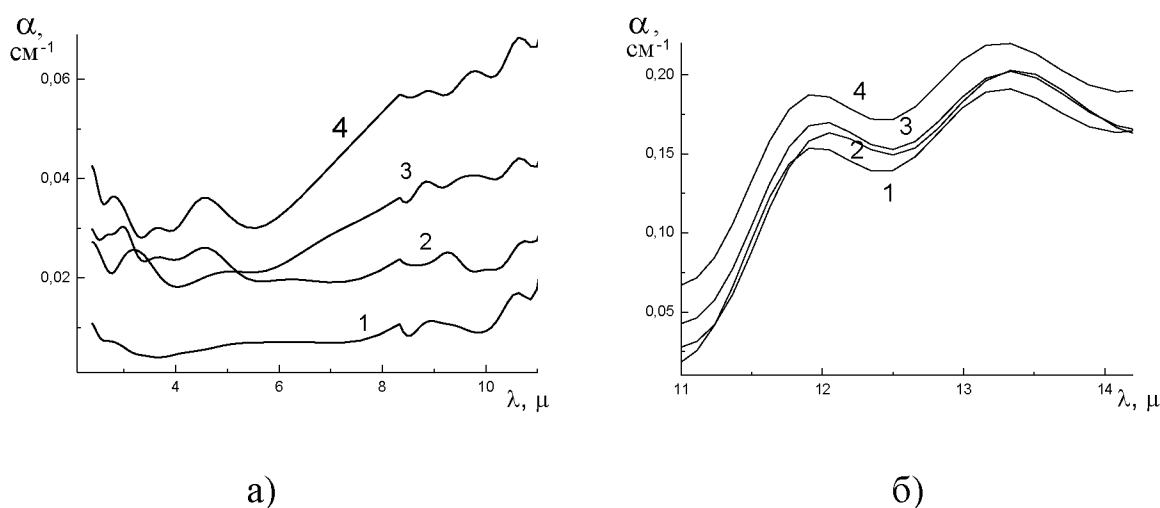


Рис.1.5. Спектральные зависимости коэффициентов ослабления света кристаллами германия. 1 – легированный сурьмой монокристалл; 2 – легированный сурьмой поликристалл; 3 – нелегированный монокристалл; 4 – нелегированный поликристалл

Между тем, прямая связь между вариациями показателей преломления в полупроводниках и неравномерностью электрофизических свойств в известных работах детально не изучалась, возможно, из-за большого количества экспериментальных данных о поглощении и рассеянии излучения, позволяющих производить достаточно точную для практических целей интегральную оценку оптического качества полупроводниковых кристаллов.

#### 1.5. Влияние рельефа поверхностей на оптические характеристики элементов из монокристаллов.

Как было указано выше в п. 1.1, не только вся поверхность оптического кристаллического элемента вместе с прилегающим к ней приповерхностным слоем является ОА макроуровня, но и микрорельеф (нанорельеф) поверхности, в силу наличия на ней неровностей, вносит вклад в общее искажение волновых фронтов светового излучения, изначально падающего на кристалл [81-87]. Из-за отражения под различными углами от микроплощадок (наноплощадок), как полагали, хаотично ориентированных относительно среднего положения плоскости, на которую падает свет, мы имеем, помимо интенсивного отражения в классическом направлении, слабое диффузное рассеяние, которое можно было бы не считать оптической аномалией, если бы оно было равномерным по всем направлениям, ортогональным падающему лучу. Но результаты самых недавних исследований, связанных с отражением и пропусканием излучения полированными поверхностями кристаллов [88-90], показывают, что в индикатрисах света, рассеиваемого и пропускаемого полированными оптическими поверхностями объективов и элементов оптоэлектронных устройств, обычно имеются резкие максимумы, точная физическая природа которых до настоящего времени не установлена. Такого рода «блики» хорошо известны в фотографии, кино, видеотехнике, при проведении исследованиях в лазерных лабораториях и в астрофизике.

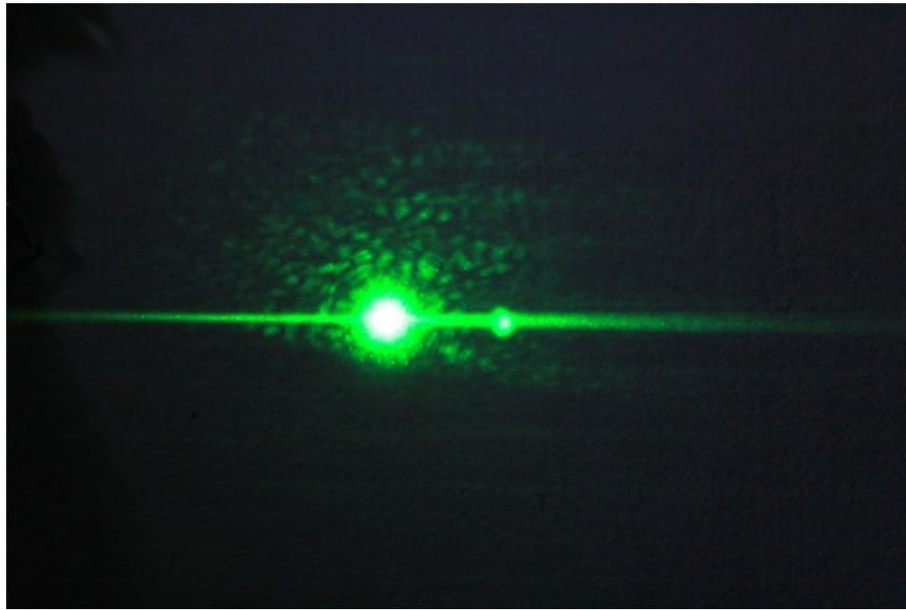


Рис.1.6. Отражение лазерного света полированной поверхностью грани (110) кристалла парателлурифта с бликами, вытянутыми в направлениях [100], ортогональных плоскостям спайности

На рис. 1.6 представлена полученная в настоящей работе картина отражения пучка лазерного света от полированной поверхности монокристалла парателлурифта с ярко выраженными бликами вдоль направлений [100]. Таким образом, даже поверхности, отполированные по максимально высоким классам чистоты, могут давать заметные макроскопические ОА из-за анизотропии в ориентациях площадок заведомо микроскопических - наноразмерных дефектов. Во всех остальных случаях дефекты оптической поверхности с размерами  $\sim 1-30$  нм можно не рассматривать как ОА.

#### 1.6. Известные оптические аномалии в монокристаллах германия и парателлурифта.

В кристаллах германия ОА непосредственно в видимом диапазоне не видны, но наиболее грубые из них всегда локализованы в объёмах материала с высокой плотностью дислокаций, как правило, содержащих и МУГ (малоугловые границы) [2, 60, 91]. На рис. 1.7 показана поверхность

монокристалла германия диаметром 300 мм, подвергнутая химическому селективному травлению и условно разделённая на сектора с целью подсчёта плотности дислокаций по объёму материала. Даже визуально хорошо заметно, что в распределении дислокационных ямок травления имеется явная неравномерность – светлые области соответствуют малой плотности дислокаций, тёмные области – высокой плотности дислокаций, причём различия этой величины достигают по кристаллу не менее порядка – от  $10^4$  до  $10^5 \text{ см}^{-2}$ .



Рис.1.7. Поперечное сечение протравленного монокристалла германия, размеченное для локального анализа плотности дислокаций

На рис.1.8 представлен монокристалл германия с выделенными зонами, отличающимися по структурному и оптическому совершенству. Кристалл имел диаметр 52 - 55 мм и длину вдоль оси роста 300 мм. На сечении образца выделены 4 области, отличающиеся структурным совершенством. Области 1 и 2 характеризовались наличием разветвлённых малоугловых границ (в области 1 – более высокая концентрация малоугловых границ). Области 3 и 4 характеризовались наличием относительно равномерно распределённых дислокаций с разной их плотностью – в области 3 –  $(1,5-3,0) \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ , в области 4 –  $(0,5-1,0) \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$



Рис.1.8. Монокристалл германия диаметром 52–55 мм с четырьмя выделенными областями, отличающимися плотностью дислокаций и наличием МУГ (малоугловых границ)

Интерферометрические исследования этого же образца германия на проход проводились на ИК-интерферометре IR-80, построенном по схеме Тваймана-Грина с контрольной длиной волны 10,6 мкм. Визуализация интерферограмм осуществлялась с помощью пировидикона с последующим вводом массива данных об интенсивностях в компьютер.

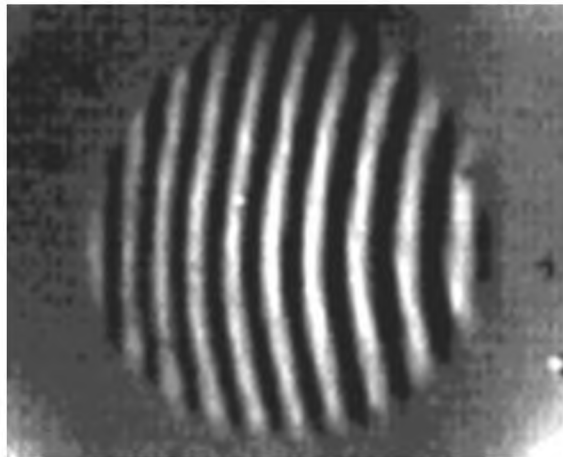


Рис.1.9. Интерферограмма области германия с высокой плотностью дислокаций, полученная на проход при длине волны излучения  $\lambda=10,6$  мкм

На рис.1.9 приведена интерференционная картина при контроле на проход участка, соответствующего области 1 на рис. 1.8 с максимальной



плотностью дислокаций ( $10^5 \text{ см}^{-2}$ ) и максимальной концентрацией малоугловых границ.

Анализ результатов показывает, что среднеквадратическая деформация волнового фронта (RMS) составляет  $0,115\lambda$ , а полный размах ( $\Delta N$ ) -  $0,40\lambda$ . Оптическая неоднородность ( $\Delta n$ ) в представленном образце меняется монотонно и определяется по полному размаху ( $\Delta N$ ) зональной ошибки

$$\Delta n = -\frac{\lambda}{h} \Delta N, \quad (1.5)$$

где  $h$  - толщина образца.

Значение оптической неоднородности в области 1 составило  $\Delta n = 2,1 \cdot 10^{-2}$ . В областях 2, 3 и 4 аналогичные эксперименты дали  $\Delta n = 1,5 \cdot 10^{-2}$ ;  $9 \cdot 10^{-3}$  и  $7,2 \cdot 10^{-3}$ .

Расчеты механических напряжений  $\sigma_{kl}$  в германии, основанные на полученных экспериментально значениях вариаций показателей преломления  $\Delta n$ , производились согласно формуле (1.1).

Результаты расчетов показали, что максимальные значения механических напряжений в областях с наихудшей оптической однородностью составили  $(4 - 5) \cdot 10^8 \text{ Па}$  в областях с максимальными концентрациями малоугловых границ и с максимальной плотностью дислокаций (порядка  $10^5 \text{ см}^{-2}$ ). Минимальные значения механических напряжений  $(5 - 7) \cdot 10^7 \text{ Па}$  наблюдались в областях с максимальной оптической однородностью и минимальной плотностью дислокаций (порядка  $5 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ ), в которых отсутствуют малоугловые границы.

Таким образом, связь между дефектами структуры, вызванными ими механическими напряжениями, а также электрофизическими параметрами и оптическими аномалиями в монокристаллах германия выявляется достаточно однозначно на качественном уровне, а с помощью интерференционных методов может быть получена численно.

В монокристаллах парателлурита многие ОА макроуровня и мезоуровня выявляются значительно легче благодаря прозрачности материала в видимом диапазоне.

Дефекты полированных поверхностей этих кристаллов могут наблюдаться на экранах и фиксироваться цифровыми камерами непосредственно на экранах при освещении оптических элементов расширенными коллимированными пучками лазерного света, как это показано на рис.1.10. Другой, более прецизионный способ исследования оптической однородности кристаллов парателлурита заключается в использовании узких, непреобразованных лазерных лучей. Сначала свободный луч направляется во входное окно прибора «Laser Beam Profiler», выход с ПЗС-матрицы которого в виде графической зависимости интенсивности излучения от координат в плоскости (или вдоль какой-либо координатной оси) наблюдается на экране РС. Затем луч пропускается в лазерный профилометр через исследуемый участок кристалла, записывается искажённый в оптическом элементе профиль интенсивности, после чего производится компьютерное вычитание исходного и искажённого профилей интенсивности. Это позволяет на качественном уровне и количественно оценивать искажения, вносимые в профиль луча только ОА, присущими конкретному кристаллу. При этом можно проводить измерения по всей входной апертуре оптического элемента. Если тестируется исходный кристалл в виде були с прополированными взаимно-параллельными «окошками» на противоположных сторонах кристалла, то можно заранее выбирать для последующего использования наиболее оптически однородные объёмы материала.

Свили в парателлурите наиболее подробно исследованы в работах [44, 45]. В них доказано, что свили (рис.1.12), соответствуют тем объемам кристаллов, в которых резко, на 1–2 порядка повышена плотность дислокаций по сравнению с окружающими объёмами, что показано на рис. 1.13.

Плотность дислокаций в области кристалла со свилью достигает значений  $\sim 10^6 \text{ см}^{-2}$ . В оптически однородной области кристалла плотность дислокаций не превышает  $10^4 \text{ см}^{-2}$ . Бессвильность кристаллов с наивысшей степенью оптической однородности, определяемая согласно ГОСТу 3522-81, должна соответствовать категории 1Б.

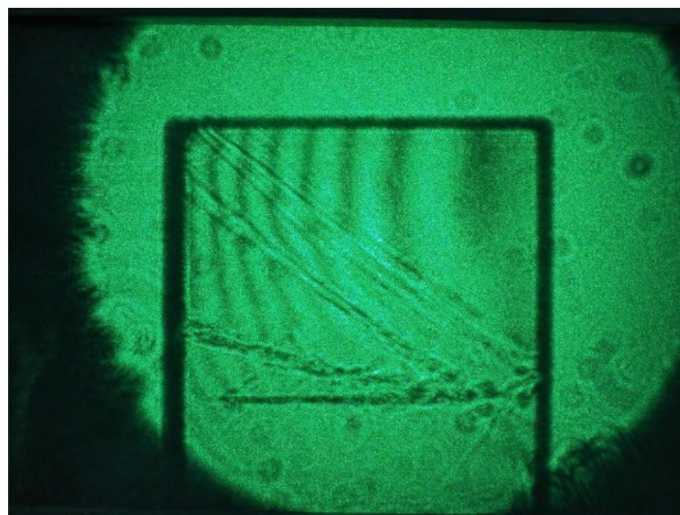


Рис.1.10. Дефекты и оптические аномалии на полированной поверхности монокристалла парателлурифта, наблюдаемые в линейно-поляризованном лазерном свете

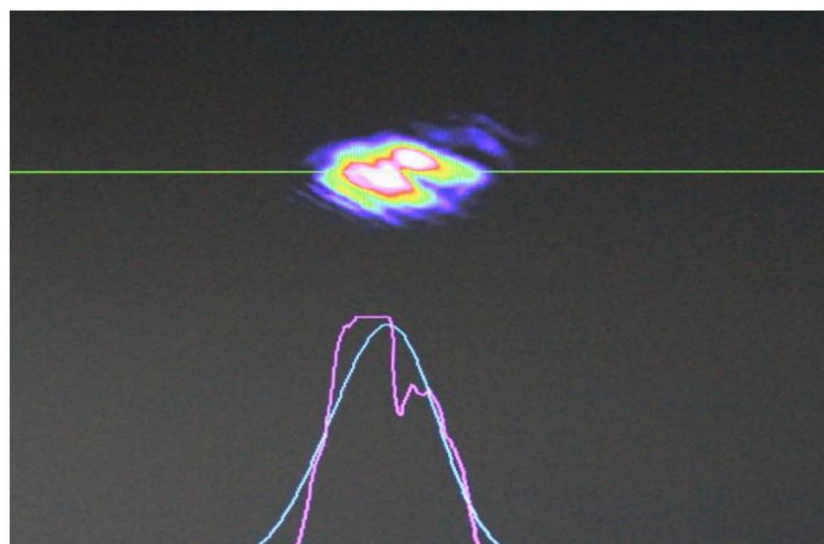


Рис.1.11. Вызванные ОА искажения формы профиля интенсивности в сечении лазерного луча, прошедшего оптический элемент из кристалла парателлурифта. Гауссова форма – исходный луч. Искажённая форма – луч, прошедший через кристалл

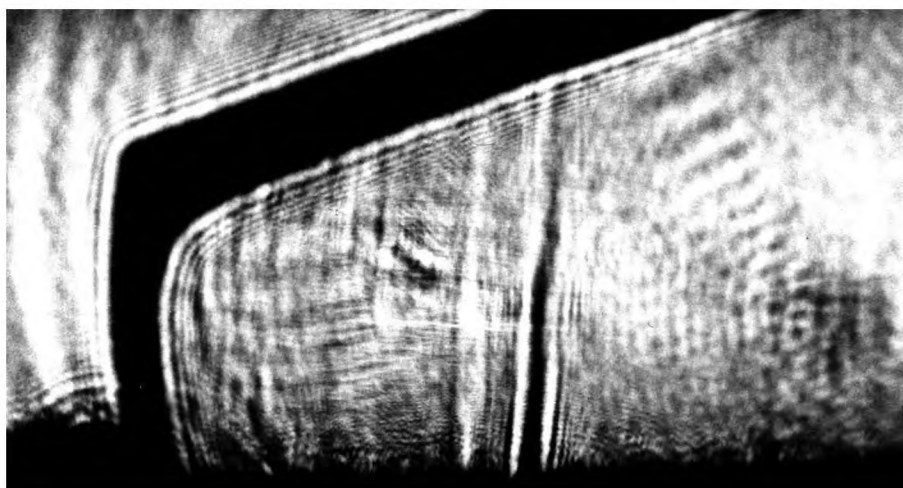


Рис.1.12. Крупная свиль, проходящая в направлении  $[001]$  кристалла парателлурифта. Направление наблюдения –  $[110]$



Рис.1.13. Дислокационные ямки травления участка поверхности кристалла парателлурифта (плоскость среза –  $(110)$ ) в области, содержащей свиль

Газовые пузырьки – дефекты структуры, хорошо известные еще с первых опытов по выращиванию кристаллов парателлурифта из расплава методом Чохральского [42-44,92]. По классификации ОА газовые включения могут относиться к аномалиям всех размерных уровней, поскольку диаметры пузырьков лежат в пределах от нескольких мкм до 1-2 мм (рис.1.14-1.16.). В

связи с этим данные ОА хорошо разрешаются с помощью методов классической микроскопии. Установлено, что материал, прилегающий к областям с пузырьками, свободен от механических напряжений и не отличается повышенной концентрацией других структурных дефектов и ОА – дислокаций, МУГ, блоков, больших вариаций показателей преломления. Оптическое действие самих пузырьков на проходящий свет близко к действию микроскопических пустотелых рассеивающих линз, в итоге рассеивающих часть светового потока, вошедшего в кристалл, что искажает изображения и ухудшает все оптические параметры устройств. Требования к пузырькости кристаллов парателлуриата, как и других кристаллов и стёкол, регламентируются ГОСТ 3522-81 [93]. Материалы оптические. Метод определения пузырькости.

Считается, что для большинства акустооптических устройств и двулучепреломляющих призм на основе кристаллов парателлуриата достаточно категории пузырькости ЗГ.

Типичными ОА макроуровня в парателлуриате является аномальная оптическая двуосность, характеризующаяся углом  $2V$  между наведёнными осями. Причиной этой аномалии являются остаточные послеростовые механические напряжения, искажающие оптическую индикатрису кристалла. Аномальная двуосность выявляется интерференционно-поляризационным методом коноскопии при наблюдении одноосных кристаллов в направлении оптической оси в коническом пучке линейно-поляризованного света [94,95].

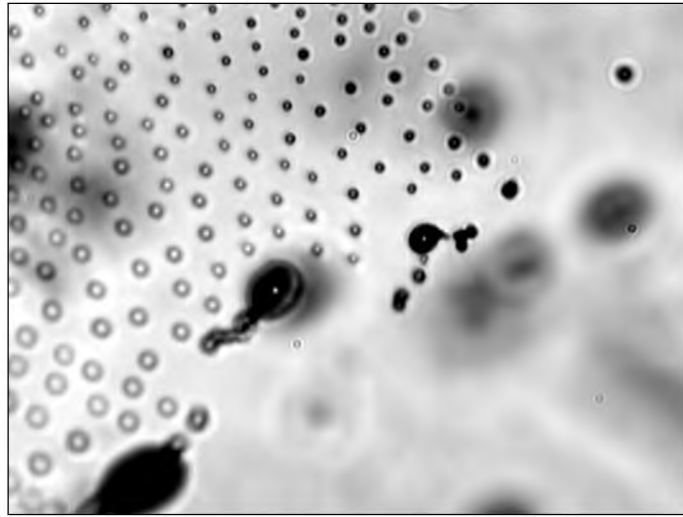


Рис. 1.14. Закономерно расположенные микропузырьки диаметром 10-12 мкм, а также неизомерные крупные газовые включения на границе с объемом без пузырьков в монокристалле парателлурифта

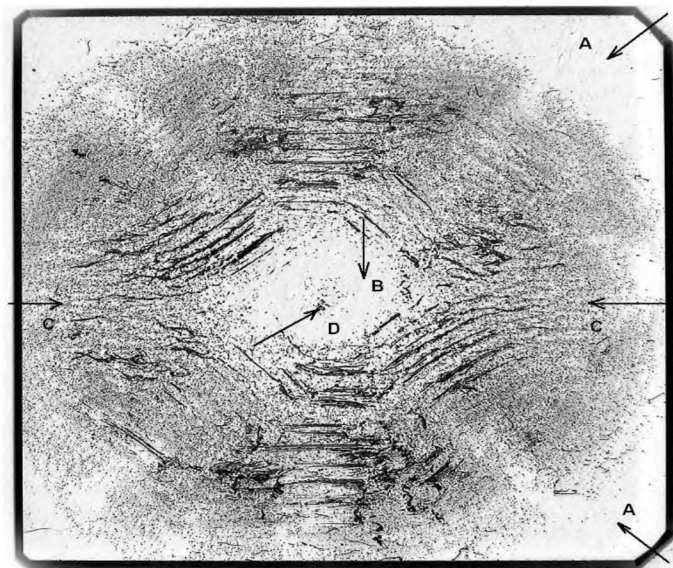


Рис. 1.15. Общий вид кристалла парателлурифта с захваченными газовыми пузырьками. *A* – периферийная область кристалла без пузырьков; *B* – область с пониженной концентрацией пузырьков; *C* – область массового захвата кристаллом пузырьков с характерным секториальным распределением по пирамидам роста; *D* – узкая приосевая область с повышенной концентрацией пузырьков



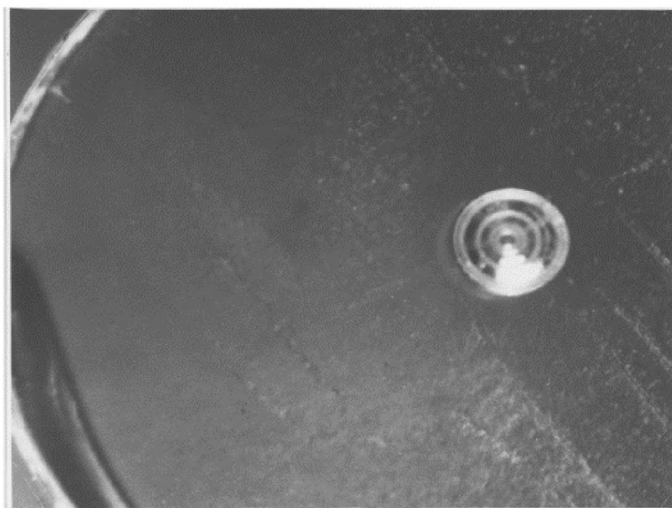


Рис.1.16. Крупный одиночный пузырь диаметром 1,8 мм в кристалле парателлурита

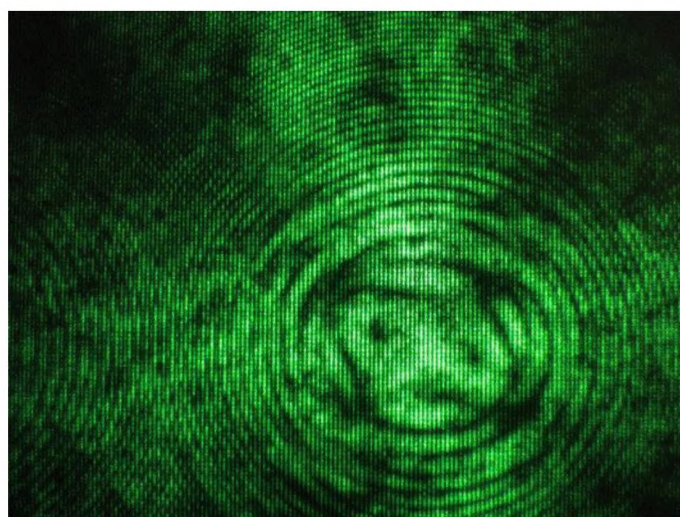


Рис.1.17. Проявление пьезооптического эффекта, вызванного механическими напряжениями, в виде аномальной двуосности с углом между наведёнными осями  $2V \sim 27'$ , наблюдаемой в коноскопической картине монокристалла ниобата лития, полученной с помощью лазерного излучения в направлении оптической оси ( $\psi = 0$ ) для объема в центре (на оси) були. Две темные точки – выходы наведённых осей

До недавнего времени для реализации коноскопического метода использовались только поляризационные микроскопы или полярископы, что ограничивало как поперечные размеры, так и толщину тестируемых образцов. В последние годы получил распространение и широкое развитие метод лазерной коноскопии [96-102], в котором в качестве источника линейно-поляризованного света используется лазер видимого диапазона, луч которого, после преобразования в системе линз или в коллиматоре, имеет коническую форму и широким пучком проходит через большую площадь входной грани исследуемого на двуосность кристалла. Примером использования лазерной коноскопии является полученная в настоящей работе коноскопическая картина монокристалла ниобата лития, представленная на рис. 1.17. Преимущества такого аппаратного оформления метода состоят в возможности наблюдения изохром (линий равной разности хода обыкновенных и необыкновенных волн) значительно более высоких порядков, чем это возможно в микроскопах. Вся коноскопическая картина существенно ярче и чётче, чем при наблюдении в микроскоп или полярископ. Проецирование лазерной коноскопической картины на большой полупрозрачный экран в масштабе 1:1 с последующей съёмкой её цифровой цветной камерой с обратной стороны экрана (навстречу лучам) позволяет проводить затем точный численный анализ полученных изображений с помощью специально разработанной в настоящей работе компьютерной программы. В данной программе используется недавно выведенное в авторских работах [69, 71] точное уравнение изохром одноосных кристаллов, на основании которого рассчитывается теоретическая картина изохром для кристалла заданного вещества с известной толщиной, с известными главными показателями преломления для применяемой длины волны излучения и с известным углом между нормалью к кристаллу и его оптической осью. Теоретическая картина изохром сравнивается с картиной, полученной экспериментально, что позволяет исследовать все известные



типы ОА в парателлурите, в том числе свили, вариации показателей преломления, аномальную двуосность.

Механические напряжения, дающие наблюдаемый угол двуосности, можно рассчитать по формуле, приведённой в работе [95]:

$$\operatorname{tg} V = \frac{\sqrt{[(\pi_{1\mu} - \pi_{2\mu})\sigma_{\mu}]^2 + (2\pi_{6\mu}\sigma_{\mu})^2}}{\sqrt{N_o^{-2} - N_e^{-2}}}, \quad (1.6)$$

где  $\pi$  – компоненты тензора пьезооптических коэффициентов,  $\sigma_{\mu}$  – компоненты тензора механических напряжений,  $V$ - половина угла между наведенными осями.

Угол  $V_{\text{изм}}$ , который можно измерить непосредственно на экране, позволяет найти и истинный угол  $V$  из очевидного приближенного соотношения

$$V = \arcsin \left\{ \frac{\sin[\arctg(\frac{\ell}{2d})]}{\bar{N}} \right\}, \quad (1.7)$$

где  $\ell$  – расстояние между точками выхода оптических осей на экране,  $d$  – расстояние между выходной поверхностью кристалла и экраном  $\bar{N} = \frac{|N_o - N_e|}{2}$  – средний показатель преломления. В исследованном кристалле угол аномальной двуосности составлял  $27'$ , что дает для механических напряжений значение  $\sim 40$  Мпа ( $4$  кГ/мм<sup>2</sup>).

Теоретически аномальная двуосность всегда существует даже у идеальных с практической точки зрения одноосных кристаллах, однако экспериментально, при углах менее  $2-3'$ , она находится за гранью обнаружения. Считается, что для элементов из одноосных кристаллов в самых чувствительных к ОА оптоэлектронных устройствах достаточно выполнение следующих требований по двуосности: в приповерхностных слоях кристалла она не должна превышать  $30'$ , во внутренних объёмах –  $20'$ .

## 1.7. Влияние ОА на характеристики оптических, оптоэлектронных и лазерных устройств на основе кристаллов.

В простейших оптических устройствах – линзах, спектральных, поляризационных и двулучепреломляющих призмах, светоделительных, четвертьволновых и полуволновых пластинках, в защитных окнах инфракрасных устройств, в поляроидах – ОА проявляются непосредственно, ухудшая те характеристики, которые и определяют их назначение.

В линзах, геометрическая форма которых может быть близкой к идеальной, ОА во внутренних объёмах материала могут давать все известные виды аберраций – сферическую, хроматическую, дисторсию, кому, астигматизм и все их комбинации [103, 104]. При этом аберрации, вызванные ОА, всегда накладываются на классические аберрации, присущие линзам, материал которых не содержит заметных оптических аномалий. Поскольку, как правило, линзы, предназначенные для использования в видимом диапазоне, изготавливаются не из кристаллов, а из различных марок стекла и, кроме того, многие ОА возникают в них еще при варке стекла, отливке и достаточно грубой шлифовке, сопровождающейся образованием наклепанного слоя, оптические аномалии в линзовом стекле находятся вне пределов основной тематики настоящей работы и подробно не рассматриваются.

Напротив, материалом для наиболее высококачественных инфракрасных линз тепловизионных устройств являются монокристаллы, в частности, монокристаллы германия [51, 52, 105-108], прозрачные в диапазоне длин волн 2,5–20 мкм, а также кремния. Для таких линз, непрозрачных для видимого излучения, разработаны специальные методы [2] выявления оптических неоднородностей, и, в частности, метод ФРЛ (функции размытия линии). На рис. 1.18 представлены результаты исследований методом ФРЛ оптической однородности двух заготовок №1 и №4, вырезанных из кристалла германия. Полуширина индикатрисы контролируемых образцов,

рассчитанной по приведенной методике, составляет менее 0,003 мм (15 секунд в угловой мере). При установке перед объективом исследуемого объекта происходит не сложение, а так называемая свертка ФРЛ объектива с индикатрисой рассеяния заготовки, поэтому полуширина общей ФРЛ меньше, чем сумма полуширин отдельных функций. По результатам измерений для пространственных частот до 20 линий/мм получен коэффициент потери качества, который составлял 0,03. Такая оценка показывает, что контролируемые заготовки (№1 и №4) относятся к наилучшей категории качества по оптической однородности и индикатрисе рассеяния в спектральной области 8 - 12 мкм в соответствии с требованиями к германию, используемому для изготовления оптических деталей.

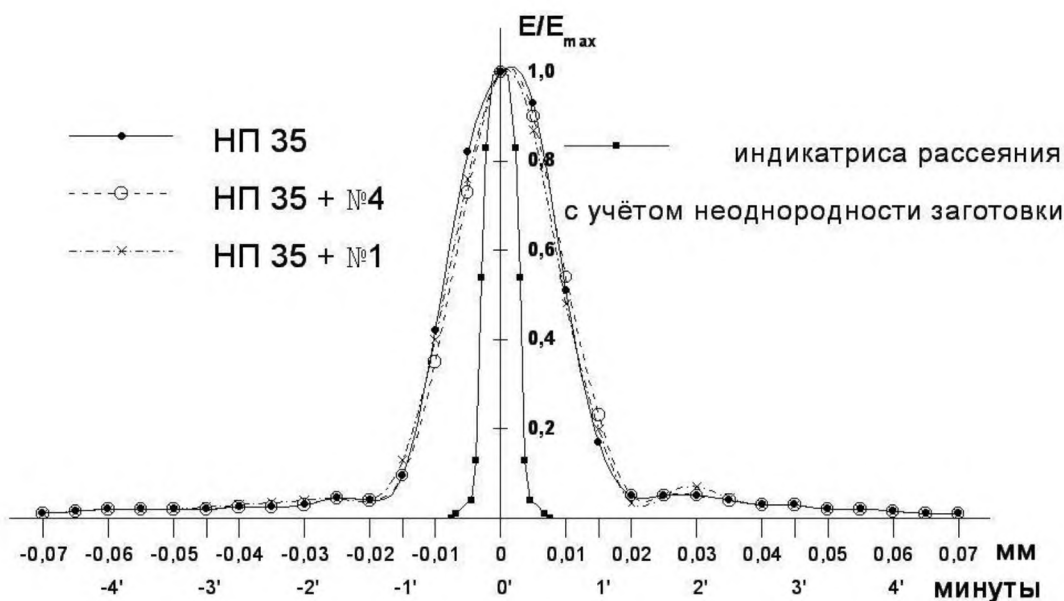


Рис.1.18. Функции рассеяния линии и индикатриса рассеяния для эталонного объектива НП35 с образцами германия № 1 и № 4

Для кристаллических деталей более сложных устройств оптики и фотоники проблемы устранения или предельной минимизации ОА являются ещё более актуальными, поскольку идеальность физических взаимодействий, используемых в них, зависит от нескольких, в том числе, не оптических

факторов: однородности акустических, тепловых, магнитооптических, электрооптических и лазерных генерационных свойств.

В ЭО (электрооптических), АО (акустооптических) и МО (магнитооптических) устройствах на основе кристаллов – лазерных затворах и модуляторах – оптические аномалии снижают коэффициент пропускания излучения, уменьшают глубину модуляции [109].

В акустооптических дефлекторах ОА уменьшают эффективность дифракции и число разрешаемых в пространстве позиций лазерного луча, уменьшают его интенсивность за счёт рассеяния и поглощения во внутренних объемах СЗП (светозвукопровода), снижают дальность действия устройств [11, 22, 26, 46, 110, 111].

В акустооптических процессорах ОА уменьшают чувствительность устройств по радиочастоте, чем снижают эффективность обработки и анализа слабых радиосигналов на фоне помех.

В акустооптических электронно-перестраиваемых фильтрах ОА приводят к уменьшению спектрального разрешения, к искажениям фильтруемых изображений, к снижению быстродействия этих устройств. В особенности недопустимы заметные ОА в фильтрах, предназначенных для спектрометров астрофизического назначения, угловое разрешение которых вследствие ничтожно малых размеров турбулентных дисков исследуемых объектов должно быть не менее 1 угловой секунды, что сопоставимо с искажениями, даваемыми кристаллами с наивысшей оптической однородностью [11, 33].

В АОДЛ (акустооптических дисперсионных линиях задержки), предназначенных для сжатия и корреляции chirпированных импульсов фемтосекундных лазеров на титан-сапфире, ОА также приводят к нескольким отрицательным эффектам. Во-первых, они снижают время обработки импульса, от которого зависит качество сжатия и корреляции лазерных импульсов. Во-вторых, вследствие нелинейного эффекта самофокусировки, в объемах с ОА наиболее вероятно превышение порога

лазерного разрушения кристалла, и возможен лазерный пробой. На рис.1.19 показан элемент АОДЛ на основе монокристалла парателлурита со следом (треком), образовавшимся при пробое и идущим от входной грани через весь материал до выходной грани устройства при испытаниях фемтосекундной лазерной системы. Снижение лазерной стойкости оптических материалов, связанное со структурными дефектами и обусловленными ими оптическими аномалиями, разумеется, является крайне нежелательным эффектом и для всех других типов лазерных устройств, работающих при высоких плотностях мощности излучения [12, 14, 21, 27, 112].

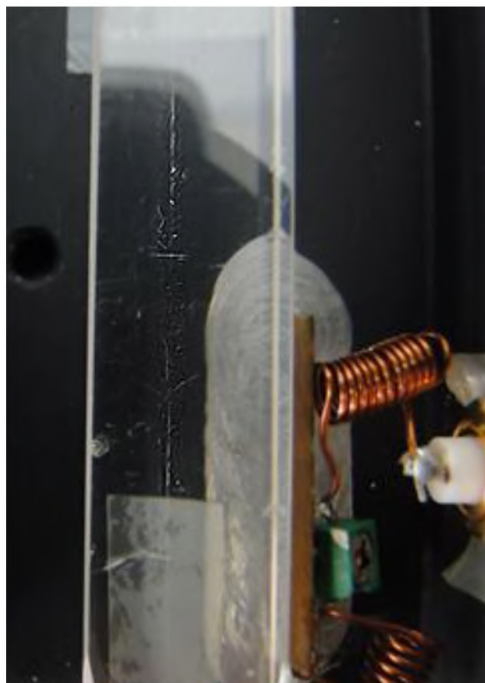


Рис.1.19. Элемент АОДЛ из кристалла парателлурита с треком, образовавшимся вследствие пробоя материала при воздействии импульсов фемтосекундного лазера с центральной длиной волны излучения 800 нм

Таким образом, все типы дефектов структуры кристаллов определяют почти все типы ОА и в той или иной степени ухудшают основные характеристики приборов классической оптики и современных устройств оптоэлектроники и фотоники, что делает актуальными исследования

оптических аномалий, причин их образования в кристаллах, а также поиск способов их минимизации.

В заключение обзора данных об оптических аномалиях в кристаллах, о их связи с дефектами структуры кристаллов, а также о методах их обнаружения и численной оценки следует отметить, что многие дефекты структуры влияют на физические свойства материала, редко рассматриваемые с точки зрения оптики. Одним из таких свойств является температуропроводность. В настоящей работе впервые, в целях неразрушающего выявления как дефектов структуры кристаллов, так и ОА, использован тепловизионный метод [113-116]. Он основан на обнаружении с помощью тепловизионных цифровых камер в инфракрасном спектральном диапазоне неоднородностей температурного поля в равномерно нагреваемых кристаллах. Эти неоднородности отражают локализацию наиболее структурно-дефектных объёмов кристаллов, являющихся одновременно и наименее совершенными с точки зрения оптики.

### **Заключение**

- Дефекты структуры кристаллов всех размерностей – вакансии, примесные атомы, дислокации, малоугловые границы, макроскопические включения посторонних фаз, а также сама поверхность кристалла – связаны с соответствующими ОА (оптическими аномалиями) кристаллов.
- ОА, заметно искажающие оптическую индикатрису кристаллов, могут относиться к различным размерным уровням – от нескольких мкм (газовые пузырьки, локальные вариации показателей преломления) до десятков см (свилы, аномальная двуосность).
- В выбранном в качестве одного из модельных веществ полупроводниковых кристаллов германия основными структурными дефектами являются: неоднородности распределения электроактивных примесей и удельного электросопротивления, дислокации,

МУГ(малоугловые границы). Соответствующие дефектам структуры в германии ОА – это вариации показателей преломления, неравномерность поглощения и рассеяния излучения по объёму кристалла.

- В диэлектрических одноосных кристаллах парателлуриата, выбранных в качестве второго модельного вещества, основными дефектами структуры, помимо примесей, являются дислокации и газовые пузырьки. Соответствующие им ОА – это вариации показателей преломления, свили, аномальная двуосность.
- Наиболее чувствительными методами исследования оптических аномалий в кристаллах обоих веществ являются интерференционные методы, в случае парателлуриата – метод лазерной коноскопии.
- При изучении наиболее грубых структурных и оптических неоднородностей в кристаллах германия и парателлуриата возможно применение тепловизионной аппаратуры, дающей изображения неравномерно нагретых объема материала.

## Глава II МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ СВЕТОВЫХ ПОТОКОВ С ВНУТРЕННИМИ ОБЪЕМАМИ И ПОВЕРХНОСТЯМИ КРИСТАЛЛОВ.

2.1 Расчет индикатрис диффузионного отражения и рассеяния света поверхностями кристалла с известным микрорельефом с помощью метода геометрикооптического приближения.

С учетом увеличения вычислительных мощностей современных компьютеров ряд задач по исследованию влияния ОА на оптическую индикатрису целесообразно перенести в область математического (компьютерного) моделирования. В основе модели должны быть заложены алгоритмы дискретизации и вариативности, что обусловлено расчётом выходных параметров при каждом событии, смоделированном в программе, для оценки влияния того или иного фактора на общий результат.

В основу метода, разработанного для учета влияния микрорельефа поверхности при расчете коэффициентов пропускания, отражения и их индикатрис положен принцип полного отказа от рассмотрения дифракционных и интерференционных явлений, в результате чего все расчеты ведутся в рамках геометрикооптического приближения.

Для случаев, когда длина волны излучения  $\lambda$  намного меньше характерных неровностей поверхности  $a$  ( $\lambda \ll a$ ), такой подход считается общепринятым и используется в многочисленных исследованиях [5, 53, 75, 84, 103, 117-119].

В тех случаях, когда эти величины соизмеримы ( $\lambda \sim a$ ), традиционный подход обязывает учитывать взаимные фазовые сдвиги волн, отраженных от различных участков поверхности [75, 84, 117-119]. Однако, если, в отличие от искусственных, регулярных неровностей, как, например, в дифракционных решётках, неровности представляют собой случайные, хаотически распределённые по поверхности выступы и впадины



неправильной формы с размерами порядка 1-10 мкм, то никаких удобных, практически используемых методов расчета рассеивающих и пропускающих свойств поверхностей до настоящего времени не разработано.

В случае, когда характерные размеры неровностей намного меньше длины волны ( $a \ll \lambda$ ), что соответствует размерам неровностей полированной поверхности, никакие неровности не в состоянии изменить разность хода между волнами, отраженными от различных элементов поверхности на величину, сопоставимую с  $\lambda/2$  или  $\lambda$  и, таким образом, обеспечить интерференционное гашение или усиление этих волн. Тем более это невозможно для разностей хода  $(m + \frac{1}{2})\lambda$  или  $m\lambda$ , если речь идет о близко расположенных элементах рельефа. Безусловно, существует ненулевая вероятность события, заключающегося в том, что какая-либо неровность имеет одну из собственных поверхностей (площадку), ориентированную по отношению к световому потоку одинаковым образом с весьма удаленной микроплощадкой в другой неровности, находящейся на некотором расстоянии  $l$ , обеспечивающим разность хода  $\Delta$  между волнами, отраженными от точек А и В, равную, например, полуцелому числу волн  $\Delta = (m + \frac{1}{2}) \lambda$ , что изображено схематически на рисунке 2.1.

Действительно, в направлении, определяемом параллельными пучками 1' и 2', волны, отраженные от микроплощадок, будут интерферировать на минимум. При этом, если параметр шероховатости поверхности  $S_a$  (среднее расстояние между неровностями рельефа) имеет порядок 20 нм (полировка чрезвычайно высокого качества), а длина волны излучения относится к видимому или ближнему ИК диапазону ( $\lambda \sim 1$  мкм), то для угла  $\gamma$ , характеризующего угол между площадкой и нормалью к поверхности ( $\gamma = \frac{\pi}{2} - 2i$ ), косинус которого имеет, например, порядок 0,5, условие гашения лучей 1' и 2' означает, что поскольку

$$\Delta = \frac{1}{2} \lambda = l \cos \gamma = k S_a \cos \gamma, \quad (2.1)$$

где  $k$  – число неровностей, разделяющих по поверхности неровности в точках  $A$  и  $B$ , то это число должно иметь порядок 50. Для первого интерференционного максимума ( $m = 1$ ) число  $k$  возрастает до 100. Для углублений в поверхности с более пологими склонами ( $\gamma \rightarrow \frac{\pi}{2}$ ), например, для  $\gamma = 78^\circ$ , это число уже равно 250, и, таким образом, точки  $A$  и  $B$  должны находится друг от друга на расстоянии  $l = 5$  мкм. Вероятность того, что на таком большом расстоянии (по сравнению с характерными размерами неровностей) находятся микроплощадки с одинаковой ориентацией относительно падающего пучка, и к ним подходит плоская электромагнитная волна с коррелированной по фронту фазой, очевидно, чрезвычайно мала.

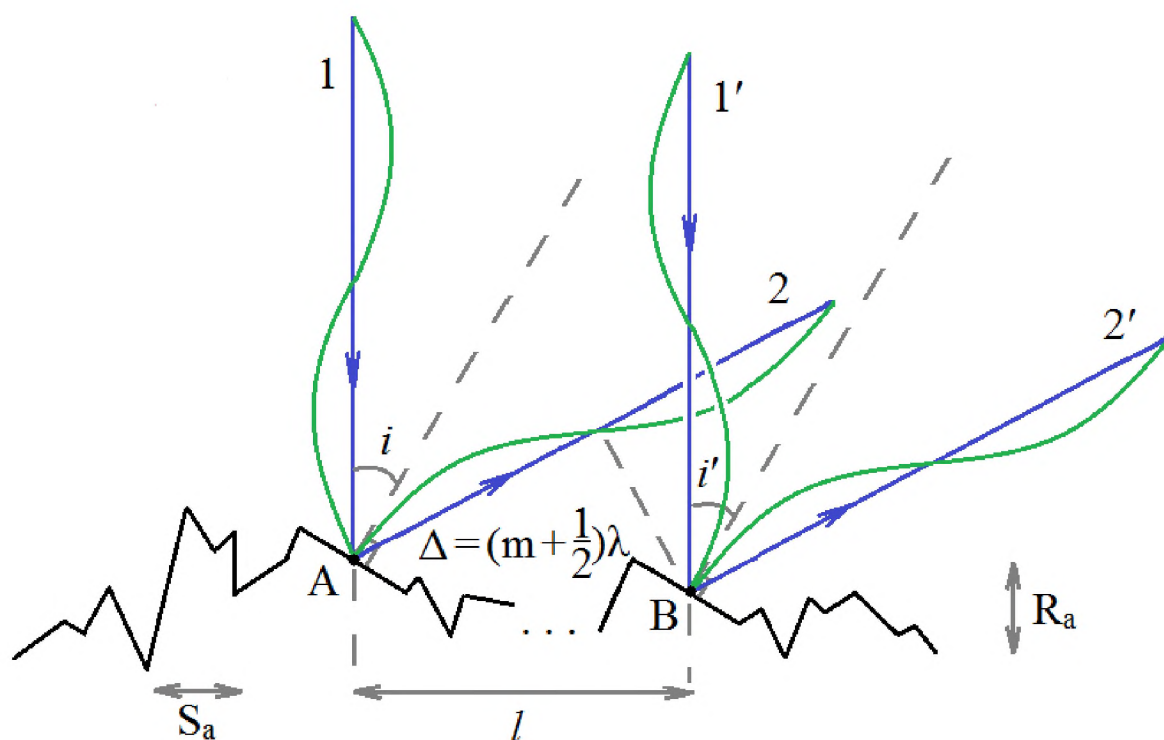


Рис.2.1. К рассмотрению возможной интерференции между двумя лучами  $1'$  и  $2'$ , отраженными от двух микроплощадок, расположенных на большом расстоянии  $l$  друг от друга.  $A$  и  $B$  – точки падения исходных лучей  $1$  и  $2$ ;  $i$  – угол падения луча  $1$  на первую микроплощадку,  $i' = i$  – угол падения луча  $2$  на вторую микроповерхность;  $R_a$  и  $S_a$  – параметры шероховатости

При классическом рассмотрении диэлектрическая проницаемость  $\varepsilon(\vec{r})$  в уравнении Гельмгольца

$$\Delta u + k^2 \varepsilon(\vec{r}) = 0, \quad (2.2)$$

где  $u$  – функция напряжённости  $\vec{E}$  электромагнитного поля, зависящая только от координат,  $k$  – модуль волнового вектора  $k = |\vec{k}| = 2\pi/\lambda$ , мало меняется на длине волны  $\lambda$  ( $\lambda|\nabla\varepsilon| \ll \varepsilon$  – плавно неоднородная среда).

При этом поле  $u$  в каждой точке приближённо имеет структуру плоской волны:

$$u = A^{is} = A^{ik\varphi}, \quad (2.3)$$

где амплитуда  $A$  и градиент фазы  $\nabla S$  – медленные (в масштабе  $\lambda$ ) функции координат. Величина  $\varphi = S/k$  представляет собой фазовый путь волны – эйконал. Разложение в ряд амплитуды  $A$  по обратным степеням волнового числа  $k$  дает выражение

$$u = \left( A_0 + \frac{A_1}{ik} + \frac{A_2}{(ik)^2} + \dots \right) e^{ik\varphi}, \quad (2.4)$$

где коэффициенты  $A_m$  в общем случае комплексны и дают вклад и в фазу результирующего поля. Подстановка (2.4) в уравнение Гельмгольца и приравнивание к нулю коэффициентов при одинаковых степенях  $k$  дают систему уравнений для  $\varphi, A_0, A_1, \dots$ :

$$(k^2) \quad (\nabla\varphi)^2 = \varepsilon \quad (2.5)$$

$$(k) \quad 2(\nabla\varphi\nabla A_0) + A_0\Delta\varphi = 0 \quad (2.6)$$

$$(k^0) \quad 2(\nabla\varphi\nabla A_1) + A_1\Delta\varphi = -\Delta A_0 \quad (2.7)$$

.....

$$(k^{1-n}) \quad 2(\nabla\varphi\nabla A_n) + A_n\Delta\varphi = -\Delta A_{n-1} \quad (2.8)$$

Обычно ограничиваются нулевым приближением МГО (метод геометрической оптики), оставляя в разложении (2.4) только член  $A_0$ . Следующие члены отбрасывают из-за сложности их вычисления, а также потому, что исходный ряд является асимптотическим, а для асимптотических разложений увеличение числа учитываемых членов может не приводить к

более близкой аппроксимации. Согласно [84,117,118], ряд (2.4) сходится к точному решению уравнению Гельмгольца, если одновременно с увеличением числа членов устремить волновое число  $k$  к бесконечности, или, что то же самое, устремить безразмерный малый параметр  $\mu \sim 1/kl_\varepsilon$  к нулю. Это означает, что длина волны излучения  $\lambda$  по сравнению с характерным размером  $l_\varepsilon$ , на котором изменяется диэлектрическая проницаемость, должна стремиться к бесконечно малой величине.

В отличие от классического варианта МГО, в предложенной модели фронт волны не описывается непрерывной функцией, а разбивается на дискретные участки, где каждый отдельный эйконал и его изменение (строго линейное) вычисляется компьютером и учитывается (со своим углом) на выходе из макроскопического тела-кристалла или при последнем уходе назад от первой (входной) поверхности тела. Внутри среды, в которую вошёл луч, диэлектрическая постоянная считается константой ( $\varepsilon = \text{const}$ ), вследствие чего в уравнении (2.2) первый член обращается в ноль

$$\Delta u = \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} = 0,$$

(поскольку, даже в случае линейно меняющегося вдоль границы среды поля, в правой части производные  $\nabla u = 0$ ). Градиенты фазы  $\nabla S$  являются константами в пределах каждого участка границы среды, а на изломах поверхности имеют точки разрыва второго рода. Уравнение эйконала (2.5) в данном случае остаётся неизменным, ему отвечают характеристики (луча), на которых функционал  $\int \sqrt{\varepsilon} dS$  экстремален, что соответствует принципу Ферма. Уравнения лучей (хотя при моделировании они задаются уравнениями прямых, поскольку, как было показано выше, фазовые сдвиги  $\Delta\varphi$  не интересуют нас в силу специфики решаемой задачи и реальных соотношений между размерами неровностей, углами падения и длинами волн) могут быть формально записаны и в классическом виде

$$\frac{d\bar{r}}{ds} = \bar{t}, \quad \frac{d\bar{t}}{ds} = \frac{1}{2\varepsilon} [\nabla\varepsilon - \bar{t}(\bar{t}\nabla\varepsilon)], \quad (2.9)$$

где  $ds$  – элемент длины луча, а  $\vec{t}$  – касательный к лучу единичный вектор, который одновременно является и нормалью к фазовому фронту  $S = k\varphi = \text{const}$ .

Дополнительной связью между волновыми методами МГО и методом моделирования, использованным в настоящей работе, является выражение для коэффициента отражения  $R$ , целиком вытекающее из уравнений Максвелла с граничными условиями на поверхности раздела веществ с различной диэлектрической проницаемостью  $\varepsilon$ , и имеющего вид (для неполяризованного излучения) [103]:

$$R = \frac{1}{2} \left\{ \frac{\sin^2[i - \arcsin(\sin i/n)]}{\sin^2[i + \arcsin(\sin i/n)]} + \frac{\text{tg}^2[i - \arcsin(\sin i/n)]}{\text{tg}^2[i + \arcsin(\sin i/n)]} \right\}, \quad (2.10)$$

где  $i$  – угол падения,  $n$  – показатель преломления вещества, на которое падает луч из воздуха или вакуума (вещество предполагается оптически изотропным, и тензорный характер диэлектрической проницаемости не учитывается).

Потери излучения в объеме описываются законом экспоненциального ослабления света в веществе (Закон Бугера-Ламберта), что имеет место только при полном отсутствии актов рассеяния

$$I = I_0 \exp(-\alpha h), \quad (2.11)$$

где  $I_0$  – интенсивность входящего в вещество светового потока,  $I$  – его интенсивность на расстоянии  $h$  от места входа, величина  $\alpha$  – это коэффициент экстинкции света.

Моделирование поверхности производится по принципу ломаной кривой, но, благодаря масштабированию (точки перелома возможно позиционировать с точностью до 1нм), данное приближение не вносит серьёзных ошибок в расчеты, что показано на рисунке 2.2. Замкнутая кривая образует область с собственными коэффициентом преломления и коэффициентом экстинкции.

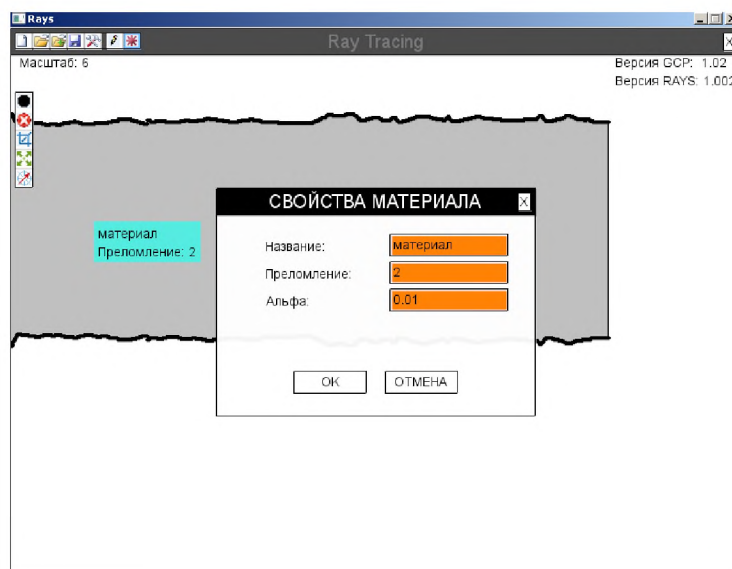


Рис.2.2. Иллюстрация возможностей пользователя программой при выборе оптического материала с указаниями его показателя преломления  $n$  и показателя экстинкции (ослабления) света  $\alpha$  с длиной волны, соответствующей выбранному показателю преломления. Две черные линии – микрорельефы поверхностей тонкой пластинки из материала с заданным показателем преломления

Реализованы следующие способы формирования рельефа поверхности:

- Загрузка файла, экспортируемого из программы SPIP, являющейся специализированным ПО для профилометров, что позволяет переносить в программу профили реальных поверхностей.
- Загрузка данных из таблиц (например, MS Excel) позволяет моделировать периодические профили, имеющие достаточно сложную структуру на большом протяжении.
- Создание поверхности поточечно, используя интерфейс программы. Данный способ наиболее трудоёмкий, но дает возможность создавать поверхность без строгой периодичности или же совершенно случайного типа.

Моделирование светового потока является рекурсивной задачей геометрического двухмерного луча. В модели присутствуют два типа представления светового потока. Параллельный пучок реализован как



совокупность лучей с вертикальным начальным направлением. При расходящемся пучке лучи распространяются от симулированного точечного источника, расположенного на заданном расстоянии от модели кристалла. Количество лучей в потоке задаётся в настройках программы с максимальной плотностью 10 лучей на 1 нм. Каждый из лучей проверяется на пересечение с поверхностью и, если такое пересечение имеется, рассчитывается угол отражения и преломления в заданной точке пересечения и получается два новых луча с началом уже в этой точке. Для вновь полученных лучей операция повторяется.

Луч хранит информацию о своей интенсивности, коэффициенте преломления и коэффициенте экстинкции среды, в которой он был, и в которой он распространяется сейчас. Это необходимо для идентификации лучей. Пример такой идентификации представлен на рисунке 2.3.

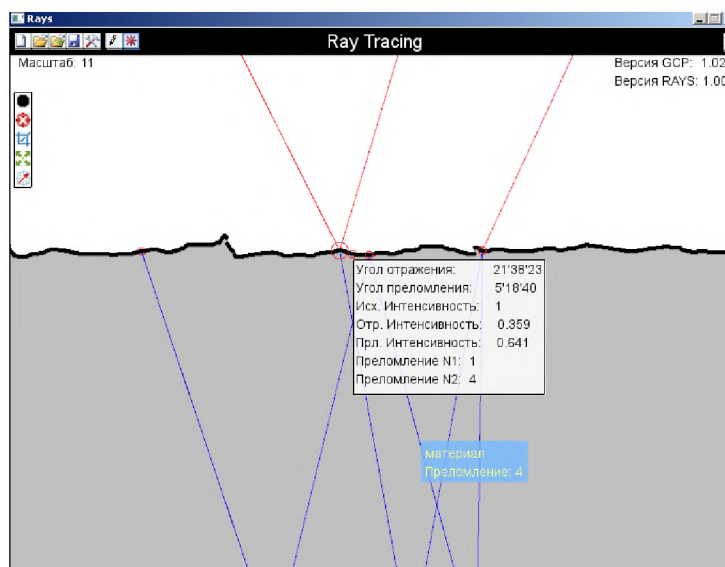


Рис.2.3. Вывод на экран численных данных об одном из лучей, рассчитанных в ходе модельного компьютерного эксперимента: углов отражения и преломления, а также исходной интенсивности и относительной интенсивности при выходе из поверхности

Все линии хранятся в одном массиве и строятся по точкам. Так, можно выделить два типа линий – линии, с которыми мы учитываем пересечения и линии, которые мы будем выводить на экран. Линии, которые

символизируют лучи, строятся по так называемым временным точкам. То есть, если будет необходимо передвинуть всю картинку из точек, линий и лучей, не придётся пересчитывать весь ход лучей. Достаточно просто сместить координаты точек, по которым рисуются линии.

Как только луч покинет смоделированную область (отразится в сторону и больше ни с чем не пересечётся), мы добавляем его в список лучей, покинувших область, запоминая при этом угол и интенсивность ушедшего луча. Из ушедших лучей строится индикатриса рассеяния (рис.2.4).

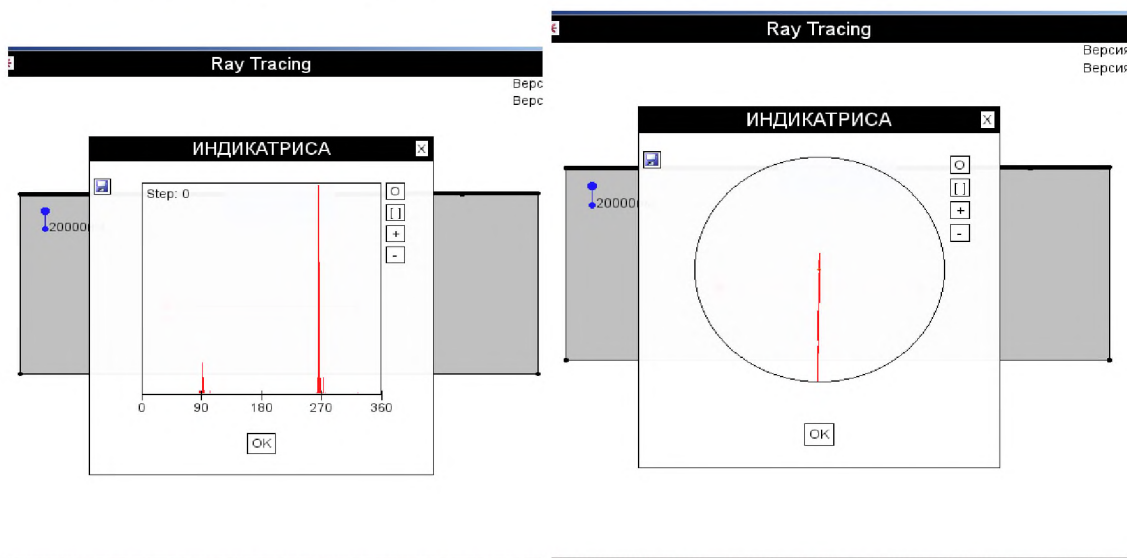


Рис.2.4. Оптические индикатрисы, полученные в результате моделирования

Результаты практического использования данной модели представлены в главе 3 настоящей работы.

## 2.2 Фотонная модель прохождения света через кристалл с произвольным распределением рассеивающих ОА.

В случае моделирования процесса взаимодействия света с ОА внутри кристалла наиболее оптимальным является фотонная модель светового пучка, в которой следует учитывать все возможные варианты взаимодействия, т.е. события, происходящие с фотоном внутри материала и на его границах, примеры которых представлены на рис 2.5.



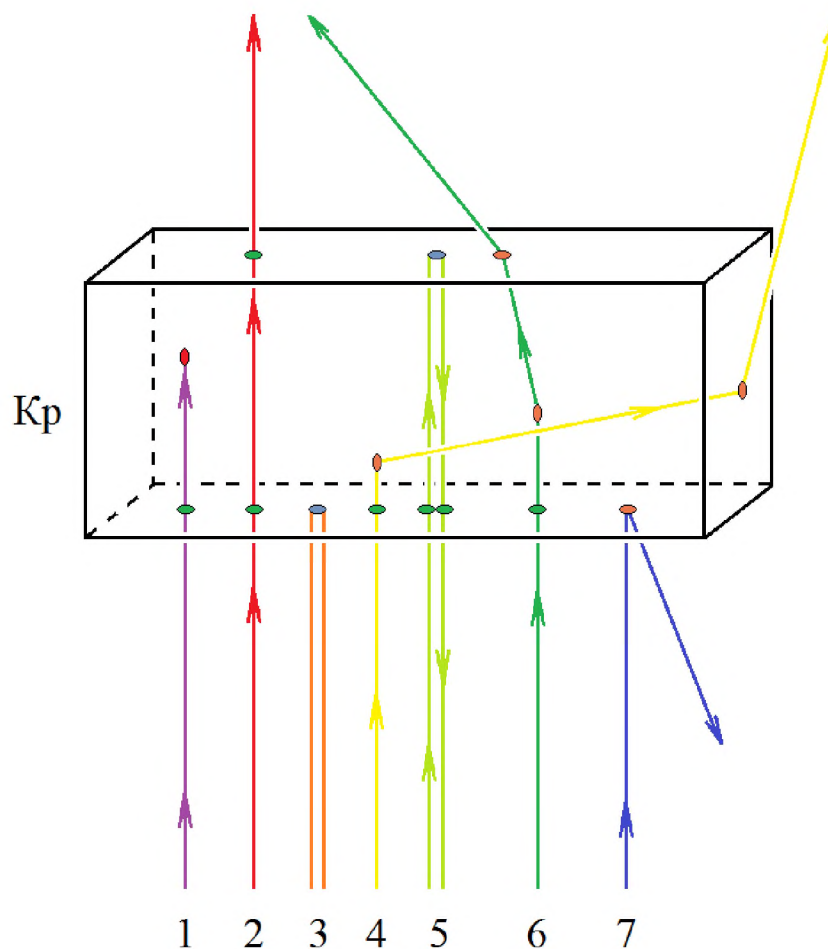


Рис.2.5. Некоторые из наиболее вероятных сценариев для траекторий фотонов из начального гауссова пучка, падающего на кристалл (Кр):  
 1) распространение без рассеяния и поглощение; 2) прохождение через кристалл без рассеяния; 3) отражение от входной поверхности кристалла строго в обратном направлении; 4) проникновение в кристалл, рассеяние и вылет через боковую поверхность; 5) проникновение в кристалл, отражение от выходной поверхности назад и вылет из кристалла без изменения направления; 6) проникновение в кристалл, рассеяние и вылет из кристалла; 7) отражение от неровности микрорельефа входной поверхности с изменением направления (диффузное рассеяние)

В детерминированных случаях (отражение, полное внутреннее отражение, прямолинейное распространение) при каждом взаимодействии рассчитывается изменение траектории фотона согласно законам

геометрической оптики. Эти законы, как известно [4], выводятся из положений волновой теории и не противоречат ее принципам. Соответствующие величины – коэффициенты отражения – трактуются в данной модели как вероятности отражения.

В случаях, когда исходы носят случайный характер (поглощение или рассеяние фотона на некоторый угол  $\theta$ ), описание в рамках расчётной модели состоит во введении вероятностных величин –  $\alpha$  и  $P(\theta)$ , имеющих следующий физический смысл.

При строгом выполнении закона экспоненциального ослабления света в веществе (2.11), величина  $\alpha$  – это экспоненциальный показатель поглощения света. В нашей модели  $\alpha = p_a$  – это вероятность поглощения фотона на единицу пути в веществе. В случае отсутствия рассеяния становится корректной и формула [106,120,121], позволяющая рассчитать коэффициент пропускания света  $T$  в зависимости от показателя поглощения  $\alpha$ , толщины образца  $h$  и показателя преломления  $n$ , определяющего коэффициент отражения света  $R$  при его нормальном падении на поверхность (в формуле учитываются многократные отражения света от внутренних поверхностей) входной грани плоскопараллельного образца:

$$T = \frac{(1-R)^2 e^{\alpha n h}}{e^{2\alpha n h} - R^2}, \quad \alpha = \frac{1}{h} \ln \left[ \frac{(1-R)^2 + \sqrt{(1-R)^4 + 4T^2 R^2}}{2T} \right], \quad (2.12)$$

где  $R = \frac{(n-1)^2}{(n+1)^2}$  – коэффициент зеркального отражения света при его падении перпендикулярно поверхности образца с показателем преломления  $n$ .

Величина  $p(\theta)$  определяется как плотность вероятности рассеяния фотона на угол  $\theta$  на единицу пути (рассеяние предполагается цилиндрически симметричным, и нет никаких физических предпосылок для отказа от такого предположения):  $p(\theta)d\theta$  – это вероятность того, что фотон будет рассеян на угол, лежащий между  $\theta$  и  $\theta + d\theta$ . При этом величина  $P_S$  является полной вероятностью того, что фотон вообще будет рассеян:

$$P_S = \int_0^\pi p(\theta)d\theta. \quad (2.13)$$

В используемой в работе модели считается, что индикатриса рассеяния  $P(\theta)$  может иметь, в зависимости от вида рассеивающей неоднородности, следующий вид:

- Круговая индикатриса. Соответствует рассеянию на самых мелких неоднородностях ( $a \ll \lambda$ ), например, на примесных центрах.
- Рэлеевская индикатриса. Соответствует рассеянию на более крупных, но также малых по сравнению с длиной волны неоднородностях ( $a < \lambda$ ), и описывается формулой  $p(\theta) \sim (1 + \cos^2 \theta)$ . Примеры такой индикатрисы – рассеяние (молекулярное) на флуктуациях плотности.
- Рассеяние Ми. Соответствует рассеивающим неоднородностям, соизмеримым по размерам с длиной волны излучения:  $a \sim \lambda$ . Для кристаллов парателлуриата такими неоднородностями могут быть микропузырьки, микровключения примесей, короткодействующие механические напряжения вблизи дислокаций. Геометрическая форма индикатрисы рассеяния Ми достаточно сложна, и лучше всего описывается полиномами Лежандра. Основные особенности индикатрисы Ми состоят в том, что она вытянута вперёд и имеет несколько максимумов в направлениях, не совпадающих с осью светового пучка.

Таким образом, все возможные виды индикатрисы рассеяния  $p(\theta)$ , определяемые его физическими причинами и, в том числе, волновой природой света, оказываются учтёнными в расчётной модели, используемой в настоящей работе. Случай, когда неоднородности намного больше длины волны ( $a \gg \lambda$ ) в принципе должен рассматриваться с позиций геометрической оптики. Но он не представляет для нас интереса, поскольку крупные неоднородности вообще должны быть исключены при входном контроле качества кристаллов и, при правильной технологии, еще на стадии выращивания, резки, шлифовки и полировки.

Разумеется, число возможных сценариев для траекторий фотонов теоретически равно бесконечности, и выше перечислены только наиболее

вероятные из них. Для примера, вероятность  $p$  сценария, при которой фотон с энергией, соответствующей длине волны  $\lambda = 800$  нм излучения фемтосекундного лазера на титан-сапфире, проникает в кристалл парателлуриата ( $n = 2,5$ ), последовательно отражается от противоположных граней 3 раза (совершает два полных прохода) и вылетает из кристалла в обратном направлении, равна:  $p = (1 - R)^2 R^3 = 4,0 \cdot 10^{-3}$ . Тем не менее, и такой сценарий будет учтен в ходе компьютерных расчетов согласно разработанной модели. Итогами этих расчетов должны быть величины, характеризующие все суммарные потоки фотонов, покидающие кристалл:  $I_{T(\theta)}$ ,  $I_{R_1(\theta)}$  и  $I_{R_2(\theta)}$  - интенсивности потоков, выходящих из второй оптической поверхности в переднюю полусферу, выходящих из первой поверхности кристалла в заднюю полусферу и выходящих из боковых поверхностей кристалла, соответственно. По разности между интенсивностью падающего потока  $I_0$  и суммой вышеперечисленных потоков вычисляется интенсивность потока, поглощённого внутри кристалла.

При моделировании процесса прохождения света через кристалл за основу взято разбиение материала на малые объемы. Таким образом, получается трёхмерная модель, состоящая из параллелепипедов, в каждом из которых возможен один из вариантов события: поглощение фотона, рассеяние фотона или пропускание без изменений его траектории

При запуске модели задаются следующие параметры, поля для введения которых изображены на рисунке 2.6: количество разбиений вдоль каждой из осей (перемножение данных чисел дает общее кол-во малых объемов), коэффициент дисперсии (используется для подстановки в формулу для сравнения с результатами компьютерного моделирования, вероятность поглощения в малом объеме, показатель преломления вещества и плотность дефектов внутри вещества, сгруппированных по типу рассеяния.

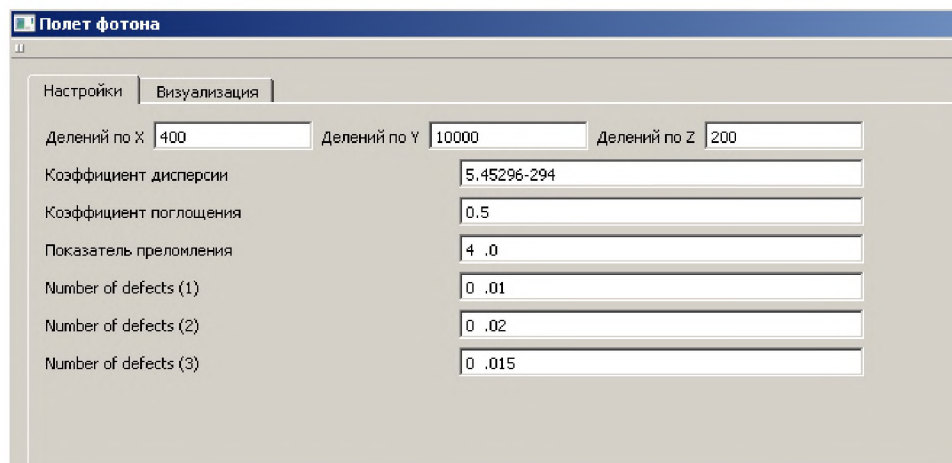


Рис.2.6. Окно пользователя для ввода данных, необходимых при моделировании траекторий фотонов

### Логика модели.

- В разработанной модели фотон попадает внутрь через внешнюю границу в направлении, перпендикулярном входной плоскости, в геометрическом её центре. Для начала он проходит проверку на отражение:
- По заданным плотностям дефектов случайным образом индексируются малые объемы: чистая ячейка, ячейка с круговой индикатрисой рассеяния (1), ячейка с рэлеевской индикатрисой рассеяния (2) и ячейка с индикатрисой рассеяния соответствующей рассеянию Ми(3).
- Фотон, прошедший проверку на отражение от грани, попадает внутрь смоделированного кристалла и, соответственно, внутрь первого малого объема, где вновь сначала проходит проверку на возможность быть поглощённым.
- Если фотон не поглощён, то проверяется, есть ли в данной ячейке дефект; если нет, то он продолжает движение в следующий малый объем; если есть, то, в зависимости от типа, вероятностным методом определяется направление рассеяния.

- Далее фотон попадает в следующую ячейку, и проверка на поглощение и рассеяние производятся заново, пока фотон не будет поглощён, или пока он не покинет смоделированный кристалл.

На рисунках 2.7–2.8, помимо расчётного объема кристалла в системе координат XYZ и проекцией траекторий одиночных фотонов на плоскости YOZ, XOY и ZOY, представленных на окне пользователя, указаны координаты конечных точек траекторий. В случае поглощения - это точки внутри кристалла, при вылете из кристалла фиксируются координаты точки вылета на одной из плоскостей, ограничивающих кристалл. Хорошо заметно, насколько существенно возрастает число актов рассеяния при увеличении суммарной концентрации рассеивающих центров (при неизменной вероятности поглощения фотонов на единицу пути). При концентрации рассеивающих центров 30% среднее число актов рассеяния фотона в кристалле возрастает по сравнению с их числом в кристалле с концентрацией рассеивающих центров 3% не в 10, а в 28 раз.

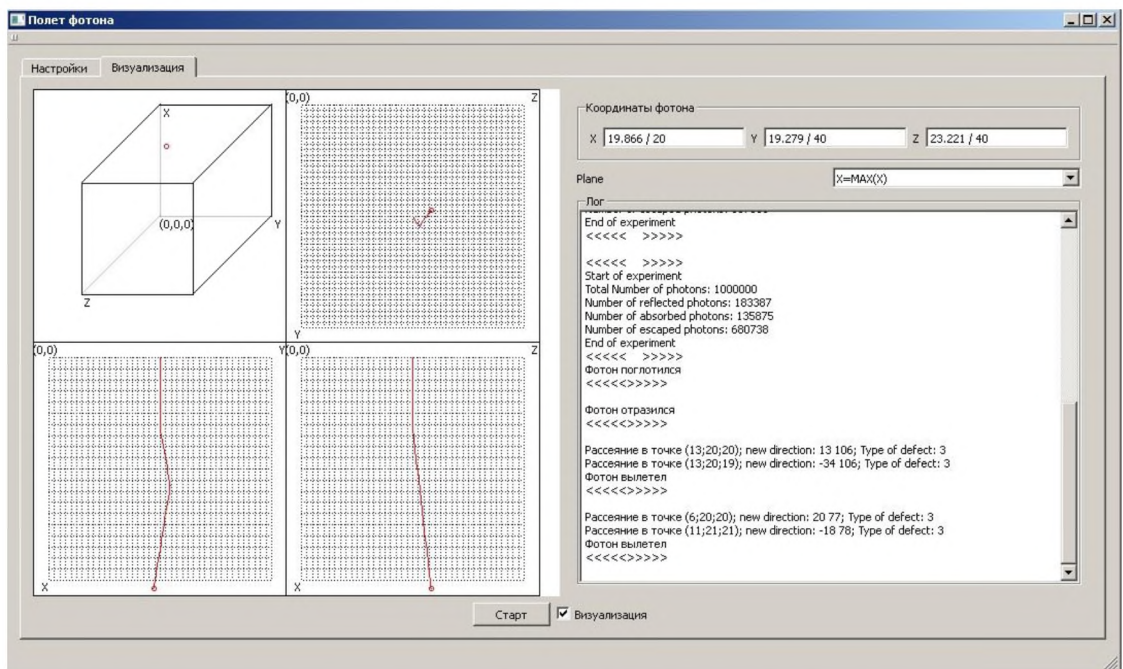


Рис.2.7. Результаты моделирования траекторий фотонов в кристалле парателлурита при малой концентрации дефектов (3%)



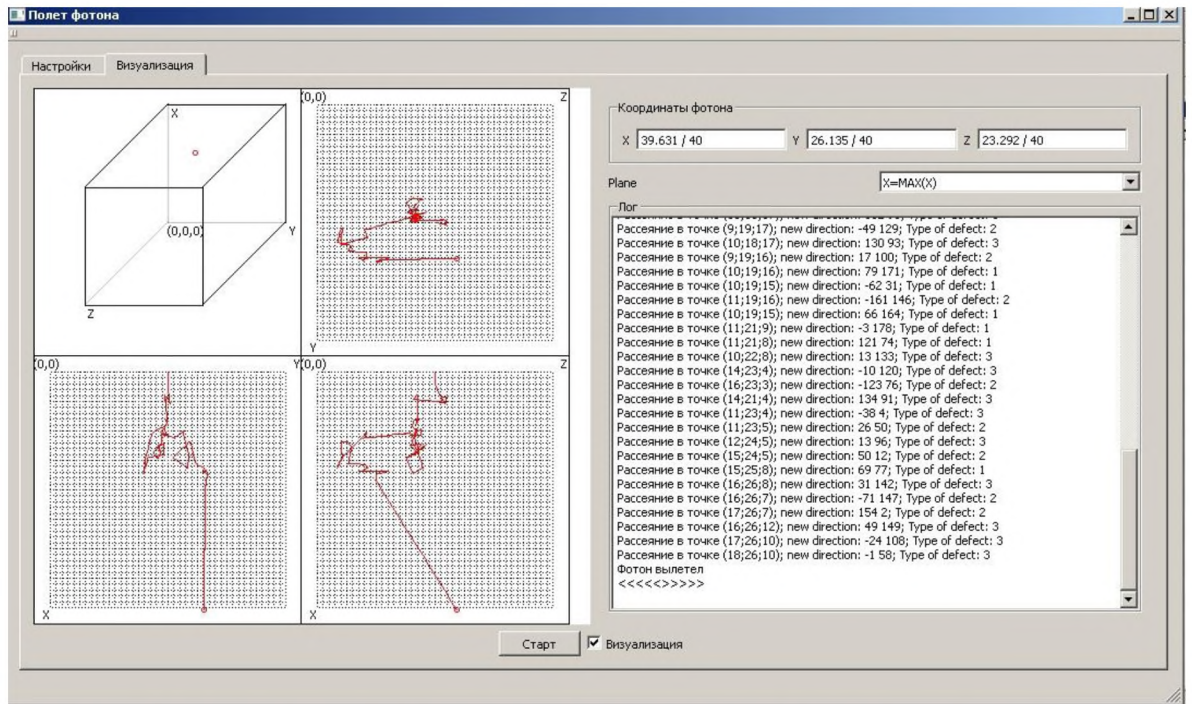


Рис.2.8. Результаты моделирования траекторий фотонов в кристалле парателлурита при большой концентрации дефектов (30%)

Судьба каждого фотона регистрируется, что позволяет провести анализ в графическом и численном видах.

На рисунках 2.9–2.10 представлены результаты тестирования программы при расчете итогового распределения фотонов, вылетевших из моделируемого светозвукопровода АОДЛ из кристалла парателлурита с высокой концентрацией структурных дефектов, дающих равновероятное (сферическое) и рэлеевское распределение фотонов (т.е., в данном случае, с высокой концентрацией примесных атомов, попавших в кристалл из расплава шихты с концентрацией примесей  $\sim 10^{-4}$ ).

На рисунке 2.9 хорошо заметно, что подавляющее число точек вылета фотонов, покидающих боковую поверхность СЗП, сосредоточено в первой половине поверхности, вблизи от входной грани (на рисунке - слева). Не отмечается и какой-либо особенности вблизи выходной грани СЗП (справа), например, в виде возрастания числа вылетающих фотонов.

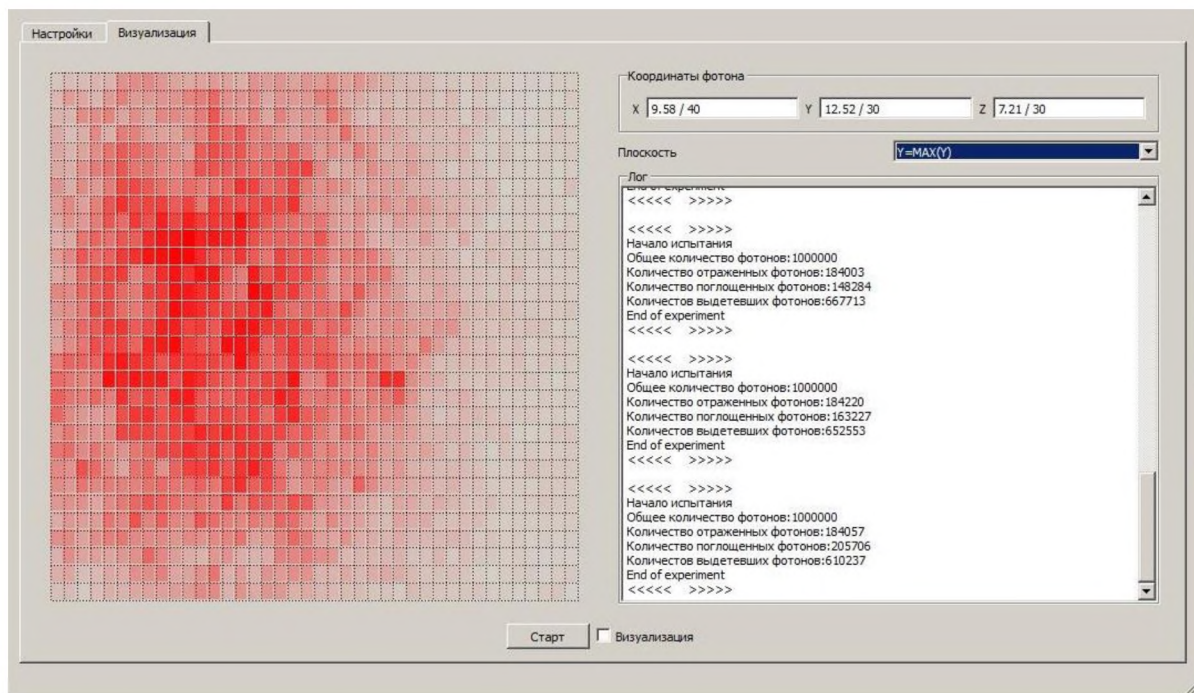


Рис.2.9. Результаты моделирования распределения фотонов, вылетевших из боковой грани кристалла парателлуриата при высокой концентрации рассеивающих дефектов

На рисунке 2.10, на котором показано распределение фотонов, вылетающих из выходной грани СЗП, видно равномерное уменьшение (как показывает рассмотрение численных данных – в соответствии с гауссовым распределением) плотности фотонов к периферии образца. Некоторая асимметрия их распределения в горизонтальном и вертикальном направлениях объясняется наличием малоуглового рассеяния Ми (считалось, что помимо примесей, кристалл содержит в концентрации  $10^{-6}$  газовую примесь в виде одинаковых пузырьков диаметром 2 мкм).



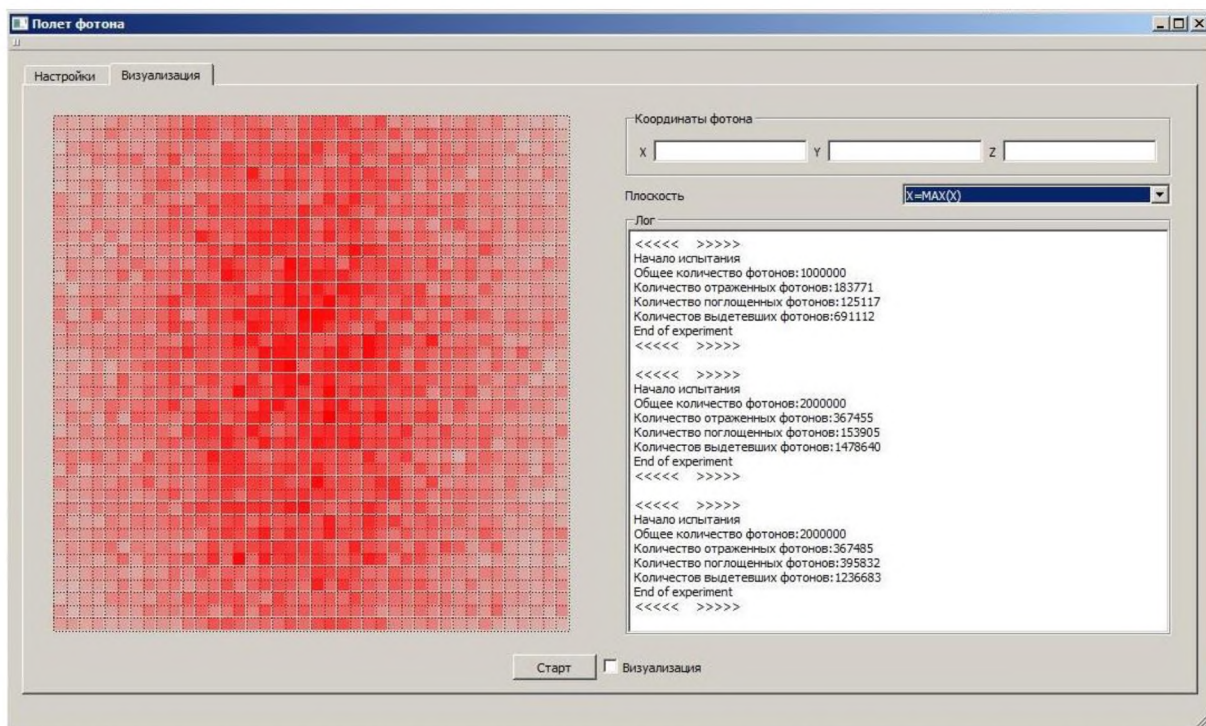


Рис.2.10. Результаты моделирования распределения фотонов, вылетевших из выходной грани кристалла парателлурита при высокой концентрации рассеивающих дефектов

На рисунках 2.11-2.12 предоставлены аналогичные картины, полученные при тестировании расчётной модели на кристалле парателлурита с преобладающим малоугловым рассеянием Ми. Очень важным является тот факт, что большая часть вылетевших фотонов сосредоточена вблизи выходной части оптического элемента, при этом поток рассеиваемых фотонов расслаивается на два коаксиальных конических потока. Такое рассеяние обусловлено подавляющим действием механизма Ми, заложенным в параметры модельного эксперимента. Асимметрия в распределениях фотонов, вылетевших из выходной грани кристалла в данном опыте, связана с тем, что в качестве рассеивающих неоднородностей принимались вытянутые вдоль оси  $Z$  краевые дислокации, и рассеяние фотонов происходило в направлениях, ортогональных линиям дислокаций, как показано на рисунке 2.12. Такой результат говорит о необходимости совершенствования технологии выращивания монокристаллов

парателлурифта в направлении предельного уменьшения плотности дислокаций – до уровня  $10^2 \text{ см}^{-2}$ .

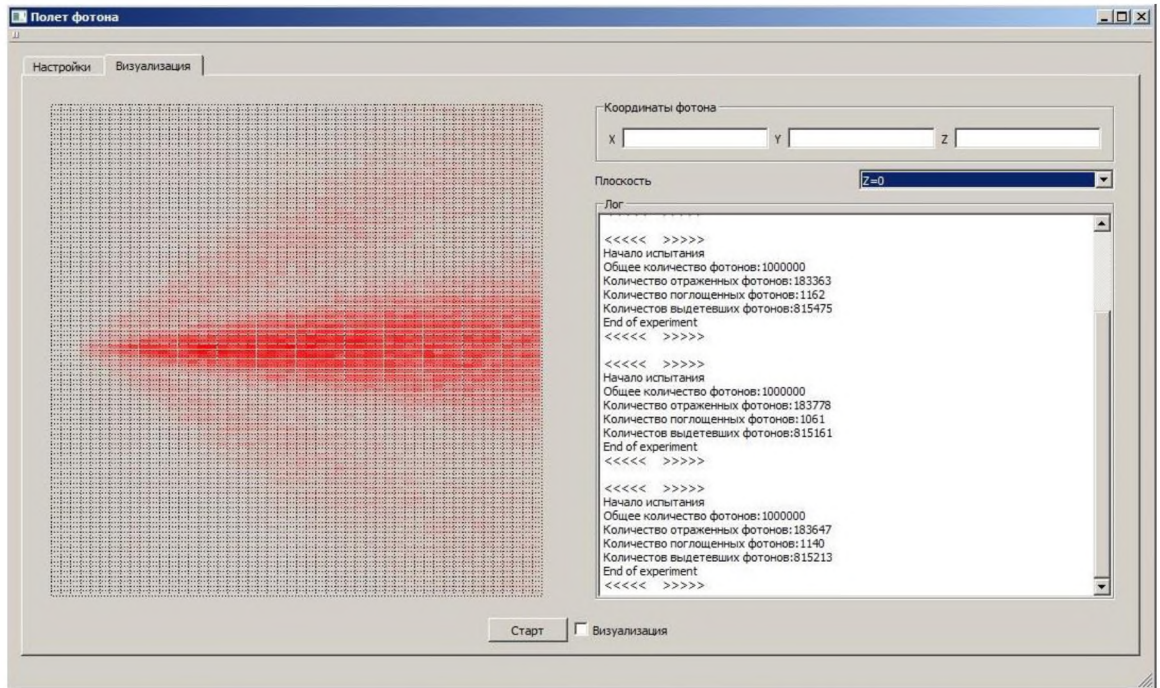


Рис.2.11. Результаты моделирования распределения фотонов, вылетевших из боковой грани кристалла парателлурифта при преобладающем малоугловом рассеянии Ми

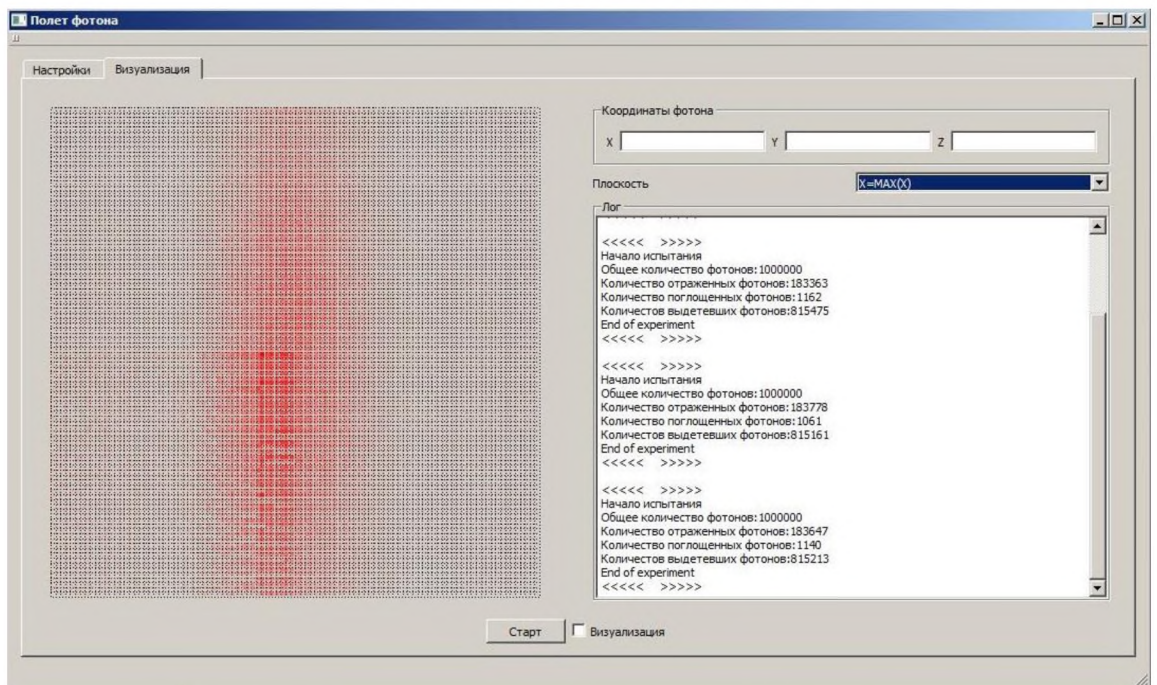


Рис.2.12. Результаты моделирования распределения фотонов, вылетевших из выходной грани кристалла парателлурифта при преобладающем малоугловом рассеянии Ми



На рисунках 2.13-2.14 представлены результаты модельного расчета, относящиеся к другому очень важному в практическом отношении случаю, когда среди рассеивающих неоднородностей в кристалле преобладают неоднородности с размерами, малыми по сравнению с длиной волны ( $a \ll \lambda$ ) и содержащимися в малых концентрациях. Здесь наиболее интересным фактом является наличие двух максимумов плотности вылетающих фотонов на боковых гранях в направлении исходного пучка, между которыми (примерно посередине кристалла) наблюдается очевидный минимум с плотностью вылетевших фотонов, на 1-2 порядка меньшей, чем вблизи входной и выходной граней. При этом, при определенных параметрах кристалла, вблизи выходной грани плотность вылетающих фотонов оказывается выше, чем вблизи входной. Такое распределение может быть связано только с рэлеевским рассеянием, при котором преобладающими направлениями рассеянных фотонов является направления вперед и назад, а рассеяние вбок ( $\theta = 90^\circ$ ) в два раза менее вероятно.

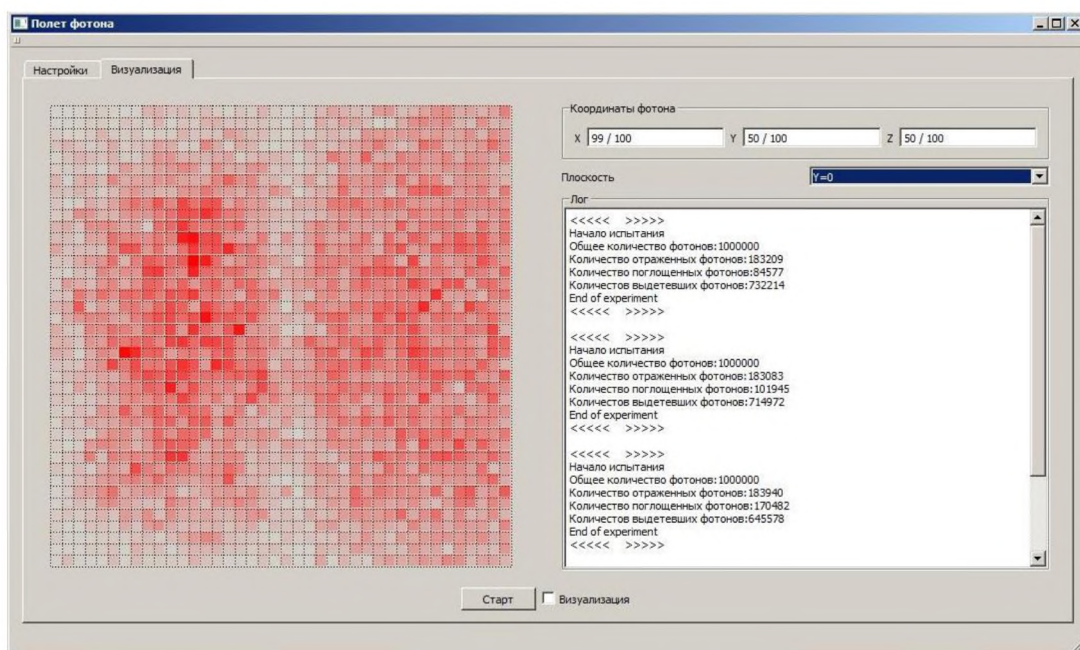


Рис.2.13. Результаты моделирования распределения фотонов, вылетевших из боковой грани кристалла парателлуриата при преобладающем рассеянии на дефектах, малых по сравнению с длиной волны

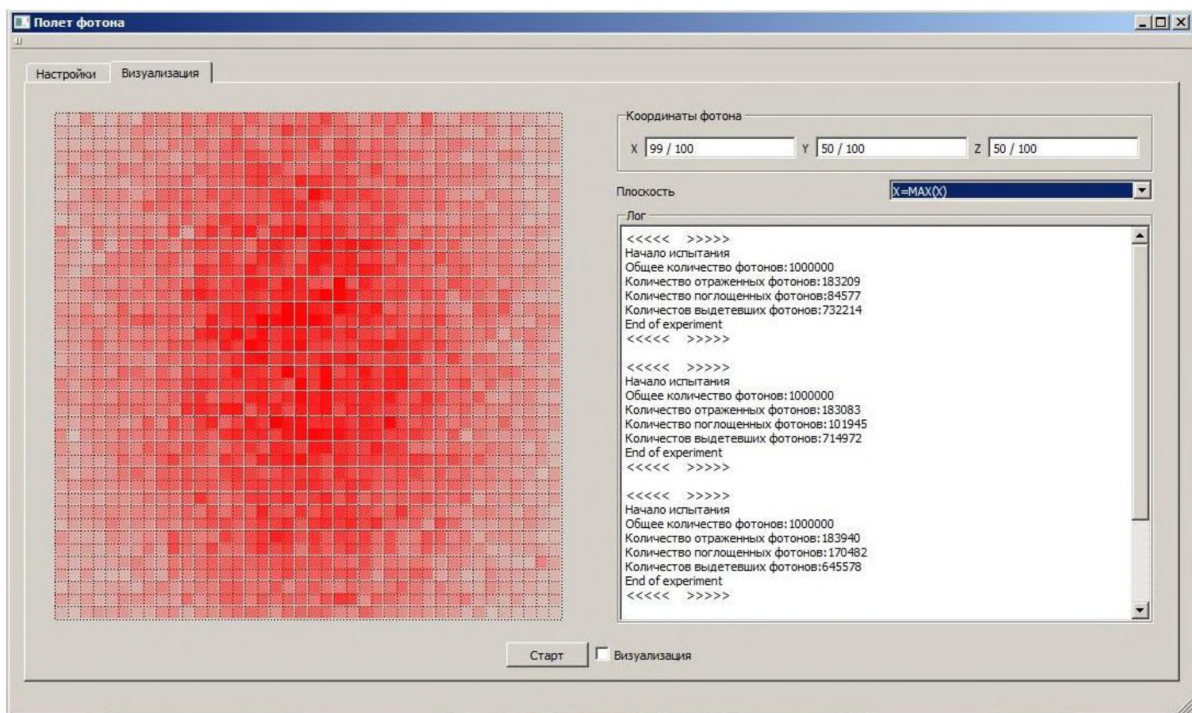


Рис.2.14. Результаты моделирования распределения фотонов, вылетевших из выходной грани кристалла парателлуриата при преобладающем рассеянии на дефектах, малых по сравнению с длиной волны

На рисунке 2.15 представлены расчётный вид рассеяния в монокристалле германия (с минимумом дефектов) на боковую поверхность и экспериментальное изображение, полученное с помощью тепловизора (лазер с длиной волны – 10,6 мкм).

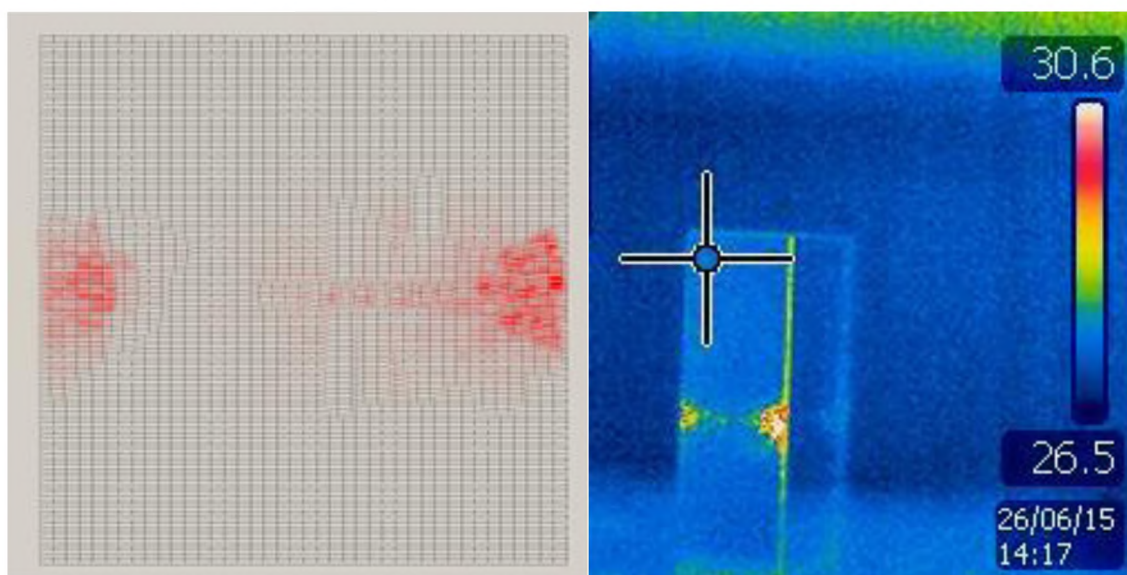


Рис.2.15. Рассеяние на боковую поверхность в монокристалле германия



Основное рассеяние наблюдается рядом с входной гранью и не связано с шероховатостью поверхности, так как диффузное отражение не наблюдается. Данный эксперимент подтверждает состоятельность предложенной модели для прогнозирования и решения обратной задачи.

На рисунках 2.16-2.18 представлены численные результаты в виде графиков распределения фотонов по толщине в кристаллах парателлуриата с различными параметрами, характеризующими концентрации различных рассеивающих центров и одинаковыми показателями поглощения (вероятностями поглощения не единицу пути), позволяющие произвести оценку роли рассеяния и поглощения в общие потери света внутри кристалла. На графиках синий цвет – распределение фотонов согласно экспоненциальному закону ослабления; красный цвет – число фотонов, достигших слоя; зеленый цвет – число фотонов, достигших слоя без изменения первоначального направления на углы, отличные от  $0^\circ$  и  $180^\circ$ ; фиолетовый цвет – число фотонов, поглощённых в слое.

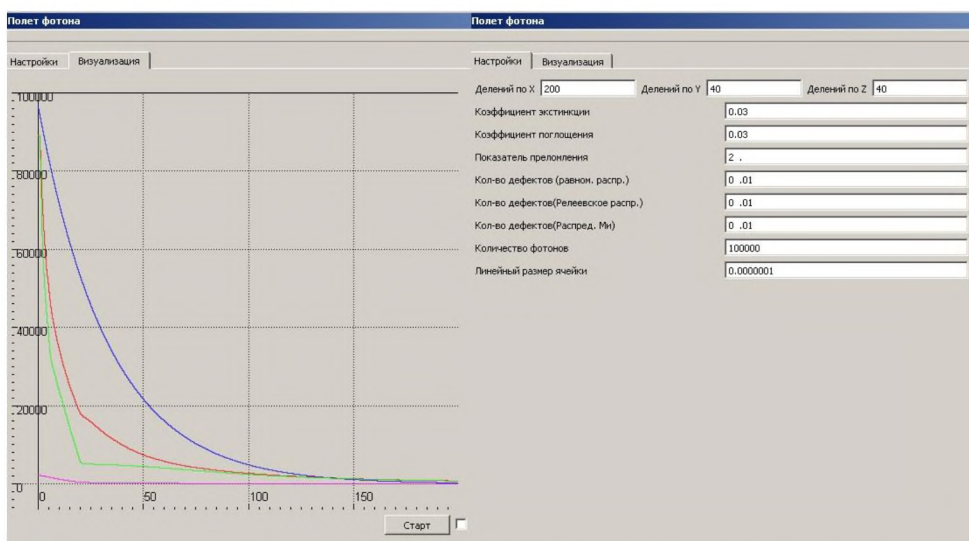


Рис.2.16. Распределения фотонов по толщине в кристалле парателлуриата при одинаковой концентрации рассеивающих центров различных типов

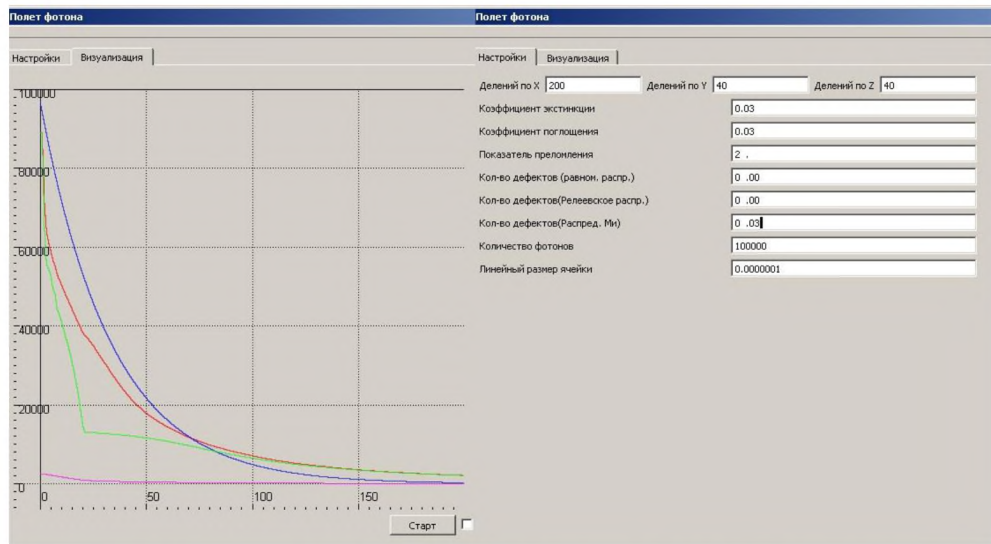


Рис.2.17. Распределения фотонов по толщине в кристалле парателлуриата при преобладании рассеивающих центров, соответствующих рассеянию Ми

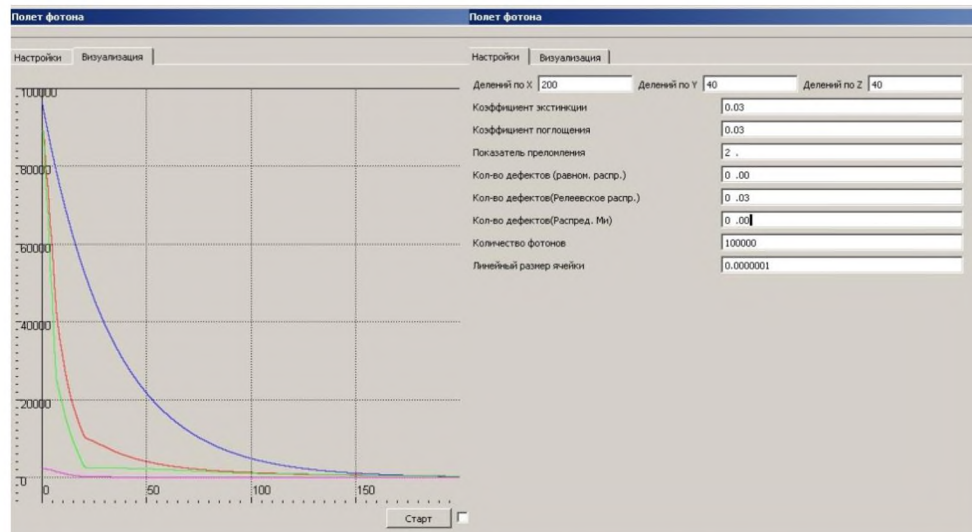


Рис.2.18. Распределения фотонов по толщине в кристалле парателлуриата при преобладании рассеивающих центров, соответствующих рэлеевскому рассеянию

## Глава III. ОБНАРУЖЕНИЕ И ИЗУЧЕНИЕ ОА ИНТЕРФЕРЕНЦИОННО-ПОЛЯРИЗАЦИОННЫМ И ТЕПЛОВИЗИОННЫМ МЕТОДАМИ

### 3.1 Применение коноскопии для численных оценок искажений оптической индикатрисы, связанных с дефектами структуры

Одним из способов бесконтактного контроля однородности монокристаллов и выявления дефектов структуры является оптический метод коноскопии, заключающийся в анализе интерференционных картин, полученных в процессе прохождения конического пучка света через материал и сложения амплитуд обыкновенных и необыкновенных волн, возникающих вследствие двулучепреломления в анизотропных средах. Зачастую данный метод используется для качественной оценки однородности оптических свойств материала по объему; количественные же (числовые) расчеты имеют место только в работах, где оптическая ось в материале совпадает с нормалью к входной поверхности, и интерференционные картины имеют вид колец. Для более сложных случаев, например, когда оптическая ось не совпадает с нормалью к поверхности и не перпендикулярна ей, а также в случае не плоскопараллельной формы оптических элементов, следует использовать уравнение (3.1) вывод которого представлен в работах [70, 71] для одноосных кристаллов.

$$\begin{aligned}
 & (N_o^2 - N_e^2) \cdot \left( \frac{Y \cdot \sin \psi}{\frac{m \cdot \lambda \cdot \sqrt{X^2 + Y^2 + f^2}}{h} + \sqrt{N_o^2 \cdot (X^2 + Y^2 + f^2) - X^2 - Y^2}} + \cos \psi \right)^2 = \\
 & = N_o^2 \cdot \left( \frac{X^2 + Y^2 - N_e^2 \cdot (X^2 + Y^2 + f^2)}{\left( \frac{m \cdot \lambda \cdot \sqrt{X^2 + Y^2 + f^2}}{h} + \sqrt{N_o^2 \cdot (X^2 + Y^2 + f^2) - X^2 - Y^2} \right)^2 + 1} \right) \quad (3.1)
 \end{aligned}$$

где  $N_o$  и  $N_e$  главные коэффициенты преломления;  $\lambda$  – длина волны света;  $m$  – порядок максимума;  $m \cdot \lambda$  – разность хода между обыкновенным и

необыкновенным лучами;  $h$  – толщина кристалла;  $f$  – параметр оптической системы, характеризующий оптический путь от фокуса до экрана, на котором наблюдаются коноскопические картины;  $X$  и  $Y$  координаты точек в системе координат, связанной с экраном.

Математическое преобразование данного уравнения (избавление от корней и приведение к каноническому виду), а также его аналитическое решение для практических задач не имеет смысла, так как в итоге получается уравнение 8 степени с рядом комплексных корней. Поэтому наиболее удачным вариантом анализа уравнения и описываемой им геометрии изохром является представление зависимостей от параметров, входящих в уравнение, графически.

На рисунке 3.1 представлена зависимость радиусов изохром от длины волны используемого излучения с поправкой на дисперсию для монокристаллов парателлурита в случае взаимной ортогональности нормали к кристаллу и его оптической оси.

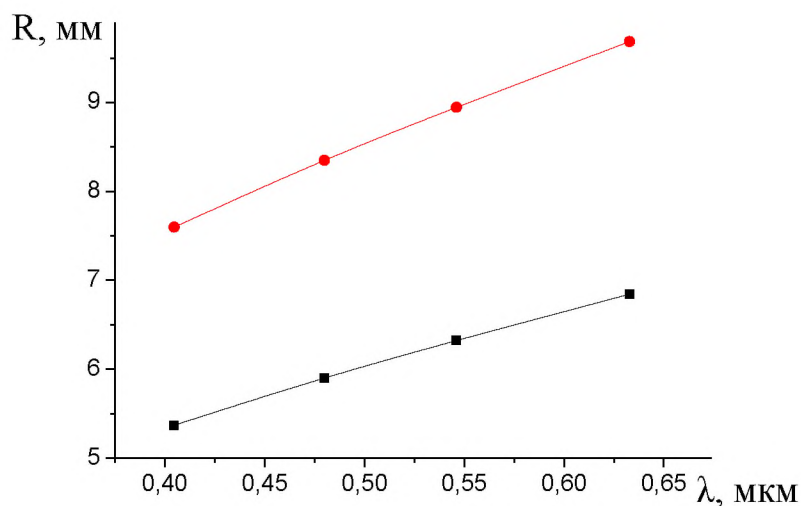


Рис.3.1. Зависимость радиуса изохром первого и второго порядка от длины волны при угле между нормалью к поверхности и оптической осью равном нулю (толщина образца 2 см)



Угол, под которым будет наблюдаться разность хода соответствующая первому и т.д. порядкам изохром будет увеличиваться с увеличением длины волны, что приводит к увеличению радиусов изохром. Данный эффект следует учитывать, когда требуется увеличить разрешение при большой плотности изохром или, наоборот, когда изохром уходят за пределы поля зрения: например, смену знака кристаллами SBN при нагреве методом коноскопии лучше наблюдать на более коротких длинах волн.

На рисунке 3.2 представлены зависимости расстояния от центра картины до первой и второй изохром от толщины образцов.

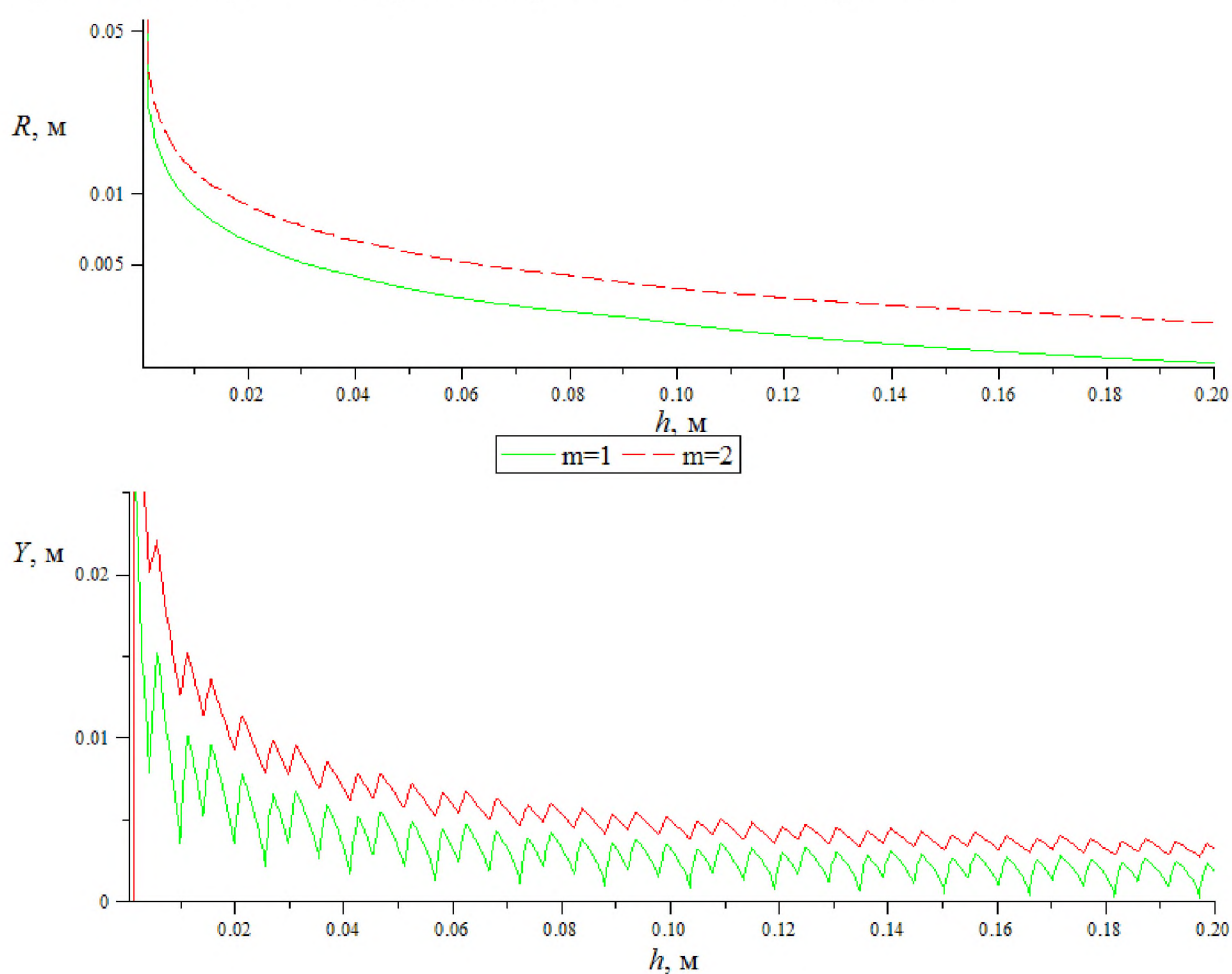


Рис.3.2. Расстояние до первых двух изохром от центра коноскопической картины вдоль оси Y. При оптической оси, параллельной нормали к входной поверхности (а), при оптической оси, перпендикулярной к нормали к входной поверхности (б).  $N_o=2,2931$ ,  $N_e=2,452$ , длина волны света – 546,1 нм

Анализ данных зависимостей позволяет оценить требуемую угловую апертуру для наблюдения коноскопических картин в зависимости от толщины и определяет предельные значения толщины образца для использования лазерной коноскопии. Так же следует отметить, что при больших значениях толщины отклонения по толщине в меньшей степени влияют на радиус изохром, что понижает чувствительность метода для определения плоскопараллельности крупногабаритных образцов.

Для экспериментальной проверки представленных зависимостей, полученных с использованием уравнения (3.1), в рамках данной работы был рассчитан вид изохром для образца монокристалла парателлуриата, имеющего клиновидную форму, т.е. в исходное уравнение вместо значения постоянной толщины была подставлена зависимость толщины от угла вдоль оси X. Толщина и угол клина теоретически подбирались таким образом, чтобы искажения коноскопической картины невозможно было ошибочно принять за влияние дефектов внутренней структуры или за результат неточной юстировки оптической системы (рис.3.3)

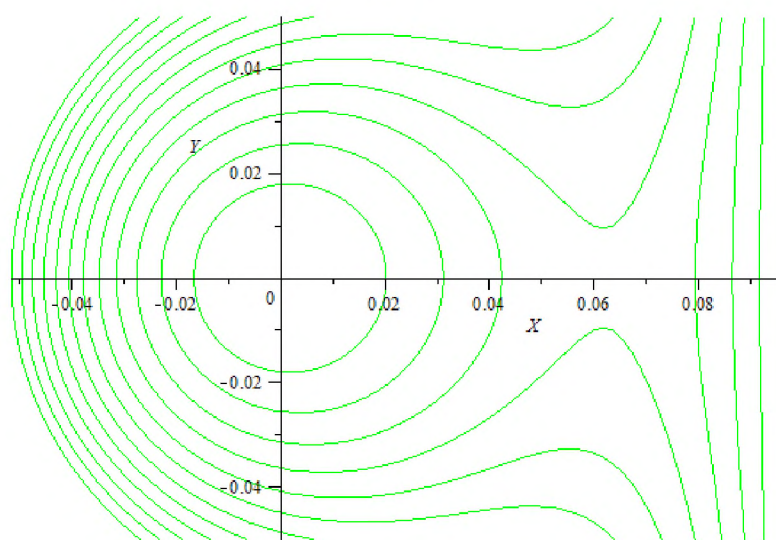


Рис.3.3. Искажение коноскопической картины на клиновидном образце одноосного кристалла парателлуриата, с углом  $1,5^\circ$  между поверхностями. На рисунке представлены изохромы с порядками 10, 20, 30 и т.д. Толщина в точке, где проходит центральная ось пучка – 2,5 мм.  $N_o=2,2931$ ,  $N_e=2,452$ , длина волны света – 546,1 нм

Согласно расчетам был изготовлен образец, и была произведена съёмка коноскопической картины (рис.3.4). Так как образец имел малую толщину, фиксация изображения производилась частями. Однако хорошо заметно вытягивание изохром и их разрыв с одновременным общим изменением геометрии, что и предполагалось, исходя из теоретических представлений. Данный эксперимент показал возможность предсказания вида изохром с помощью уравнения (3.1), а также доказал обоснованность его использования для анализа оптических неоднородностей материала.

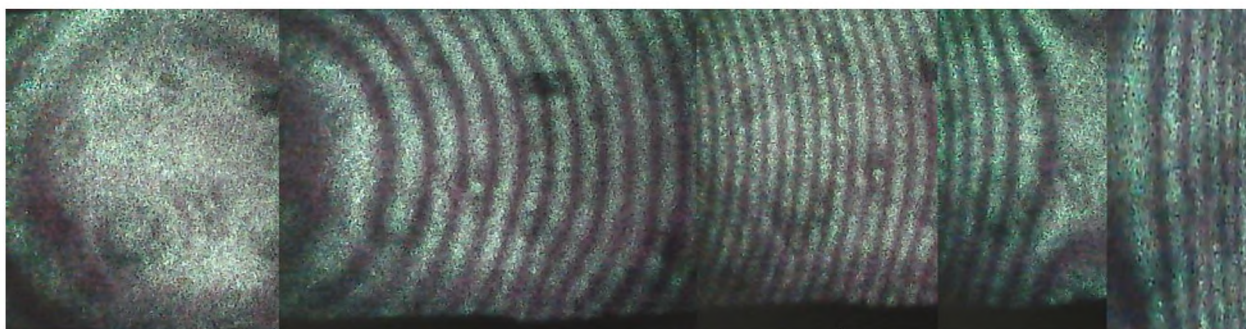


Рис.3.4. Экспериментальная коноскопическая картина клиновидного образца монокристалла парателлурифта

Большой интерес для использования представляют вид изохром и расстояние между ними для случаев, когда  $0^\circ < \psi < 90^\circ$ , так как входные поверхности оптических элементов для электронно-оптических устройств зачастую ориентируются под различными углами к оптической оси. На рис.3.5 представлена зависимость положения ближайших к центру картины изохром в зависимости от угла между оптической осью и нормалью для монокристаллов парателлурифта. Данный график имеет ступенчатую форму из-за того, что при различных углах в центр картины попадают изохромы разных порядков.



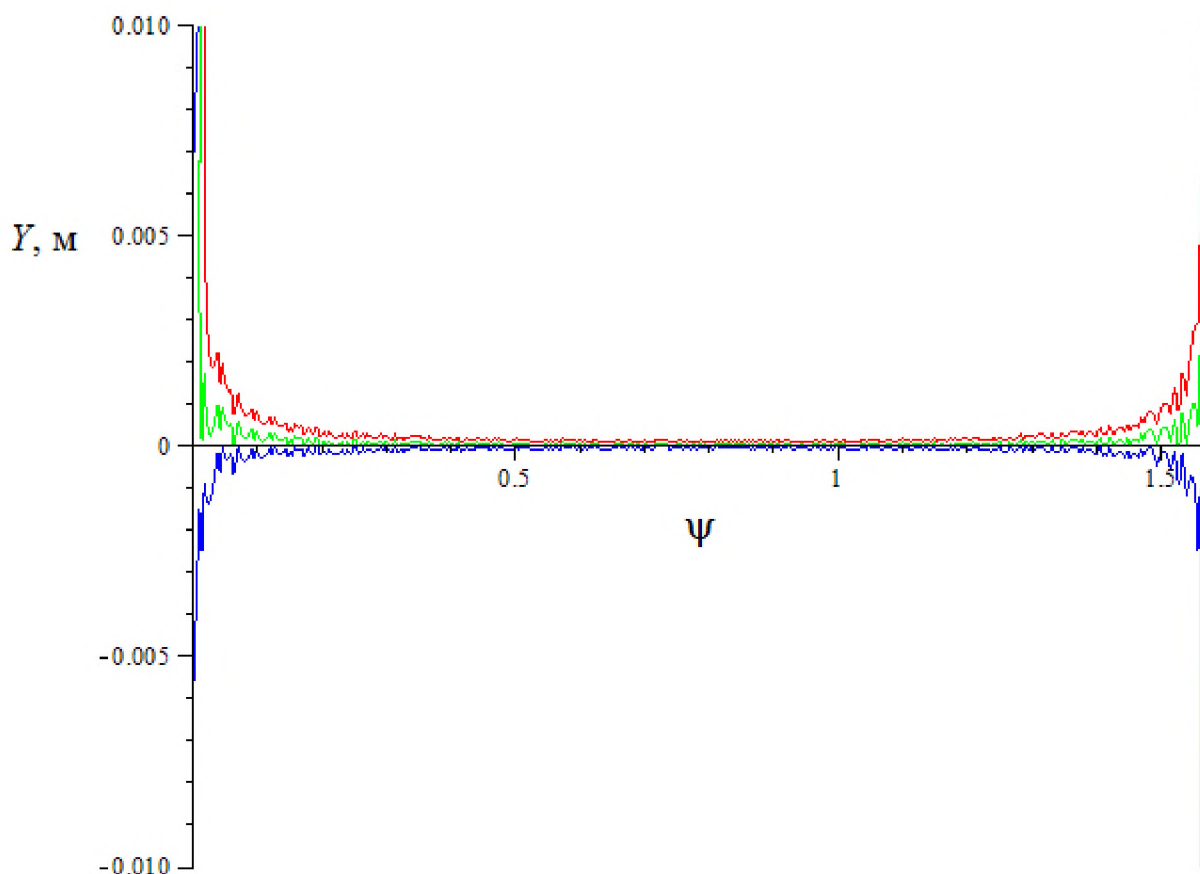


Рис.3.5. Зависимость положения изохром относительно центра коноскопической картины от угла между нормалью к поверхности и оптической осью,  $N_o=2,2931$ ,  $N_e=2,452$ , длина волны света – 546,1 нм, толщина смоделированного образца 20 мм

Из представленного графика следует, что при углах в диапазоне 15-70° расстояния между изохромами серьёзно уменьшаются, из-за чего затрудняются анализ и фиксация изохром; особенно это касается случаев крупногабаритных кристаллов. Решением данной проблемы может быть добавление в оптическую систему короткофокусной рассеивающей линзы после исследуемых образцов.

Представленные выше зависимости позволяют предсказывать ожидаемый вид интерференционных коноскопических картин, а также принимать решения об изменениях в оптической схеме в зависимости от размеров и геометрии исследуемых образцов.

В случае наличия объемных дефектов внутри образцов или неоднородного распределения дефектов типа примесей и дислокаций, локально изменяются коэффициенты преломления, что приводит к искажению коноскопических картин. На рисунках 3.6 и 3.7 представлены изображения, полученные на экране при прохождении лазерного излучения через объем, включающий в себя свиль.

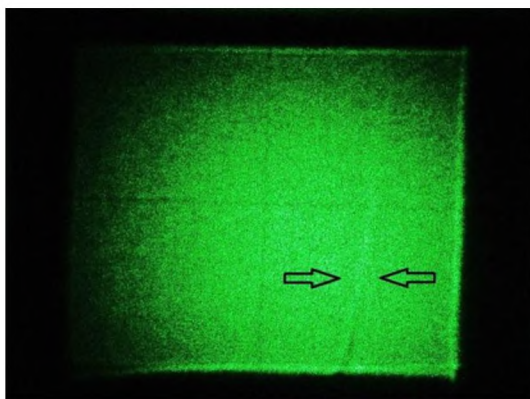


Рис.3.6. Свиль в крупногабаритном элементе ( $40 \times 30 \times 30$  мм) из монокристалла парателлуриата (указана стрелками), наблюдаемая на экране при освещении элемента расширенным плоскопараллельным пучком лазерного света с длиной волны излучения 533 нм

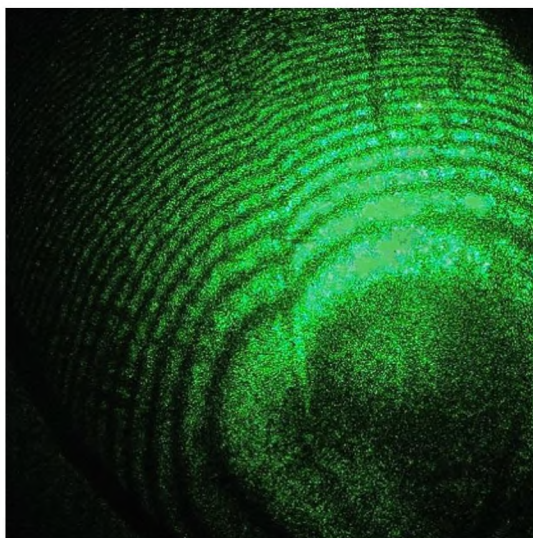


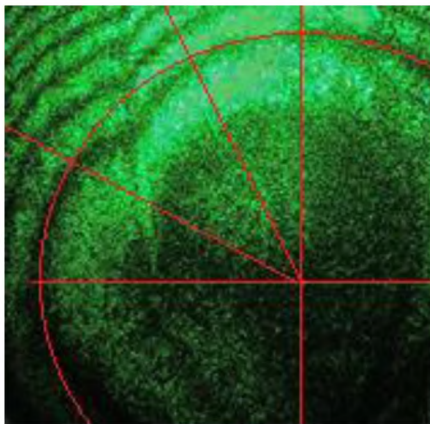
Рис.3.7. Серия изломов на соседних изохромах вдоль оптической аномалии – свили в коноскопической картине монокристалла парателлуриата, полученной на полупрозрачном экране в направлении оптической оси ( $\psi = 0$ )

Представление уравнения (3.1) в полярных координатах (3.2) позволяет задавать области с изменениями коэффициентов преломления в определенном диапазоне углов (3.3) (где  $f(\theta)$  непрерывная функция; в настоящей работе в качестве аппроксимирующей кривой использовалась синусоида). С помощью математического пакета Maple производилось построение при различных значениях отклонений  $N_e$  и  $N_o$  в диапазоне углов, определенных графически, после чего производилось сравнение теоретической и экспериментальных картин (рис.3.8).

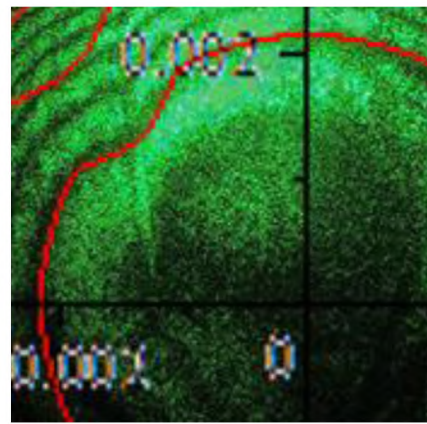
$$(N_o^2 - N_e^2) \cdot \left( \frac{\rho \cdot \sin \theta \cdot \sin \psi}{\frac{m \cdot \lambda \cdot \sqrt{\rho^2 + f^2}}{h} + \sqrt{N_o^2 \cdot (\rho^2 + f^2) - \rho^2}} + \cos \psi \right)^2 =$$

$$= N_o^2 \cdot \left( \frac{\rho^2 - N_e^2 \cdot (\rho^2 + f^2)}{\left( \frac{m \cdot \lambda \cdot \sqrt{\rho^2 + f^2}}{h} + \sqrt{N_o^2 \cdot (\rho^2 + f^2) - \rho^2} \right)^2 + 1} \right) \quad (3.2)$$

$$N_{o,e} = \begin{cases} N_{o,e}, \theta \in [0, \theta_1) \\ N_{o,e} + f_{o,e}(\theta), \theta \in [\theta_1, \theta_2] \\ N_{o,e}, \theta \in (\theta_2, 2\pi) \end{cases} \quad (3.3)$$



а



б

Рис.3.8. Определение диапазона углов наблюдения свили (а) и наложение на экспериментальное изображение теоретической (расчётной) картины (б)



В результате проведенных экспериментально-расчетных работ была произведена оценка для  $\Delta N_0$ ,  $\Delta N_e$ , величина которых составляет 0,02-0,03. С помощью известного [94, 95] приближенного соотношения (3.4) получены достаточно большие значения механических напряжений  $\sigma \sim (1 - 2) \cdot 10^7$  Па.

$$\sigma \sim 2(\Delta n/n)/n^2 ps, \quad (3.4)$$

где  $p$  и  $s$  – действующие значения фотоупругих констант и констант упругой податливости.

Так же возможно использовать способ, не связанный с графическим сравнением, что наиболее актуально в случае, когда изохромы имеют форму, отличающуюся от окружности, и заключающийся в построении 3-х мерной поверхности, характеризующей расстояние от центра картины до изохромы в заданном направлении при отклонении коэффициентов преломления в некотором определенном диапазоне (рис.3.9).

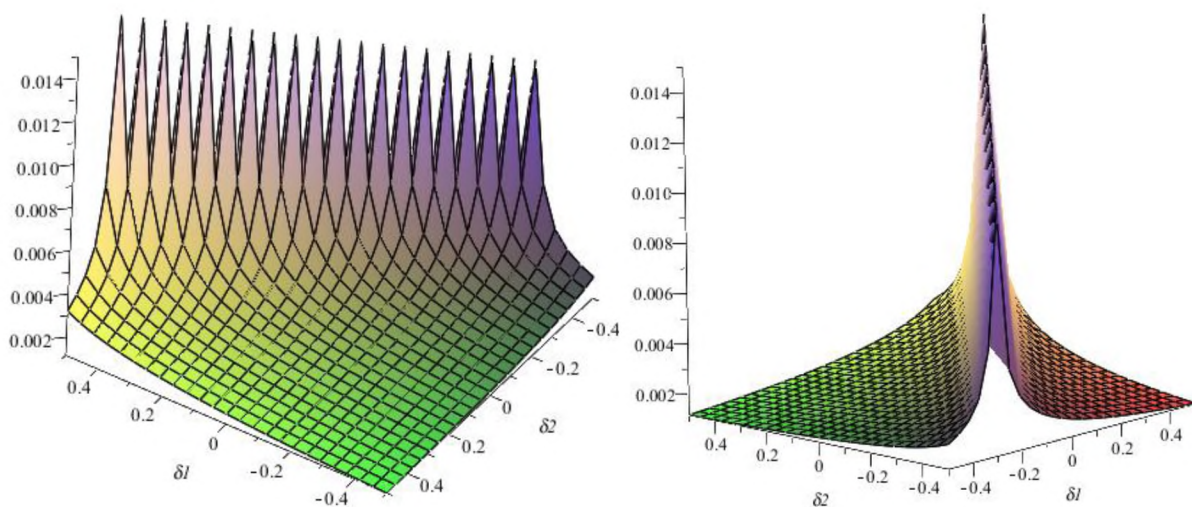


Рис.3.9. Трёхмерная зависимость изменения положения изохромы в коноскопической картине монокристалла парателлуриата в направлении оптической оси для длины волны излучения  $\lambda = 533$  нм от изменений показателей преломления обыкновенного  $\Delta N_0$  ( $\delta 1$ ) и необыкновенного лучей  $\Delta N_e$  ( $\delta 2$ )

Значение  $Z$  в точке  $(0,0)$  соответствует отсутствию искажений. По экспериментальной картине производятся замеры расстояния от центра

картины до изохром, и по полученным значениям создаётся набор сечений 3-х мерной поверхности, что дает ряд значений отклонений, соответствующих измеренному расстоянию (рис.3.10).

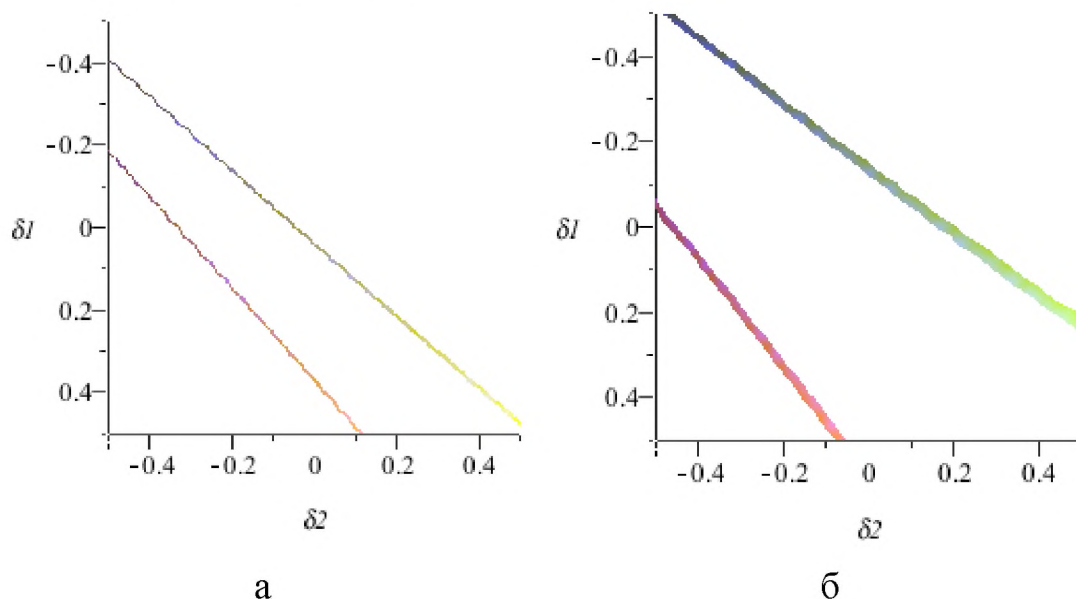


Рис.3.10. Варианты сечения трёхмерной плоскости, представленной на рис.3.9, плоскостями, соответствующими радиусам: а) без искажений, б) с искажениями

Как видно из представленных графиков, данный метод позволяет определить все возможные значения отклонений коэффициентов преломления, включая результаты, полученные при использовании уравнений 3.2 и 3.3.

На основании вышеизложенного можно сделать вывод о том, что использование двух упомянутых подходов позволяет с большой точностью определить искажения оптической индикатрисы, вызванные наличием дефектов, с помощью анализа коноскопических картин на основе расчетных моделей.



### 3.2 Метод дифференциальной коноскопии.

Представленная в предыдущем параграфе методика в наибольшей степени эффективна при изучении связи различных дефектов структуры монокристаллов с образованием и проявлением в них оптических аномалий, а также в исследованиях, направленных на оптимизацию условий выращивания кристаллов с целью повышения их оптической однородности. В отраслях, связанных с масштабным производством оптоэлектронных, акустооптических и других приборов, требуется быстро и точно определить пригодность оптического материала для использования, не прибегая к сложным измерительным и расчетным операциям для выяснения причин возникновения оптических аномалий.

В настоящей работе предложен новый метод – метод дифференциальной коноскопии, позволяющий в сжатые сроки дать количественную (численную) оценку степени однородности оптических элементов по объему в виде параметра, вычисляемого при сравнении коноскопических картин, полученных при различных положениях образца относительно оптической системы.

С точки зрения компьютерных технологий, изображения (коноскопические картины), зафиксированные с помощью цифровой камеры, представляют собой данные в растровом виде, т.е. записываются в виде массива  $[N, M, R_{NM}, G_{NM}, B_{NM}]$ , где  $N, M$  – значения координат пикселя,  $R, G, B$  – значения параметров аддитивной цветовой модели, соответствующие координатам. С точки зрения геометрии получения коноскопической картины при абсолютно однородном материале (отсутствие дефектов и плоскопараллельность), в любых изображениях, полученных при различном расположении образца в оптической системе, пиксели с одинаковыми координатами будут соответствовать одинаковому телесному углу и одинаковому оптическому пути, а, следовательно, и интенсивность излучения, и значения параметров RGB будут одинаковы. В случае, когда эти значения различны, можно говорить о наличии оптической неоднородности

или несоблюдении плоскопараллельности. Производя попиксельное вычитание значений RGB и записывая эти разницы в соответствующем формате, мы получим результирующее изображение, где значения RGB (0,0,0) – чёрный цвет и, следовательно, соответствующие пиксели исходных коноскопических картин равнозначны по интенсивности. Если в результирующем изображении данные значения отличны от нуля, то это свидетельствует об искажении коноскопической картины и присутствии оптических аномалий в объеме образца монокристалла. Проанализировав изображение и получив отношение «нулевых» пикселей ( $N_0$ ) к общему кол-ву пикселей ( $N$ ), с учетом возможных погрешностей, можно дать количественную оценку однородности материала.

$$k = \frac{N_0}{N} \quad (3.5)$$

Методика получения двух исходных изображений (коноскопических картин) для дальнейшего анализа может быть условно реализована двумя способами:

- фиксация коноскопических картин при прохождении света через один и тот же объем. Например, первое изображение регистрируется при расположении образца до фокуса собирающей линзы (в сходящемся конусе), второе - при расположении за фокусом (в расходящемся конусе) на таком же расстоянии, с разворотом образца на  $180^\circ$  (рис.3.11а). Такой способ подходит для анализа строго определённого объема с дефектом или для анализа всего образца, когда конус охватывает максимальный объем. Исходные изображения в данном случае будут фактически являться симметричными относительно центра картины. И вычитание позволит выявить как наличие дефектов, так и нарушение плоскопараллельности. Такой способ пригоден для случаев, когда оптическая ось перпендикулярна или параллельна нормали к поверхности оптического элемента.

- фиксация коноскопических картин при прохождении света через различные объемы образца (рис.3.11б). Изображения могут быть получены как при смещении вдоль центральной оси пучка, так и перпендикулярно ему. Этот способ позволяет проводить сравнение оптической однородности локальных объемов кристалла с однородностью всего кристалла, а также сравнение однородности любого объема кристалла с однородностью эталонного образца кристалла этого же вещества, не имеющего заметных ОА. Также он позволяет определять границы оптических аномалий и возможность использования образцов в приборах. Способ применим для любой ориентации оптической оси относительно нормали к поверхности оптического элемента.

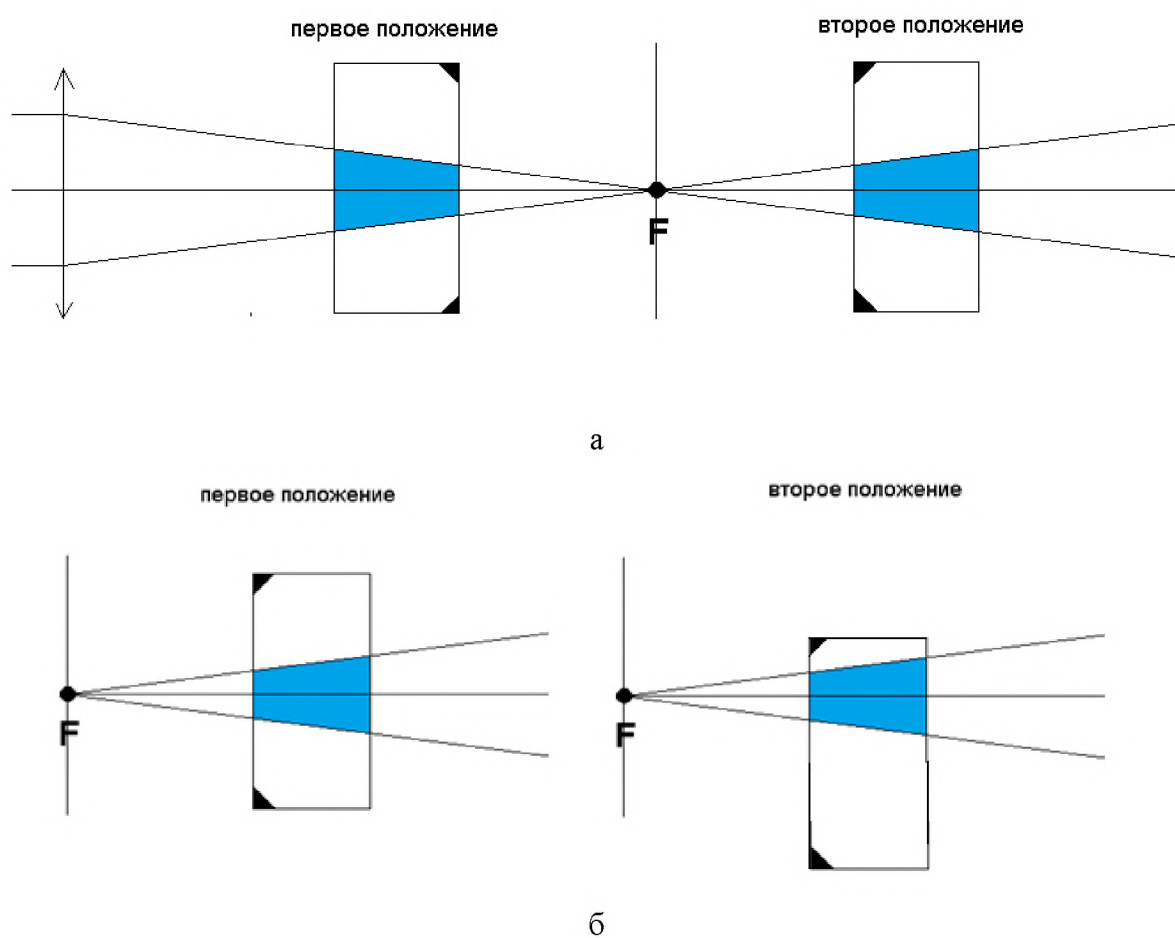


Рис.3.11. Положения образца в оптической схеме при анализе одного и того же объема образца монокристалла (а), для сравнения различных объемов одного элемента (б)

В настоящей работе для реализации данного метода использовалось программное обеспечение, разработанное на кафедре прикладной физики ТвГУ, вклад автора диссертации заключается в написании алгоритмов обработки изображений и формулировке ТЗ.

Была поставлена задача регистрации коноскопической картины с исключением шумовых артефактов, возникающих из-за механических колебаний установки и неоднородности оптического пучка по интенсивности, путем усреднения многократно полученных изображений в одном и том же положении (рис.3.12)

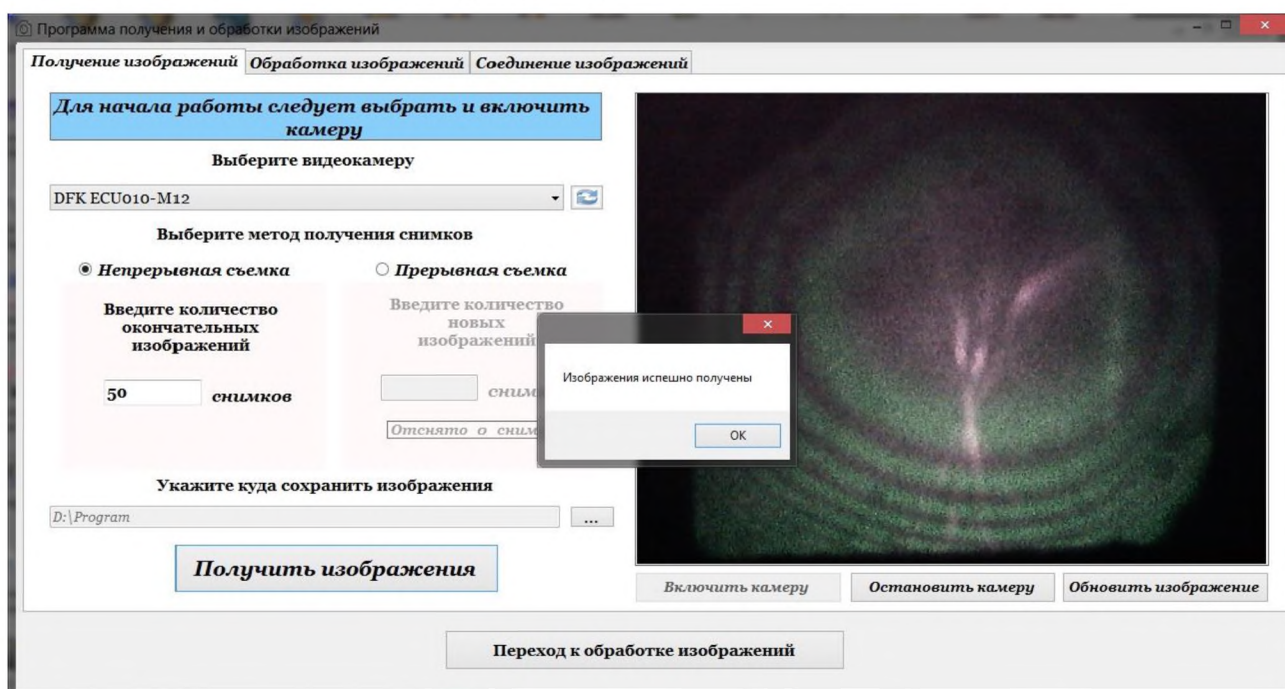


Рис.3.12. Интерфейс ПО – окно получения и усреднения изображения

После регистрации изображений изохром производится построение теоретических изохром с помощью уравнения 3.1. В интерфейсе представлена возможность внесения значений переменных, расчет производится в математическом пакете Maple и интегрируется в разработанное ПО (рис.3.13).

- $n_o$  – показатель преломления обыкновенного луча,
- $n_e$  – показатель преломления необыкновенного луча,
- $h$  – толщина исследуемого кристалла в метрах,



- $f$  – расстояние от фокуса до экрана в метрах,
- $\lambda$  - длина волны в вакууме в нанометрах,
- $\psi$  - угол между оптической осью и нормалью к кристаллу в угловых градусах,
- Интервал по  $x$  и по  $y$  – поле зрения в метрах,

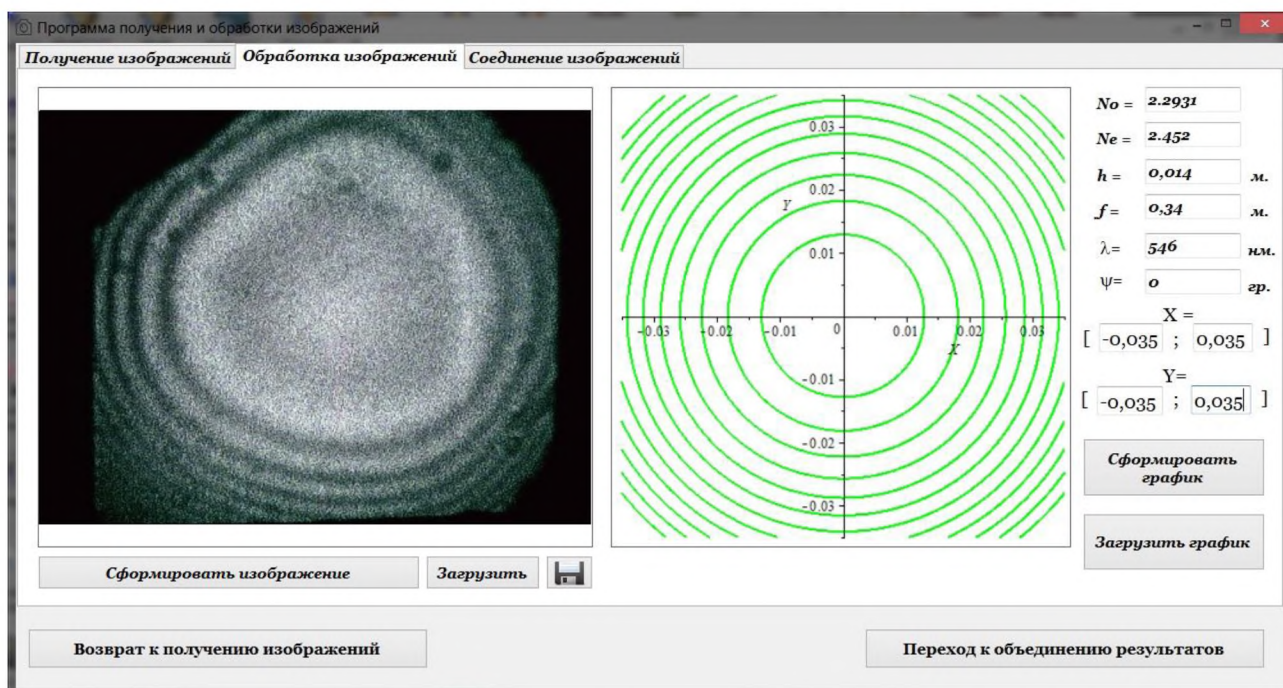


Рис.3.13. Коноскопическая картина после усреднения (слева) и расчет вида изохром (справа), исходя из параметров оптической системы и свойств исследуемого образца

Данная операция сравнения практически полученного изображения с теоретически построенной геометрией изохром для идеального кристалла позволяет выявить объемы кристалла с коэффициентами преломления, отличающимися от их известных правильных значений.

В программе реализована возможность получения изображений для двух положений образца с последующими операциями усреднения, описанными выше, и дальнейшим вычитанием этих изображений друг из друга по параметрам RGB. Примеры реализации представлены на рис. 3.14 и 3.15.

Первый образец представлял собой оптический элемент, вырезанный из монокристалла парателлуриата в направлении  $\langle 001 \rangle$  с размерами 20 x 20 x 10 мм. В образце наблюдалось неравномерное распределение плотности дислокаций – от  $10^3 \text{ см}^{-2}$  до  $7 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ . В качестве источника излучения использовался белый диод с поляризатором от ЖК-матрицы. Параметр однородности, рассчитанный согласно выражению (3.5), имел значение  $k=0,7475$ . На результирующем изображении ярко выражены также области с повышенной плотностью дислокаций, что позволяет не только численно оценить однородность, но и выявить неоднородные объемы элемента.

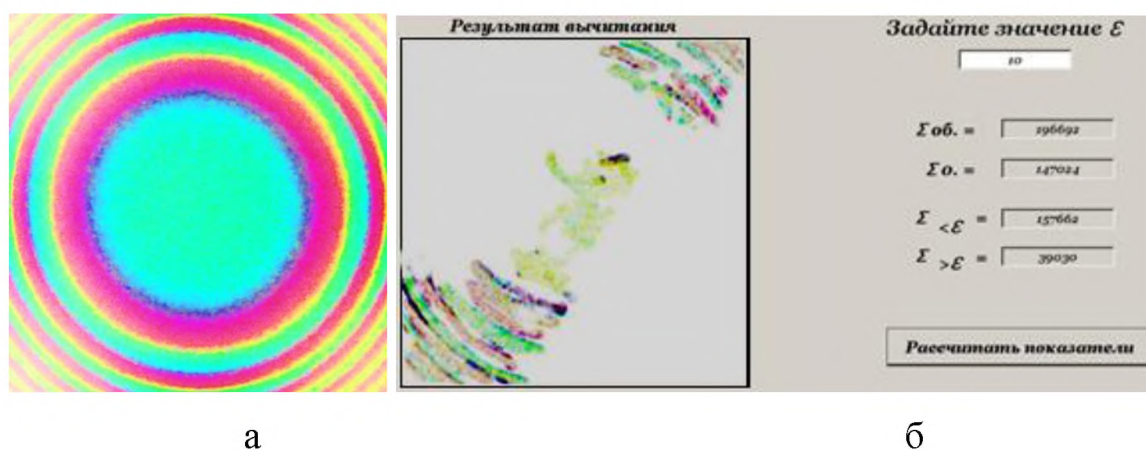
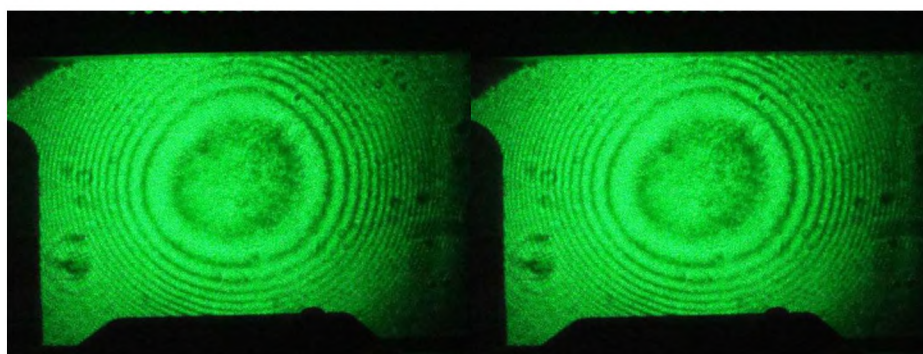


Рис.3.14 Пример коноскопической картины (а) полученной на кристалле парателлуриата. Интерфейс программы (б), производящей вычитание коноскопических картин и расчет количества пикселей в зависимости от значений RGB в результирующем изображении

Второй образец представлял собой светозвукопровод функционирующего акустооптического устройства из монокристалла парателлуриата с углом между нормалью к поверхности и оптической осью  $7^\circ$  с размерами 18 x 24 x 15 мм. Сравнивались две области: по центру и вблизи пьезоэлемента. В качестве источника излучения, использовался полупроводниковый лазер. В данном случае значение параметра однородности составило  $k=0,7428$ . Разность коноскопических картин обусловлена механическими напряжениями в области, близкой к

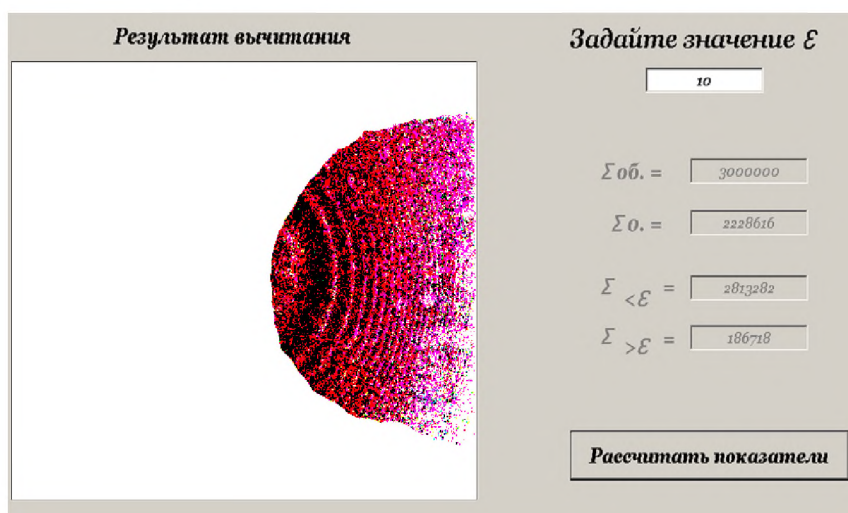


пьезоэлементу. Хотя исходные коноскопические картины визуально идентичны, данный способ позволяет выявить различия в значениях коэффициентов преломления исследуемых областей



а

б



в

Рис.3.15. Коноскопические картины, полученные в центре элемента, в области, соответствующей входному окну (а), и вблизи края элемента, рядом с пьезоэлементом (б). Интерфейс программы (в), с соответствующими значениями количества пикселей

Таким образом, результирующее изображение позволяет обнаружить области с градиентами коэффициентов преломления на качественном уровне, даже если на исходных коноскопических картинах ранее это было незаметно. При этом отношение количества «нулевых» пикселей к общему количеству дает количественную оценку однородности. Предложенный подход позволяет использовать цифровую камеру с любым разрешением, поскольку

вычисляемый параметр является относительной величиной. Он минимизирует также влияние на результат неидеальности оптической системы, так как возникающие из-за неё искажения располагаются в одних и тех же координатах и при вычитании устраняются.

Предложенный метод позволяет также предсказывать результаты при использовании теоретических расчетов при загрузке вместо реальных коноскопических картин рассчитанных кривых - изохром (рис.3.16). Это расширяет возможности применения метода в метрологии оптической однородности двупреломляющих кристаллов.

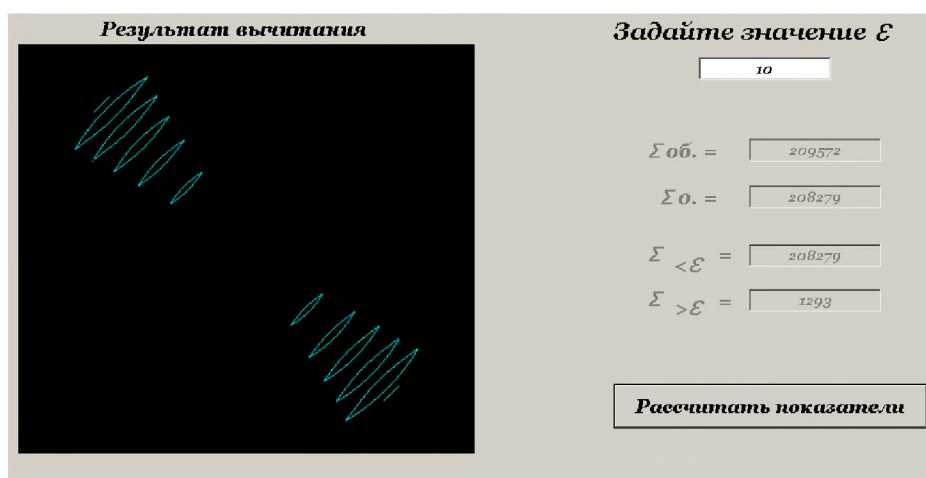


Рис.3.16. Результирующее изображение при вычитании расчетных кривых при наличии свили в кристалле парателлурита (рис.3.8)

### 3.3 Тепловизионный контроль монокристаллов германия.

Для оценки однородности прозрачных оптических материалов помимо прямых оптических методов возможно использование тепловизионных измерений, связанных с регистрацией распределения или колебаний температур на поверхности исследуемых образцов [122-125]. Тепловизионным методом возможно исследование как существующие дефекты путем осуществления внешнего (активного) нагрева, так и выявлять наведенные неоднородности, возникающие в процессе эксплуатации оптических элементов на основе кристаллов и стекол (пассивный контроль). Такие неоднородности возникают, в частности, как за счет поглощения



излучения, так и за счет нагрева электронных элементов приборов, что, в свою очередь, приводит к неравномерному нагреву оптических элементов.

Одной из второстепенных проблем тепловизионного контроля являются наложение на картину исследуемого температурного поля объекта паразитного электромагнитного излучения ИК диапазона (теплого излучения) как от внешнего окружения, так и от самой тепловизионной камеры. И если экранирование позволяет избавиться от внешних шумов, то эффект многократного отражения в системе монокристаллический элемент – оптическая система тепловизора, хорошо наблюдаемый при отсутствии нагрева (рис.3.17), отсечь невозможно, и единственным решением данной проблемы является смещение образца относительно оптической оси тепловизора в зону отсутствия отражения (схема представлена на рис.3.18).

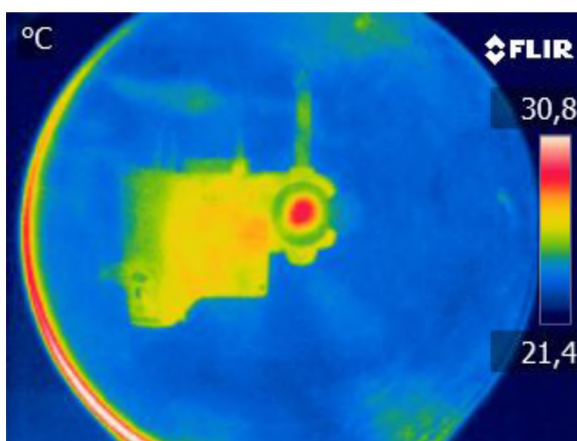


Рис.3.17. Отражение тепловизионной камеры от образца германия, приводящее к искажению данных о температуре

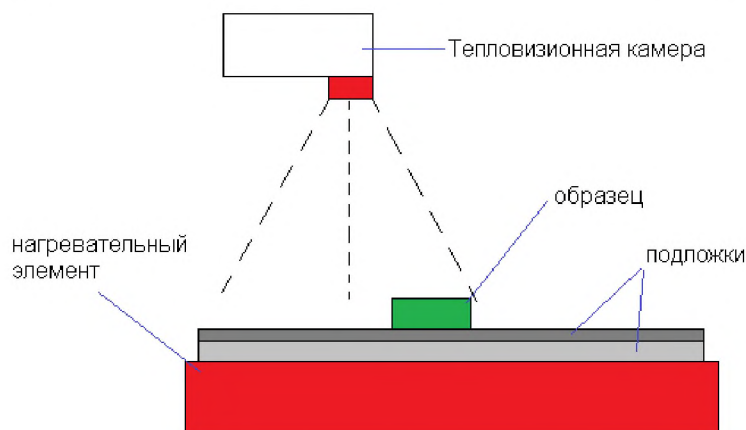


Рис.3.18. Схема исследования монокристаллических образцов с помощью тепловизора при активном тепловом контроле

В настоящей работе для экспериментальных исследований использовался тепловизор фирмы FLIR, модель T250, внесённый в государственный реестр СИ Российской Федерации под номером 41736-09, вместе со специализированным программным обеспечением FLIR ResearchIR MAX.

Таблица 3.1 основные технические характеристики тепловизора «FLIR T250»

<b>Параметр</b>	<b>Значение</b>
Температурная чувствительность (NETD)	80 мК при 30°C
ИК-разрешение	240 × 180 пикселей
Диапазон измерений температур предмета	От -20 °C до +350 °C
Поле обзора/Минимальное фокусное расстояние	25° × 19° / 0.4 м
Спектральный диапазон	7.5–13 мкм
Частота обновления изображения	9 Гц
Точность	±2°C или 2% от показания
Поправка на коэффициент излучения	Варьируется от 0.01 до 1.0 или выбирается из перечня материалов

При измерении температуры с помощью тепловизионных устройств учитываются такие параметры как влажность, температура воздуха, расстояние до объекта и коэффициент излучения (степень черноты

поверхности -  $\epsilon$ ). И если точность определения атмосферных характеристик несущественно влияет на точность определения температуры, то неправильно определенный коэффициент излучения, зависящий от материала и рельефа поверхности, вносит ощутимые искажения.

Для оценки влияния данного параметра были проведены эксперименты на полированном образце монокристалла германия, в ходе которых образец подвергался быстрому нагреву. Анализ проводился с помощью температурных профилей, являющихся одним из инструментов ПО. Три профиля накладывались на одну прямую, и задавались значения коэффициента излучения – 0,4, 0,6 и 0,8. (рис.3.19). С помощью программного обеспечения для каждого температурного профиля была найдена максимальная и минимальная температуры, а также вычислена разность между этими значениями ( $Dt$ ). Согласно полученным результатам, ошибка в определении значения коэффициента излучения в пределах  $\pm 0.02$  дает искажения в пределах погрешности прибора. Также отмечен тот факт, что при заданном коэффициенте излучения существенно ниже фактического, наблюдается увеличение чувствительности прибора к температурным градиентам и, как следствие, к определению структурной неоднородности образца, хотя определяемая при этом температура сильно отличается от реальной.

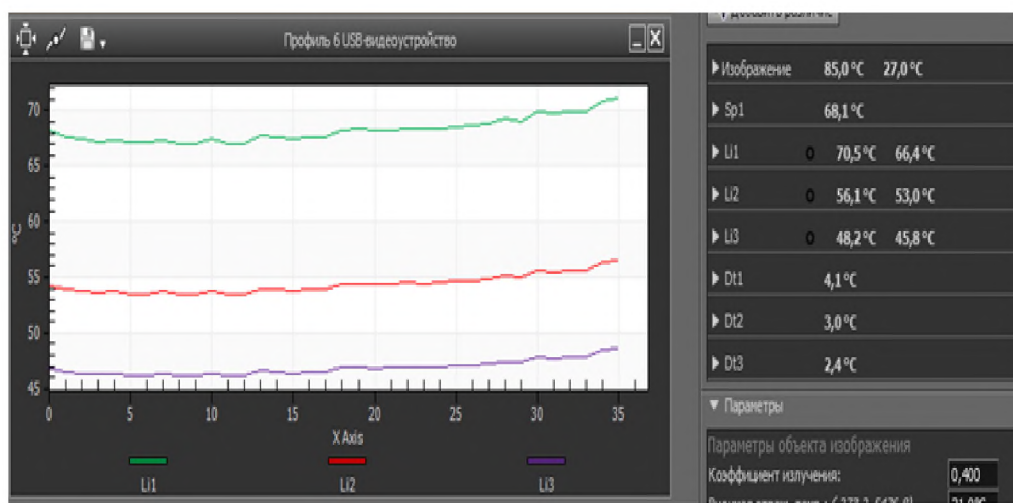


Рис.3.19. Температурный профиль кристалла германия при различных коэффициентах излучения (Li1 –  $\epsilon=0,4$ ; Li2 –  $\epsilon=0,6$ ; Li3 –  $\epsilon=0,8$ )



Следующим шагом являлось измерение истинных значений коэффициента излучения для монокристаллов германия с различными параметрами шероховатости поверхности. Для этого были подготовлены образцы монокристаллов германия, выращенные способом Чохральского в направлении  $\langle 111 \rangle$ , легированных сурьмой (концентрация примеси  $1,4 \times 10^{14} \text{ см}^{-3}$ , *n*-тип проводимости).

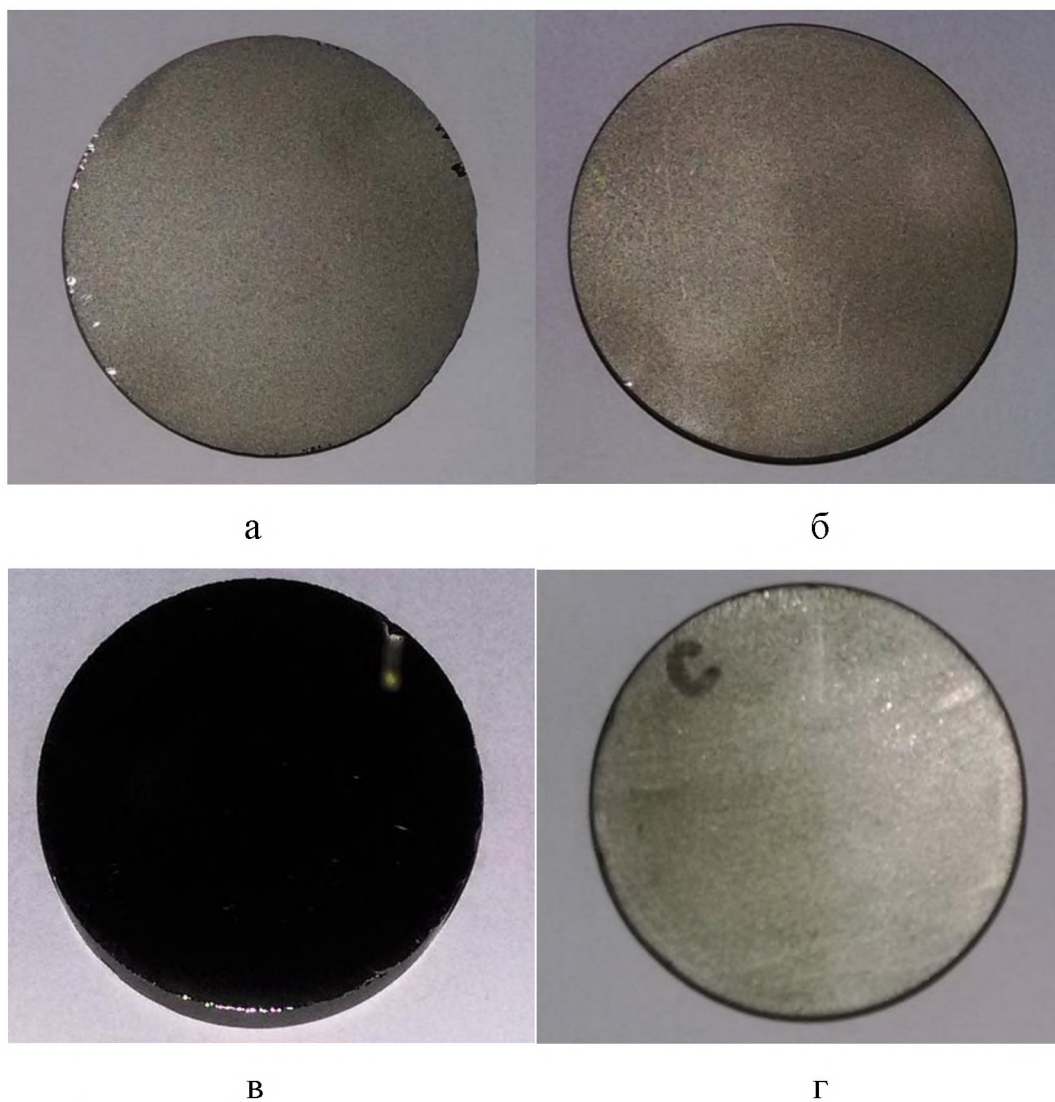


Рис.3.20. Образцы германия с различной обработкой поверхности: а – шлифовка порошком M28, б - шлифовка порошком M10, в – полированный образец, г – необработанный образец

Поверхности образцов подвергались обработке шлифовальными порошками разной размерности (шлифовка) и алмазными пастами (полировка). Шлифовка проводилась водной суспензией порошка

электрокорунда: порошок М40 на стеклянной подложке, М28 (рис. 3.20а промежуточная шлифовка) на стеклянной подложке, порошок М10 рис. 3.20б (тонкая шлифовка). Полировку образцов проводили в 4 этапа: обработка алмазными пастами 5/3, 3/2, 2/1 и 1/0 на сукне рис 3.20в.

Также был подготовлен образец, поверхность которого сформировалась в процессе распила кристалла рис. 3.20г, никакой дополнительной обработке он не подвергался.

Оценка параметров полученных поверхностей проводилась на оптическом профилометре NanoMap 1000WLI рис. 3.21-3.23.

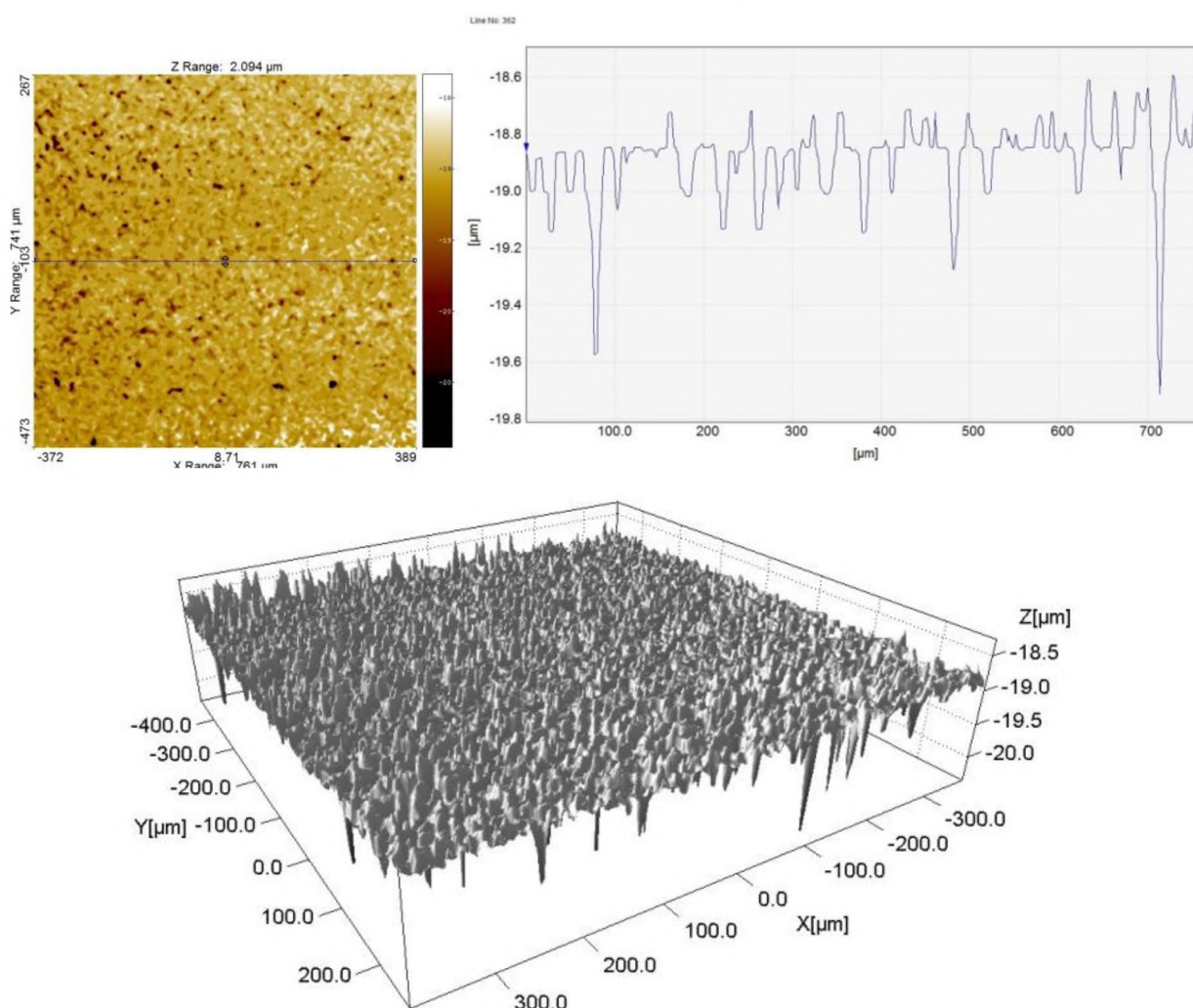


Рис.3.21. Трехмерный профиль поверхности, полученной после шлифовки порошком М10



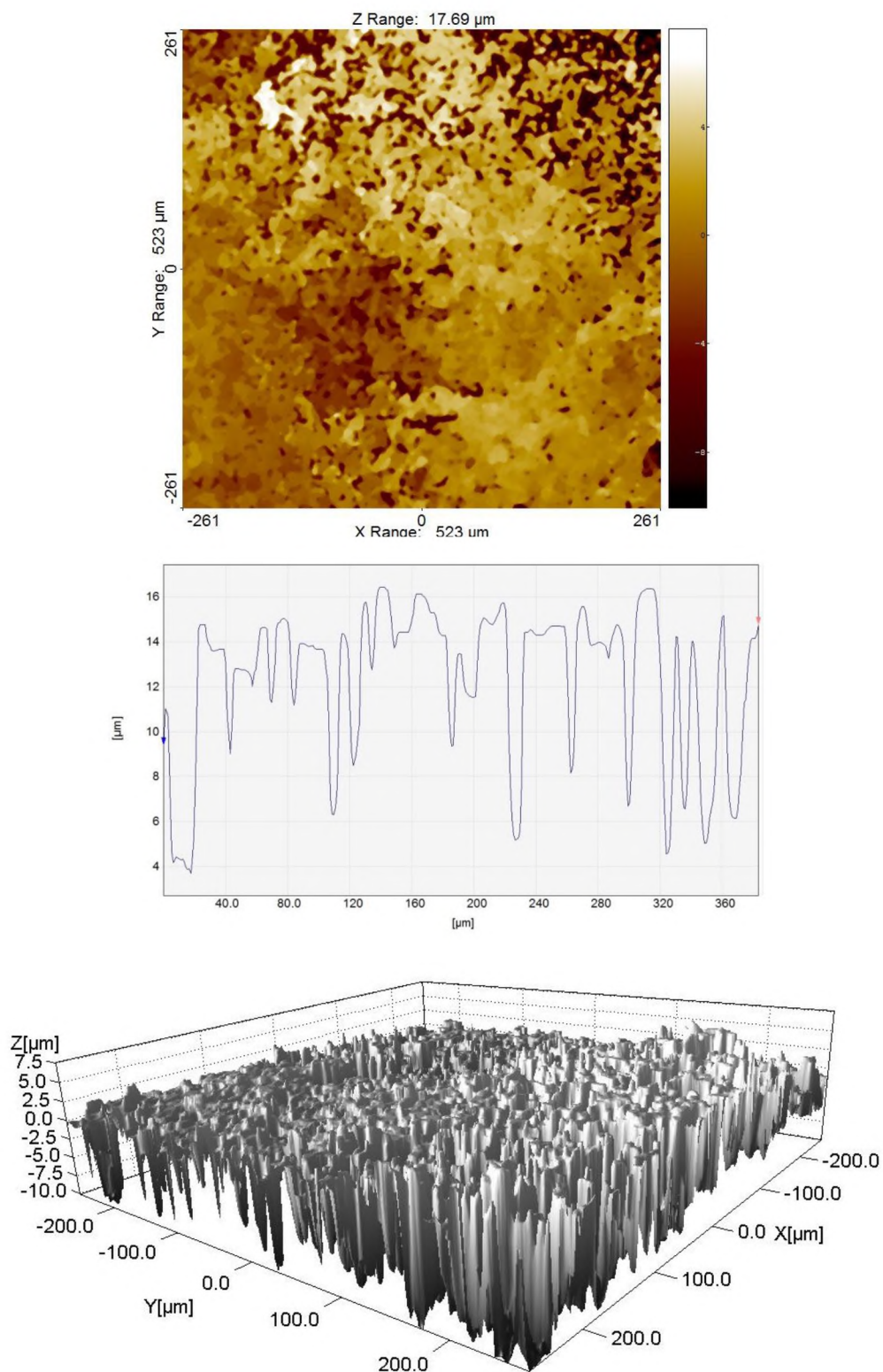


Рис.3.22. Участок поверхности, шлифованной порошком M28, представленный в виде карты высот

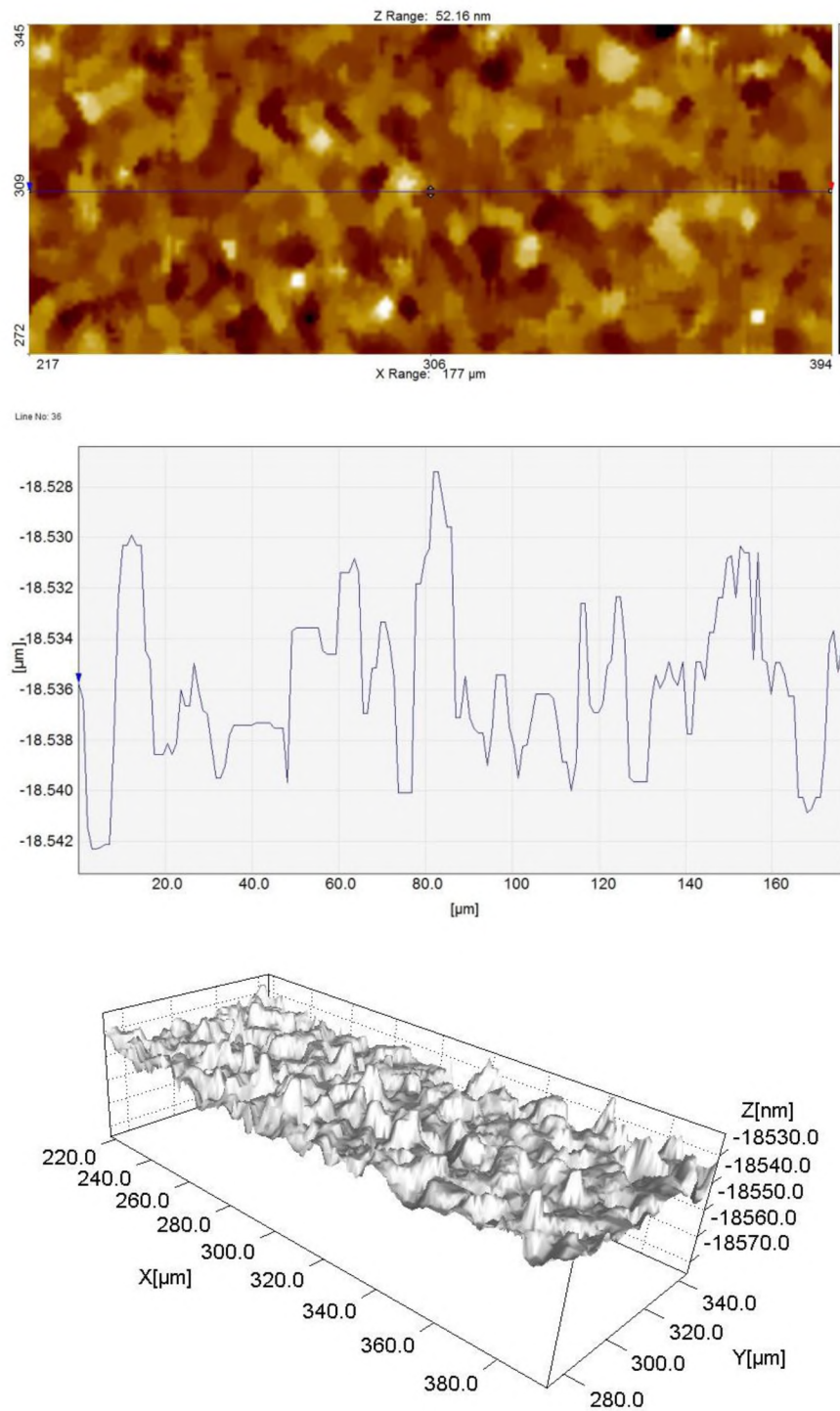


Рис.3.23. Трёхмерный профиль поверхности, полученной для полированной поверхности

Обработка полученных данных проводилась с помощью программы SPIP (The Scanning Probe Image Processor). Параметры неровностей поверхности представлены в таблице 3.2 в соответствии с ISO 25178.



Таблица 3.2. Параметры неровностей поверхностей германия

	Ra, нм (среднее арифметическое отклонение неровностей профиля)	Rz, нм (высота неровностей профиля по десяти точкам)	Rmax, нм (наибольшая высота профиля)
Шлифовка М 28	410	1340	1496
Шлифовка М 10	206	850	960
Полировка	3 (2,70)	16 (15,90)	18 (17,70)

Измерение коэффициента излучения производилось следующим образом. К нагретому образцу крепилась термопара, подключённая к измерителю температуры CENTER 304, и производилось сравнение температуры по показателям с измерителя температуры и с тепловизора при различных значениях коэффициента излучения (рис. 3.24).

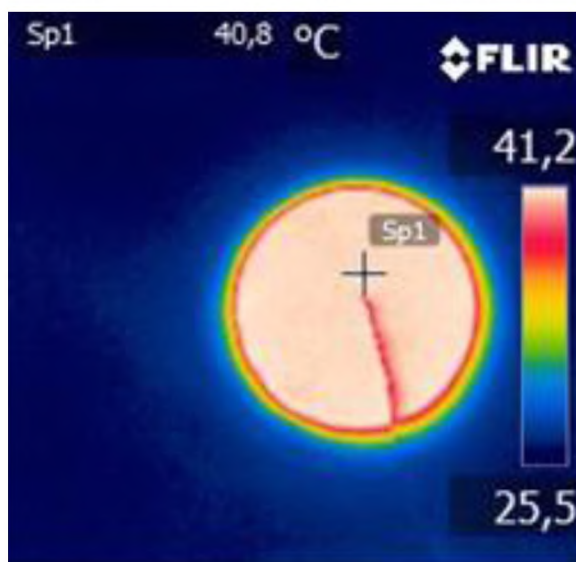


Рис.3.24. Термограмма, демонстрирующая расположения термопары и точки исследования тепловизором

Результаты исследования представлены в виде графиков в следующем виде: по оси абсцисс указаны значения на термопаре, по оси ординат - разница между температурами на термопаре и на тепловизоре (рис.3.25-3.28).

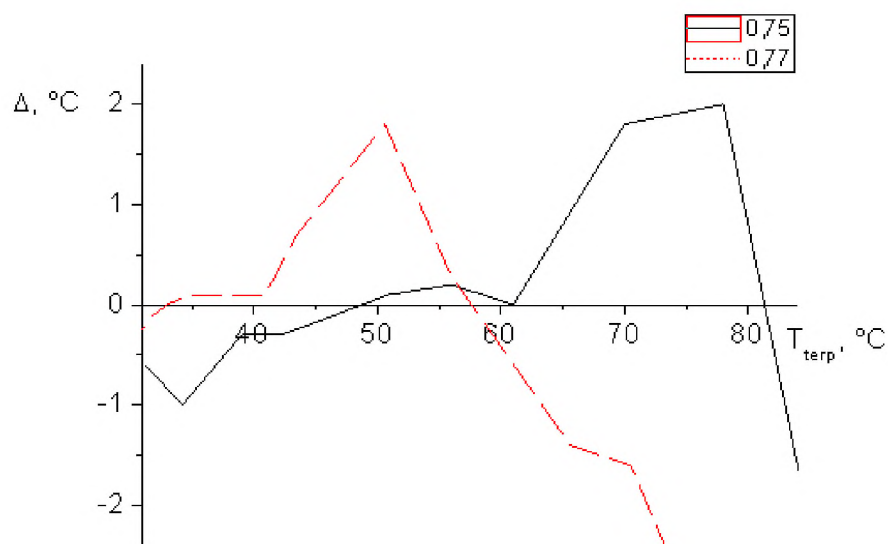


Рис.3.25. Значения температуры на термопаре и разница температур на термопаре и тепловизоре для полированной поверхности

На рисунке 3.25 представлена разность температур поверхности полированного образца монокристалла германия, измеренных термопарой и тепловизором, при выставленном значении коэффициента излучения 0,75 и 0,77. Из данной зависимости можно наблюдать, что при температуре от 40°C до 60°C с выставленным коэффициентом излучения 0,77 показания температуры на тепловизоре и термопаре практически совпадают, разница между значениями температуры на термопаре и тепловизоре минимальна. При выставленном коэффициенте излучения в 0,75 минимальные расхождения температуры на термопаре и тепловизоре наблюдали при температуре ниже 40°C.

На рисунке 3.26 наблюдается похожая картина только для образца, поверхность которого обработана порошком М10. Выставление коэффициентов излучения на тепловизоре производилось в интервале значений от 0,76 до 0,79. При температуре до 45°C наименьшее расхождение показателей температуры на термопаре и тепловизоре при коэффициенте излучения 0,79, с 45°C до 60°C при 0,78, с 60°C до 70°C при 0,76, с 70°C до 80°C при 0,77.

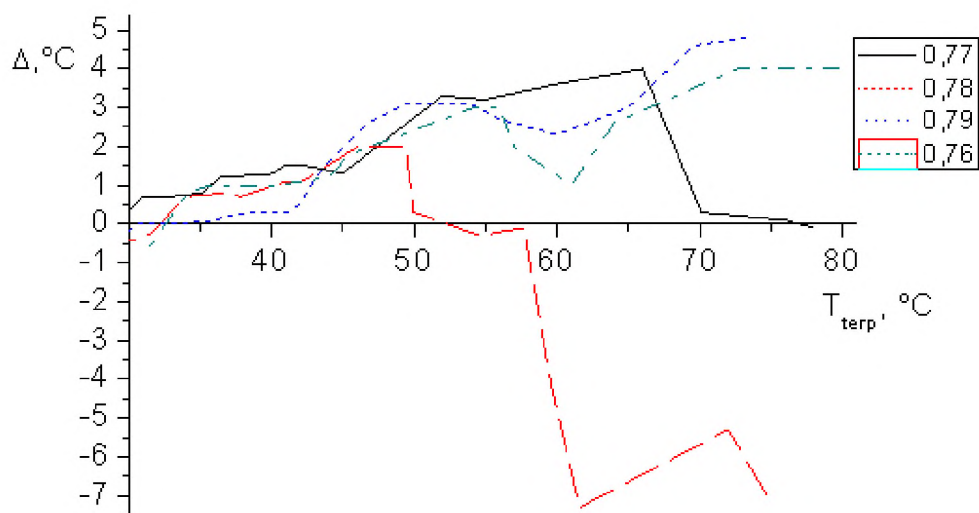


Рис.3.26. Значения температуры на термопаре и разница температур на термопаре и тепловизоре для поверхности обработанной порошком M10

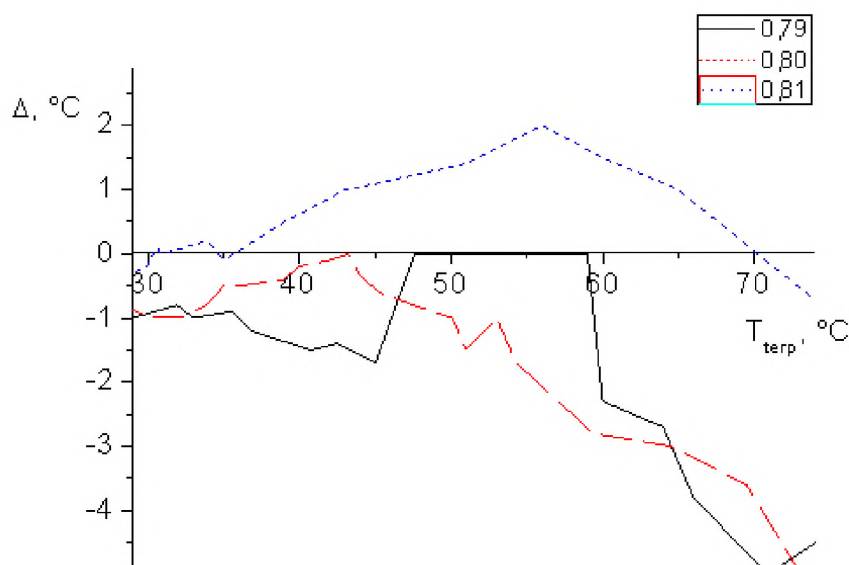


Рис.3.27. Значения температуры на термопаре и разница температур на термопаре и тепловизоре для поверхности обработанной порошком M28

На рисунке 3.27 представлена зависимость температур поверхности образца, обработанного порошком M28, при коэффициентах излучения, выставленных в интервале от 0,79 до 0,81. На графике видно, что при выставленном значении коэффициента излучения на тепловизоре 0,81 минимальное расхождение температур до 4°С, от 40°С до 50°С соответствует

значению коэффициента излучения 0,8; от 50°C до 60°C - 0,79, а после 60°C наименьшее расхождение температуры, регистрируемое на тепловизоре и термопаре, наблюдается при коэффициенте излучения 0,79.

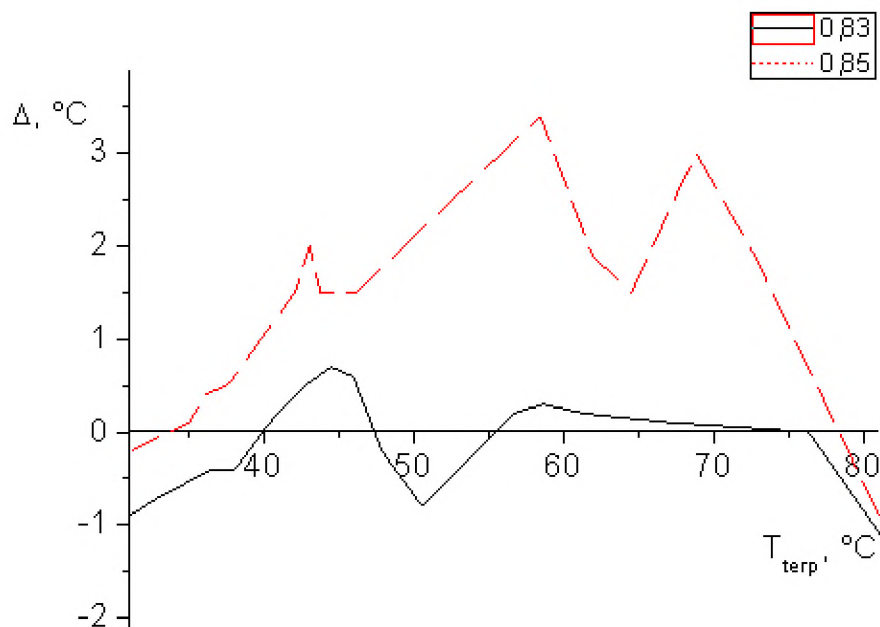


Рис.3.28. Значения температуры на термопаре и разница температур на термопаре и тепловизоре для нешлифованного образца

На рисунке 3.28 представлена зависимость разности температур, регистрируемых на термопаре и тепловизоре, при значении температуры на термопаре. Образец ничем не обрабатывался, получен в результате распила монокристалла. При выставлении коэффициента излучения на тепловизоре 0,83 минимальное расхождение температур наблюдается до 35°C. Начиная с температуры 35°C, и до температуры 80°C, минимальное расхождение температур наблюдается при коэффициенте излучения в 0,85.

Обработка полученных в ходе экспериментов результатов позволила получить общую картину зависимости коэффициента излучения от температуры для поверхностей образцов монокристалла германия с различными параметрами шероховатости (рис.3.29).



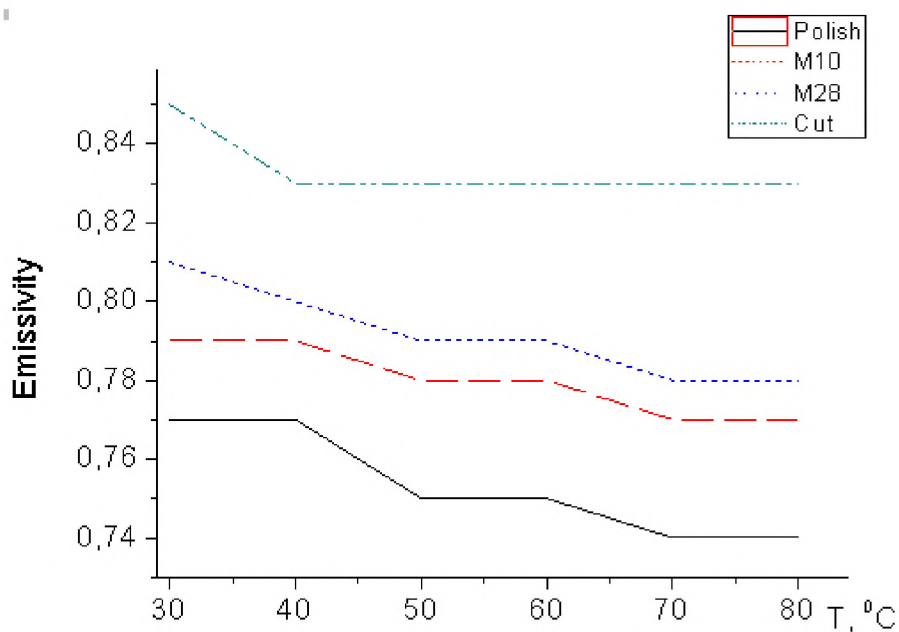


Рис.3.29. Зависимость коэффициента излучения монокристаллов германия от шероховатости поверхности и температуры

Из графиков хорошо видно, что коэффициент излучения уменьшается при увеличении температуры. Исходя из этого был сделан вывод об изменении профиля в связи с массопереносом в приповерхностном слое материала на микро и наноуровне.

Для подтверждения данного вывода был выполнен эксперимент по оценке влияния процесса нагрева на шероховатость поверхности и на оптические свойства полированных монокристаллов германия.

Исследования проводились на монокристаллах германия, выращенных способом Чохральского в направлении  $\{111\}$ , легированных сурьмой (удельное сопротивление  $\rho = 11-13 \text{ Ом}\cdot\text{см}$ ; n-тип проводимости; концентрация электрически активных примесей  $1,2 \times 10^{14} \text{ см}^{-3}$ ).

Для того, чтобы фиксировать эти изменения, вызванные нагревом, в режиме реального времени для одного и того же участка образца, внутри оптического интерференционного профилометра NanoMap 1000WLI на предметный столик был помещен нагревательный элемент (рис.3.30).

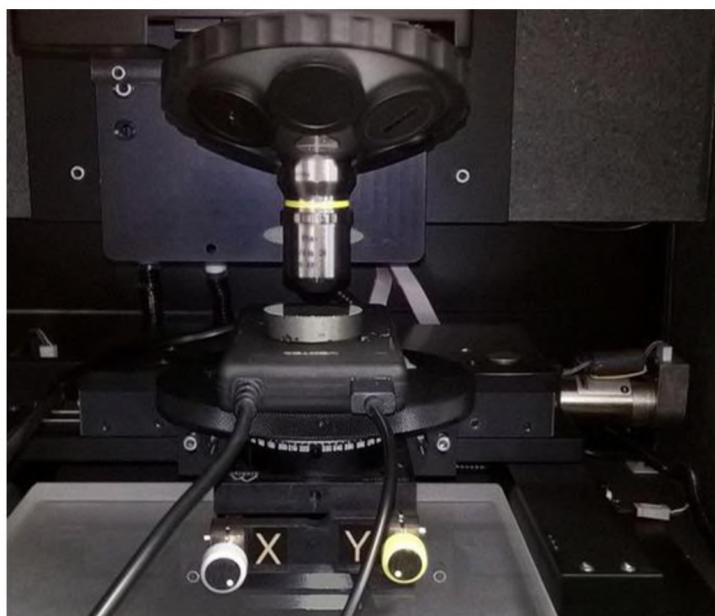
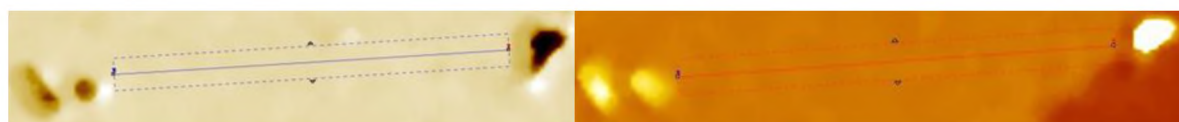
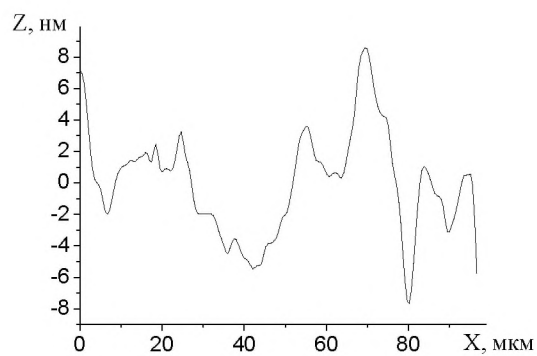


Рис.3.30. Образец германия, расположенный на нагревательном элементе, помещённом внутрь оптического профилометра

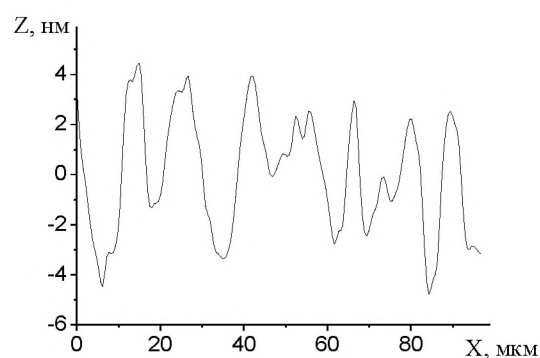


а

в



б



г

Рис.3.31. Участок поверхности полированного германия до нагрева (при комнатной температуре 25°C) (а) и при температуре 65°C (в). 2D-профили до нагрева (б) и при температуре 65°C (г)



Данная методика позволила отойти от математического усреднения по параметрам шероховатости и учитывать наноразмерные изменения профиля, связанные с перераспределением материала в процессе нагрева.

Зафиксированные изменения профиля представлены на рис.3.31. По полученным результатам можно сделать вывод, что в процессе нагрева при перераспределении материала профиль поверхности приобретает периодический вид с исчезновением площадок, параллельных поверхности.

С помощью программы SPIP 6.7.4. был проведён анализ шероховатости поверхности. Параметры относятся к стандарту SPIP Classic.

Полученные данные представлены в таблицах 3.3 и 3.4. Фильтрованный профиль поверхности является математически сглаженным, а кривая отношения материала представляет распределение по высоте.

Таблица 3.3 Анализ профиля при температуре 25°C

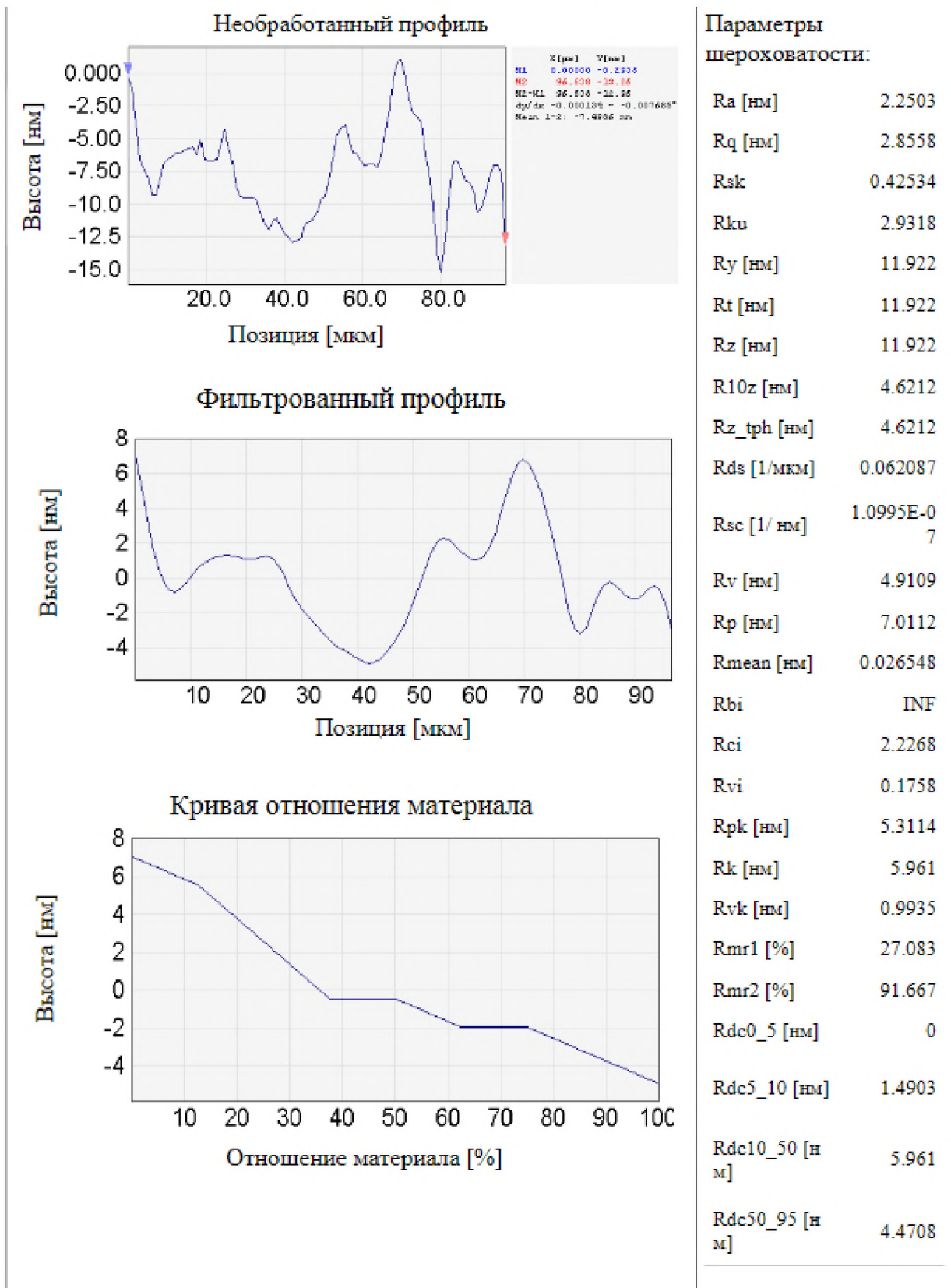
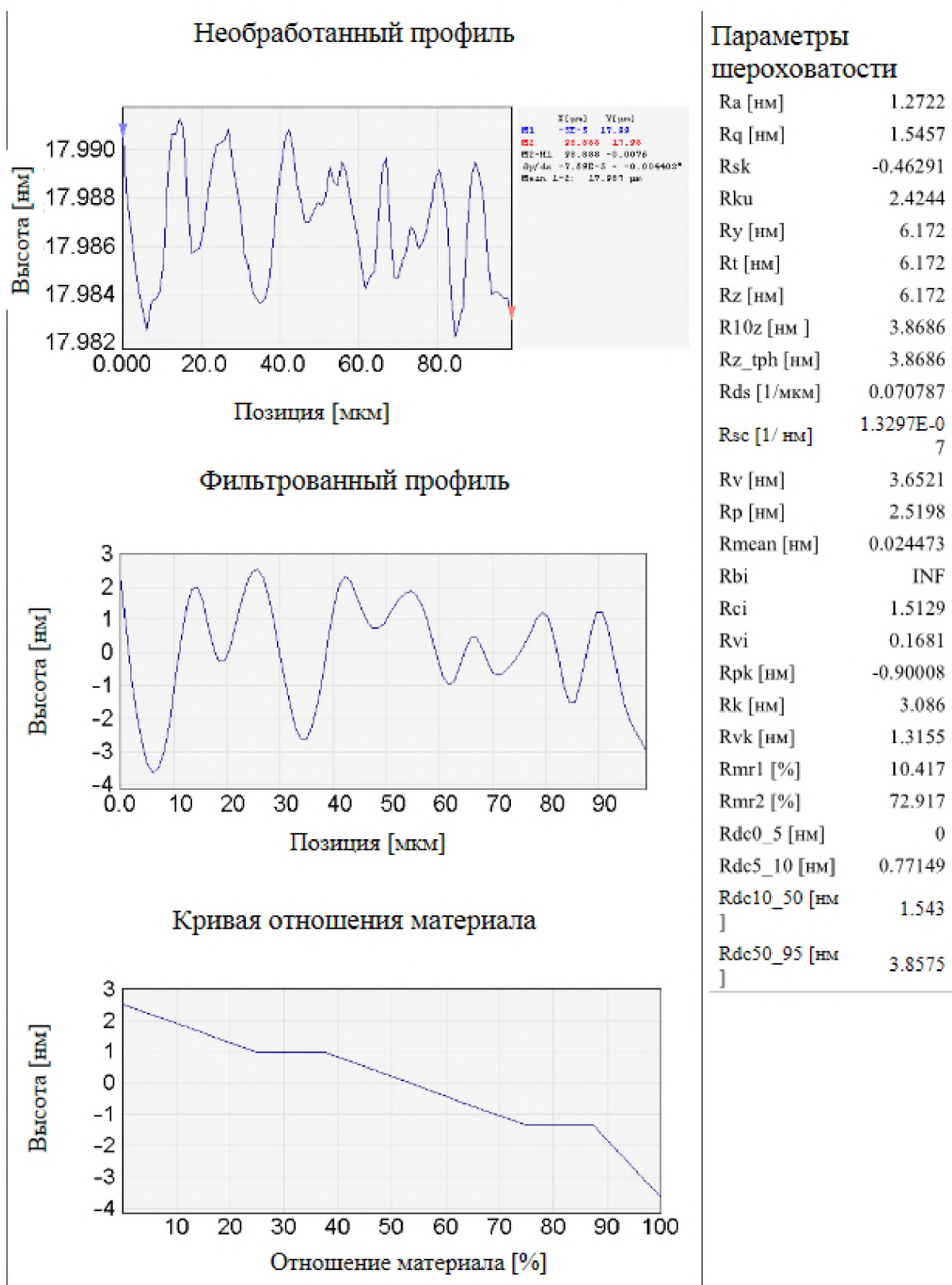


Таблица 3.4 Анализ профиля при температуре 65°C



Для определения влияния процесса нагрева на оптические свойства монокристалла германия было использовано программное обеспечение, описанное в разделе 2.1.

Полученные при различных температурах профили были загружены в программу. На рисунке 3.32 представлены результаты моделирования с шагом дискретизации в  $1^\circ$ . Углы, близкие к  $90^\circ$ , соответствуют отражению, близкие к  $270^\circ$  соответствуют пропусканию. Коэффициент экстинкции в моделях приравнивался к нулю, так как нас интересовало только влияние изменения профиля.

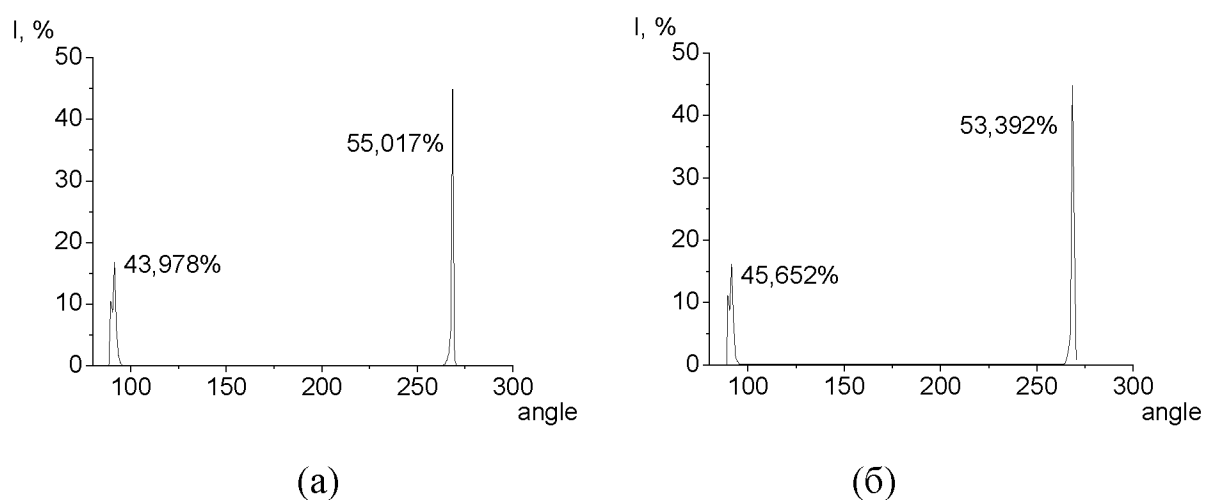


Рис.3.32. Рассчитанные оптические индикатрисы, полученные при температуре  $25^\circ\text{C}$  (а) и при температуре  $65^\circ\text{C}$  (б)

Результаты исследования указывают на увеличение доли диффузного рассеяния от поверхности из-за изменений профиля и шероховатости поверхности, вызванных процессом нагрева. Это, в свою очередь, приводит к изменению коэффициента излучения поверхности и, как следствие, влияет на точность определения температуры с помощью тепловизионной техники.

Результаты экспериментов, изложенные в настоящем разделе, позволяют сделать следующие выводы:

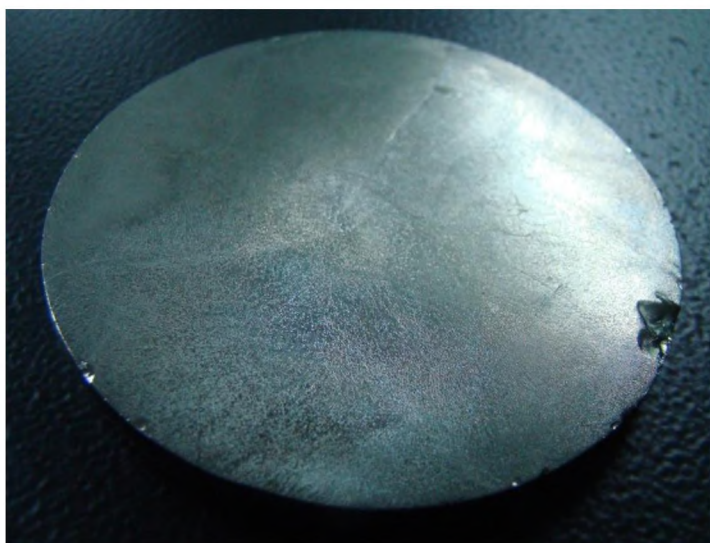
- При использовании тепловизоров с целью измерения температурных полей в монокристаллических элементах необходимы известные значения коэффициентов излучения, а при их отсутствии требуется проведение специальных исследований для конкретных образцов;
- Микрорельеф и нанорельеф поверхностей, а также зависимость коэффициента излучения от температуры являются главными факторами, лимитирующими точность картографирования тепловых полей с помощью тепловизионных камер;
- В тех случаях, когда целью не является максимально точное определение абсолютных значений температуры, в ИК-дефектоскопии можно специально применять заниженные коэффициенты излучения для повышения чувствительности при обнаружении дефектов и для увеличения контрастности картин их распределения в тестируемых образцах;
- Тепловизионный метод может использоваться для контроля параметров шероховатости, качества и однородности полировки оптических элементов путем анализа термограмм в однородном тепловом поле.

### 3.4 Использование ИК метода для выявления структурных дефектов и оптической неоднородности.

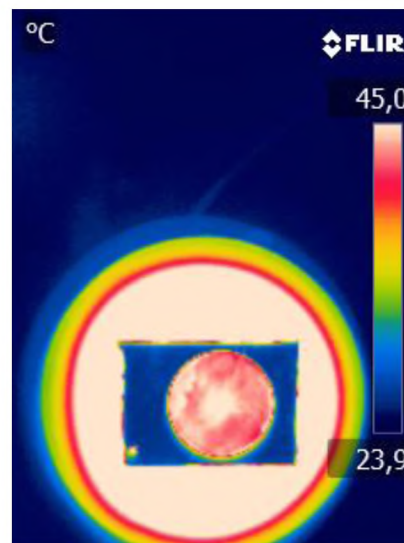
#### 3.4.1. Образцы со структурными дефектами.

Для выполнения экспериментальных работ использовалась подложка из алюминия, располагающаяся между образцом и нагревателем, поскольку коэффициент излучения у алюминия составляет от 0,15 до 0,4 (в зависимости от профиля поверхности), и на тепловизионных снимках температура подложки сильно занижена. Это позволяет контрастно выделять образец и снижать уровень шума от нагревателя. На рис. 3.33а представлен диск диаметром 62 мм, вырезанный из нижней части кристалла германия, выращенного методом Чохральского. В образце присутствуют дислокации и

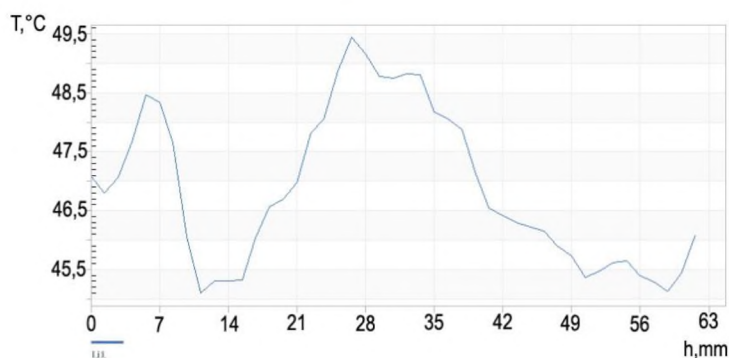
малоугловые границы. В процессе нагрева структурные неоднородности монокристалла достаточно ярко проявились и на изображении с тепловизора (рис.3.33б). Анализ данных (рис.3.33в, г) показал, что разница между максимальной и минимальной температурой для данного образца достигает  $5^{\circ}\text{C}$ , а возникающий градиент температур в предельных случаях составляет  $3,5^{\circ}\text{C}/\text{см}$ . Среднее отклонение температуры от средней по всему образцу выше  $1^{\circ}\text{C}$ .



а



б



в



г

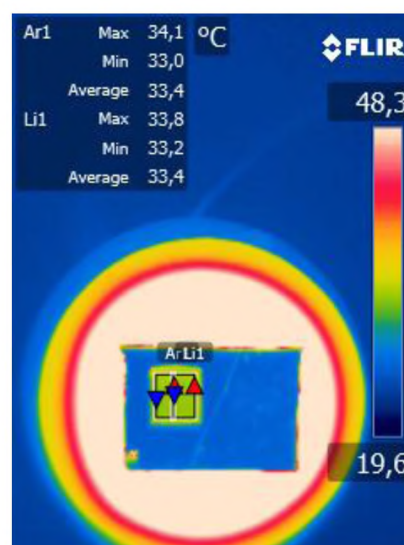
Рис.3.33. Диск, вырезанный из кристалла германия (а). Изображение с тепловизора в момент нагрева (б). Диаметральные температурный профиль (в). Статистическое среднее отклонение от средней температуры по образцу (г)



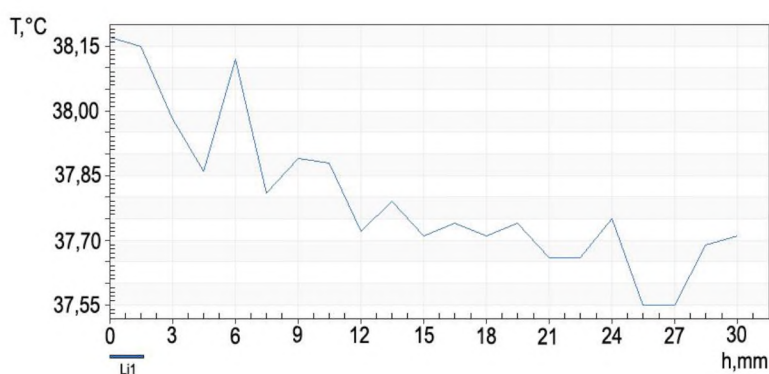
На рис. 3.34а представлен образец германия, с линейными размерами 33x28 мм, легированный сурьмой, с равномерной плотностью дислокаций  $10^3 \text{ см}^{-2}$ . По изображению с тепловизора (рис.3.34б) можно сделать вывод о равномерном нагреве данного образца, неоднородности визуально не наблюдаются. Однако, при анализе температурного профиля (рис.3.34в, г), полученного в процессе нагрева, выявлен температурный градиент  $0,25^\circ\text{C}/\text{см}$ , что может свидетельствовать о неравномерном распределении легирующей примеси внутри объема монокристалла.



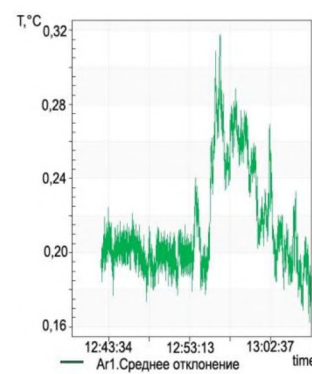
а



б



в



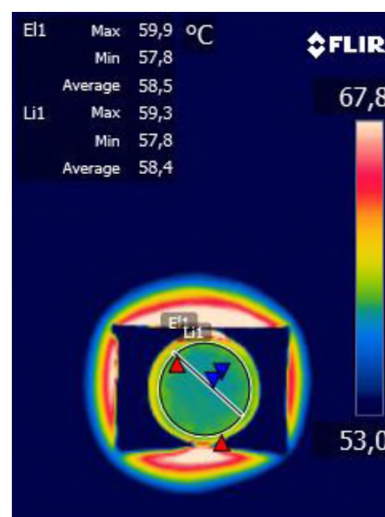
г

Рис.3.34. Образец германия, легированный сурьмой (а). Изображение с тепловизора в момент нагрева (б). Температурный профиль, взятый вдоль радиального направления роста (в). Статистическое среднее отклонение от средней температуры по образцу (г)

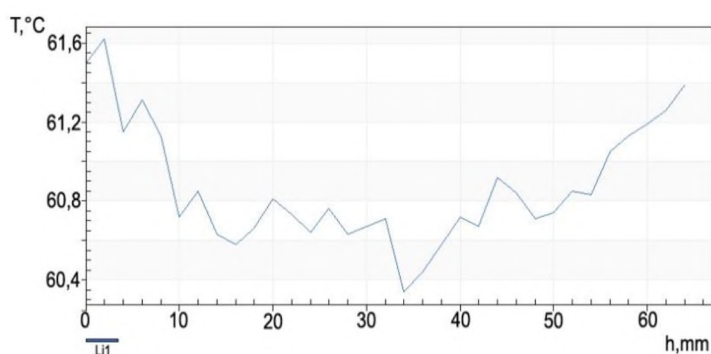
На рис. 3.35а представлен диск диаметром 69 мм, вырезанный из верхней части кристалла германия. В данном образце дислокации распределены неоднородно, и плотность дислокаций изменяется от  $10^3 \text{ см}^{-2}$  в центре до  $10^4 \text{ см}^{-2}$  на краю. При нагреве неоднородность визуально определяется из изображения, полученного с тепловизора (рис.3.35б). С помощью диаметрального температурного профиля (рис.3.35в) можно определить, как меняется плотность дислокаций в кристалле. А график среднего отклонения температуры от средней температуры по образцу (рис.3.35г) отчетливо показывает неоднородность образца (два пика, присутствующие на графике, соответствуют моментам включения нагревательного элемента).



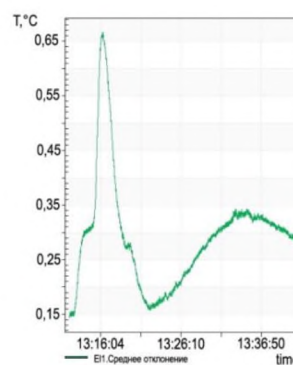
а



б



в

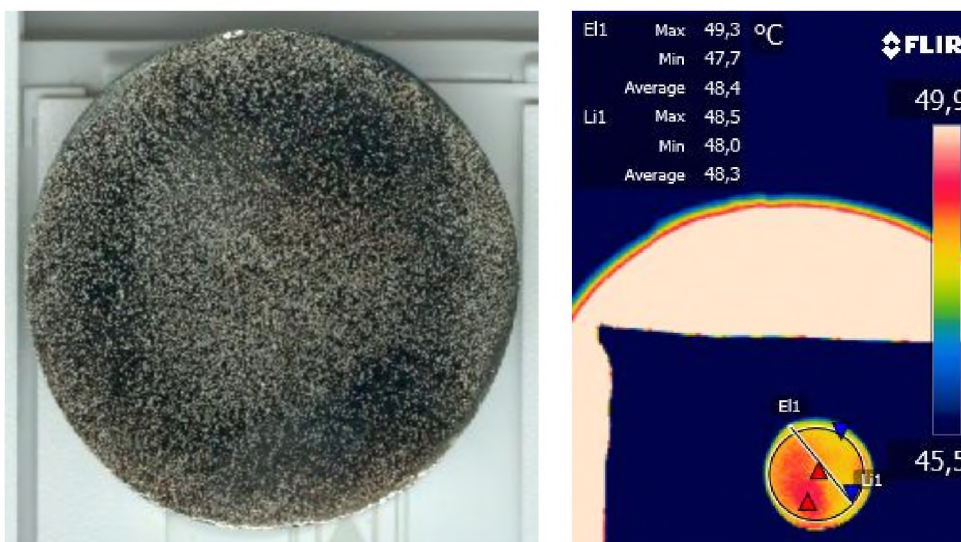


г

Рис.3.35. Диск, вырезанный из кристалла германия (а). Изображение с тепловизора в момент нагрева (б). Диаметральный температурный профиль (в). Статистическое среднее отклонение температуры от средней по образцу (г)

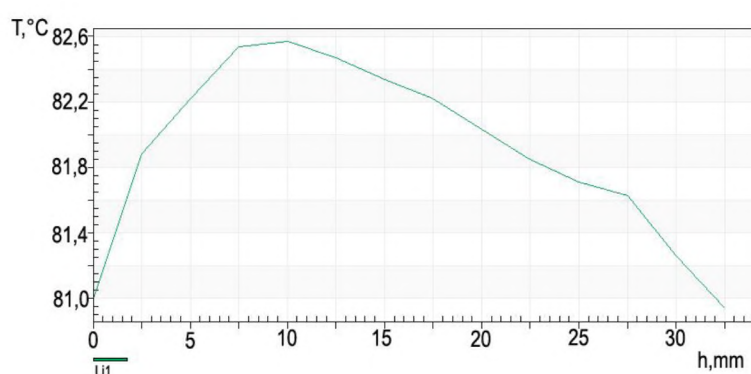


Следующий образец диаметром 32,5 мм (рис.3.36а) отличается от предыдущего тем, что плотность дислокаций в нем изменяется от  $10^3 \text{ см}^{-2}$  в центре до  $10^5 \text{ см}^{-2}$ , и на краю кристалла составляет  $4 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ , что хорошо видно из рисунка. Из Рис.3.36в хорошо видно, как изменение значения плотности дислокаций влияет на градиент температур внутри кристалла в процессе нагрева, а по графику среднего отклонения температуры (рис. 3.36г) можно сделать вывод о высокой степени неоднородности данного образца.

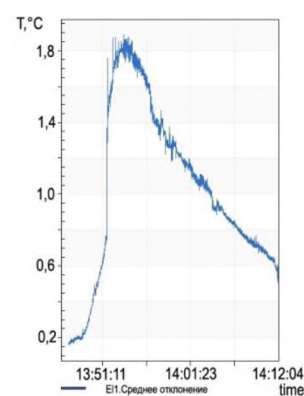


а

б



в



г

Рис.3.36. Диск, вырезанный из кристалла германия, после травления (а). Изображение с тепловизора в момент нагрева (б). Диаметральный температурный профиль (в). Статистическое среднее отклонение температуры от средней по образцу (г)

Проведенные исследования свидетельствуют о перспективах использования метода активного теплового контроля, осуществляемого с помощью тепловизионных камер, для исследования качества и структурной однородности элементов из монокристаллов германия. Данный метод позволяет выявлять неравномерное распределение дислокаций и наличие двумерных и трёхмерных дефектов внутри кристалла, определять равномерность пространственного распределения в нем легирующей примеси. В сфере приборостроения при наличии эталона данный метод дает возможность проводить контроль аналогичных элементов без использования методов разрушающего контроля, например, химического травления.

#### 3.4.2 ИК-дефектоскопия образцов германия.

Испытания производились на образцах, представленных на рис.3.37 и 3.38. Монокристаллы выращивались из расплава методом Чохральского и были легированы сурьмой. Удельное электросопротивление образцов составляло 12-20 Ом·см.

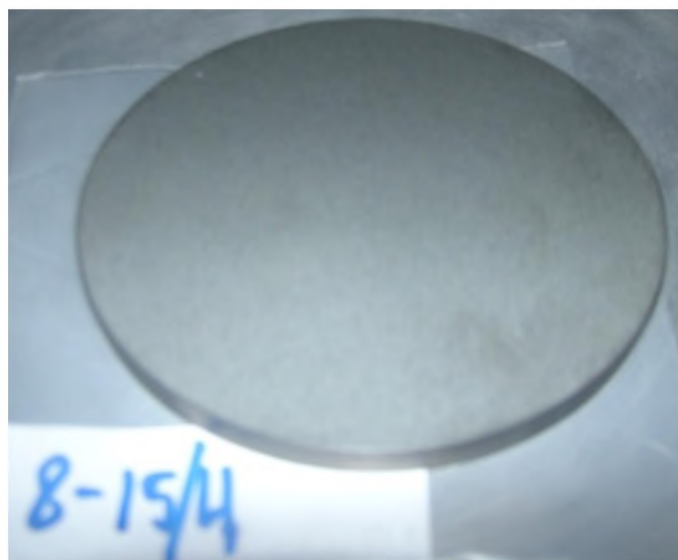


Рис.3.37. Образец №1 германия диаметром 100 мм. Поверхность отшлифована промышленным способом

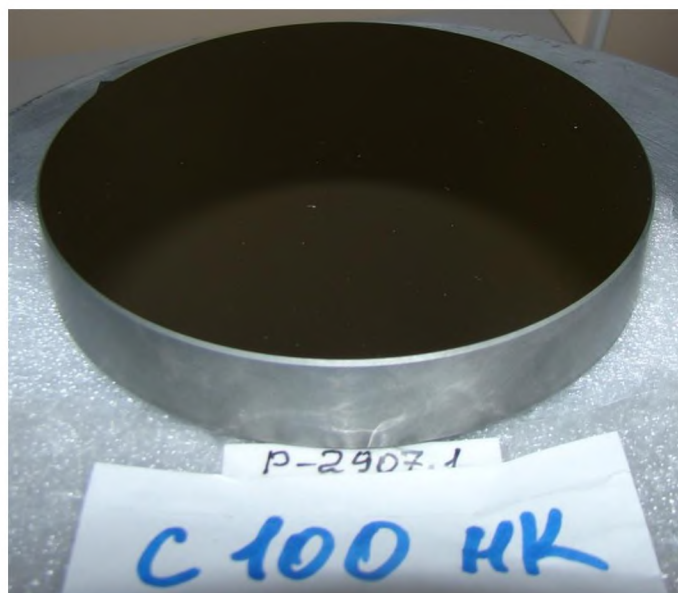


Рис.3.38 Образец №2 германия диаметром 100 мм. Поверхность отполирована

Испытания проводились в лаборатории при 78% влажности и температуре воздуха 21°C. Для образцов контактным способом были измерены коэффициенты излучения, равные 0,78 для образца №1 и 0,75 для образца №2. Активный тепловой контроль проводился в процессе нагрева и последующего охлаждения. Из инструментов программного обеспечения, предназначенных для анализа температуры объектов, использовались эллипс, что обосновано геометрией образцов, и линейный температурный профиль.

На графики (рис. 3.39) выводились максимальная и минимальная температуры, а также среднеквадратичное отклонение температуры от средней температуры внутри эллипса. Температурные профили брались с образца диаметрально в количестве двух штук перпендикулярно друг другу и так же выводились в виде графиков, линейное разрешение составляло 1,4 мм/точку, что было обусловлено схемой эксперимента. В виде численных значения выводились разницы между максимальной и минимальной температурами на профиле и внутри эллипса.



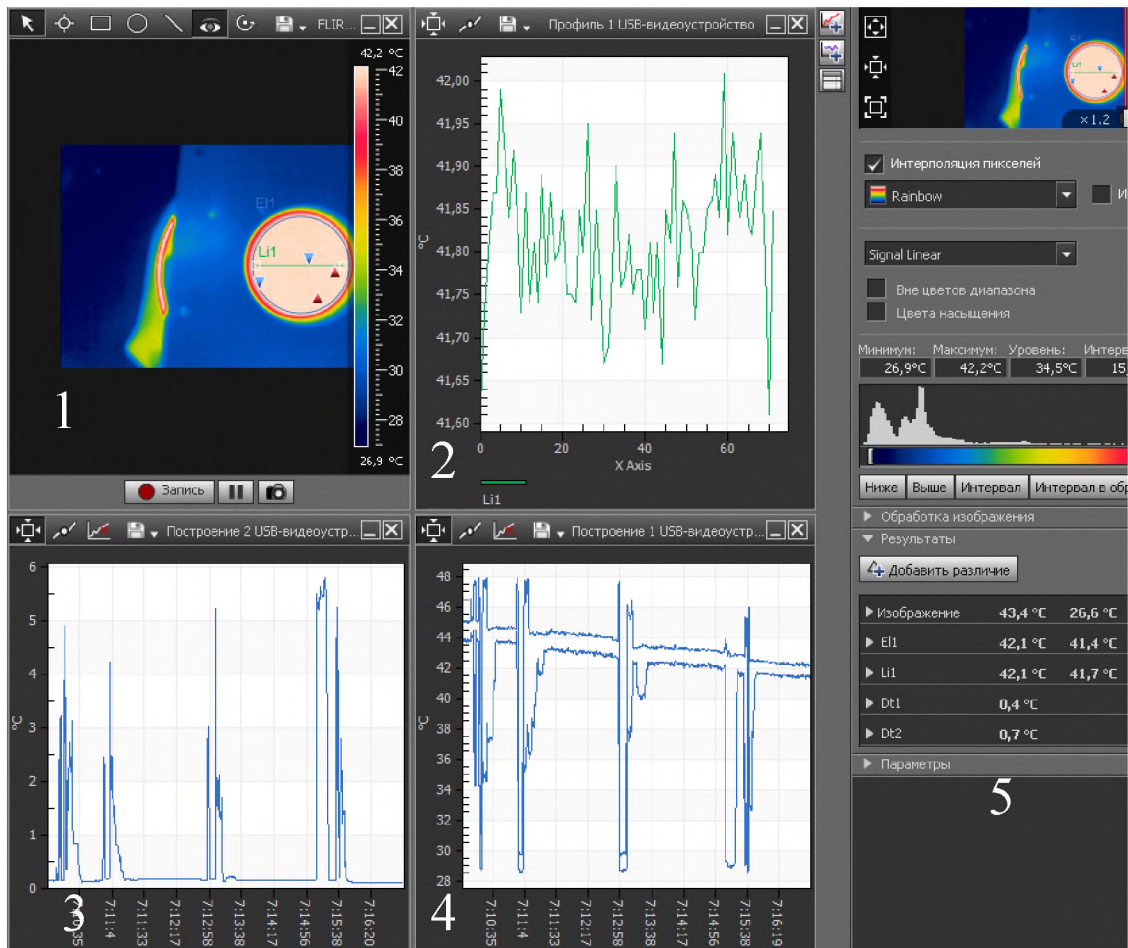


Рис. 3.39 Интерфейс ПО 1 – тепловизионное изображение, 2 – температурный профиль, 3- среднеквадратичное отклонение темпартуры, 4 - максимальная и минимальная температуры внутри эллипса, 5 – числовые значения

Образец №1 подвергался нагреву до 119°C, после чего нагреватель выключался, и происходило охлаждение за счет теплопередачи с окружающим воздухом. На рис. 3.40 показан момент нагрева с 40 до 70°C. На тепловизионном изображении изменение температуры наблюдалось равномерно, структурные дефекты не проявлялись. Температурный профиль образца равномерен, разница между максимальной и минимальной температурами на профиле не превышала значения 0,7°C. Среднеквадратичное отклонение по эллипсу не превышало 0,37°C, а разница между максимальной и минимальной температурой не превышала значения 2,7 °C. В процессе нагрева образец был развернут относительно своего центра на 180°, для оценки влияния на измерения ИК шумов. Данное влияние

оказалось незначительным и не было зарегистрировано тепловизором. Момент разворота на графиках отображён в виде аномальных пиков, которые не несут информации о структурном совершенстве образца.

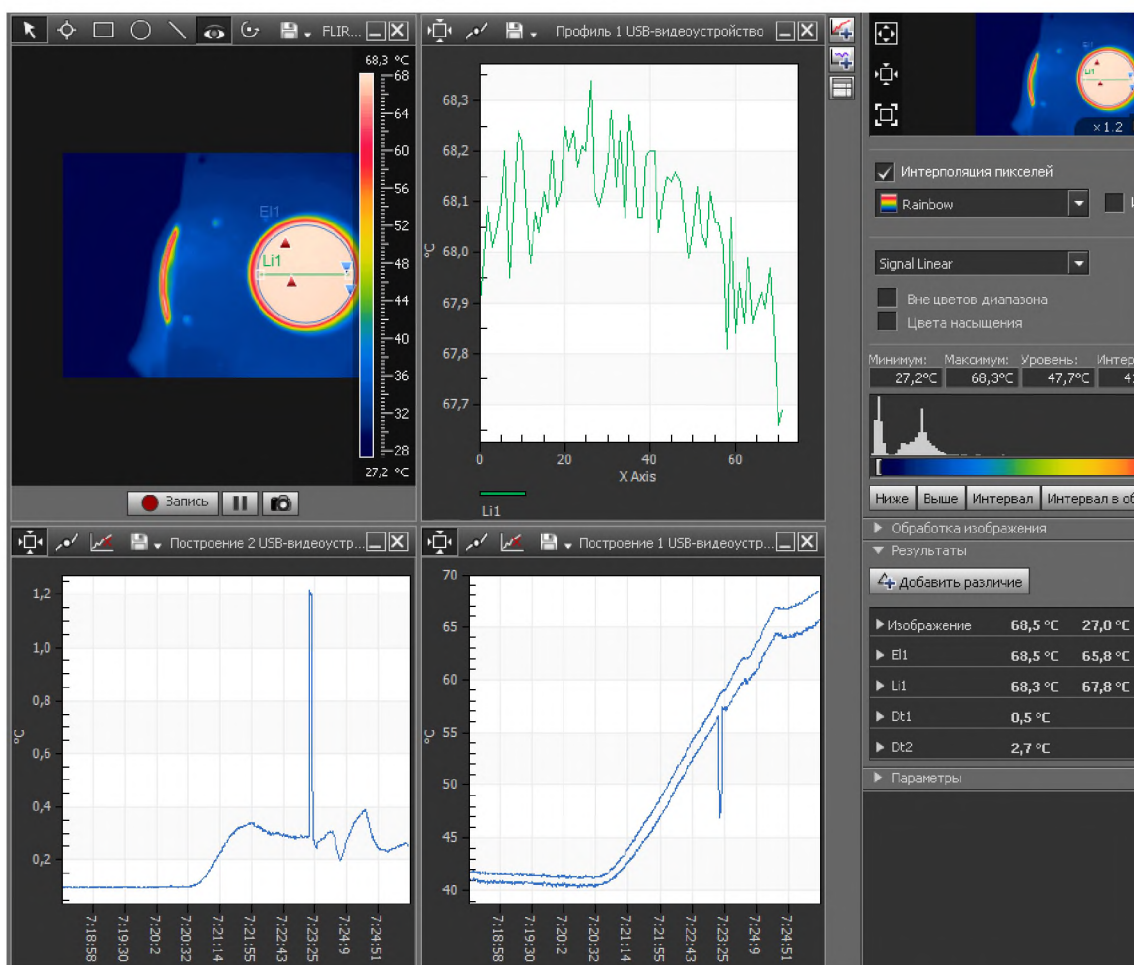


Рис. 3.40. Процесс нагрева образца №1 с 40 до 70°C. Графики и тепловизионное изображение зафиксированы с помощью команды PrtSc

На рис. 3.41 представлен принтскрин, включающий нагрев до 119°C, выключение нагревателя и охлаждение образца №1. На тепловизионном изображении наблюдалось равномерное изменение температуры. Температурный профиль образца представлял собой выпуклую вверх кривую; разница между максимальной и минимальной температурами на профиле достигала значения 1,6°C. Среднеквадратичное отклонение по эллипсу не превышало 0,62°C, а разница между максимальной и минимальной температурой – 3,5 °C. Данное поведение температурных полей связано с процессом теплоотвода.

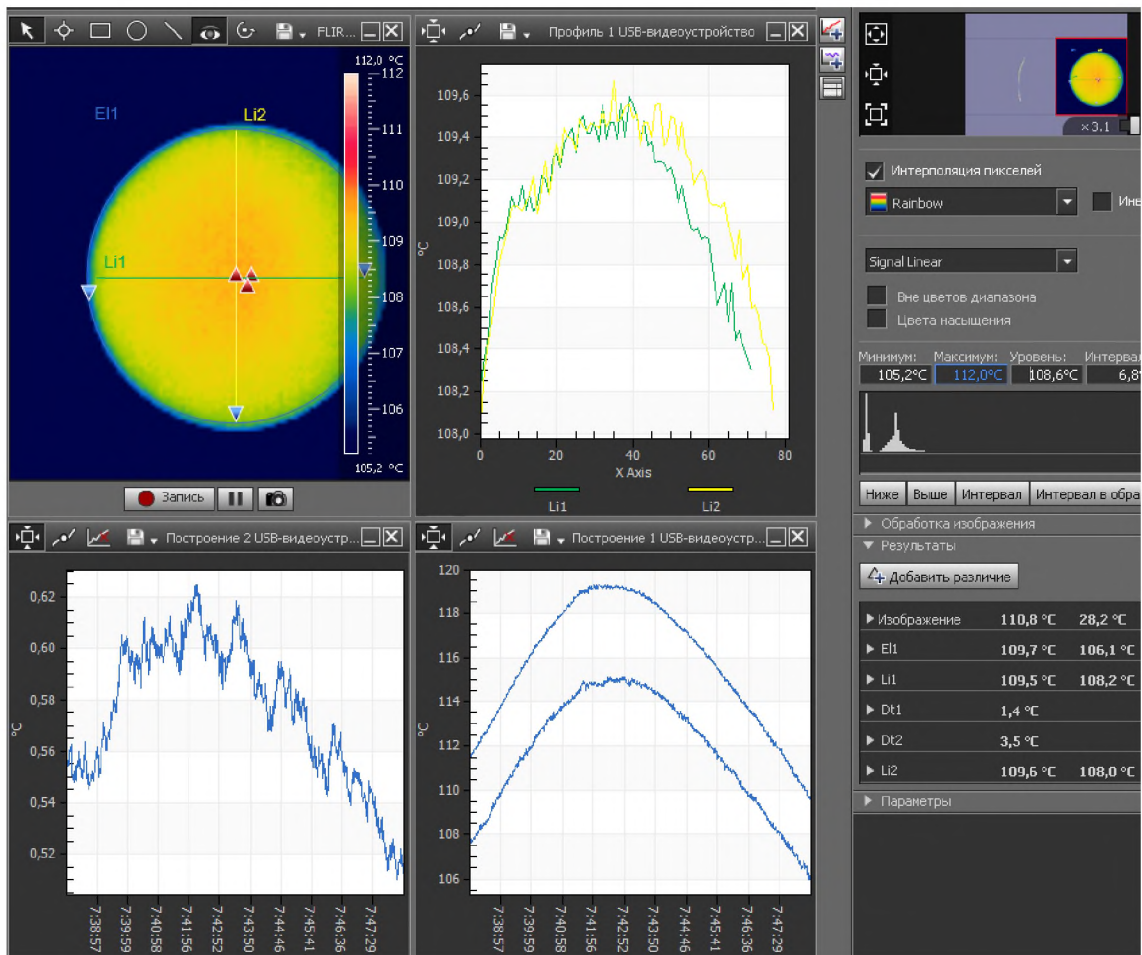


Рис. 3.41. Процесс нагрева образца №1 с 108 до 119°C и его последующее охлаждение

Испытания для образца 2 были проведены по такой же методике, полученные результаты соответствовали результатам образца 1.

По итогам анализа активного теплового контроля исследуемых образцов были сделаны следующие выводы:

- в образцах отсутствуют малоугловые границы, линии скольжения и двойники;
- плотность дислокаций в образцах составляет  $(2-5) \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ , а её отклонение в среднем по образцу не превышает 5-10%, что характеризует образец как структурно-однородный.



### 3.4.3 Определение удельного сопротивления монокристаллов германия.

Монокристаллы германия для различных применений легируют примесями; неравномерное распределение примесей по объему отрицательно влияет на возможность использования германия. Концентрацию легирующих примесей на производстве и в исследовательских лабораториях обычно определяется с помощью измерения удельного сопротивления (рис.3.42).

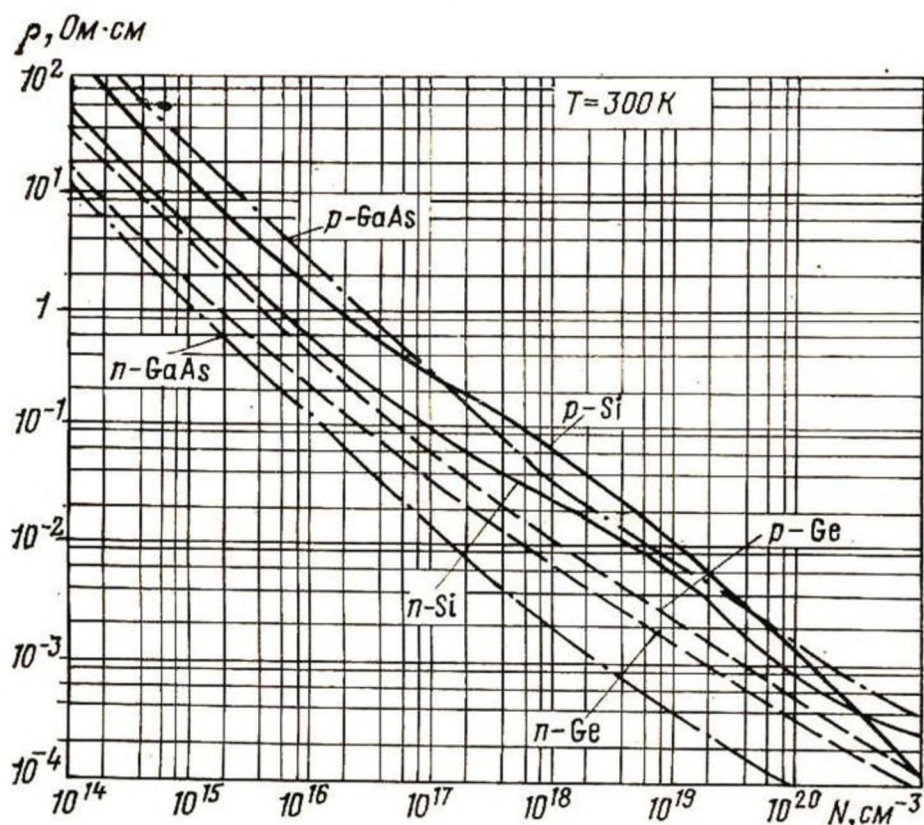


Рис.3.42. Зависимость удельного сопротивления полупроводников от концентрации и типа легирующей примеси

В настоящее время для определения удельного электросопротивления германия широко применяется четырехзондовый метод, который основан на измерении разности потенциалов между двумя зондами четырехзондовой измерительной головки, установленной на плоской поверхности монокристалла, при пропускании электрического тока определенной величины через два других точечных зонда. Измерения производятся согласно ГОСТу 24392-80. Разрешающая способность данного метода

зависит от количества точек измерения и ограничена размерами зонда (рис.3.43).

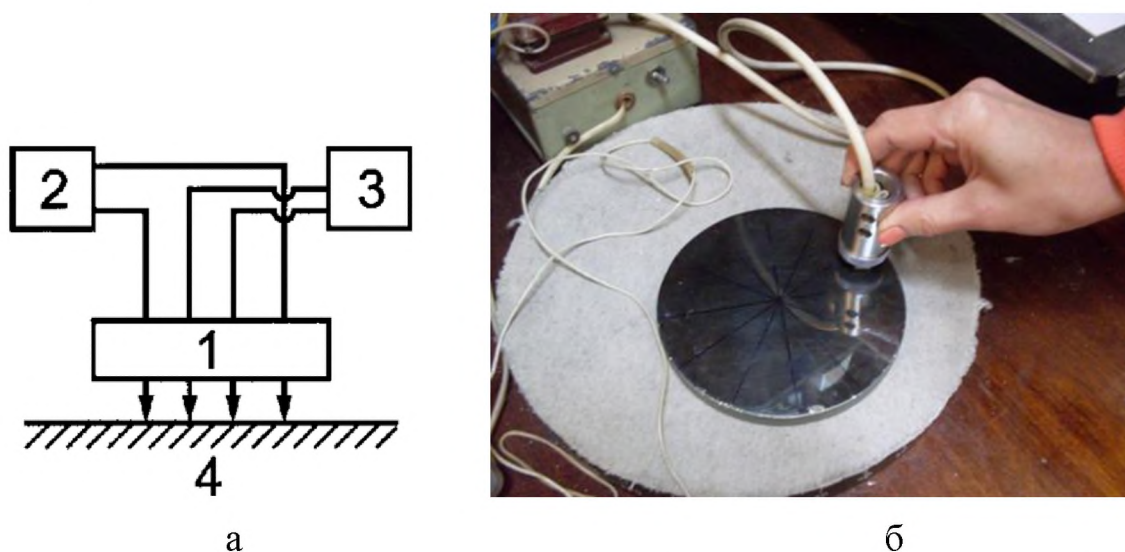


Рис.3.43. Схема 4-зондового метода (а). Пример измерения удельного сопротивления с помощью четырехзондовой измерительной головки (б)

Хорошо известно, что теплопроводность металлов и полупроводников зависит от удельного электросопротивления (для металлов, например, эта зависимость описывается законом Видемана-Франца). Следовательно, регистрация термограмм в процессе скоростного нагрева может дать косвенную информацию о распределении примеси внутри образца при использовании тепловизионной камеры в качестве дополнения к зондовому методу. Полностью отказаться от контактного способа определения удельного электросопротивления невозможно, так как требуются опорные точки для аппроксимации. А с учетом того, что разрешающая способность камеры при съёмке может достигать значений 0,5 мм/точку, точность определения удельного сопротивления или концентрации примеси может быть существенно повышена.

В настоящей работе был проведен ряд экспериментов с монокристаллами германия n-типа, легированных сурьмой с различными концентрациями и толщинами.



При первом измерении использовались однородные образцы с различным удельным электросопротивлением (табл. 3.5) с размерами измеряемых поверхностей  $10 \times 10$  мм и с толщиной 5 мм (рис.3.44).



Рис.3.44. Образцы монокристаллов германия с различным удельным электросопротивлением

Таблица 3.5. Характеристики монокристаллов германия

Концентрация легирующей примеси, см <sup>3</sup>	Удельное сопротивление, Ом·см
$6 \cdot 10^{16}$	2,5
$5 \cdot 10^{15}$	4
$2 \cdot 10^{14}$	15
$6 \cdot 10^{13}$	40

Нагрев образцов производился одновременно, результаты тепловизионной съемки и температурный профиль, проходящий через все образцы, можно наблюдать на рис. 3.45.

Помимо температурного профиля, проходящего через все образцы, так же фиксировалась температура по точкам (инструмент ПО) на каждом образце (рис.3.46) для фиксирования динамики процесса. Из графиков следует, что регистрация неравномерного распределения примеси тепловизионным методом в процессе охлаждения практически невозможна, а скорость нагрева влияет на чувствительность метода.

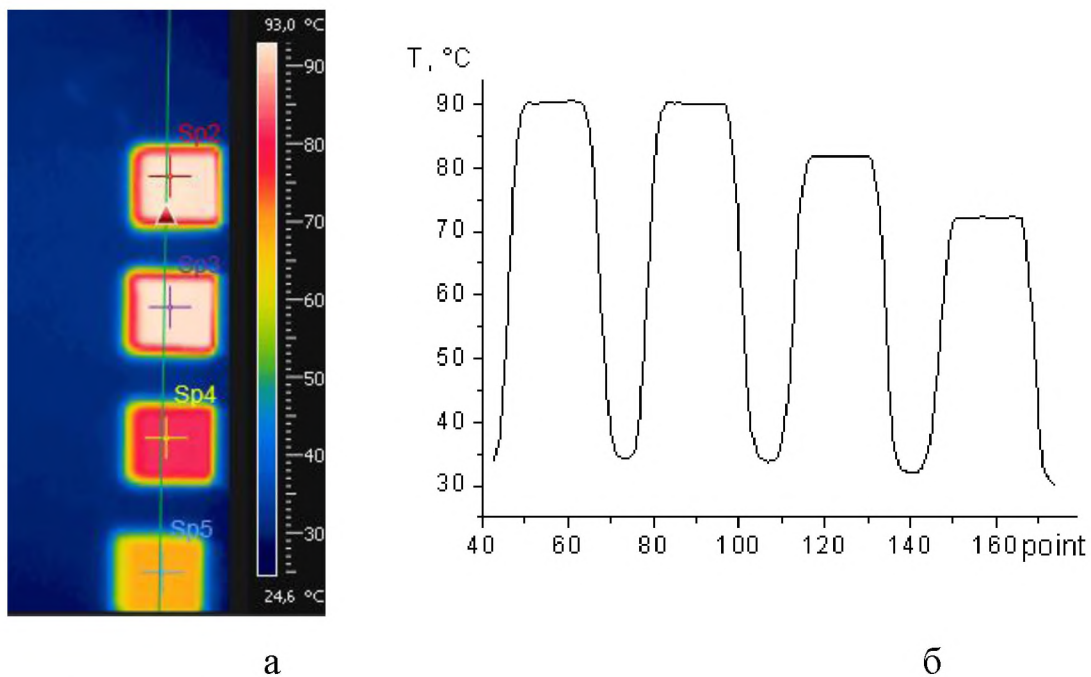


Рис.3.45. Тепловизионное изображение образцов германия с различным удельным электросопротивлением (а) и их температурные профили (б)

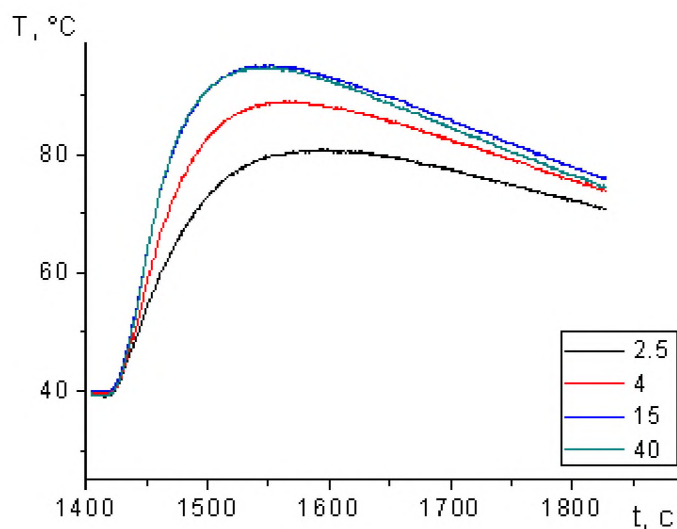


Рис.3.46. Температуры легированных образцов германия при нагреве и охлаждении

Второй эксперимент проводился на цилиндрическом образце диаметром 150 мм и толщиной 5,5 мм, для которого было измерено радиальное распределение удельного электросопротивления (рис.3.47).

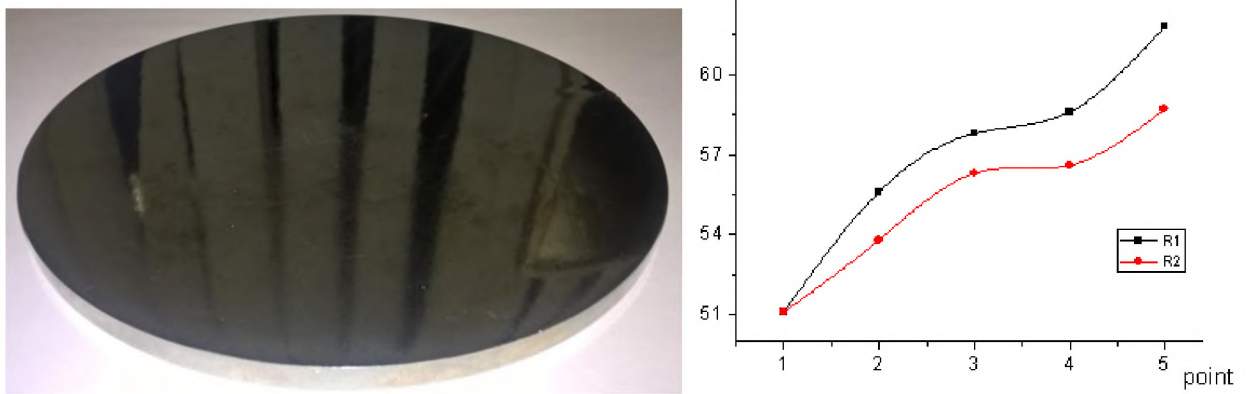


Рис.3.47. Образец германия с неравномерным распределением легирующей примеси (а). Удельное электросопротивление измеренное 4-х зондовым методом (б)

Тепловизионное изображение и температурный профиль представлены на рисунке 3.48. На них хорошо наблюдается неравномерное распределение примеси не только в радиальном, но и в тангенциальном направлениях.

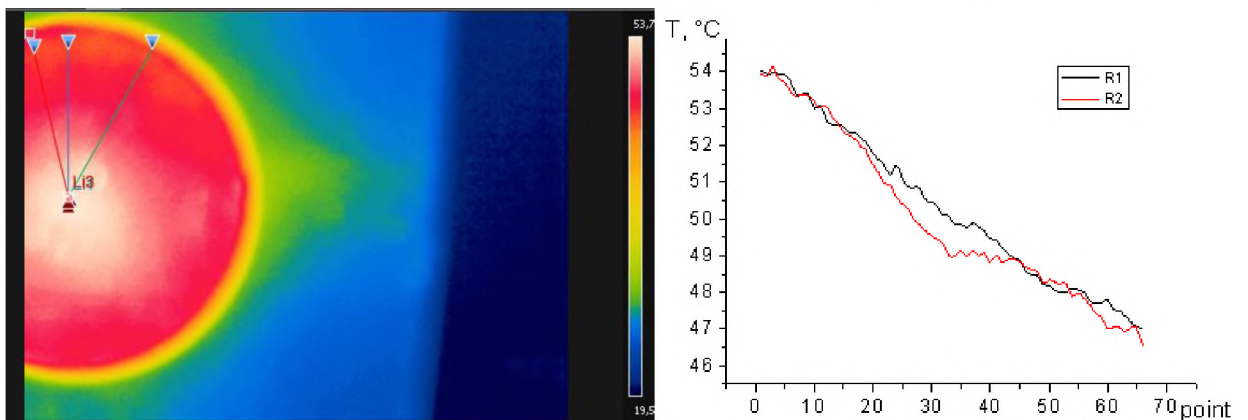


Рис.3.48. Тепловизионное изображение образца германия (а) и радиальные температурные профили (б)

Третий эксперимент был проведен на образце диаметром 55 мм и толщиной 4мм с сильно неоднородным распределением примеси (рис.3.49).

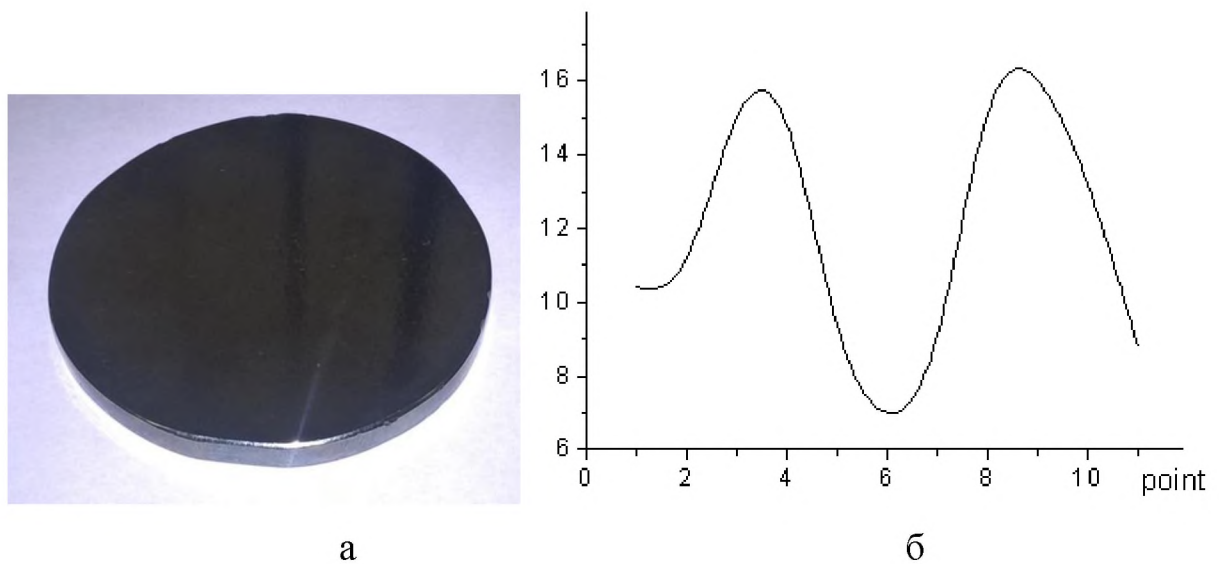


Рис.3.49. Образец германия с сильно неоднородным распределением легирующей примеси (а). Удельное электросопротивление, измеренное 4-х зондовым методом по диаметру (б)

Тепловизионное изображение и температурные профили представлены на рисунке 3.50. Один из температурных профилей взят с заниженным значением коэффициента излучения - для рассмотрения возможности контрастирования метода.

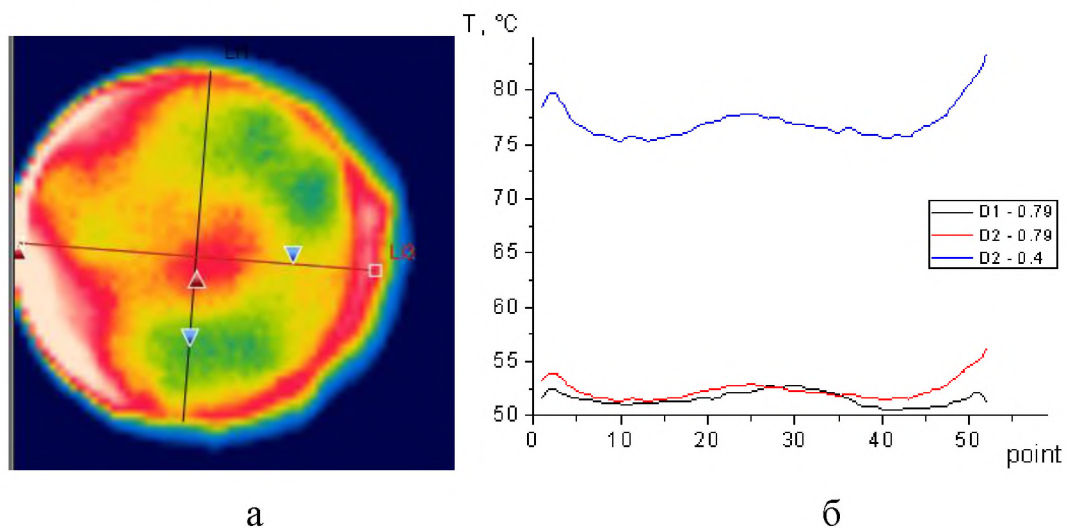


Рис.3.50. Тепловизионное изображение образца германия (а) и диаметральные температурные профили с различными значениями коэффициентов излучения (б)



Из представленных выше результатов следует, что использование тепловизионного метода в совокупности с зондовым способом значительно расширяет возможности для анализа распределения легирующей примеси и удельного электросопротивления в кристаллах и позволяет выявлять в них неоднородные области, даже если их размеры незначительны.

#### 3.4.4 ИК-дефектоскопия и лазерная коноскопия светозвукопроводов включенных акустооптических устройств

В данном разделе представлен пример объединения тепловизионного и коноскопического метода с целью выявления в кристаллах наведённых различными воздействиями оптических неоднородностей. В процессе работы акустооптического дефлектора (рис.3.51) со светозвукопроводом (СЗП) из монокристалла парателлурита происходит нагрев оптического элемента за счет поглощения ультразвуковых волн, а также вследствие теплопередачи от работающего и нагревающегося пьезоэлемента.

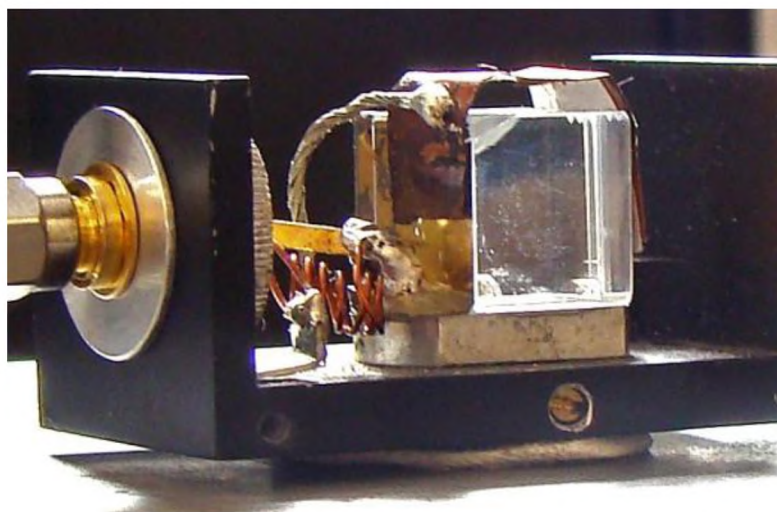


Рис.3.51. Акустооптический дефлектор на основе монокристалла парателлурита

Результаты тепловизионной съемки работающего устройства представлены на рисунке 3.52 для различных частот акустического излучения. Анализ полученных данных показал, что максимальный нагрев



соответствует частотам 65 и 80 МГц, а максимальный температурный градиент, порядка  $4^{\circ}\text{C}/\text{см}$ , соответствует 65 МГц (рис.3.53).

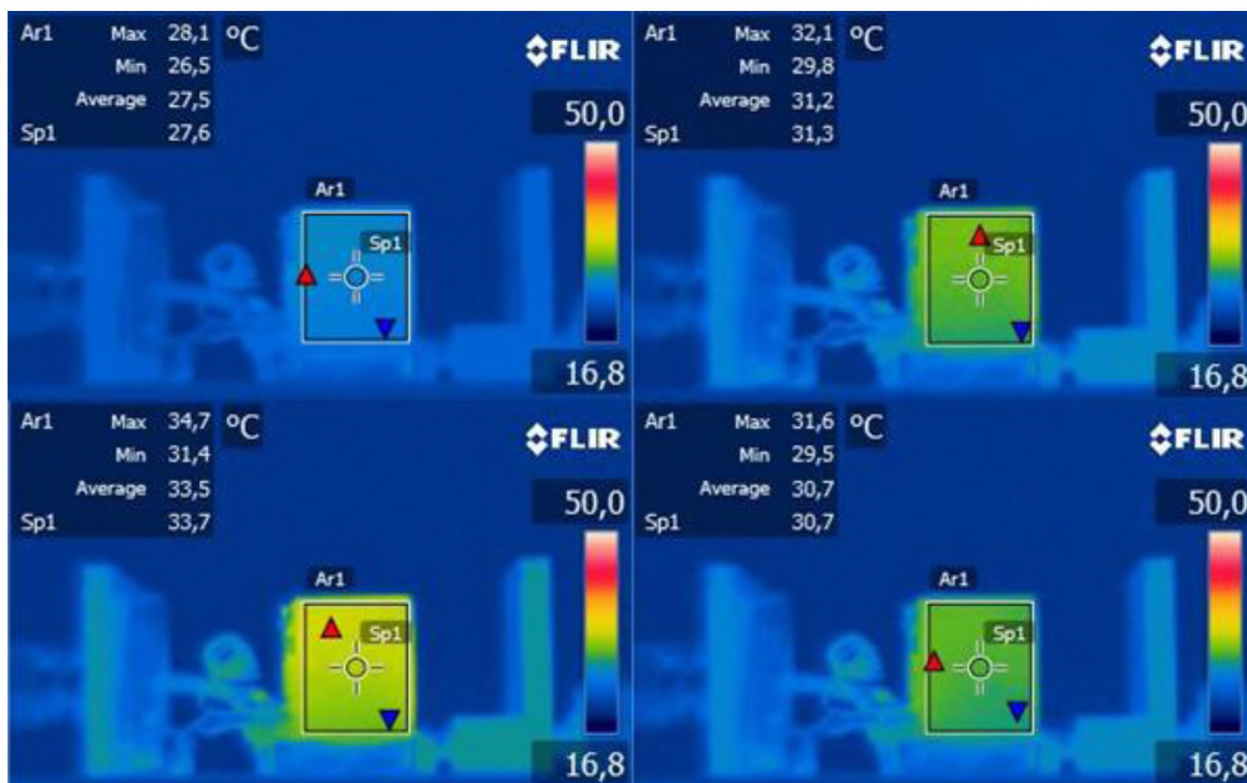


Рис.3.52. Тепловизионные изображения работающего дефлектора

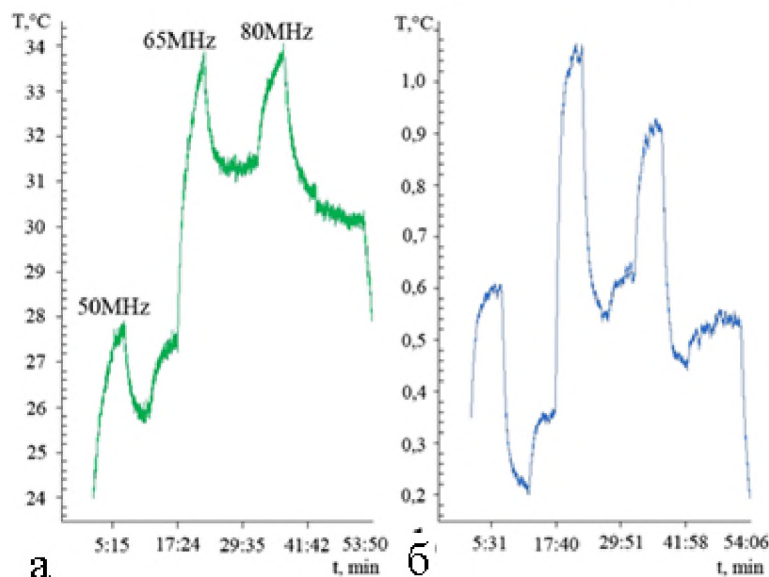


Рис.3.53. Средняя температура на входной грани АО дефлектора (а) и среднеквадратичное отклонение температуры от средней (б)

Это приводит к дополнительной нестабильности основных характеристик акустооптических устройств. Если учесть, что и

коэффициенты затухания ультразвука, и константы упругой жёсткости, и коэффициенты теплопроводности также сложным образом зависят от температуры, то итоговое воздействие неравномерного нагрева на ту или иную характеристику устройства с трудом поддаётся теоретическим расчётам.

На рис.3.54 представлены коноскопические картины оптического элемента при выключенном дефлекторе и при его работе на частоте 65МГц. Так как в АОД оптическая ось кристалла не совпадает с нормалью к входной поверхности, то наблюдаемая нами картина при выключенном устройстве не является системой вложенных окружностей или эллипсов.

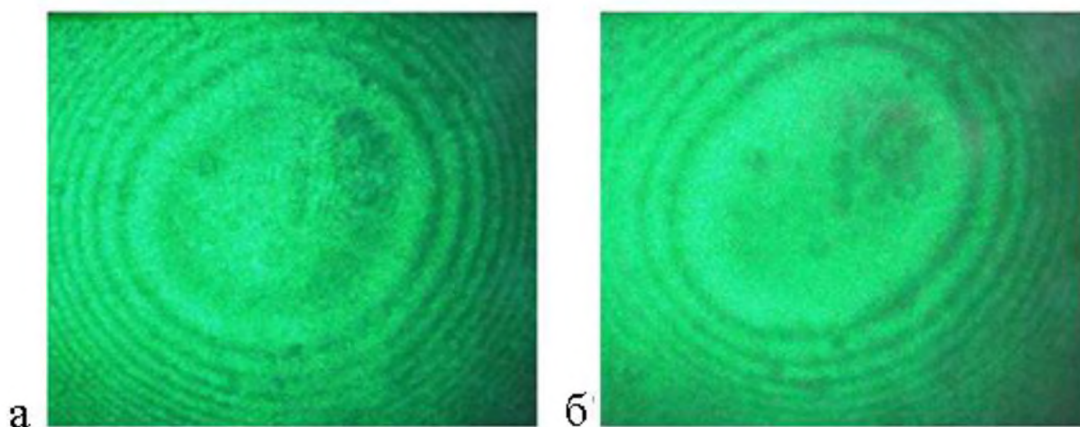


Рис.3.54. Коноскопические картины, полученные на СЗП акустооптического дефлектора в выключенном состоянии (а) и при работе на акустической частоте 65 МГц (б)

Наблюдающиеся изменения формы и расположения изохром эквивалентны появлению в кристалле парателлурита аномальной оптической двуосности с углом  $2V$  равным  $20^\circ$ - $25^\circ$ .

Таким образом, одновременное использование метода коноскопии и метода тепловизионного контроля позволяет получать ценную информацию о диапазонах акустических мощностей и частот, при которых нагревание кристаллов-светозвукопроводов, обусловленное поглощением ультразвука, не вызывает заметного ухудшения требуемых дифракционных характеристик акустооптических устройств – эффективности, разрешающей способности,

спектрального разрешения, быстродействия и т.д. Данные о результатах применения нового комплексного метода исследования искажений оптической индикатрисы в кристаллах включенных акустооптических устройств других типов (электронно-перестраиваемых фильтров и дисперсионных линиях задержки) содержатся в авторских работах, опубликованных в [114, 116].

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработаны методы моделирования, использующие геометрический и корпускулярный подходы, которые позволяют с высокой точностью описать вид оптических индикатрис пропускания и диффузного рассеяния при прохождении света через оптические элементы и оценить вклад дефектов в рассеяние световых потоков.
2. Анализ коноскопических картин разработанными методами позволяет выявить оптические аномалии и определить изменения оптической индикатрисы, вызванные наличием дефектов или внешним воздействием. Установлено:
  - отклонения коэффициентов преломления в объеме кристалла парателлурита при наличии свилей составляют 0,02-0,03;
  - аномальная оптическая двуосность обнаруживается при углах 2–3° и более;
  - в светозвукопроводах включенных АО устройств возникает аномальная оптическая двуосность; для исследуемого акустооптического дефлектора при работе на акустической частоте 65 МГц аномальная оптическая двуосность имела угол  $2V$  равный 20°-25°;
  - остаточные напряжения, возникающие при сварке оптического элемента из парателлурита с пьезоэлементом, вызывают изменения коэффициентов преломления в светозвукопроводе на величину ~0,01 и распространяются вглубь кристалла на 3-4 мм.
3. Коэффициент излучения оптических элементов из кристаллов германия при температурах 30-80 °С изменяется в зависимости от шероховатости их поверхностей – от 0,8 у шлифованных образцов с параметром шероховатости  $R_a \sim 400$  нм до 0,7 у полированных образцов с параметром шероховатости  $R_a \sim 3$  нм.
4. При нагреве оптических элементов шероховатость полированных поверхностей изменяется, что отражается на индикатрисах

пропускания и диффузного отражения. Для германия снижение пропускания света до 2% ( $\lambda=10.6$  мкм) и увеличение угла рассеяния проходящего и отраженного света на  $1,5-2,0^\circ$ .

5. Тепловизионным методом с использованием однородного нагрева можно контролировать параметры шероховатости и однородность полировки оптических элементов с точностью  $R_a \sim 2$  нм.
6. Распределение электроактивных примесей в кристаллах германия имеет тонкую структуру; использование тепловизионного метода расширяет возможности для оценки распределения легирующей примеси (в том числе в поликристаллическом материале). Разрешающая способность определения распределения примеси при этом увеличивается до 3 точек на миллиметр, что на порядок превышает разрешающую способность зондовых методов измерения удельного электросопротивления.



Основные результаты диссертационной работы опубликованы в  
следующих печатных работах

*В изданиях, рекомендованных ВАК РФ:*

1. Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., Sokolova E.I., Aydinjan N.V., Grechishkin R.M., **Tretiakov S.A.** Indices of Faces Developing on Czochralski-Grown Paratellurite Crystals // Crystallography Reports. 2019. Vol. 64. No. 1. P. 168–173. (DOI: 10.1134/S1063774519010115)
2. Zarubin V.P., Karabutov A.A., Yushkov K.B., Chizhikov A.I., Makarov O.Y., Molchanov V.Y., Cherepetskaya E.B., **Tretiakov S.A.**, Kolesnikov A.I. Laser-ultrasonic temperature mapping of an acousto-optic dispersive delay line // NDT & E International. 2018. V. 98. P. 171-176.
3. Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., Lyakhova M.B., **Tretiakov S.A.**, Aidinyan N.V., Kutuzov D.S., Morozova K.A. Non-isotropic light reflection by polished surfaces of single-crystalline optical elements // International Journal of Pharmacy and Technology. 2016. V.8. № 4. P. 26836-26839
4. **Tretiakov S.**, Kolesnikov A., Kaplunov I., Grechishkin R., Yushkov K., Shmeleva E. Thermal Imaging and Conoscopic Studies of Working Acousto-optical Devices on the Base of Paratellurite // International Journal of Thermophysics. 2016. V. 37. Is.1. 37:6. (DOI 10.1007/s10765-015-2017-x)
5. Tretiakov S.A., Kolesnikov A.I., Vorontsov M.S., Ivanova A.I. Technology of Creation Periodic Structure on Surface Crystal of Paratellurite // Journal of Nano- and Electronic Physics. 2016. Vol. 8 No 4(1). P. 04044. (DOI 10.21272/jnep.8(4(1)).04044)
6. **Tretiakov S.**, Grechishkin R., Kolesnikov A., Kaplunov I., Yushkov K., Molchanov V. and Linde B.B.J. Characterization of Temperature Field Distribution in Large-Size Paratellurite Crystals Applied in Acousto-Optic Devices //Acta Physica Polonica A. 2015. V. 127. N. 1. P. 72-74. (DOI: 10.12693/APhysPolA.127.72).
7. Kolesnikov A.I., **Tretiakov S.A.**, Grechishkin R.M., Morozova K.A., Yushkov K.B., Molchanov V.Ya., Linde B.B.J. A study of optical uniformity of lithium

- niobate and paratellurite crystals by the method of conoscopy // *Acta Physica Polonica A*. 2015. Т. 127. № 1. С. 84-86. (DOI: 10.12693/APhysPolA.127.84)
8. Каплунов И.А., Колесников А.И., Иванова А.И., Подкопаев О.И., **Третьяков С.А.**, Гречишкин Р.М. Микроморфология поверхности монокристаллических слитков германия, выращенных из расплава // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2015. № 5. С. 81-89.
9. Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., **Tretyakov S.A.**, Grechishkin R.M., Morozova K.A., Molchanov V.Y., Kolesnikov A.A. Isochromes in Conoscopic Patterns of Uniaxial Crystals under Normal's Random Orientation in Relation to Optical Axis // *Research Journal of Applied Sciences*. 2014. V. 9. Issue 12. P. 1134-1142. (DOI: 10.3923/rjasci.2014.1134.1142 )
10. Ilyashenko S.E., Ivanova A.I., Gasanov O.V., Grechishkin R.M., **Tretiakov S.A.**, Yushkov K.B., Linde B.B.J. Heat losses and thermal imaging of ferroic components // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2015. 12. 012048.
11. Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., **Tretiakov S.A.**, Malyshkina O.V., Grechishkin R.M. Piezooptic Effect and Dislocation Structure in Paratellurite Single Crystals // *Ferroelectrics*. 2012. Т. 441. № 1. P. 84-91. (DOI: 10.1080/00150193.2012.741939)
12. Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., Il'yashenko S.E., Molchanov V.Ya., Grechishkin R.M., Arkhipova M.A., **Tret'yakov S.A.** Optical Parameters of Paratellurite Crystals // *Crystallography Reports*. 2012. V.57. N7. P. 37-39. (DOI: 10.1134/S1063774512070115)
13. Каплунов И.А., Колесников А.И., Скоков К.П., Гречишкин Р.М., Седова Л.В., **Третьяков С.А.** Связь между механическими напряжениями и оптическими аномалиями в германии и парателлурите // *Оптический журнал*. 2005. Т. 72. № 7. С. 85-89.

*В других изданиях:*

1. **Третьяков С.А.**, Каплунов И.А., Колесников А.И., Иванова А.И. Влияние нагрева на рельеф поверхности и оптическое пропускание монокристаллов германия // В сборнике: VIII Международная конференция по фотонике и информационной оптике. Сборник научных трудов. М.: НИЯУ МИФИ, 2019. С. 89-90.
2. Kolesnikov A., **Tretiakov S.**, Kaplunov I., Grechishkin R., Vorontsova E., Ivanova P. Laser Conoscopy Study of Optical Anomalies in Uniaxial Crystals // KnE Energy. 2018. p. 297–303 (DOI 10.18502/ken.v3i3.2041)
3. **Третьяков С.А.**, Иванова А.И., Каплунов И.А., Лаврова Е.Ю. Метод тепловизионного контроля для оценки удельного сопротивления и концентрации легирующей примеси в монокристаллах германия // Сборник научных трудов VII Международной конференции по фотонике и информационной оптике. М.: НИЯУ МИФИ, 2018. С. 50-51.
4. Колесников А.И., Каплунов И.А., **Третьяков С.А.**, Гречишкин Р.М., Ляхова М.Б., Рыбина С.С., Воронцов М.С. Закономерно ориентированные блики при отражении лазерного света от полированных поверхностей монокристаллов // Сборник научных трудов VII Международной конференции по фотонике и информационной оптике. М.: НИЯУ МИФИ, 2018. С. 302-303.
5. Каплунов И.А., Молчанов В.Я., Колесников А.И., Чижиков А.И., **Третьяков С.А.**, Гречишкин Р.М., Айдинян Н.В., Кутузов Д.С., Иванова П.В., Рыбина С.С. Перспективы применения акустооптических устройств в геологии и геофизике // Материалы IV Международной научно-практической конференции. Часть 1. Майкоп: Изд-во «Кучеренко В.О.», 2017. С. 222-232.
6. **Третьяков С.А.**, Каплунов И.А., Колесников А.И., Иванова А.И. Влияние параметров поверхности на коэффициент излучения монокристаллов германия // Физика и технология наноматериалов и структур: сборник научных статей 3-й Международной научно-практической конференции. Курск: ЗАО «Университетская книга», 2017. Т. 2. С. 219-224.

7. Иванова А.И., **Третьяков С.А.**, Слободянюк К.А., Таргоний А.А. Влияние параметров поверхности на оптическое пропускание монокристаллов германия // Сборник научных трудов VI Международной конференции по фотонике и информационной оптике. М.: НИЯУ МИФИ, 2017. С. 324-325.
8. Колесников А.И., Каплунов И.А., Ляхова М.Б., **Третьяков С.А.**, Айдинян Н.В. Азимутальные максимумы в индикатрисах отражения света полированными поверхностями монокристаллов // Сборник научных трудов VI Международной конференции по фотонике и информационной оптике. М.: НИЯУ МИФИ, 2017. С. 336-337.
9. **Третьяков С.А.**, Каплунов И.А., Таргоний А.А., Слободянюк К.А. Определение коэффициентов излучения кристаллов германия с различной шероховатостью поверхности // Сборник научных трудов VI Международной конференции по фотонике и информационной оптике. М.: НИЯУ МИФИ, 2017. С. 326-327.
10. Колесников А.И., Морозова К.А., Каплунов И.А., Ляхова М.Б., Гречишкин Р.М., **Третьяков С.А.**, Айдинян Н.В., Кутузов Д.С. Неизотропное отражение света полированными поверхностями парателлурита и германия // Труды XIII Международной конференции «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов». Курск: ЮЗГУ; НИТУ «МИСиС», 2016. Ч. 1. С. 212-216.
11. Кутузов Д.С., Колесников А.И., Каплунов И.А., **Третьяков С.А.** Применение метода лазерной коноскопии для контроля оптической однородности одноосных кристаллов // Современные тенденции развития науки и технологий. 2015. № 4-1. С. 13-19.
12. Колесников А.И., Каплунов И.А., Морозова К.А., **Третьяков С.А.** Влияние рельефа поверхности на отражение и пропускание электромагнитного излучения // Аннотированный сборник материалов Всероссийской научно-технической конференции «Расплетинские чтения-2016». М.: ПАО «НПО «Алмаз», 2015. С. 103.

13. Каплунов И.А., Гречишкин Р.М., Колесников А.И., **Третьяков С.А.** Периодичности профиля необработанной поверхности крупногабаритных кристаллов германия и их связь с кинетикой кристаллизации // Цветные металлы – 2013. Сб. научн.статей. Красноярск: Версо, 2013. С. 260-264.
14. Залетов А.Б., Шелопаев А.В., Архипова М.А., Колесников А.И., Каплунов И.А., **Третьяков А.С.** Рассеивающие включения в кристаллах парателлурифта // Высокие технологии, исследования, промышленность. Т. 1: Сб.трудов Девятой международной научно-практической конференции "Исследование, разработка и применение высоких технологий в промышленности". СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2010. С. 334-335.
15. А.Б. Залетов, А.В. Шелопаев, М.А. Архипова, И.А. Каплунов, А.И. Колесников, **С.А. Третьяков** Рассеивающие включения в кристаллах парателлурифта // Вестник ТвГУ. Серия «Физика». 2009. Выпуск 7. С. 14–18.
16. Каплунов И.А., Колесников А.И., Долматов А.Б., О.И. Токач О.И., **Третьяков С.А.**, Леванчук А.Н. Механические напряжения и оптические аномалии в кристаллах германия и парателлурифта // Вестник ТвГУ. Сер. Физика. Тверь: ТвГУ, 2004. Вып.4(6). С. 68-76.

*В патентах и заявках на патент, программных продуктах:*

1. Иванова А.И., Каплунов И.А., Колесников А.И., **Третьяков С.А.** Способ определения степени однородности одноосных кристаллов // Заявка на патент № 2018146521; приоритет 26.12.2018.
2. Каплунов И.А., Колесников А.И., Колесникова О.Ю., Иванова П.В., Шмидт В.А., Талызин И.В., **Третьяков С.А.** Способ измерения температуры локальных участков поверхности расплава в тигле при выращивании методом Чохральского монокристаллов веществ с температурой плавления выше 650 С // Патент № 2652640 от 28.04.2018 (Заявка на патент № 201614987; приоритет 20.12.2016).
3. **Третьяков С.А.**, Колесников А.И., Воронцов М.С., Иванова А.И. Способ получения периодических профилей на поверхности кристаллов



парателлурифта // Патент № 2623681 от 21.06.2017 (Заявка на патент № 2016137687; приоритет 22.09.2016)

4. **Третьяков С.А.**, Иванова А.И., Каплунов И.А. Способ определения плотности дислокаций в монокристаллах германия методом профилометрии // Патент России № 2600511 от 29.09.2016 (Заявка на патент № 2015140059; приоритет 22.09.2015).

5. Каплунов И.А., Колесников А.И., Талызин И.В., **Третьяков С.А.**, Колесникова О.Ю. Способ отдельного определения вероятностей поглощения и рассеяния фотонов на единицу пути в твердых оптических материалах // Патент России № 2533538 от 27.08.2014 г. (Заявка на патент № 2013121761; приоритет 14.05.2013 г.).

6. Рыбина С.С., Колесников А.И., **Третьяков С.А.** Программа вероятностного расчета прохождения фотона через вещество // Свидетельство. Программа для ЭВМ № 2015619641 от 09.09.2015

7. Шмелева Е.В., Колесников А.И., **Третьяков С.А.** Программа получения и анализа коноскопических картин оптических кристаллов // Свидетельство. Программа для ЭВМ № 2015618584 от 12.08.2015

8. Колесников А.И., **Третьяков С.А.**, Хохлов Д.В. Расчет коэффициентов пропускания и отражения электромагнитного излучения поверхностями с различным микрорельефом // Свидетельство. Программа для ЭВМ № 2012661069 от 06.12.2012.

9. Колесников А.И., **Третьяков С.А.** Расчет положения необыкновенного луча в одноосных кристаллах // Свидетельство. Программа для ЭВМ № 2012661057 от 06.12.2012.

## Список литературы

1. Каплунов И.А., Колесников А.И., Гавалян М.Ю., Белоцерковский А.В. Оптические свойства крупногабаритных монокристаллов германия. //Оптика и спектроскопия. 2016. Т.120. №4. с.691-696.
2. Каплунов И.А. Выращивание, оптические свойства и дислокационная структура кристаллов германия для инфракрасной оптики. // Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук. Тверь. 2006. 364С.
3. Алферов Ж.И. Тенденции и перспективы развития солнечной фотоэнергетики. //Физика и техника полупроводников. 2004. Т.38. Вып.8. с.937-948.
4. Гусев В.А., Старков В.В., Шоферистов С.Е. Повышение эффективности фотопреобразователей с зарядовыми насосами // Вісник СевНТУ. Вип.131/2012. Серія: Інформатика, електроніка, зв'язок. - Севастополь. 2012. С. 102-107.
5. Звелто О. Принципы лазеров. СПб.: «Лань». 2008. 720с.
6. Сенник Б.Н. Применение кристаллов в перспективных разработках гиперспектральных оптических систем. //Прикладная физика. 2007. №3. с136-143.
7. Осико В., Щербаков И. Твердотельные лазеры. Часть I. //Фотоника. 2013. №3/39. с.14-35.
8. Осико В., Щербаков И. Твердотельные лазеры. Часть II. //Фотоника. 2013. №4/40. с.24-43.
9. Рябцев Г.И., Богданович М.В., Григорьев А.В., Кабанов В.В., Костик О.Е., Лебедок Е.В., Лепченков К.В., Осипенко Ф.П., Рябцев А.Г., Чайковский А.П., Щемелев М.А., Титовец В.С. Мощный полностью твердотельный многоволновой лазер для аэрозольных лидаров. //Оптический журнал. 2014. Т.81. №10. с.20-25.
10. Колачев А.А. Элементная база дальнедействующей квантовой связи. Часть 2. //Фотоника. 2017. №1. с.88-98.

11. Молчанов В.Я., Китаев Ю.И., Колесников А.И., Нарвер В.Н., Розенштейн А.З., Солодовников Н.П., Шаповаленко К.Г. Теория и практика современной акустооптики. М.: МИСиС. 2015. 459с.
12. V. V. Lozhkarev, G. I. Freidman, V. N. Ginzburg et al. Compact 0.56 petawatt laser system based on optical parametric chirped pulse amplification in KDP crystals. //Laser Phys. 2007. 4. №6. p.421-427.
13. Молчанов В.Я., Чижиков С.И., Юшков К.Б. Двухкаскадная акустооптическая дисперсионная линия задержки для фемтосекундных лазеров. //Квантовая электроника. 2011. Т.41. №8. с.675-676.
14. Величко О.М., Урмин В.Д., Якутов Б.П. Оптические характеристики приповерхностной плазмы, инициированной мощными лазерными импульсами фемтосекундной длительности различной поляризации. //Квантовая электроника. 2000. Т.30. №10. с.889-895.
15. M. Doroshenko, T. Basiev, V. Osiko et al. Oscillation properties of dysprosium-doped lead thiogallate crystal. //Opt. Lett. 2009. V.34. p.590-592.
16. Бадиков В., Бадиков Д., Дорошенко М. Лазер среднего ИК-диапазона на кристалле  $PbGa_2S_4:Dy^{3+}$ . //Фотоника. 2010. №2. с.8-10.
17. Каргин Ю.Ф., Бурков В.И., Марьин А.А., Егорышева А.В. Кристаллы  $Bi_{12}M_xO_{20\pm 5}$  со структурой силленита. Синтез, строение, свойства. М.: ИОНХ. 2004. 312С.
18. Мамедов В.М. Исследование процессов выращивания оксидных кристаллов из расплава методами Чохральского и Степанова с помощью вычислительного эксперимента. //Диссертация на соискание ученой степени кандидата ф.-м. наук. Санкт-Петербург. 2009. 158С.
19. Tournois P. Acousto-optic programmable dispersive filter adaptive compensation of group delay time dispersion in laser systems //Optics communication. 1997. №140. p.245-249.

20. Molchanov V. Ya., Makarov O. Yu. Quasi-collinear acoustooptic filters using strong acoustic anisotropy in tellurium dioxide crystal. //J. of Physics: Conf. Series. 2007. №92. p.012070.
21. Молчанов В.Я. Интеллектуальные акустооптические системы адаптивного управления спектральными амплитудами и фазами фемтосекундных импульсов мощных лазерных комплексов. //Вестник РФФИ. 2012. №1(73). с.134-140.
22. Magdich L.N., Molchanov V. Ya. Acoustooptic Devices and Their Application. New York: Gordon and Breach Science Pub. 1989. 238p.
23. Мазур М.М., Шорин В.Н., Чижиков С.И., Леонов С.Н. Двойной акустооптический монохроматор на  $\text{CaMoO}_2$ . //Оптика спектроскопия. 1989. Т.67. Вып.3. с.736-737.
24. Voloshinov V.B., Gupta N. Ultraviolet-visible imaging acousto-optic tunable filters in KDP. //Appl. Opt. 2004. V.43. №19. p.3901-3909.
25. Рютеринг М. Сравнительный анализ лазерной техники. //Фотоника. 2011. Вып.3. с.26-32.
26. Смирнов Ю.М., Молчанов В.Я., Колесников А.И., Терентьев И.А., Ильин В.Е. Новые применения акустооптических устройств предъявляют новые требования к монокристаллам парателлурита. //Физика кристаллизации. Тверь:ТвГУ. 2002. с.9-17.
27. Блистанов А.А. Кристаллы квантовой и нелинейной оптики. М.: 2000. 432с.
28. Gupta N., Voloshinov V.B., Knyazev G.A. and Kulakova L.A. Tunable wide-angle acousto-optic filter in single-crystal tellurium. //Journal of Optics A: Pure and Applied Optics. 2012. V.14. 035502(9pp).
29. Gottlieb M., Goutzoulis A. and Singh N. High-performance acousto-optic materials:  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  and  $\text{PbBr}_2$ . //Opt.Eng. 1992. 312110-7.
30. Богданович М.В., Григорьев А.В., Ланцов К.И. и др. Портативные твердотельные лазеры с диодной накачкой. //Фотоника. 2016. №1. с.58-63.

31. Weber M.J. Handbook of optical materials. 2003. CRS Press.
32. Sapriel J., Molchanov V., Aubin G., Gosselin S. Acousto-optic switch for telecommunication network. //Proc. SPIE. 2004. V.5828. p.68-75.
33. Молчанов В.Я., Лютый В.М., Есипов В.Ф. и др. Акустооптический спектрофотометр изображений для астрофизических наблюдений. //Письма в астрономический журнал. 2002. Т.28. с.713-720.
34. Molchanov V.Ya., Makarov O.Yu., Kolesnikov A.I. Acousto-optical imaging filter for astrophysics objects and star spectroscopy. //Advances in Acousto-Optics AAO-01. Poland: Gdansk. 2001. Technical Digest. p.23.
35. Korablev O.I., Bertaux J.L., Kalinnikov K.Yu. et al. Exploration of Mars in SPIKAM-IR Experiment onboard the Mars-Express Spacecraft: 1. Acousto-Optic Spectrometer SPIKAM-IR. //Cosmic Research. 2006. V.44. №4. p.278-293.
36. Илькаев Р.И., Горонин С.Г. Исследование проблем термоядерного синтеза на мощных лазерных установках. //Вестник РАН. 2006. Т.76. №6. с.503-515.
37. Багаев С.Н. Фемтосекундная лазерная физика. //Успехи современной радиоэлектроники. 2004. №5-6. с.70-85.
38. Squier J.A., Vitek D.N., Block et al. //Abstracts of the 8-th International Conference Ultrafast Optics. Monterey. California. USA. 2011. p.101-102.
39. Jeong T.M., Sung J.H., Lee S.K. et al. 0.1-Hz Petawatt CPA Ti: Sapphire Laser System: Potential Front-end System for Tens of PW Laser System. //The International Committee on Ultra-High Intensity Lasers 2010 ICUL Conference, 26 September – 1 October Watkins Glen. New York. Technical Digest. 2010. p.117-118.
40. Алексева О. Наноструктурные оптические покрытия для защиты пилотов самолётов от «лазерных атак». //Фотоника. 2013. №5. с.98-104.
41. Игнатов А.Г. Военное применение лазерной техники набирает обороты и начинает определять технический уровень современного и перспективного вооружения. //Фотоника. 2016. №4. с.14-25.



42. Grabmaier J.G. Suppression of constitutional supercooling in Czochralsky-growth paratellurite. //J. Crystal Growth. 1979. V.20. p.82-88.
43. Bonner W.A. High Quality Tellurium Dioxide for Acousto-Optic and Non-Linear Applications. //Electronic Materials. 1972. V.1. p.156-165.
44. Колесников А.И., Каплунов И.А., Терентьев И.А. Дефекты различных размерностей в крупногабаритных монокристаллах парателлурифта. //Кристаллография. 2004. Т.49. №2. с.234-238.
45. Колесников А.И. Влияние условий роста на распределение дефектов в чистых и легированных монокристаллах парателлурифта. //Диссертация на соискание ученой степени кандидата ф.-м. наук. Тверь:ТвГУ. 1996. 231С.
46. Янски И., Петер А., Мечеки А. и др. О плотности дислокаций и затухании гиперзвука в парателлурифте. //Кристаллография. 1982. Т.27. Вып.1. с.152-155.
47. Foldvari L., Voszka R., Peter A. Comments on gas-bubble entrapment in TeO<sub>2</sub> single crystal. //Journal of Crystal Growth. 1982. V.59. p.651-653.
48. Айдинян Н.В. Кинетика роста крупногабаритных монокристаллов парателлурифта и германия в методе Чохральского. //Диссертация на соискание ученой степени кандидата ф.-м. наук. Тверь. 2017. 156С.
49. Veber P., Mangin J., Strimer P., Delarue P., Josse C., Saviot L. Brighmen Growth of Paratellurite Single Crystals. //Journal of Crystal Growth. 2004. №207. p.71-88.
50. Kokh A.E., Shevchenko V.S., Vlezko V.A., Kokh K.A. Growth of TeO<sub>2</sub> Single Crystals by the Low Temperature Gradient Czochralski Method with Nonuniform Heating. //Journal of Crystal Growth. 2013. №384. p.1-4.
51. Каплунов И.А., Рогалин В.Е. Оптические свойства и области применения германия в фотонике // Фотоника. 2019. №1. С. 88-106
52. Наумов А.В. Обзор мирового рынка германия. //Изв. Вузов. Материалы электронной техники. 2003. №4. с.7-14.

- 53.Иванов А.П. Оптика рассеивающих сред. Минск: Наука и техника. 1969. 571С.
- 54.Шмелев А.Б. Рассеяние волн статистически неровными поверхностями. //УФН. 1972. Т.106. с.459.
- 55.Punin O.Yu., Stuckenberg A.G. Anomalous Crystal Optics of Heterogeneous Crystals. //Crystallography Reports. 2003. V.50. №2. p.297-307.
- 56.Shtukenberg A., Punin X.O. Optically Anomalous Crystals. New York. Springer. 2007. 277P.
- 57.Dash W.C. Growth and Perfection of Crystals. Ed. R. H. Doremus, Wiley. N. Y. 1958. -361p.
- 58.Каплунов И.А., Колесников А.И., Скоков К.П., Гречишкин Р.М., Седова Л.В., Третьяков С.А. Связь между механическими напряжениями и оптическими аномалиями в германии и парателлурите. //Оптический журнал. 2005. Т.72. №7. с.85-89.
- 59.Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., Tretiakov S.A., Malyshkina O.V., Grechishkin R.M. Piezooptic Effect and Dislocation Structure in Paratellurite Single Crystals. //Ferroelectrics. 2012. V.441. №1. p.84-91.
- 60.Каплунов И.А. Внутренние напряжения и дислокационная структура монокристаллов германия. //Неорганические материалы. 2006. Т.42. №6. с.652-658.
- 61.Вайнштейн Б.К. Современная кристаллография Т.1. Симметрия кристаллов, методы структурной кристаллографии. М.: Наука. 1979. 384с.
- 62.Амелинкс С. Методы прямого наблюдения дислокаций. М.:Мир. 1968. 440С.
- 63.Колесников А.И., Малышкина О.В., Каплунов И.А., Иванова А.И., Третьяков С.А., Гречишкин Р.М., Воронцова Е.Ю. Определение дислокационной структуры в монокристаллах парателлурита методом

- фотоупругости. //Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2014. №1. с.81-89.
- 64.ГОСТ 32361-2013. Стекло и изделия из него. Пороки.
- 65.ГОСТ 3521-81. Стекло оптическое. Метод определения бесшвильности.
- 66.Багдасаров Х.С., Гиваргизов Е.И., Демьянец Л.Н. и др. Современная кристаллография Т.3. Образование кристаллов. М.: Наука. 1980. 401с.
- 67.Колесников А.И., Шелопаев А.В., Каплунов И.А., Талызин И.В., Горшков В.Н. Распространение света в кристаллах при наличии рассеяния. //Прикладная физика. 2009. №1. с.32-35.
- 68.Каплунов И.А., Колесников А.И., Талызин И.В., Третьяков С.А., Колесникова О.Ю. Способ отдельного определения вероятности поглощения и рассеяния фотонов на единицу пути в твердых оптических материалах. Патент на изобретение. RUS2533538. 19.08.2013.
- 69.Kolesnikov A.I., Tretiakov S.A., Grechishkin R.M., Morozova K.A., Yushkov K.B., Molchanov V.Ya. and Linde B.B.J. A Study of Optical Uniformity of Litiun Niobate and Paratellurite Crystals by the Method of Conoscopy. //Acta Physica Polonica A. 2015. №1. Vol.127. p.84-86.
- 70.Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., Tretyakov S.A., Grechishkin R.M., Morozova K.A., Molchanov V.Ya., Kolesnikov A.A. Isochromes in Conoscopic Patterns of Uniaxial Crystals under Normal's Random Orientation in Relation to Optical Axis. //Research Journal of Applied Sciences. 2014. V.9. Issue 12. p.1134-1142.
- 71.Kolesnikov A.I., Grechishkin R.M., Tretyakov S.A., Molchanov V.Ya., Ivanova A.I., Kaplunova E.I., Vorontsova E.Yu. Laser conoscopy of Large-Sized optical crystals. //Materials Science and Engineering. 2013. T.49. p.012037.
- 72.Виноградов А.В., Ломонов В.А., Першин Ю.А., Сизова Н.П. Рост и некоторые свойства монокристаллов  $\text{TeO}_2$  большого диаметра // Кристаллография. 2004. Т. 49. № 2. С. 209-211.

73. Борткевич А.В., Полушкин А.Ю., Середенко М.М., Белых А.М., Беляева О.Н. Решение обратной задачи при определении оптических характеристик светорассеивающих материалов в видимой и ИК-областях спектра на основе двухпараметрической двухпоточковой теории рассеяния. // Оптический журнал. 1999. Т.66. №3. с.63-65.
74. Рогаткин Д.А. Об одном подходе к решению многомерных задач теории рассеяния света в мутных средах. // Квантовая электроника. 2001. Т.31. №3. с.279-281.
75. Середенко М.М. Применимость закона Бугера к оценке светорассеивающих свойств гетерогенной среды с плоскими границами. // Оптический журнал. 1999. Т.66. №1. с.29-31.
76. Колесников А.И., Шелопаев А.В., Каплунов И.А., Талызин И.В., Воронцова Е.Ю. Ослабление света монокристаллами парателлуриита. // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2009. №4. с.27-30.
77. Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., Pyashenko S.E., Molchanov V.Ya., Grechishkin R.M., Arkhipova M.A., Tretyakov S.A. Optical Parameters of Paratellurite Crystals. // Crystallography Reports. 2012. V.57. №7. p.909-911.
78. Алексеева Л.В., Повх И.В., Строганов В.И. Особенности полного внутреннего отражения в оптических кристаллах. // Письма в ЖТФ. 1999. Т.25. №1. с.46-51.
79. Гришечкин М.Б., Денисов И.А., Силина А.А. и др. Исследование дефектов структуры в кристаллах CdZnTe методами инфракрасной и оптической микроскопии. // Прикладная физика. 2014. №6. с.10.
80. Маколкина Е.Н., Пржеvusкий А.К. Влияние структурных дефектов на оптические параметры кристаллов германия. // Оптический журнал. 2003. Т.70. №11. с.64-67.

81. Караванов В.Б., Сахновский Н.Ю. Влияние качества полировки поверхности монокристаллов Ge на их оптические константы. //Журнал прикладной спектроскопии. 1986. Т.14. №4. с.623-627.
82. Guo L.J. Nanoprint lithography: methods and material requirements. //Adv. Mater. 2007. V.19. p.495-513.
83. Honsa P., Richter I., Fiala P. Rigorous Analysis of Surface-relief Diffraction Gratings: a Comparison of CM and RCWA Methods. //Diffractive Optics. Budapest. 2001. p.74-75.
84. Полянский В.К., Рвачев В.П. Рассеяние света при отражении от статистически распределенных микроплощадок. Дифракционное рассмотрение. //Оптика и спектроскопия. 1967. Т.22. с.279.
85. Southwell W.H. Gradient-index antireflection coating. //Opt. Lett. 1983. V.8. p.584-586.
86. Southwell W.H. Pyramidal-array surface-relief structures producing antireflection index matching on optical surfaces. //J. Opt. Soc. Am. A. 1991. V.8. p.549-553.
87. Siddique R.H., Gomard G., Holscher H. The role of random nanostructures for the omnidirectional anti-reflection properties the glass-wing butterfly. //Nature Communications. 2015. p.1-8.
88. Колесников А.И., Каплунов И.А., Морозова К.А., Третьяков С.А. Влияние рельефа поверхности на отражение и пропускание электромагнитного излучения. // Аннотированный сборник материалов Всероссийской научно-технической конференции «Расплетинские чтения - 2016». М.: ПАО НПО «Алмаз». 2015. с.103.
89. Колесников А.И., Каплунов И.А., Морозова К.А., Третьяков С.А. Влияние рельефа поверхности на отражение и пропускание электромагнитного излучения. //Вестник воздушно-космической обороны. 2018. №1(17). с.5-11.
90. Колесников А.И., Каплунов И.А., Третьяков С.А и др. Закономерно ориентированные блики при отражении лазерного света от



- полированных поверхностей монокристаллов. Сборник VII Международной конференции по фотонике и информационной оптике. 2018. с.302-303.
- 91.Иванова А.И. Микроморфология поверхности и дислокационная структура крупногабаритных оптических кристаллов германия и парателлуриата. // Диссертация на соискание ученой степени кандидата ф.-м. наук. Тверь. 2015.
- 92.Седова Л.В. Образование газовых включений при синтезе кристаллов парателлуриата из расплава. //Диссертация на соискание ученой степени кандидата ф.-м. наук. Тверь:ТвГУ. 2005. 153С.
- 93.ГОСТ 3522-81. Материалы оптические. Методы определения пузырности.
- 94.Шувалов Л.А., Урусовская А.А., Желудев И.С. и др. Современная кристаллография Т.4. Физические свойства кристаллов. М.: Наука. 1981. 496 с.
- 95.Сиротин Ю.И., Шаскольская М.П. Основы кристаллофизики. М.:Наука. 1979. 640С.
- 96.Bajor A., Salbut L., Szwedowski A. Imaging conoscope for investigation of optical inhomogeneity in large boules of uniaxial crystals. //Review of scientific instruments. 1998. V.69. №3. p.1476-1487.
- 97.Pekka H., Ayras A.T., Friberg T., Matti A., Kaivola M., Salomaa M. Conoscopic interferometry of surface-acoustic-wave substrate crystals. //Applied Optics. 1999. V.38. №25. p.5399-5407.
- 98.Rudoy K.A., Nabatov B.V., Stroganov V., Konstantinova A.F., Alekseeva L.V., Evtushenko E.A., Kidyarov B.I. Conoscopic Figures of Optically Active Uniaxial Crystals. //Crystallography Reports. 2003. V.48. №2. p.300-304.
- 99.Brett L., Van Horn, Henning W. Analysis of the conoscopic measurement for uniaxial liquid-crystal tilt angles. //Applied Optics. 2001. V.40. №13. p.2089-2094.

100. Mamedov N., Yamamoto N., Shim Y., Ninomia Y., Takizava T. Extended application of light figures to optically active materials with transversally isotropic dielectric function. //Jpn. J. Appl. Phys. 2003. V.42. p.5145-5152.
101. Wen T.D., Raptis Y.S., Anastassakis E., Lalov I.I., Miteva A.I. Interference patterns under normal incidence of birefringent optically active plane parallel pants. //J. Appl. Phys. D. 1995. V.28. p.2128-2134.
102. Cozozella N., Zebeau M., Magni G., Paone N., Rinaldi D. Quality inspection of anisotropic scintillating lead tungstate ( $\text{PbWO}_4$ ) crystals throw measurement of interferometric fringe pattern parameters. //Nuclear Instruments and Method in Physics Research. A469 (2001). p.331-339.
103. Ландсберг Г.С. Оптика. Учебное пособие. М.:Физматлит. 2003. 848С.
104. Born Max, Wolf Emil Principles of optics. New York: Pergamon press. 1985. p.640-648.
105. Kaplunov I.A., Kolesnikov A.I., Nikitin P.A., Voloshinov V.B., Knyazev B.A. Infrared and terahertz transmission properties of Germanium Single Crystals. //Journal of Physics: Conference Series. 2016. T.737. №1. p.012021.
106. Уханов Ю.И. Оптические свойства полупроводников. М.: Наука. 1977. 368С.
107. Международный стандарт – ISO 16150-1:2002. Оптика и оптические приборы – Нормирование характеристик оптических материалов, используемых в инфракрасной спектральной области 0.78-100мкм. Часть 1.
108. Rieke, G.H. Infrared Detector Arrays for Astronomy.// Annu. Rev. Astro. Astrophys. journal. 2007. Vol. 45. P. 77.
109. А. А. Васильев, Д. Касасент, И. Н. Компанец, А. В. Парфенов. Пространственные модуляторы света / Под ред. И. Н. Компанца. — М.: Радио и связь, 1987, – 320 с.

110. Gupta N. Investigation of a mercurous chloride acoustooptic cell based on longitudinal acoustic mode. //Appl. Opt. 2009. V.48. p.151-8.
111. Foldvari L., Raksanui K., Voszka R., Hartmann E., Peter A. The role of impurities in the quality of paratellurite single crystals. //Journal of Crystal Growth. 1981. №52. p.561-565.
112. Скворцов Л.А., Степанцов Е.С. Лазерная прочность бикристаллической системы ниобат-танталат лития под действием лазерного излучения. //Квантовая электроника. 1993. Т.20. №11. с.1127-1129.
113. Третьяков С.А., Иванова А.И., Каплунов И.А., Лаврова Е.Ю. Метод тепловизионного контроля для оценки удельного сопротивления и концентрации легирующей примеси в монокристаллах германия. Сборник VII Международной конференции по фотонике и информационной оптике. 2018. с.302-303.
114. Tretiakov S.A., Grechishkin R.M., Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., Yushkov K.B., Molchanov V.Ya., Linde B.B.J. Characterization of temperature field distribution in large-size paratellurite crystals applied in acousto-optic devices. //Acta Physica Polonica A. 2015. V.127. №1. p.72-74.
115. Третьяков С.А., Каплунов И.А., Колесников А.И., Иванова А.И. Влияние нагрева на рельеф поверхности и оптическое пропускание монокристаллов германия. Сборник VIII Международной конференции по фотонике и информационной оптике. 2018. с.89-90.
116. Zarubin V.P., Karabutov A.A., Yushkov K.B., Chizhikov A.I., Makarov O.Y., Molchanov V.Y., Cherepetskaya E.B., Tretiakov S.A., Kolesnikov A.I. LASER-ULTRASONIC TEMPERATURE MAPPING OF AN ACOUSTO-OPTIC DISPERSIVE DELAY LINE NDT & E International. 2018. V. 98. 171-176p.

117. Рытов С.М., Кривцов Ю.А., Татарский В.И. Введение в статистическую радиофизику. Ч.2. Случайные поля. М.: Наука. 1978. 463с.
118. Тамойкин В.В., Фройман А.А. О статистических свойствах поля, рассеянного шероховатой поверхностью // Изв. Вузов: Радиофизика. 1971. Т.14. С. 854.
119. Семенов Б.И. Расчет рассеяния электромагнитных волн поверхностью тела шероховатого рельефа для произвольных углов наблюдения // Радиотехника и электроника. 1970. Т. 15. С. 595.
120. Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., Talyzin I.V., Tretyakov S.A., Gritsunova O.V., Vorontsova E.Yu. Features of Light attenuation in Crystals under Violation of the Bouguer Law // Crystallography Reports. 2008. V. 53. № 7. P. 1144.
121. Kaplunov I.A., Kolesnikov A.I., Shaiovich S.L. Method for Measuring Light Scattering in Germanium and Paratellurite Crystals // Crystallography Reports. V. 50. Suppl 1. 2005. P. 546-552.
122. Carlos D. S. Brites, Patricia P. Lima, Nuno J. O. Silva, Angel Millán, Vitor S. Amaral, Fernando Palacio, Luís D. Carlos Thermometry at the nanoscale // Nanoscale, 2012,4, 4799-4829. DOI: 10.1039/C2NR30663H.
123. D Teyssieux, D Briand, J Charnay, N F de Rooij and B Cretin Dynamic and static thermal study of micromachined heaters: the advantages of visible and near-infrared thermography compared to classical methods // Journal of Micromechanics and Microengineering, 2008, V18, № 6. DOI: 10.1088/0960-1317/18/6/065005.
124. Maldague X. Theory and practice of infrared technology for nondestructive testing. John Wiley & Sons, Inc., U.S.A., 2001.– 684.
125. Вавилов В.П. Тепловые методы неразрушающего контроля: Справочник. М.: Машиностроение, 1991. – 264 с.