

АНАЛІТИЧНЕ ТА ЕКОЛОГІЧНЕ ПРИЛАДОБУДУВАННЯ

УДК 535.15

ПОЛЯРИЗАЦІЙНО-МОДУЛЯЦІЙНА МЕТОДИКА ВИЗНАЧЕННЯ АБСОЛЮТНИХ ЗНАЧЕНЬ МЕХАНІЧНИХ НАПРУЖЕНЬ У САПФІРОВИХ ОПТИЧНИХ ВІКНАХ

Сердега Б. К., Матяш І. Є., Маслов В. П., Качур Н. В.

Інститут фізики напівпровідників ім. В. Є. Лашкарьова Національної академії наук України,
м. Київ, Україна

При вирощуванні зливків монокристалічного сапфіру в ньому виникають дефекти у вигляді мікробульбашок, границь блоків і зумовлені ними механічні напруження, які суттєво впливають на функціональні властивості кристалу. Проблему контролю якості сапфірових структур вирішують багатьма способами, але вони не є достатньо чутливими для потреб сучасної оптики та мікроелектроніки, або є складними у використанні (рентгенівські методи). Традиційний контроль внутрішніх механічних напружень здійснюють візуально на полярископі-поляриметрі ПКС-250, в основу якого покладено метод подвійного променезаломлення Сенармона. Проте технічні можливості цього традиційного методу не здатні виконувати високочутливий кількісний контроль зразків монокристалів сапфіру з мікронапруженнями. Тому актуальною задачею сучасного приладобудування є розроблення нових високочутливих методів технічної діагностики та неруйнівного контролю якості деталей із сапфіру.

Автори роботи досліджували можливість використання методу модуляційної поляриметрії для вирішення поставленої задачі. Однак стан поляризації як характеристики випромінювання має з огляду на диференціальну спектроскопію суттєву відмінність від інших способів модуляції. Вона полягає, перш за все, у тому, що поляризація, як просторова характеристика хвилі, залежить від сукупності значень – компонент вектора Максвелла-Джонса або вектора Стокса. Отже, на відміну від модуляції інших фізичних величин, що оперують із єдиним параметром, поляризаційна модуляція (ПМ) характеризується двомірним впливом на хвилю.

Метою роботи було розроблення методики визначення абсолютних величин внутрішніх механічних напружень у локальних точках сапфірових оптичних вікон за допомогою модуляційної поляриметрії.

У результаті проведених досліджень полірованих зразків сапфіру (типу оптичних вікон) було розроблено методику визначення абсолютних значень внутрішніх механічних напружень у матеріалах, прозорих в оптичному діапазоні випромінювання на основі модуляційної поляриметрії. Розроблена методика дозволила виявити внутрішні механічні напруження у сапфірових вікнах і визначити причину невідповідності досліджених зразків щодо вимог лазерних систем. Розроблено методику експериментального визначення величини абсолютних значень внутрішніх механічних напружень у сапфірових оптичних вікнах за допомогою використання модуляційної поляриметрії. Встановлено розподіл у двомірному просторі внутрішніх напружень у полірованих зразках сапфіру та їх абсолютні значення.

Ключові слова: контроль, сапфірові оптичні вікна, метод модуляційної поляриметрії.

Вступ. Постановка проблеми

У сучасних приладах, як відомо, широко використовується такий унікальний матеріал як сапфір. Висока стійкість до механічних, хімічних і тем-

пературних впливів, хороша прозорість в оптичному діапазоні від ультрафіолетового до інфрачервоного випромінювання, яка властива матеріалу, надають можливість виготовляти сапфірові вікна та лінзи для оптичних приладів. Деталі із сапфіру використовують у термоядерних установках при діагностиці термоядерної плазми та аналізу стану поверхні розрядних плазмових камер [1], а також у космічній техніці – для виведення лазерного випромінювання в космічний простір, а також у системах зв'язку космічних апаратів. Високі електроізолюючі властивості сапфіру посприяли також успішному його використанню в мікроелектроніці як матеріалу-підкладки для структур «кремній на сапфірі» (КНС), а в останній час – для виготовлення на сапфірових підкладках випромінюючих світлодіодів [2].

При вирощуванні злиwkів монокристалічного сапфіру в ньому виникають дефекти у вигляді мікробульбашок, границь блоків і зумовлені ними механічні напруження, які суттєво впливають на функціональні властивості кристалу. Проблему контролю якості сапфірових структур вирішують багатьма способами, але вони не є достатньо чутливими для потреб сучасної оптики та мікроелектроніки, або є складними у використанні (рентгенівські методи). Традиційний контроль внутрішніх механічних напружень здійснюють візуально на полярископі-поляриметрі ПКС-250, в основу якого покладено метод подвійного променезаломлення Сенармона [3]. Проте технічні можливості цього традиційного методу не здатні виконувати високочутливий кількісний контроль зразків монокристалів сапфіру із мікронапруженнями. Тому актуальною задачею сучасного приладобудування є розроблення нових високочутливих методів технічної діагностики та неруйнівного контролю якості деталей із сапфіру.

Автори роботи [4] досліджували можливість використання методу модуляційної поляриметрії [5] для вирішення поставленої задачі. Усі модуляційні [6] методи базуються на фізичному диференціюванні відповідної функціональної характеристики того чи іншого явища. Потреба у такій процедурі обумовлена необхідністю подолання труднощів, що виникають при аналізі слабо виражених особливостей досліджуваної характеристики, чи при наявності в ній постійної складової – «фона». Тому процедура диференціювання функціональних залежностей, що виконана на фізичному рівні, а не на етапі математичної обробки експериментальних результатів, є достовірним та додатковим, а деколи і новим високочутливим джерелом інформації про властивості досліджуваного об'єкта.

Однак така характеристика випромінювання як стан поляризації, має з огляду на диференціальну спектроскопію суттєву відмінність від інших способів модуляції. Вона полягає, перш за все, у тому, що поляризація, як просторова характеристика хвилі, має опис сукупністю значень – компонентами вектора Максвелла-Джонса або вектора Стокса. Отже, на відміну від модуляцій інших фізичних величин, що оперують із єдиним параметром, поляризаційна модуляція (ПМ) характеризується двомірним впливом на хвилю. Ця обставина

значно ускладнює техніку експерименту, а також інтерпретацію отриманих за допомогою ПМ результатів. Частково у цьому і полягає причина того, що в період загального поширення диференційних методів, коли практично у всіх фізичних науково-дослідних лабораторіях розвивалися модуляційні методики з використанням різноманітних фізичних величин, ПМ залишалася поза увагою. На рис. 1 показана ефективна конструкція модулятора поляризації [7], що складається з двох пластинок та має найменшу кількість з'єднань. Пластинка 1 виконує роль електромеханічного резонатора та виготовлена із кристалічного кварцу Х-зрізу. Відстань між електродами визначає частоту власних коливань резонатора, а розмір за координатою x дорівнює половині довжини акустичної стоячої хвилі на резонансній частоті у цьому напрямку. До резонатора на акустичному контакті, в якому використаний один із самих надійних способів одержання нероз'ємних безклеєвих з'єднань оптичних елементів, а саме глибокий оптичний контакт (ГОК), що заснований на силах молекулярного зчеплення комплектуючих поверхонь [8], приєднано активний елемент із плавленого кварцу. Він під дією акустичної хвилі стиснення - розтягування стає динамічною фазовою пластинкою. А його розмір у напрямку коливань також дорівнює половині довжини звукової хвилі на частоті резонансу, що робить добротність системи максимальною.

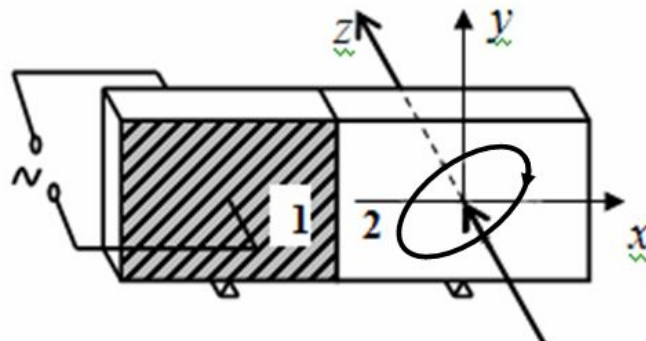


Рис. 1. Модулятор поляризації оптичного випромінювання: 1 – п'єзрезонатор (кристалічний кварц); 2 – динамічна фазова пластинка (плавлений кварц).

Проведені попередні дослідження [4] показали перспективність поляризаційно - модуляційного метода визначення розподілу мікронапружень у прецизійних вікнах із сапфіру, але в цій роботі не були визначені абсолютні значення локальних мікронапружень в досліджуваних зразках.

Метою роботи було створення методики визначення абсолютних величин внутрішніх механічних напружень у локальних точках сапфірових оптичних вікон за допомогою модуляційної поляриметрії.

Установка. Методика експерименту

Для проведення експерименту був використаний модуляційно-поляризацій-

ний метод [5], основою якого є реєстрація явища лінійного подвійного променезаломлення.

Для вимірювання абсолютних значень механічних напружень були виготовлені контрольні поліровані призматичні зразки за традиційною оптичною технологією обробки їх поверхні. На етапі попереднього шліфування в якості абразиву використовували суспензії алмазних мікропорошків. Зменшення шорсткості поверхні досягалося внаслідок переходу від абразивних фракцій з більшим розміром зерен до фракцій з меншим розміром зерен. У процесі обробки було виконано послідовно чотири технологічних переходи від АСМ 14/10 до АСМ 7/5 – перший перехід, від АСМ 7/5 до АСМ 3/2 – другий перехід, від АСМ 3/2 до АСМ 1/0 – третій перехід, від АСМ 1/0 до АСМ 0/5 – четвертий перехід (кінцева операція полірування). Полірування зразків проводили на круглій скляній пластині, на яку було натягнуто натуральний шовк. Шовк дозволяв утримувати алмазний порошок у процесі обробки. В результаті було досягнуто необхідних вимог щодо похибок площинності, що відповідають традиційній технології оптичного виробництва ($N=5\div 1$; $\Delta N=0,5$).

Виготовлені зразки являли собою сапфірові поліровані паралелепіеди (товщина 8,41 мм, ширина 11,84 мм, висота 14,28 мм), які були зорієнтовані таким чином, що оптична вісь кристалу сапфіру (кристалографічна вісь С) була перпендикулярна граням паралелепіеда. Структурну схему пристрою для визначення абсолютних значень величин внутрішніх напружень, який використовувався в роботі, наведено на рис.2.

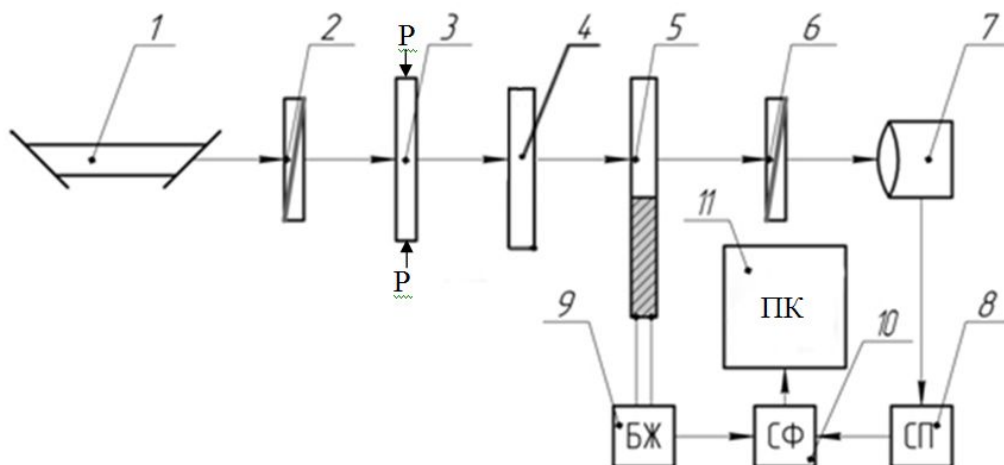


Рис. 2. Структурна схема пристрою для визначення абсолютних значень внутрішніх механічних напружень у сапфірових вікнах: 1 – напівпровідниковий лазер; 2 – лінійний поляризатор; 3 – контрольний зразок; 4 – чвертьхвильова фазова пластинка $\lambda/4$ (компенсує початковий сигнал); 5 – модулятор поляризації; 6 – лінійний поляризатор; 7 – фотодетектор; 8 – селективний підсилювач (UNIPAN); 9 – блок живлення модулятора; 10 – синхронно-фазовий нано-вольтметр; 11 – персональний комп’ютер (ПК)

Оскільки у контрольних зразках напрямок одновісної деформації є відомий та задається зовнішнім зусиллям P , то на відміну від роботи [4] зондуюче випромінювання було лінійно поляризовано. Джерелом випромінювання обрано напівпровідниковий лазер 1 із лінійним поляризатором 2 на виході. Довжина хвилі лазера обирається відповідно до діапазону, що відповідає діапазону прозорості кристалічного матеріалу, в нашому випадку для сапфіру використовувався лазер HLDP-650-A501 (виробник HUEY JANN, Китай) з довжиною хвилі $\lambda = 650$ нм. Отримане в результаті лінійно-поляризоване світло направляли на контрольний зразок 3, який був zdeформований калібрувальним зусиллям. Зразок встановлювався таким чином, щоб напрямок розповсюдження випромінювання збігався з оптичною віссю кристалу сапфіра. Тим самим відокремлювалося лінійне подвійне променезаломлення, що виникає внаслідок зовнішнього деформуючого зусилля, від того, що визначається кристалграфічною анізотропією сапфіру. Початковий сигнал, що виникав внаслідок випадкової анізотропії усіх оптичних елементів схеми, компенсувався обертанням чвертьхвильової фазової пластинки 4 на необхідний кут. Рівномірний тиск по перерізу контрольного зразка забезпечувався використанням відповідної конструкції, а величина навантаження встановлювалась медичними важками.

При розповсюдженні лінійно поляризованого світла крізь напружене середовище в напрямку, що не співпадає з віссю деформації, випромінювання перетворюється із лінійно поляризованого в еліптично поляризоване. При цьому найбільш ефективно лінійно поляризоване випромінювання перетворюється, якщо напрямок розповсюдження світла, перпендикулярний осі пружної деформації, а кут α між нею та площиною поляризації лінійно поляризованого випромінювання складає 45° (рис. 3). Тоді ортогональні лінійні компоненти, що паралельні осям оптичної індикатриси зразка та на які можна розкласти скануюче випромінювання рівні $E_x = E_y$ і при фазовому зсуві між ними $\pi/2$ усе світло перетворюється в циркулярно поляризоване.

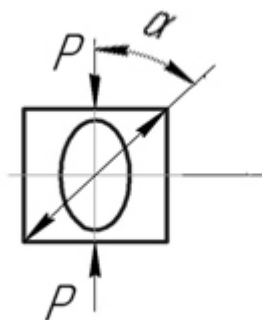


Рис. 3. Взаємне розташування між напрямком деформації і площиною поляризації зондуючого випромінювання; α – кут між площиною поляризації і напрямком деформації

У роботі використовувалися малі деформації, і наведена анізотропія контрольних зразків призводила до зсуву фаз між ортогональними компонентами лінійно поляризованого світла значно меншого за $\pi/2$. В результаті світло, яке пройшло через зразок, перетворювалось на еліптично поляризоване, причому

величина циркулярної компоненти є лінійно пропорційною величині анізотропії, а відповідно і деформації. Поляриметричний аналіз випромінювання, що пройшло крізь анізотропний зразок, виконувався за допомогою динамічного аналізатора стану поляризації, який складався з фотопружного модулятора поляризації 5 та певним чином орієнтованого відносно нього лінійного поляризатора 6. Математичний формалізм аналізу, заснованого на використанні вектора Стокса:

$$S = [I, Q, U, V]$$

$$I = E_{\parallel} E_{\parallel}^* - E_{\perp} E_{\perp}^*$$

$$U = E_{\parallel} E_{\perp}^* + E_{\perp} E_{\parallel}^*$$

$$V = i(E_{\parallel} E_{\perp}^* - E_{\perp} E_{\parallel}^*)$$

- де I – загальна інтенсивність випромінювання,
 Q – різниця випромінювань, лінійно поляризованих паралельно осям x та y ;
 U – різниця інтенсивностей випромінювань, поляризованих під кутами $\pm 45^{\circ}$ до осей x та y ;
 V – різниця інтенсивностей випромінювань з правою та лівою циркулярною поляризацією

та відповідних матрицях Мюллера докладно представлено у роботі [9]. Тут же лише наголосимо, що фотодетектор 7, на який направлялося випромінювання після динамічного аналізатора, генерує сигнал, з якого можна виокремити складові, пропорційні кожній із компонент вектора Стокса. По-перше, позбуваємося такої постійної складової як «фон» - неполяризованого випромінювання, оскільки воно не моделюється та не реєструється селективним нановольтметром. Сигнали лінійних компонент Q та U можна розділити азимутальним положенням модулятора, якщо площа поляризації випромінювання співпадає з віссю модулятора, то воно не модулюється та не дає вкладу до змінного сигналу. А у випадку, коли площа поляризації складає кут 45 градусів з осями - фотодетектор генерує змінний сигнал на подвоєній частоті модуляції. Циркулярно поляризована компонента випромінювання V реєструється окремо, тому що вона викликає генерацію сигналу на резонансній (одиничній) частоті.

Отже, селективним підсилювачем 8 та синхронно-фазовим нановольтметром 9 реєстрували на частоті модуляції сигнал, пропорційний V – компоненті вектора Стокса, яка відображає величину пружної механічної деформації зразка [5]. Потім інформативний сигнал обробляли на ПК 11 за допомогою спеціального програмного забезпечення і виводили на дисплей.

Для співставлення результатів вимірювання необхідно було встановити зв'язок між величинами сигналів, що отримані в установці роботи [4] (далі робоча установка) та в калібрувальній установці (рис. 2), при одному і тому ж фазовому зсуві, що пропорційно пов'язаний з механічним напруженням. Для цьо-

го в якості зразка використовувалася чвертьхвильова фазова пластинка ($\lambda/4$). У калібрувальній установці осі пластинки співпадали із координатами x і y , тобто її орієнтували за азимутом, щоб в результаті все світло перетворювалося на циркулярно поляризоване, та, відповідно, отримувати максимальний сигнал. Величина максимального сигналу в установці, на якій проводили дослідження, в роботі [4] становила 6,2 мВ, а в калібрувальній – 29,5 мВ.

Отже, співставляючи сигнали при фазовому зсуві $\gamma = \pi/2$, визначили коефіцієнт пропорційності A для одного і того ж еталонного зразка, що вимірювався на двох установках

$$A = \frac{I_{\max(\text{лін})}}{I_{\min(\text{цир})}} = 4,76. \quad (1)$$

Після цього контрольний зразок (паралелепіпед) дискретно навантажували (100 г, 200 г, 300 г, 400 г, 500 г), із забезпеченням однорідності деформації по його перерізу. Потім вимірювали сигнал при цих дискретних навантаженнях та визначали величину сигналу на одиницю тиску та одиницю оптичного шляху зондуючого випромінювання в зразку, та отримали

$$I_{\text{абс}(\text{лін})} = \frac{I_n(\text{мВ})}{P_n \left(\frac{\text{кг}}{\text{см}^2} \right) \cdot d_{\text{кз}}(\text{см})}, \quad (2)$$

де $d_{\text{кз}}$ – товщина контрольного зразка в напрямку розповсюдження зондуючого випромінювання.

Декілька навантажень використовувалися для зменшення похибки та для впевненості у лінійній залежності величини сигналу від деформуючого зусилля.

З урахуванням коефіцієнту пропорційності між деформацією та сигналом фотодетектора для робочої та контрольної установок, можна записати

$$I_{\text{абс}(\text{цир})} = \frac{I_{\text{абс}(\text{лін})}}{A}. \quad (3)$$

Отже, склавши звичайну пропорцію, отримали формулу, яка дозволяє визначати абсолютні значення внутрішніх механічних напружень в зразках сапфіру

$$\sigma_{\text{абс}} = \frac{(I_{\text{вим}}/d)}{I_{\text{абс}(\text{цир})}}, \quad (4)$$

де d – товщина об'єкту контролю в напрямку розповсюдження зондуючого випромінювання.

Отримана формула (4) є емпіричною і характеризує пропорційність між пружною деформацією зразків сапфіру та інформативним сигналом детектора.

Таким чином, у результаті проведених досліджень полірованих зразків сапфіру (типу оптичних вікон) була розроблена методика визначення абсолютних значень внутрішніх механічних напружень в матеріалах, прозорих в оптичному діапазоні випромінювання на основі модуляційної поляриметрії.

Методика містить наступні етапи:

1. Виготовити спеціальний контрольний зразок у вигляді паралелепіпеду з полірованими поверхнями, за традиційною технологією оптичного виробництва ($N=5 \div 1$, $\Delta N=0,5$);
2. Визначити коефіцієнт відповідності A між вимірюваннями фотосигналу фотодетектора робочої та калібровочної установок за допомогою чвертьхвильової фазової пластинки, що береться за еталонний зразок;
3. Визначити величину сигналу на одиницю навантаження та оптичного шляху для калібровочної установки, та множенням на коефіцієнт відповідності A визначити цю величину для робочої установки;
4. Виміряти на робочій установці механічні напруження в зразках оптичних вікон, що контролюються;
5. Обробити результати (інформаційний сигнал), отримані в п. 4 відповідно механічним напруженням, за допомогою коефіцієнта, визначеного в п. 3, та виявити абсолютні значення внутрішніх механічних напружень.

Результати досліджень абсолютних значень внутрішніх механічних напружень

Досліджували п'ять сапфірових вікон (діаметр 62 мм, товщина 5 мм), що були надані фірмою «Imprex Hightech GmbH» (Німеччина), як такі, що не відповідали вимогам до лазерних систем, тому що вони суттєво впливали на геометрію фронту лазерного випромінювання. Контроль цих зразків на традиційному приладі ПКС-250 не визначив їх неоднорідність. У результаті ж проведених модуляційно-поляриметричних досліджень було визначено нерівномірність розподілу внутрішніх напружень (рис. 4) та їх абсолютні значення (табл. 1).

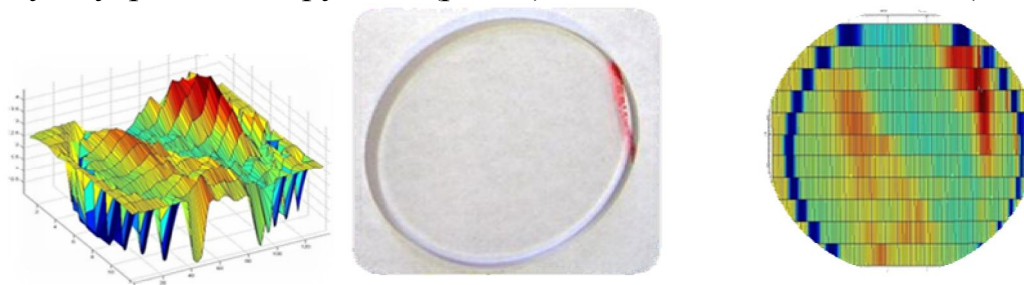


Рис. 4. Приклад нерівномірного розподілу внутрішніх напружень у зразку №3 (моделювання у програмному пакеті MatLab)

Отже, розроблена методика дозволила виявити внутрішні механічні напруження у сапфірових вікнах та визначити причину невідповідності досліджених зразків вимогам лазерних систем.

Таблиця 1. Максимальні значення внутрішніх механічних напружень (стиснення та розтягнення) в оптичних сапфірових вікнах

№	δ_{max}^+ (стиснення)	δ_{max}^- (розтягнення)
Sample №1	855 Па	– 480 Па
Sample №2	900 Па	– 500 Па
Sample №3	500 Па	– 520 Па
Sample №4	460 Па	– 415 Па
Sample №5	900 Па	– 580 Па

Висновки

1. Розроблено методику експериментального визначення величини абсолютних значень внутрішніх механічних напружень у сапфірових оптичних вікнах з допомогою використання модуляційної поляриметрії.

2. Встановлено розподіл у двомірному просторі внутрішніх напружень у полірованих зразках сапфіру та їх абсолютні значення.

Література

1. Иванов Л.И. Состав и морфология поверхности сапфира после импульсной обработки высокотемпературной плазмой / Л.И. Иванов, И.В. Боровицкая, А.И. Дедюрин, С.А. Масляев и др. // Физика и химия обработки материалов. – 2008. – № 1. – С. 32 – 37.
2. Добровинська Е.Р. Енциклопедія сапфіру: монографія / Е.Р. Добровинська, Л.А. Литвинов, В.В. Піщук. – Харків: Інститут монокристалів, 2004. – 508 с.
3. Зубаков В.Г. Технология оптических деталей: уч. пособие / В.Г. Зубаков, М.Н. Семибратов, С.К. Штандель. – М.: Машиностроение, 1985. –
4. Сердега Б.К. Комплексні дослідження якості сапфірових вікон сучасними неруйнівними методами / Б.К. Сердега, І.Є. Матяш, П.М. Литвин, В.П. Маслов, С.М. Кущовий // Вісник НТУУ «КПІ». Серія приладобудування. – 2012. – Вип. 43.
5. Сердега Б.К. Модуляційна поляриметрія: монографія - К.: Наукова думка, 2011. – 260 с.
6. Кардона М. Модуляционная спектроскопия: монографія; пер. з англ. – М: Мир, 1972. – 416 с.
7. Jasperson S.N. An improved method for high reflectivity ellipsometry based on a new polarization modulation technique / S.N. Jasperson, S.E. Sahnattery // Rev. Sci. instr. – 1969. – V.40. – №6. – P. 761 – 767.
8. Маслов В.П. Фізико-технологічні проблеми з'єднання прецизійних деталей оптико-електронних приладів: монографія. - К.: НТУУ «КПІ», 2012. – 160 с.
9. Матяш И.Е. Особенности поляризационно-модуляционной диагностики диэлектрической анизотропии материалов / И.Е. Матяш, Б.К. Сердега // Оптоэлектроника и полупроводниковая техника. – 2005. – №40. – с. 155 – 161.

*Надійшла до редакції
15 лютого 2013 року*

© Сердега Б. К., Матяш І. Є., Маслов В. П., Качур Н. В., 2013

УДК 681.121