

УДК 536.521
EDN: OESFQQ

PACS: 07.20.Ka

Оптоволоконный пирометрический сенсор средневолнового ИК-диапазона для исследования термоэлектрических эффектов в сегнетоэлектрических и полупроводниковых структурах

*Р. С. Пассет, Л. Н. Бутвина, А. Ф. Вакуленко, Г. А. Гаврилов,
А. А. Капралов, А. Ю. Молоков, Г. Ю. Сотникова*

Представлен оптоволоконный температурный сенсор (пирометр) средневолнового ИК-диапазона, предназначенный для контроля динамики изменения температуры образцов сегнетоэлектрических материалов и полупроводниковых структур малых объемов. Устройство обеспечивает детектирование теплового излучения участка поверхности объекта диаметром до 1 мм с разрешением не хуже ± 50 мК и быстродействием до 1 мс в диапазоне температур 20–200 °С в том числе непосредственно в области лазерного термоволнового воздействия. Эффективность устройства продемонстрирована на примерах его использования для исследования термоэлектрических эффектов в сегнетоэлектрических и полупроводниковых структурах. Совокупность полученных характеристик обеспечивается использованием последних достижений отечественной элементной базы фотоники – неохлаждаемого спектрально селективного ИК-фотодиода, чувствительного в узкой спектральной области $4,2 \pm 0,25$ мкм (разработка ФТИ им. А. Ф. Иоффе РАН) и оптоволоконной схемы доставки теплового излучения на основе ИК-оптоволокна с высоким коэффициентом пропускания в области 3–12 мкм (разработка НЦВО РАН им. Е. М. Дианова).

Ключевые слова: MWIR – температурный сенсор; микроструктурированное ИК-оптоволокно; термоэлектрический эффект; электрокалорический эффект.

DOI: 10.51368/1996-0948-2024-6-74-80

Введение

В экспериментах, связанных с изучением термоэлектрических эффектов в материалах и структурах на их основе, точность и досто-

верность их количественной оценки определяется методом измерения и характеристиками температурного сенсора: быстродействием, чувствительностью, инерционностью, зависимостью показаний от условий теплообмена

Пассет Ростислав Сергеевич¹, лаборант.
E-mail: rostislav.passet@mail.ru
Бутвина Леонид Николаевич², с.н.с., к.ф.-м.н.
Вакуленко Александр Феликсович³, ст. преп., к.ф.-м.н.
Гаврилов Геннадий Андреевич¹, с.н.с., к.ф.-м.н.
Капралов Александр Анатольевич¹, н.с.
Молоков Антон Юрьевич¹, аспирант, м.н.с.
Сотникова Галина Юрьевна¹, с.н.с., к.ф.-м.н.
E-mail: gga_holo@mail.ru

¹ ФТИ им. А. Ф. Иоффе.
Россия, 194021, Санкт-Петербург,
ул. Политехническая, 26.

² Институт общей физики им. А. М. Прохорова
Российской академии наук,

Научный центр волоконной оптики им. Е. М. Дианова.
Россия, 119991, Москва, ул. Вавилова, 38.

³ Санкт-Петербургский государственный
политехнический университет им. Петра Великого.
Россия, 195251, Санкт-Петербург,
ул. Политехническая, 29.

Статья поступила в редакцию 16.07.2024

После доработки 19.09.2024

Принята к публикации 12.12.2024

Шифр научной специальности: 2.2.6

© Пассет Р. С., Бутвина Л. Н., Вакуленко А. Ф.,
Гаврилов Г. А., Капралов А. А., Молоков А. Ю.,
Сотникова Г. Ю., 2024

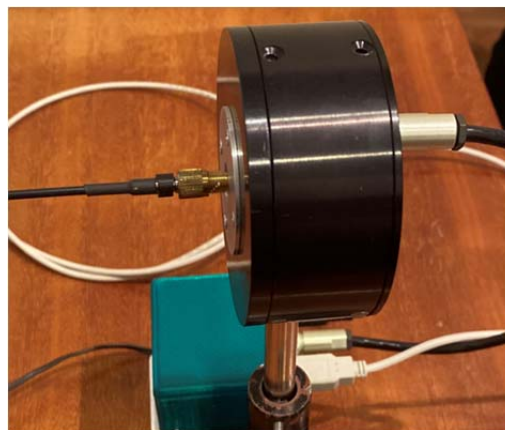
с окружающей средой, возможностью детектирования температуры в труднодоступных местах, на локальных участках объектов малых размеров и при различном характере внешнего воздействия, включая лазерное тепловое воздействие большой мощности. Ранее [1] нами были продемонстрированы основные конкурентные преимущества и новые измерительные возможности пирометрии, связанные с использованием неохлаждаемых иммерсионных средневолновых ИК (Middle Wave Infrared, MWIR) фотодиодов на основе InAs и InAsSb гетероструктур, разработанных в ФТИ им. А. Ф. Иоффе [2] и выпускаемых малым предприятием ООО «ИоффеЛЕД» (Санкт-Петербург, Россия, www.ioffeled.ru). В частности, высокая чувствительность, отсутствие инерционности и нечувствительность к лазерному излучению с длиной волны менее 1 мкм MWIR фотодиода типа PD42Sr ($\lambda = 4,15 \pm 0,25$ мкм) позволили совместить лазерные термоволновые методики (Laser Intensity Modulation Method, LIMM) и прямой метод бесконтактного контроля температуры для количественной оценки пироэлектрического эффекта. Экспериментально полученная точность определения пирокоэффициента материала – единицы процентов от измеряемой величины – в широком диапазоне его значений от единиц $\text{пКл}\cdot\text{см}^{-2}\cdot\text{К}^{-1}$ до десятков $\text{мкКл}\cdot\text{см}^{-2}\cdot\text{К}^{-1}$ являются рекордными параметрами для экспериментальных исследований пироэлектрического эффекта в сегнетоэлектрических материалах [3].

Целью данной работы являлось расширение измерительных возможностей MWIR пирометрического сенсора для исследований электрокалорического эффекта в перспективных сегнетоэлектрических материалах [4, 5] а также тепловых эффектов в многоэлементных полупроводниковых структурах ИК-диапазона [6]. Основные задачи – уменьшение области измерения температуры до субмиллиметровых размеров и обеспечение возможности температурных измерений на объектах в отсутствии прямой видимости, в том числе, в вакуумных камерах рентгеновских установок [7] при сохранении высокой точности и быстроты действия температурных измерений. Особенности проведения подобных экспериментов, связанные с защитой оператора от

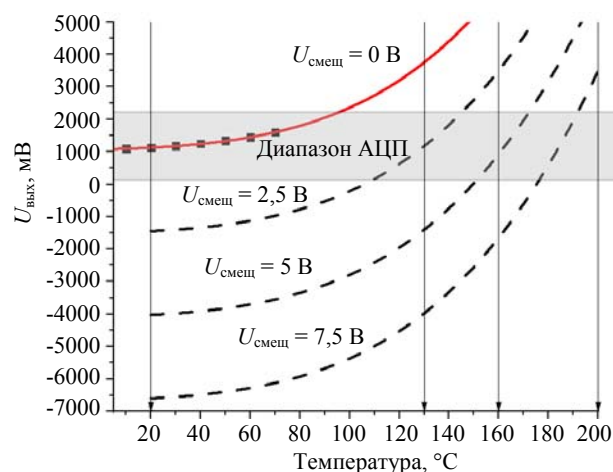
рентгеновского излучения, подвижностью гониометра с образцом и отсутствием прямой видимости объекта, позволяют реализовать пирометрические методы измерений температуры только с использованием волоконной оптики (ОВ).

Оптоволоконный MWIR пирометрический сенсор

На фотографии рисунка 1а представлен оптоволоконный пирометрический сенсор на основе неохлаждаемого MWIR фотодиода типа PD42Sr ($\lambda = 4,2 \pm 0,25$ мкм), разработанный для контроля температуры мелких кристаллов в рентгеновской дифрактометрической системе SuperNova (Москва, ООО «Техноинфо», technoinfo.ru)



а)



б)

Рис. 1. Внешний вид (а) и передаточная характеристика MWIR-оптоволоконного пирометрического сенсора (б) при различных уровнях смещения. Точки – экспериментальные значения, полученные при градуировке сенсора на модель АЧТ

Особенностью температурных измерений в дифрактометрической системе SuperNova является возможность определять атомную структуру вещества, включающую в себя пространственную группу элементарной ячейки, ее размеры и форму, определить группу симметрии кристалла, а также провести измерение электрокалорического эффекта таких материалов в наиболее интересной для исследований области вблизи морфотропной границы фазового перехода. Для доставки теплового излучения от объекта использовалось микроструктурированное оболочечное оптоволокно (ОВ) на основе кристаллов галогенидов серебра (75AgBr-25 AgCl/50AgBr-50AgCl), оптимизированного для диапазона спектра 2–10 мкм [8]. Защитная оболочка из полимерной трубки РЕЕК обеспечивает длительную стабильность основных оптико-механических характеристик волокна:

- диаметр сердцевины 200–900 мкм;
- диаметр оболочки 500–1000 мкм;
- оптические потери 0,2 дБ/м ($\lambda = 10,6$ мкм);
- числовая апертура 0,2–0,5;
- показатель преломления 2,17;
- радиус упругого изгиба 100*диаметров волокна;
- температурный диапазон стабильной работы 77–400 К.

В разработанном пирометрическом сенсоре использовалось ОВ кабель длиной 1 м (или 2 отрезка по 0,5 м) с диаметром светопроводящей сердцевины 750 мкм и оболочкой РЕЕК диаметром 2 мм. Спектры оптического пропускания ИК ОВ различной длины представлены на рисунке 2 (приведены без френелевского отражения на торцах).

Экспериментально измеренное суммарное значение коэффициента пропускания с учетом френелевского отражения ОВ в области 4 мкм на длине 1 м составило $\tau = 0,5$. С обеих сторон ОВ кабелей установлены разъемы типа SMA-905, позволяющие осуществить его согласование со входом пирометрического сенсора, объектом измерения, а также, при необходимости, осуществлять стыковку отрезков ОВ на входе в вакуумную камеру рентгеновского дифрактометра.

Для расчета истинной температуры объекта сенсор сопровождается градуировочной

характеристикой на эталонный объект (модель абсолютно черного тела, АЧТ), алгоритмами градуировки и калибровки на реальный объект, а также методиками расчета температуры объекта в различных режимах измерения.

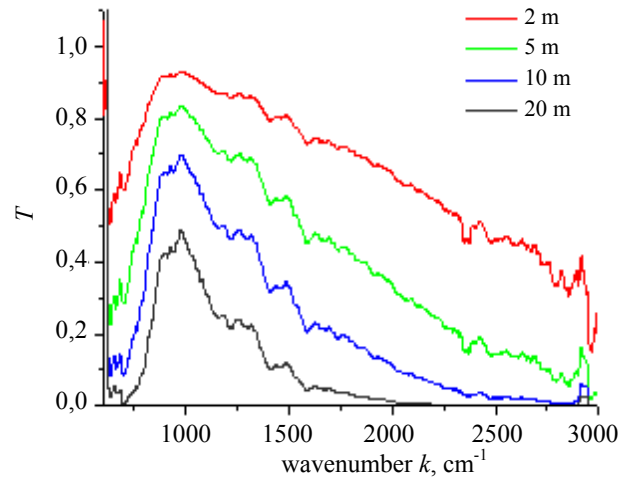


Рис. 2. Спектр оптического пропускания в ИК-оптоволокне с улучшенной структурой

Аналоговая часть схемы детектирования и усиления сигнала пирометрического сенсора содержит 3 усилительных каскада с коэффициентами усиления $k_1 = 2e4$ (выполнен на микросхеме малошумящего операционного усилителя (ОУ) типа ADA4897-1, расположенном в непосредственной близости с чипом ФД) $k_2 = 8,1$ и $k_3 = 52$. Между 2 и 3 усилительными каскадами выполнена схема, позволяющая вводить дополнительное смещение, необходимое для возможности дальнейшего усиления. Суммарное усиление тока ФД составляет $8,425e6$, что позволяет обеспечить чувствительность сенсора на уровне $\pm 0,05$ °С при измерениях температуры от 20 °С для образцов с линейными размерами до единиц мм, потерях в оптической схеме сенсора до 25 дБ и быстродействию до единиц миллисекунд.

В настоящем макете пирометрического сенсора цифровая часть выполнена на микроконтроллере (МК) ADuC7026. Для обеспечения требуемого усиления в электрической схеме пирометра предусмотрено смещение, $U_{смещ}$, которое формируется 12-разрядным ЦАП, входящий в состав МК. Смещение позволяет в *on-line* режиме регулировать передаточную характеристику сенсора для согласо-

вания измеряемого сигнала ФД ($U_{\text{вых}}$) и диапазона входного сигнала 12-разрядного АЦП, также входящего в состав МК. Смещение передаточной функции сенсора, полученной при его начальной градуировке на модель АЧТ при $U_{\text{смещ}}=0$, приводит к существенному расширению диапазона измеряемых температур при сохранении высокой точности, что иллюстрируется рисунком 1б. Реализация цифровой части пирометра на микроконтроллере ADuC7026 обеспечивает быстродействие ~ 3 мс на отсчет. За это время происходит измерение сигнала ФД и передача данных о величинах $U_{\text{вых}}$ и $U_{\text{смещ}}$ для дальнейшей обработки и расчета значений температуры. Отметим, что пирометрический сенсор допускает подключение других вариантов исполнения цифровой части, в частности 16/24-разрядных АЦП, что упрощает алгоритм обработки сигнала, так как не требует введения дополнительного смещения.

Эксперимент

Значительный рост интереса к сегнетоэлектрическим материалам, обладающим значительным электрокалорическим эффектом (ЕСЕ), который проявляется в изменении температуры образца под действием электрического поля, связан с перспективами их использования в качестве систем охлаждения для элементов микроэлектроники [4]. Прогресс технологии микроэлектроники последних лет привел к появлению кристаллов с предельно высокими значениями плотности тока. При этом наблюдаемые в полупроводниковых структурах прямые и обратные термоэлектрические эффекты, связанные с протеканием токов и/или градиентом температуры по поверхности структуры, могут приводить к значительным помехам в их работе. Таким образом, исследование термоэлектрических эффектов в полупроводниковых структурах не теряет своей актуальности, а проблема отвода тепла является одной из самых важных для дальнейшего развития микроэлектроники.

Типичные значения величины ЕСЕ и регистрируемых термоэлектрических эффектов в большинстве сегнетоэлектрических и полупроводниковых материалах составляют доли градуса при характерных временах отклика доли миллисекунд [3, 5, 6]. Указанные эффекты обычно исследуются на образцах материалов и структур малых объемов (включая тонкие слои) существенно зависят от температуры, условий проведения эксперимента (в частности исследований, проводимых с использованием рентгеновской дифрактометрической, что исключает возможность применения контактных датчиков и требует использования прецизионных бесконтактных методов и средств контроля температуры. Очевидно, что наиболее объективные данные могут быть получены с использованием бесконтактных (радиационных) температурных датчиков, которые не вносят методических погрешностей, связанных с наличием дополнительного теплоотвода от образца, инерционностью и зависимостью показаний контактного датчика от условий теплообмена. Особенно это важно при исследовании образцов малых объемов и пленочных материалов.

Исследования электрокалорического эффекта

Целью эксперимента являлась демонстрация возможности измерения ЕСЕ в кристаллах PMN-PT вблизи фазового перехода, индуцированного внешним воздействием с использованием метода терморентгенографии.

На рисунке 3 приведены результаты эксперимента по регистрации ЕСЕ в кристалле PMN-PT размером 3×3 мм² в диапазоне температур 20–60 °С при его нагреве лазерным излучением с $\lambda = 0,98$ мкм. Экспериментально подтвержденная точность измерения температуры в рассмотренной измерительной системе составляла 0,1 К в диапазоне температур объекта порядка 20 °С, 0,05 К при 100 °С и 0,01 К при температурах выше 100 °С при быстродействии сенсора 3 мс.

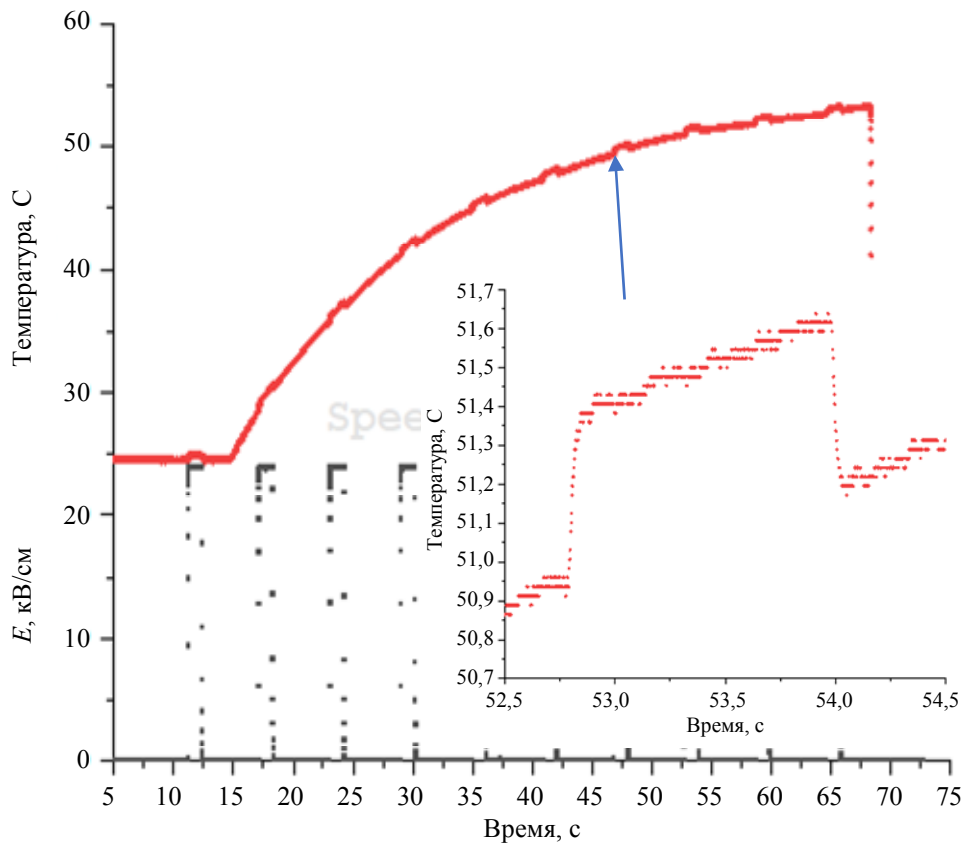


Рис. 3. Результаты эксперимента по регистрации электрокалорического эффекта в кристалле PMN-PT размером $3 \times 3 \text{ мм}^2$ в диапазоне температур $20\text{--}60 \text{ }^\circ\text{C}$ при нагреве лазерным излучением с $\lambda = 0,98 \text{ мкм}$

Регистрация термоиндуцированного тока в полупроводниковой структуре

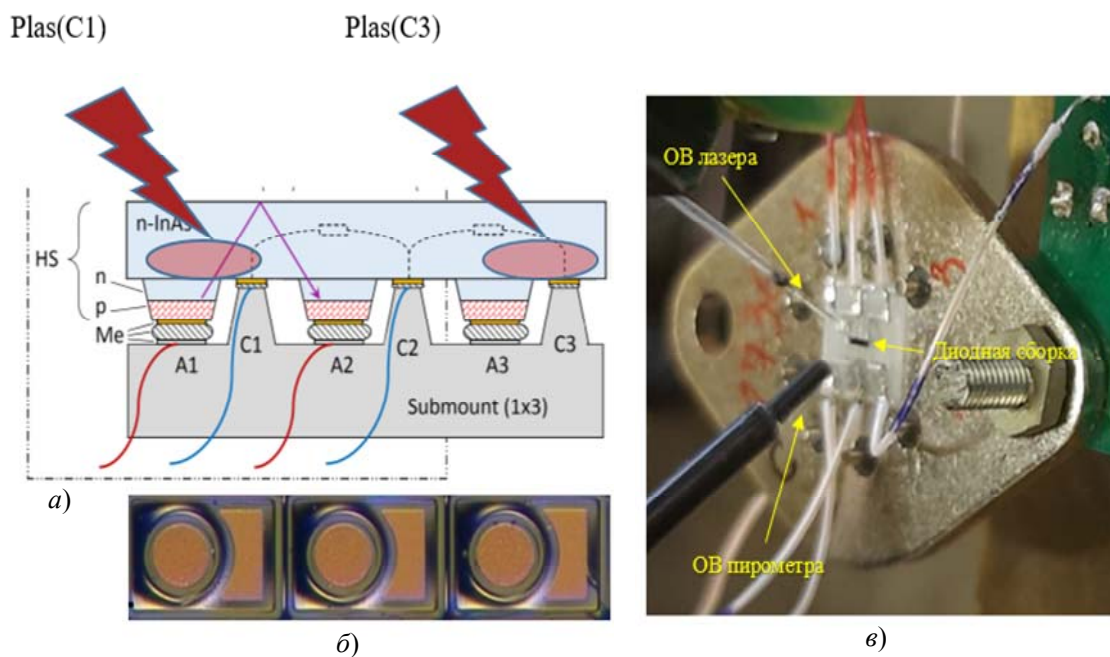
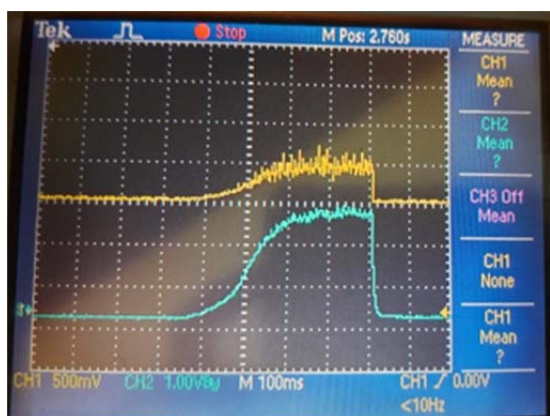


Рис. 4. Схема сечения а), фотография чипа (1x3) с эпитаксиальной стороны гетероструктуры (б) и взаимное расположение оптических волокон лазера, MWIR пирометрического сенсора и исследуемой полупроводниковой структуры б). A1, A2, A3 – аноды, C1, C2, C3 – катоды, Me – металлы (Au, припой), HS – гетероструктура, n – слой с электронным, p – слой с дырочным типом проводимости

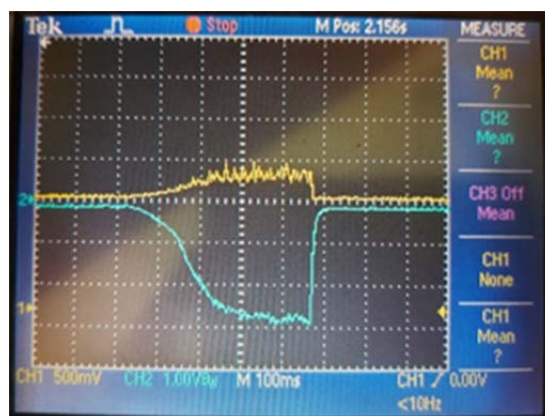
Локальный нагрев одного из контактов диодной структуры осуществлялся мощным импульсным полупроводниковым лазером с $\lambda = 0,98$ мкм (разработка ООО «Акутс», Санкт-Петербург, Россия) и оптоволоконным выводом излучения (кварцевое ОВ диаметром 400 мкм) и возможностью регулирования выходной мощности от 0,1 до 1,2 Вт.

В результате эксперимента было установлено, что при лазерном нагреве в области одного из контактов (С1 или С3) в структуре

возникает градиент температуры $\Delta t(C1-C3) \approx 1,5$ °С ($P_{las} = 0,1$ Вт). Это вызывает термоиндуцированный ток между контактами, который имеет одинаковую величину (0,28 мА), но различное направление в зависимости от направления градиента температуры. Соответствующие осциллограммы температурного и токового откликов исследуемой полупроводниковой структуры при различных режимах ее локального разогрева представлены на рисунке 5.



а)



б)

Рис. 5. Осциллограмма выходного сигнала пирометрического сенсора и тока $I(C1-C3)$ при нагреве $P_{las} = 0,1$ Вт области С1 а) и области С3 б) $\Delta t(C1-C3) \approx 1,5$ °С

Заключение

Представленные экспериментальные результаты наглядно демонстрируют возможности MWIR оптоволоконного пирометрического сенсора для создания наглядных и эффективных методик исследования термоэлектрических эффектов в сегнетоэлектрических и полупроводниковых структурах, отличающихся высоким быстродействием и чувствительностью в широком диапазоне изменения температуры.

Уникальные измерительные возможности разработанного сенсора обусловлены использованием современной отечественной элементной базы ИК-фотоники: квазимонохроматического неохлаждаемого ИК-фотодиода и микроструктурированного оболочечного световода на основе кристаллов галогенидов серебра, оптимизированных для MWIR диапазона спектра.

ЛИТЕРАТУРА

1. Сотникова Г. Ю., Александров С. А., Гаврилов Г. А. / Успехи прикладной физики. 2022. Т. 10. № 4. С. 389–391.
2. Il'inskaya N. D., Karandashev S. A., Lavrov A. A. et al. / Infrared Physics & Technology. 2018. Vol. 88. P. 223–227.
3. Sotnikova G. Yu., Gavrilov G. A., Kapralov A. A. et al. / Rev. Sci. Instrum. 2020. Vol. 91. № 1. P. 015119.
4. Meng Y., Pu J., Pei Q. / Joule. 2021. Vol. 5. № 4. P. 780–793.
5. Jiang C., Du J., Sun Y. et al. / Ceramics International. 2024. Vol. 50. № 7. Part B. P. 11609–11616.
6. Il'inskaya N. D., Karandashev S. A., Lukhmyrina T. S. / RSC Applied Interfaces. 2024. Vol. 1. P. 1031–1035.
7. Li Bo, Yang Bin, Zhang Hong et al. / Journal of Materiomics. 2023. Vol. 10. № 3. P. 624–631.
8. Butvina L. N., Sereda O. V., Butvina A. L. et al. / Quantum Electronics. 2009. Vol. 39. № 3. P. 283–286.
9. Karandashev S. A., Lukhmyrina T. S., Matveev B. A. et al. / Phys. Status Solidi A. 2022. Vol. 219. № 2. P. 2100456.

MWIR fiber optic pyrometric sensor for studying thermoelectric effects in ferroelectric and semiconductor structures

R. S. Passet¹, L. N. Butvina², A. F. Vakulenko³, G. A. Gavrilov¹,
A. A. Kapralov¹, A. Yu. Molokov¹ and G. Yu. Sotnikova¹

¹Ioffe Physico-Technical Institute
26 Polytechnicheskaya st., St. Petersburg, 194021, Russia

²Prokhorov General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences,
Dianov Fiber Optics Research Center
38 Vavilova st., Moscow, 119991, Russia

³Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University
29 Polytechnicheskaya st., St. Petersburg, 195251, Russia

Received 16.07.2024; revised 19.09.2024; accepted 12.12.2024

An MWIR fiber optic temperature sensor (pyrometer) is presented, designed to monitor the dynamics of temperature changes in samples of ferroelectric materials and small-volume semiconductor structures. The device provides detection of thermal radiation from a section of the surface of an object with a diameter of up to 1 mm with a resolution of no worse than ± 50 mK and a speed of up to 1 ms in the temperature range of 20–200 °C, including directly in the area of laser thermal wave action. The effectiveness of the device is demonstrated by examples of its use to study thermoelectric effects in ferroelectric and semiconductor structures. The set of obtained characteristics is ensured by the use of the latest achievements of the domestic photonics element base – an uncooled spectrally selective IR photodiode, sensitive in the narrow spectral region of 4.2 ± 0.25 μm (developed at the A. F. Ioffe Physicotechnical Institute of the Russian Academy of Sciences) and a fiber-optic circuit for delivering thermal radiation based on IR optical fiber with a high transmittance in the region of 3–12 μm (developed by the E. M. Dianov Scientific Center for Military Studies of the Russian Academy of Sciences).

Keywords: MWIR – temperature sensor; microstructured IR optical fiber; thermoelectric effect; electrocaloric effect.

REFERENCES

1. Sotnikova G. Yu., Alexanrov S. A. and Gavrilov G. A., Usp. Prikl. Fiz. (Advances in Applied Physics) **10** (4), 389–391 (2022) [in Russian].
2. Il'inskaya N. D., Karandashev S. A., Lavrov A. A. et al., Infrared Physics & Technology **88**, 223–227 (2018).
3. Sotnikova G. Yu., Gavrilov G. A., Kapralov A. A. et al., Rev. Sci. Instrum. **91** (1), 015119 (2020).
4. Meng Y., Pu J. and Pei Q., Joule **5** (4), 780–793 (2021).
5. Jiang C., Du J., Sun Y. et al., Ceramics International **50** (7), Part B, 11609–11616 (2024).
6. Il'inskaya N. D., Karandashev S. A. and Lukhmyrina T. S., RSC Applied Interfaces **1**, 1031–1035 (2024).
7. Li Bo, Yang Bin, Zhang Hong et al., Journal of Materiomics **10** (3), 624–631 (2023).
8. Butvina L. N., Sereda O. V., Butvina A. L. et al., Quantum Electronics **39** (3), 283–286 (2009).
9. Karandashev S. A., Lukhmyrina T. S., Matveev B. A. et al., Phys. Status Solidi A. **219** (2), 2100456 (2022).