07;12 Особенности применения фоторефрактивного метода для локального, бесконтактного определения коэффициента температуропроводности

© А.Л. Филатов

Институт радиотехники и электроники Российской академии наук, 141120 Фрязино, Московская область, Россия

(Поступило в Редакцию 2 декабря 1996 г. В окончательной редакции 20 июня 1997 г.)

Основное отличие предложенного метода от ранее использовавшихся состоит в измененной схеме взаимного расположения луча накачки и зондирующего луча. В нем используются скрещивающиеся в объеме образца лучи. Этим достигается локальность измерений одноверменно с возможностью исследования любой точки образца. На основе анализа теоретических и экспериментальных результатов выявлены и объяснены основные различия в методиках определения коэффициента температуропроводности в диэлектриках и в полупроводниках.

Введение

Определение тепловых свойств различных материалов по-прежнему остается важным направлением современной физики. XIV Европейская конференция, которая проходила в сентябре 1996 г. во Франции, показала устойчивый интерес к этой тематике. Одним из прикладных приложений термических исследований является конструирование композитных материалов с заданными термическими свойствами. В этом направлении ведутся работы по определению тепловых свойств малых объектов (порядка $10 \, \mu m$) [1] и локального определения этих свойств в уже созданных структурах [2].

Одним из методов, удобных для таких исследований, может стать фоторефрактивный метод [3]. Он основан на исследовании зондирующим лазерным лучом оптической неоднородности, которая возникает вблизи места поглощения модулированного по интенсивности излучения накачки. Подобные ему оптические методы уже нашли широкое применение при определении тепловых свойств. Однако ни один из них одновременно не обладает двумя возможностями: локальностью измерений и способностью исследовать любую область в объеме образца. В интерференционном [4], фототермодеформационном [5] методах поверхность образца используется для отклонения, отражения зндирующего луча. Поэтому, несмотря на возможность проведения локальных измерений, эти методы не могут быть использованы для исследования объема образца. Методы, основанные на стандартном мираж-эффекте [6], позволяют проводить измерения в любом месте образца. Однако они не обеспечивают локальность измерений, так как в них длина взаимодействия между зондирующим лучом и оптической неоднородностью выбирается максимально большой для увеличения соотношения сигнал-шум.

Фоторефрактивный метод позволяет локально определять коэффициент температуропроводности в любой области образца. Это достигается за счет использования разновидности мираж-эффекта с минимально возможной длинной взаимодействия между зондирующим лучом и оптической неоднородностью, а именно греющий и зондирующий лучи скрещиваются в объеме образца. Схема прохождения лучей в фоторефрактивном методе показана на рис. 1. Луч накачки I, проходя на расстоянии z от поверхности образца 2, слабо поглощается в среде. Зондирующий луч 3 проходит перпендикулярно к лучу накачки на расстоянии x от него и отклоняется на оптической неоднородности 4 на угол Θ .

Физическая основа фоторефрактивного метода состоит в том, что при поглощении модулированного по интенсивности излучения накачки в объеме образца вблизи места поглощения периодически возникают градиенты температуры, деформации, концентрации свободных носителей (в полупроводниках). Эти градиенты в свою очередь приводят к периодическому возникновению оптической неоднородности. Параметры этой неоднородности несут информацию об оптических, механических, тепловых и т.д. свойствах среды. Их можно определить по отклонению зондирующего луча, проходящего вблизи места поглощения излучения накачки.



Рис. 1. Схема прохождения лучей в фоторефрактивном методе: a — трехмерное изображение, b — двухмерное изображение (проекция на плоскость *XY*).

Основными измерениями в фоторефрактивном методе являются определения зависимостей амплитуды и фазы угла отклонения зондирующего луча от расстояния между лучами при фиксированной частоте модуляции луча накачки. Иногда исследуются зависимости от частоты модуляции при фиксированном расстоянии между лучами.

Теория и методика

Величина угла отклонения зандирующего луча Θ имеет две составляющие (Θ_x, Θ_z), одна из которых перпендикулярна, а другая параллельна лучу накачки. Их величина определяется величиной соответствующих градиентов коэффициента преломления

$$\Theta = \begin{pmatrix} \Theta_x \\ \Theta_z \end{pmatrix} = \frac{1}{n^{\text{opt}}} \int_{-\infty}^{\infty} dy \begin{pmatrix} \frac{\partial n^{\text{opt}}}{\partial x} \\ \frac{\partial n^{\text{opt}}}{\partial z} \end{pmatrix}, \quad (1)$$

где *n*^{opt} — коэффициент преломления зондирующего излучения в среде.

В работе [3] был сделан подробный вывод формулы для вычисления величины угла отклонения в случае полупроводниковой среды. В нем учитывалась зависимость коэффициента преломления от температуры и концентрации носителей заряда. Воспользуемся уравнением (14) из работы [3]

$$\Theta_x = C_1 \exp(-\beta z) \int_0^\infty d\xi \xi W_0 \sin(\xi x/(D\tau)), \qquad (2)$$

где

$$W_{0} = \frac{1 - \alpha(\xi^{2} - B^{2} - i\Omega/\Omega_{0}) + Q(\xi^{2} - B^{2} - i\Omega)}{(\xi^{2} - B^{2} - i\Omega/\Omega_{0})(\xi^{2} + 1 - B^{2} - i\Omega)},$$
$$\alpha = -\frac{\kappa}{E_{g}D} \left(\frac{\partial n^{\text{opt}}}{\partial n}\right) \left(\frac{\partial n^{\text{opt}}}{\partial T}\right)^{-1},$$

 $B = \beta(D\tau)^{1/2}$, $\Omega_0 = \chi/D$, $\Omega = \omega\tau$, $\omega = 2\pi f$, $Q = (h\nu - E_g)/(\gamma E_g)$, C_1 — константа, β — коэффициент поглощения излучения накачки, z — расстояние от поверхности образца до исследуемой области, f — частота модуляции излучения накачки, χ — коэффициент температуропроводности, κ — коэффициент термопроводности, τ — время жизни носителей заряда, E_g — ширина запрещенной зоны полупроводника, $h\nu$ — энергия кванта излучения накачки, γ — квантовый выход.

Из уравнения (2), приравняв время носителей заряда к нулю, легко получить выражение для диэлектриков

$$\Theta_x = C_2 \exp(-\beta z) \exp(\operatorname{sqrt}(-i\omega/\chi)x).$$
 (3)

Из анализа выражения (3) становится понятной методика определения фоторефрактивным методом коэффициента температуропроводности в диэлектриках. Значения зависимости $\Theta_x(x, z, \omega)$ при $z = \text{const}, \omega = \text{const},$ измеренные на двух или более расстояниях между греющим и зондирующим лучами, однозначно определяют искомый параметр. Кроме этого, возможна модификация этой методики, в которой величина этого параметра определяется из зависимости $\Theta_x(\omega)$ при z = const, x = const.

Несмотря на громоздкость выражения (2), методика определения коэффициента температуропроводности в полупроводниках практически та же, что и в диэлектриках. Однако в этом случае необходимо использовать низкие частоты модуляции излучения накачки. В работе [3] отмечалось, что на высоких частотах в кремнии наблюдается пребладание "электронного" влияния над "тепловым", и наоборот. Понятие высоких и низких частот легко определить и объяснить, сравнивая характерное время для носителей заряда (т) и тепловых процессов $(1/\omega)$. На низких частотах модуляции излучения накачки ($\tau \omega < 1$) большая часть фотовозбуждения носителей рекомбинирует за период модуляции. На высоких частотах $\tau \omega > 1$ носителей заряда не успевают рекомбинировать и вносят вклад в фоторефрактивный эффект на протяжении всего периода.

Для оценки величины фоторефрактивного эффекта воспользуемся упрощенной моделью. Характерной длиной эффекта является тепловая длина $L = \sqrt{2\chi/\omega}$, характерным временем — обратная круговая частота 1 ... При поглощении излучения в образце происходит нагревание объема $\Delta V = \pi L^2/\beta$ на температуру $\Delta T = P eta / \pi L^2 \omega
ho C_p$, где P — мощности излучения накачки, ρ — плотность, C_p — теплоемкость образца. При этом возникает градиент показателя преломления $\Delta n^{\rm opt}/L = (dn^{\rm opt}/dT)(\Delta T/L)$, на котором происходит отклонение зондирующего луча. Например, для кремния, в котором $dn^{\text{opt}}/dT = 2.5 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ [7], $\beta = 10 \text{ cm}^{-1}$ [8], $C_p = 0.648 \, \text{J/(gK)}$ [9], $\chi = 0.85 \, \text{cm}^2/s$ [10], $\rho = 2.33 \,\text{g/cm}^3$ [9], модулирование с частотой 1 Hz излучение мощностью 1 mW, согласно сделанной оценке, вызовет отклонение на угол $3 \cdot 10^{-9}$ rad.

Экспериментальная установка

Для определения фоторефрактивным методом коэффициента температуропроводности была создана экспериментальная установка, блок-схема которой представлена на рис. 2. В качестве источника излучения накачки использовался Nd: YAG лазер с длиной волны Зондирование осуществлялось излучением $1.06 \,\mu m.$ He-Ne лазера с длиной волны 1.5 µm. Эксперименты в основном проводились на образцах кремния, в котором зондирующее излучение практически не затухает, а коэффициент поглощения излучения накачки составляет 10 ст⁻¹ [8]. Диаметры перетяжек зондирующего луча и луча накачки в зоне их взаимодействия составляли около 50 µm. Изменение взаимного расположения лучей производилось перемещением фокусирующей луч накачки линзой. Механический прерыватель обеспечивал



Рис. 2. Блок-схема экспериментальной установки: 1 — лазер накачки, 2 — контроль мощности, 3 — модулятор, 4 — зондирующий лазер, 5 — образец, 6 — позиционно-чувствительный фотодиод.

частоту модуляции излучения накачки в интервале от 10 до 2000 Hz. Величина угла отклонения зондирующего луча определялась позиционно-чувствительным фотодиодом. Дифференциальный сигнал с фотодиода усиливался и детектировался синхронным детектором с квадратичными каналами.

В связи с малой длиной взаимодействия между зондирующим лучом и оптической неоднородностью особое внимание при создании установки было уделено шумам и чувствительности установки. Оказалось, что неустранимыми источниками шума, которые определяют чувствительность, являются флуктуации интенсивности и угла наклона зондирующего луча. Для лучших зарубежных образцов He–Ne лазеров [11] эти флуктуации составляют порядка 10^{-9} rad/Hz^{1/2}. Для использованного в нашей установке He–Ne лазера, сделанного на базе серийной модели ЛГH-208, этот параметр составил примерно $5 \cdot 10^{-9}$ rad/Hz^{1/2}. Для реализации такой, предельной, чувствительности потребовалось минимизировать механические шумы.

Взаимные вибрации лазеров, линз, образца, позиционно-чувствительного фотоприемника являлись основными источниками механического шума установки. Особенно чувствительна к вибрациям была зондирующая часть схемы (Не–Ne, лазер, факусирующая линза зондирующего луча, образец, позиционно-чувствительный фотоприемник). Поэтому все ее элементы были размещены на оптической плите и жестко закреплены на ней. Кроме вибраций были выявлены другие источники шумов и помех. Движение воздуха, которое всегда есть в комнате, приводило к отклонениям зондирующего луча и, следовательно, к дополнительному шуму установки. Рассеяние зондирующего луча на пылинках вызывало резкие броски в сигнале. Поэтому путь зондирующего луча был защищен коробами.

Результаты и обсуждение

Для отработки методики определения коэффициента температуропроводности в полупроводниках был исследован ряд образцов монокристаллического кремния с различными временами жизни. Образцы имели характерные линейные размеры порядка 1 ст. На всех образцах было получено приблизительно одно и то же значение коэффициента температуропроводности — 0.82 cm²/s, которое близко к значениям этого параметра, полученного термодеформационным методом, 0.81 cm²/s [5] и к табличной величине 0.85 cm²/s [10]. Точность фоторефрактивных измерений, исходя из обработки экспериментальных результатов, составила порядка 10%.

На рис. З представлены экспериментальные и расчетные значения фазы и амплитуды фоторефрактивного сигнала в образце кремния ($\tau = 0.62 \text{ ms}, D = 17 \text{ cm}^2/\text{s}$) в зависимости от расстояния между греющим и зондирующим лучами. Сплошными линиями представлены теоретические кривые, вычисленные по формуле (3), значками — экспериментальные результаты. Из рисунка видно хорошее количественное совпадение теоретических и экспериментальных кривых для всех частот модуляции.



Рис. 3. Экспериментальные и расчетные значения фазы (a) и амплитуды (b) фоторефрактивного сигнала. f, Hz: 1 - 1800, 2 - 560, 3 - 180, 4 - 60, 5 - 20, 6 - 10.

На высоких частотах характер кривых определялся электронными параметрами и практически не зависит от тепловых свойств образцов (кривые 1, 2). При этом фазовые и амплитудные зависимости имеют вид прямых линий, наклон которых определяется временем жизни и коэффициентом диффузии фотовозбужденных носителей [3]. При уменьшении частоты модуляции, когда произведение $\tau \omega$ становится близким к единице, тепловые процессы начинают конкурировать с электронными (кривые 3-5). При этом ослабевает влияние величины частоты модуляции на амплитудные зависимости, угол наклона фазовых зависимостей начинает уменьшаться и при дальнейшем уменьшении частоты меняет знак. Для понимания поведения кривых в этой области частот следует обратить внимание на то, что повышение концентрации свободных носителей в кремнии приводит к увеличению коэффициента преломления, а повышение температуры — к его уменьшению.

После изменения знака угла наклона фазовые зависимости постепенно перестают иметь вид прямых линий (кривая 6). Вблизи от места поглощения излучения накачки продолжает существовать зона достаточно сильного влияния электронных процессов. При увеличении расстояния между греющим и зондирующим лучом концентрация фотовозбужденных носителей сильно уменьшается и угол наклона фазовых зависимостей начинает главным образом определяться величиной коэффициента температуропроводности.

Из проведенного анализа видно, что фоторефрактивный метод может успешно применяться для локального бесконтактного определения коэффициента температуропроводности в любой точке объема диэлектриков и полупроводников. Параметрами, определяющими локальность метода, является размер перетяжки зондирующего луча и тепловая длина $L_t = (2\omega/\chi)^{1/2}$, на которой усредняются тепловые свойства вещества. Кроме того, для полупроводников существуют ограничения на положение исследуемой области по отношению к поверхности образца. Поверхностная рекомбинация начинает влиять на фоторефрактивный эффект при приближении к поверхности на расстояние порядка диффузионной длины носителей заряда. Однако, несмотря на эти ограничения, фоторефрактивный метод может найти широкое применение для лабораторных исследований тепловых параметров различных материалов.

Список литературы

- Patrick Echegut Mocroscopic Approach of Thermooptical Properties. 14th ECTP Conf. Lyon-Villeurbanne (France), 1996. P. 55.
- [2] Schwingel D., Taylor R., Wigren J. // Conference Book of 14th ECTP. Lyon-Volleurbanne (France), 1996. P. 101.
- [3] Filatov A., Mirgorodsky V., Sablicov V. // Semicond. Sci. Technol. 1993. Vol. 8. P. 694.
- [4] Dersch Helmut, Amer Nabil M. // Appl. Phys. Lett. 1985.
 Vol. 47. P. 292.

- [5] Mirgorodsky V.I., Orlova G.A., Filatov A.L. // Zh. Tekh. Fiz. 1992. Vol. 62. P. 180.
- [6] Миргородский В.И., Новичихин Е.В., Сабликов В.А. и др. // ЖТФ. 1994. Т. 64. Вып. 1. С. 174–179.
- [7] Jellison G.E., Jr., Burke H.H. // J. Appl. Phys. 1986. Vol. 60. N 2. P. 841.
- [8] Dash W.C., Newman R. // Phys. Rev. 1955. Vol. 99. N 4.
 P. 1151–1155.
- [9] Григорьев И.В., Мейлихов Е.З. // Физические величины. Справочник. М.: Энергоиздат, 1991. 1232 с.
- [10] Кикоин И.К. // Таблицы физических величин. Справочник. М.: Атомиздат, 1976. 1006 с.
- [11] Olmstead M., Amer N., Kohn S. et al. // Appl. Phys. A. 1983. Vol. 32. P. 141–154.