

УДК 621.318

# ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МОНОКРИСТАЛЛОВ И ЗАГОТОВОК НА ИХ ОСНОВЕ СТАНДАРТНЫМИ ОБРАЗЦАМИ ПРЕДПРИЯТИЯ

© 2013 г. М. Б. Быкова, Ж. А. Гореева, И. С. Диденко,  
Н. С. Козлова, В. В. Сидорин\*

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,  
\*МГТУ МИРЭА

Эффективность метрологического контроля, а в итоге достоверность получаемых результатов напрямую связаны с уровнем обеспечения лаборатории стандартными образцами (СО). В области измерений параметров оптических монокристаллов и заготовок на их основе существует дефицит государственных стандартных образцов, а также промышленно производимых стандартных образцов. Поэтому для данной области исследований целесообразно и эффективно разрабатывать и применять стандартные образцы предприятия (СОП). Рассмотрен опыт разработки и применения стандартных образцов предприятия, предназначенных для контроля стабильности и обеспечения прослеживаемости измерений параметров оптических монокристаллов и заготовок на их основе, в аккредитованной межфакультетской учебно-испытательной лаборатории полупроводниковых материалов и диэлектриков «Монокристаллы и заготовки на их основе» Национального исследовательского технологического университета «МИСиС».

**Ключевые слова:** стандартный образец, прослеживаемость, обеспечение единства измерений, испытательная лаборатория, методика измерений, оптические свойства, монокристаллы.

## Введение

В настоящее время в научных и испытательных лабораториях используют сложное высокоточное оборудование. Для метрологически корректных измерений и дальнейшей достоверной интерпретации полученных результатов необходимо наличие следующего:

- поверенного или калиброванного оборудования;
- стандартных образцов;
- аттестованных методик измерений.

Ниже рассмотрены вопросы разработки и применения стандартных образцов в аккредитованной испытательной лаборатории.

Роль стандартных образцов для обеспечения единства измерений, метрологической прослеживаемости, сопоставимости результатов измерений в испытательных лабораториях трудно переоценить. Эффективность метрологического контроля, а в итоге достоверность получаемых результатов напрямую связаны с уровнем обеспечения лабораторий стандартными образцами. Важное значение имеет и обоснованность методических приемов (способов) применения стандартных образцов.

Развитие лазерной техники и телекоммуникационных систем определяется возможностями тех материалов, на основе которых создаются квантовые генераторы, системы управления лазерным лучом, приборы микро- и акустоэлектро-

ники. Одной из важнейших групп таких материалов являются оптические монокристаллы.

Применение монокристаллов в квантовой, акусто-, микро- и наноэлектронике обуславливает целый ряд жестких требований как к самим кристаллам, так и к кристаллическим элементам. Однако в настоящее время методики определения важнейших параметров этих материалов в большинстве не аттестованы, что не позволяет проводить обоснованно достоверные испытания кристаллических элементов.

При аттестации методик измерений необходимо доказать возможность получения достоверных результатов измерений и обеспечить прослеживаемость результатов измерений до эталонов в соответствии с требованиями Федерального закона «Об обеспечении единства измерений» [1]. Прослеживаемость — свойство эталона единицы величины или средства измерений, заключающееся в документально подтвержденном установлении их связи с государственным первичным эталоном соответствующей единицы величины посредством сличения эталонов единиц величин, поверки/калибровки средств измерений [1]. Для этих целей используют стандартные образцы.

Стандартный образец (стандартный образец состава или свойств вещества (материала)) — средство измерений в виде определенного количества вещества или материала, предназначенное для воспроизведе-

дения и хранения размеров величин, характеризующих состав или свойства этого вещества (материала), значения которых установлены в результате метрологической аттестации, используемое для передачи размера единицы при поверке/калибровке, градуировке средств измерений, аттестации методик выполнения измерений и утвержденное в качестве стандартного образца в установленном порядке [2].

Стандартные образцы, в зависимости от их уровня признания (утверждения) и области применения, подразделяются на следующие категории [2]:

- межгосударственные стандартные образцы (МСО);
- государственные (национальные) стандартные образцы (ГСО);
- отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия.

Стандартный образец предприятия (СОП) — стандартный образец, утвержденный руководителем предприятия (организации) и применяемый в соответствии с требованиями нормативных документов (НД) предприятия (организации), утвердившего СО [2].

В НИТУ «МИСиС» более десяти лет действует межкафедральная учебно-испытательная лаборатория полупроводниковых материалов и диэлектриков «Монокристаллы и заготовки на их основе» (ИЛМЗ), область аккредитации которой включает в себя определение свойств оптических материалов и заготовок на их основе, а также измерение геометрических размеров заготовок.

Основными объектами испытаний ИЛМЗ в соответствии с областью аккредитации являются: оптические материалы, используемые для генерации и преобразования лазерного излучения и проходной оптики, акустооптические материалы, заготовки для электрооптических элементов, заготовки в виде пластин для изделий микро- и нанoeлектроники.

Область аккредитации ИЛМЗ, используемые методики измерений, дефицит государственных стандартных образцов, а также промышленно производимых стандартных образцов для данной области исследований обуславливают необходимость разработки и аттестации СОП.

Общие требования к СОП — их аттестуемые характеристики должны быть проанализированы независимыми методами, стабильны во времени, устойчивы

к воздействию окружающей среды, однородны, прослеживаемы до эталонов. Конкретные требования к каждому СОП при разработке устанавливаются в техническом задании на СОП.

### Цели применения стандартных образцов предприятия в испытательной лаборатории

Стандартные образцы предназначены для применения в системе обеспечения единства измерений со следующими целями [2]:

- поверка/калибровка, градуировка средств измерений, а также контроль метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа;
- метрологическая аттестация методик измерений (МВИ);
- контроль погрешностей МВИ в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами, а также для других видов метрологического контроля;
- прослеживаемость и обеспечение единства измерений;
- контроль стабильности и точности результатов измерений (в соответствии с алгоритмами, установленными в методиках измерений [2] с применением контрольных карт Шухарта [3]);

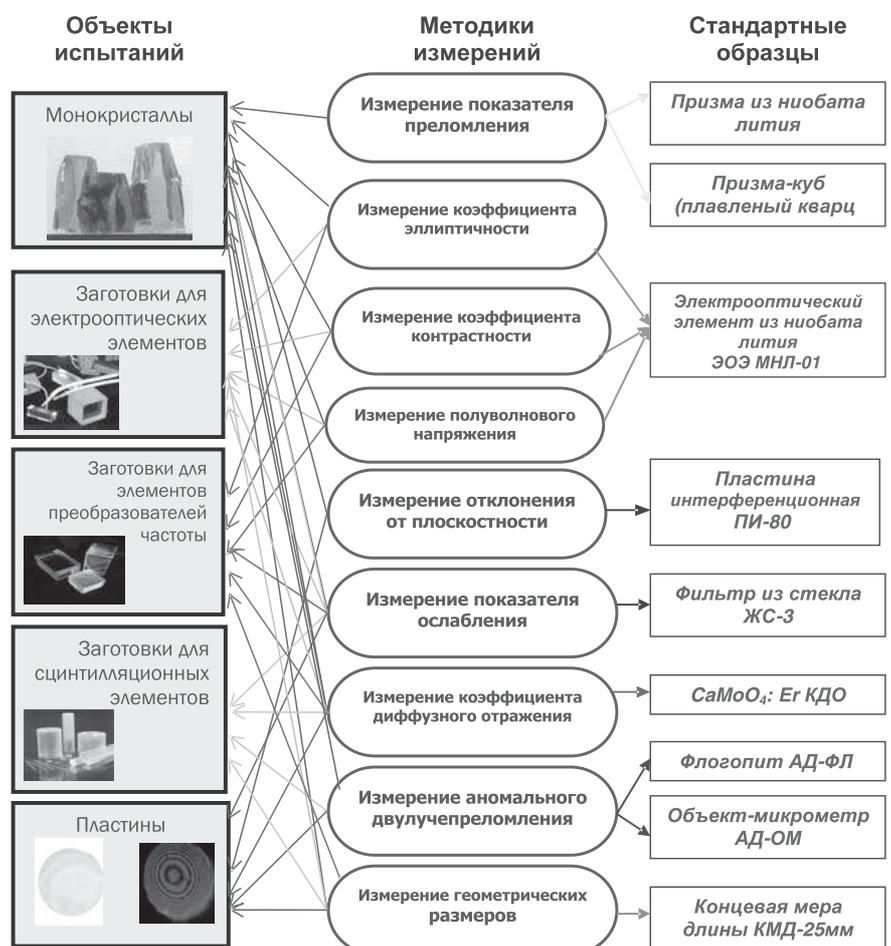


Рис. 1. Обеспеченность МВИ ИЛМЗ стандартными образцами предприятия

- разработка новых МВИ;
- решение спорных вопросов при возникновении претензий заказчиков к результатам измерений.

### Результаты и их обсуждение

Порядок разработки и метрологической аттестации СОП в НИТУ «МИСиС» полностью соответствует требованиям ГОСТ 8.315–97 [2] и к проведению испытаний по установлению метрологических характеристик СОП: статистическая обработка полученных данных в соответствии с Р 50.2.058–2007 [4], составление отчета об установлении аттестованного значения и исчислении составляющих неопределенности аттестованного значения СОП, утверждение СОП руководством организации и регистрация во внутреннем реестре ИЛМЗ.

С целью обеспечения прослеживаемости результатов измерений все СОП проходят первичную аттестацию в компетентных организациях Росстандарта РФ.

Методики измерений, используемые в ИЛМЗ, представлены на рис. 1. Для обеспечения достоверности и контроля стабильности измерений, проводимых в ИЛМЗ, разработаны СОП для всех методик. В связи с необходимостью прослеживаемости единиц измерения аттестованной характеристики для ряда методик были разработаны несколько СОП. Обеспеченность МВИ ИЛМЗ стандартными образцами предприятия также представлена на рис. 1.

Многолетний опыт работы со стандартными образцами позволил оценить стабильность параметров СОП во времени. При оценивании срока годности СОП необходимо проводить измерения в течение периода времени, равного половине предполагаемого срока годности. Таким образом, при установлении факта стабильности аттестуемой характеристики образцов в течении 10 лет, срок годности СОП определяется как  $T = 20$  лет.

В качестве примера приведены данные по шести из двенадцати СОП, используемых в ИЛМЗ.

1. Для методик по измерению электрооптических параметров (статическое полуволновое напряжение (ПН), коэффициент эллиптичности (КЭ) и коэффициент контрастности (КК)) пучка лазерного излучения, прошедшего через оптический элемент, применяется один и тот же СОП (СОП МНЛ–01) — электрооптический элемент из ниобата лития ( $\text{LiNbO}_3$ ).

СОП МНЛ–01 представляет собой кристаллический элемент из метаниобата лития с просветляющими покрытиями на входной и выходной гранях, снабженный электродами, выводами, залитый компаундом (см. рис. 1) в соответствии с техническими условиями 3.975.045 ТУ.

Сегнетоэлектрические монокристаллы  $\text{LiNbO}_3$ , обладая уникальными фотоупругими, пьезоэлек-

трическими, высокими нелинейно–оптическими характеристиками в комбинации с хорошими механическими свойствами, широким диапазоном пропускания и химической стабильностью, используются в современной электрооптике в лазерах для генерации второй гармоники, в качестве электрооптических элементов для затворов и других устройств управления лазерным лучом. С помощью электрооптического элемента МНЛ–01 можно определять несколько электрооптических характеристик, что и позволило использовать один СОП для трех МВИ.

2. Для методики измерения показателя преломления в видимой области спектра гониометрическим методом (МВИ ПП/99) были разработаны два СОП. Необходимость использования двух СОП для данной методики связана со спецификой измерений показателя преломления гониометрическим методом. Гониометрический метод основан на измерении углов (преломляющего угла призмы  $\Theta$  и угла наименьшего отклонения  $\epsilon_\lambda$ ), а показатель преломления  $n(\lambda)$  определяется косвенным путем по формуле

$$n(\lambda) = \frac{\sin \frac{\Theta + \epsilon_\lambda}{2}}{\sin \frac{\Theta}{2}}.$$

Следовательно, основными измеряемыми характеристиками являются углы.

Стандартный образец предприятия показателя преломления (СОП ПП) представляет собой призму, изготовленную из монокристалла ниобата лития, грани–основания которой перпендикулярны к оптической оси кристалла, что позволяет измерять главные показатели преломления  $N_o$  и  $N_e$ . Ниобат лития — широко распространенный, с хорошо отработанной технологией получения монокристалл, который является оптически отрицательным одноосным кристаллом с известными значениями показателя преломления  $N_o$  и  $N_e$ . Пироэлектрические свойства ниобата лития слабо (в пределах допустимой погрешности) влияют на стабильность аттестованного значения показателя преломления, что установлено путем метрологической аттестации.

С целью прослеживаемости измерений угловых величин к государственному первичному эталону (ГПЭ) единицы плоского угла ГПЭ (Госреестр ГЭТ 22–80) аттестован СОП преломляющего угла призмы (СОП УП), который представляет собой промышленно изготовленную призму–куб из плавленого кварца.

3. Для вновь разработанной МВИ коэффициента диффузного отражения и пропускания методом спектрофотометрии (КДОиП) на спектрофотометре Cary 5000 с фотометрической приставкой DRA 2500 [5] был разработан СОП диффузного отражения (СОП КДО).

СОП КДО представляет собой шлифованную пластину из монокристалла  $\text{CaMoO}_4 : \text{Er}$  с атте-

стованными характеристиками: длина волны пика диффузного отражения и коэффициент диффузного отражения (см. рис. 1). Аттестованные значения диффузного отражения ( $R$ ) диапазона 0—1 отн. ед. и точности установки длины волны ( $\lambda$ ) прослеживаемы к ГПЭ коэффициентов диффузного и зеркального отражения в диапазоне длин волн 0,2—2,5 мкм (Госреестр ГЭТ 156–91) и государственному первичному специальному эталону единицы длины для спектроскопии (Госреестр ГЭТ 47–79).

Использование монокристалла  $\text{CaMoO}_4 : \text{Er}$  обусловлено тем, что эрбий имеет характерные узкие полосы, что удобно для контроля точности установки длин волн.

4. Для контроля качества оптических материалов, обеспечения контроля стабильности и прослеживаемости результатов измерений в соот-

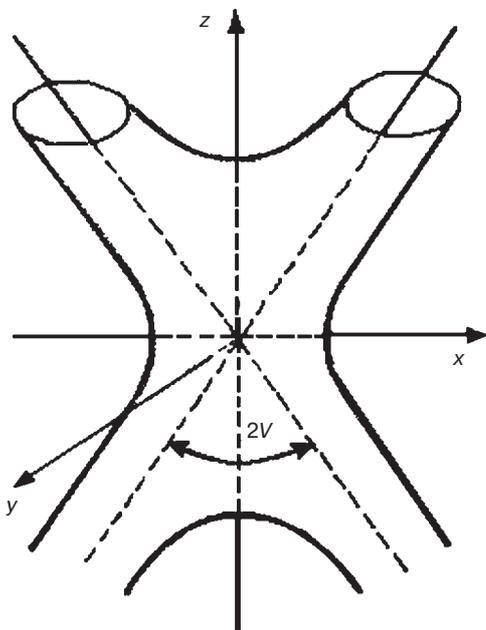


Рис. 2. Изохроматическая поверхность (геометрическое место точек, соответствующее одинаковой разности фаз) двуосного кристалла [7]

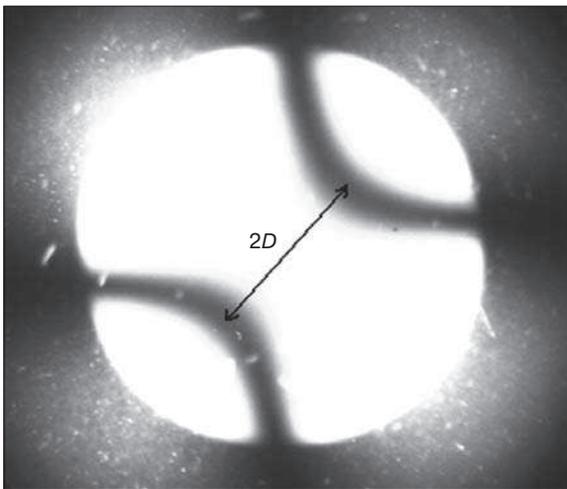


Рис. 3. Измеряемое расстояние  $2D$  между выходами оптических осей образца из флогопита

ветствии с МВИ аномального двулучепреломления ( $N_1 - N_2$ ) в оптических материалах поляризационно-оптическим методом коноскопии (Малляра) на микроскопе Axio Imager M1m (МВИ АДП/11) был разработан СОП аномального двулучепреломления (СОП АД–ФЛ).

Для оценки величины аномального двулучепреломления ( $N_1 - N_2$ ) в оптических материалах в данной методике используется поляризационно-оптический метод коноскопии (метод Малляра), который основан на определении угла между оптическими осями кристаллов ( $2V$ ), в соответствии с законом Малляра [6, 7].

При возникновении аномальной двуосности в кристалле по коноскопической картине можно количественно оценить аномальную двуосность, определив угол  $2V$  между оптическими осями. Для этого необходимо провести измерения расстояния ( $2D$ ) между вершинами гипербола (выходами оптических осей) (рис. 2).

Угол  $2V$  между оптическими осями кристалла определяется с помощью формулы Малляра

$$\sin V = \frac{KD}{Nm},$$

где  $K$  — постоянная Малляра для соответствующей оптической системы, которая предварительно определяется с использованием образца с известным углом  $2V$ ;  $N_m$  — средний показатель преломления для двуосных кристаллов;  $D$  — половина расстояния между выходами оптических осей (вершинами гипербола).

Расстояние  $2D$  определяется между вершинами гипербола, т. е. между выходами оптических осей. Измеряемое расстояние  $2D$  изображено на рис. 3.

Аномальное двулучепреломление ( $N_1 - N_2$ ) оптических кристаллов [6], отличающееся по величине и физическому смыслу от собственного двулучепреломления, определяется в соответствии со следующим выражением:

$$(N_1 - N_2) = (N_g - N_p) \sin^2 V,$$

где  $N_1, N_2$  — показатели преломления двух распространяющихся в кристалле волн;  $N_g$  — значение наибольшего показателя преломления для двуосных кристаллов (для одноосных кристаллов  $N_g = N_o$ , где  $N_o$  — средний показатель преломления обыкновенной волны для кристалла);  $N_p$  — значение наименьшего показателя преломления для двуосных кристаллов (для одноосных кристаллов  $N_p = N_e$ , где  $N_e$  — средний показатель преломления необыкновенной волны для кристалла);  $V$  — угол между оптической осью и острой биссектрисой.

Для оценки постоянной Малляра оптической системы средства измерения, используемого для определения двулучепреломления в ИЛМЗ (микроскоп Axio Imager M1m), использовали образец флого-

пита с известной величиной  $2V$ , ранее определенной в другой организации. На основании установленной постоянной Малляра оптической системы микроскопа Axio Imager M1m был разработан СОП АД–ФЛ, который представляет собой пластину из природного двуосного отрицательного кристалла флогопита ( $K_2O \cdot 6MgO \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2 \cdot 2H_2O$ ), вырезанную перпендикулярно к направлению  $[010]$ .

Так как аномальное двулучепреломление определяется косвенным путем по измерениям линейных величин (расстояния  $2D$ ), для прослеживаемости измерений к эталону единицы длины — метра (Госреестр ГЭТ 2–2010) был аттестован стандартный образец линейных размеров (СОП АД–ОМ). СОП АД–ОМ представляет собой объект–микрометр типа ОМП (изготовитель ОАО «ЛОМО») с пределом измерения 0–1 мм.

### Заключение

Рассмотрен подход к выбору и применению СОП в испытательной лаборатории, имеющей успешный десятилетний опыт работы со стандартными образцами.

Показано, что каждая методика в зависимости от специфики измерений требует индивидуального подхода к выбору и разработке стандартных образцов.

Опыт применения СОП в деятельности аккредитованной испытательной лаборатории свидетельствует, что стандартные образцы предприятия имеют исключительно важное значение для обеспечения единства, сопоставимости, метрологической прослеживаемости результатов измерений в рамках научных исследований, при контроле качества объектов испытаний, разработке новых МВИ и юстировке оборудования при смене режимов работы.

### Библиографический список

1. Федеральный закон от 26.06.2008 № 102–ФЗ. Об обеспечении единства измерений // Российская Газета. – Фед. вып. № 4697. – 2008. – 2 июля.
2. ГОСТ 8.315–97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения. – Минск : ИПК Издательство стандартов, 1998. – 26 с.
3. ГОСТ Р ИСО 5725–6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 6. Использование значений точности на практике. – М. : Госстандарт России, 2002. – 42 с.
4. Р 50.2.058–2007 ГСИ. Оценивание неопределенностей аттестованных значений стандартных образцов. – М. : Стандартинформ, 2008. – 27 с.
5. Козлова, Н. С. Возможности спектроскопии диффузного отражения света для исследования материалов / Н. С. Козлова, Н. А. Симинел // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2012. – Т. 78, № 8. – С. 37–40.
6. Меланхолин, Н. М. Методы исследования оптических свойств кристаллов / Н. М. Меланхолин. – М. : Наука, 1969. – 155 с.
7. Константинова, А. Ф. Оптические свойства кристаллов / А. Ф. Константинова, Б. Н. Гречушников, Б. В. Бокуть.– Мн. : Наука и техника, 1995. – 302 с.



**МИСИС**  
ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ДОМ

НАШ КНИЖНЫЙ

**Адрес:** Ленинский проспект, д. 4, главный корпус МИСИС, цокольный этаж.  
**Тел.:** (495) 638-44-28,  
(495) 638-45-31

## В МИСИС открылся современный книжный магазин

В магазине представлены: научная, учебная и учебно-методическая литература, выпускаемая Издательским Домом МИСИС, в том числе следующие издания:

**Блистанов А. А.** Кристаллы квантовой и нелинейной оптики. – М. : • МИСИС •, 2007. – 432 с., ISBN 978-5-87623-182-6.  
Рассмотрены особенности получения, структура, дефекты и свойства кристаллов, используемых в лазерной, нелинейной и акустооптике.

**Горелик С. С., Дашевский М. Я.** Материаловедение полупроводников и диэлектриков. 2-ое издание, переработаное и доп. – М. : • МИСИС •, 2003. – 480 с., ISBN 5-87623-018-7.  
Рассмотрены свойства различных полупроводниковых и диэлектрических материалов и частично металлов, используемых в твердотельной электронике.

**Кожитов Л. В., Косушкин В. Г., Крапухин В. В., Пархоменко Ю. Н.** Технология материалов микро- и наноэлектроники. – М. : • МИСИС •, 2007. – 544 с., ISBN 978-5-87623-132-7.  
Книга предназначена для широкого круга научных и инженерно-технических работников, специализирующихся в области получения и исследования материалов микро- и наноэлектроники.

Книги можно приобрести за наличный и безналичный расчет.

Реклама