

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Обзорная статья

УДК 006.91:548.4

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-72-85>



Особенности испытаний и контроля оптических качеств диэлектрических монокристаллов

Н. С. Козлова  , Е. В. Забелина , В. М. Касимова 

Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», г. Москва, Россия
 kozlova_nina@mail.ru

Аннотация: В статье рассмотрены особенности и проблемы метрологического обеспечения качества измерений параметров оптических монокристаллических материалов и элементов из них на примерах измерений параметров диэлектрических ионных оптических материалов из практики межкафедральной учебно-испытательной лаборатории полупроводниковых материалов и диэлектриков «Монокристаллы и заготовки на их основе» НИТУ МИСИС.

Установлено, что свойства выращенных кристаллов можно корректировать, подвергая внешним воздействиям многочисленные структурные точечные дефекты, которые управляют свойствами кристаллов. Представлены доказательства того, что подход «структура – дефекты структуры – свойства – применение дефектов для управления свойствами – коррекция технологии получения кристаллов» является наиболее эффективным для изучения физических параметров диэлектрических кристаллов.

Публикация содержит обобщение сведений из нормативных документов, оригинальных статей, обзоров и монографий по проблемам метрологического обеспечения в области физики твердого тела. Материал построен на результатах проведенного авторским коллективом анализа влияния структурных точечных ростовых дефектов на свойства и технологические параметры кристаллов. Базой для обзора стал многолетний опыт работы с оптическими диэлектрическими кристаллами в лаборатории, где трудятся авторы публикации. Ключевые выводы сделаны с опорой на диссертационные работы авторов на соискание научных степеней, сведения из выступлений на отечественных и международных конференциях.

Обзор адресован специалистам – метрологам для теоретических и прикладных исследований. Кроме того, опубликованный материал может быть полезен преподавателям и студентам профильных направлений высших учебных заведений.

Ключевые слова: оптические диэлектрические кристаллы, методы пропускания, спектральные зависимости отражения, структура кристаллов, дефекты, особые свойства, методики измерений, стандартные образцы

Для цитирования: Козлова Н. С., Забелина Е. В., Касимова В. М. Особенности испытаний и контроля оптических качеств диэлектрических монокристаллов // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 1. С. 72–85. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-72-85>.

Статья поступила в редакцию 11.12.2024; одобрена после рецензирования 28.02.2025; принята к публикации 25.03.2025.

MODERN METHODS OF ANALYSIS OF SUBSTANCES AND MATERIALS

Review Article

Features of Testing and Monitoring Optical Qualities of Dielectric Single Crystals

Nina S. Kozlova  , Evgenia V. Zabelina , Valentina M. Kasimova National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia
 kozlova_nina@mail.ru

Abstract: The article discusses the features and problems of metrological quality assurance of measurements of parameters of optical single-crystal materials and elements made of them using examples of measurements of parameters of dielectric ionic optical materials from the practice of the interdepartmental educational and testing laboratory of semiconductor materials and dielectrics «Single crystals and blanks stock on their base» of NUST MISIS.

It has been established that the properties of grown crystals can be adjusted by exposing numerous structural point defects, which control the properties of the crystals, to external influences. Evidence is provided that the approach «structure – structure defects – properties – application of defects to control properties – adjustment of crystal production technology» is the most effective for studying the physical parameters of dielectric crystals.

The article contains a summary of information from regulatory documents, original articles, reviews and monographs on the problems of metrological assurance in the field of solid state physics. The material is based on the results of the authors' analysis of the influence of structural point growth defects on the properties and technological parameters of crystals. The review is based on long-term experience with optical dielectric crystals in the laboratory where the authors of the publication work. The key conclusions are based on the authors' dissertations for scientific degrees, information from reports at domestic and international conferences. The review is intended for specialists – metrologists for theoretical and applied research. In addition, the published material may be useful to teachers and students of specialized areas of higher education institutions.

Keywords: optical dielectric crystals, transmission methods, spectral dependences of reflection, crystal structure, defects, special properties, measurement techniques, reference materials

For citation: Kozlova N. S., Zabelina E. V., Kasimova V. M. Features of testing and monitoring optical qualities of dielectric single crystals. *Measurement standards. Reference materials.* 2025;21(1):72–85. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-1-72-85>.

The article was submitted 11.12.2024; approved after reviewing 28.02.2025; accepted for publication 25.03.2025.

Введение

Распоряжение Правительства РФ № 20-р¹ определяет основные направления государственной политики в сфере развития

¹ О стратегии развития электронной промышленности Российской Федерации на период до 2030 г. и плане мероприятий по ее реализации : Распоряжение Правительства РФ от 17 января 2020 г. № 20-р.

электронной промышленности Российской Федерации на основе создания новых технологий для удовлетворения потребностей государства и потребителей в современной продукции отрасли электронной промышленности.

Десятилетия развития квантовой электроники, электронной и микроэлектронной промышленности, долгий путь становления

и совершенствования квантовой оптики в качестве среды для генерации, управления характеристиками и детектирования оптического излучения требовали синтезировать, выращивать, апробировать и исследовать внушительный массив кристаллических диэлектрических материалов. Но практическое применение нашли не все полученные материалы. Тому причины – недостаток исследований, обусловленный сложностью структур таких материалов и их свойств, а также трудности, которые преодолевают материаловеды и технологи, получая и проводя испытания кристаллических диэлектрических материалов требуемого качества в интересах электронной и микроэлектронной промышленности. Одна из важнейших групп таких материалов – диэлектрические ионные кристаллы².

Развитие электронной и микроэлектронной промышленности во многом определяется возможностями материалов, на основе которых создаются квантовые генераторы, системы управления оптическим лучом, скинтилляционные материалы, применяемые в качестве компонентов медицинской техники и детекторов высокоэнергетических излучений и других приборов.

В исследовании³ установлено, что из 32 классов симметрии кристаллических структур 21 класс относится к полярным и полярно-нейтральным классам, остальные – к неполярным классам. Наличие полярных направлений в кристаллах полярных и полярно-нейтральных классов приводит к различию свойств, т. е. к анизотропии свойств за счет структуры кристалла. Формирование структуры кристаллов жестко подчиняется законам кристаллографии [1].

Изменения свойств кристаллов, включая кристаллы неполярных классов, могут быть вызваны следующими внешними воздействиями:

- температурными, радиационными полями;
- механическими воздействиями;
- введением в процессе роста легирующей примеси, особенно с отличной от основной зарядовой составляющей атомов.

² Блистанов А. А. Кристаллы квантовой и нелинейной оптики. М. : МИСИС, 2007. 432 с.

³ Шаскольская М. П. Кристаллография. М. : Высшая школа, 1984. 376 с.

Указанные воздействия, приводя к образованию дефектов структуры, влияют на изменение и деформацию структуры кристаллов, и тем самым – на свойства кристаллов. Причем, не только на свойства кристаллов, но и на технологию получения кристаллов (рис. 1).

Одновременно с анизотропией структуры в диэлектрических (ионных) кристаллах имеются свойства, обнаружение которых и изучение затруднительно, а именно:

- оптическая активность, или гиротропия;
- дихроизм;
- двулучепреломление.

Перечисленные свойства напрямую связаны со структурой и наличием структурных дефектов, возникших в процессе выращивания кристаллов. При этом ростовые дефекты существенно влияют на свойства и технологические параметры кристаллов, и этот факт недостаточно отражен в публикациях.

Цели настоящей работы:

- проанализировать влияние структурных точечных ростовых дефектов на свойства и технологические параметры кристаллов;
- обосновать необходимость комплексных исследований диэлектрических ионных кристаллов по схеме «кристаллическая структура – дефекты структуры – ростовые дефекты – свойства – применение дефектов для управления свойствами» [2].

Материалы и методы

Поставленные в разных областях науки и техники задачи обуславливают необходимость поиска (а) новых кристаллов для конкретных применений и (б) путей улучшения свойств уже известных кристаллов. Сформулируем подходы к решению указанных задач в области физики твердого тела (рис. 2):

- изучение свойств диэлектрических кристаллов;
- определение фундаментальных связей между особенностями структуры и связанными с ней свойствами;
- выявление природы дефектов;
- создание моделей дефектообразования для определения путей управления и оптимизации свойств функциональных кристаллов с учетом их конкретного применения.

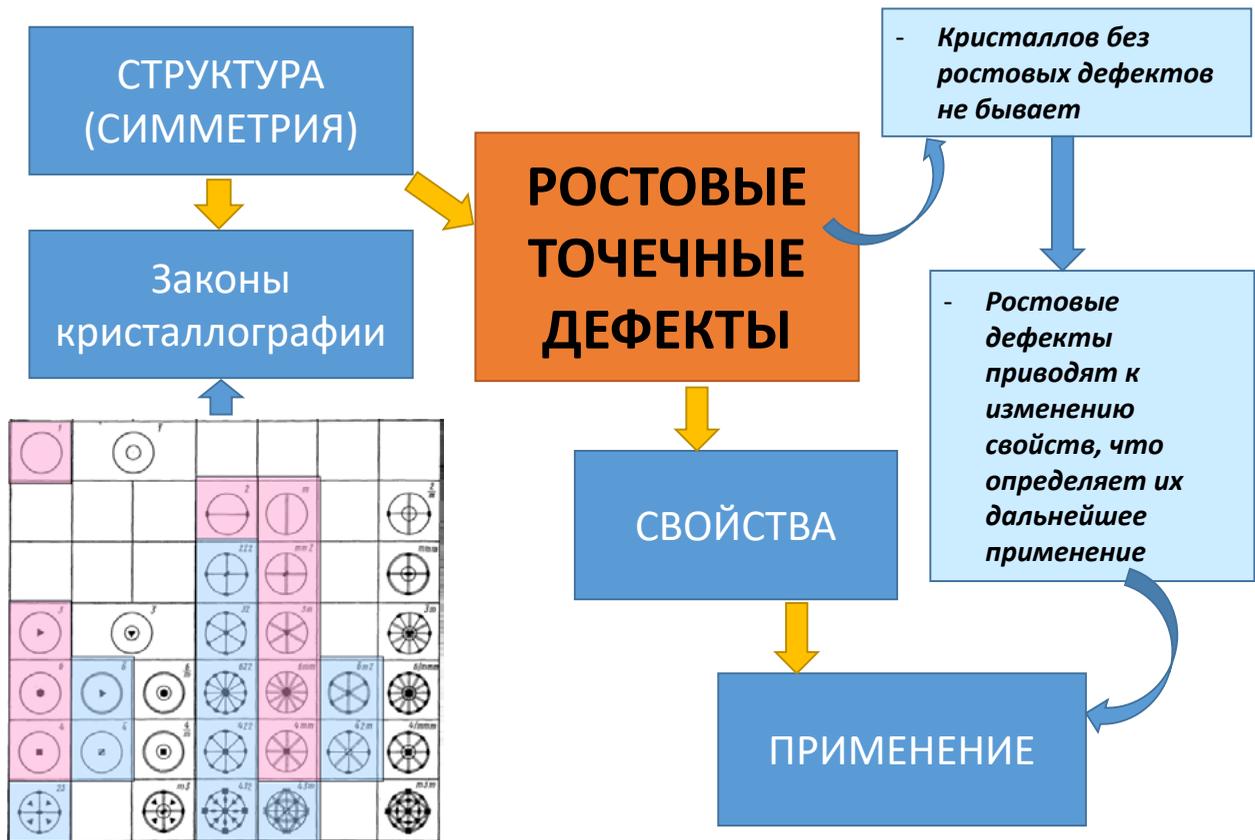


Рис. 1. Связь ростовых точечных дефектов со структурой и свойствами кристаллов и классы симметрии
 Fig. 1. Relationship of growth point defects with the structure and properties of crystals and symmetry classes

При этом возникает необходимость оценки таких свойств, как величина оптической активности (коэффициент гирации), наличие явления дихроизма в материале, величины двулучепреломления. Для перечисленных явлений чрезвычайно важны исследования их дисперсионных зависимостей. В противном случае можно получить неадекватные результаты и их понимание, приводящие к ошибкам при разработке и изготовлении изделий, элементов для электронной и микроэлектронной техники.

Средства оптимизации, или влияния, нужных свойств кристаллов с учетом их применения в последующем можно сформировать, установив природу дефектов и механизмы их образования. Для этого необходимы комплексные исследования воздействия на их оптические и электрофизические параметры условий получения кристаллов и подготовки образцов, а именно:

- атмосферы выращивания;
- изоморфных замещений в катионной подрешетке;

- легирования;
- послеростовых обработок;
- выбора токопроводящих покрытий.

Наибольшего эффекта можно достичь одновременно исследованиями дефектной структуры, элементного и фазового составов образцов. Все это позволит расширить линейку кристаллов для оптических, в том числе нелинейных, и пьезоэлектрических применений, рабочий диапазон миниатюрных, компактных и высоконадежных устройств на основе диэлектрических ионных кристаллов, работоспособных в широком диапазоне внешних условий.

Характерными особенностями кристаллов, обусловленными кристаллографической закономерностью их внутреннего строения, являются анизотропия и симметрия физических свойств⁴.

⁴ Физическая энциклопедия (в 5 томах) [1988–1998]/ Гл. ред. А. М. Прохоров. Ред. кол. Д. М. Алексеев, А. М. Балдин, А. М. Бонч-Бруевич, А. С. Боровик-Романов и др. М. : Советская энциклопедия, 1988. Т. 1. 704 с.

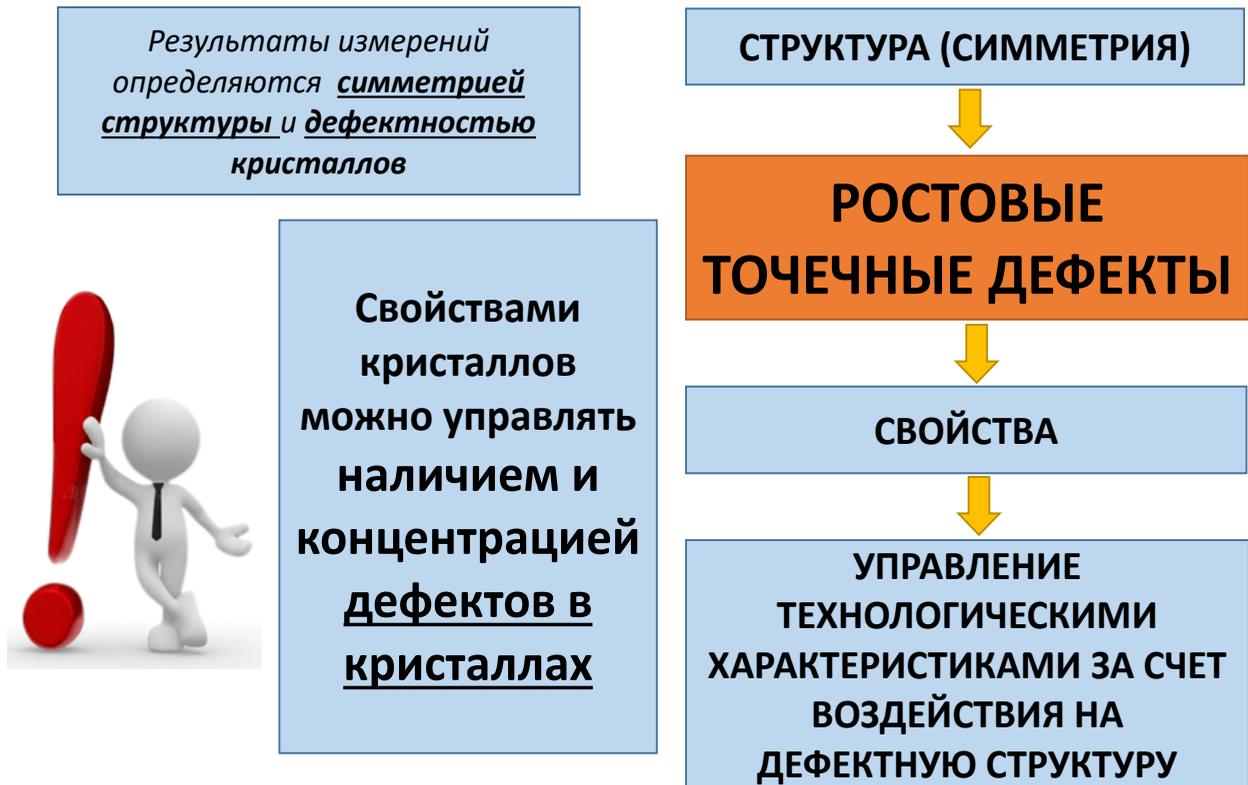


Рис. 2. Связь ростовых точечных дефектов со свойствами и технологией получения кристаллов
 Fig. 2. Relationship of growth point defects with the properties and technology of crystal production

Визуальные, без использования исследовательского оборудования, наблюдения анизотропии кристаллов дают представление, к какому классу симметрии относится рассматриваемый кристалл, позволяют оценить степень вероятности наличия определенных свойств в данном кристалле.

В силу того, что кристаллы выращиваются не в идеальной среде, технологические условия получения кристаллов существенно влияют на форму кристаллов и их свойства. В процессе роста кристаллов образуются дефекты роста, точечные ростовые дефекты, дислокации, неконтролируемые примеси, вошедшие в кристалл из шихты, атмосферы выращивания, под влиянием других факторов окружающей среды. Перечисленные обстоятельства нарушают форму выращенного кристалла, но главное свойство – анизотропия – остается. Отсюда верно утверждение: все кристаллы к тем или иным свойствам анизотропны, – что требует аккуратного и тщательно исследования.

Детальные исследования анизотропии свойств материалов позволяют выявить направления и срезы с экстремальными значениями свойств – актуальную проблему как для фундаментальных исследований, так и для практического применения. Такие исследования особенно важны при изучении экстремальных задач кристаллофизики: электрооптики, акустооптики, особенностей параметрических эффектов и др. Это позволяет найти критерии отбора монокристаллических элементов с оптимальными характеристиками для устройств твердотельной электроники [3]. При этом безусловным требованием является изучение дефектной структуры, возникшей в процессе роста. Сопутствующий вопрос – о влиянии легирования разными примесями, что само по себе вносит дополнительные структурные дефекты и влияет на анизотропию кристалла, и, соответственно, на свойства кристаллов. Так, в изотропных средах под влиянием внешних воздействий, например, механических, электрических полей и др., может наблюдаться аномальное двойное лучепреломление.

Результаты и обсуждение

Выше описаны случаи, когда визуально можно определить симметрию кристалла и понять, какими свойствами обладает кристалл. Однако кристаллы могут обладать неочевидными свойствами, которые проявляются в кристаллах только при исследовании на чувствительном оборудовании и по вновь разработанным методикам. Рассмотрим свойства, требующие специальных исследований.

Дихроизм – различное поглощение веществом света в зависимости от его поляризации. Различие поглощения волн в кристаллах в зависимости от состояния их поляризации называется дихроизмом⁵. Дисперсия дихроизма является одной из важнейших кристаллооптических характеристик материала⁶. Дихроичные вещества становятся разнообразно окрашенными при наблюдениях по различным направлениям. Откуда и название «Дихроизм» (от греческого *dichroos* – двухцветный)⁷ (рис. 3).

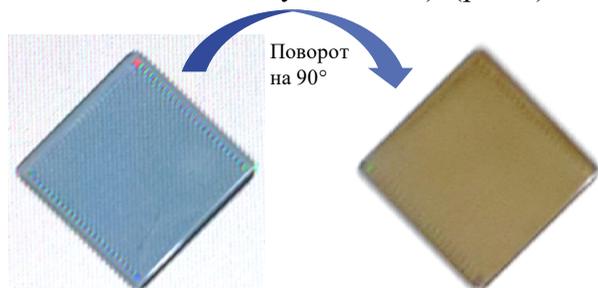


Рис. 3. Наблюдение явления дихроизма в кристаллах при повороте на 90°

Fig. 3. Observation of the phenomenon of dichroism in crystals at 90° rotation

Бесцветное вещество обнаруживает дихроизм только в процессе измерения спектров пропускания или поглощения. В таком случае проводят измерения спектральных зависимостей коэффициентов пропускания в поляризованном свете или с поворотом образца на 90°. Таким образом, при изменении поляризации луча света на спектрах поглощения в полосах поглощения меняется их интенсивность.

Дисперсионная зависимость коэффициентов пропускания при разных поляризациях

⁵ Современная кристаллография в 4 томах [1979–1981]/ Б.К. Вайнштейн [и др.]. Т. 4. М.: Наука, 1981. 496 с.

⁶ Там же.

⁷ Там же.

света (T_o – обыкновенный луч, T_e – необыкновенный луч) представлена на рис. 4.

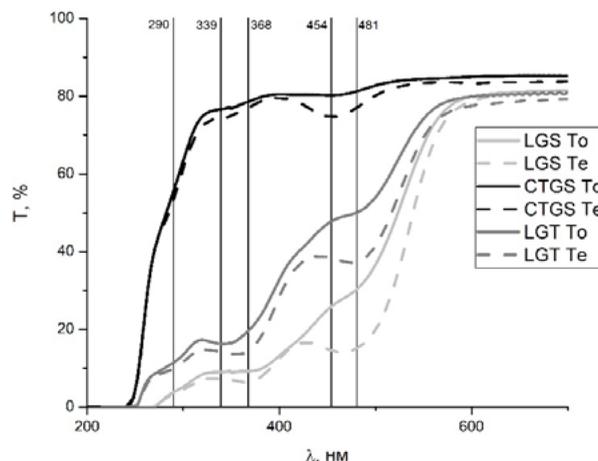


Рис. 4. Спектральные зависимости коэффициентов пропускания в кристаллах группы лангаситов [4]

Fig. 4. Spectral dependences of transmission coefficients in crystals of the langasite group [4]

Экстремумы на зависимостях в областях ~290, 339, 368, 454 и 481 нм полос поглощения объясняются различными структурными точечными дефектами и их комплексами. Описанные эксперименты свидетельствуют о том, что в этой группе кристаллов точечные дефекты близки по природе, но различаются концентрацией, также они обладают свойством дихроизма и, следовательно, анизотропией.

Для одноосных кристаллов, например, кристаллов группы лангаситов, рассматривается, как правило, *дисперсия линейного дихроизма* $\Delta\chi$, которая без поправок на отражение рассчитывается по формуле⁸

$$\Delta\chi = (\lambda/4\pi d) \cdot \ln(T_o/T_e), \quad (1)$$

где λ – длина волны света; d – толщина образца.

За меру дихроизма⁹ принимают отношение

$$D = (A_{\max} - A_{\min}) / (A_{\max} + A_{\min}), \quad (2)$$

где A_{\max} – максимальный коэффициент поглощения; A_{\min} – минимальный коэффициент поглощения.

Оптическую активность (гиротропия) [6–9] – способность некоторых веществ вращать

⁸ Физическая энциклопедия... Т. 1.

⁹ Кизель В. А., Чиркин А. С. Дихроизм: Большая российская энциклопедия [2004–2017]. Том 9. М.: Большая российская энциклопедия, 2007. С. 111.

плоскость поляризации при прохождении через них света – можно обнаружить только путем измерений. Оптическая активность занимает особое место в ряду физических свойств веществ, в том числе – оптических монокристаллов. У ряда веществ наблюдается естественная оптическая активность. При внешних воздействиях, например, внешнего магнитного поля, может наблюдаться наведенная искусственная оптическая активность.

Гиротропные свойства, или оптическая активность, обусловлены вращением плоскости поляризации и распространением с разными скоростями двух волн с правой и левой круговой поляризацией. Плоскость поляризации линейно поляризованной волны представляет сумму двух указанных волн и на выходе из вещества оказывается повернутой на угол φ . Оптическая активность составляющих молекул вещества (молекулярная оптическая активность) и структура самого вещества (структурная оптическая активность) определяют оптическую активность гиротропного кристалла.

Коноскопические картины в виде спиралей Эри для определения знака вращения плоскости поляризации гиротропного кристалла при наблюдении в оптическом микроскопе представлены на рис. 5.

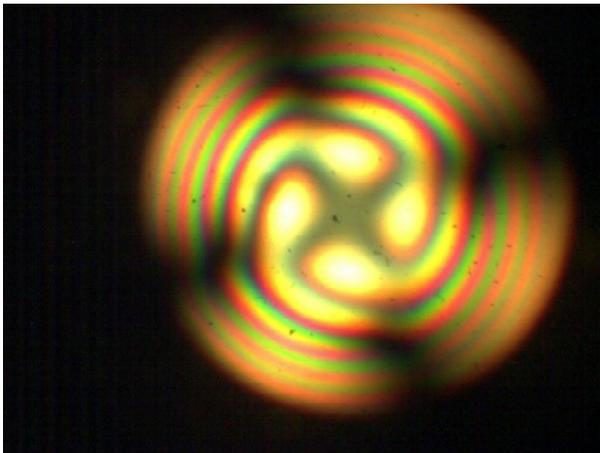


Рис. 5. Спирали Эри в гиротропном кристалле
Fig. 5. Airy spirals in a gyrotropic crystal

Вращение плоскости поляризации зависит от длины пути света в веществе и не зависит от его интенсивности. За меру оптической активности (вращательной способности) принимается угол поворота плоскости поляризации

света φ на единицу пути света в веществе d . При этом угол поворота плоскости поляризации в веществе определяется [7]

$$\varphi = \pi d(n_- - n_+) / \lambda, \quad (3)$$

где n_- и n_+ – коэффициенты преломления двух волн с круговой поляризацией; λ – длина пути света в образце.

В кристаллах может возникать оптическая активность молекулярного и структурного происхождения. В них часто происходит деформация тех или иных элементов структуры (молекул, атомных и ионных группировок) внутренним полем кристалла. Экспериментально показано, что оптическая активность может возникать на вакансиях и их комплексах, на дефектных структурах и примесных центрах. Оптическая активность связана с локальным кручением структуры материала. Примеры дисперсионных зависимостей удельного угла вращения плоскости поляризации кристаллов группы лангасита представлены на рис. 6.

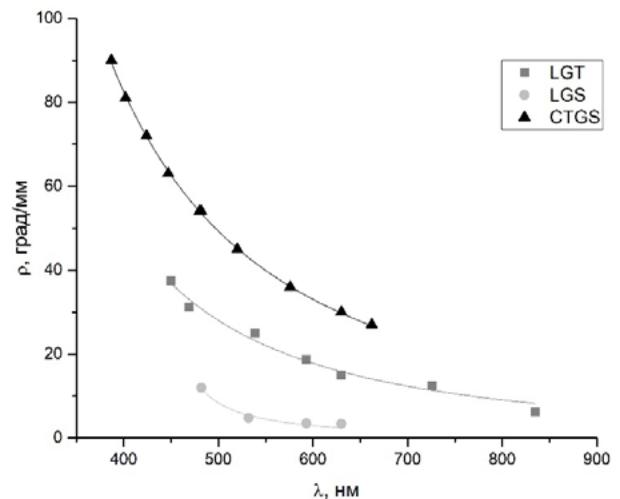


Рис. 6. Дисперсионные зависимости удельного угла вращения плоскости поляризации в кристаллах группы лангасита [4]

Fig. 6. Dispersion dependences of the specific rotation angle of the polarization plane in crystals of the langasite group [4]

Наведенная оптическая активность может возникать в оптически изотропных средах под внешним воздействием, меняющим локальную симметрию. Такими воздействиями могут быть механические, магнитные, электрические поля, мощные потоки излучения [6–9].

Фундаментальными характеристиками для оценки многих оптических параметров диэлектрических кристаллов^{10, 11} [5, 7, 10], а так же при расчете эксплуатационных характеристик устройств с использованием диэлектрических оптических кристаллов, являются коэффициенты преломления n и их дисперсионные зависимости $n(\lambda)$.

В соответствии с ГОСТ 8.654-2016¹², к коэффициентам относятся безразмерные величины, рассчитываемые как отношение величин, а к показателям – размерные величины, обратные расстоянию, на котором величина уменьшается в e или 10 раз. Согласно¹³, коэффициент поглощения A и показатель поглощения α существенно различны. Коэффициент поглощения A является безразмерной величиной и определяется как отношение величины поглощенного потока света $I_{\text{погл}}$ к величине упавшего потока света I_0 на тело по формуле

$$A = I_{\text{погл}}/I_0. \quad (4)$$

Показатель поглощения α определяется по закону Бугера степенной функцией¹⁴

$$I = I_0 \exp(\alpha_i l), \quad (5)$$

где α_i – показатель поглощения, см^{-1} (или другая линейная единица); l – толщина поглощающего слоя, см (или другая линейная единица).

Преломление n определяется как безразмерное соотношение скорости распространения света в первой среде c_1 к скорости распространения света во второй среде c_2 или отношением синусов угла падения φ к синусу угла преломления χ на границе раздела этих сред^{15, 16} [10]:

$$n = \frac{c_1}{c_2} = \frac{\sin \varphi}{\sin \chi}. \quad (8)$$

Следовательно, величина n является коэффициентом преломления, а не показателем преломления.

Неоднозначность в определении термина преломления как «показатель» или «коэффициент», заданный в соответствии с формулой (8), наблюдается в^{17, 18} [5, 7, 10–12]. В настоящей работе используется термин «коэффициент преломления» в соответствии с ГОСТ 8.654-2016.

Современные спектрофотометры с различными приставками, в том числе угловыми, обладают возможностью применения новых физических методов для измерения коэффициентов преломления, таких как метод Брюстера и метод отражения при угле падения, близком к нормальному (R_0) [13, 44] (рис. 7). Возможности и особенности подобных методов мало описаны.

Классические методы измерения коэффициентов преломления давно известны и обстоятельно описаны^{19, 20} и ГОСТ 28869–90²¹. Каждый метод имеет преимущества и ограничения. В частности, гониометрические методы позволяют получать значения коэффициентов преломления с точностью до пятого знака после запятой. Однако требуется изготовление трехгранной призмы с размерами рабочих граней не менее $30 \times 50 \text{ мм}^2$, предъявляются жесткие требования к вертикальности этих граней и качеству их полировки, а сам образец должен характеризоваться высоким оптическим качеством по ГОСТ 28869–90. Подобные требования не всегда достижимы в силу ряда причин. Например, если в ходе поисковых исследований получено количество материала, недостаточное для изготовления образцов требуемого размера и качества. Механические характеристики материалов и их анизотропия также могут затруднить изготовление образца с требуемыми параметрами и увеличить стоимость его изготовления.

¹⁷ Там же.

¹⁸ Шаскольская М. П. ... 1984.

¹⁹ Там же.

²⁰ Физический практикум: электричество и оптика / В. И. Иверонова [и др.]. М. : Наука, 1968. С. 818.

²¹ ГОСТ 28869–90 Материалы оптические. Методы измерений показателя преломления.

¹⁰ Шаскольская М. П. ... 1984.

¹¹ Современная кристаллография... 1981.

¹² ГОСТ 8.654–2016 Государственная система обеспечения единства измерений. Фотометрия. Термины и определения.

¹³ Там же.

¹⁴ Там же.

¹⁵ Сивухин Д. В. Общий курс физики. Учебное пособие для вузов (в 5 т.). Т. 4. Оптика. М. : Физмалит, 2005. 792 с.

¹⁶ Показатель преломления света и методы его экспериментального определения / С. И. Борисенко [и др.]. Томск : Томский политехнический университет, 2014. 146 с.

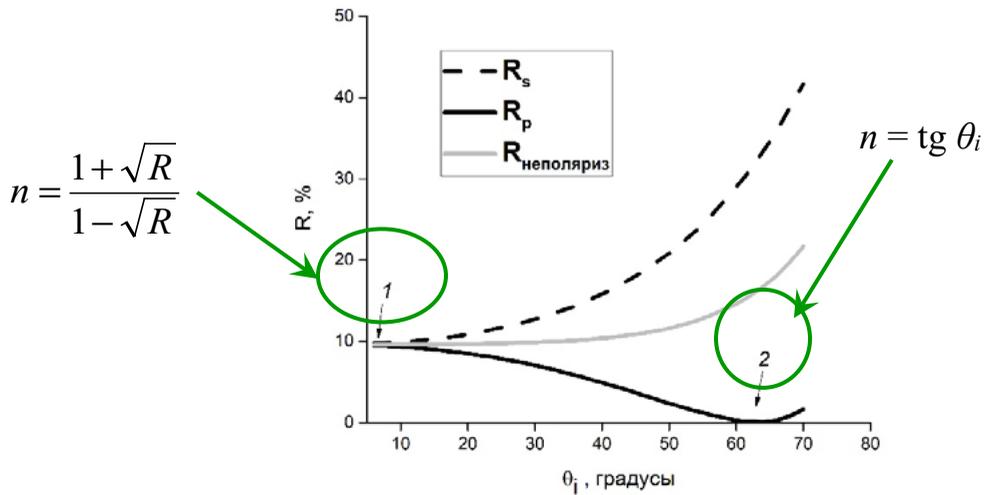


Рис. 7. Схема определения коэффициентов преломления двумя спектрально-угловыми методами
 Fig. 7. Scheme for determining refraction coefficients by two spectral-angular methods

Показатель ослабления (μ , см^{-1}) – одна из наиболее востребованных для практического применения характеристик материалов. Показатель ослабления μ определяется по формулам (9) и (10) в соответствии с ГОСТ 3520–92²². Как следует из формул, необходимо провести измерения коэффициента пропускания T и коэффициента преломления n .

$$\mu = -\frac{\ln \tau}{d}, \quad (9)$$

где τ – внутреннее пропускание с учетом отражения:

$$\tau = \sqrt{\left[\frac{1}{T} \times \frac{8n^2}{(n-1)^4} \right]^2 + \left[\frac{n+1}{n-1} \right]^4} - \frac{1}{T} \times \frac{8n^2}{(n-1)^4}. \quad (10)$$

В качестве примера измерений и определения коэффициента преломления кристаллов $\text{Gd}_3\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$, $\text{Gd}_3\text{Al}_3\text{Ga}_2\text{O}_{12}$ и $\text{Gd}_{2,97}\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}:\text{Ce}_{0,03}$ применен многоугловой спектрофотометрический метод Брюстера в соответствии с [13, 14] для пяти длин волн: 300, 440, 500, 589, 650 нм – и связан с поиском угла Брюстера $\theta_{\text{Бр}}$. Найденные значения $\theta_{\text{Бр}}$ позволили получить коэффициенты преломления по формуле (9) с точностью 10^{-3} :

²² ГОСТ 3520–92 Материалы оптические. Методы определения показателей ослабления.

$$n = \operatorname{tg} \theta_{\text{Бр}}. \quad (11)$$

Дисперсионные зависимости коэффициентов преломления $n(\lambda)$ получены аппроксимацией уравнения Коши (4):

$$n = K + \frac{L}{\lambda^2} + \frac{M}{\lambda^4}, \quad (12)$$

где K, L, M – материальные константы уравнения.

Установлено, что замещение галлия алюминием в катионной подрешетке значительно сказывается на значениях коэффициентов преломления, в то время как легирование церием оказывает заметное влияние только в коротковолновой области (рис. 8).

По имеющимся экспериментальным зависимостям коэффициентов пропускания и рассчитанным коэффициентам преломления в соответствии с формулами (11) и (12) в диапазоне от 200 до 700 нм получены спектры показателей ослабления кристаллов (рис. 9), представляющие собой немонотонные зависимости с ярко выраженными полосами поглощения.

Двойное лучепреломление, или двулучепреломление – оптическое свойство анизотропных материалов, в которых коэффициент преломления зависит от направления распространения света. Явление зависит

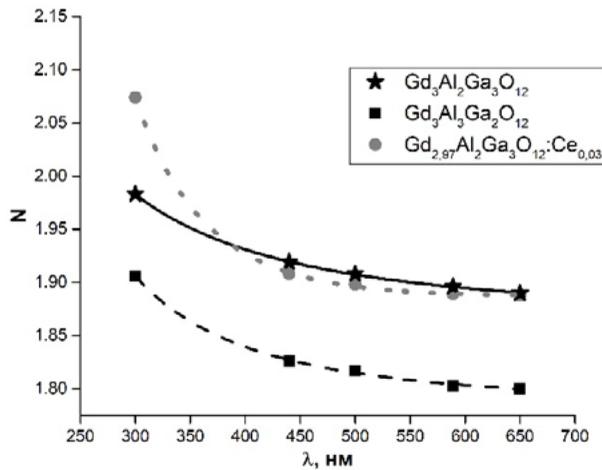


Рис. 8. Дисперсионные зависимости коэффициентов преломления образцов исследуемых составов [15]

Fig. 8. Dispersion dependences of refraction coefficients of samples of the studied compositions [15]

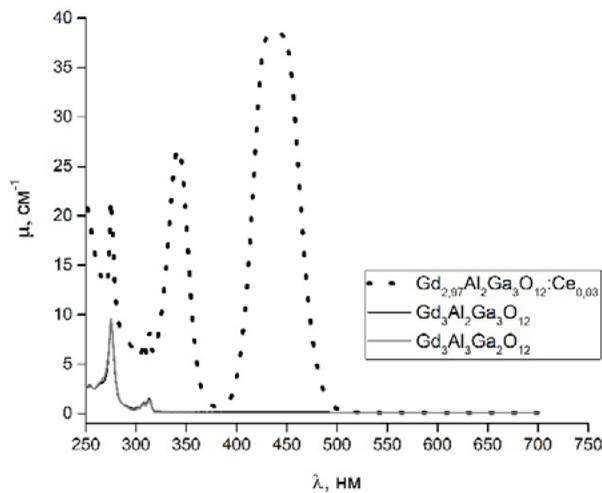


Рис. 9. Спектральные зависимости показателей ослабления образцов исследуемых составов [16]

Fig. 9. Spectral dependences of attenuation indices of samples of the studied compositions [16]

от структуры кристаллов. Наблюдается в оптически изотропных кристаллах низшей и средней категории (рис. 10).

В идеальных оптически изотропных кристаллах высшей категории (кубических кристаллах) двулучепреломление отсутствует. Но при наличии структурных дефектов или приложения к кубическим кристаллам механических либо электрических воздействий наблюдается так называемое аномальное двулучепреломление.

Оптически одноосные кристаллы могут становиться аномально оптически двуосными, вследствие чего в таких кристаллах вдоль оптической оси наблюдается аномальное двулучепреломление, свидетельствующее о дефектности кристаллов и требующее дополнительных специальных исследований.

Обсуждение

Свойства диэлектрических кристаллов обусловлены наличием и концентрацией точечных дефектов. В диэлектрических ионных кристаллах дефекты имеют собственные заряды – как правило, парные дефекты для сохранения электронейтральности кристалла. Указанное обстоятельство позволяет образовывать комплексы дефектов, например, центры окраски. Наличие комплексов дефектов и их концентрация определяют свойства кристаллов. Зная природу таких комплексов, можно управлять свойствами кристаллов посредством высокотемпературных отжигов, механического воздействия, облучения разными типами ионизирующих излучений, магнитными полями, а также легированием определенными примесями.

Точечные дефекты являются носителями зарядов, могут быть подвижны и передвигаться внутри кристалла, определяя, например, свойства диффузии и электропроводности. Наличие таких заряженных дефектов можно установить измерением электропроводности и их температурных зависимостей.

В связи с вышеизложенным, становится понятным, что при исследовании оптических параметров диэлектрических ионных кристаллов

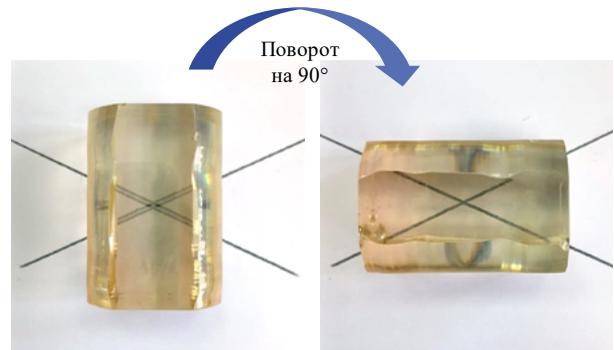


Рис. 10. Двулучепреломление в кристалле ниобата лития

Fig. 10. Birefringence in lithium niobate crystal

необходимо проводить изучение наличия таких свойств, как анизотропия, дихроизм, показатель поглощения, оптическая активность, двулучепреломление, коэффициенты преломления и их дисперсионные зависимости с учетом наличия в кристаллах структурных точечных дефектов и процессов дефектообразования. Это позволит правильно интерпретировать полученные результаты и исключать ошибки при разработке оптических элементов.

Метрологическое обеспечение качества измерений параметров диэлектрических ионных оптических материалов

Испытания материалов и изделий электронной промышленности и микроэлектроники требуют совершенствования нормативно-правовой базы: отсутствуют ГОСТы, применимые для испытаний на современном оборудовании, практически не существуют аккредитованные испытательные лаборатории, проводящие испытания указанной продукции, существует дефицит или отсутствуют промышленно производимые стандартные образцы.

Формирование лабораторной базы связано с необходимостью обновления экспериментально-метрологического оборудования, потребностью в новых аттестованных методиках, слабо изученных, но влияющих на оптические параметры, в том числе – новых материалов [17, 18].

Измерения оптических характеристик диэлектрических оптических материалов и получения достоверных результатов невозможны без соответствующего поверенного измерительного оборудования, стандартных образцов предприятия (СОП), методик выполнения измерений (МВИ).

Первым шагом в решении перечисленных задач стало создание в НИТУ МИСИС межкафедральной учебно-испытательной лаборатории полупроводниковых материалов и диэлектриков «Монокристаллы и заготовки на их основе» (ИЛМЗ), аккредитованной в 2001 г. в Ассоциации аналитических Центров «Аналитика».

Лаборатория проводит испытания новых материалов, что требует разработки уникальных МВИ и, соответственно, создания СОП

в соответствии с ГОСТ 8.315-2019²³, адекватных новым методикам и материалам. Обеспеченность передовым экспериментальным оборудованием дало возможность на основе новых физических методов исследования как известных, так и вновь полученных материалов разработать методики измерений коэффициентов пропускания, показателей ослабления, коэффициентов преломления, таких как метод Брюстера и метод отражения при угле падения, близком к нормальному.

Создание методик потребовало полной метрологической проработки и оценки метрологических параметров. Разработанные методики защищены свидетельствами и снабжены СОП:

– «Методика измерений показателя преломления в видимой области спектра гониометрическим методом (ПП-13)» (НОУ-ХАУ № 95-391-2013 ОИС от 09.10.2013 г.);

– «Методика измерений оптического качества кристаллов методом фотометрии (ОКФ-13)» (НОУ-ХАУ № 96-391-2013 ОИС от 09.10.2013 г.);

– «Методика измерения оптического качества методом Малляра (ОКМ)» (НОУ-ХАУ № 37-391-2014 ОИС от 25.11.2014 г.);

– «Оптические материалы. Методика выполнения измерений рассеяния света в оптических материалах (КРС-15)» (НОУ-ХАУ № 9-391-2016 ОИС от 28.04.2016 г.);

– «Методика выполнения измерений коэффициента отражения и показателей преломления спектрофотометрическим методом» (НОУ-ХАУ № 50-391-2016 ОИС от 28.11.2016 г.);

– «Методика выполнения измерений коэффициента преломления методом Брюстера» (НОУ-ХАУ № 11-391-2016 ОИС от 28.06.2023 г.);

– «Материалы оптические. Методика выполнения измерений оптического качества образцов и элементов интерферометрическим методом» (НОУ-ХАУ 19-391-2024 ОИС от 05.11.2024 г.).

Заключение

Исследовательский вопрос заключался в том, чтобы обосновать необходимость и перспективность комплексного исследования

²³ ГОСТ 8.315-2019 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

диэлектрических ионных кристаллов по схеме «кристаллическая структура – дефекты структуры – ростовые дефекты – свойства – применение дефектов для управления свойствами».

Отправной точкой для решения указанного вопроса стал проведенный авторским коллективом анализ влияния структурных точечных ростовых дефектов на свойства и технологические параметры кристаллов.

Материал для анализа почерпнут в отечественных и зарубежных публикациях. Базовые выводы представляют собой обобщение данных диссертационных работ авторов на соискание научных степеней, сведений из выступлений на отечественных и международных конференциях. Особенно ценно, что базой для исследования стал многолетний опыт работы с оптическими диэлектрическими кристаллами в лаборатории, в которой трудятся авторы работы.

В итоге описаны возможности представить модель ионных диэлектрических кристаллов как крепость, основанную на жестких законах кристаллографии, слабо подчиняющуюся внешним воздействиям. Установлено, что свойства выращенных кристаллов можно корректировать, подвергая внешним воздействиям многочисленные структурные точечные дефекты, которые управляют свойствами кристаллов. Показано, что слабо реагируют на внешние воздействия более крупные дефекты структуры, такие как дислокации, выделение вторых фаз, трещины, блоки. Представлены доказательства того, что подход «структура – дефекты структуры – свойства – применение дефектов для управления свойствами – коррекция технологии получения кристаллов» является наиболее эффективным для изучения физических параметров диэлектрических кристаллов.

Благодарности: Авторы выражают благодарность компании АО «Фомос – Материалы»

и лично О. А. Бузанову за предоставленные образцы.

Acknowledgments: The authors express their gratitude to JSC «Fomos – Materials» and personally to O. A. Buzanov for the provided samples.

Вклад авторов: Козлова Н. С. – концептуализация, методология, создание рукописи и ее редактирование, руководство исследованием, формальный анализ; Забелина Е. В. – администрирование проекта, проведение исследования; Касимова В. М. – проведение исследования, валидация / проверка, визуализация.

Contribution of the authors: Nina S. Kozlova – conceptualization, methodology, draft creation and editing, supervision, formal analysis. Evgenia V. Zabelina – project administration, research. Valentina M. Kasimova – research, validation, visualization.

Конфликт интересов: Материал статьи подготовлен на основе доклада, представленного на VI Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» (Екатеринбург, 3–6 сентября 2024 г.). В остальном, авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

Conflicts of interests: The material of the article is based on the report presented at the VI International Scientific Conference «Reference Materials in Measurements and Technology» (Yekaterinburg, September 3–6, 2024). The authors declare no conflict of interest.

Финансирование: Исследования проводились при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания вузам FSME-2023–0003.

Funding: The research was carried out with the financial support within State Assignment FSME-2023–0003.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Желудев И. С. Физика кристаллических диэлектриков. М. : Наука, 1968. 403 с.
2. Блестанов А. А. Особенности дефектов структуры в ионных кристаллах (диэлектриках) // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2005. № 4. С. 1–15.
3. Переломова Н. В., Забелин А. Н. Исследование анизотропии свойств кристаллов как метод физического материаловедения // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2005. № 4. С. 50–53.
4. Оптические свойства кристаллов семейства лангасита: $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$, $\text{La}_3\text{Ga}_{5,5}\text{Ta}_{0,5}\text{O}_{14}$, $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ / Е. В. Забелина [и др.] // Оптика и спектроскопия. 2023. Т. 131, № 5. С. 634–641. <https://doi.org/10.21883/OS.2023.05.55715.67–22>
5. Каминский А. А. Физика и спектроскопия лазерных кристаллов. М. : Наука, 1986. 271 с.
6. Кизель В. А., Бурков В. И. Гиротропия кристаллов. М. : Наука, 1980. 304 с.
7. Оптические свойства кристаллов / А. Ф. Константинова [и др.]. Минск : Наука і тэхніка, 1995. 304 с.
8. Калдыбаев К. А., Константинова А. Ф., Перекалена З. Б. Гиротропия одноосных поглощающих кристаллов. М. : Институт социально-экономических и производственно-экологических проблем инвестирования, 2000. 300 с.
9. Константинова А. Ф. Оптическая активность // Большая российская энциклопедия: научно-образовательный портал [сайт]. URL: <https://bigenc.ru/c/opticheskaia-aktivnost-ed7f41/?v=6641064>. Опубликовано: 21 марта 2023 г. в 18:01 (GMT+3).
10. Шубников А. В. Основы оптической кристаллографии. М. : Изд-во Академии наук СССР, 1959. 205 с.
11. Веселаго В. Г. Электродинамика материалов с отрицательным коэффициентом преломления // Успехи физических наук. 2003. Т. 173, № 7. С. 790–794. <https://doi.org/10.3367/UFNr.0173.200307m.0790>
12. Исследование мезомасштабных неоднородностей коэффициента преломления радиоволн в тропосфере методами численного моделирования / Г. М. Теттин [и др.] // Известия высших учебных заведений. Радиофизика. 2010. Т. 53, № 1. С. 1–13. https://radiophysics.unn.ru/sites/default/files/papers/2010_1_1.pdf
13. Многоугловые спектрофотометрические методы отражения для определения коэффициентов преломления / Е. В. Забелина [и др.] // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2019. Т. 22, № 3. С. 168–178. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2019-3-168-178>
14. Zabelina E. V., Kozlova N. S., Kasimova V. M. Multi-angle spectrophotometric reflectance methods for determining refractive coefficients // Crystallography Reports. 2024. Vol. 69, № 5. P. 711–717. <https://doi.org/10.1134/S1063774524601746>
15. Optical properties of undoped oxygen-containing compounds of $\text{Gd}_3\text{A}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ and $\text{Gd}_3\text{Al}_3\text{Ga}_2\text{O}_{12}$ single-crystals / V. M. Kasimova [et al.] // AIP Conference Proceedings. 2020. Vol. 2308, Iss. 1. P. 020003. <http://doi.org/10.1063/5.0035129>
16. Effect of partial substitution of aluminium for gallium on the properties of gadolinium aluminum gallium garnet single crystals / V. M. Kasimova [et al.] // Inorganic Materials. 2022. Vol. 58, Iss. 3. P. 288–294. <https://doi.org/10.1134/S0020168522030062>
17. Козлова Н. С., Забелина Е. В. Кристаллические материалы для электронной промышленности и качество их измерений. Часть 1 // Контроль качества продукции. 2023. № 1. С. 16–21.
18. Козлова Н. С., Забелина Е. В. Кристаллические материалы для электронной промышленности и качество их измерений. Опыт испытательной лаборатории // Контроль качества продукции. 2023. № 2. С. 47–50.

REFERENCES

1. Zheludev I. S. Physics of crystalline dielectrics. Moscow : Nauka Publishing House; 1968. 403 p. (In Russ.).
2. Blistanov A. A. Features of structural defects in ionic crystals (dielectrics). *News of universities. Materials of Electronic Engineering*. 2005;4:1–15. (In Russ.).
3. Perelomova N. V., Zabelin A. N. Study of anisotropy of crystal properties as a method of physical materials science. *News of universities. Materials of Electronic Engineering*. 2005;4:50–53. (In Russ.).
4. Zabelina E. V., Kozlova N. S., Buzanov O. A. Optical properties of the langasite family crystals: $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$, $\text{La}_3\text{Ga}_{5,5}\text{Ta}_{0,5}\text{O}_{14}$, $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$. *Optics and Spectroscopy*. 2023;131(5):694–601. (In Russ.). <https://doi.org/10.61011/EOS.2023.05.56511.67–22>
5. Kaminsky A. A. Physics and spectroscopy of laser crystals. Moscow: Nauka; 1986. 271 p. (In Russ.).
6. Kizel V. A., Burkov V. I. Gyrotropy of crystals. Moscow: Science Publishing House; 1980. 304 p. (In Russ.).
7. Konstantinova A. F., Grechushnikov B. N., Bokut B. V., Valyashko E. G. Optical properties of crystals. Minsk: Science and Technology Publishing House; 1995. 304 p. (In Russ.).
8. Kaldybaev K. A., Konstantinova A. F., Perekalena Z. B. Gyrotropy of uniaxial absorbing crystals. Moscow: Institute of Socio-economic and industrial-environmental problems of Investment; 2000. 294 p. (In Russ.).
9. Konstantinova A. F. Optical activity. In: The Great Russian Encyclopedia: a scientific and educational portal. Available at: <https://bigenc.ru/c/opticheskaia-aktivnost-ed7f41/?v=6641064>. Date of publication: 03.21.2023. (In Russ.).

10. Shubnikov A. V. Fundamentals of optical crystallography. Moscow: Publishing House of the USSR Academy of Sciences; 1959. 205 p. (In Russ.).
11. Veselago V. G. Electrodynamics of materials with a negative refractive index. *Successes of physical sciences*. 2003;173(7):790–794. (In Russ.). <https://doi.org/10.3367/UFNr.0173.200307m.0790> (In Russ.).
12. Teptin G. M., Khutorova O. G., Zinin D. P., Khutorov V. E. Investigation of mesoscale inhomogeneities of the refractive index of radio waves in the troposphere by numerical modeling methods. *Izvestiya vuzov. Radiophysics*. 2010;53(1):1–13. (In Russ.). https://radiophysics.unn.ru/sites/default/files/papers/2010_1_1.pdf
13. Zabelina E. V., Kozlova N. S., Goreeva Z. A., Kasimova V. M. Multiangle spectrophotometric methods of reflection for determining refractive coefficients. *Russian Microelectronics*. 2020;49(8):617–625. (In Russ.). <http://doi.org/10.1134/S1063739720080120>
14. Zabelina E. V., Kozlova N. S., Kasimova V. M. Multi-Angle spectrophotometric reflectance methods for determining refractive coefficients. *Crystallography Reports*. 2024;69(5):711–717. <https://doi.org/10.1134/S1063774524601746>
15. Kasimova V. M., Kozlova N. S., Buzanov O. A., Zabelina E. V. Optical properties of undoped oxygen-containing compounds of $Gd_3Al_2Ga_3O_{12}$ and $Gd_3Al_3Ga_2O_{12}$ single-crystals. *AIP Conference Proceedings*. 2020;2308(1):020003. <http://doi.org/10.1063/5.0035129>
16. Kasimova V. M., Kozlova N. S., Buzanov O. A., Zabelina E. V., Targonskii A. V., Rogachev A. V. Effect of partial substitution of aluminium for gallium on the properties of gadolinium aluminum gallium garnet single crystals. *Inorganic Materials*. 2022;58(3):288–294. <https://doi.org/10.1134/S0020168522030062>
17. Kozlova N. S., Zabelina E. V. Crystalline materials for the electronic industry and the quality of their measurements. Part 1. *Product quality control*. 2023;1:16–21. (In Russ.).
18. Kozlova N. S., Zabelina E. V. Crystalline materials for the electronic industry and the quality of their measurements. The experience of the testing laboratory. *Product quality control*. 2023;2:47–50. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Козлова Нина Семеновна – канд. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник, ведущий эксперт, НИТУ МИСИС

119049, Россия, Москва, Ленинский пр-т, д. 4, стр. 1
e-mail: kozlova_nina@mail.ru
<https://orcid.org/0000-0003-4057-9718>
ResearcherID AAE-2895–2019

Забелина Евгения Викторовна – канд. физ.-мат. наук, заведующий лабораторией, НИТУ МИСИС

119049, Россия, Москва, Ленинский пр-т, д. 4, стр. 1
e-mail: zabelina.ev@misis.ru
<https://orcid.org/0000-0002-5844-5673>
ResearcherID H-3399–2015

Касимова Валентина Маратовна – канд. физ.-мат. наук, научный сотрудник, НИТУ МИСИС

119049, Россия, Москва, Ленинский пр-т, д. 4, стр. 1
e-mail: kasimova.vm@misis.ru
<https://orcid.org/0000-0003-1362-953X>
ResearcherID S-7516–2018

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Nina S. Kozlova – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Senior Researcher, Senior Expert, NUST MISIS

4–1 Leninsky Prospekt, 119049, Moscow, Russia
e-mail: kozlova_nina@mail.ru
<https://orcid.org/0000-0003-4057-9718>
ResearcherID AAE-2895–2019

Evgenia V. Zabelina – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Head of Laboratory, NUST MISIS

4–1 Leninsky Prospekt, 119049, Moscow, Russia
e-mail: zabelina.ev@misis.ru
<https://orcid.org/0000-0002-5844-5673>
ResearcherID H-3399–2015

Valentina M. Kasimova – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Researcher, NUST MISIS

4–1 Leninsky Prospekt, 119049, Moscow, Russia
e-mail: kasimova.vm@misis.ru
<https://orcid.org/0000-0003-1362-953X>
ResearcherID S-7516–2018