## ПРИМЕНЕНИЯ ЛАЗЕРОВ

## Дефектоскопия монокристаллов ZnGeP<sub>2</sub> излучением лазера на парах стронция

А.И.Грибенюков, С.Н.Подзывалов, А.Н.Солдатов, А.С.Шумейко, Н.А.Юдин, Н.Н.Юдин, В.Ю.Юрин

Описан модифицированный метод оптический дефектоскопии монокристаллических пластин ZnGeP<sub>2</sub>c использованием излучения лазера на парах стронция (λ = 1.03 и 1.09 мкм), основанный на получении теневой картины внутренних дефектов пластин, вырезанных параллельно плоскости (100). Показано, что применение излучения лазера на парах стронция с длиной волны 6.45 мкм позволяет исследовать неоднородности в крупноразмерных образцах ZnGeP<sub>2</sub>. Рассмотрена возможность создания проекционного дефектоскопа для мониторинга развития процесса пробоя монокристалла ZnGeP<sub>2</sub>.

Ключевые слова: лазеры на самоограниченных переходах, дефектоскоп, монокристалл.

К настоящему времени в России, Китае и США созданы и внедрены в производство перестраиваемые компактные твердотельные источники большой мощности, работающие в спектральном диапазоне 3-5 мкм. Как известно, источники излучения среднего ИК диапазона могут использоваться в системах противоракетной обороны, в медицине, газоанализе и спектроскопии [1-4]. В качестве источников накачки для широкополосных или перестраиваемых в широких спектральных диапазонах параметрических генераторов света на основе монокристалла ZnGeP<sub>2</sub> используются импульсные лазеры, генерирующие излучение с длинами волн вблизи  $\sim$ 2 мкм [5,6]. Монокристаллы ZnGeP2 могут также широко применяться в качестве нелинейных оптических кристаллов для генерации излучения в терагерцевой области, получаемого с использованием разностной схемы от двух лазерных источников среднего ИК диапазона [7-11]. Из множества нелинейных оптических кристаллов монокристалл ZnGeP<sub>2</sub> наиболее подходит для решения данных задач благодаря уникальной совокупности характеристик, таких как широкий диапазон прозрачности 1-12 мкм, болькоэффициент нелинейно-оптического качества  $M = 112 \times 10^{-24} \text{ м}^2/\text{B}^2$  ( $M = d^2/n_{\text{p}}n_{\text{i}}n_{\text{s}}$ , где  $d = 2\chi^{(2)}$  – коэффициент нелинейной поляризуемости второго порядка;  $n_{\mathrm{p,i,s}}$ - показатели преломления для волны накачки, для холостой и сигнальной волн соответственно); порог разрушения при длительности импульса ~10 нс достигает порядка 50 MBт/см<sup>2</sup> на  $\lambda$  = 2.09 мкм и 150 MBт/см<sup>2</sup> на  $\lambda$  = 2.96 мкм [12].

А.И.Грибенюков. Институт мониторинга климатических и экологических систем СО РАН, Россия, 634055 Томск, просп. Академический, 10/3; Национальный исследовательский Томский государственный университет, Россия, 634050 Томск, просп. Ленина, 36

С.Н.Подзывалов, А.Н.Солдатов, А.С.Шумейко, Н.А.Юдин, Н.Н.Юдин, В.Ю.Юрин. Национальный исследовательский Томский государственный университет, Россия, 634050 Томск, просп. Ленина, 36; e-mail: yudin@tic.tsu.ru

Поступила в редакцию 30 августа 2017 г., после доработки – 5 февраля 2018 г.

Основная трудность, возникающая при использовании кристаллов сложного состава, связана, как известно, с тем, что в них имеются локальные вариации состава, представляющие собой неоднородности, которые достигают макроскопических (1-50 мкм) размеров, с показателем преломления и коэффициентом поглощения, отличающимися от соответствующих значений для матричной среды [13]. Очевидно, что масштаб и сама реализация возможностей создания различных прикладных приборов с нелинейно-оптическими элементами из монокристаллов ZnGeP<sub>2</sub> зависят от уровня воспроизводимости свойств получаемого материала и, следовательно, от развития не только средств контроля и управления технологическими процессами, но и методов обнаружения дефектов и их идентификации на всех этапах технологической цепи. Контроль размеров дефектов, их геометрии и положения в кристалле играет чрезвычайно важную роль при раскройке заготовок на рабочие элементы, а также может помочь при выборе методов и режимов модификации свойств материала при постростовой обработке. Ясно, что методы контроля должны быть быстрыми, бесконтактными и неразрушающими. Наиболее подходят для решения данной задачи оптические методы дефектоскопии. Поскольку окно прозрачности ZnGeP<sub>2</sub> лежит в ИК области спектра (в видимой области спектра материал непрозрачен), то обнаружение и визуализацию внутренних дефектов, возникающих в процессе производства нелинейных элементов разного назначения, следует проводить с использованием ИК излучения.

В настоящей работе представлены результаты исследований дефектов в монокристаллах  $ZnGeP_2$ , полученных путем регистрации и анализа ИК изображений, формируемых на просвет. ИК изображения формировались с помощью излучения лазера на парах стронция и регистрации излучения, вышедшего из монокристалла, анализатором профиля лазерного пучка BeamCube (Ophir).

Лазер на парах стронция генерирует в ИК области спектра на восьми переходах с длинами волн  $\sim$ 1.03, 1.09, 2.6, 3.06, 2.69, 3.01, 2.92 и 6.45 мкм [14]. Все перечисленные лазерные линии лежат в области прозрачности монокристалла ZnGeP $_2$  (рис.1).

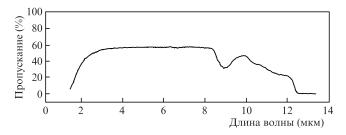


Рис.1. Спектр пропускания пластины ZnGeP<sub>2</sub>, измеренный на фурье-спектрофотометре FT-801 (Simex).

Измерения пропускания пластин монокристаллов  ${\rm ZnGeP_2}$  проводились по схеме, представленной на рис.2. Коэффициенты поглощения с учетом многократного отражения от плоскопараллельных граней пластины рассчитывались по формулам

$$\alpha^{\text{e,o}} = -\frac{1}{d} \ln \left\{ \sqrt{[A^2 + (R^{\text{e,o}})^{-2}]} - A \right\}, \tag{1}$$

$$R^{\text{e,o}} = \frac{(n^{\text{e,o}} - 1)^2}{(n^{\text{e,o}} + 1)^2},\tag{2}$$

$$T^{\text{e,o}} = \frac{I^{\text{e,o}}}{I_0} = \frac{(1 - R^{\text{e,o}})^2 \exp(-\alpha^{\text{e,o}} d)}{(1 - R^{\text{e,o}})^2 \exp(-2\alpha^{\text{e,o}} d)},$$
(3)

$$T = \frac{1}{I_0} = \frac{T^{\circ}}{2} [1 + \cos^2 \theta] + \frac{T^{\circ}}{2} \sin^2 \theta,$$
 (4)

где  $\alpha^{\mathrm{e,o}}$  – коэффициенты поглощения для необыкновенной и обыкновенной волн соответственно; d – толщина пластины;  $R^{\mathrm{e,o}}$  – коэффициенты отражения,  $n^{\mathrm{e,o}}$  – показатели преломления,  $T^{\mathrm{e,o}}$  – пропускания волн;  $\theta$  – угол между направлением излучения (или волновым вектором) и оптической осью кристалла;  $I^{\mathrm{e,o}}$  – интенсивности волн; I и  $I_{\mathrm{o}}$  – интенсивности прошедшего и падающего на монокристалл излучения; T – пропускание образца; A =  $(1 - R^{\mathrm{e,o}})^2/[2T(R^{\mathrm{e,o}})^2]$ .

Решение системы (1) – (4), в которой независимых уравнений только три, а неизвестных – четыре, требует дополнения. Таким дополнением служит отношение коэффициентов поглощения волн с необыкновенной и обыкновенной поляризациями. Спектральная зависимость такого отношения

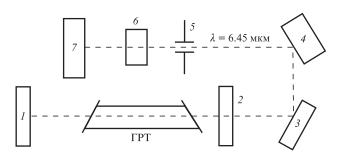


Рис.2. Схема эксперимента по измерению пропускания излучения на длинах волн 6.45, а также 1.03 и 1.09 мкм монокристаллом  $ZnGeP_2$ :

 $1,\ 2$ — зеркала резонатора с помещенной между ними газоразрядной трубкой (ГРТ) лазера на парах стронция; 3— поворотное алюминиевое зеркало; 4— дифракционная решетка; 5— диафрагма; 6— исследуемая пластина монокристалла  $ZnGeP_2;\ 7$ — измеритель мощности (Ophir).

$$K = \frac{\alpha^{e}}{\alpha^{o}} = 1.08 + 1.83 \exp\left[\frac{-(\lambda - 2.26)^{2}}{0.29}\right]$$
 (5)

была найдена путем аппроксимации к распределению Гаусса экспериментальных значений, полученных при измерениях на ориентированных кристаллах  $ZnGeP_2$  (выращены в ИМКЭС СО РАН). Измерения проводились независимо в трех организациях: в ИМКЭС СО РАН, в INRAD Co (США) и в Cleveland Crystals Co (США).

Уже первые измерения показали, что пластины монокристалла  $ZnGeP_2$  толщиной 6 мм пропускают излучение стронциевого лазера с длиной волны 6.45 мкм (диаметр лазерного пучка 12.5 мм, средняя мощность излучения 485 мВт) почти без поглощения:  $T\approx55\%$ , что соответствует коэффициенту поглощения  $\alpha_{6.45}\approx0.08~{\rm cm}^{-1}.$  При этом пропускание излучения лазера на длинах волн 1.03 и 1.06 мкм составило  $\sim\!1\%$ , что отвечает коэффициенту поглощения  $\alpha_{1.03}\sim6.3~{\rm cm}^{-1}.$ 

В кристаллах сложного состава всегда имеются локальные вариации состава – неоднородности, достигающие макроскопических (1–50 мкм) размеров с показателем преломления и коэффициентом поглощения, отличающимися от средних значений этих параметров для самой среды [13].

Таким образом, визуализация дефектов излучением с длиной волны ~1 мкм позволяет регистрировать дефекты с размерами ~0.5 мкм, но из-за низкой проникающей способности излучения в толстых образцах дефекты будут неразличимы из-за больших потерь на поглощение. Для излучения с длиной волны 6.45 мкм минимальные размеры регистрируемых объектов (~3 мкм) будут ограничены длиной волны регистрирующего излучения. Тем не менее измерения на этой длине волны представляют большой интерес из-за малости поглощения самим материалом и минимального влияния рассеяния, т.к. эффективность последнего пропорциональна параметру  $(a/\lambda)^n$ , где показатель степени п может изменяться от единицы (когда размер неоднородности  $a \approx \lambda$ ) до четырех (при  $a \ll \lambda$ ). Соответственно на длине волны  $\lambda = 6.45$  мкм теневое изображение дефектов должно иметь более высокую контрастность и разрешение, а кроме того, появляется возможность проводить дефектоскопию в толстых образцах. Конечно, необходимо учитывать, что для визуализации дефектов на длине волны 6.45 мкм необходимо использовать приемники, способные работать в данном диапазоне длин волн, например тепловизоры. Таким образом, благодаря уникальному сочетанию генерируемых длин волн стронциевый лазер может применяться для выявления крупных (свыше 3 мкм) дефектов в заготовках размером 10-15 см, а обнаружение дефектов величиной ~1 мкм требует специальной подготовки пластинок толщиной ~5 мм.

В настоящей работе проведены исследования по выявлению внутренних дефектов монокристалла  ${\rm ZnGeP_2}$  путем визуализации теневого ИК изображения, получаемого благодаря проходу через монокристалл излучения стронциевого лазера на длинах волн 1.03 и 1.09 мкм, подобно тому, как это было сделано в работе [15]. Выбор указанных длин волн лазерного излучения обусловлен широкой доступностью приемников излучения, работающих в диапазоне длин волн до 1.1 мкм.

Визуализация дефектов пластины монокристалла  $ZnGeP_2$  с размерами  $23\times17\times6$  мм осуществлялась по схеме, представленной на рис.3. Использовался лазер на па-

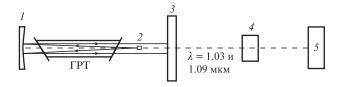


Рис.3. Схема экспериментальной установки для дефектоскопии монокристалла  $ZnGeP_2$ :

1, 2—зеркала резонатора; 3— оптический фильтр ИКС-1; 4— пластина монокристалла ZnGeP<sub>2</sub>; 5— анализатор профиля лазерного излучения BeamCube (Ophir).

рах стронция с диаметром разрядного BeO-керамического канала 2.6 см и длиной газоразрядной трубки 80 см. Неустойчивый резонатор телескопического типа был образован глухим алюминиевым сферическим зеркалом I с радиусом кривизны 300 мм и выходным сферическим выпуклым зеркалом 2 с радиусом кривизны 10 мм с мнимым фокусом, формирующим плоскопараллельный лазерный пучок. Средняя мощность генерации лазера на парах стронция (после фильтра ИКС-1) составляла  $\sim 500$  мВт на длинах волн излучения 1.03 и 1.09 мкм.

Примеры теневых картин внутренних дефектов, полученных при помощи анализатора лазерного пучка BeamCube, приведены на рис.4 и 5. Теневая картина части трещины, которая расположена внутри пластины монокристалла  ${\rm ZnGeP_2}$  и не видна при визуальном осмотре, показана на рис.4. На рис.5 приведено полное изображение внутренней трещины. Оно образовано путем склейки изображений, получаемых при перемещении матрицы приемника на расстояние, равное ее размеру. В итоге имеем изображение требуемой площади, содержащее всю необходимую информацию о внутренних дефектах кристалла.

Недостатком представленного метода является то, что размеры детектируемых дефектов ограничиваются размерами пикселя матрицы приемного устройства. Чтобы повысить чувствительность метода и получить возможность использовать фотоприемники с дешевыми матрицами, предполагается усовершенствовать данный метод дефектоскопии и создать лазерный проекционный

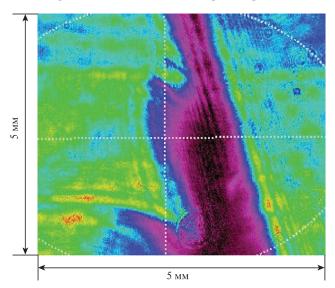


Рис.4. Теневое изображение части внутреннего дефекта пластины  $ZnGeP_2$ , полученное с помощью излучения на длинах волн 1.03 и 1.09 мкм лазера на парах стронция.

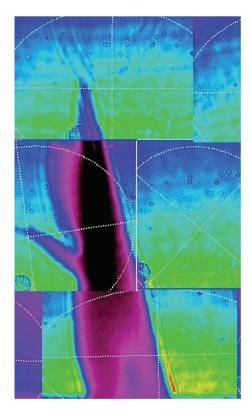


Рис.5. Склейка изображений дефекта, линейные размеры которого превышают размеры матрицы анализатора.

дефектоскоп на базе системы генератор-усилитель по схеме, представленной на рис.6.

Принцип работы данного проекционного дефектоскопа заключается в том, что из всего излучения генератора (ГРТ1), проходящего через узкополосный оптический фильтр 3, выделяется излучение с необходимой длиной волны, которое далее фокусируется линзой 5 в исследуемую область монокристалла. Поскольку показатель преломления монокристалла ZnGeP2 в ближнем и среднем ИК диапазонах составляет ~3 [16], пучок излучения в монокристалле практически не расширяется. Излучение, вышедшее из монокристалла, попадает на линзу 7, которая формирует плоскопараллельный пучок, содержащий информацию о внутренних дефектах монокристалла. Данный пучок, пройдя через ГРТ2, усиливается и попадает на линзу 8, с помощью которой изображение увеличивается и проецируется на экран 9. В представленной на рис.6 схеме для визуализации дефектов в монокристалле на длине волны  $\lambda = 6.45$  мкм в качестве приемника предполагается использовать тепловизор 10, который фиксирует картину распределения температуры с экрана. Данный проекционный дефектоскоп может служить и для визуализации дефектов с помощью излучения с длинами волн 1 и 3 мкм, если заменить экран матрицей фотоприемника, работающего в данном спектральном диапазоне. Регистрацию изображения можно производить путем сканирования фотоприемником плоскости изображения и последующей его склейки. Минимальные линейные размеры регистрируемых дефектов ограничены длиной волны регистрирующего излучения и составляют 0.5-3 мкм (в зависимости от выбора длины волны). Такой метод визуализации может найти применение при регистрации быстропротекающих процессов внутри монокристалла, напри-

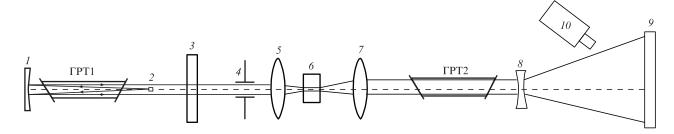


Рис.6. Схема лазерного проекционного дефектоскопа:

1, 2 – зеркала резонатора; ГРТ1, ГРТ2 – газоразрядные трубки лазеров на парах стронция (генератора и усилителя соответственно); 3 – узкополосный оптический фильтр; 4 – диафрагма; 5, 7, 8 – линзы; 6 – исследуемый монокристалл ZnGeP<sub>2</sub>; 9 – экран; 10 – камера (тепловизор).

мер в момент оптического пробоя или предпробойного состояния, благодаря возможности достижения высокой частоты следования импульсов генерации ( $\sim$ 1 МГц) лазера на парах стронция [17]. Для регистрации данных процессов потребуется синхронизация импульсного источника накачки лазера с приемным устройством (подобно тому, как это было сделано в [18]).

Итак, проведенные исследования подтверждают перспективность использования ИК излучения лазера на парах стронция для дефектоскопии монокристаллов  $ZnGeP_2$  теневым методом. Отмечена возможность создания проекционного дефектоскопа с минимальной разрешающей способность  $\sim \! 0.5 \,$  мкм и частотой следования кадров  $\sim \! 1 \,$  МГц для мониторинга развития процесса пробоя монокристалла  $ZnGeP_2$ .

- Godard A., Lefebvere M., Hassani S., Galter.P. Technol Opt. Countermeas. IV, 6738, 67380C-1 (2007).
- Lippert E., Nicolas S., Arisholm G., Stenersen K., Rustad G. Appl. Opt., 45 (16), 3839 (2006).
- 3. Stoeppler G., Thilmann N., Pasiskevicius V., Zukauskas A., Canalias C., Eichhorn M. *Opt. Soc. Am.*, **20** (4), 4509 (2012).
- Бочковский Д.А., Васильева А.В., Матвиенко Г.Г., Полунин Ю.П., Романовский О.А., Солдатов А.Н., Харченко О.В., Юдин Н.А., Яковлев С.В. Оптика атмосферы и океана, 24 (11), 985 (2011).
- Захаров Н.Г., Антипов О.Л., Шарков В.В., Савикин А.П. Квантовая электроника, 40 (2), 98 (2010) [Quantum Electron., 40 (2), 98 (2010)].

- Zhou Ren-Lai, Ju You-Lun, Wang Wei, Zhu Guo-Li, Wang Yue-Zhu. Chin. Phys. Lett., 28 (7), 074210 (2011).
- 7. Shi W., Ding Y.J. Appl. Phys. Lett., 83, 848 (2003).
- Tanabe T., Suto K., Nishizawa J., Sasaki T. J. Phys. D: Appl. Phys., 37, 155 (2004).
- Luo C., Reimann K., Woerner M., Elsaesser T. Appl. Phys., 78, 435 (2004).
- 10. Shi W., Ding Y.J. Appl. Phys. Lett., 84, 1635 (2004).
- 11. Shi W., Ding Y.J., Schunemann P.G. Opt. Commun., 233, 183 (2004).
- 12. Андреев Ю.М., Воеводин В.Г., Гейко П.П., Горобуц В.А., Ланская О.Г., Петухов В.О., Солдаткин Н.П., Тихомиров А.А. *Лидарные системы и их оттико-электронные элементы* (Томск: изд-во Института оптики атмосферы СО РАН, 2004).
- Либенсон М.Н., Яковлев Е.Б., Шандыбина Г.Д. Взаимодействие лазерного излучения с веществом (силовая оптика). Конспект лекций. Часть І. Поглощение лазерного излучения в веществе. Под общей редакцией В.П.Вейко (СПб: изд-е СПб ГУ ИТМО, 2008).
- Солдатов А.Н., Латуш Е.Л., Чеботарев Г.Д., Юдин Н.А., Васильева А.В., Полунин Ю.П., Пруцаков О.О. Импульсно-периодические лазеры на парах стронция и кальция (Томск: ТМЛ-Пресс. 2012).
- Дёмин В.В., Половцев И.Г., Каменев Д.В. Изв. вузов: Сер. Физика, 58 (10), 106 (2015).
- Boyd G.D., Buehler E., Storz F.G. Appl. Phys. Lett., 18 (7), 301 (1971).
- 17. Солдатов А.Н., Юдин Н.А., Васильева А.В., Колмаков Е.А., Полунин Ю.П., Костыря И.Д. *Квантовая электроника*, **42** (1), 31 (2012) [*Quantum Electron.*, **42** (1), 31 (2012)].
- 18. Евтушенко Г.С., Тригуб М.В., Губарев Ф.А., Торгаев С.Н. *Изв. Томского политехнического университета*, **319** (4), 154 (2011).