

*На правах рукописи*

**Третьяков Сергей Андреевич**

**ВЛИЯНИЕ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ И МИКРОРЕЛЬЕФА  
ПОВЕРХНОСТЕЙ НА ОПТИЧЕСКУЮ ОДНОРОДНОСТЬ  
МОНОКРИСТАЛЛОВ**

01.04.07 Физика конденсированного состояния

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Тверь – 2019

Работа выполнена на кафедре прикладной физики федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тверской государственной университет»

Научный руководитель      доктор технических наук, профессор  
**Каплунов Иван Александрович**

Официальные оппоненты: **Ветров Василий Николаевич**, доктор технических наук, АО «Научно-производственное объединение Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова», ведущий научный сотрудник лаборатории ОМ 20

**Кугаенко Ольга Михайловна**, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник

Ведущая организация      федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Ярославский государственный университет им. П.Г. Демидова»

Защита состоится 29 ноября 2019 г. в 12:30 на заседании диссертационного совета Д 212.263.09 при ФГБОУ ВО «Тверской государственной университет» по адресу: 170002, г. Тверь, Садовый переулок, 35, ауд. 226.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Тверского государственного университета по адресу: 170100, г. Тверь, ул. Трехсвятская, 16/31, и в сети Интернет на сайте Тверского государственного университета <http://dissertations.tversu.ru/>

Автореферат разослан \_\_\_\_\_ 2019 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета Д 212.263.09

Е.В. Барабанова

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы.** Обзор литературы, посвященной применению монокристаллов, свидетельствует о существенной и все возрастающей роли в оптике, оптоэлектронике и фотонике, а также в других областях приборостроения. Анализ результатов развития технологии выращивания кристаллов, применяемых в оптических целях, показывает, что наряду с увеличением размеров и улучшением структурного и оптического качества, проблемы улучшения оптической однородности кристаллов остаются актуальными. 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.:

Однородность показателей преломления влияет на уровень шумов в изображениях и разрешение оптических приборов.

На коэффициент пропускания в кристаллах влияют потери излучения, связанные с поглощением и рассеянием.

Лазерная прочность (лучевая лазерная стойкость, лазерный порог разрушения) определяет порог разрушения материалов, что особенно важно при использовании мощных и сверхмощных, непрерывных и импульсных лазеров.

Оптические аномалии макроуровня (анизотропия свойств кристаллов, аномальная двуосность одноосных кристаллов), их наличие снижает эксплуатационные характеристики приборов.

Шероховатость поверхности влияет на индикатрису диффузного рассеяния.

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 объёмными дефектами структуры.

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

Для достижения цели были решены следующие основные задачи:

- 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 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, может применяться при контроле оптического качества одноосных кристаллов, прозрачных в видимом диапазоне. Кроме того, он может применяться для непосредственных наблюдений и исследований влияния тепловыделения в работающих акустооптических устройствах на оптическую однородность светозвукопроводов.

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 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.

**Методология и методы исследований.** При исследованиях оптической однородности прозрачных в видимом диапазоне монокристаллов парателлурита, при выявлении однородности 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. Эксперименты по обнаружению объемных структурных дефектов в крупногабаритных монокристаллах оптического германия проведены методом тепловизионной дефектоскопии. Измерения коэффициентов пропускания и отражения излучения монокристаллами германия и парателлуриита осуществлены в видимом и инфракрасном (до 20 мкм) диапазонах спектрометрическим методом. Создание модельных антиотражающих рельефов на поверхности оптических элементов из монокристаллов парателлуриита 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 концентрации 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 парателлуриита, 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, 1 заявка на изобретение (положительное решение), 4 свидетельства на программы для ЭВМ.

**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 4.6469.2017/8.9 и 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.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель исследований и задачи, решаемые в работе. Показаны научная новизна и практическая значимость полученных результатов, описаны методология и методы исследования. Представлены основные научные положения, выносимые на защиту. Приведены сведения об апробации работы, публикациях по теме диссертации, личном вкладе автора и объеме работы.

**В первой главе** (обзорной) рассмотрены типы дефектов структуры кристаллической решетки, механизмы их возникновения, а так же способы обнаружения. Проанализированы известные экспериментальные и теоретические данные о связи между дефектами структуры и оптическими неоднородностями в кристаллах, и их влиянии на коэффициенты пропускания, поглощения и рассеяния света. Рассмотрен эффект возникновения максимумов в индикатрисах отраженного и рассеянного света, вызванный геометрией поверхности монокристаллических элементов.

Подробно рассмотрены известные оптические аномалии в монокристаллах германия и парателлурита, которые являлись объектами исследований в экспериментальной части диссертационной работы, а также существующие методы их обнаружения и анализа, такие как химическое травление, интерферометрические исследования, просвечивание в расходящихся и плоскопараллельных поляризованных пучках света и др.

Общий анализ литературы позволяет сделать следующие выводы:

- Дефекты структуры кристаллов всех размерностей – вакансии, примесные атомы, дислокации, малоугловые границы, макроскопические включения посторонних фаз, а также сама поверхность кристалла – приводят к соответствующим ОА (оптическим аномалиям) 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 – в кристаллах германия – основными ОА являются вариации показателей преломления, неравномерность поглощения и рассеяния излучения в объёме кристалла. В одноосных кристаллах парателлуриита, выбранных в качестве второго модельного вещества ОА – это вариации показателей преломления, свилы, аномальная двуосность.
- Наиболее чувствительными методами исследования оптических аномалий в кристаллах обоих веществ являются интерференционные методы, в случае парателлуриита – метод лазерной коноскопии.
- При изучении наиболее грубых структурных и оптических неоднородностей в кристаллах германия и парателлуриита возможно применение тепловизионной аппаратуры, дающей изображения неравномерно нагретых объема материала.

**Во второй главе** представлены математические модели, разработанные в рамках выполнения исследований.

Модель на основе представлений геометрической оптики, предназначенная для анализа влияния шероховатости поверхности и особенностей её геометрии на индикатрисы отражения и рассеяния света, базируется на представлении света в виде лучей, взаимодействующих с границей раздела согласно законам геометрической оптики. Эффект интерференции не рассматривался, его невысокая вероятность может быть объяснена на основе представленной схемы распространения лучей на рисунке 1.

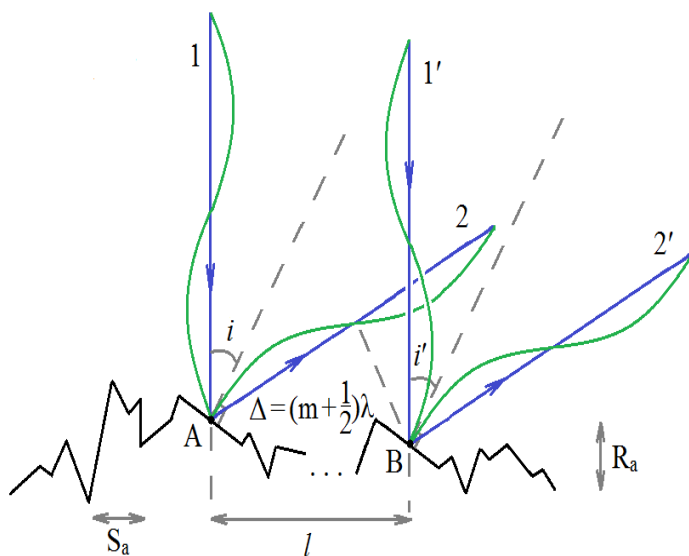


Рис.1. К рассмотрению возможной интерференции между двумя лучами 1' и 2', отраженными от двух микроплощадок, расположенных на большом расстоянии  $l$  друг от друга. А и В – точки падения исходных лучей 1 и 2;  $i$  – угол падения луча 1 на первую микроплощадку,  $i' = i$  – угол падения луча 2 на вторую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

При разработке модели влияния шероховатости поверхности на индикатрисы отражения и рассеяния света моделирование поверхности производится по принципу ломаной кривой, но, благодаря масштабированию (точки перелома возможно позиционировать с точностью до 1 нм), данное приближение не вносит серьёзных ошибок в расчеты, замкнутая кривая образует область с собственными коэффициентом преломления и коэффициентом экстинкции.

Моделирование светового потока является рекурсивной задачей геометрического двумерного 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. Как только луч покинет смоделированную область (отразится в сторону и больше ни с чем не пересечётся), он добавляется его в список лучей, покинувших область, запоминая при этом угол и интенсивность ушедшего луча. Из ушедших лучей строится индикатриса рассеяния (рис.2).

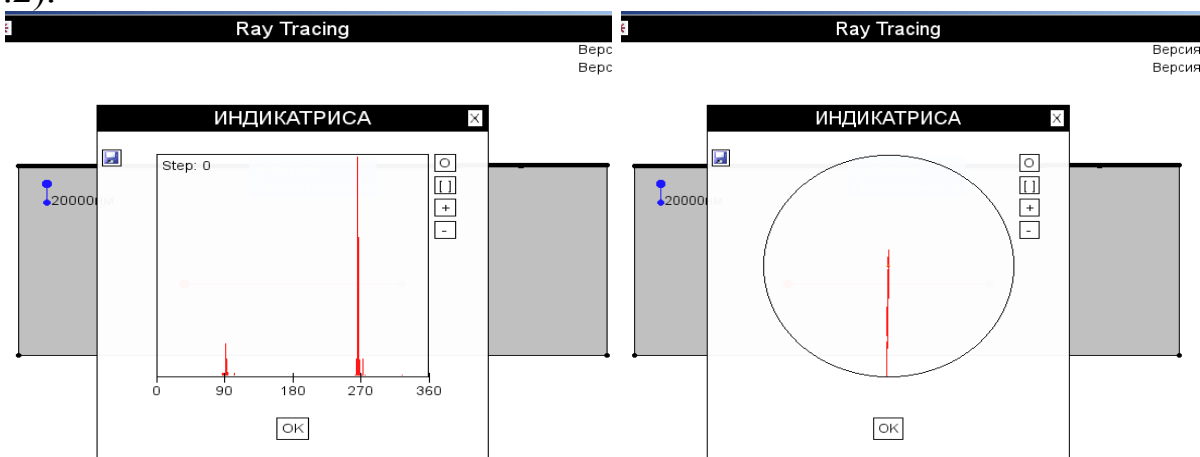


Рис.2. Оптические индикатрисы, полученные в результате моделирования

При моделировании процесса взаимодействия света с ОА внутри кристалла наиболее оптимальным является фотонная модель светового пучка, в которой следует учитывать все возможные варианты взаимодействия: 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).

Моделируемый образец разбивается на малые объемы (ячейки), которые случайным образом индексируются типом рассеивающей ОА или её отсутствием согласно концентрации заданной через параметры.

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 парателлурита 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 вперед и имеет несколько максимумов в направлениях, не совпадающих с осью светового пучка.

Таким образом, при моделировании потока фотонов, проходящих через материал, рассматривается судьба каждого фотона в отдельности в каждой ячейке, через которую он пролетает. Возможные варианты взаимодействия имеют вероятностный характер:

- Фотон попадает внутрь через внешнюю границу и проходит проверку на отражение, где коэффициент отражения является вероятностью данного события.

- 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 производится заново, пока фотон не будет поглощён, или пока он не покинет смоделированный кристалл.

Последнее событие, произошедшее с каждым фотоном, регистрируется для сбора статистических данных: количество поглощённых в слое, количество достигших слоя без изменения траектории, количество рассеянных фотонов, количество вышедших фотонов, их точки выхода и углы под которыми они покинули материал. Всё это позволяет не только получить расчётные данные (рис.3), но и визуализировать рассеяние светового потока при прохождении через кристалл (рис.4).

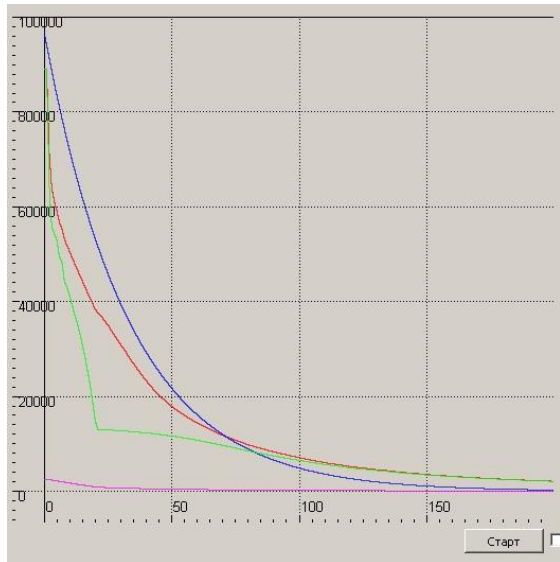


Рис.3. Численные результаты моделирования в виде графиков распределения фотонов в зависимости от последующего события

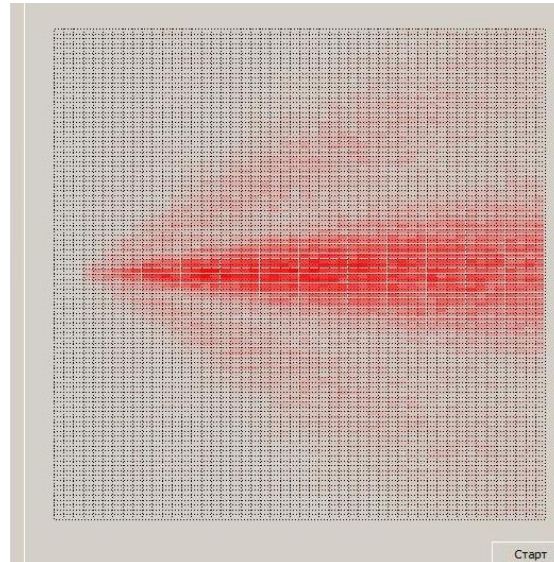


Рис.4. Результаты моделирования распределения фотонов, вылетевших из боковой грани кристалла парателлуриата при преобладающем малоугловом рассеянии Ми

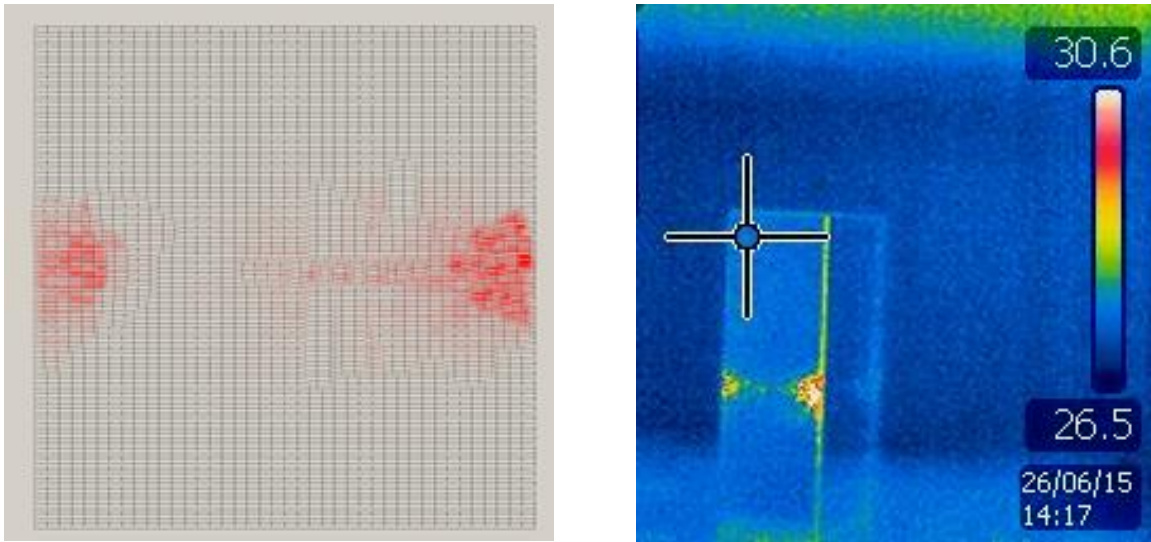


Рис.5. Рассеяние на боковую поверхность в образце германия

В рамках экспериментальной проверки описанной модели представлен результат смоделированного процесса 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.5).

В конце второй главы представлены результаты моделирования в виде графиков при различных концентрациях рассеивающих ОА, согласно которым можно сделать выводы о влиянии дефектов структуры на вид оптической индикатрисы.

**В третьей главе** проведены эксперименты по выявлению дефектов структуры в кристаллах парателлурита и германия и оценке их влияния на оптические параметры световых потоков разработанными, в рамках реализации поставленных задач, методами.

В оптических образцах на основе монокристаллов парателлурита методом коноскопии выявлялись свили; вызванные свилиями искажения геометрии изохром анализировались с использованием уравнения:

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

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.

В результате математического анализа, реализуемого путем графического построения (рис. 6, 7), была произведена оценка для отклонений коэффициентов преломления в области свили -  $\Delta N_0$ ,  $\Delta N_e$ , величина которых составляет 0,02-0,03. С помощью соотношения

$$\sigma \sim 2(\Delta n/n)/n^2 ps, \quad (3)$$

где  $p$  и  $s$  – действующие значения фотоупругих констант и констант упругой податливости; получены достаточно большие значения механических напряжений  $\sigma \sim (1 - 2) \cdot 10^7$  Па.

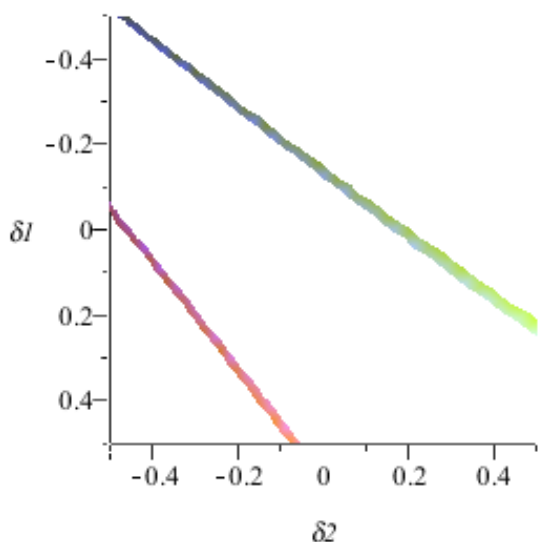


Рис.6. Результаты расчета всех возможных вариантов отклонения коэффициентов преломления регистрируемого искажения геометрии изохром

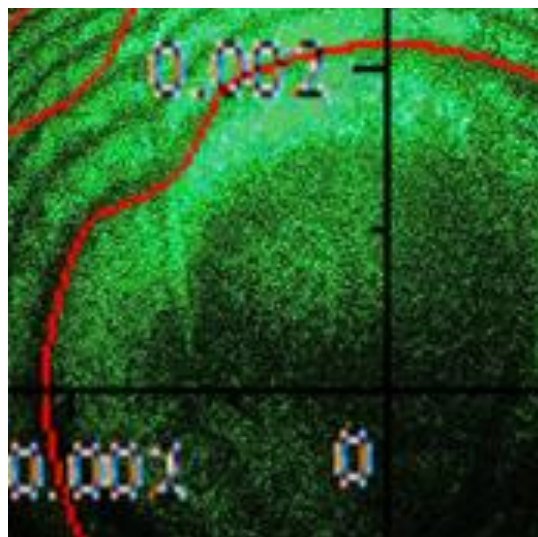


Рис.7. Результаты наложения теоретически построенной изохромы на экспериментально полученную коноскопическую картину

Методом дифференциальной коноскопии был исследован светозвукопровод акустооптического устройства из монокристалла парателлурита на предмет механических напряжений, вызванных технологией производства оптического элемента прибора.

По полученным результатам (рис.8) были определены отклонения коэффициентов преломления и глубина распространения наведённого механического напряжения, возникшего при сварке светозвукопровода с пьезоэлементом.

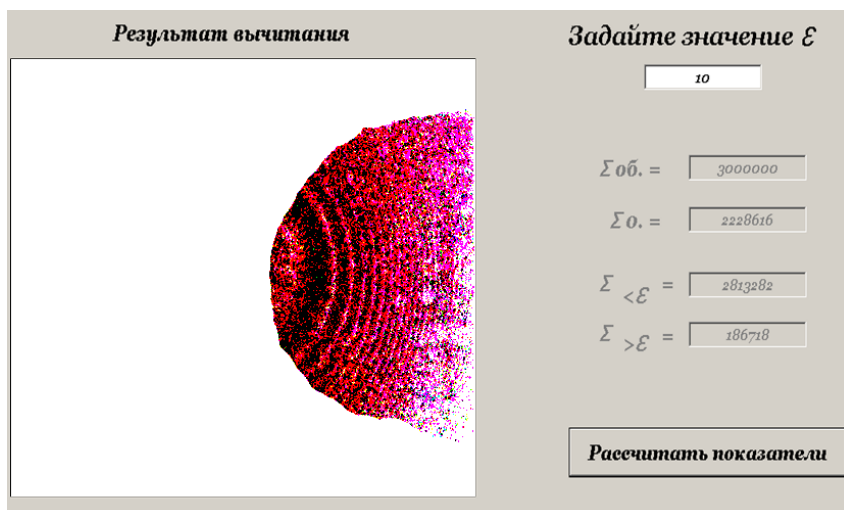


Рис.8. Результаты дифференциальной коноскопии светозвукопровода близи пьезоэлемента

В работе были выполнены исследования влияния шероховатости поверхности на коэффициент излучения (степень черноты) монокристаллов германия. Поверхности образцов подвергались механической обработке: шлифовка водной суспензией порошка электрокорунда; полировка алмазными пастами. Также исследовались образцы германия без предварительной обработки – поверхность имела следы алмазного отрезного инструмента.

Оценка параметров полученных поверхностей проводилась на оптическом профилометре NanoMap 1000WLI (табл. 1).

Таблица 1. Параметры неровностей поверхностей германия

|               | Ra, нм<br>(среднее арифметическое отклонение неровностей профиля) | Rz, нм<br>(высота неровностей профиля по десяти точкам) | Rmax, нм<br>(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)                              |

При анализе полученных результатов (рис.9) был зафиксирован эффект необратимого изменения коэффициента излучения после нагрева из чего был сделан вывод об изменении (уменьшении) параметров шероховатости поверхности.

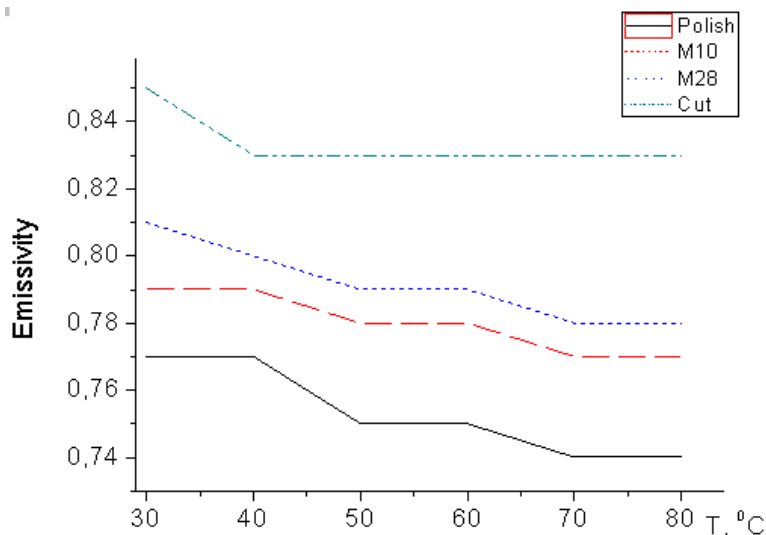


Рис.9. Зависимость коэффициента излучения монокристаллов германия от параметров шероховатости поверхности и температуры

Для подтверждения данного вывода были проведены профилометрические исследования поверхности при нагреве (рис.10). Полученные профили были обработаны в программе (анализ влияния шероховатости поверхности на индикатрисы отражения и рассеяния света; глава 2). Результаты моделирования, представленные на рис.11, указывают на увеличение доли диффузного рассеяния от поверхности на величину порядка 1-2% из-за изменений профиля поверхности, вызванных процессом нагрева.

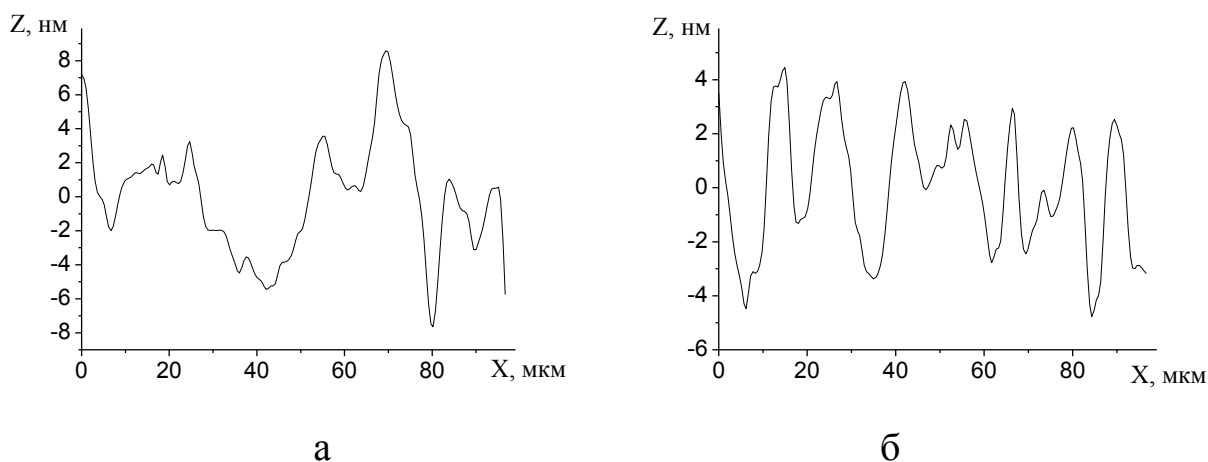


Рис.10. 2D-профили поверхности полированного германия до нагревания (при комнатной температуре 25°C) (а) и при температуре 65°C (б)



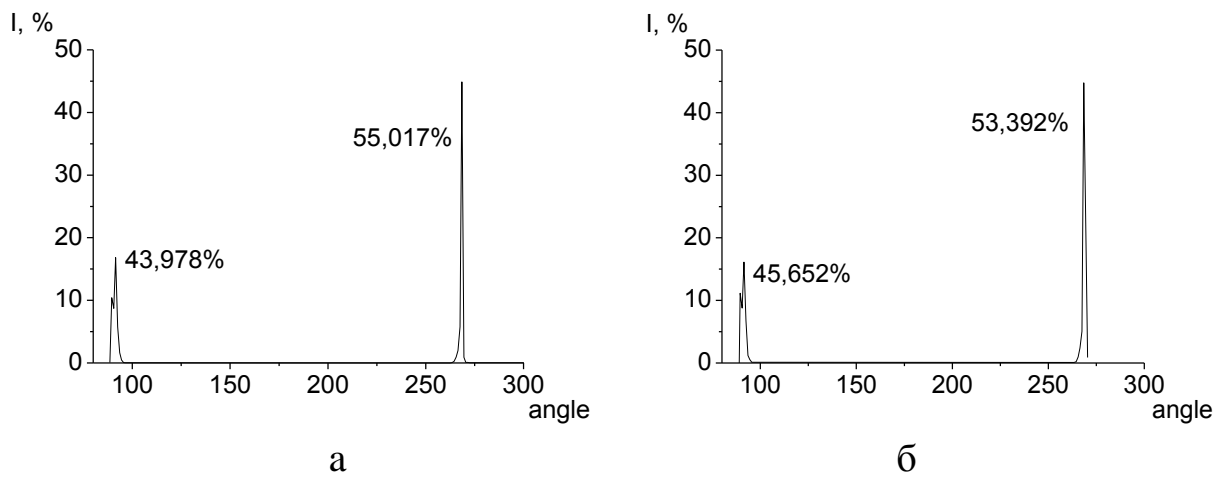


Рис.11. Рассчитанные индикатрисы излучения после прохождения через поверхности, полученные при температуре 25°C (а) и при температуре 65°C

Методом инфракрасной дефектоскопии проведены эксперименты по обнаружению дефектов структуры в монокристаллах германия (рис. 12-13).

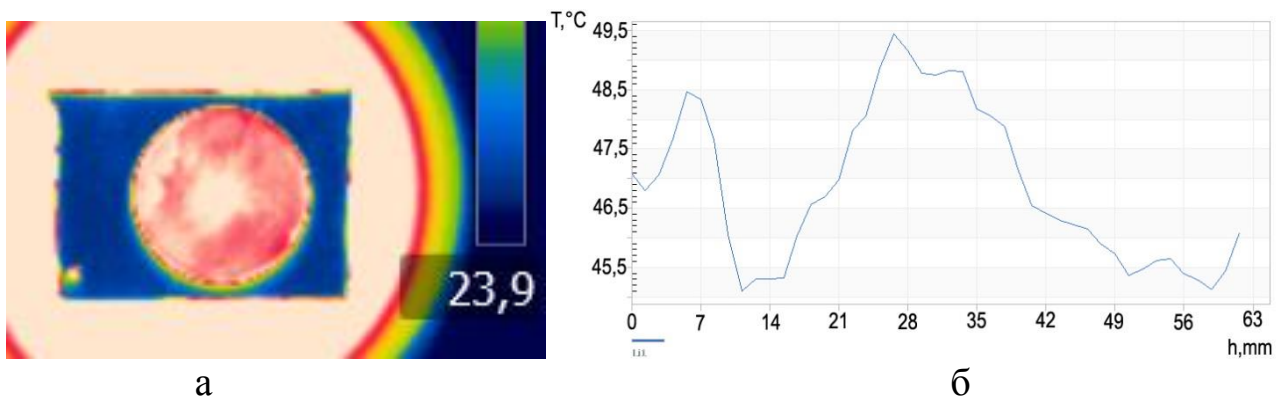


Рис. 12. Тепловизионное изображение (а) и диаметральный температурный профиль (б) образца германия с малоугловыми границами

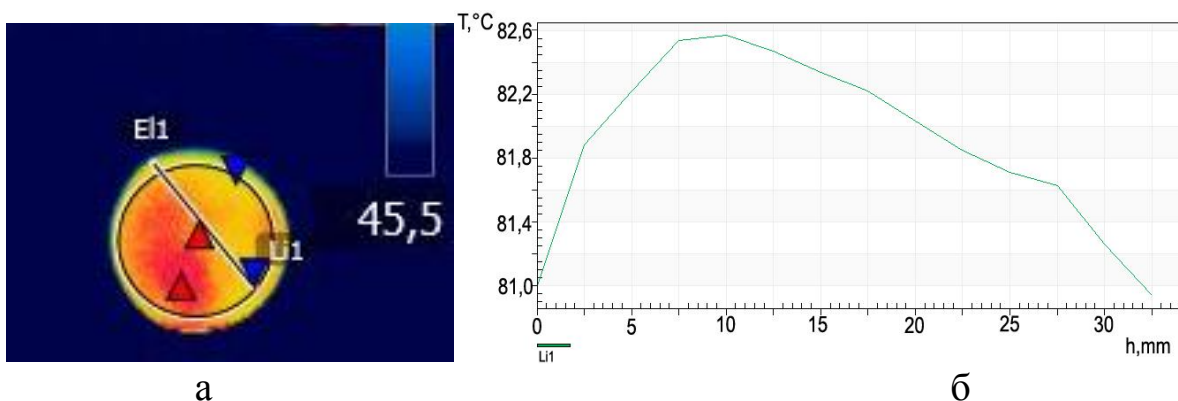


Рис. 13. Тепловизионное изображение (а) и диаметральный температурный профиль (б) образца германия с неоднородным распределением дислокаций

Выявлена тонкая структура в распределении электроактивных примесей ранее не определяемая зондовыми методами (рис. 14). По результатам исследований сделаны выводы о возможностях и границах применимости данного метода.

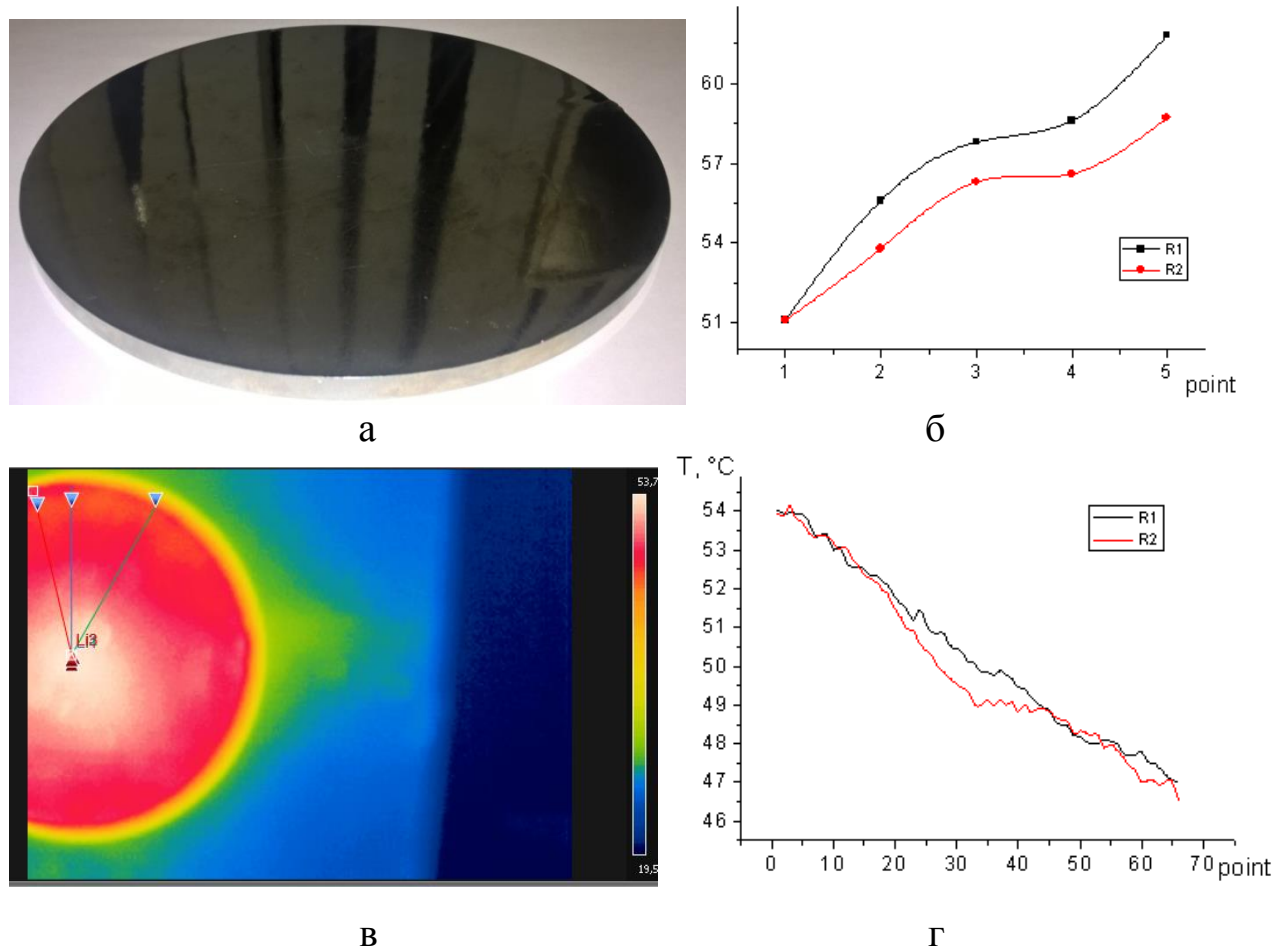
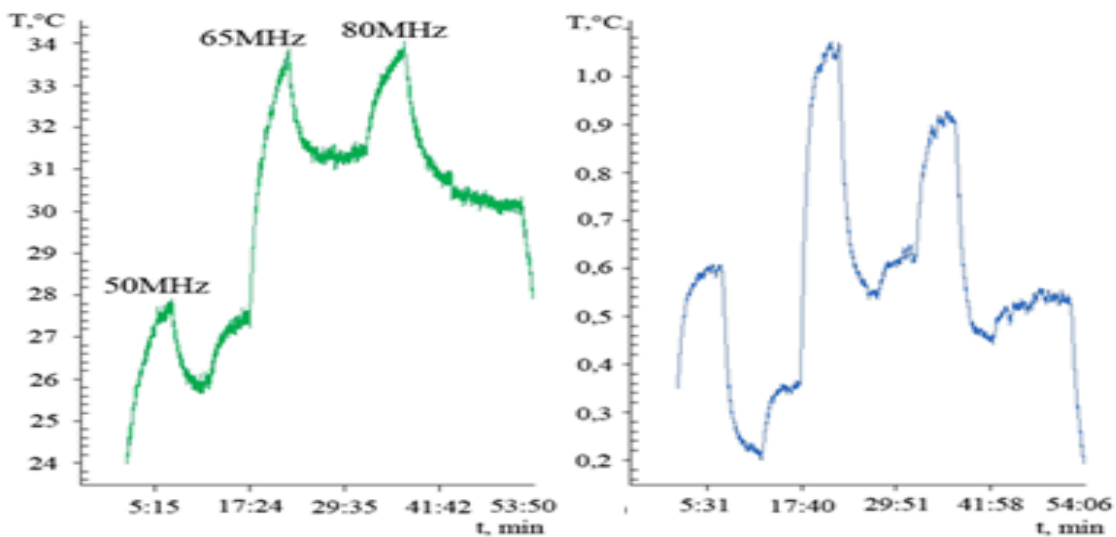


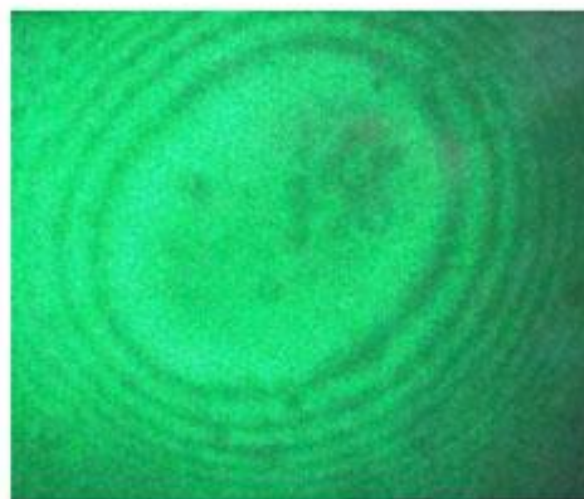
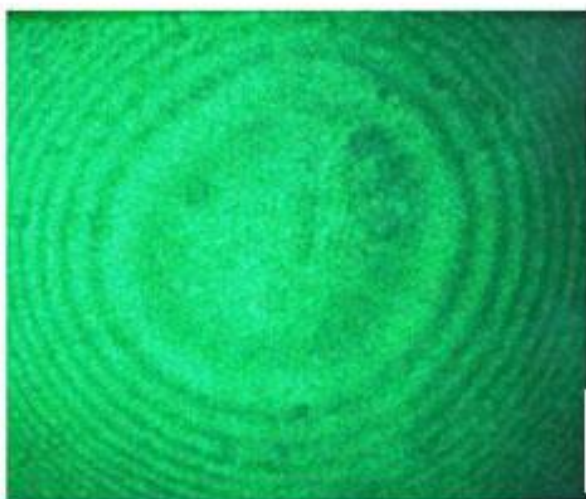
Рис. 14. Образец германия с неравномерным распределением легирующей примеси (а), удельное электросопротивление измеренное 4-х зондовым методом (б), его тепловизионное изображение (в) и радиальные температурные профили (г)

Коноскопические и тепловизионные исследования работающего акустооптического дефлектора со светозвукопроводом из монокристалла парателлуриата показали, что возникает оптическая неоднородность в результате нагрева, вызванного поглощением акустической волны и теплопередачей от электронных элементов прибора в процессе работы (рис. 15). Наблюдающиеся изменения формы и расположения изохром, при температурном градиенте  $\sim 4^\circ\text{C}/\text{см}$ , эквивалентны появлению в кристалле парателлуриата аномальной оптической двуосности с углом  $2V$  равным  $20'$ - $25'$ .



а

б



в

г

Рис.15. Средняя температура на входной грани АО дефлектора (а) и среднеквадратичное отклонение температуры (б), коноскопические картины, полученные на СЗП в выключенном состоянии (в) и при работе на акустической частоте 65 МГц (г)

### Основные результаты и выводы:

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  $\sim 0,01$  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°.

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 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. №. 1. P. 168–173.

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.
5. **Tretiakov S.A.**, Kolesnikov A.I., Vorontsov M.S., Ivanova A.I. The Technology of Creation Periodic Structure on Surface Crystal of Paratellurite // *Journal of Nano- and Electronic Physics*. 2016. Vol. 8 No 4(1). P. 04044(3 pp).
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. № 1. P. 72-74.
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. V. 127. № 1. P. 84-86.
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. Plyashenko 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.
10. 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. Is. 12. P. 1134-1142.
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. V. 441. № 1. P. 84-91.

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. № 7. P. 37-39.

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.

*Патенты, заявки на патент, программные продукты:*

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.

3. **Третьяков С.А.**, Колесников А.И., Воронцов М.С., Иванова А.И. Способ получения периодических профилей на поверхности кристаллов парателлурита // Патент № 2623681 от 21.06.2017.

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.

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.

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.