

Неразрушающий контроль прозрачных материалов с помощью лазерной ИК-томографии*В. Е. Роголин, С. А. Филлин, И. А. Каплунов*

Предложен метод обнаружения, наблюдения и оценки физических неоднородностей в материалах, объединяющий метод регистрации неоднородностей в показателе преломления по рассеянному ими свету и метод обнаружения неоднородностей в материалах по их поглощению и/или дополнительному тепловому излучению при нагреве лазерным излучением с использованием тепловизионного прибора ИК-диапазона. Предложена реализующая этот метод установка. Анализируется методика лазерно-тепловизионной неразрушающей бесконтактной дефектоскопии прозрачных материалов для контроля малоразмерных дефектов ИК-оптики и особо чистых полупроводников. Она может быть использована для выявления участков с повышенной концентрацией малоразмерных дефектов структуры материала и примесей, в том числе и так называемых кластерных образований. Причём во многих случаях возможно выявление скоплений электрически нейтральных примесей, в принципе не выявляемых традиционно применяемыми электрофизическими методами.

Ключевые слова: лазер, тепловизор, поглощающее включение, ИК-оптика, полупроводник, микронеоднородность, рассеяние.

Ссылка: Роголин В. Е., Филлин С. А., Каплунов И. А. // Прикладная физика. 2019. № 6. С. 107.

Reference: V. E. Rogalin, S. A. Filin, and I. A. Kaplunov, Prikl. Fiz., No. 6, 107 (2019).

Введение

Как показано в работах [1–4], при использовании лазерного излучения в результате воздействия мощного лазерного импульса (при плотности мощности $\sim 10^6$ – 10^7 Вт/см²) в

объёме кристаллов могут возникать микропоры, являющиеся следствием оптического пробоя поглощающих микронеоднородностей. Их объёмная плотность может достигать значений $\sim 10^5$ см⁻³ и более, причём до воздействия излучения методами оптической микроскопии данные дефекты структуры ранее не выявлялись.

При меньших уровнях плотности мощности излучения микропоры могут не возникать, однако в этом случае нагрев поглощающих микронеоднородностей вызывает возникновение центров внутренних напряжений, вызванных локальным перегревом. Это приводит к переизлучению селективно нагретых дефектов. Поэтому для их визуализации достаточно использования гораздо менее мощного излучения. В данном случае микронеоднородности визуализируются с помощью тепловизора, что позволяет наблюдать дефекты с размерами, заметно меньшими длины волны излучения, так как в этом случае

Роголин Владимир Ефимович¹, зав. лаб., д.ф.-м.н.
Филлин Сергей Александрович², к.т.н., профессор.
Каплунов Иван Александрович³, зав. кафедрой,
д.т.н., профессор.

¹ Институт электрофизики и электроэнергетики РАН.
Россия, 191186, Санкт-Петербург, Дворцовая наб. 18.
Тел. +7(916) 696-62-82. Email: v-rogalin@mail.ru

² Российский экономический университет
им. Г. В. Плеханова.

Россия, 117997, Москва, Стремянный пер., 36.
Тел. +7(929) 812-27-37. E-mail: Filin.SA@rea.ru

³ Тверской государственный университет.
Россия, 170100, г. Тверь, ул. Желябова, 33.
Тел. +7(905) 127-59-95.

E-mail: kaplunov.ia@tversu.ru

Статья поступила в редакцию 31 октября 2019 г.

наблюдается не только сам дефект, но и область вокруг него. То есть фактически визуализируются наблюдаемые температурные поля.

Если материал образца обладает достаточно высокой механической прочностью, например, германий (Ge), то микропоры не образуются, однако появляются участки со значительными полями внутренних напряжений и, как следствие, локальными искажениями показателя преломления. В этом случае тепловизор может регистрировать не только переизлучение дефекта, но и рассеяние зондирующего излучения на нём. Анализируя полученные с помощью тепловизионных камер изображения нагретых лазерным излучением поглощающих включений, в том числе и так называемых кластерных образований, можно производить оценку размеров микронеоднородностей, их положение и количество в объеме образца.

Таким образом, при неразрушающих значениях плотности мощности лазерного излучения возможен режим импульсного селективного нагрева дефектов, что позволяет их наблюдать методами тепловидения. После прекращения действия лазерного излучения температурные поля быстро выравниваются и контраст изображений температурных полей пропадает.

Целью данной работы являлась разработка и исследование метода неразрушающего контроля прозрачных материалов с помощью лазерной ИК-томографии.

Разработка метода контроля

Предложено использование лазерного излучения с мощностью, подходящей для теплового нагрева микронеоднородностей. Длина волны лазера должна находиться в области прозрачности исследуемого материала. Для инфракрасного диапазона наиболее предпочтительно использование частотно-импульсных CO₂-лазеров, излучающих на длине волны 10,6 мкм (в области максимальной чувствительности тепловизора). В зависимости от мощности используемого лазера воздействие можно проводить как широким лучом, по сечению близким к размеру исследуемого образца, так и сфокусированным лучом, причём с последующим сканированием по входной поверхности образца и компьютерной обработкой результатов.

Возможно и использование других типов лазеров, например, твердотельных, излучающих в видимой и ближней ИК-областях спектра. Но в этом случае исключается использование рассеяния света, так как германиевая оптика тепловизора не пропускает излучение с длиной волны $\lambda \leq 1,8$ мкм. К сожалению, предлагаемая методика применима лишь для материалов, прозрачных в области работы тепловизора, т. е. в диапазоне 8–14 мкм.

Фотоприёмники тепловизоров обладают высокой чувствительностью в рабочей области и поэтому могут выходить из строя при превышении порога их оптической стойкости. Следовательно, в случае применения CO₂-лазера желательнее, чтобы реализующая предлагаемый метод установка могла использовать соответствующее защитное устройство, предназначенное для устранения этого явления. Например, это может быть вращающийся диск, отверстия и скорость вращения которого синхронизованы с длительностью импульса и частотой следования используемого импульсно-периодического лазерного излучения таким образом, чтобы исключить возможность попадания лазерного излучения на приёмные площадки фотоприёмников тепловизоров. Наличие такого «ослабителя» не будет препятствовать регистрации теплового излучения дефектов, время релаксации которого заведомо значительно превосходит длительность лазерного импульса. В этом случае тепловизор регистрирует только тепловое излучение нагретых дефектов.

К достоинствам предлагаемой методики следует добавить возможность визуализации поглощающих дефектов в материалах, непрозрачных в видимой области. Таких материалов, активно используемых в ИК-оптике и в полупроводниковой электронике, достаточно много.

Некоторые из используемых в ИК-оптике непрозрачных в видимой области материалов, например, кремний, обычно анализируются с помощью приборов, регистрирующая часть которых построена на основе широко распространённых фотоэлектронных умножителей (ФЭУ). Однако есть материалы, активно применяемые в ИК-оптике и в полупроводниковой электронике, область прозрачности которых не совпадает с рабочим спектром ФЭУ, например, широко применяемый в ИК-оптике и в полупроводниковой электро-

нике Ge, прозрачный начиная с $\lambda = 1,8$ мкм. Кроме него, это теллур, прустит, некоторые сорта бескислородных стёкол и т. д.

Выбор Ge для данного эксперимента обусловлен тем, что подробно изучены его оптические свойства в зависимости от условий выращивания, влияния структурных дефектов и примесей [5, 6], а также тем, что его активно используют в ИК-оптике и в полупроводниковой электронике.

Оптическую однородность таких материалов можно исследовать, как отмечалось выше, с помощью тепловизионных приборов. Различают два типа этих приборов, а именно, для диапазонов длин волн 3–5 и 8–14 мкм [7]. Последние более чувствительны для регистрации малых изменений разницы температур ΔT . Лучшие образцы тепловизоров способны регистрировать ΔT на уровне $\sim 10^{-3}$ °C и даже менее.

На рис. 1 приведена разработанная авторами блок-схема установки для выявления поглощающих микронеоднородностей в оптических кристаллах.

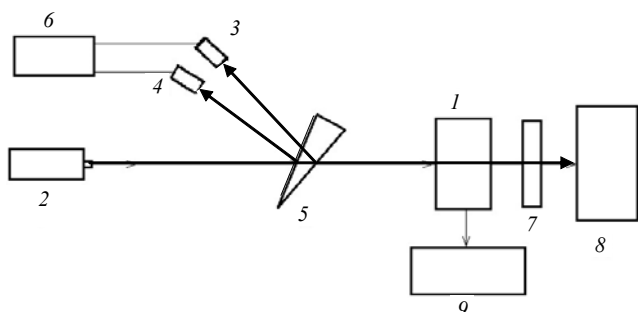


Рис. 1. Блок-схема установки для выявления поглощающих микронеоднородностей в оптических кристаллах: 1 – заготовка оптического образца; 2 – лазер; 3 – фотоприёмник; 4 – измеритель мощности Ophir Nova II; 5 – клин из NaCl; 6 – осциллограф; 7 – фильтр-ослабитель; 8, 9 – тепловизионный прибор FLIR T250.

Заготовка образца (1) освещается излучением созданного в ООО «Специальные технологии» [8] импульсно-периодического волноводного CO₂-лазера (2) со средней мощностью до 1 Вт. Конструкция лазера позволяет перестраивать длительность импульса в диапазоне 30–300 мкс и частоту повторения импульсов в диапазоне 10–300 Гц. На образец направлялся лазерный луч диаметром ~ 2 мм. Управление параметрами выходного излучения осуществлялось по специально разработанной программе с помощью компьютера.

Контроль параметров луча производился с использованием фотоприёмника (3). Средняя мощность лазера измерялась прибором Ophir Nova II (4). Часть излучения лазера отводилась на эти приборы клином из монокристалла хлорида натрия (NaCl) (5). Сигналы с приёмников (3) и (4) регистрировались осциллографом (6). Излучение, прошедшее через исследуемый кристалл, а также рассеянное и переизлучённое оптическими неоднородностями, после ослабления фильтром (7) регистрировалось переносным тепловизионным прибором FLIR T250 (8), имеющим разрешение тепловизионного изображения 240 на 180 пикселей [9]. Дополнительный контроль качества материала во время эксперимента производился вторым тепловизионным прибором (9), расположенным под углом 90° к оптической оси. Фильтр-ослабитель (7) подбирался так, чтобы он, с одной стороны, не препятствовал обнаружению, наблюдению и оценке тепловых неоднородностей, а с другой, – защищал тепловизор (8) от избыточного излучения.

По полученным картинам анализировались индикатрисы рассеяния и индикатрисы теплового излучения дефектов. Оценки показали, что размеры поглощающих включений, выявленных в результате воздействия лазерного излучения, заметно меньше 1 мкм.

На рис. 2 приведено полученное тепловизионное изображение (вид сбоку) образца монокристаллического Ge *n*-типа с удельным сопротивлением $\rho = 23$ –30 Ом см и размерами $\sim 41,2$ (высота) $\times 30,8$ (ширина) $\times 13,0$ (толщина) мм с наблюдаемыми в нём дефектами.



Рис. 2. Тепловизионное изображение образца монокристаллического германия *n*-типа с наблюдаемыми в нём дефектами. Параметры лазерного излучения: частота повторения 300 Гц, длительность импульса 100 мкс, средняя мощность 550 мВт.

Обсуждение полученных результатов

В образце в исходном состоянии и при выключенном лазере не наблюдались какие-либо дефекты, обнаруживаемые тепловизором. После включения лазера в зоне прохождения луча в объёме кристалла наглядно различались отдельные нагретые точки, которые декорируют облучённую зону. Они, очевидно, вызваны поглощением и рассеянием излучения на поглощающих микронеоднородностях. На рис. 2 видно, что более всего визуализировались дефекты, расположенные вблизи входной и выходной граней образца. Возможно, повышенная концентрация этих дефектов вызвана изменениями структуры материала, возникшими при оптической обработке.

Как известно [5, 10], в монокристаллах Ge, даже при минимальном содержании примесей, наблюдается малоугловое рассеяние Ми. Оно связано с возникновением ростовых термоупругих напряжений, примесной неоднородностью и структурными дефектами. Одной из примесей, оказывающих негативное влияние на дефектную структуру и свойства Ge, является кислород O_2 . Комплексы, образуемые кислородом в Ge, обусловлены наличием квазимолекул Ge-O-Ge, а также соединений O_2 и Ge разного состава типа GeO_x , размеры, концентрация и форма которых зависят от общей концентрации O_2 , условий выращивания, термообработки. Оксиды Ge обычно прозрачны в ИК-области до ~ 7 мкм [11], но в области 10 мкм они характеризуются значительным поглощением.

Как известно, разрешающая сила микроскопа ограничена длиной волны применяемого для наблюдения света, при этом минимальный разрешаемый размер составляет 1/2 соответствующей длины волны. Так как речь идёт об ИК-оптике с длиной волны 9–11 мкм, минимальный дефект, который может быть обнаружен посредством микроскопа, составляет 4,5 мкм.

Как показано в работе [4], в поле интенсивного лазерного излучения вокруг первоначально неразрешаемых с помощью оптического микроскопа дефектов, размер которых значительно меньше длины волны лазерного излучения, после воздействия мощного лазерного импульса возникают поля остаточных внутренних напряжений, визуализируемых поля-

ризационно-оптическим методом [12]. Размер таких «розеток» двулучепреломления, соответствующий размеру области остаточных внутренних напряжений, может составлять величину до ~ 1 мм.

Как показано в данном исследовании, в случае наблюдения образца с помощью тепловизионной камеры при непосредственном освещении даже существенно менее мощным излучением (в исследовании использовался лазер со средней мощностью 550 мВт, причём его излучение не фокусировалось) также происходила визуализация поглощающих включений. После выключения лазера изображение дефектов исчезало, то есть в этом случае нагрев поглощающих включений носит обратимый характер.

Так как после выключения лазера происходила полная релаксация возникших напряжений, другими словами, в исследовании наблюдался явно выраженный обратимый эффект, то данная методика относится к классу методов неразрушающего контроля. Температурную зависимость времени релаксации при воздействии теплового потока лазерного излучения определяли по одной из известных методик, например, представленной в работе [13]. Здесь оценочное время релаксации теплового потока и его температурной зависимости в твердом изотропном материале τ_q определяли по значениям температуропроводности a и средней скорости фононов материала v по формуле

$$\tau_q = a / v^2.$$

Определение именно оценочного времени релаксации обусловлено использованием в расчётах средней скорости фононов, являющейся оценочной величиной.

Увеличивая значения мощности источника нагрева, можно повторить эксперимент, численно моделируя новый температурный режим, и определить время релаксации теплового потока, температуру отнесения и вычислить температурную зависимость времени релаксации при воздействии теплового потока.

Визуализация дефектов происходит за счёт обратимого появления полей внутренних напряжений вокруг поглощающих включений, переизлучения нагретых микронеоднородностей и рассеяния на них лазерного излучения.

Таким образом, используя длинноволновое излучение 10,6 мкм, удаётся визуализировать дефекты структуры кристаллов, в том числе размером 0,5 мкм и менее, не обнаруживаемых с помощью оптических микроскопов.

Определение размера дефектов в структуре кристаллов Ge величиной от 0,2 до 2 мкм в данном исследовании осуществляли посредством анализа уменьшения интенсивности линий на рентгенограмме соответствующих кристаллов вследствие взаимодействия первичного пучка рентгеновских лучей с лучами, отраженными от атомных плоскостей Ge. С уменьшением размера дефекта наблюдается ослабление эффекта экстинкции. Например, для Ge с размером дефектов менее 0,2–0,3 мкм эффект экстинкции полностью исчезает.

Размеры дефектов D по эффекту экстинкции определяли из следующей зависимости, выведенной из динамической теории рассеяния рентгеновского излучения [14]:

$$D = n \times d_{nkl} = \text{th}(nq) / (I / I_{\text{ст}}) / q,$$

где I и $I_{\text{ст}}$ – соответственно интегральные интенсивности линии d_{nkl} с малыми индексами исследуемого образца и эталона кристаллов Ge; th – гиперболический тангенс; q – отражающая способность, отнесённая к одной плоскости (определяется расчётным путём); n – число параллельных отражающих плоскостей в одном дефекте (определяется при известном q из произведения nq , находимое по справочным таблицам или графикам зависимости $\text{th}(nq)/nq$, равной, в свою очередь, отношению интенсивностей $I/I_{\text{ст}}$.

Дальнейшие исследования предполагают развитие предложенного метода в части теплофизических оценок времени релаксации тепловых контрастов и их сравнения с экспериментальными данными.

Заключение

Предлагаемая методика позволяет визуализировать «проблемные» места структуры кристаллов, в том числе с размерами менее 0,5 мкм, обычно не обнаруживаемых с помощью оптической микроскопии. Мы предполагаем, что в них могут находиться некогерентные включения второй фазы, иначе говоря, скопления примесных атомов.

Так как предлагаемая в исследовании методика относится к классу методов неразрушающего контроля, она может быть использована и при контроле качества оптической обработки. Следует отметить, что данная методика заметно расширяет возможности исследования материалов ИК-оптики и полупроводниковой электроники и, в особенности, материалов, непрозрачных в видимой и ближней ИК-областях спектра, таких, как германий, теллур, прустит, некоторые сорта бескислородных стёкол и др.

Работа выполнена с использованием ресурсов
Центра коллективного пользования
Тверского государственного университета
в рамках государственного задания
по научной деятельности.

ЛИТЕРАТУРА

1. Роголин В. Е., Тищенко Н. А., Шаскольская М. П. // ЖТФ. 1980. Т. 50. № 5. С. 1077.
2. Роголин В. Е., Самойлова Т. И., Шаскольская М. П. // Кристаллография. 1980. Т. 25. № 5. С. 1100.
3. Роголин В. Е., Самойлова Т. И., Тищенко Н. А., Шаскольская М. П. // ФТТ. 1980. Т. 22. № 12. С. 3549.
4. Роголин В. Е. // Известия РАН. Сер. физ. 2012. Т. 76. № 11. С. 1346.
5. Подкопаев О. И., Шиманский А. Ф. Выращивание монокристаллов германия с низким содержанием дислокаций и примесей. – Красноярск: Сиб. федер. ун-т, 2014.
6. Каплунов И. А., Роголин В. Е. // Фотоника. 2019. Т. 13. № 1. С. 88. Doi:10.22184/FRos.2019.13.1.88.106
7. Коротаев В. В., Мельников Г. С., Михеев С. В., Самков В. М., Солдатов Ю. И. Основы тепловидения. – СПб.: ИТМО, 2012.
8. Каштанов Д. А., Васильев В. А., Карапузинов А. И., Шерстов И. В. // Оптика атмосферы и океана. 2011. Т. 24. № 5. С. 411.
9. Технические характеристики тепловизора FLIR T250. URL: <http://analytprom.ru/teplovizor-flir-t250/>
10. Каплунов И. А., Колесников А. И. // Поверхность. 2002. № 2. С. 14.
11. Блистанов А. А., Бондаренко В. С., Переломова Н. В., Стрижевская Ф. Н., Чкалова В. В., Шаскольская М. П. Акустические кристаллы. Справочник. – М.: Наука, 1982.
12. Шаскольская М. П. Кристаллография. – М.: Высшая школа, 1984.
13. Vedavarz A., Kumar S., Moallemi M. K. // Micro-mechanical Sensors, Actuators and Systems. 1991. Vol. 32. P. 109.
14. Горшков В. С., Тимашев В. В. Методы физико-химического анализа вязущих веществ. – М.: Высшая школа, 1963.

Nondestructive testing of transparent materials using laser IR imaging

V. E. Rogalin¹, S. A. Filin², and I. A. Kaplunov³

¹ Institute of Electrophysics and Electric Power, Russian Academy of Sciences
18 Dvorzovaya Naberezhnaya, St. Petersburg, 191186, Russia

² Plekhanov National University of Economics
36 Stremyannyj per., Moscow, 117997, Russia

³ Tver State University
33 Zhelyabova st., Tver, 170100, Russia

Received October 31, 2019

Consideration is given to a method for detecting, observing and evaluating physical inhomogeneities in materials. It combines a method for detecting inhomogeneities in the refractive index by the light scattered by them and a method for detecting inhomogeneities in materials by their absorption and / or additional thermal radiation when heated by infrared radiation. A device that implements this combined method is proposed. A technique of laser-thermal nondestructive noncontact defectoscopy of transparent materials is analyzed for the control of small defects in IR optics and ultra-pure semiconductors. It can be used to identify areas with an increased concentration of small size defects in the structure of the material and impurities, including the so-called cluster formations. Moreover, in many cases it is possible to identify clusters of electrically neutral impurities, in principle, not detected by traditionally applied electrophysical methods.

Keywords: laser, thermal imager, absorbing inclusion, IR-optics, semiconductor, microinhomogeneity, dispersion.

REFERENCES

1. V. E. Rogalin, N. A. Tishchenko, and M. P. Shaskol'skaya, *Tech. Phys.* **50** (5), 1077 (1980).
2. V. E. Rogalin, T. I. Samoilova, and M. P. Shaskol'skaya, *Kristallografiya* **25** (5), 1100 (1980).
3. V. E. Rogalin, T. I. Samoilova, N. A. Tishchenko, and M. P. Shaskol'skaya, *Phys. Solid State* **22** (12), 2079 (1980).
4. V. E. Rogalin, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics* **76** (11), 1205 (2012).
5. O. I. Podkopaev and A. F. Shimanskij, *Growing Crystals with Low Content of Dislocations and Impurities* (Sib. feder. un-t, Krasnoyarsk, 2014) [in Russian].
6. I. A. Kaplunov and V. E. Rogalin, *Photonics* **13** (1), 88 (2019) Doi:10.22184/FRos.2019.13.1.88.106
7. V. V. Korotaev, G. S. Mel'nikov, S. V. Miheev, V. M. Samkov, and Ju. I. Soldatov, *Foundations of Infrared Imaging* (ITMO, SPb., 2012) [in Russian].
8. D. A. Kashtanov, V. A. Vasiliev, A. I. Karapuzikov, and I. V. Sherstov, *Atmospheric and Oceanic Optics* **24** (5), 495 (2011).
9. *Thermal Imager FLIR T250*. URL: <http://analytprom.ru/teplovizor-flir-t250/>
10. I. A. Kaplunov and A. I. Kolesnikov, *Poverhnost'* **2**, 14 (2002).
11. A. A. Blistanov, V. S. Bondarenko, N. V. Perelomova, F. N. Strizhevskaya, V. V. Chkalova, and M. P. Shaskol'skaya, *Acoustic Crystals. Handbook* (Nauka, Moscow, 1982) [in Russian].
12. M. P. Shaskol'skaya, *Crystallography* (Vysshaya shkola, Moscow, 1984) [in Russian].
13. A. Vedavaz, S. Kumar, and M. K. Moallemi, *Micromechanical Sensors, actuators and Systems* **32**, P.109 (1991).
14. V. S. Gorshkov and V. V. Timashev, *Methods of Physicochemical Analyze of Viscous materials* (Vysshaya shkola, Moscow, 1963) [in Russian].